

## OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS DE FIBRAS DE CELULOSA OBTENIDA DE AGAVES Y POLIPROPILENO

G. Canché Escamilla<sup>1</sup>, S. Duarte Aranda, F. Moscoso Sánchez<sup>2</sup> y R.J. Sanjuán Raygoza<sup>2</sup>,  
R. Larios<sup>2</sup>, E. Navarro<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Centro de Investigación Científica de Yucatán, Calle 43 No. 130, Col. Chuburná de Hidalgo, 97200 Mérida Yucatán.  
E-mail: gcanche@cicy.mx

<sup>2</sup>Centro universitario de la Ciénega, U de G, Avenida Universidad 1115, Ocotlán Jalisco.

**Abstract-** En los últimos años, se ha observado un renovado interés en el uso de fibras de celulosa, especialmente por su potencial capacidad de refuerzo en materiales compuestos poliméricos y como una alternativa al uso de la fibra de vidrio en estas aplicaciones. Por otro lado, además de las fuentes tradicionales de obtención de celulosa: madera y algodón, existen otras fuentes no convencionales para la obtención de celulosa. En este trabajo se reportan los resultados de las propiedades de los materiales compuestos de celulosa obtenida del *Agave fourcroydes* (Henequén) y una matriz de polipropileno (PP) usando un PP modificado con anhídrido maleico como compatibilizante. Se obtuvo un incremento en el valor del módulo y de la resistencia cuando se usó fibra de celulosa, aunque el cambio no se observó a altos contenidos de fibra debido a la aglomeración de las mismas.

### Introducción

Las fibras de celulosa, uno de los polímeros naturales más abundantes, tiene un gran potencial para la preparación de materiales compuestos con polímeros termoplásticos, ya que exhiben un gran número de ventajas tales como bajo costo, biodegradabilidad, buenas propiedades mecánicas, etc.<sup>1-3</sup> Sin embargo, su naturaleza hidrofílica y su tendencia a aglomerarse causan dificultades en su procesamiento y problemas de incompatibilidad con poliolefinas, tales como el polipropileno (PP). Uno de los métodos utilizados para mejorar la compatibilidad es el uso de agentes de acoplamiento p.e. polipropileno injertado con anhídrido maleico (PPAM), en este caso la mejora en las propiedades mecánicas se debe a la esterificación entre los grupos anhídrido del PPAM y los grupos hidroxilos de la celulosa.<sup>4</sup>

Por otro lado, en los últimos años se ha incrementado la tendencia hacia el aprovechamiento de fuentes no tradicionales para la obtención de celulosa como son las fibras lignocelulósicas obtenidos de desechos agrícolas<sup>5</sup> (banano, coco, etc.), subproductos de procesos agroindustriales<sup>6</sup> (Agave tequilana, caña de azúcar, etc.) así como aquellas fibras que han sido sustituidas en sus usos tradicionales (henequén, cáñamo, etc.)<sup>7</sup> por materiales sintéticos. La celulosa obtenida de esos materiales pueden ser utilizados en la preparación de materiales compuestos termoplásticos.

En este trabajo se presentan los resultados de la obtención de materiales compuestos con PP y celulosa obtenida del henequén en los que se usó PPAM como agente acoplante.

### Sección Experimental

Las fibras de celulosa se obtuvieron de fibras de henequén clase A (Desfibradoras de Yucatán, S.A.) usando un proceso desarrollado en el CICY.<sup>5</sup> Como matriz polimérica se utilizó PP de PEMEX y como agente acoplante se usó 5% de PPAM.

Los materiales compuestos se obtuvieron mezclando la celulosa y el PP con 5% de PPAM en un extrusor doble husillo Leistritz Micro26 GL/GG36D con 9 zonas de calentamiento. La temperatura de las zonas de calentamiento fue de Z1-Z2 = 180, Z3-Z4 = 185 y Z5-Z9 = 190 °C y la del dado de 190 °C. La alimentación de la celulosa y del PP con PPAM se hizo por separado mediante tornillos de dosificación doble husillo y monohusillo, respectivamente. Se preparó un master batch con 30% de celulosa y a partir de éste se obtuvieron las mezclas con 10 y 20% de celulosa. Las probetas para las pruebas de tensión se cortaron de placas de 1 mm de espesor (obtenidas mediante compresión de los materiales en una prensa hidráulica con calentamiento marca CARVER) con una cortadora neumática marca CEASt de acuerdo a la norma ASTM D638. Las pruebas de tensión se llevaron a

cabo en una máquina de pruebas universales marca SHIMADZU con una celda de 5 kN y una velocidad de mordaza de 5 mm/min. La superficie de fractura de las probetas se observaron en un microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo LSV3360, la superficie se recubrió con una capa de oro para mejorar el contraste. Los termogramas de DSC de la celulosa y de los materiales compuestos se obtuvieron en un calorímetro diferencial de barrido de Perkin Elmer modelo PYRES6. Las pruebas se realizaron en el rango de 30 a 420 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min y bajo atmósfera de nitrógeno.

### Resultados y Discusión

En la Figura 1 se muestran las curvas de esfuerzo-deformación de los materiales compuestos con diferentes porcentajes de fibras de celulosa y PP-PPAM. Se observa de estas curvas que la adición de las fibras de celulosa resulta en un incremento en la rigidez del material con un ligero aumento del módulo y una disminución de la deformación última.

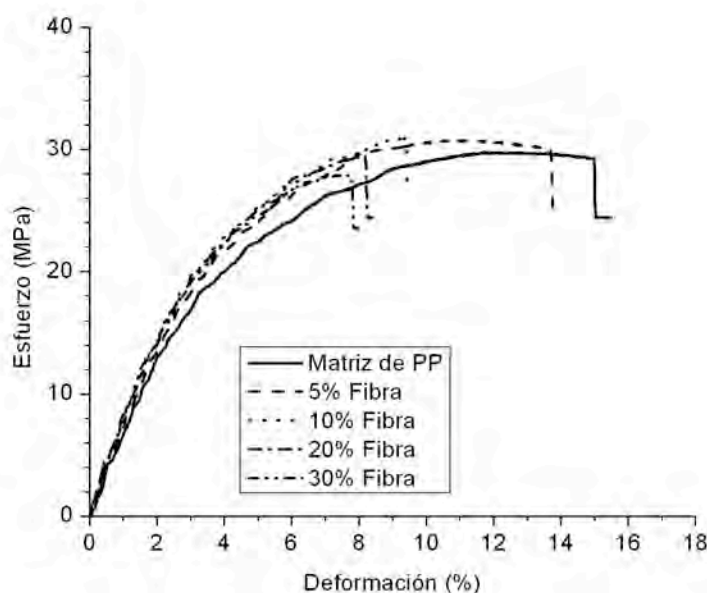


Figura 1. Curvas esfuerzo-deformación de materiales compuestos de fibras de celulosa y matriz de PP-PPAM

En la Tabla 1 se resumen los resultados de las propiedades mecánicas. Así, aunque se observa un aumento del valor de módulo del material compuesto con respecto a la matriz al incorporar la fibra de celulosa, no se aprecia un efecto del contenido de fibra sobre el módulo, obteniéndose valores muy similares sin importar el contenido de fibra. La resistencia última presenta un incremento de la resistencia a contenidos de fibra del 10% y disminuye a contenidos mayores. Este comportamiento se puede atribuir a la aglomeración de las fibras a altos contenidos de fibras de celulosa en la matriz, lo que resulta en zonas de concentraciones de esfuerzos en donde puede ocurrir la falla de la matriz.

Tabla 1. Propiedades mecánicas a tensión de materiales compuestos de PP y fibras de celulosa

Contenido de fibra (%)	Módulo (MPa)	Esfuerzo (MPa)	Deformación (%)
0	674 ± 79	29.9 ± 2.9	12.9 ± 0.7
10	723 ± 75	31.4 ± 0.8	10.1 ± 0.9
20	748 ± 56	29.7 ± 1.7	8.6 ± 0.4
30	736 ± 38	28.0 ± 1.3	7.8 ± 0.6

Esto se aprecia mejor en las microfotografías de SEM (figura 2) en donde se observan dos formas de falla la matriz, una zona de falla tipo dúctil en la zona central de la probeta y una falla tipo rígida en los extremos de la probeta. Para altos contenidos de fibra de celulosa, la concentración de anhídrido maleico en la matriz de PP no es la adecuada para generar suficientes enlaces tipo éster entre las fibras y la matriz, que generen una mejor dispersión de las mismas y un incremento entre la compatibilidad fibra de celulosa-matriz de PP, como se puede observar de los más bajos valores de resistencia última del material compuesto con altos contenidos de fibra.

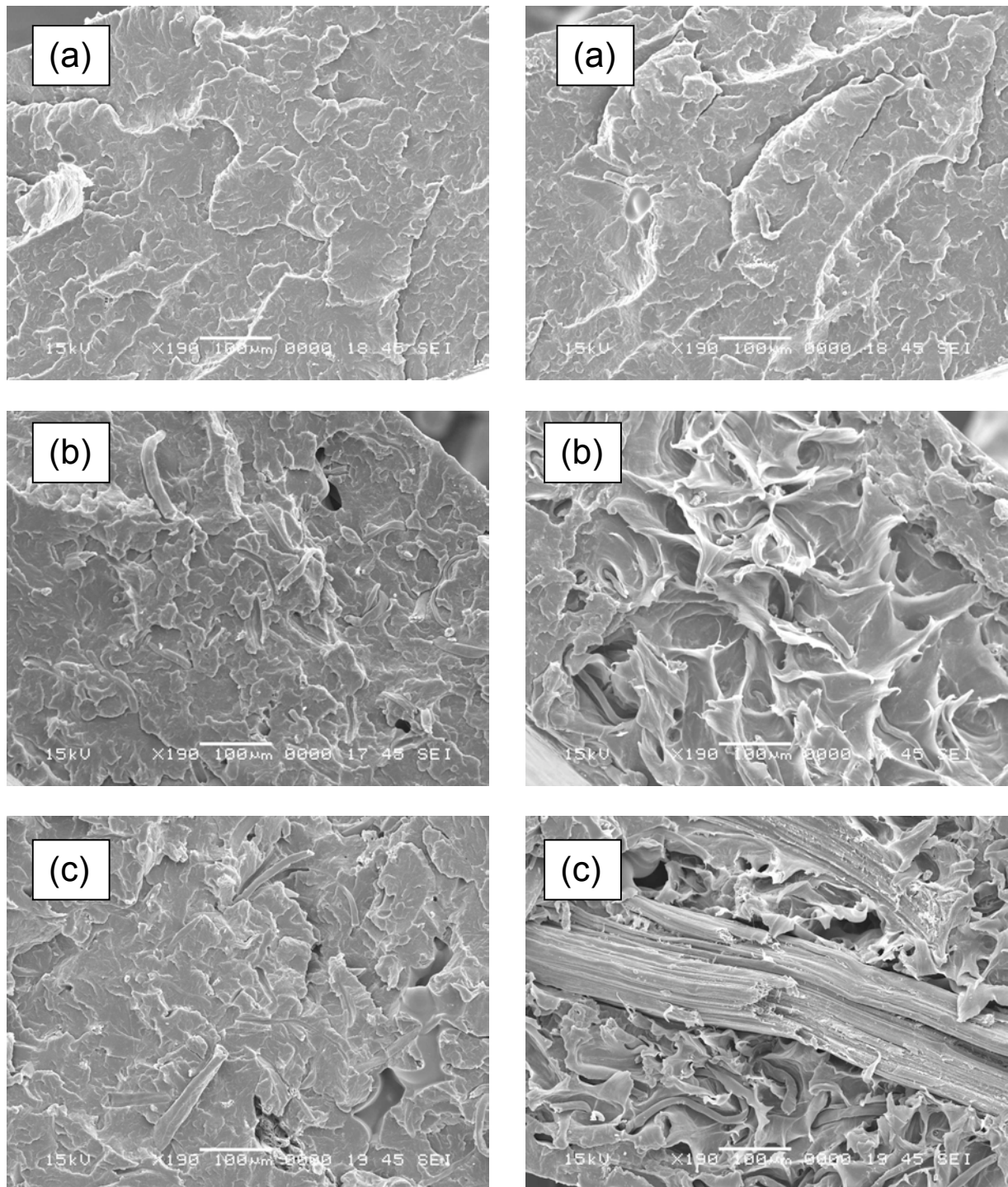


Figura 2. Microfotografías de SEM de la zona de fractura de las probetas de las pruebas de tensión de materiales compuestos de fibras de celulosa y matriz de PP. a) Matriz de PP, b) 10% de fibras celulosa y c) 30% de fibras de celulosa. Extremo de la probeta (Izq.), Centro de la probeta (der.)

Para verificar que las distintas zonas de falla observadas en las microfotografías de SEM no se debían cambios en la cristalinidad de la matriz debido al proceso de enfriamiento durante la obtención de las placas, se corrieron termogramas de DSC en el rango de 30 a 200 °C. Los resultados se muestran en la figura 3. Se observa en esta figura que los picos correspondientes a la fusión del PP se superponen independientemente del contenido de fibra, obteniéndose un valor de temperatura de fusión ( $T_m$ ) de 165 °C, lo que indica que no hay un efecto de la velocidad de enfriamiento sobre la cristalinidad del Polipropileno.

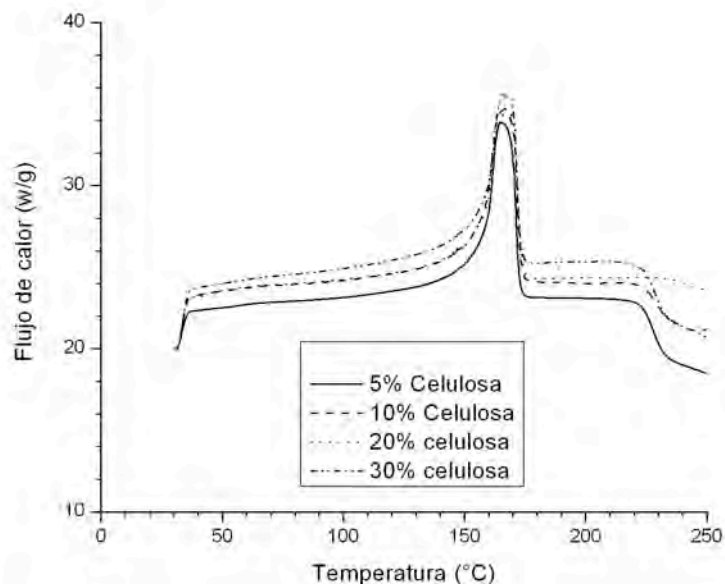


Figura 3. Termogramas de DSC de los materiales compuesto fibras de celulosa-PP

Para verificar que las distintas zonas de falla observadas en las microfotografías de SEM no se debían cambios en la cristalinidad en la matriz debido al proceso de enfriamiento durante la obtención de las placas, se corrieron termogramas de DSC en el rango de 30 a 200 °C. Los resultados se muestran en la figura 3. Se observa en esta figura que los picos correspondientes a la fusión del PP se superponen independientemente del contenido de fibra, obteniéndose un valor de temperatura de fusión ( $T_m$ ) de 165 °C, lo que indica que no hay un efecto de la velocidad de enfriamiento sobre la cristalinidad del Polipropileno.

### Conclusiones

Se obtuvieron materiales compuestos con PP y fibras de celulosa de henequén. La aglomeración de las fibras resulta en una disminución de las propiedades mecánicas de las fibras, siendo más notoria a alto contenido de fibras. Se requiere un mayor porcentaje de agente compatibilizante para mejorar la dispersión y compatibilidad de las fibras.

### Referencias

1. W. Qiu; T. Endo; T. Hirotsu, *J. Appl. Polym. Sci.* 2004, **94**, 1326.
2. C.A. Rodríguez; J.A. Medina; H. Reinecke. *J. Appl. Polym. Sci.* 2003, **90**, 3466.
3. M. Ioelovich; O. Figovsky, *Polym. Adv. Techol.* 2002, **13**, 1112.
4. C.Q. Yang, *J. Appl. Polym. Sci.* 1993, **50**, 2047.
5. N. Cordeiro; M.N. Belgacem; I.C. Torres y J.C.V.P. Moura *Ind. Crops Prod.* 2004, **19**, 147.
6. E. Chinielli; P. Cinelli; K. Solano; M. Laus, *J. Appl. Polym. Sci.* 2004, **92**, 426.
7. G. Canché Escamilla, Tesis de Doctorado, Universidad de Guadalajara, 1996.