



Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C.
Posgrado en Materiales Poliméricos

**EFFECTO DE LA INCORPORACIÓN DE FIBRAS DE HENEQUÉN SOBRE LAS
PROPIEDADES MECÁNICAS A FLEXIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO
ESPUMADO DE POLIURETANO**

Tesis que presenta
GLORIA ESTEFANI PECH CAN

En opción al título de

MAESTRO EN CIENCIAS
(MATERIALES POLIMÉRICOS)

Mérida, Yucatán, México, Septiembre 2021

Mérida, Yucatán, México, a septiembre del 2021

DECLARACIÓN DE PROPIEDAD

Declaro que la información contenida en la sección de Materiales y Métodos, los Resultados y Discusión de este documento proviene de las actividades de investigación 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 regirán 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.



Nombre: Gloria Estefani Pech Can

*CENTRO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA DE YUCATÁN, A. C.
POSGRADO EN CIENCIAS MATERIALES POLIMÉRICOS*



RECONOCIMIENTO

Por medio de la presente, hago constar que el trabajo de tesis de **Gloria Estefani Pech Can** titulado “**Efecto de la incorporación de fibras de henequén sobre las propiedades mecánicas a flexión de un material compuesto espumado de poliuretano**” fue realizado en la Unidad de Materiales, línea de investigación en Materiales Compuestos y Nanomateriales, del Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C., bajo la dirección del Dr. José Gonzalo Carrillo Baeza y codirección de Dr. Alex Valadez González, y pertenece al Programa de Posgrado en Materiales Poliméricos de este Centro.

Atentamente



**Dra. Cecilia Hernández Zepeda Directora
de Docencia**

Mérida, Yucatán, México, a 28 de junio de 2021.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el financiamiento económico otorgado con número de CVU: 947692.

Al laboratorio de Resinas-CICY por los espacios otorgados para la realización de las actividades del proyecto, así como al laboratorio de mecánica por las caracterizaciones de los materiales resultantes en este trabajo y en general a las instalaciones del CICY por ser parte de desarrollo de esta investigación.

A mi director de tesis, el Dr. José Gonzalo Carrillo Baeza y a mi co-director el Dr. Alex Valadez González por todo el apoyo brindado, disposición, dedicación y confianza durante mi estancia en este centro de investigación.

A los miembros del comité tutorial, el Dr. Emmanuel Alejandro Flores Johnson, al Dr. Eral Bele, por el tiempo y dedicación y sobre todo por sus aportaciones en este trabajo.

A los miembros del comité revisor, el Dr. Carlos Rolando Ríos Soberanis y al Dr. Emilio Pérez Pacheco, por su tiempo y dedicación.

Al Dr. Alejandro May Pat por su apoyo en la realización de las caracterizaciones mecánicas, al M.C. Francisco Koh por su tiempo y apoyo en la realización de este trabajo. Al M.C. Santiago Duarte por su apoyo en las pruebas de análisis SEM.

En general a todo el centro de investigación por la oportunidad de poder ejercer y aportar a la ciencia.

A mis compañeros de generación, por compartir esta gran experiencia, a mis amigas Ileana, Dunyansed y Silva por la confianza y la amistad construida a lo largo de este tiempo.

A los Ingenieros Alberto, Santiago y Lizbeth por la confianza y la amistad generada a lo largo de estos años.

DEDICATORIA

Al forjador de mi camino, a mi padre celestial, el que me acompaña y siempre me levanta de mi continuo tropiezo por este sendero que se llama vida.

A mis padres, Bernardo y María por ser siempre mis cómplices en mis aventuras, por apoyarme, por todo el amor y cariño que me han brindado a lo largo de mi vida, pero sobre todo a mi madre que gracias a su lucha incansable por sacar adelante a su familia es mi más preciado tesoro y mi mejor ejemplo a seguir, agradezco también a mi hermanito Miguel y así como a toda mi familia que me ha apoyado.

A mis segundos padres, Clara y Guadalupe quienes, a pesar de todas las circunstancias, siempre me han apoyado.

A todas las personas que han creído en mí y me han acompañado de este camino.

ÍNDICE DE CONTENIDO

| | |
|--|-----|
| ÍNDICE DE TABLAS | iii |
| ÍNDICE DE FIGURAS | iv |
| RESUMEN | vi |
| INTRODUCCIÓN | 1 |
| CAPÍTULO 1: ANTECEDENTES..... | 2 |
| 1.1 Materiales compuestos..... | 2 |
| 1.2 Materiales espumados..... | 3 |
| 1.2.1 Comportamiento de un material espumado a compresión | 4 |
| 1.3 Espuma de poliuretano..... | 5 |
| 1.4 Materiales compuestos reforzados con fibra natural | 5 |
| 1.4.1 Material compuesto espumado reforzado con fibra natural..... | 6 |
| 1.5 Fibras de henequén..... | 7 |
| 1.6 Caracterización mecánica de un material compuesto | 8 |
| 1.6.1 Unión interfacial fibra-matriz de un material compuesto..... | 9 |
| 1.6.2 Característica de los espumados..... | 10 |
| 1.6.3 Ensayos a flexión | 10 |
| 1.7 Caracterización mediante ensayos físico-químicos..... | 11 |
| 1.7.1 Análisis mediante ensayos de FTIR..... | 12 |
| 1.7.2 Análisis mediante ensayos SEM..... | 13 |
| HIPÓTESIS..... | 15 |
| OBJETIVO | 15 |

| | |
|--|----|
| OBJETIVOS ESPECÍFICOS | 15 |
| JUSTIFICACIÓN | 16 |
| CAPÍTULO 2: METODOLOGÍA | 17 |
| 2.1 Elaboración de espumados fibroreforzados | 18 |
| 2.2 Caracterización de la resistencia de la unión interfacial fibra-matriz | 20 |
| 2.3 Elaboración de las espumas de PU-F y su caracterización a compresión | 23 |
| 2.4 Elaboración de espumas de PU-F y caracterización a flexión..... | 25 |
| 2.5 Análisis de espectroscopia IR de las fibras de henequén y del PU espumado..... | 27 |
| 2.6 Análisis de la morfología del material..... | 27 |
| CAPÍTULO 3: RESULTADOS Y DISCUSIÓN | 28 |
| 3.1 Distribución de fibras en espumados | 28 |
| 3.2 Resultados de los ensayos de pull-out..... | 28 |
| 3.3 Resultados de los ensayos de compresión..... | 31 |
| 3.4 Resultado de los ensayos a flexión..... | 36 |
| 3.5 Características espectroscópicas de las fibras y del PU espumado..... | 40 |
| 3.6 Caracterización microscópica mediante SEM | 41 |
| CONCLUSIONES..... | 44 |
| RECOMENDACIONES | 46 |
| REFERENCIAS..... | 47 |

ÍNDICE DE TABLAS

| | |
|--|----|
| Tabla 1.1. Clasificación de las fibras, matrices y materiales compuestos [17,18]. | 2 |
| Tabla 1.2. Propiedades de fibras naturales [3,39]..... | 8 |
| Tabla 1.3 Técnicas para caracterizar materiales [55,56]..... | 12 |
| Tabla 3.1. Resultados obtenidos de muestras representativas evaluadas en los ensayos de pull-out. | 30 |
| Tabla 3.2. Valores de los resultados obtenidos en los ensayos a compresión de muestras con y sin fibra de henequén. | 35 |
| Tabla 3.3. Resultados obtenidos en los ensayos de flexión de muestras con y sin fibra de henequén. | 40 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| Figura 1.2. Planta de henequén, a) planta antes de ser procesada, b) fibras extraídas de las hojas de henequén [42]. | 7 |
| Figura 1.3. Espectro FTIR de las fibras con y sin tratamiento; cáscara de arroz sin tratamiento (RU), cáscara de arroz tratada (RT), sisal sin tratar (SU), sisal con tratamiento (ST), bagazo de caña de azúcar sin tratar (BU), bagazo de caña de azúcar tratadas (BT) [58]...... | 13 |
| Figura 1.4. Imágenes de las fibras sin tratamiento (a, b) [60]. | 14 |
| Figura 1.5. Imágenes de las fibras con tratamiento alcalino a diferentes concentraciones, a) 2.5%, b) 5% [60]...... | 14 |
| Figura 2.1. Esquema del proceso de la metodología para la elaboración y evaluación de muestras de PU fibroreforzadas..... | 17 |
| Figura 2.2. Teñido de las fibras de henequén..... | 18 |
| Figura 2.3. Elaboración de muestra de PU con fibras teñidas. | 19 |
| Figura 2.4. Representación de corte en dirección horizontal y vertical del PU espumado. | 20 |
| Figura 2.5. Representación de la prueba de pull-out | 21 |
| Figura 2.6. Moldes para la elaboración de muestras para ensayos de pull-out..... | 22 |
| Figura 2.7. Preparación de la muestra para prueba de pull-out. | 23 |
| Figura 2.8. Proceso de preparación del espumado con fibra..... | 24 |
| Figura 2.9. Molde empleado para la elaboración de probetas de compresión. | 24 |
| Figura 2.10. Ensayo a compresión de las muestras espumadas..... | 25 |
| Figura 2.11. Preparación de muestras para ensayos a flexión. | 26 |
| Figura 2.12. Ensayo de flexión a tres puntos..... | 27 |
| Figura 3.1. Distribución de las fibras en el interior del material espumado, a) corte horizontal, b) corte vertical..... | 28 |
| Figura 3.2. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos de pull-out de las muestras a diferentes densidades con longitudes embebidas de fibra de aproximadamente 10 mm. | 29 |
| Figura 3.3. Comportamiento de falla en arreglo fibra/matriz de probetas con diferentes densidades, sometidas a carga de tensión..... | 30 |

| | |
|---|----|
| Figura 3.4. Ejemplares de muestras elaboradas para los ensayos a compresión..... | 31 |
| Figura 3.5. Ensayo de compresión, a) muestra previa al ensayo, b) muestra ensayada..... | 32 |
| Figura 3.6. Curvas esfuerzo-deformación de las pruebas a compresión de muestras representativas con densidades similares a 100 Kg/cm ³ | 32 |
| Figura 3.7. Resistencia a compresión de los materiales de PU-F..... | 33 |
| Figura 3.8. Resiliencia de las probetas de compresión..... | 33 |
| Figura 3.9. Tenacidad de las probetas ensayadas a compresión. | 34 |
| Figura 3.10. Ejemplares de muestras elaboradas para los ensayos a flexión..... | 36 |
| Figura 3.11. Proceso del ensayo a flexión de las probetas espumadas de PU con fibras de henequén, a) inicio de la prueba, b) muestra con indicios de fractura, c) muestra fracturada, d) fibras expuestas, <i>post mortem</i> | 37 |
| Figura 3.12. Curvas representativas de esfuerzo-deformación de los ensayos a flexión de probetas de PU con diferentes porcentajes de fibra. | 38 |
| Figura 3.13. Resistencia a flexión de los materiales de PU y PU-F. | 38 |
| Figura 3.14. Resiliencia de las probetas de flexión..... | 39 |
| Figura 3.15. Tenacidad de las probetas de flexión. | 39 |
| Figura 3.16. Espectro de FTIR, a) de la fibra de henequén, b) de la espuma de PU y de la fibra de henequén impregnada con el PU. | 41 |
| Figura 3.17. Microscopia SEM de las fibras extraídas en los ensayos de pull-out, a) espumado de 80 Kg/m ³ , b) espumados de 90 Kg/m ³ , c) espumado de 100 Kg/m ³ | 42 |
| Figura 3.18. Microscopia SEM del PU espumado, a) PU sin fibra, b) PU con fibra (1%), c) PU con fibra (2%), d) PU con fibra (3%)..... | 42 |
| Figura 3.19. Diámetros promedio de las celdas del PU espumado con y sin fibras. | 43 |

RESUMEN

El continuo avance tecnológico demanda de materiales para el transporte y la construcción cada vez más resistentes, duraderos, livianos y amigables con el medio ambiente. Es por ello que los poliuretanos espumados reforzados con fibras naturales de henequén (PU-F) representan una opción atractiva para satisfacer dicha demanda. La caracterización del material PU-F se realizó mediante pruebas mecánicas. La prueba de pull-out, se utilizó para medir la resistencia en la interface fibra-matriz del PU con diferentes longitudes de fibra, donde se observó que con densidades mayores a 100 Kg/m^3 y con una longitud de fibra mayor a 10 mm, ya no se logró extraer la fibra, fallando en tensión, identificándose así la longitud óptima de fibra para el refuerzo del material. Los ensayos de compresión y flexión se realizaron utilizando diferentes contenidos de fibra (0, 1, 2 y 3 % en peso), esto para identificar el porcentaje de fibra con mejores características de refuerzo, observándose que entre 1-2% de contenido de fibra, la resistencia alcanza un valor máximo (alrededor de un 71% más en compresión y un 37% en flexión en comparación con solo el PU), antes de volver a disminuir con un mayor contenido de fibra (ej. 3%). Complementariamente el material compuesto fibroreforzado se analizó para determinar sus características a nivel microscópico (mediante microscopía electrónica de barrido, SEM). Las fibras impregnadas de PU también fueron analizadas mediante FTIR (Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier). Estas condiciones previamente identificadas de densidad, longitud de fibra y cantidad de fibra, permiten aprovechar al máximo la interacción fibroreforzante, para la máxima transferencia de carga fibra-matriz de fuerzas externas en condiciones reales, este tipo de compuestos puede ser requerido para diferentes aplicaciones en la industria de la construcción.

ABSTRACT

Continuous technological advancement demands increasingly resistant, durable, lightweight and environmentally friendly materials for transportation and construction. For this reason, foamed polyurethanes reinforced with natural henequen fibers (PU-F) represent an attractive option to satisfy this demand. The characterization of the PU-F material was carried out by mechanical tests. Pull-out test was used to determine the fiber shear strength in the PU matrix with different fiber lengths, where it was observed that with PU densities greater than 100 kg/m^3 and fiber lengths greater than 10 mm, was no longer able to extract the fiber from the matrix, failing in tension; identifying this way, the optimal fiber length for an efficient reinforcement of the matrix. Compression and flexure tests were carried out using different fiber content (0, 1, 2, y 3 wt.%) to identify the fiber percentage with best reinforcement characteristics, where it was observed that between 1-2 wt.% of fiber content, the strength reached a maximum value (around 71% more strength in compression and 37% in flexure, compared with only PU), before decrease again with higher fiber content (i.e. 3%). Addition, the reinforced composite material was analyzed to determine its characteristics at the microscopic level (using scanning electron microscope, SEM). The PU impregnated fibers were also analyzed by Fourier transform infrared spectrometry. These identified conditions of density, fiber length and volume fraction of reinforcement, let to take full advantage of the materials fiber reinforcement, for the maximum fiber-matrix load transferring from external forces in real conditions, where this type of composite is required for different application in the construction industry.

INTRODUCCIÓN

Actualmente existen diferentes áreas industriales las cuales requieren de nuevos materiales con características específicas. Tal como los materiales compuestos reforzados con fibras naturales, cuyas propiedades pueden resultar mejores en comparación con los materiales tradicionales [1,2].

El poliuretano es uno de los materiales más utilizados en diferentes industrias, como por ejemplo en el sector de la construcción y la automotriz. Esto es debido a su naturaleza aislante térmica y acústica, así como tener relativamente un bajo costo de producción, haciendo del poliuretano, un material atractivo. Si bien las propiedades mecánicas de estos materiales son adecuadas para diversas aplicaciones, podrían presentarse algunas limitantes en aplicaciones avanzadas [3,4].

Por su parte, las fibras sintéticas abarcan gran parte del mercado de los materiales fibroreforzados, lo que representa un problema ambiental debido a la poca degradabilidad de los mismos. Por otra parte, las fibras naturales tienen cabida en muchos campos relacionados con la industria, y por esta razón se han desarrollado investigaciones en las cuales se estudia, entre otras cosas, el potencial de las fibras naturales como refuerzo de materiales compuestos, siendo los de matriz polimérica, uno de los más importantes [5-8].

Existen diferentes fibras empleadas en el desarrollo de materiales compuestos. Una de estas son las fibras de coco, las cuales han demostrado tener propiedades mecánicas atractivas para ser empleadas en matrices termoplásticas y termofijas. Otra de las fibras utilizadas en la actualidad son las fibras de henequén, las cuales tiene propiedades que pueden ser aprovechadas para el desarrollo de materiales compuestos. Las fibras antes mencionadas son solo algunas de las fibras naturales existentes, ya que hay una gran variedad de ellas que también pueden utilizarse para la elaboración de materiales compuestos [5,9].

El surgimiento de materiales compuestos ha ido en aumento, y en la actualidad se están desarrollando materiales a base de poliuretanos y fibras naturales, cuyas propiedades resultan atractivas para diferentes sectores industriales, además de contribuir al cuidado del medio ambiente [10].

En este trabajo se busca estudiar un material compuesto desarrollado a partir de espuma de poliuretano y fibras naturales de henequén cuyas propiedades mecánicas a flexión se puedan mejorar y hacerlo más atractivo para su empleo en la industria de la construcción y el transporte.

CAPÍTULO 1: ANTECEDENTES

Actualmente la mayoría de las tecnologías modernas requieren materiales con una combinación atractiva de propiedades, por ejemplo, mecánicas, químicas y térmicas, lo cual es quizá poco probable de conseguir con los materiales convencionales (metales, cerámicos y polímeros). Para ello se recurre al desarrollo de nuevos materiales compuestos donde la combinación de materiales tradicionales, genera compuestos con atractivas prestaciones, contribuyendo a las necesidades actuales del ser humano [1,10,11].

1.1 Materiales compuestos

Un material compuesto es un sistema en el que se combinan dos o más materiales, que se diferencian en función, forma o composición, con el fin de obtener un nuevo material con propiedades diferentes. Es decir, estos materiales se forman mediante la conjunción de al menos dos de sus constituyentes, uno continuo denominado matriz y otro discontinuo que se denomina refuerzo (fase dispersa) [12-15].

La matriz se caracteriza por ser el componente mayoritario y suele ser menos rígido y más dúctil en comparación con el refuerzo (fase dispersa). Por lo tanto, las propiedades de los materiales compuestos son de acuerdo a las propiedades de ambos elementos, de sus proporciones relativas y de la geometría de las fases dispersas. En un material compuesto la resistencia mecánica y la rigidez se relacionan con el refuerzo. Por otra parte, la matriz proporciona otro tipo de propiedades, como pueden ser la conductividad térmica y la tenacidad. Para el desarrollo de los materiales compuestos se pueden emplear refuerzos en forma de partículas, fibras (largas, cortas y/o continuas), láminas o tejidos [13,16].

En la Tabla 1.1 se observa en forma general como se clasifican las matrices, las fibras naturales y los materiales compuestos.

Tabla 1.1. Clasificación de las fibras, matrices y materiales compuestos [17,18].

| | Clasificación | Ejemplos |
|----------|---------------|---|
| Fibras | Naturales | Henequén, yute, cáñamo, sisal, bambú, etc. |
| | Artificiales | Fibras de carbono y fibras de vidrio. |
| | Poliméricas | Polietileno, poliuretanos, polipropilenos, etc. |
| Matrices | Metálicas | Aluminio, acero, bronce |
| | Cerámicas | Carburo de silicio |

| | | |
|-----------------------|---------------------------|--|
| Materiales compuestos | Reforzados con partículas | Fortalecidas por dispersión (ej. concreto, aleaciones de aluminio reforzadas con carburo de silicio) |
| | Reforzados con fibras | Fibras cortas o largas, (ej. Poliuretanos con fibras de yute, poliuretano con fibras de coco) |
| | Elementos estructurales | Laminados o paneles tipo sándwich con núcleo fibroreforzado |

1.2 Materiales espumados

Los materiales espumados pueden ser utilizados para múltiples aplicaciones; en la actualidad uno de los materiales con mayor demanda son los polímeros, los cuales pueden ser espumados por diferentes técnicas. Esto puede ocurrir mediante la introducción de burbujas de gas en el monómero líquido o polímero caliente, permitiendo que las burbujas crezcan y se estabilicen, solidificando mediante reticulación o enfriamiento. El gas puede ser introducido mediante agitación mecánica o mezclando un agente de expansión en el polímero [19]. Por otra parte, un agente de expansión es una sustancia que tiene la capacidad de producir una estructura celular a través de un proceso de formación de espuma en materiales que experimentan formación o transición de fase [20,21]. Por tanto, los materiales espumados también llamados materiales celulares, son en sí mismos materiales compuestos, ya que están formados con una matriz polimérica y un agente que forma poros en el material. Son materiales que tienen un arreglo de celdas y sólidos adicionales distribuidos uniformemente a lo largo de este. También se pueden definirse como una colección regular o irregular de celdas con paredes delgadas [22,23]. Los otros elementos presentes en espumados pueden ser partículas o fibras, las cuales suelen ser de origen inorgánico (vidrios, cerámicas, etc.), o natural (ej. celulosa). Estos materiales pueden utilizarse para diferentes aplicaciones como aislantes térmicos, embalaje, estructurales, absorbentes de energía, entre otros [2,24,25].

La mayoría de las propiedades mecánicas y térmicas de los sólidos celulares dependen en gran medida del tamaño y forma de la celda. La forma de la celda es igualmente de gran relevancia. Cuando las celdas están equiaxiales, las propiedades son isotrópicas, pero cuando las celdas están incluso ligeramente alargadas o aplanadas, las propiedades dependen de la dirección. Por lo tanto, las propiedades mecánicas de las espumas están relacionadas con su microestructura compleja y con las propiedades del material del que están hechas las paredes celulares; en este caso un material polimérico sólido [24].

Las espumas se pueden clasificar en dos, esto según su poro o estructura celular. Las primeras son espumas estructuradas de celda abierta, que contienen poros que están conectados entre sí formando una red interconectada. El segundo tipo de espumas no tiene poros interconectados y son espumas de celdas cerradas. Normalmente, las espumas de celda cerrada son más densas y fuertes en comparación con las espumas de celdas abiertas. También poseen estabilidades dimensionales más altas y coeficientes de absorción de humedad más bajos [15,19].

1.2.1 Comportamiento de un material espumado a compresión

El comportamiento de las propiedades mecánicas de las diferentes espumas está sujeto al tamaño y forma de la celda, así como de la densificación de la misma. El comportamiento macroscópico a la compresión de un sólido celular se determina por las celdas individuales y las interacciones colectivas entre celdas vacías [19,22,23]. La curva de esfuerzo-deformación por compresión en un sólido celular puede representarse en tres partes, la región elástica lineal, una zona plástica y una región de densificación. Un ejemplo puede visualizarse en la Figura 1.1. En ella se observa que la región plástica comienza a partir del esfuerzo a la cedencia (σ_y), terminando en una deformación crítica (ϵ_{cd}), lo que a su vez representa el inicio de la zona de densificación [23,26,27]. En el inciso a) de la Figura 1.1 se observa un comportamiento plástico estable, en el inciso b) un comportamiento plástico inestable y en el inciso c) se visualiza una deformación plástica característico de un material con comportamiento perfectamente plástico.

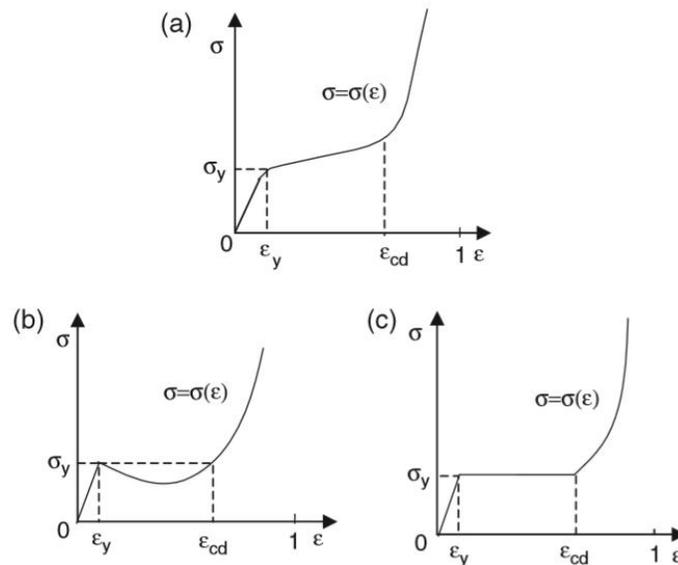


Figura 1.1. Curva esfuerzo-deformación del comportamiento a compresión de materiales celulares, a) celdas que tiene características de endurecimiento por deformación, b) celdas con ablandamiento por deformación, c) celdas que tienen características perfectamente plásticas [23,26].

Es importante mencionar que, para conocer el comportamiento de estos materiales celulares a compresión, existen lineamientos establecidos en normas (ej. ASTM 1621-00), que deben ser cumplidos para la caracterización de estos materiales habilitando así, la posibilidad de hacer estudios comparativos entre diferentes grupos de investigación, a nivel mundial e histórico [28-30].

1.3 Espuma de poliuretano

La demanda mundial de poliuretanos (PU) continúa creciendo, en sectores como la de construcción y automotriz. Por ejemplo, en América Latina se estima una producción de 700000 toneladas por año, sin embargo, en el 2020 esta estimación aumentó a 800000 toneladas [31].

Este tipo de material es uno de los productos más versátiles por sus atractivas propiedades específicas. Los poliuretanos son polímeros cuya síntesis generalmente se presenta a través de la formación de enlaces uretanos por reacción de isocianatos y alcoholes [30]. Estos últimos son los principales componentes empleados en la formulación de espumas de poliuretano, seguido de catalizadores, surfactantes y agentes de espumado [32,14].

Las espumas resultantes pueden ser de celda abierta o celda cerrada. Las de celda abierta tienden a ser estructuras flexibles y las de celda cerrada, estructuras rígidas. Las densidades resultantes pueden ser muy amplias, por ejemplo, para aislamientos térmico en edificios se considera entre 30 y 45 Kg/m³, incluso se puede alcanzar hasta 100 Kg/m³ para algunas aplicaciones estructurales específicas. También puede considerarse densidades superiores a las anteriores, esto para aplicaciones especiales en donde el material está sujeto a cargas mecánicas externas, por lo tanto, la densidad del material podría ser de hasta 700 Kg/m³ [21].

Además, presentan una buena resistencia mecánica y tenacidad, resistencia a la abrasión, poseen buena resistencia química, baja conductividad térmica y elevada resistencia eléctrica. Las espumas rígidas mejoran la capacidad de aislamiento, baja conductividad térmica y altas propiedades mecánicas en comparación de la espuma flexible [33,34]. Sus aplicaciones son diversas, entre ellas podemos encontrar, aislamiento de las paredes de electrodomésticos (refrigeradores), aislamiento de techos con estructuras tipo sándwich, también se utilizan para la absorción de sonidos, vibraciones y energía, así como para algunas aplicaciones de filtrado [35].

1.4 Materiales compuestos reforzados con fibra natural

Los materiales compuestos fibrorreforzados se han desarrollado rápidamente durante los últimos años. El aumento de estos se ha debido a la versatilidad y al número de áreas de uso, por lo que han ido aumentando constantemente. Estos materiales pueden proporcionar un alto rendimiento, menores costos, bajo peso y además el cumplimiento de normas ambientales y de seguridad, lo

que los hacen atractivos para las necesidades actuales. Uno de los materiales empleados para el desarrollo de materiales compuestos son los polímeros. Esto es debido a su fácil producción y buenas características, por ejemplo; pueden ser procesados a bajas temperaturas, además no se requiere tecnología compleja para su obtención [12].

Una de las fibras empleadas como refuerzo son las fibras naturales. Estas desde años atrás, han atraído el interés de investigadores e industria debido a que presentan ventajas como, flexibilidad durante su procesamiento, no son dañinas para la salud, es posible su tratamiento químico, son provenientes de fuentes renovables, y tienen bajas densidades. Las fibras naturales pueden llegar a ser competitivas en cuanto a propiedades mecánicas específicas y también en cuanto a precio. Por esta razón se han ido estudiando materiales compuestos reforzados con fibras naturales y actualmente están siendo utilizadas para el refuerzo de matrices termoplásticas y termoestables [8].

Existe diversidad de fibras naturales empleadas en la producción de los materiales compuestos. Una de las más empleadas son las fibras vegetales, las cuales están constituidas fundamentalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina; por esta razón son llamadas fibras lignocelulósicas. La composición química de las fibras varía según las diferentes especies, la edad de la planta y las condiciones climáticas de su producción. El contenido de estos componentes en las fibras vegetales permite inferir en el comportamiento que éstas van a presentar al someterlas a aplicaciones específicas [36].

Dentro de las fibras que actualmente se estudian se encuentra las derivadas de las plantas de sisal, henequén, maíz, trigo, arroz, coco, algodón, bambú, cáñamo, guadua, entre otras. Por otra parte, dentro de los polímeros más empleados como matrices se encuentran, el polipropileno, los poliuretanos, polietileno, entre muchos otros [7,36].

1.4.1 Material compuesto espumado reforzado con fibra natural

Actualmente existen estudios que demuestran que el uso de las fibras naturales como refuerzo son una buena opción dependiendo de las aplicaciones para las que se requieran. Las fibras naturales se han empleado en diferentes industrias, como la automotriz y la construcción, para piezas de mobiliario, embalaje, entre otras [13,15,37].

Existen trabajos en donde se realiza el estudio de materiales compuestos empleando espumas de poliuretano y fibras naturales, en los cuales se observa el efecto que tienen la fibra como refuerzo de la matriz [37-40].

Se ha observado que la espuma de poliuretano con fibras naturales de cáscara de nuez y granos de oliva presentaron un incremento en los valores de la resistencia a la compresión, esto con un

2.5% en peso de fibra, siendo la de los granos de oliva los que mostraron mejores resultados en comparación con la espuma rígida sin refuerzo [37].

En otro estudio se encontró que, con la adición de la fibra de coco, se podía producir una espuma de poliuretano más ligera con las mismas propiedades equivalentes. Además, se demostró mediante pruebas mecánicas que la contribución del 5% en peso de la fibra, incrementó las propiedades de la espuma de poliuretano significativamente, siendo este porcentaje el que presentó el máximo esfuerzo cortante [40].

También se ha estudiado la incorporación de lignina, quitina, quitosano, cáscara de avellana y polisacáridos en espumas de poliuretano flexibles. En el análisis morfológico se observó una dispersión adecuada de la quitina y la cascará de avellana, esto se reflejó en las mejoras en la resistencia a la tracción, además presentaron un aumento en el módulo de elasticidad del material compuesto. Para el caso del polisacárido también se presentaron resultados similares a los anteriores. Por otra parte, la lignina y el quitosano mostraron valores más bajos [41].

1.5 Fibras de henequén

En México existen fibras de origen natural que pueden usarse en diferentes aplicaciones, tal como las fibras de henequén (*Agave fourcroydes*), la cual es originario de México, donde las regiones más importantes de cultivo están localizadas en los estados de Yucatán, Campeche y Tamaulipas. Durante varios años estas fibras han sido usadas en la fabricación de diversos productos de la industria cordelera o manufacturera de hilos, cuerdas, sacos, jarcias, etc. Sin embargo, la entrada de las fibras sintéticas al mercado y sus aplicaciones han sustituido a las naturales y, como consecuencia su aplicación disminuyó. La Figura 1.2 muestra un ejemplar de esta planta cuyas hojas son utilizadas para extraer las fibras empleadas en materiales compuestos [5,42].

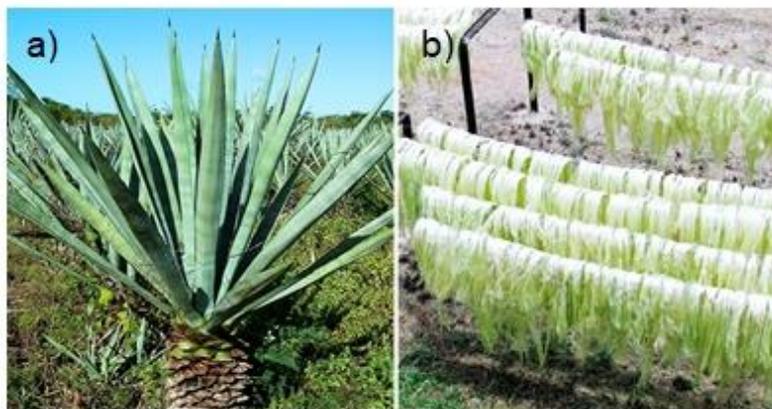


Figura 1.2. Planta de henequén, a) planta antes de ser procesada, b) fibras extraídas de las hojas de henequén [42].

Las características de las fibras de henequén reportadas en la literatura muestran que su principal componente es celulosa (con 60%, el cual proporciona resistencia y estabilidad a las paredes celulares de las plantas, la cantidad de celulosa en una fibra influye en las propiedades y también en la utilidad de la misma para diversas aplicaciones), seguida de hemicelulosas (con 28%, propuesto para designar polisacáridos extraíbles), lignina (8% son heteropolímeros fenólicos y amorfos que resultan del acoplamiento oxidativo de tres alcoholes p-hidroxicinámicos) y 4% de extractos [5,36].

El arreglo estructural de los componentes en la fibra de henequén, como en otras fibras naturales, son de tal forma que la lignina actúa como una matriz cementante para la fibra celulósica, la cual tiene su propia estructura. En la Tabla 1.2 se observa las propiedades de algunas fibras naturales, incluidas las propiedades de las fibras de henequén, como comparativo [3], [39].

Tabla 1.2. Propiedades de fibras naturales [3,39].

| Fibra | Elongación (%) | Resistencia a la tensión (MPa) | Módulo de Young (GPa) |
|----------|----------------|--------------------------------|-----------------------|
| Algodón | 7-8 | 287-597 | 5.5-12.6 |
| Sisal | 2-2.5 | 511-635 | 9-22 |
| Jute | 1.5-1.8 | 393-773 | 26.5 |
| Henequén | 4.8 | 400-600 | 12-16 |

Desde hace algunos años se ha retomado la importancia del uso de las fibras naturales. La Asamblea General de las Naciones Unidas declaró el 2009 como el año internacional de las fibras naturales, esto en reconocimiento a los beneficios obtenidos por esta industria (industria de las fibras) para la economía mundial, del medio ambiente y de los productores del todo el mundo, siendo uno de los objetivos de este movimiento, la promoción de la importancia de la industria de las fibras naturales en el entorno medioambiental [43].

1.6 Caracterización mecánica de un material compuesto

Las propiedades mecánicas de un material reflejan la respuesta que este tiene cuando es sometido a cargas o fuerzas externas. En la actualidad para conocer estas (propiedades mecánicas) se han desarrollado técnicas que emplean equipos especializados. Además, estas se determinan mediante la realización de experimentos de laboratorio [44].

La importancia de los ensayos mecánicos está en que mediante ellos se pueden obtener parámetros tales como el módulo de elasticidad a la tensión o a la flexión, relación de Poisson, esfuerzo máximo a la tensión, esfuerzo máximo a la flexión, resistencia interfacial a cortante,

entre otros. Parámetros que describen ingenierilmente a un material, y con los cuales se puede determinar sus posibles aplicaciones en un área determinada [44,45].

Otra característica importante de los materiales, es la resiliencia, esta es la capacidad del material para absorber energía cuando se deforma elásticamente sin ningún daño permanente en el material. Este valor puede obtenerse a partir de ensayos de tensión, compresión o flexión. Para esto se emplea la curva esfuerzo-deformación generada por estos ensayos, esto debido a que la resiliencia es equivalente al área bajo la curva en la zona elástica [46,47].

1.6.1 Unión interfacial fibra-matriz de un material compuesto

En la región interfacial se realiza la transferencia de esfuerzos de la matriz a la fibra en un material compuesto. Por esta razón, es importante que exista una buena interacción entre la fibra y la matriz polimérica, para aprovechar su máxima capacidad de reforzamiento. Es decir, el comportamiento de sus propiedades mecánicas dependerá de la fuerza de adhesión en la interfaz matriz-fibra. De lo contrario una interfase débil reduce la eficiencia de la transferencia del esfuerzo y, por lo tanto, ni su rigidez ni resistencia serán las óptimas [5,26,48].

En un estudio de un material de concreto espumado se observó que las fibras de henequén con tratamiento alcalino cuya longitud embebida usadas eran de 5 mm, 8 mm y 10 mm, mostraron un comportamiento más uniforme comparadas con las fibras sin tratamiento. Para el caso de las longitudes de 8 mm y 10 mm, se observó un rango elástico lineal con un aumento rápido de la carga, seguido del desprendimiento de la unión fibra-matriz. Además, se mostró un régimen de deslizamiento por fricción, en el que puede presentarse un aumento en la fuerza requerida para la extracción de la fibra. Debido a la naturaleza de la prueba y al tipo de material, las fibras con longitudes de 5 mm fueron difíciles de ensayar y mostraron resultados menos atractivos que las otras longitudes [27].

En otro estudio se realizaron pruebas de pull-out, teniendo como matriz el cemento Portland y utilizando las fibras de sisal, se evaluaron diferentes longitudes de fibra embebida (5, 10, 25 y 50 mm). Las fibras de 5 y 10 mm de longitud embebida, mostraron que después de alcanzar la fuerza máxima de adherencia, se presentó una zona de resistencia a la fricción de la interfaz, hasta observar el desprendimiento total de fibra. Para el caso de la fibra de 25 mm, presentó una curva fuerza-desplazamiento en donde se observó que después de alcanzar la carga de adherencia máxima, la fibra se desliza de la matriz con una carga constante. Con una longitud de la fibra superior a 50 mm, esta se fractura después de la zona elástica. Es importante mencionar que posteriormente se realizaron diferentes tratamientos a las fibras (hornificación, tratamiento alcalino con hidróxido de calcio, impregnación polimérica con estireno butadieno y una

combinación de hornificación e impregnación polimérica). Para evaluar la eficiencia de estos tratamientos, se eligió una longitud de embebido de fibra de 25 mm, los resultados mostraron mejoras en la unión de la fibra de sisal y la matriz, esto comparado con fibras sin tratamiento. Esas mejoras están relacionadas con el aumento de rigidez, adherencia y fricción del material [49].

También se han realizado estudios en materiales compuesto a partir de cemento Portland (matriz), reforzados con fibras de naturales de coco. En este trabajo se estudió la resistencia al cortante interfacial de la fibra de coco-cemento, mediante el método de extracción de fibra (pull-out), para ello se empleó una longitud de fibra embebida de 5 mm, para elaborar las muestras, la matriz se vertió en un molde diseñado específicamente para este ensayo y se ejerció presión sobre este (molde) para controlar el espesor deseado. Los resultados mostraron que, al emplear una presión más alta al momento de elaborar las probetas, se obtuvieron valores superiores a los reportados en la literatura, a pesar de la dispersión de las propiedades geométricas y mecánicas de la fibra [50].

1.6.2 Característica de los espumados

Las propiedades de los materiales espumados dependen de la forma y su estructura celular. Una de las características más importantes de estos materiales es la densidad relativa (ρ^*/ρ_s), la cual se obtiene al considerar la densidad de la espuma (ρ^*) y la densidad del material sólido (ρ_s). A partir de esta característica se puede conocer la porosidad del material, la cual se refiere a la fracción del espacio poroso en el material celular ($1 - (\rho^*/\rho_s)$) [25,51,52].

La importancia de este parámetro radica en los efectos que tiene en las propiedades de un material. En un estudio se analizó el efecto de la porosidad dentro de la zona interfacial de una fibra-matriz mostrando que un incremento en el valor de la fracción de poro y el número de poros dentro de esa zona (interfacial), disminuye el valor de la adherencia [53,54].

1.6.3 Ensayos a flexión

Los ensayos mecánicos son importantes para determinar las propiedades del material a estudiar. Una de estas pruebas son los ensayos a flexión; estas son ampliamente usadas para estimar las propiedades mecánicas de polímeros rígidos, debido a la simplicidad del procesamiento de los datos obtenidos de la prueba. Estas se pueden realizar de dos maneras, flexión a tres puntos y flexión a cuatro puntos.

Se han presentado trabajos en donde la caracterización a flexión ha sido importante para observar las propiedades de un material, tal es el caso del estudio de un material espumado con diferentes densidades (300, 350, 450, 650 y 850 Kg/m³). Los resultados a flexión indicaron que las muestras con densidades de 850 Kg/m³ presentaron la máxima resistencia a flexión, por el

contrario, las muestras con densidades de 300 Kg/m^3 presentaron un valor mínimo de resistencia (a flexión). Esto mostró que el aumento de la densidad aumenta la resistencia a flexión, esto debido al cambio que ocurre en la pared celular del material (la pared se engrosa), así como la mayor interacción de puentes generados en cada pared de celdas, más pequeñas y en mayor número [29].

El estudio de un material compuesto espumado de PU reforzado con fibras de cáñamo, mostró un aumento en las propiedades a flexión hasta con un 15% de fibra. Después del 20% de fibra se observó un deterioro de las propiedades mecánicas. Esto puede deberse a una difícil homogeneización de la mezcla, es decir que las fibras no son impregnadas completamente por la matriz. Por tanto, es posible que a mayores cantidades de fibra se pueda generar aglomeración de las mismas y también zonas secas de resina, haciendo que la unión fibra-matriz no sea la adecuada [39].

Trabajos previos han demostrado el desarrollo de materiales compuestos espumados elaborados con poliuretanos reforzados con telas tejidas de lino y yute, donde los resultados de la investigación arrojaron que el aumento del contenido de fibra induce un aumento en la resistencia a flexión y el módulo de Young. Además, la fibra de lino dio como resultado, materiales compuestos con mejor resistencia a la flexión específica y módulo de Young específico, estos fueron aproximadamente 12% y 17%, respectivamente, más altos que los materiales compuestos con fibra de yute. Este resultado se puede atribuir a que la fibra de lino tiene una resistencia más alta que la fibra de yute [38].

1.7 Caracterización mediante ensayos físico-químicos

La caracterización de los materiales permite la identificación de un material a partir del estudio de sus propiedades físicas, químicas, estructurales, entre otras. Por lo tanto, al estudiar un material se obtiene información relevante que será empleada para determinar mejoras en el mismo y también determinar su utilidad en diferentes aplicaciones. En la actualidad se emplean diferentes técnicas para la caracterización de los materiales. Un ejemplo de estas caracterizaciones son los ensayos; físico-químicos. Con esto podemos obtener información como; el peso molecular, el tamaño de partícula, su composición química, sus propiedades térmicas, entre otros. En la Tabla 1.3 se observan algunas de las técnicas más relevantes para la caracterización de los materiales [55,56].

Tabla 1.3 Técnicas para caracterizar materiales [55,56].

| Técnica | Parámetros |
|---|--|
| Cromatografía de permeación en Gel (GPC) | Peso molecular |
| Calorimetría diferencial de barrido (DSC) | Análisis de la estructura |
| Resonancia magnética nuclear (NMR) | Análisis de la estructura |
| Espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS) | Química de la superficie |
| Microscopía electrónica de barrido (SEM) | Análisis morfológico |
| Espectroscopia infrarroja por la transformada de Fourier (FTIR) | Análisis de la estructura molecular y enlaces químicos |

1.7.1 Análisis mediante ensayos de FTIR

La Espectroscopia Infrarroja por la Transformada de Fourier (FTIR) es una técnica de análisis que permite obtener información de la estructura molecular y enlace químico de un compuesto. Es decir, conocer los grupos funcionales de compuestos orgánicos e inorgánicos de los materiales. Se basa en la absorción molecular de energía en la región infrarroja del espectro electromagnético. Cuando la radiación IR pasa a través de una muestra, la muestra absorbe parte de la radiación y otra parte la transmite. La señal resultante en el detector es un espectro que representa una "huella digital" molecular de la muestra. La utilidad de la espectroscopia infrarroja surge porque diferentes estructuras químicas (moléculas) producen diferentes huellas espectrales [57].

En un estudio de un material espumado de PU reforzado con fibras naturales (bagazo de caña de azúcar, arroz y sisal) se muestra el espectro de las fibras antes y después de ser mercerizadas con NaOH y H₂O₂. Con la comparación de fibras tratadas y no tratadas, donde es posible verificar que la modificación en la superficie de las fibras ha ocurrido (Figura 1.3). La desaparición de las bandas a 1730 cm⁻¹ y 1240 cm⁻¹, son atribuidas al estiramiento vibratorio de los grupos funcionales de C=O y C-O-C respectivamente, y son características de la lignina y la hemicelulosa. Después del tratamiento de las fibras con solución de NaOH. Esta señal desaparece, lo que indica que se eliminaron las impurezas. También se observa un ligero aumento en la intensidad de la señal (3350 cm⁻¹) cuando las fibras son tratadas químicamente. Lo anterior sugiere una eliminación de impurezas de la superficie de la fibra. La señal a 2908 cm⁻¹ se origina por las vibraciones de estiramiento de los enlaces C-H habilitados por la eliminación de recubrimientos grasos naturales [58].

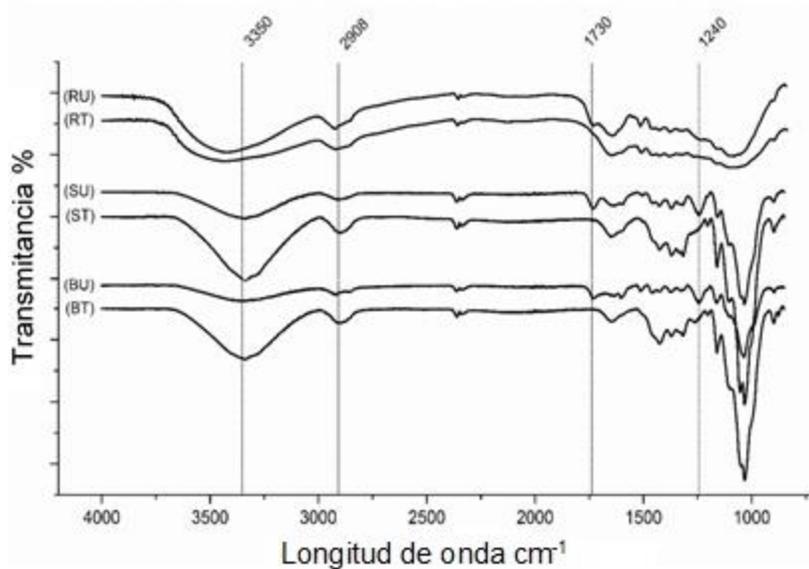


Figura 1.3. Espectro FTIR de las fibras con y sin tratamiento; cáscara de arroz sin tratamiento (RU), cáscara de arroz tratada (RT), sisal sin tratar (SU), sisal con tratamiento (ST), bagazo de caña de azúcar sin tratar (BU), bagazo de caña de azúcar tratadas (BT) [58].

1.7.2 Análisis mediante ensayos SEM

El Microscopio Electrónico de Barrido o SEM (Scanning Electron Microscopy) permite generar imágenes de una superficie, con una resolución alta y una apariencia tridimensional dentro de un intervalo amplio de aumentos lo cual facilita el estudio topográfico de una superficie con fractura frágil, generación y coalescencia de microvacíos en una fractura dúctil y estrías de fatiga en una fractura por fatiga, por mencionar algunos casos [59].

Mediante los ensayos SEM se ha podido observar microscópicamente los materiales compuestos de forma cotidiana. Tal es el caso de un compuesto de poliuretano y fibras de cáñamo. En este trabajo se emplearon fibras con y sin tratamiento alcalino. Los ensayos SEM muestran que las fibras no tratadas (Figura 1.4a, b) presentan una superficie más áspera en comparación con las fibras tratadas. Por otra parte, las fibras tratadas con diferentes concentraciones de NaOH mostraron cambios en sus diámetros. Además, la rugosidad superficial es reducida debido a la disolución parcial de sus componentes. En la Figura 1.5 (incisos a y b) se observa la superficie de la fibra tratada químicamente [60].

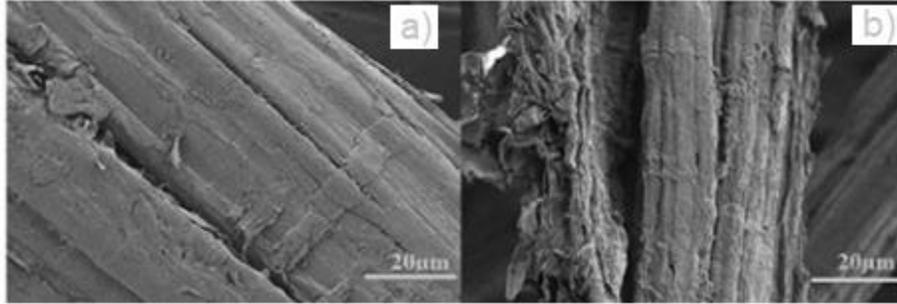


Figura 1.4. Imágenes de las fibras sin tratamiento (a, b) [60].

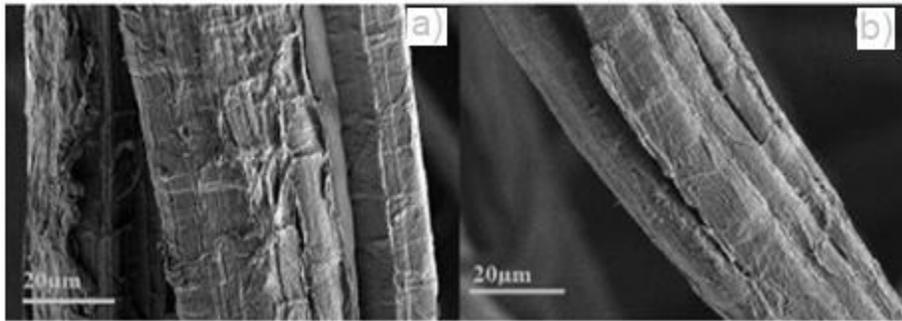


Figura 1.5. Imágenes de las fibras con tratamiento alcalino a diferentes concentraciones, a) 2.5%, b) 5% [60].

HIPÓTESIS

Las fibras naturales de henequén pueden ser utilizadas como reforzante de un material espumado de poliuretano, lo cual puede mejorar sus propiedades mecánicas, de resistencia y rigidez, permitiendo así, la posibilidad de usar menos material con la misma resistencia (PU) en su implementación.

OBJETIVO

Estudiar el efecto del porcentaje de fibras naturales de henequén, sobre las propiedades mecánicas a flexión y compresión de un material compuesto espumado de poliuretano, que las contenga.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar la resistencia al cortante de fibra de henequén en matriz de PU mediante la técnica de pull-out.
- Estudiar el efecto del porcentaje de fibras en la matriz espumada de PU sobre las propiedades mecánicas a compresión.
- Estudiar el efecto del porcentaje de fibras en la matriz espumada de PU sobre las propiedades mecánicas a flexión.
- Estudiar el efecto de las fibras de henequén sobre la morfología del material compuesto espumado mediante SEM.

JUSTIFICACIÓN

Actualmente uno de los temas de relevancia son los materiales compuestos cuyo desarrollo se basa en la necesidad de obtener materiales con mejores propiedades, como la resistencia mecánica específica, la cual relaciona la densidad con la resistencia, o materiales que combinen gran resistencia y tenacidad, además de buscar que estos sean amigables con el ambiente. Tal es el caso de las espumas de poliuretanos con fibras naturales en sustitución de fibras sintéticas. Las espumas de poliuretano, son utilizadas por tener estabilidad térmica y proporcionan excelente aislamiento para el calor y el ruido, sin embargo, puede tener propiedades mecánicas limitadas para aplicaciones específicas. Por su parte, las fibras naturales también cuentan con características importantes como su bajo impacto ambiental, baja densidad y buenas propiedades mecánicas específicas. Es así que los poliuretanos reforzados con fibras naturales representan una opción atractiva para la mejora de propiedades de espumados.

Las fibras de henequén son empleadas en diferentes productos textiles, sin embargo, actualmente no son aprovechadas en su totalidad. Por otra parte, las fibras no utilizadas en la industria textil, representan una oportunidad de desarrollo, esto debido a que pueden emplearse como refuerzo en los materiales compuestos, dándoles un valor agregado.

Por esta razón se pretende estudiar un material compuesto a base de poliuretano (PU) espumado reforzado con fibras cortas de henequén, para otorgar mejoras en propiedades mecánicas a flexión y compresión al PU. Además, con el reforzamiento del material se espera que la vida útil del material pueda aumentar, al convertirse en un material más resiliente, es decir que el material puede deformarse elásticamente sin daño permanente en él, por lo que, al presentarse mayor resiliencia, se puede tener un mayor tiempo de vida. También se podrá contribuir a reducir el uso de las fibras sintéticas. De esta manera hacerlo más atractivo en la industria, en particular de la construcción que cada vez se les requiere más, materiales amigables con el medio ambiente.

CAPÍTULO 2: METODOLOGÍA

A continuación, en la Figura 2.1 se presenta el proceso a seguir para el desarrollo de este proyecto. Inicialmente se realizaron algunos trabajos preliminares para identificar mejoras en el proceso de elaboración de las probetas, además se realizaron análisis FTIR para conocer los componentes químicos tanto de las fibras como del PU espumado. Posteriormente para identificar la resistencia al cortante de la fibra en la matriz de PU, se empleó la técnica de pull-out. Seguidamente se utilizaron diferentes porcentajes de fibra para la realización de las probetas para ser ensayadas a compresión y a flexión. Además, el material resultante (espuma de PU con fibras) se analizó para determinar sus características morfológicas a nivel microscópico (análisis SEM).

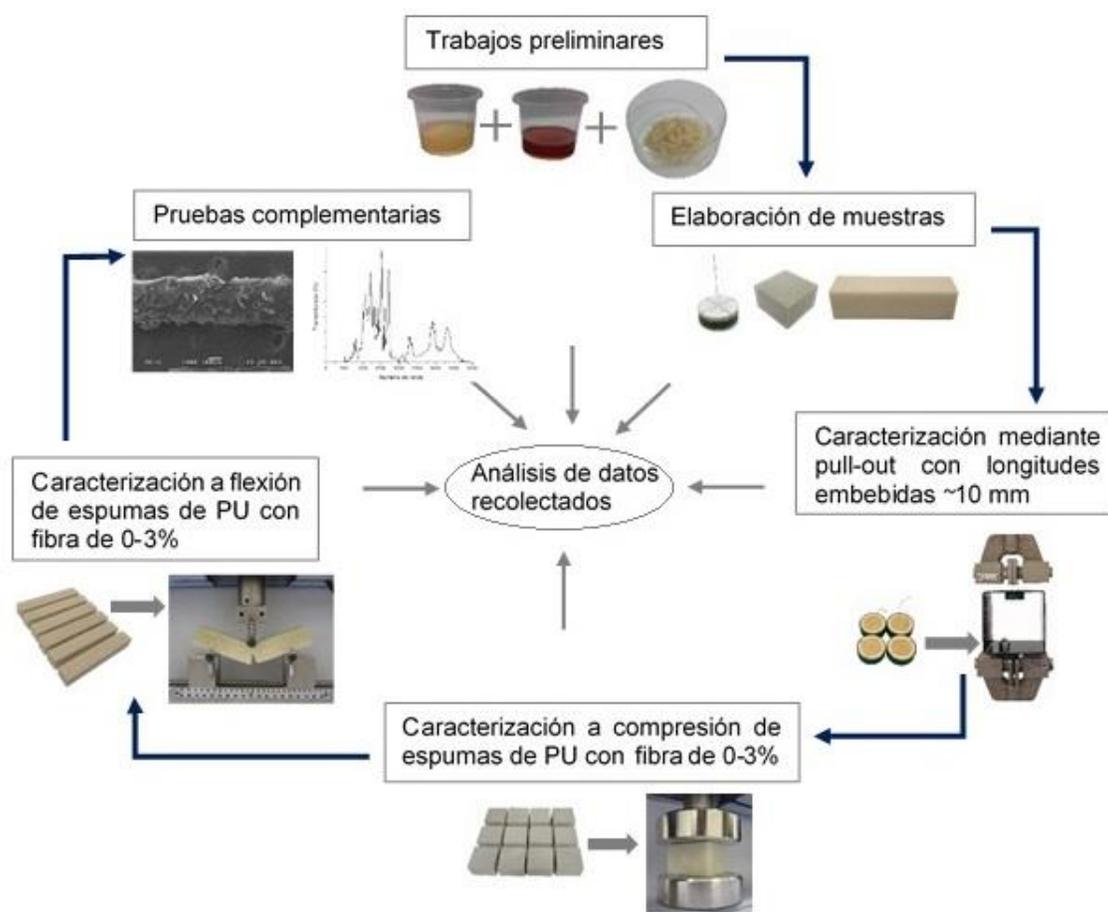


Figura 2.1. Esquema del proceso de la metodología para la elaboración y evaluación de muestras de PU fibroreforzadas.

2.1 Elaboración de espumados fibroreforzados

Como parte del desarrollo de este proyecto se realizaron trabajos exploratorios para observar el comportamiento del material compuesto, así como para determinar las condiciones adecuadas para la preparación de los materiales.

Primeramente, se realizaron muestras del material compuesto espumado reforzado con fibras de henequén. Para esto se requirió que las fibras sean cortadas a una longitud inicial de aproximadamente 10 mm como punto de inicio, para posteriormente teñirlas de color negro tal como se observa en la Figura 2.2. El objetivo de esto, fue poder visualizar la distribución de las fibras en el interior de la espuma.

Es importante mencionar que tanto la longitud de la fibra y el color añadido solamente se utilizaron para observar las fibras en el interior del material (y no en el resto del estudio), así como su orientación y distribución. A continuación, se describe el proceso de teñido.

- 1.- En un recipiente con aproximadamente 500 ml de agua en ebullición se le agregó el colorante textil (comercial), mezclándose hasta su disolución total, posteriormente se le colocaron las fibras hidratadas previamente con agua a temperatura ambiente.
- 2.- Las fibras se sumergen durante 15 minutos, para posteriormente ser retiradas de la solución (agua-colorante).
- 3.- Las fibras húmedas se colocan en un recipiente para su secado a temperatura ambiente (35 °C aproximadamente) durante dos días.



Figura 2.2. Teñido de las fibras de henequén.

Para la elaboración de los espumados se emplea resina de poliuretano para espumar (Poliformas Plástica). La formulación recomienda una mezcla de 50% en peso de la parte A el cual es un polioliol (mezcla formulada y balanceada de glicoles o alcoholes de elevado peso molecular y otros aditivos), así como 50% en peso de la parte B, el cual es un isocianato (pre-polímero con un contenido de grupos funcionales de NCO). Dentro de las características de este material se encuentra la densidad libre (estado líquido), la cual es de entre 22-25 Kg/m³, así como contar con un intervalo de 90% a 95% de celdas cerradas [61].

Las probetas se elaboraron con la formulación mencionada y las fibras teñidas. Estas fibras se mezclaron con el polioliol (A) mediante agitación constante de forma manual por medio de un

agitador de madera de 15 cm de longitud aproximadamente. Esto se realizó hasta observar que estuvieran impregnadas con el polioliol (aproximadamente 2 minutos). Posteriormente se agregó el isocianato (B) y se procedió al mezclado hasta visualizar el inicio de la expansión de la mezcla (1 minuto aproximadamente). En la Figura 2.3 se presenta la mezcla de los elementos con la fibra, donde se observa el inicio del espumado con algunas fibras flotando en la superficie. Posteriormente, la mezcla es introducida en un molde de PVC, el cual es colocado en el interior de una prensa de madera para el proceso de curado.

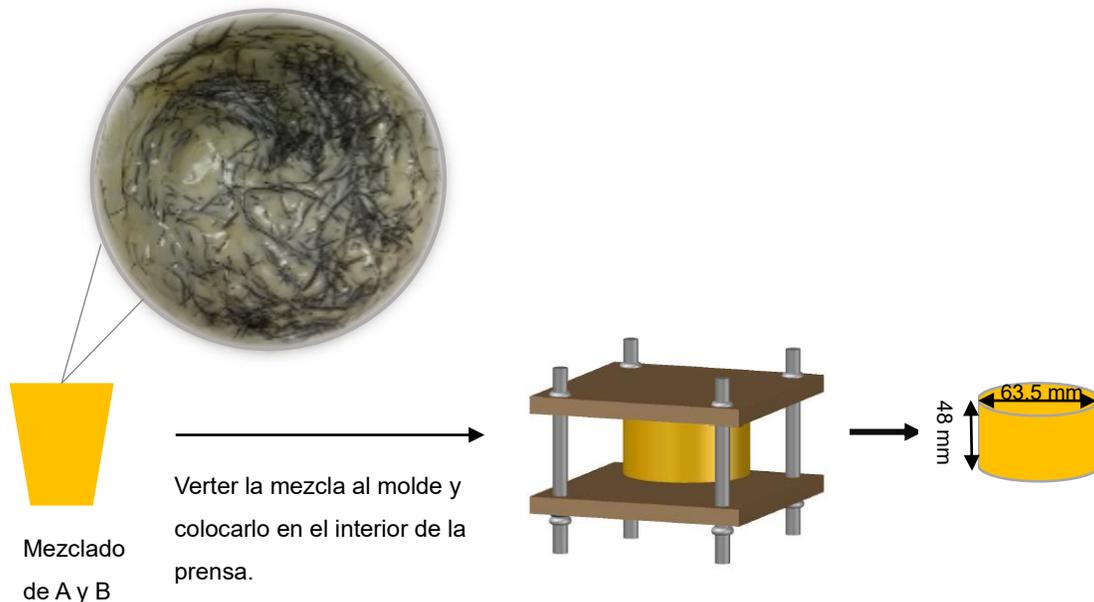


Figura 2.3. Elaboración de muestra de PU con fibras teñidas.

Como parte de los trabajos exploratorios, se utilizaron tres diferentes porcentajes de fibra (1%, 2% y 3%), los cuales se emplearon para conocer el comportamiento del material espumado fibroreforzado en la etapa exploratoria. Las densidades obtenidas de las probetas fueron de alrededor de 100 Kg/m^3 .

Para visualizar la distribución de fibras en el interior del material espumado, las muestras fueron cortadas en cuatro partes tanto en dirección vertical como horizontal, como se representa en la Figura 2.4.

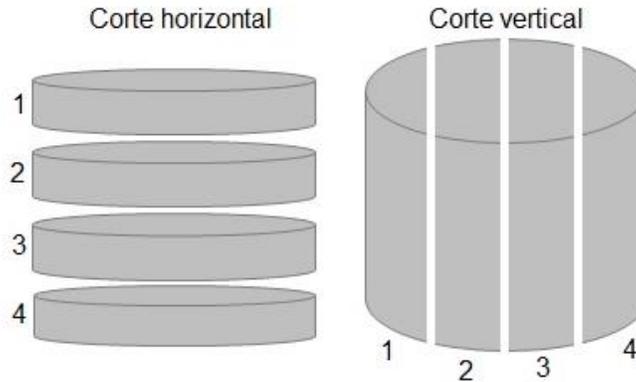


Figura 2.4. Representación de corte en dirección horizontal y vertical del PU espumado.

2.2 Caracterización de la resistencia de la unión interfacial fibra-matriz

Una de las técnicas que permiten medir las propiedades mecánicas de la interface fibra-matriz, es la técnica de extracción de un filamento de fibra, conocida en inglés como pull-out. En esta técnica un segmento de longitud conocida de fibra es embebido en la matriz polimérica, la cual es cargada a tensión manteniendo el bloque de la matriz anclado durante todo el proceso de jalado, de tal forma que se registra la resistencia de la fibra a ser extraída de la matriz, con ayuda de una celda de carga acoplado al sistema. Para calcular la resistencia interfacial al cortante, se utilizó la Ecuación 1 [27,48,49,62].

$$\tau = \frac{F}{\pi dL} \quad (1)$$

Donde:

τ = Resistencia interfacial al cortante (MPa).

F = Carga máxima medida antes del desprendimiento de la fibra (N)

d = Diámetro de la fibra empleada (mm).

L = Longitud embebida de la fibra en la matriz (mm).

Con esta prueba se generó una curva carga-desplazamiento, en donde se puede identificar la fuerza de desprendimiento inicial, la fuerza máxima de desprendimiento, y la resistencia a fricción que se opone a la extracción de la fibra [62].

Es importante mencionar que debido a que la matriz a evaluar es una espuma, se realizó una modificación en el montaje de la muestra. Para ello se consideró que la matriz sea colocada de manera que la fibra pase a través del material, abarcando todo su grosor, dejando fija a la matriz con ayuda de un marco metálico y haciendo que solamente la fibra se mueva cuando se le aplique la fuerza a tensión. Para realizar esta caracterización se empleó una máquina de pruebas universales marca Shimadzu (AGS-X) con una celda de carga de 1000 N, a una velocidad de

desplazamiento de 0.1 mm/min. En la Figura 2.5 se observa el montaje propuesto para esta prueba.

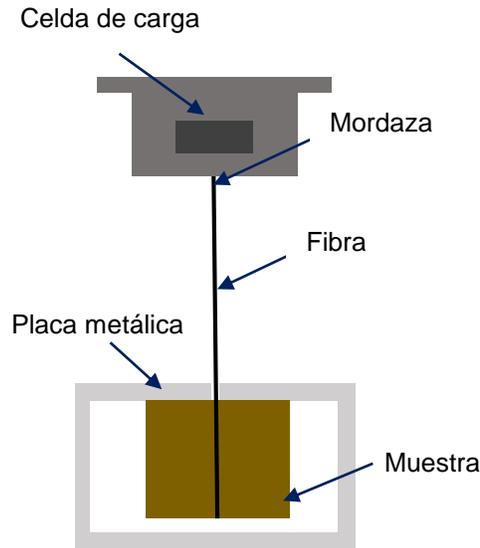


Figura 2.5. Representación de la prueba de pull-out

Cabe destacar que en esta prueba es importante conocer el diámetro de la fibra, la longitud embebida en la matriz y además debido a la naturaleza del material es importante considerar su densidad relativa ρ^*/ρ_s , la cual como se vio en el capítulo anterior, es la relación de la densidad del material celular (ρ^*) y la densidad del material en estado sólido (ρ_s). A partir de esta última (densidad relativa) se puede conocer la porosidad del material, la cual se refiere a la fracción del espacio poroso en el material celular $\left[1 - \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)\right]$ [19].

Por lo tanto, para calcular la resistencia interfacial al cortante de este material (τ^*) se debe considerar un factor de corrección el cual pertenece al área efectiva de contacto fibra-matriz. Entonces la Ecuación 1, se modifica a la Ecuación 2:

$$\tau^* = \frac{F}{\pi dL(1-\phi)} \quad (2)$$

Donde ϕ representa la porosidad del material $[1 - (\rho^*/\rho_s)]$ y la cual se considera para determinar el área efectiva de la fibra-matriz. Entonces, la Ecuación 3 es:

$$\tau^* = \frac{F}{\pi dL\left(1 - \left(1 - \frac{\rho^*}{\rho_s}\right)\right)} \quad (3)$$

Por lo tanto, para encontrar la resistencia interfacial se considera la Ecuación 4:

$$\tau^* = \frac{F}{\pi dL\left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)} \quad (4)$$

Al emplearse la ecuación anterior, se está considerando al material compuesto como si este fuera un material sólido, ya que se ha contemplado la fracción porosa del material. Por lo tanto, los valores reportados siguen esta analogía.

Para conocer los diámetros promedios de las fibras, es importante realizar micrografías. Para ello se empleó un microscopio Leica modelo DMLM.

Para elaborar las muestras se utilizaron moldes cilíndricos de polipropileno de nombre comercial Tubo Plus cuyo diámetro interno es de 18 mm con una pared de 4 mm de grosor. Los moldes se rectificaron para evitar fuga de resina durante el espumado de las muestras, además se colocó una película de poliéster para otorgar a las muestras caras planas y evitar defectos en las superficies de las muestras. Es importante mencionar que, debido al tipo de prueba exploratoria, se realizaron pruebas preliminares, en donde se emplearon tres grupos diferentes de longitud de fibra embebida (10 mm, 20 mm y 30 mm). En la Figura 2.6 se observan los moldes a emplear para las muestras de pull-out.



Figura 2.6. Moldes para la elaboración de muestras para ensayos de pull-out.

Es importante mencionar que, debido al proceso de espumado del PU, las fibras pueden ser arrastradas por la matriz espumante, moviéndolas de su posición original (perpendicular a la superficie del espumado). Para evitar esto, la fibra es anclada temporalmente en ambos extremos del molde para asegurar la alineación de la fibra durante el proceso de expansión de la espuma de PU (Figura 2.7).

Primeramente, se identificó el centro de las caras y con ayuda de una cinta tipo “masking tape” se colocó la película de poliéster en ambos extremos. Posteriormente con ayuda de una aguja, se realizó un orificio en el centro del molde, con el fin de atravesar la fibra y mantenerla centrada al momento de colocar la mezcla en el interior del molde (Figura 2.7a). También se emplearon dos placas rígidas de madera con dimensiones de 40 mm en cada lado y un grosor de 12.5 mm, los cuales son colocadas en las caras del molde para otorgar rigidez al sistema, para resistir la presión durante el espumado. La placa superior contiene un orificio en el centro, en el cual la fibra es atravesada, evitando así algún daño a ésta. Una vez colocada la fibra, este arreglo es introducido en el interior de una herramienta manual (sargento) que se compone de dos mordazas regulables con un tornillo que al girar en uno de sus extremos ejerce presión sobre las caras de madera colocadas en el molde. Esto permitió obtener muestras con caras planas y paralelas, así como evitar que el PU espumado salga del molde durante su expansión.

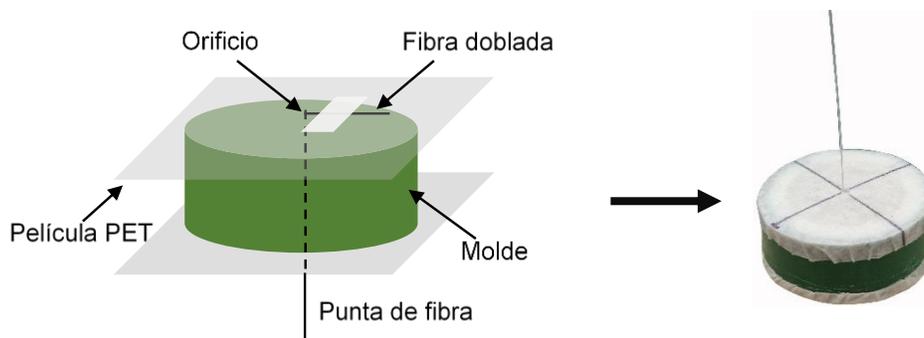


Figura 2.7. Preparación de la muestra para prueba de pull-out.

Además, las probetas se sobredimensionaron 2 mm con relación al grosor de la muestra (matriz), que contiene a la fibra embebida que atraviesa por el centro al espumado. Posterior al curado, la fibra se cortó al ras en el lado inferior de la muestra (lado de fibra doblada) y finalmente se rebajó y rectificó, hasta alcanzar el grosor deseado de prueba, asegurando igualmente, que la fibra no posea algún tipo de defecto o enconamiento (producido por el corte previo de tijera) que pueda aportar a un anclaje no deseado durante la prueba de pull-out.

Posterior a las pruebas preliminares de pull-out, se eligieron 7 probetas por cada densidad de estudio (80 Kg/m^3 , 90 Kg/m^3 y 100 Kg/m^3) con longitudes de fibra similares a 10 mm, los cuales se evaluaron con las mismas condiciones que las anteriores descritas.

2.3 Elaboración de las espumas de PU-F y su caracterización a compresión

La caracterización mecánica a compresión del material espumado fibroreforzado se realizó de acuerdo a lo establecido en la norma ASTM D1621. Para ello se elaboraron probetas de espuma de poliuretano (PU) con y sin fibras de henequén.

Las cantidades de los elementos A y B, así como el de la fibra utilizada se registraron y son de acuerdo a la densidad objetivo de estudio ($\sim 100 \text{ Kg/m}^3$). El mezclado de los elementos se realizó mediante un proceso de agitación en donde se emplea un agitador de madera para mezclar los componentes hasta observar una mezcla homogénea. Primero se mezclaron las fibras junto con el elemento A (aproximadamente 2 minutos), hasta obtener una mezcla homogénea, posteriormente se añadió el isocianato (B) y se mezcló constantemente por alrededor de 1 minuto (Figura 2.8). Posteriormente esta mezcla se colocó en el interior del molde para su curado durante 24 horas, al término de este tiempo, la muestra se desmoldó.



Figura 2.8. Proceso de preparación del espumado con fibra.

Los moldes empleados para la elaboración de estas probetas son de madera con dimensiones internas de 200 mm x 170 mm en los lados, con un grosor de 35 mm. Además, este molde cuenta con dos caras de madera (placa inferior y superior) de 300 mm en cada lado, los cuales tienen dos orificios en cada uno de sus lados en donde son colocadas varillas roscadas de 9.5 mm de diámetro y 120 mm de longitud. Estas varillas fueron sujetadas con sus respectivas tuercas (tuercas hexagonales en la parte de abajo y tuercas mariposas en la parte superior). Estas placas tienen la función de contener la presión durante la expansión del PU, así como otorgarles caras planas y paralelas (Figura 2.9). Para estos moldes también se empleó una película comercial adhesiva de teflón/fibra de vidrio, la cual se utilizó para cubrir el interior del molde y así facilitar el desmolde de la pieza.

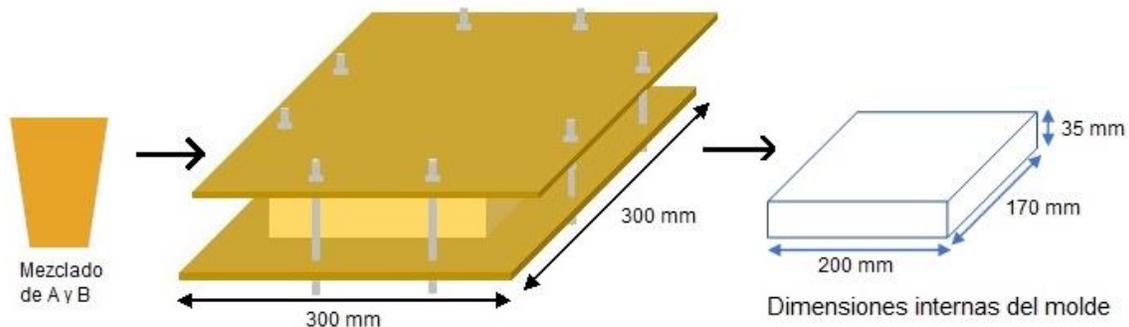


Figura 2.9. Molde empleado para la elaboración de probetas de compresión.

Posteriormente la pieza se desmoldó, se cortó y se rectificó para obtener probetas de sección cuadrática con dimensiones de 52 mm en cada lado y con una altura de 32 mm. Por cada porcentaje de fibra, 1%, 2% y 3% (en fracción peso) se elaboró una pieza de estas dimensiones (52 x 52 x 32 mm). Posteriormente se cortaron y se eligieron 6 probetas válidas (por cada porcentaje de fibra), las cuales se emplearon para esta caracterización. Las probetas fueron de densidades similares a 100 Kg/m³. Además, se consideró una longitud de fibra de aproximadamente 9.8 mm, la cual corresponde a la longitud óptima identificada en los ensayos de pull-out. Estas muestras se evaluaron utilizando una máquina de pruebas universales

Shimadzu (AGS-X) con una celda de carga de 5 KN a una velocidad de cabezal de 2.5 mm/min. En la Figura 2.10 se observa el ensayo de una muestra a compresión.

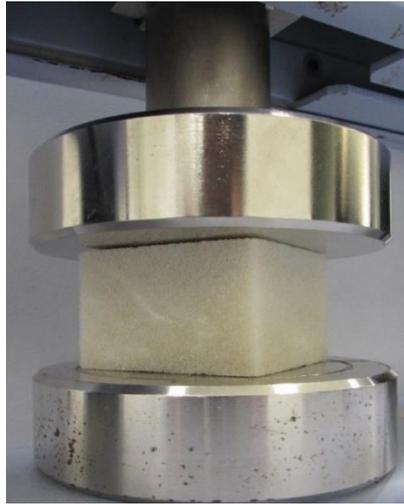


Figura 2.10. Ensayo a compresión de las muestras espumadas.

A partir de esta prueba también se determinó el valor de la resiliencia y tenacidad del material, para esto se consideró la curva esfuerzo-deformación generada en este ensayo.

2.4 Elaboración de espumas de PU-F y caracterización a flexión

Para la caracterización mecánica del material espumado fibroreforzado se empleó la prueba de flexión a tres puntos, siguiendo los lineamientos establecidos en la norma ASTM D790. Para realizar esta prueba se elaboraron probetas de espuma de poliuretano (PU) con y sin fibras de henequén. Las muestras con fibras fueron de densidad similar a 100 Kg/m^3 y se utilizaron diferentes porcentajes de fibra; 1%, 2% y 3% (esto en fracción peso), además se consideró una longitud de fibra de aproximadamente 9.8 mm. Esta longitud es de acuerdo a los resultados obtenidos en los ensayos de pull-out.

La elaboración de las probetas siguió un proceso similar al de las muestras de compresión. Se eligieron 6 muestras válidas por cada porcentaje de fibra. Mediante agitación constante se mezclaron las fibras junto con el polioliol (A), esto durante 2 minutos aproximadamente, hasta obtener una mezcla homogénea, posteriormente se añadió el isocianato (B), siendo el proceso de mezclado constante durante 1 minuto (Figura 2.11).

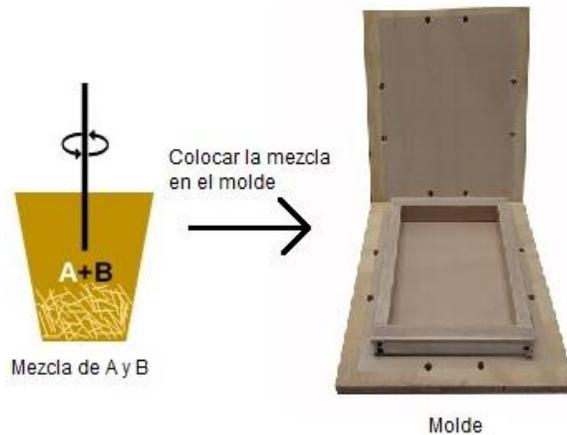


Figura 2.11. Preparación de muestras para ensayos a flexión.

La mezcla de los elementos se vertió en el interior de un molde de madera para su curado. Este molde es similar al utilizado para la elaboración de las probetas de compresión (dimensiones de 200 mm x 170 mm). Para facilitar el desmolde de las probetas se emplea una película comercial adhesiva de teflón/fibra de vidrio, la cual es colocada en las paredes internas del molde. Posteriormente la pieza espumada se cortó para obtener las probetas de sección rectangular con dimensiones de 25 mm de grosor, 25 mm de ancho y con una longitud de 150 mm.

A partir de las curvas esfuerzo-deformación generadas en este ensayo, se puede calcular la resistencia a la flexión, la deformación y el módulo de elasticidad, para obtener estos valores se emplean las Ecuaciones 5, 6 y 7, respectivamente [45,63].

$$\sigma = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (5)$$

Donde:

σ = resistencia a flexión de la fibra (MPa)

P = carga en un punto de la curva carga-deflexión (N)

L = longitud entre soportes (mm)

b = ancho de viga (mm)

d = profundidad de la viga (mm)

$$\epsilon = \frac{6Dd}{L^2} \quad (6)$$

Donde:

ϵ = Deformación en la superficie (mm/mm)

D = deflexión máxima (mm)

L = longitud entre soportes (mm)

$$E = \frac{L^3m}{4bd^3} \quad (7)$$

Donde:

E = módulo de elasticidad (MPa)

m = pendiente en la zona lineal de la curva fuerza-deformación (N/mm)

Para la realización de esta caracterización se utilizó una máquina de pruebas universales (Shimadzu AGS-X). En este ensayo, una probeta de sección rectangular se colocó entre dos soportes separados a una distancia prefijada en la máquina (100 mm), donde la carga se aplicó en el punto medio de la probeta con una velocidad de cabezal constante de 5 mm/min (Figura 2.12).

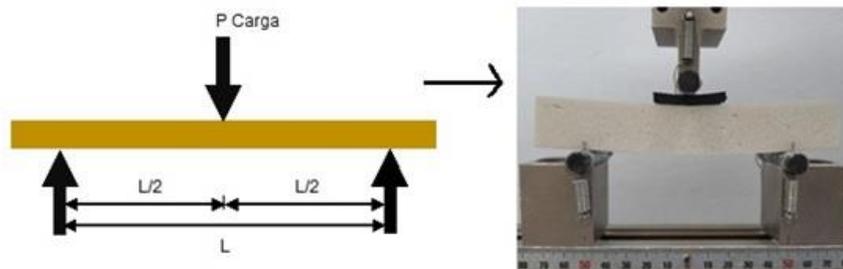


Figura 2.12. Ensayo de flexión a tres puntos.

Al igual que en las pruebas de compresión, en esta también se determinó la resiliencia y tenacidad del material, utilizando la gráfica de esfuerzo-deformación generadas en este ensayo.

2.5 Análisis de espectroscopia IR de las fibras de henequén y del PU espumado

Como parte de los trabajos exploratorios se realizaron los análisis espectroscópicos para las fibras de henequén y para los PU espumados. Este análisis se realizó para identificar los grupos funcionales presentes en la fibra y en las espumas de PU. La espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), se realizó empleando un accesorio ATR con punta de diamante. El equipo empleado es de la marca Bruker modelo tensor II, estas mediciones se realizaron en un intervalo espectral de $500-4000\text{ cm}^{-1}$, con una resolución de 4 cm^{-1} y se realizaron 32 barridos a la muestra analizada.

2.6 Análisis de la morfología del material

Las probetas evaluadas en los ensayos de flexión se analizaron mediante la microscopía electrónica de barrido (SEM). Para llevar a cabo este análisis, se empleó un microscopio electrónico de la marca JEOL, modelo JSM 6360 LV. Para realizar este análisis fue importante que las probetas a evaluar se encontraran secas, por lo que las muestras se resguardaron en un desecador, además esto sirvió para evitar la contaminación de las muestras. Las muestras PU-F se recubrieron con una capa de oro para obtener imágenes con las que se observó la morfología del material compuesto.

CAPÍTULO 3: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Distribución de fibras en espumados

Las muestras cilíndricas con diferentes porcentajes de fibra teñida, se cortaron tanto en dirección vertical como horizontal para la observación en la distribución de fibra. Se realizaron 2 probetas por cada porcentaje de fibra. En la Figura 3.1 se observan probetas con diferentes porcentajes de fibra, con densidad de espumado de alrededor de 100 Kg/m^3 . En el inciso a) el corte fue de manera horizontal y el inciso b) de manera vertical, observando en todo caso, una distribución aleatoria de las fibras. También se visualizó la presencia de fibras a lo largo y ancho de todo el material, es decir las fibras se encuentran orientadas en diferentes direcciones, observando algunas zonas con mayor cantidad de fibras y otras con menor cantidad. Además, al incrementar el contenido de fibra se generan zonas más evidentes de aglomeración, tal como se puede ver en las probetas con 3% de fibra.

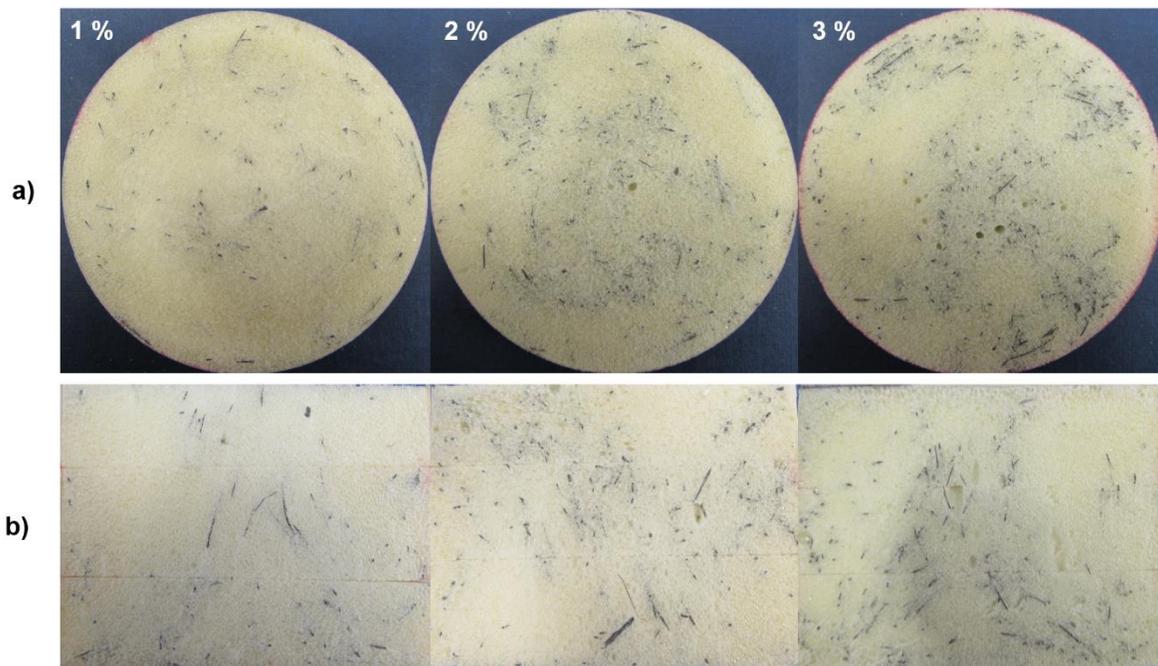


Figura 3.1. Distribución de las fibras en el interior del material espumado, a) corte horizontal, b) corte vertical.

3.2 Resultados de los ensayos de pull-out

Para el caso de esta caracterización interfacial, se realizaron pruebas a diferentes densidades de matriz, mostrando que las probetas con densidades mayores a 100 Kg/m^3 y con longitudes embebidas mayores a 10 mm, no permiten la extracción de la fibra, la cual se rompe a tensión. Para reforzar este hallazgo, se elaboraron muestras con densidades similares a 100 Kg/m^3 ,

escogiendo 90 Kg/m^3 y 80 Kg/m^3 (se eligieron 7 probetas por cada densidad), empleando una longitud constante de fibra embebida en la matriz, de aproximadamente 10 mm.

En la Figura 3.2 se observa el comportamiento representativo de las curvas fuerza-desplazamiento para cada caso de estudio. Se puede visualizar que en los tres primeros casos con densidades menores o similares a 100 Kg/m^3 , se presentó una zona elástica similar entre ellas, observando seguidamente una caída escalonada en la fuerza, lo cual indicó el desprendimiento interfacial entre la fibra y la matriz. Además, tal como se mencionó con anterioridad, a densidades mayores a 100 Kg/m^3 , las fibras no se lograron extraer fallando éstas a tensión. Esto se puede visualizar para las densidades de 110 Kg/m^3 y 150 Kg/m^3 , donde se observó un comportamiento más típico de una prueba a tensión de fibra, mostrando una carga constante hasta llegar a una falla abrupta, correspondiente a la rotura de la fibra.

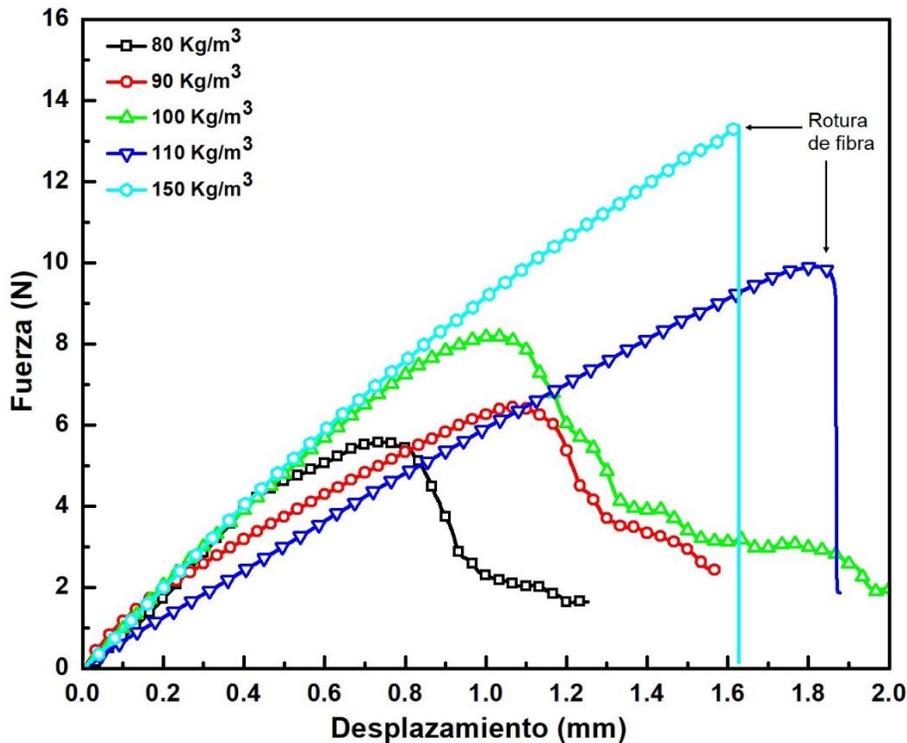


Figura 3.2. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos de pull-out de las muestras a diferentes densidades con longitudes embebidas de fibra de aproximadamente 10 mm.

Con esta prueba se observaron tres zonas, la primera en donde las fibras siempre son extraídas (90 Kg/m^3), la segunda donde la fibra se rompe al no poder ser extraída (110 Kg/m^3) y la tercera zona llamada de transición en donde la fibra puede o no ser extraída ($\sim 100 \text{ Kg/m}^3 < 110 \text{ Kg/m}^3$), esto relacionado principalmente a la variabilidad generada en la matriz espumada que esta interactuando con la fibra (diferente número y tamaño de celdas). Considerando las zonas en donde ocurre el desprendimiento de la fibra, la zona donde las fibras pueden o no extraerse y

utilizando la Ecuación 4 se obtuvo un valor de esfuerzo cortante promedio de 8.43 ± 1.38 MPa, el cual se puede tomar como el valor representativo de falla interfacial para este arreglo. En la Figura 3.3, se observa el incremento de la fuerza al aumentar la densidad del material, las barras de 80-90 Kg/m³, pertenecen a las probetas en las que siempre se extraen las fibras y las muestras a 100 Kg/m³ (marcado a rayas) correspondiente a la zona de transición donde puede o no extraerse la fibra de la matriz.

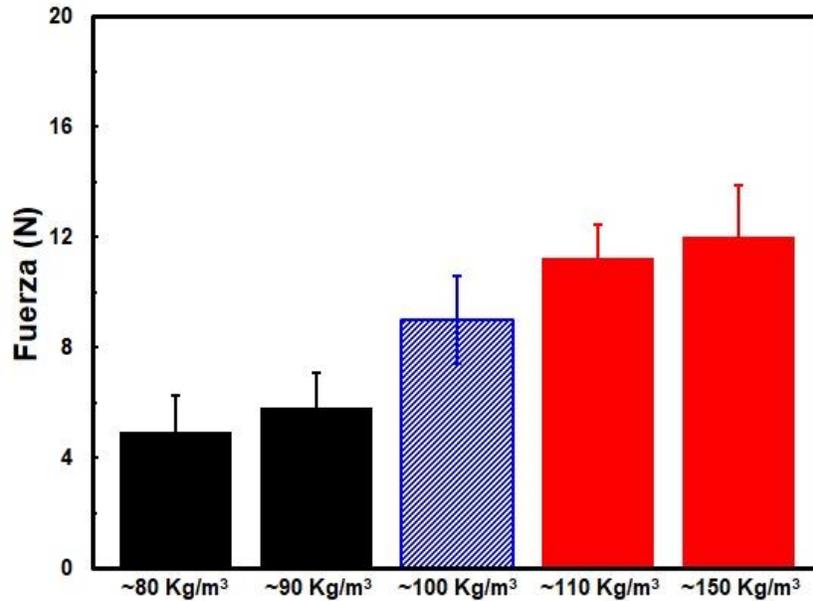


Figura 3.3. Comportamiento de falla en arreglo fibra/matriz de probetas con diferentes densidades, sometidas a carga de tensión.

En la Tabla 3.1 se encuentran los valores promedio (con un 95% de confianza) obtenidos de la resistencia al cortante interfacial para las probetas en donde ocurrió la extracción de la fibra (valores obtenidos utilizando la Ecuación 4) y los valores de la resistencia a tensión de las fibras no extraídas (considerando la fuerza máxima y el área de la fibra), de las probetas representativas ensayadas en las pruebas de pull-out.

Tabla 3.1. Resultados obtenidos de muestras representativas evaluadas en los ensayos de pull-out.

| Densidad (Kg/m ³) | Longitud embebida (mm) | Resistencia al cortante interfacial (MPa) | Resistencia a tensión (MPa) |
|-------------------------------|------------------------|---|-----------------------------|
| 80.98 ± 1.21 | 10.10 ± 0.31 | 6.39 ± 1.68 | --- |
| 87.61 ± 1.58 | 9.37 ± 0.33 | 7.37 ± 1.62 | --- |
| 100.33 ± 1.86 | 9.84 ± 0.12 | 9.49 ± 1.59 | --- |
| 101.62 ± 1.79* | 9.82 ± 0.15 | --- | 188.10 ± 51.49 |

| | | | |
|---------------|-------------|-----|----------------|
| 108.66 ± 3.34 | 9.41 ± 0.08 | --- | 187.12 ± 20.45 |
| 151.86 ± 2.00 | 9.58 ± 0.36 | --- | 199.87 ± 31.01 |

* Muestra encontrada en la zona de transición (la fibra falló a tensión).

Esta caracterización fue fundamental para elegir la longitud de fibra para elaborar el material compuesto (PU-F). La zona de transición ($\sim 100 \text{ Kg/m}^3 < 110 \text{ Kg/m}^3$, con longitudes de fibra de alrededor de 10 mm), en donde la fibra logró extraerse en ocasiones y en otras la fibra se rompió a tensión sin poder ser extraída, se considera la zona de transición donde se encuentra la longitud óptima de fibra para elaborar este material compuesto de poliuretano y fibras de henequén. Por lo tanto, se decidió utilizar una longitud promedio de 9.8 mm, la cual corresponde a las probetas elaboradas con densidades similares a 100 Kg/m^3 y las cuales se lograron extraer por medio del jalado de la fibra. A longitudes superiores a la longitud máxima de falla interfacial identificada ($9.8 \pm 0.12 \text{ mm}$), la longitud excedente de fibra no estaría aportando eficientemente en resistencia interfacial en un escenario donde el sistema estuviera sometido a fuerzas externas, es decir a longitudes mayores, posiblemente la matriz falle primero que la misma interfase, lo cual no es deseable.

3.3 Resultados de los ensayos de compresión

Las pruebas a compresión se realizaron siguiendo los lineamientos de la norma ASTM D1621, para ello se ensayaron probetas por cada porcentaje de fibras (0, 1%, 2% y 3%) y con densidades similares a 100 Kg/m^3 . En la Figura 3.4 se observan algunas de las probetas elaboradas para los ensayos a compresión.

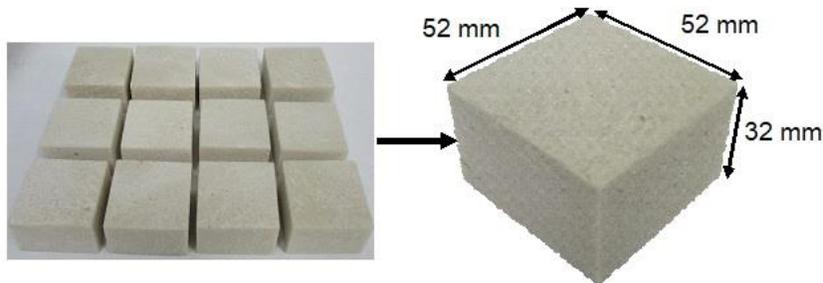


Figura 3.4. Ejemplares de muestras elaboradas para los ensayos a compresión.

Las muestras elaboradas son colocadas en el interior de la máquina de pruebas universales (Shimadzu AGS-X), dejándolas en la zona central entre platos paralelos, tal como se observa en la Figura 3.5.

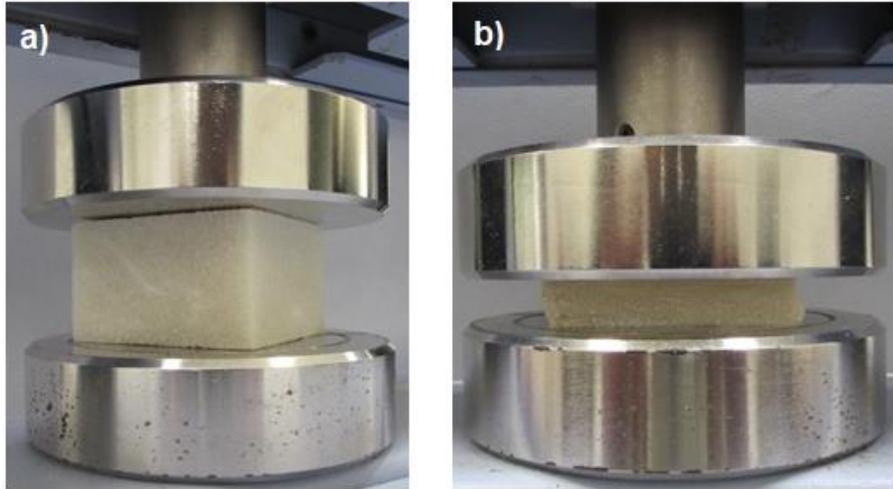


Figura 3.5. Ensayo de compresión, a) muestra previa al ensayo, b) muestra ensayada.

En la Figura 3.6 se presentan las curvas representativas esfuerzo-deformación de las probetas evaluadas de PU con diferentes porcentajes de fibra. Se visualizó un comportamiento característico de un material celular, con su zona elástica, plástica y de densificado. La región plástica inicia a partir del esfuerzo de cedencia; en esta zona las paredes celulares empiezan a colapsar, produciéndose la compactación de las celdas, para posteriormente llegar a la zona de la densificación.

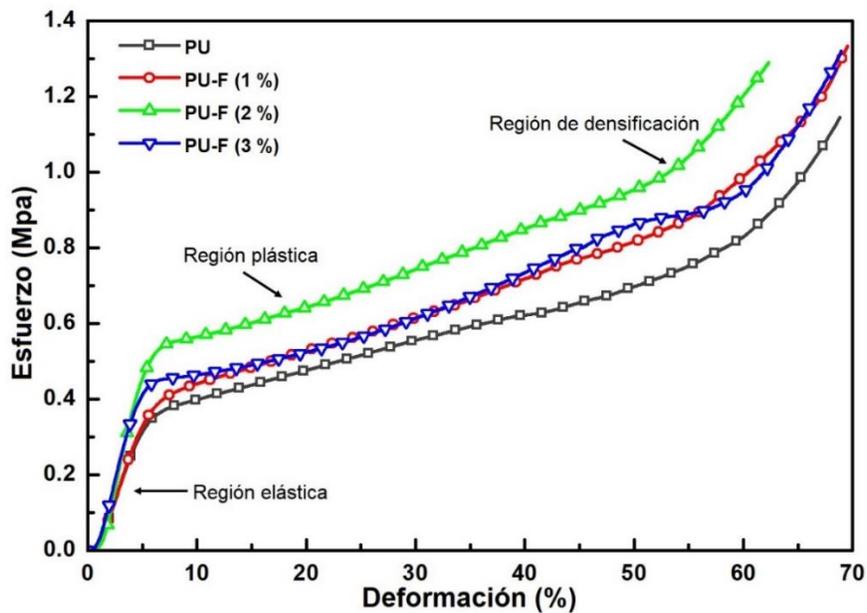


Figura 3.6. Curvas esfuerzo-deformación de las pruebas a compresión de muestras representativas con densidades similares a 100 Kg/cm^3 .

Comparando las curvas, se observó que al aumentar el porcentaje de fibra hasta un 2%, se presentó la resistencia más alta, también se visualizó que al incrementar a un 3% la cantidad de

fibra, la resistencia del material disminuyó (Figura 3.7). Por lo tanto, la incorporación de las fibras de henequén a las espumas de PU, aumentaron la resistencia del material un 71%, siendo este el valor máximo obtenido (correspondiente a 2% de fibra).

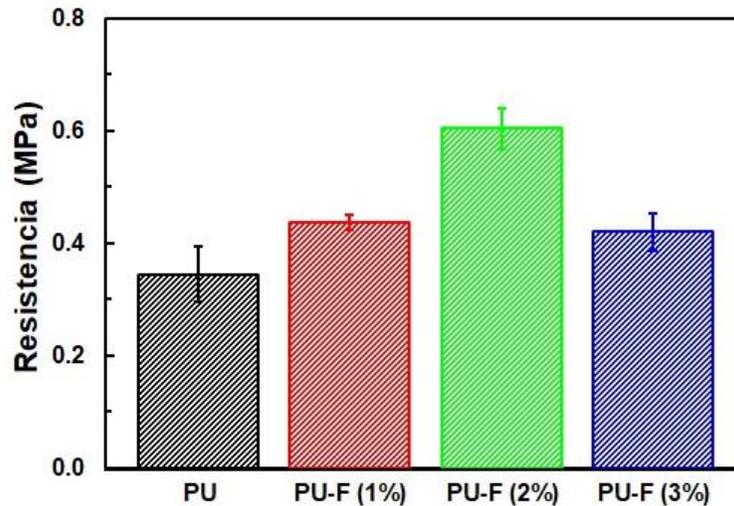


Figura 3.7. Resistencia a compresión de los materiales de PU-F.

En la Figura 3.8 se observan los valores de resiliencia de los materiales espumados de PU con y sin fibra. Estos valores se obtuvieron considerando el área bajo la curva esfuerzo-deformación de las probetas ensayadas a compresión (en la región elástica). Al añadir las fibras de henequén a la espuma de PU se observó un incremento en la resiliencia, obteniéndose un valor máximo con las probetas con 2% de fibra, resultado en un 113% mayor en comparación al PU sin reforzamiento. También se visualizó que al aumentar el contenido de fibra (>2%) este valor disminuyó, posiblemente debido a zonas ricas de fibra en el PU que afectan negativamente el reforzamiento.

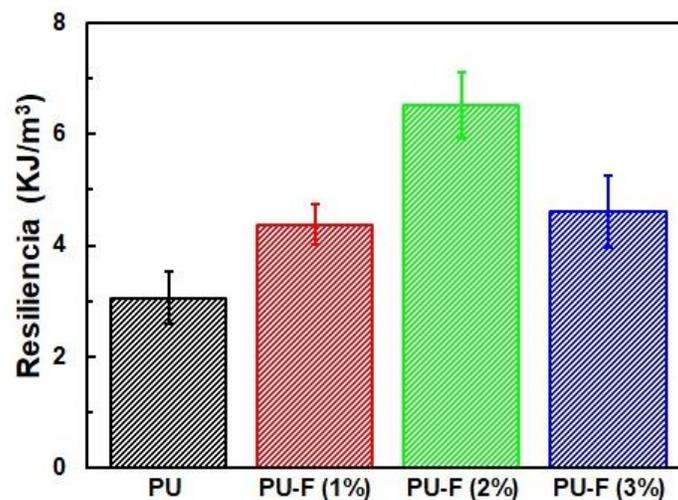


Figura 3.8. Resiliencia de las probetas de compresión.

En la Figura 3.9 se observan los valores obtenidos de tenacidad de las probetas con y sin fibras. Estos valores al igual que los resultados de resiliencia se obtuvieron a partir de las curvas esfuerzo-deformación de las pruebas de compresión. Se observó un incremento máximo en el valor de esta propiedad con un porcentaje de fibra hasta el 2%, correspondiente a un 60% respecto al PU sin reforzar. Esto indica que, el material compuesto interactuó de la mejor manera entre sus partes fibra/matriz, obtenido la mayor energía posible comparado con el resto de las formulaciones.

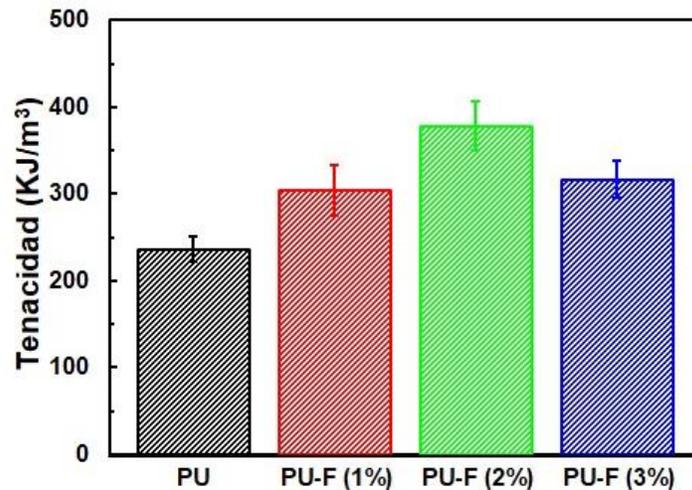


Figura 3.9. Tenacidad de las probetas ensayadas a compresión.

En la Tabla 3.2 se observan los valores promedios (con un 95% de confianza) de densidad, resistencia, resiliencia y el módulo de elasticidad de las probetas de PU con y sin fibras. Siguiendo con los lineamientos de la norma ASTM D1621, se consideró una deformación máxima del 10%, por lo tanto, los valores presentados corresponden a este intervalo de prueba. Además, se visualizó un aumento del 83% en el módulo de elasticidad al incrementar el porcentaje de fibra hasta un 2%, sin embargo, con un 3% el módulo elástico disminuyó; esto puede ser atribuido a la aglomeración de las fibras en la matriz debido a la cantidad de las mismas, lo que evita la distribución adecuada de las estas y por lo tanto la transferencia de carga de la matriz a las fibras no es eficiente. Es importante mencionar que para el caso del material con 2% se presentó una diferencia en las densidades, lo cual posiblemente se reflejó en el valor del módulo y resistencia. Sin embargo, comparando los valores de las probetas con 3% de fibra, se puede observar una disminución del valor de ambas propiedades (módulo y resistencia) en comparación con las probetas con 1% de fibra, por lo tanto, es posible que las muestras que se encuentre en ese intervalo (1-2%) son las que presentan las propiedades más atractivas (en este caso las del 2% de fibra).

Con estos resultados se observó que la incorporación de fibras a las espumas de PU, presentó mejoras en la resistencia a compresión del material hasta un 2% de fibra, identificado como el porcentaje más atractivo en fibrorreforzamiento.

Tabla 3.2. Valores de los resultados obtenidos en los ensayos a compresión de muestras con y sin fibra de henequén.

| | Densidad (Kg/m ³) | Resistencia máxima (MPa) | Módulo de elasticidad (MPa) | Resiliencia (KJ/m ³) | Tenacidad (KJ/m ³) |
|-----------|----------------------------------|--------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------------|
| PU | 89.99 ± 2.95 | 0.35 ± 0.05 | 6.83 ± 1.45 | 3.06 ± 0.47 | 236.04 ± 14.53 |
| PU-F (1%) | 98.18 ± 2.81 | 0.44 ± 0.01 | 9.30 ± 0.60 | 4.37 ± 0.36 | 304.57 ± 29.36 |
| PU-F (2%) | 113.80 ± 3.66 | 0.60 ± 0.04 | 12.53 ± 0.54 | 6.53 ± 0.59 | 378.45 ± 28.51 |
| PU-F (3%) | 97.01 ± 5.17 | 0.42 ± 0.03 | 9.15 ± 1.29 | 4.61 ± 0.64 | 316.50 ± 21.00 |

También se ha observado el efecto que tiene la densidad en las propiedades mecánicas. Es posible que el aumento de esta variable permita un incremento en las propiedades mecánicas del material. Este aumento de propiedades también ocurre con la adición de fibras como refuerzo, como se observó en los apartados anteriores. Sin embargo, podría realizarse un análisis más profundo para determinar el comportamiento de las propiedades mecánicas con la incorporación de fibra a diferentes densidades.

También es importante mencionar que la densidad relativa del material es empleada en las ecuaciones características para este tipo de materiales (materiales espumados). Para el caso del módulo relativo (módulo elástico del material celular/módulo elástico del material sólido) se emplea la ecuación 8 [19,20].

$$\frac{E^*}{E_s} = 0.32 \left[\left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 + \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \right] \quad (8)$$

En esta ecuación se considera que el material compuesto tiene como valor de ρ^* a la densidad del espumado (con fibras incluidas), y ρ_s se puede referir a la densidad del sólido (PU + fibras). Además, esta ecuación pertenece a la de un material con celdas cerradas como es el caso del material desarrollado en este proyecto. El valor de E^* corresponde al valor del módulo del material celular y el valor de E_s pertenece al módulo de la matriz (forma sólida). Este último valor puede ser estimado empleando datos experimentales.

Otro de los parámetros empleados en el estudio de estos materiales son las siguientes ecuaciones 9 y 10 [19,20].

$$\frac{\sigma^*_{pl}}{\sigma_{ys}} = 0.3 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{\frac{3}{2}} \quad (9)$$

$$\frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_{ys}} = C_5 \left(\phi \frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{\frac{3}{2}} + C''_5 (1 - \phi) \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \quad (10)$$

Donde σ_{pl}^* corresponde al límite elástico del material celular, σ_{ys} representa el límite elástico del sólido, C_5 y C''_5 son constantes de proporcionalidad y ϕ es la fracción del volumen del sólido contenido en los bordes de la celda. Ambas ecuaciones son importantes para el estudio de las propiedades mecánicas a compresión de los materiales celulares. Además, podría emplearse un estudio experimental más profundo y utilizar estas ecuaciones, para tener un mejor análisis de las propiedades mecánicas a compresión.

3.4 Resultado de los ensayos a flexión

Las pruebas a flexión se realizaron de acuerdo a lo establecido a la norma ASTM D790, por lo tanto, se eligieron 6 probetas por cada porcentaje de fibras (0, 1%, 2% y 3%), con densidades similares a 100 Kg/m³. En la Figura 3.10 se observan algunas de las probetas elaboradas para los ensayos a flexión, así como sus dimensiones.

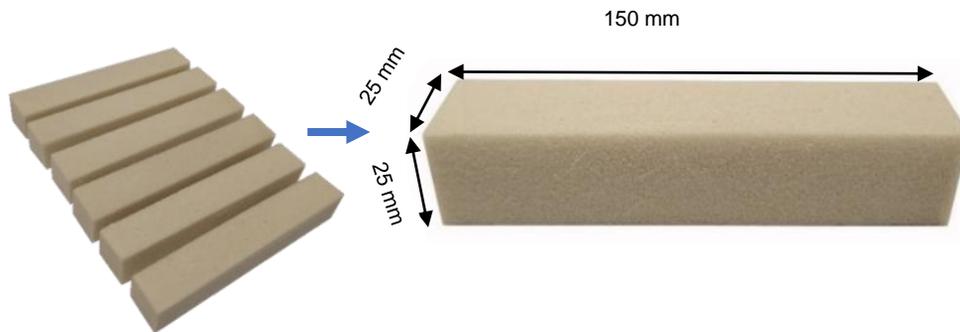


Figura 3.10. Ejemplares de muestras elaboradas para los ensayos a flexión.

En la Figura 3.11 se observa el proceso del ensayo a flexión de una probeta representativa con fibras. Se puede visualizar la muestra desde el inicio, hasta la fractura del material, donde se observó que después de la fractura, las fibras quedaron expuestas (Figura 3.11d), como efecto de la interacción del fibroreforzamiento esperado.

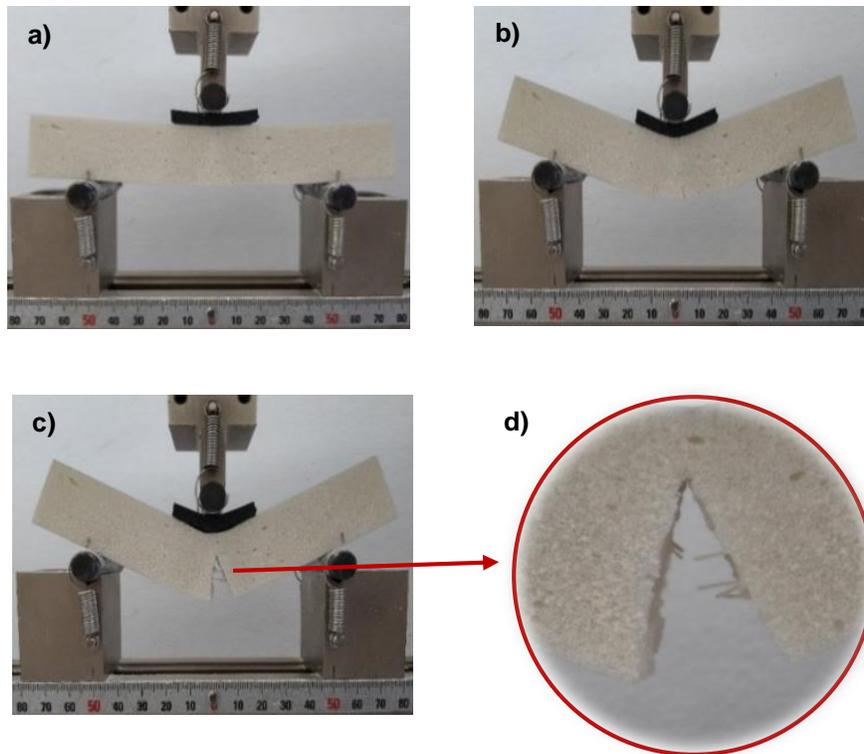


Figura 3.11. Proceso del ensayo a flexión de las probetas espumadas de PU con fibras de henequén, a) inicio de la prueba, b) muestra con indicios de fractura, c) muestra fracturada, d) fibras expuestas, *post mortem*.

En la Figura 3.12 se presentan curvas representativas de esfuerzo-deformación a flexión de las probetas elaboradas con densidades similares a 100 Kg/m^3 y con diferentes porcentajes de fibra. Se observó que con un porcentaje de 1% se presentó la resistencia más alta (1.74 MPa), esto comparado con muestras sin reforzamiento y con reforzamiento de 2% y 3% (Figura 3.13). Es decir, se obtuvo un incremento del 37% en el valor de la resistencia del material de PU-F, siendo este valor, el correspondiente a las muestras con 1% de fibra. Se puede observar que el incremento en el reforzamiento a la resistencia a flexión, resultó ser más moderado en comparación a lo observado en la prueba de compresión (71%), posiblemente atribuible al efecto combinado que se da en la prueba de flexión, con un efecto mixto compresión-tensión que hace variar el efecto reforzante. También se puede visualizar que con un 3% de fibra, el esfuerzo alcanzado es menor al de las probetas sin reforzamiento (sólo PU). Esto indica que, con altos porcentajes de fibra (>1%), la matriz no está siendo reforzada eficientemente, y puede estar presentando zonas ricas en fibra que terminan siendo zonas de concentración de esfuerzos, es decir con mayores porcentajes no se logra la distribución uniforme de las fibras en toda la matriz (necesaria para un reforzamiento adecuado).

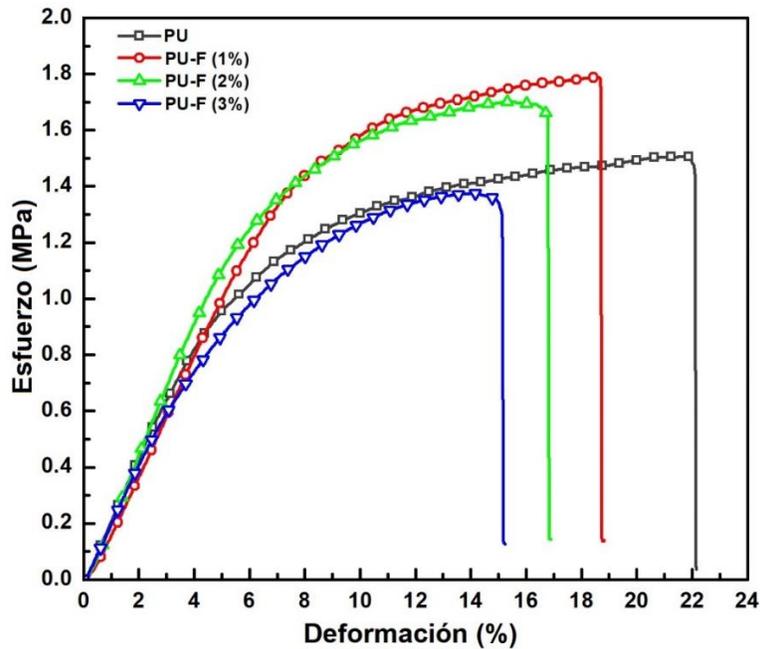


Figura 3.12. Curvas representativas de esfuerzo-deformación de los ensayos a flexión de probetas de PU con diferentes porcentajes de fibra.

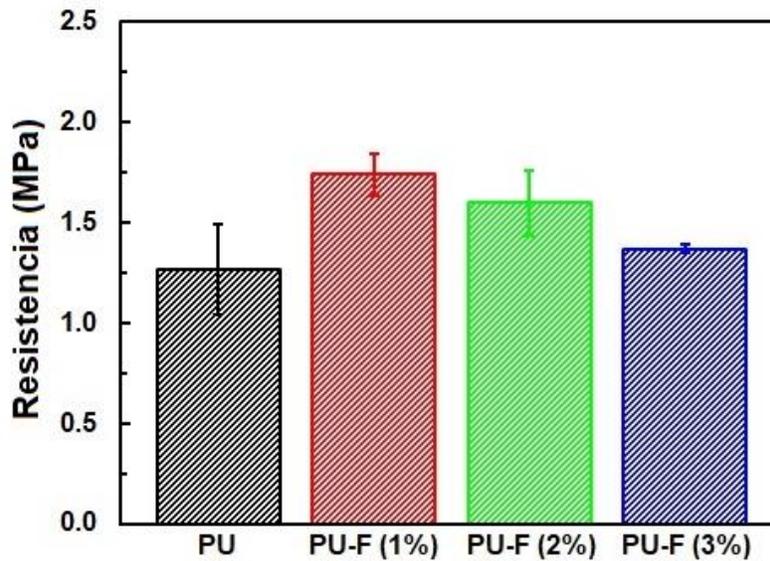


Figura 3.13. Resistencia a flexión de los materiales de PU y PU-F.

En la Figura 3.14 se observan los valores de resiliencia de las probetas de PU con y sin fibra. Estos valores se obtuvieron considerando el área bajo la curva esfuerzo-deformación (zona lineal) de las probetas ensayadas a flexión. Se presentó un valor máximo de esta propiedad al 1% de fibra, sin embargo, al incrementar el contenido de la fibra, este valor (resiliencia) disminuyó. Lo que indicó que al 1% de fibra, se está absorbiendo la energía máxima de deformación, es decir

energía capaz de absorber sin sufrir daño en el material, siendo 106% mayor en comparación al PU sin refuerzo.

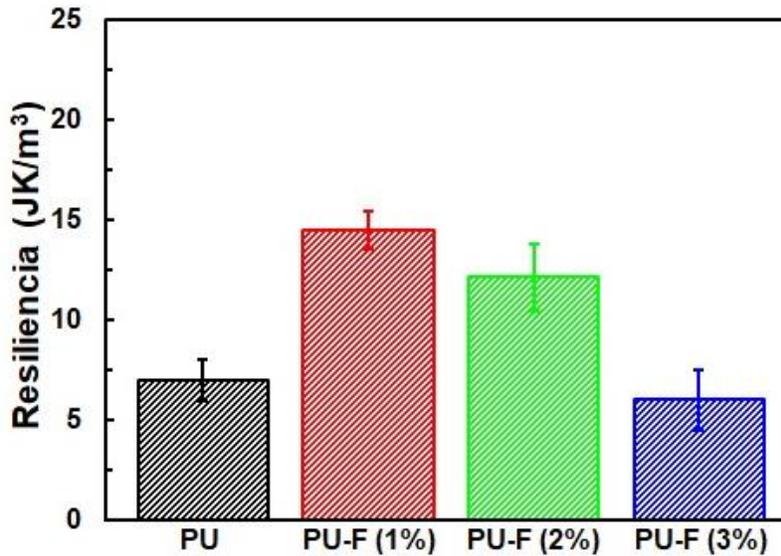


Figura 3.14. Resiliencia de las probetas de flexión.

Para el caso de la tenacidad (Figura 3.15) no se observó mejora en las probetas fibroreforzadas, sin embargo, se visualizó que, de las tres probetas con fibra, la del 1% es la que presentó un valor máximo de tenacidad, por lo tanto, se puede considerar que con este valor de contenido de fibra se presentan las mejores propiedades del material compuesto.

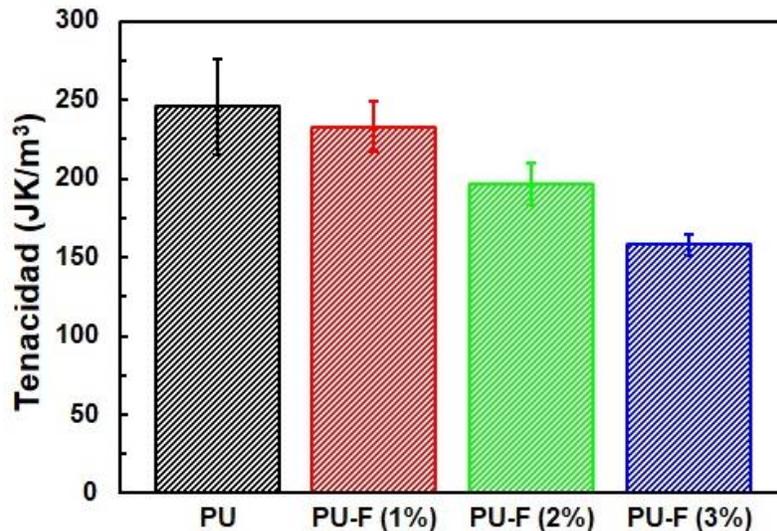


Figura 3.15. Tenacidad de las probetas de flexión.

En la Tabla 3.3 se presentan los valores promedio (con un 95% de confianza) de densidad, resistencia, deformación, el módulo a flexión y la resiliencia de las probetas representativas de PU con y sin fibras. Se puede observar un crecimiento del 13% en el módulo a flexión al

incrementar el porcentaje de fibras, hasta un 2% de refuerzo, sin embargo, al aumentar a 3%, el valor del módulo disminuyó, tal y como observado en las pruebas de compresión. Estos valores se obtuvieron considerando las ecuaciones 5, 6 y 7.

Con estos resultados se observó que la incorporación de fibras a las espumas de PU, aumenta las propiedades a flexión del material, esto con 1% de reforzamiento. Por otra parte, con porcentajes mayores, no se presentaron cambios significativos en las propiedades del material, pero si una tendencia a la disminución de estas propiedades, indicando que el aumento del porcentaje de fibra (ej. a 3%), ya no contribuye a la mejora mecánica del material compuesto.

Tabla 3.3. Resultados obtenidos en los ensayos de flexión de muestras con y sin fibra de henequén.

| Material | Densidad (Kg/m ³) | Resistencia (MPa) | Deformación (%) | Módulo a flexión (MPa) | Resiliencia (KJ/m ³) | Tenacidad (KJ/m ³) |
|-----------|-------------------------------|-------------------|-----------------|------------------------|----------------------------------|--------------------------------|
| PU | 101.63 ± 6.32 | 1.27 ± 0.23 | 22.90 ± 3.80 | 19.27 ± 3.45 | 7.01 ± 1.02 | 246.01 ± 30.45 |
| PU-F (1%) | 102.18 ± 1.61 | 1.74 ± 0.10 | 17.71 ± 1.06 | 21.41 ± 0.92 | 14.46 ± 0.95 | 233.03 ± 15.96 |
| PU-F (2%) | 99.51 ± 5.10 | 1.60 ± 0.16 | 16.38 ± 1.04 | 21.84 ± 2.42 | 12.14 ± 1.69 | 196.31 ± 13.50 |
| PU-F (3%) | 106.36 ± 1.31 | 1.37 ± 0.02 | 14.61 ± 0.51 | 21.51 ± 1.09 | 6.00 ± 1.49 | 158.04 ± 6.61 |

3.5 Características espectroscópicas de las fibras y del PU espumado

En la Figura 3.16 (inciso a) se presenta el espectro FTIR de la fibra de henequén (inciso a), en donde se pudo visualizar un pico de alrededor de 3400 - 3250 cm⁻¹, el cual se pueden atribuir a las vibraciones de estiramiento de los grupos O-H de la celulosa. Los picos en el intervalo de 2960 - 2840 cm⁻¹ se relacionan con el estiramiento de hidrocarburos saturados C-H. Otro de los picos es cercano a 1731 cm⁻¹ el cual es correspondiente al estiramiento del carbonilo (C=O) de los grupos acetilo de la hemicelulosa. Las bandas de alrededor de 1000 - 1300 cm⁻¹ se puede atribuir a la vibración de estiramiento C-O-C de celulosa y hemicelulosa [5, 64].

También se visualiza el espectro FTIR de la espuma de poliuretano (inciso b), mostrando picos de alrededor de 3334 - 3305 cm⁻¹, el cual se atribuye al estiramiento de los grupos N-H. El pico entre 2922 - 2920 cm⁻¹ corresponde al enlace C-H. También se presenta el grupo isocianato N=C=O con bandas que se aproximan a 2279 cm⁻¹. Este grupo es importante ya que junto con los grupos OH forman los grupos uretanos que constituyen a los poliuretanos. Para el grupo

carbonilo, su pico característico se encuentra en el entorno de $1700 - 1709 \text{ cm}^{-1}$ [39, 65, 66]. Además, se puede observar el espectro analizado de una fibra impregnada de PU (línea en rojo), donde se observan picos similares al del PU, confirmando la presencia de la resina en la fibra; sin embargo, en este caso se presentó una disminución en la intensidad de los picos característicos de los grupos N-H y C-H, así como del grupo isocianato (2279 cm^{-1}), esto es atribuido a la interacción de la fibra con el PU.

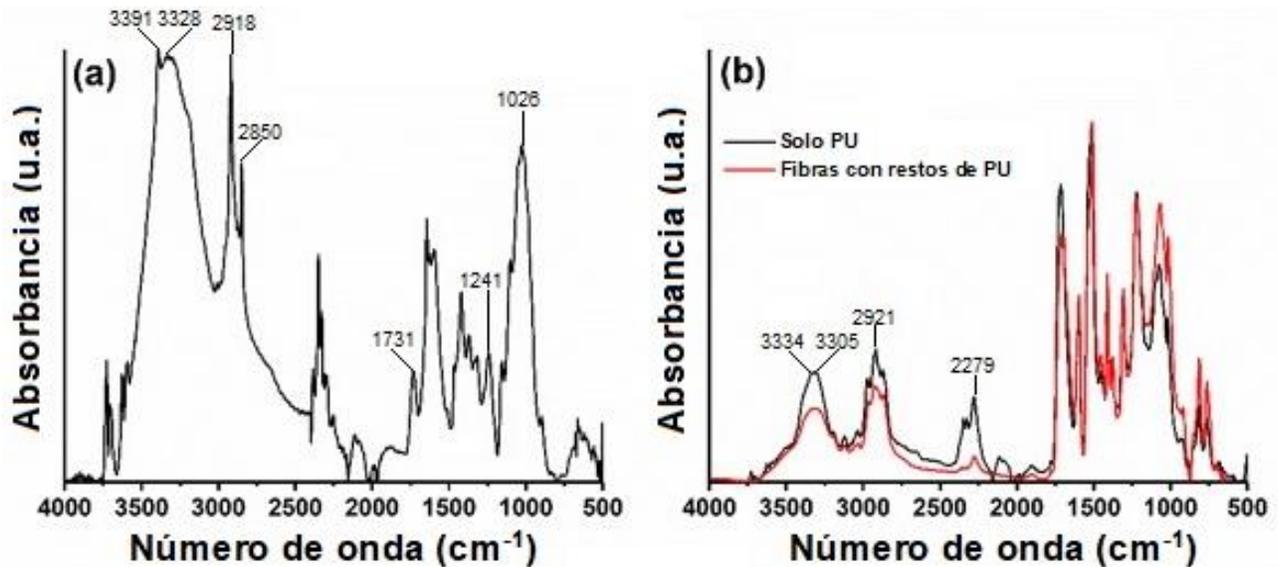


Figura 3.16. Espectro de FTIR, a) de la fibra de henequén, b) de la espuma de PU y de la fibra de henequén impregnada con el PU.

3.6 Caracterización microscópica mediante SEM

En la Figura 3.17 se presenta un comparativo de micrografías a 100X, de las fibras extraídas en los ensayos de pull-out. En el inciso a) la densidad del espumado es similar a 80 Kg/m^3 , observando que la fibra extraída está cubierta con el PU, además se visualizaron celdas con formas bien definidas. En el inciso b) se presenta una fibra también impregnada con la espuma de PU a 90 Kg/m^3 , sin embargo, en este caso se observaron zonas en donde las celdas estaban menos definidas y otras en donde se presentaba mayor cantidad de PU, esto posiblemente debido al incremento de la densidad del material. Al igual que en los dos casos anteriores en el inciso c) la fibra también está cubierta con el PU y el tamaño de las celdas que la rodea varía, incluso se observa que algunas son más pequeñas que las presentadas en los dos casos anteriores, la densidad de esta muestra es de 100 Kg/m^3 , siendo congruente la observación de celdas más pequeñas en relación con el aumento de la densidad.

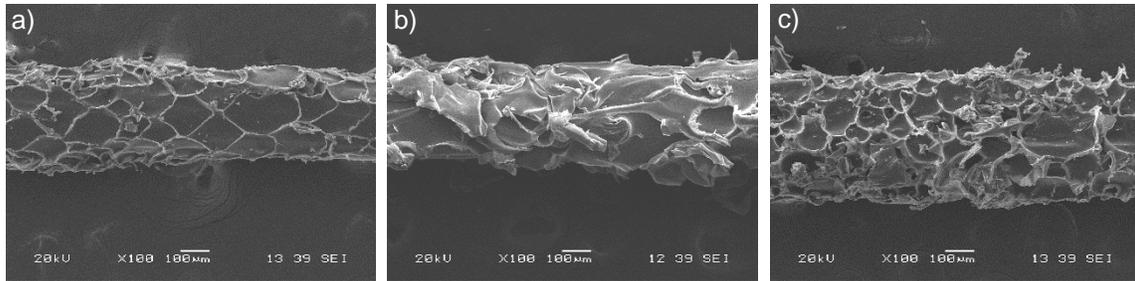


Figura 3.17. Microscopia SEM de las fibras extraídas en los ensayos de pull-out, a) espumado de 80 Kg/m³, b) espumados de 90 Kg/m³, c) espumado de 100 Kg/m³.

En la Figura 3.18 se observa la sección transversal de falla de muestras representativas ensayadas a flexión de PU sin fibra y con fibra (1%, 2% y 3%), con densidades similares a 100 Kg/m³. En la Figura 3.18a se observaron celdas del PU más homogéneas en tamaño en comparación con las muestras con fibras. En el inciso b) con fibras al 1%, se observó que la fibra expuesta en la zona de falla, está bien impregnada con la matriz PU, además hay zonas en donde las celdas varía en tamaño, con tendencia a una reducción en su tamaño. En la Figura 3.18c se visualiza la fibra expuesta (2%), bien cubierta con PU, como señal de la buena impregnación lograda por la resina, esto es posible también a la interacción de los elementos químicos de la resina y la fibra (observado en con anterioridad en el espectro FTIR). Esto se observa igualmente para el grupo con fibra al 3%, con una reducción del tamaño de celda, en comparación con el PU sin reforzamiento. En este último caso también se presentaron celdas con dimensiones visiblemente diferentes en tamaño, incluso se observaron zonas con cavidades, lo cual es atribuido a la fractura de las celdas durante la prueba.

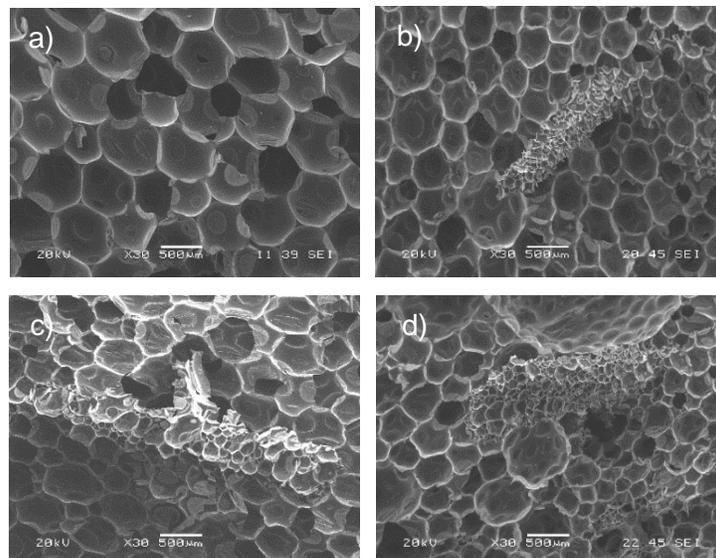


Figura 3.18. Microscopia SEM del PU espumado, a) PU sin fibra, b) PU con fibra (1%), c) PU con fibra (2%), d) PU con fibra (3%).

En la Figura 3.19 se muestra el cambio en el diámetro de la celda PU cuando se emplean diferentes porcentajes de fibras, comparado con PU sin reforzamiento. Estos valores se obtuvieron empleando el programa Image J, realizando 180 mediciones por cada porcentaje de fibra a las muestras ensayadas a flexión. En general se observa una disminución en el diámetro de celda al usar fibra (1-3% en fracción peso). Esto se puede atribuir, uno, por una mayor cantidad de material por volumen, debido a la presencia de la fibra añadida en la formulación y dos, como consecuencia de la misma fibra al reducir la movilidad de la resina durante la etapa final del espumado, resultando en celdas más pequeñas.

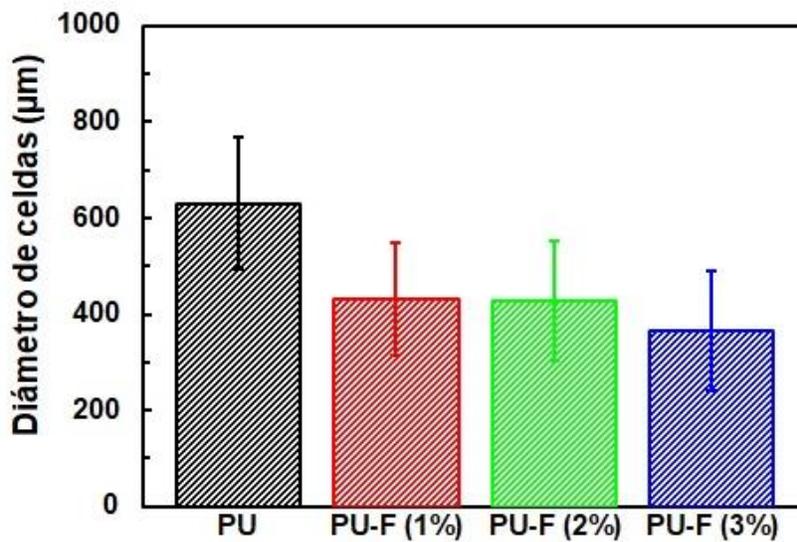


Figura 3.19. Diámetros promedio de las celdas del PU espumado con y sin fibras.

CONCLUSIONES

En este trabajo se abordó el estudio de un material compuesto poliuretano/fibra de henequén, evaluando el nivel de reforzamiento mecánico a flexión y compresión. Para ello se realizaron trabajos preliminares en donde se observaron detalles en el proceso de elaboración de las muestras (espumado del material, desmolde, rectificado, entre otros), así como la modificación de la técnica para identificar la resistencia interfacial, fibra-matriz.

Se realizaron adaptaciones al sistema de pull-out para obtener un arreglo equivalente al de matriz sólida. Por lo tanto, se efectuaron algunos ajustes para el montaje de las muestras. Estos ensayos mostraron que las probetas con densidades parecidas o incluso mayores a 110 Kg/m^3 y con longitudes embebidas superiores a 10 mm, no permiten la extracción de la fibra, la cual se rompe al exceder su resistencia a tensión. Por el contrario, a densidades aproximadas a 90 Kg/m^3 y con fibras embebidas similares a 10 mm, siempre se logró la extracción de la fibra. Además, a densidades cercanas a 100 Kg/m^3 con longitudes embebidas similares a 10 mm, se presentó una zona de transición de falla interfacial, donde las fibras pueden o no extraerse. Por lo tanto, es en esta última (zona de transición) en donde se identificó la longitud de fibra óptima para la elaboración del material compuesto propuesto en este proyecto, obteniéndose una longitud promedio de fibra de 9.8 mm, la cual corresponde a las probetas elaboradas con densidades similares a 100 Kg/m^3 . Al considerar las zonas encontradas en este ensayo (donde la fibra es extraída y la zona de transición), se obtiene un valor promedio de esfuerzo cortante de $8.43 \pm 1.38 \text{ MPa}$, el cual puede tomarse como el valor representativo máximo de falla interfacial para este arreglo.

Los ensayos a compresión, mostraron el comportamiento característico de un material celular (zona elástica, plástica y densificado). Además, se observó que la resistencia aumentó considerablemente con la incorporación de las fibras, esto hasta un 2%, con un aumento en la resistencia del 71%; sin embargo, al aumentar a 3% se visualizó la disminución del valor de esta propiedad. Para el caso del módulo elástico, también se presentó un aumento al 2% de fibra, obteniéndose un incremento significativo del 83%, respecto al PU sin reforzar. A partir de este ensayo también se obtuvo el valor de la resiliencia y tenacidad del material, alcanzando su valor máximo al 2% de fibra añadida. Es decir que la máxima energía absorbida por el material ocurre cuando el PU está fibroreforzado al 2% de fibra, observando igual que, a mayor cantidad de fibra (ej. 3%), la energía absorbida disminuye, posiblemente por efecto del exceso de fibra que generó aglutinamiento de estas con efectos mecánicos negativos.

Las pruebas a flexión indicaron que la resistencia del material se incrementó cuando se incorporaron las fibras alcanzando la máxima resistencia con 1% de fibras. Por el contrario, a mayor cantidad de fibras, el valor de la resistencia fue menor. Por lo tanto, se obtuvo un incremento de 37% en el valor de la resistencia del material compuesto (con 1% de fibra). Por otra parte, el valor del módulo elástico también presentó un aumento, esto hasta un 2% de fibra, obteniéndose un incremento de 13%. A partir de estos ensayos también se determinó la resiliencia del material, obteniéndose un valor máximo al 1% de fibra añadida, es decir que con este valor se obtuvo la máxima energía de deformación. También se observó que al incrementar el contenido de fibra el valor de la resiliencia disminuyó, es decir que a mayor porcentaje de fibra disminuye la cantidad de energía que el material compuesto puede absorber en este sistema. Por otra parte, los valores de la tenacidad no mostraron mejoras en el material compuesto fibroreforzado, sin embargo, de los tres casos presentados (materiales con 1%, 2% y 3% de fibra), los materiales con 1% de fibra presentaron los valores máximos de esta propiedad.

Como parte de los análisis complementarios, el análisis FTIR sirvió para observar los grupos funcionales de la fibra de henequén, identificado los picos característicos que la componen (grupos OH, C=O, C-O-C, entre otros). En el espectro del PU espumado también se identificaron los picos característicos como la de los grupos N-H, C-H, N=C=O, entre otros. Además, el análisis realizado a una fibra impregnada de PU, mostró una disminución en la intensidad de los picos característicos de los grupos anteriores (N-H y C-H), así como de los grupos isocianato, lo cual se relacionó a la buena interacción de la fibra con el PU.

En las micrografías SEM se observaron que las fibras extraídas en los ensayos de pull-out estaban totalmente impregnadas con la espuma de PU, además es posible que debido a la densidad del material se presentaron zonas en donde se observaron mayor cantidad de PU y otras en donde las celdas presentaban tamaños variados por efecto de la fibra. Además, se visualizaron celdas mejor definidas en el caso de la fibra extraída del espumado de menor densidad (80 kg/m^3), esto comparado con las otras probetas de mayor densidad. En las probetas de flexión siempre se observaron fibras expuestas cubiertas con el PU espumado, también se visualizaron diferencias en los tamaños de celdas en presencia de la fibra, incluso se observaron zonas con cavidades (muestras con 3% de fibra), lo cual pudo ser consecuencia de la fractura del material durante la prueba.

RECOMENDACIONES

- Se recomienda un estudio a mayor profundidad para el análisis de adherencia interfacial, así como emplear algún tipo de tratamiento químico para la fibra, que permita mejorar aún más esta propiedad.
- Considerarse también realizar un estudio con fibras naturales a nivel más pequeño (micro-nanofibras de celulosa) para observar el comportamiento mecánico del material compuesto espumado de PU, con un enfoque multiescala.
- Se recomienda realizar un análisis más profundo acerca de distribución de fibra en el material compuesto. Así como también considerar un estudio que permita caracterizar los mecanismos de falla del material compuesto espumado.

REFERENCIAS

- [1] N. Gopal. *Biodegradable and biocompatible polymer composites, processing, properties and applications*, 2da ed.; Woodhead Publishing, Mumbai, India, 2018, Vol 1, 1-433.
- [2] H. Ku, H. Wang, N. Pattarachaiyakoo, M. Trada. A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites, *J. Composites. Part B.* 42, 856-873, 2011.
- [3] L. Shafigullin, V. Astashchenko, N. Romanova, A. Ibragimov, G. R. Shafigullina, A. Shafigullina. Investigation of physical-mechanical and performance properties of glass fiber reinforced polyurethane materials used in the machine building industry, *Materials science and engineering.* 240, 1-3, 2017.
- [4] N. Gama, A. Ferreira, and A. Barros. Polyurethane foams: past, present, and future, *J. Materials.* 11, 1841-1876, 2018.
- [5] A. Dzul, Efecto de un agente de acoplamiento natural sobre las propiedades mecánicas de un material compuesto polipropileno/henequén, Tesis de maestría, Centro de Investigación Científica de Yucatán, México, 2015.
- [6] M. Muñoz, M. Hidalgo, J. Mina. Fibras de fique una alternativa para el reforzamiento de plásticos, *Biotecnología en el sector agropecuario y agroindustrial.* 12, 60-70, 2014.
- [7] J. Martínez, "Efecto de la acetilación sobre las propiedades higroscópicas de fibras cortas de coco y en materiales fibrorreforzados, Tesis de maestría, Centro de Investigación Científica de Yucatán, México 2007.
- [8] A. Bledzki, J. Gassan, W. Zhang. Impact properties of natural fiber-reinforced epoxy foams, *J. Cellular plastics.* 35, 550-562, 1999.
- [9] F. AL-Oqla, M. Salit. *Materials Slection for Natural composites*, 1ra ed.; Woodhead Publishing, India, 2017, Vol. 1, 1-286.
- [10] M. Kuranska, A. Prociak. Porous polyurethane composites with natural fibres, *Composites science and technology.* 72, 299-304, 2011.
- [11] M. Todor, C. Bulei, T. Heput, I. Kiss., (2018) Researches on the development of new composite materials complete / partially biodegradable using natural textile fibers of new vegetable origin and those recovered from textile waste. International conference on applied science 294, 10-12 May. Hunedoara, Romania.
- [12] F. La Mantia, M. Morreale. Green composites: a brief review, *J. Composites: part A.* 42,

579-588, 2011.

- [13] S. Sapuan. *Composite materials: concurrent engineering approach*, 1ra ed.; Butterworth-Heinemann, United Kingdom, 2017, Vol.1, 1-338
- [14] X. Su Yi, S. Du, L. Zhang. *Composite materials engineering, fundamentals of composite materials*. 1ra ed.; Chemical industry press, Beijing, 2017, Vol. 1, 1-765.
- [15] K. Kamal, *Compisite materials, processing, applications, characterizations*, 1ra ed.; Springer, Berlín, 2017, Vol. 1, 1-686.
- [16] A. Brent. *Fundamentals of composites manufacturing, materials, methods and applications*, 2da ed.; Society of Manufacturing Engineers, Michigan, United State of America, 2008, Vol. 1, 1-620.
- [17] S. Velásquez, G. Pelaéz, D. Giraldo. Uso de fibras vegetales en materiales compuestos de matriz polimérica : una revisión con miras a su aplicación en el diseño de nuevos productos, *Informador Técnico (Colombia)*. 80, 77-86, 2016.
- [18] M. Ruz, Desarrollo de un material compuesto espumado a base de polietileno de alta densidad y celulosa, Tesis de maestría, Centro de Investigación Científica de Yucatán, México 2013.
- [19] M. Ashby, R. Mehl. The mechanical properties of cellular solids, *The Metallurgical Society of AIME*. 14, 1755-1769, 1983.
- [20] L. Gibson, M. Ashby. *Cellular solids, structure and properties*, 2da ed.; Copyrighted material, University of Cambridge, United Kingdom, 1997, Vol. 1, 1-500.
- [21] S. Thomas, A. Vasudeo, K. Kanny, A. V.K., M. Thomas. *Recycling of Polyurethane Foams*, 1ra. ed.; William Andrew, applied science publishers, United Kingdom, 2018, Vol. 1., 1-146.
- [22] D. De Vries. Characterization of polymeric foams, *Mechanics of Materials*, Eindhoven university of technology. 9, 1-35, 2009.
- [23] Q. Magkiriadis, J. Harrigan. Compressive strain at the onset of densification of cellular solids, *J. Cellular plastics*. 42, 371-392, 2006.
- [24] A. Xool, "Mejoramiento de un sistema estructural sandwich híbrido tipo panel, Tesis de maestría, Centro de Investigación Científica de Yucatán, México, 2013.
- [25] A. Baroutaji, A. Arjunan, A. Niknejad, T. Tran, and A. Olabi. Application of cellular material in crashworthiness applications: an overview, *Materials Science and Materials Engineering*.

26, 1-14, 2019.

- [26] E. Flores, Q. LI, R. Mines. Degradation of elastic modulus of progressively crushable foams in uniaxial compression, *J. Cellular plastics*. 44, 415-434, 2008.
- [27] J. Castillo, Estudio de materiales compuestos livianos tipo sándwich con núcleo de concreto espumado para aplicaciones estructurales, Tesis de maestría, Centro de Investigación Científica de Yucatán, México, 2019.
- [28] Standard test method for compressive properties of rigid cellular plastics (ASTM D-1621-00), Estados Unidos: Copyright ASTM international, 2000.
- [29] D. Chinthankumar, K. Jathin, B. Manujesh, K. Umashankar, M. Prajna. Synthesis and experimental investigation of density on the structural properties of rigid polyurethane Foams, *American Journal of Materials Science*. 6, 77-81, 2016.
- [30] M. Saha, H. Mahfuz, U. Chakravarty, M. Uddin, M. Kabir, S. Jeelani. Effect of density, microstructure, and strain rate on compression behavior of polymeric foams, *Materials science y engineering A*. 406, 328-336, 2005.
- [31] V. Alcántara, (2019), Crece en México el mercado de poliuretano. <https://www.plastico.com/temas/Crece-en-Mexico-el-mercado-de-poliuretano+130139?pagina=2> Consultado: 10 de Junio del 2021.
- [32] M. Kim, S. Kwon, H. Park, and B. Kim. Glass fiber and silica reinforced rigid polyurethane foams, *Express polymer. letters*. 11, 374-382, 2017.
- [33] D. Eaves. *Handbook of polymer foams*, 1ra ed.; Rapra technology limited, United Kingdom, 2004, Vol. 1, 1-289.
- [34] M. Szycher, *Szycher's handbook of polyurethanes*, 2da ed.; CRC Press Taylor & Francis Group, London, 2013, Vol 1, 1-1092.
- [35] Y. Bienvenu. Application and future of solid foams, *Comptes rendus physique*. 15, 719-730, 2014.
- [36] A. Çağrı, C. Durmuşkahya, M. Özgür. Natural fibers, *Fiber technology for fiber-reinforced composites*. 1, 209-235, 2017.
- [37] S. Demiroğlu, F. Erdoğan, E. Akin, H. Karavana, and M. Seydibeyoğlu. Natural fiber reinforced polyurethane rigid foam, *Journal of science, GU J Sci*. 30, 97-109, 2017.
- [38] K. Bledzki, W. Zhang, A. Chate. Natural-fibre-reinforced polyurethane microfoams,

- Composites. science. technology. 61, 2405-2411, 2001.
- [39] S. Sair, A. Oushabi, A. Kammouni, O. Tanane, Y. Abboud, and A. El Bouari. Mechanical and thermal conductivity properties of hemp fiber reinforced polyurethane composites, *J. Case studies in construction materials*. 8, 203-212, 2018.
- [40] M. Azmi, M. Yusoff, H. Abdullah, M. Idris. Rigid polyurethane foam reinforced coconut coir fiber properties, *International. journa of. integrated engineering*. 4, 11-15, 2012.
- [41] S. Husainie, S. Khattak, J. Robinson, and H. Naguib. A comparative study on the mechanical properties of different natural fiber reinforced free-rise polyurethane foam composites, *Industrial & engineering chemistry research*. 59, 21745-21755, 2020.
- [42] L. Del Castillo, M. Robert, A. Larqué, I. Higuera. *CICY: treinta años de labor científica y educativa*, 1ra ed.; Centro de Investigación Científica de Yucatán, México, 2010, Vol. 1, 1-213.
- [43] DNFI.org, (2021), Discover natural fibres initiative, <https://dnfi.org/> Consultado: 25 de Junio del 2021.
- [44] D. Roylance. *Mechanical properties of materials*, 1ra ed.; John Wileand & Sons Ltd, New York, United States of America, 1996, Vol.1, 1-315.
- [45] I. Flores, Efecto de la absorción y desorción de humedad sobre las propiedades mecánicas de un material compuesto a base de residuos de madera de pino y HDPE, Tesis de maestría, Centro de Investigación Científica de Yucatán, México, 2012.
- [46] ASM. International. *Atlas of stress-strain curves*, 2da ed.; ASM International, United States of America, 2002, Vol.1, 1-816.
- [47] R. Hibbeler. *Mecánica de materiales*, 6ta ed.; Pearson Educación, México, 2006, Vol. 1, 1-876.
- [48] A. Valadez, Efecto del tratamiento superficial de fibras de henequén sobre la resistencia interfacial fibra-matriz y en las propiedades efectivas de materiales compuestos termoplásticos, Tesis de doctorado, Universidad Autónoma Metropolitana, México, 1999.
- [49] S. Ferreira, F. Andrade, R. Lopes, R. Toledo. Effect of fiber treatments on the sisal fiber properties and fiber-matrix bond in cement based systems, *Construction and building materials*. 101, 730-740, 2015.
- [50] T. Lecompte, A. Perrot, A. Subrianto, A. Le Duigou, G. Ausias. A novel pull-out device used

to study the influence of pressure during processing of cement-based material reinforced with coir, *Construction and building materials*. 78, 224-233, 2015.

- [51] S. Wei, C. Yiqiang, Z. Yunsheng, M. Jones. Characterization and simulation of microstructure and thermal properties of foamed concrete, *Construction and building materials*. 47, 1278-1291, 2013.
- [52] S. Yunus, B. Sefa-Ntiri, B. Anderson, F. Kumi, P. Mensah-Amoah, S. Sonko. Quantitative pore characterization of polyurethane foam with cost-effective imaging tools and image analysis: a proof-of-principle study, *J. Polymers*. 11, 1879-1895, 2019.
- [53] Ł. Sadowski, D. Stefaniuk, J. Hoła. The effect of the porosity within the interfacial zone between layers on pull-off adhesion, *Construction and building materials*. 152, 887-897, 2017.
- [54] J. Jancar, K. Zarybnicka, J. Zidek, and F. Kucera. Effect of porosity gradient on mechanical properties of cellular nano-composites, *J. Polymers*. 12, 681-693, 2020.
- [55] A. Polini, F. Yang, Physicochemical characterization of nanofiber composites, *Nanofiber composites for biomedical applications*. 1, 97-115, 2017.
- [56] P. Lin, S. Lin, P. Wang, R. Sridhar. Techniques for physicochemical characterization of nanomaterials, *J. Biotechnology advances*. 32, 711-726, 2014.
- [57] M. Valcárcel. *Técnicas analíticas de separación*, 1ra ed; Reverte, Barcelona, España, 2021, Vol.1, 1-800.
- [58] G. Piovezan, M. Pereira, G. Carvalho, A. Wellington, J. García, E. Radovanovic, S., Fávoro. Mechanical properties of a polyurethane hybrid composite with natural lignocellulosic fibers, *Composites part B: engineering*. 110, 459-465, 2017.
- [59] S. C. Centro de Investigaciones en Materiales Avanzados (2021), Microscopía electrónica de barrido, CIMAV. <https://cimav.edu.mx/vinculacion/servicios-de-laboratorio/meb/>, consultado: 10 de Junio del 2021.
- [60] S. Sair, A. Oushabi, A. Kammouni, O. Tanane, Y. Abboud, F. Oudrhiri, A. Laachachi, A. Bouari. Effect of surface modification on morphological, mechanical and thermal conductivity of hemp fiber: characterization of the interface of hemp-Polyurethane composite, *Case studies in thermal engineering*. 10, 550-559, 2017.
- [61] Poliformas plásticas. Hoja de datos de seguridad para sustancias químicas, México, 2013, 1-6.

- [62] L. Drzal, P. Herrera. Comparison of methods for the measurement of fibre/matrix adhesion in composites, *J. Composites*. 23, 2-27, 1992.
- [63] Standard Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulation Materials (ASTM D-790), Estados Unidos: Copyright ASTM international, 2006.
- [64] A. Aguilar, P. Herrera, A. Martínez, A. Valadez. Improving the bonding between henequen fibers and high density polyethylene using atmospheric pressure ethylene-plasma treatments, *Express polymer letters*. 8, 491-504, 2014.
- [65] P. Cinelli, I. Anguillesi, A. Lazzeri. Green synthesis of flexible polyurethane foams from liquefied lignin, *European polymer journal*. 49, 1174-1184, 2013.
- [66] B. Gregorí, Y. De la Hoz, L. Alba, M. Guerra. Síntesis de poliuretanos: caracterización por espectrometría infrarroja, *ICIDCA (Cuba)*. 42, 3-7, 2008.