



Respuesta Mecánica de composites con Arundo Donax como refuerzo en resinas poliéster.

Mechanical response of composites with arundo donax as enforcer to polyester resins

Rosalba Fuentes, Miriam Gordillo, Diana Mendoza, Fernando Amezcua.

DCNE Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato.

Email: fuentes_ros@hotmail.com

RESUMEN

Se realizó un tratamiento alcalino a fibras de *Arundo donax* para lograr una mejor interfase en el compuesto resina poliéster – carrizo. El tratamiento con la concentración 2 M removió la mayor cantidad de lignina. Los compósitos se conformaron usando distintas resinas y las pruebas de impacto efectuadas mostraron que la mejor resistencia se logró con la resina poliéster cristal.

ABSTRACT

Arundo Donax fiber was given an alkaline treatment with sodium hydroxide in order to obtain a better interfase in the composite resin polyester-carrizo. The treatment with concentration 2 M removed the greater amount of lignin. Composite tests showed better resistance to impact with resin polyester crystal.

PALABRAS CLAVE: Compósito, *Arundo Donax*, Resina Poliéster.

INTRODUCCION

Actualmente hay un renacimiento en el uso de fibras naturales como refuerzos en materiales compuestos llamados también compósitos. Por ejemplo, en la industria del automóvil el *Trabant* [1] ha utilizado basura del textil para reforzar los plásticos. Otras fibras, tales como lino, cáñamo e incluso ramio, han sido utilizadas también para coches en paneles de la puerta, madera moldeada, paneles laminados. En azoteas del coche se han hecho compuestos de fibra-natural paño-lino con las resinas de epóxicas o los compuestos del poliuretano.

Los compósitos pueden ser definidos como *la mejor asociación voluntaria de los materiales no-miscibles o en parte miscibles que tienen diversas estructuras, y complementa sus características para formar un material heterogéneo que presenta características globales y con funcionamientos superiores al de los materiales constitutivos originales y que satisface a las funciones requeridas* [5]. Estos materiales están formados



generalmente por una matriz, en la cual se introducen partículas o fibras para reforzar, cambiando sus características mecánicas.

En los materiales compuestos reforzados con fibras, puede conseguirse una mejor resistencia a la fatiga, mejor rigidez y una mejor relación resistencia-peso, al incorporar las fibras en una matriz blanda y dúctil. El papel de la fibra es absorber choques y dar al material una resistencia mecánica, mientras que la matriz sirve para distribuir los esfuerzos mecánicos sobre la estructura entera, y proteger las fibras contra daño (sobre todo químico) ambiental. La asociación fibra-matriz ofrece combinaciones innumerables de características físicas y químicas con tan solo modificar las cantidades de los materiales constitutivos, o la *arquitectura* del compuesto. Empleando diversas técnicas y orientación de las fibras, es posible controlar las características microscópicas del compuesto, y poder obtener combinaciones con características inconcebibles para los materiales tradicionales. En el caso de los compuestos reforzados con fibra natural, las ventajas principales son que dichas fibras tienen abundancia, biodegradabilidad y bajo costo.

El *Arundo donax* (figura 1), es una planta que se le considera invasiva y cuyas fibras se consideran de poco valor o aplicación. Es una gramínea silvestre que se propaga fácilmente de manera natural. Por lo general crece en pantanos, drenajes y cabeceras húmedas, con amplia distribución geográfica (desde zonas templadas a tropicales) y es muy parecida a la caña común, pero más esbelta en todas las partes que la componen y crece de 2 m a 4 m de altura. Por lo que entre otros nombres que se le dan son: caña común, carrizo, falso bambú, junco gigante, etc. Otra planta de esta familia con mayor aplicación es el bambú que se usa como material de construcción, como fuente de alimento, en la fabricación de papel, y también se ha utilizado para reforzar compósitos [3].

Sin embargo, en el caso del *Arundo donax* no se ha buscado integrarlo a compósitos.



Figura 1. Imagen de *Arundo donax*, Caña común, Carrizo, Junco gigante, Falso bambú.



El *Arundo donax* está compuesto principalmente por celulosa (40%), hemicelulosa (17%) y lignina (25%). Estas sustancias son responsables de muchas de las propiedades de las fibras, principalmente la celulosa, la cual, es un polisacárido de condensación lineal con un peso molecular alto. La unidad fundamental de su macromolécula es la glucosa, que contiene tres grupos $-OH$. Estos grupos le conceden un alto carácter hidrófilo. Las propiedades de carácter mecánico dependen del tipo de celulosa que compone la fibra [6].

La hemicelulosa es un polisacárido de cadena corta que forma parte de las células vegetales, es la responsable de la biodegradación, absorción de humedad y degradación térmica de la fibra. La lignina es un complejo de hidrocarburos poliméricos que presentan constituyentes alifáticos como aromáticos, muy ramificados. La lignina ocupa los espacios existentes entre las cadenas de celulosa. Es un polímero estructural en el que a diferencia de la celulosa tiene menores propiedades mecánicas. El contenido de lignina en las fibras afecta a su estructura morfológica y propiedades.

Las propiedades físicas de fibras naturales son determinadas principalmente por la composición química y física, tal como la estructura de fibras, contenido de la celulosa, ángulo de fibrillas, sección representativa, y por el grado de polimerización.

La distribución de *Arundo donax* en México [6] indica alrededor de 138 registros para México de esta planta. La figura 2 [6] presenta la distribución general en el país con círculos verdes los registros formales y registros no formales (círculos rojos), en varios estados y a lo largo de Río San Juan, Río Rodríguez, Río Salado, entre otros que confluyen en el Río Bravo internacional (líneas azules).





Figura 2. Distribución del Arundo donax en México. Los puntos verdes son ejemplares en herbario y los puntos rojos son localidades observadas [6].

La estructura física de la fibra natural puede ser modificada usando el tratamiento químico. El uso de fibras naturales como refuerzos en materiales compuestos requiere una adherencia fuerte entre la fibra y la matriz. Dichos tratamientos pueden cambiar, entre otros, el carácter hidrofílico de las fibras naturales, para reducir efectos de la humedad en el compuesto. La naturaleza hidrofílica es un problema importante para todas las fibras celulosa si está será utilizada como refuerzo en plásticos. La calidad de la interfase fibra-matriz es importante en las aplicaciones, y con los tratamientos químicos o físicos puede ser optimizada. Estos métodos de modificación presentan diferentes eficiencias al final en cuanto a la adherencia entre la matriz y la fibra [2].

La mercerización [1] es uno de los métodos más antiguos de modificación de la fibra de la celulosa, y se ha utilizado extensamente en los textiles del algodón. El método consiste en un tratamiento alcalino de la celulosa-fibra, que depende del tipo y la concentración de la solución alcalina, su temperatura, tiempo de tratamiento, tensión del material, así como de los aditivos. La hemicelulosa ha mostrado ser muy sensible a la acción de la sosa cáustica, que ejerce solamente un efecto leve sobre lignina o la α -celulosa. El tratamiento del álcali afecta las propiedades de tensión de las fibras. Cuando se remueve la hemicelulosa, la región interfibrilar probablemente sea menos densa y menos rígida y de tal modo que las fibrillas podrían ser capaces de acomodarse a lo largo de la dirección del esfuerzo de tensión. Cuando se estiran las fibras naturales, tales cambios entre las fibrillas darían lugar a una mejor distribución de carga y por lo tanto un aumento en la tensión de la fibra. En contraste, el suavizado de la matriz inter-fibrilosa afecta al contrario la transferencia de la tensión entre la fibrilla y, de tal modo, el desarrollo total de la tensión en la fibra disminuye. Con la alcalización, un aumento en la calidad del compuesto es esperado debido a una mejora en la adhesión fibra-matriz.

Se ha considerado que las fibras naturales son livianas, fuertes y baratas, por esto es posible que puedan reemplazar la fibra de vidrio y los rellenos minerales en numerosas piezas diseñadas para el interior de los automotores [4]. Una razón para esta sustitución es la preocupación que existe por la aspiración de residuos de fibra de vidrio, la cual puede afectar la salud de los colaboradores en las fábricas. Por otro lado, no debe perderse de vista que algunas fibras naturales emiten olores desagradables, si no se toman precauciones apropiadas en el proceso y limitadas a temperatura en el procesamiento de aproximadamente 177 °C. Sin embargo, respecto a la propiedad de densidad, las fibras naturales con un rango de 1.25 g/cm³ a 1.50 g/cm³, tienen ventaja respecto a la densidad de la fibra de vidrio de 2.5 g/cm³.

Al realizar los compósitos, es importante tomar en cuenta que el secado de las fibras antes de procesamiento, es un factor importante, porque el agua en la superficie de la fibra actúa como un agente de separación en la interfase fibra-matriz. Además, por la evaporación del agua durante el proceso de la reacción, pueden aparecer huecos o vacíos en la matriz.



Ambos fenómenos conducen a una disminución de características mecánicas de compósitos reforzados con fibra natural.

La resina tiene una extraordinaria capacidad de reemplazar materiales tradicionales, por lo que permite elaborar productos que se caracterizan por su bajo peso, estabilidad tanto mecánica como química, larga vida útil y bajo costo de mantenimiento. Por lo anterior, son capaces de satisfacer plenamente las necesidades actuales de diversos sectores industriales, además de que su costo es el más reducido entre todas las matrices termoestables. Dependiendo del tipo de alcoholes y ácidos de los que se parta, se obtienen diferentes tipos de resinas de poliéster; según la naturaleza de sus monómeros constituyentes, se dividen en ortoftálicas (combinación de anhídrido maleico y anhídrido ftálico con glicoles), isoftálicas (sustituye el anhídrido ftálico por ácidos isoftálicos), bisfenólicas (mayor costo y resisten medios corrosivos).

El proceso en el cual la resina pasa de un estado líquido a un estado sólido se denomina curado. Este cambio de estado se produce en procesos complejos de aplicación de calor o de exposición a la radiación. Para facilitar la reacción de polimerización y el consecuente cambio de estado de la resina a temperatura ambiente, es necesario añadir a la misma en el momento de su utilización, iniciador (o también catalizador) y activador (o acelerador), en los porcentajes indicados por el fabricante de la resina. La reacción en las resinas poliéster puede sobrepasar 150 °C. Como valor de aproximación, una resina poliéster necesita de al menos entre 24 h y 48 h a 20 °C para alcanzar un grado de curado del 90%, hecho que permitiría extraer la pieza del molde. Es cuando la resina adquiere una buena parte de sus características mecánicas y químicas. Sin embargo, el curado total (100%) se producirá a lo largo de varias semanas o meses. El éxito del desarrollo de un material compuesto está determinado también por la calidad de la interfase fibra-matriz.

En este trabajo se utilizó de matriz del compósito la resina poliéster, la cual, endurecida por polimerización es un sólido, generalmente transparente, tiene una aplicación muy limitada por su poca resistencia a la tracción y al impacto. Para eliminar este inconveniente la resina poliéster se refuerza usualmente con fibra de vidrio y el conjunto presenta propiedades mecánicas excepcionales, sin embargo en este caso se ha utilizado una fibra natural que se encuentra en la planta *Arundo donax*, la cual no ha sido utilizada en compósitos de matrices poliméricas.

METODOLOGÍA

Para la elaboración de los materiales compuestos se utilizaron *Arundo donax* y tres tipos de resina poliéster marca Poliformas Plásticas.

Resina H-834: Esta resina se aplica para artículos de plástico reforzado con fibra de vidrio, en las industrias marina, de la construcción, artesanal y automotriz. Sus principales aplicaciones son la fabricación de piezas exteriores de autos, camionetas y camiones, como lo son: alerones, tolvas, fabricación de cajas refrigerantes, etc. En interiores para la



fabricación de consolas, portavasos y demás accesorios. Se mezcla con un catalizador de Peróxido de Etil Metil Cetona (PMEK).

Resina MR-250: Es una Resina Poliéster insaturada de excelente humectación con fibra de vidrio, bajo nivel de contracción, excelente acabado superficial, mínima absorción de agua, se adiciona catalizador del tipo PMEK. Sus aplicaciones al igual que la resina H-834 son en la industria marina, de la construcción, artesanal y automotriz, principalmente en la elaboración de piezas de plástico reforzado con fibra de vidrio.

Resina Cristal Preparada: Es una resina poliéster insaturada, ortoftálica de reactividad media preacelerada con promotor que proporciona un mayor control sobre su curado, bajo porcentaje de contracción, lo que permite evitar estrelladuras a espesores altos, gran transparencia y brillo en producto terminado. Requiere adicionar catalizador del tipo (PMEK). Se usa en aplicaciones artesanales.

Tratamiento alcalino de las Fibras de Carrizo:

Los tallos de carrizo fueron cortados en forma seccional para retirar los nudos con tamaños de 3cm y 7 cm de longitud. Para la modificación de las fibras con tratamiento alcalino se utilizó Hidróxido de Sodio marca Golden Bell, con el cual se prepararon soluciones de diferente concentración (0.5M y 2M). Lo que se busca principalmente con este tratamiento es la limpieza y modificación estructural de la superficie de las fibras para formar una mejor interfaz con la resina. La metodología de mercerizado es la siguiente; en un vaso de precipitados de 2 litros se adiciona 1 litro de solución de Hidróxido de Sodio de la concentración que se requiera mercerizar y 300 gramos de la fibra a tratar. Se calienta a 90°C y se mantiene con agitación durante una hora. Después se deja enfriar a temperatura ambiente, se lava con agua destilada a 100°C, la fibra se seca a temperatura ambiente durante 72 horas. Finalizando el tiempo de secado la fibra está en condiciones de ser usada para formar los compósitos.

Elaboración de compósitos: Se acomodaron las fibras con la orientación deseada en los moldes, en posición ortogonal y con cada una de las longitudes. Por otro lado, se prepararon las resinas de poliéster agregando catalizador en un 2% en peso. Se mezclaron manualmente por 3 minutos y se vació la resina en los moldes. El número de capas de fibra refuerzo fue de 4 capas y se encontraban previamente colocadas en el molde antes del vaciado. Se efectuó el curado de la muestra exponiéndola a la luz solar durante 30 minutos aproximadamente, antes de ser desmoldada, se lijaron para eliminar residuos e imperfecciones. Para hacer el vaciado del compósito resina – fibras, fueron realizados moldes flexibles de Caucho de Silicón P-53 marca Poliformas Plásticas, usando para el vulcanizado catalizador TP que se integró durante 2 minutos en forma manual.

Espectroscopía infrarroja (FTIR) y Microscopía.



Para la evaluación del grado de modificación de las fibras se utilizó espectrofotometría de infrarrojo. En esta técnica se analiza la aparición de bandas de absorción características, pudiendo detectarse la incorporación de hidroxilos en caso de tratamiento alcalino. Los ensayos de espectroscopía infrarroja se realizaron en un equipo Perkin Elmer Spectrum 100. El equipo cuenta con un accesorio ATR. El espectrofotómetro tiene resolución de 128 cm⁻¹ a 0.75 cm⁻¹.

También se realizó un análisis por microscopía óptica con un Microscopio Fotónico marca Javelin de 2000 aumentos y software PCTV Vision, donde se evidencia la lignina con el indicador Fluoroglucinol.

Finalmente para evaluar el comportamiento mecánico del material compuesto, fueron realizados ensayos de impacto con el equipo Gardner Impact Tester Catalog No. IG-1125 y un equipo de pruebas universales.

RESULTADOS

El tratamiento alcalino a dos concentraciones distintas permitió, usando espectroscopía infrarroja, determinar la concentración de la solución adecuada para el tratamiento de las fibras. En la Figura 3, se presenta el espectro de FTIR correspondiente a la fibra natural de *Arundo donax*, en ella se observan vibraciones de enlaces insaturados en las bandas C=C 1680–1620 cm⁻¹, característicos de los principales compuestos de las fibras naturales (celulosa, hemicelulosa y lignina). Sin embargo, cuando la fibra es tratada, experimenta cambios en las intensidades de las bandas e incluso la ausencia de estas frecuencias de vibración debido a las modificaciones estructurales. Lo anterior se observa en el caso de la fibra mercerizada tanto con tratamiento 0.5M como 2M, puede notarse que desaparece la señal del pico 1245 cm⁻¹ y aumenta significativamente la señal característica del enlace C-OH a 3334 cm⁻¹ para ambos espectros siendo el de 2 M una señal más intensificada.

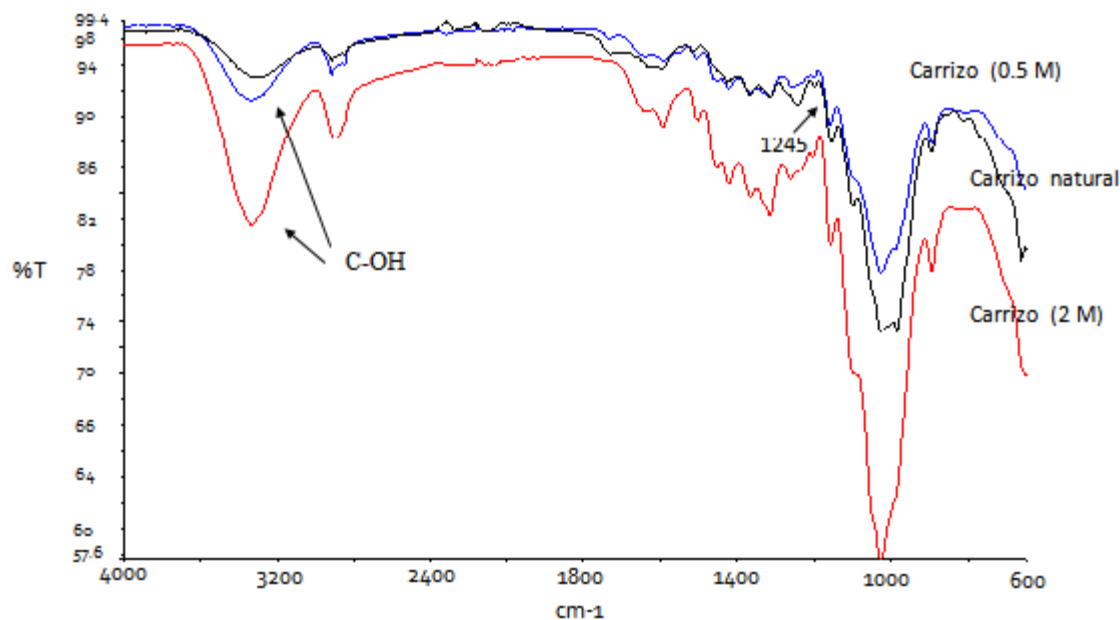


Figura 3. Espectros infrarrojos de fibras de carrizo natural y fibra de carrizo sometida a tratamiento alcalino NaOH 0.5 M y 2 M.

En la Figura 4a se presentan la micrografía de la fibra de *Arundo donax* con tratamiento 0.5 M, en ella puede observarse la existencia de lignina, la cual se hace evidente al colocar sobre la muestra el indicador Fluoroglucinol (tinción rojiza). En cambio en la Figura 4b se puede apreciar una remoción mayor de la lignina en la pared celular, esto es notorio debido a la poca tinción que presentan las fibras ante la presencia del indicador.



Figura 4. Micrografía de fibra de *Arundo donax* con tratamiento alcalino 0.5 M (a) y 2 M (b) de NaOH.

Comportamiento de impacto de los compósitos



En las Figura 5, 6 y 7 se muestran las fotografías de las piezas elaboradas con diferentes resinas y fibras con tratamiento $0.5 M$ y $2 M$. En las fotografías se aprecian las fracturas frontales y traseras en los compósitos después de haber realizado las pruebas de resistencia al impacto. Las muestras, con excepción de las realizadas con resina cristal, presentan la misma tendencia de ruptura (de 2 a 3 partes), sin embargo en los compósitos de resina cristal, la muestra únicamente se estrelló y en algunos casos se perforó en el área impactada pero sin desprendimiento alguno.

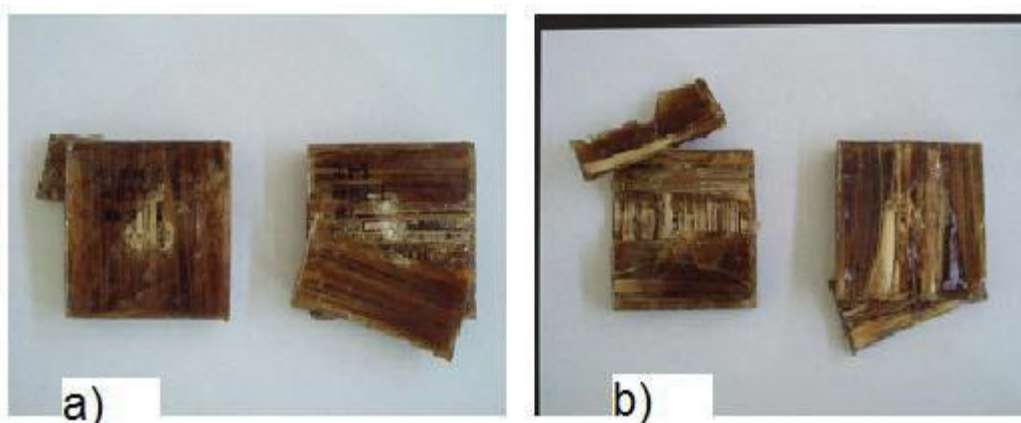


Figura 5. Fotografías frontal y trasera del ensayo de impacto compuesto fibra tratada a $0.5M$ (a) y $2 M$ (b) de NaOH con Resina H834.

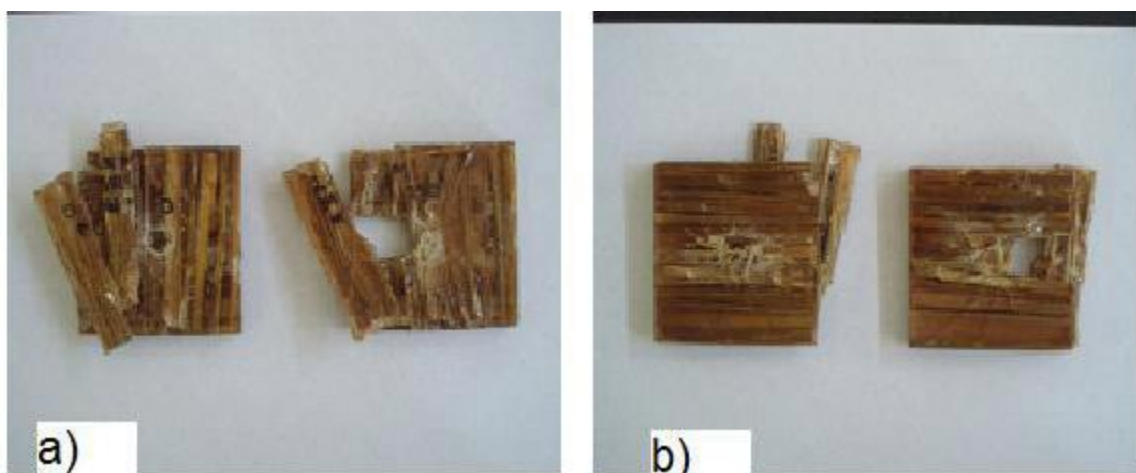


Figura 6. Fotografías frontal y trasera del ensayo de impacto de compuesto con fibra tratada con $0.5M$ (a) y $2 M$ (b) de NaOH con Resina MR-250.

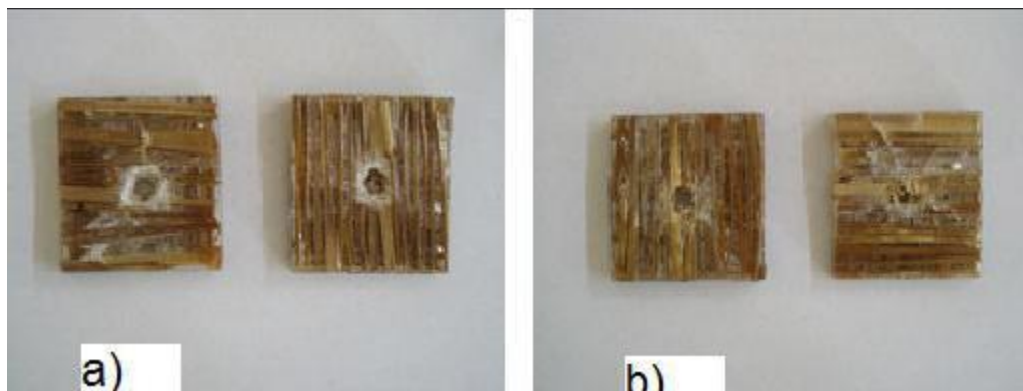


Figura 7. Fotografías frontal y trasera del ensayo de impacto de compuesto de fibra tratada 0.5M(a) y 2 M(b) de NaOH con Resina Cristal.

Pruebas de tensión.

Los compósitos con carrizo tratados con hidróxido de sodio, presentaron mejor adhesión entre fibra y matriz (tabla 1).

MATERIAL	Kg/cm ²
RESINA POLIÉSTER CRISTAL	45.1 50.2
RESINA POL CRISTAL- CARRIZO	

Tabla 1 Resistencia a la Tensión. Resina y resina con fibras tratadas con NaOH.

CONCLUSIONES

El tratamiento alcalino logró una gran proporción de remoción de lignina y hemicelulosa, siendo mayor el de concentración de hidróxido de sodio 2 M, observándose aumentada significativamente la señal característica del enlace C-OH a 3334 cm⁻¹. Las pruebas de impacto muestran que la resina poliéster cristal dan una buena resistencia, por lo que utilizar fibra de carrizo en compósitos es una buena opción por ser más amigable con el ambiente, en lugar de otras fibras, como la de vidrio. También se incrementa la resistencia a la tensión del compósito. Lo anterior, permitiría aprovechar un recurso natural que tiene pocas aplicaciones y es considerado un material de desecho. Con una menor densidad puede ofrecer opciones de aplicación en industrias que requieren de materiales livianos y alta resistencia de impacto.



AGRADECIMIENTOS:

A la maestra María Carrillo, a la I.Q. Denisse Sierra y a CONCYTEG por el apoyo recibido a través del Convenio 08-16-K662-127-A05.

REFERENCIAS

- 1.- Bledzki A.K., Gassan J., "Composites reinforced with cellulose based fibres", Prog. Polym. Sci., 24, 221.274, 1999.
- 2.- Bledzki A. K., Reihmanc S. and J. Gassan. "Properties and Modification methods for vegetables fibers for natural fiber composites.". Journal of applied polymer science 59, 1329-1336, 1996.
- 3.- Jindal V.C., "Development and testing of bamboo-fibres reinforced plastic composites", Journal of composites materials, 20, January 1986.
- 4.-Lili Manolis Sherman. "Materiales reforzados", [www.plastico.com /105/materiales. html](http://www.plastico.com/105/materiales.html)
- 5.-Thaller, R. "Pour une économie de la diffusion des innovations technologiques: l'exemple des matériaux composites." Ph.D. dies., Lyon: University of Lyon II. 1986.
- 6.-Distribution of the Invasive Weed Arundo donax in the Rio Grande Basin.
http://desertfishes.org/cuatroc/literature/pdf/ContrerasArquieta_2007_control_Arundo_Cuatro_Cienegas.pdf