

Obtención de materiales compuestos de Polipropileno y celulosa obtenida de fibras de las hojas de *Agave tequilana*

G. Canché Escamilla^{1,*}, J.I. Ibarra Tovar¹, S. Duarte Aranda¹, F. Moscoso Sánchez²

¹Centro de Investigación Científica de Yucatán A. C., C. 43 No. 130 Col. Chuburná de Hidalgo, 97200 Mérida, Yucatán, México.

²Centro universitario de la Ciénega, U. de G., Avenida Universidad 1115, Ocotlán. Jalisco, México

gcanche@cicy.mx

Resumen

Durante el proceso de obtención de las “piñas” de *Agave tequilana* para la producción de tequila, conocido como “jima”, se obtiene una gran cantidad de hojas, las cuales por lo general quedan en los campos de cultivo y pueden causar problemas de contaminación durante su descomposición. De estas hojas se pueden obtener fibras lignocelulósicas, las que pueden ser utilizadas para la generación de celulosa o en la obtención de materiales compuestos. En este trabajo, se obtuvo celulosa a partir de fibras recuperadas de las hojas de *Agave Tequilana*, la celulosa se caracterizó mediante análisis térmico y FTIR, observándose una mayor estabilidad de la celulosa con respecto a la fibra. Se obtuvieron materiales compuestos con la celulosa obtenida de las fibras de la hoja de *Agave Tequila* y una matriz de PP usando una cámara de mezclado a 190 °C. A los materiales, con porcentajes en peso del 30, 40 y 50% de celulosa, se les determinó sus propiedades mecánicas a tensión. Se obtuvo una disminución de la resistencia a tensión y de la deformación y un incremento del módulo al aumentar el contenido de fibra.

Introducción

De todos los compuestos naturales del carbono, la celulosa es la más abundante, se encuentra en forma fibrosa y su resistencia a la tensión es alta¹. Se forma como resultado de la fotosíntesis y es el principal componente de la pared celular de las plantas, maderas, pajas, pastos y fibras². En los últimos años, se ha observado un gran interés para emplear fibras naturales como la celulosa para la obtención y reforzamiento de materiales compuestos^{3,4}, debido a que constituyen una gran fuente de materia prima y a que se obtienen materiales parcialmente biodegradables que no afecten al medio ambiente disminuyendo el empleo de productos derivados del petróleo¹. El uso de estos materiales es muy versátil, debido a la amplia gama de posibles matrices a ser utilizadas, en especial poliméricas, y a la variedad de fibras naturales disponibles: celulosa, algodón, yute, henequén, sisal, etc. Así, los plásticos reforzados pueden diseñarse para una aplicación específica, de acuerdo a la selección de componentes y a la fracción en volumen de fibras. Además de que presentan ventajas tales como fácil moldeabilidad, bajo costo de producción, bajas temperaturas, presiones de moldeo⁵, mayor durabilidad, menor mantenimiento y resistencia a radiación UV⁶.

Por otro lado, en el proceso de explotación de agaves para la obtención de licores se genera una gran cantidad de residuos: hojas durante el proceso de jimado y bagazo después de la cocción y prensado de las piñas. Estos residuos consisten principalmente de fibras lignocelulósicas, las que podrían ser utilizadas en la obtención de materiales compuestos o en la producción de celulosa. Mediante el aprovechamiento de estos residuos además de darle un valor agregado a estos residuos, se fortalece la cadena agave-producto.

En este trabajo, se utilizó el método desarrollado por el CICY para la obtención de celulosa usando las fibras obtenidas de las hojas de *Agave tequilana*. Las fibras de celulosa se caracterizaron mediante análisis termogravimétrico y espectroscopía de infrarrojo. Se obtuvieron materiales compuestos con estas fibras y matriz de PP, empleando PP-g-AM como compatibilizante, y se determinaron las propiedades mecánicas en tensión.

Procedimiento experimental

Caracterización de la fibra.

Las hojas *Agave tequilana* fueron proporcionadas por la compañía La Madrileña. Las hojas se comprimieron en una desfibradora de rodillos para separar las fibras y recuperar el jugo de las mismas. La fibra se lavó varias veces con agua suavizada y se secó a 100 °C durante 24 hr en una estufa de convección, se cortaron a longitudes aproximadas de 2 cm y se determinó el contenido de extraíbles (ASTM E1690-01) y de lignina (ASTM D 1106-96). Por diferencia se calculó el contenido de holocelulosa (celulosa + hemicelulosa).

Obtención de la celulosa.

La celulosa se obtuvo siguiendo el procedimiento desarrollado en el Centro de Investigación Científica de Yucatán (CICY) para la obtención de celulosa a partir de fibras de henequén, la cual consiste de las siguientes etapas: hidrólisis ácida, cloración, tratamiento alcalino y blanqueo. Se determinaron las dimensiones de las fibras de celulosa por microscopía óptica y electrónica; y se caracterizaron por termogravimetría y espectroscopia de IR.

Obtención de los materiales compuestos.

Los materiales compuestos se obtuvieron empleando una cámara de mezclado Brabender de 60 cm³ a 190 °C y 80 rpm. Con estas mezclas se obtuvieron las probetas para tensión (ASTM D638 tipo V), mediante moldeo por compresión 7000 lbf y calentamiento a 190°C por 15 min. Los porcentajes de fibras de celulosa fueron 30, 40 y 50% en peso con un 10% de PPAM con respecto a la celulosa. Las probetas se ensayaron en una máquina universal de pruebas Shimadzu con una celda de 5KN y velocidad del cabezal de 5 mm/min.

Resultados y discusiones

Caracterización de la fibra.

En la tabla 1 se muestran los resultados obtenidos en la caracterización de la fibra recuperada de las hojas de *Agave tequilana* después del prensado de las mismas. Se obtuvo un 7.5 % de extraíbles con la mezcla benceno-etanol. Se obtuvo un 7.5 y un 0.3 % de extraíbles con la mezcla de benceno-etanol y etanol, respectivamente, los que se atribuyen a la extracción de ceras, pectinas, taninos, etc., presentes en las hojas de agave. Se extrajo un 8.9 % que correspondió a los materiales solubles en agua. El contenido de lignina en la fibra libre de extraíbles fue de 19.6 % que se asemeja a al contenido reportado para madera. (ASTM D 1106-96), mientras que por diferencia de peso se obtuvo un 63.7% de holocelulosa (celulosa y hemicelulosa). Los valores obtenidos son muy similares a los reportados para las fibras recuperadas de las hojas de otros tipos de agaves.

Tabla 1. Cuantificación de extraíbles, lignina y holocelulosa de fibras de la hoja de *Agave tequilana*

% de extraíbles			% de lignina	% holocelulosa
Benceno/etanol	Etanol	Agua	19.63 ± 2.17	63.66 ± 1.54
7.48 ± 0.51	0.29 ± 0.10	8.94 ± 1.46		

En la Figura 1 se observa el espectro de IR de la celulosa. Se observa una banda a 3448 cm⁻¹ debido a las vibraciones de estiramiento de los enlaces OH presentes en la celulosa, esta banda es confirmada por la aparición de otra a 1062 cm⁻¹ debido a vibraciones de

deformación. Se observa también a 2917 cm^{-1} un pico que corresponde a las vibraciones de tensión de los grupos CH_2 , la que es confirmada por la aparición de otra banda a los 1419 cm^{-1} por vibraciones de deformación de enlaces CH_2 .

En la Figura 2 se presentan los termogramas de TGA de la fibra original y la celulosa obtenida. Se observan en la fibra de agave dos zonas de descomposición: 1) una en la zona 250 y 410 °C con una pérdida de peso del 60 % y una temperatura de descomposición máxima (TDmax) 360 °C (pico máximo en las curvas de DTGA) que corresponden a la descomposición inicial de la celulosa y otros componentes de bajo peso molecular presentes en las hojas; 2) otra en la zona de 460 a 560 °C con una pérdida de peso del 28 % y una TDmax de 510 °C atribuido a la descomposición secundaria de la celulosa y de la lignina presente en las fibras. Las fibras de celulosa presentaron una temperatura de descomposición inicial arriba de 300 °C indicando una mayor estabilidad de la celulosa con respecto a las fibras de agave. La descomposición inicial y secundaria de la celulosa presentó valores de TDMax de 380 y 510 °C, respectivamente.

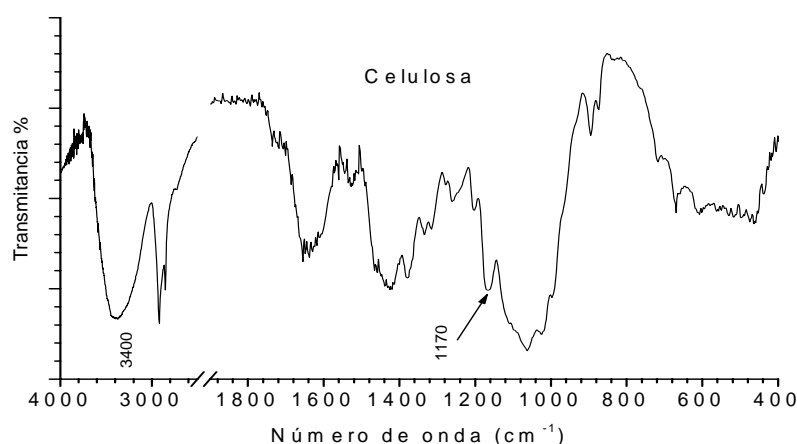


Figura 1. FTIR de la celulosa de la fibra de Agave tequilana.

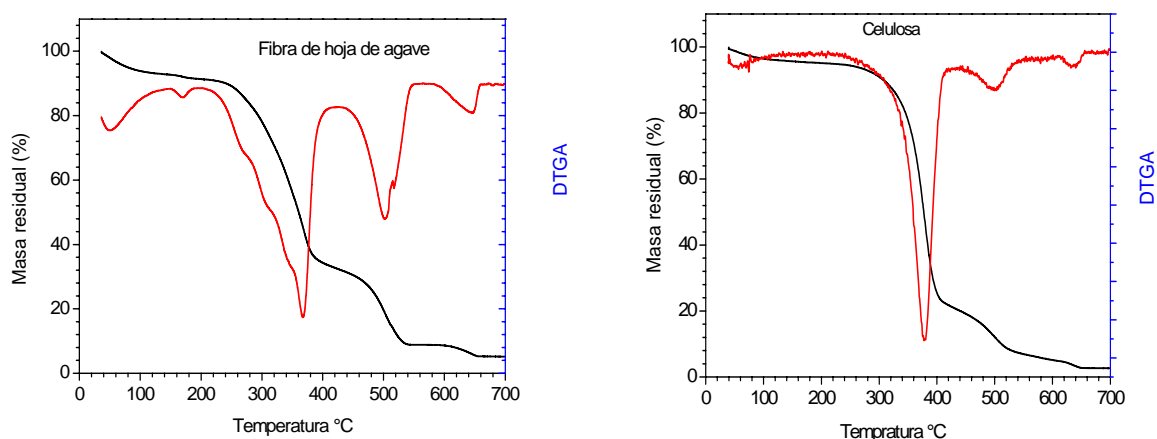


Figura 2. Termogramas de TGA de fibras de Agave tequilana y la celulosa obtenida de las fibras.

Caracterización de los materiales compuestos

Espectroscopia de IR

En la Figura 3 se presentan los espectros de FTIR del PP, polipropileno injertado con anhídrido maleico (PP-g-AM) y materiales compuestos con diferentes porcentajes de celulosa. En la figura 3a se observan los picos característicos del PP a 1460 y 1380 cm^{-1} por

vibración de metilos y metilenos característicos. En el espectro del PP-g-AM se observa además la presencia de picos a 1712 y 1860 cm^{-1} , atribuidos a las vibraciones en tensión de C=O del anillo de anhídrido maleico injertado en las cadenas de PP. También se aprecia una banda a 1100 cm^{-1} por vibración de enlaces CO del anhídrido cíclico.

En los espectros de los materiales compuestos se aprecian las bandas características del PP y una pequeña a 1718 por vibración de los grupos carbonilos de anhídridos cíclicos lo que confirma que la reacción con la celulosa no fue completa, sin embargo se aprecia también un incremento en la absorción de absorción de OH de ácidos carboxílicos a 3500 cm^{-1} , los cuales se forman por la apertura del anhídrido cíclico al reaccionar con la celulosa. Sin embargo esta banda también puede deberse al aumento en el contenido de grupos OH de la celulosa con el aumento en el contenido de esta en el material compuesto.

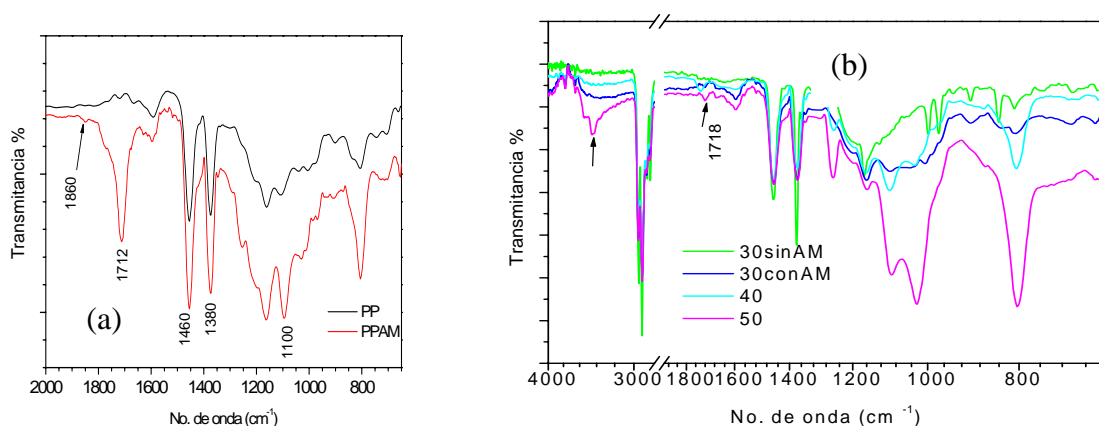


Figura 3. Espectros de IR de los materiales compuestos celulosa-PP. a) PP y PP-g-AM y b) materiales compuestos con diferentes porcentajes de celulosa.

Caracterización térmica

En la Figura 4 se presentan los termogramas de TGA y DTGA del PP y de los materiales de los materiales compuestos. Se observa que el PP presente una sola caída en el rango de 320 a 450 $^{\circ}\text{C}$ con una DTmax a 430 $^{\circ}\text{C}$. Los materiales compuestos PP-celulosa presentan dos zonas de descomposición una atribuida a la descomposición de la celulosa y la otra a la descomposición del PP. La descomposición de la celulosa se observa en el mismo rango (320 a 420 $^{\circ}\text{C}$) y una TDmax de 360 $^{\circ}\text{C}$, lo que indica que la fibra de celulosa se degrada tal cual lo haría de manera aislada. Sin embargo, se observa un corrimiento tanto del rango de descomposición como de la TDmax del PP y que es función del contenido de celulosa.

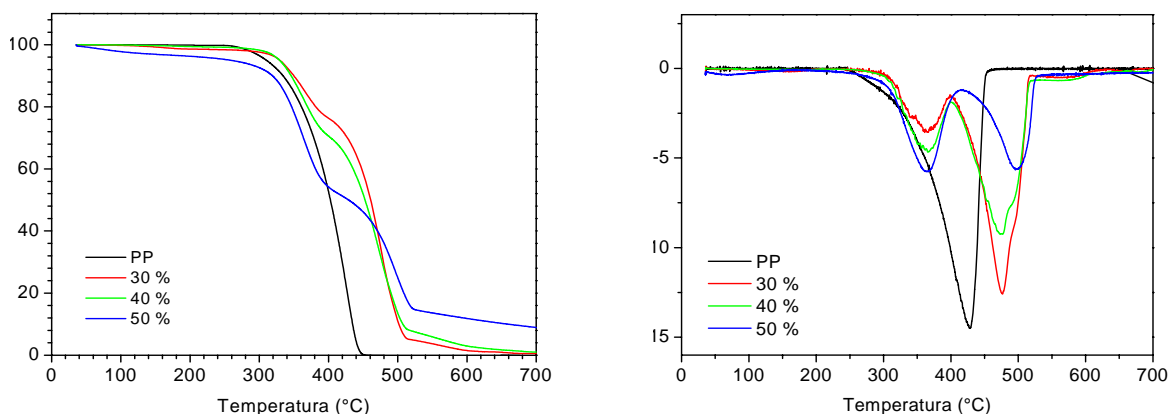


Figura 4. Termogramas de TGA de PP y materiales compuestos con PP y Celulosa.

Propiedades mecánicas en tensión.

En la Tabla 2 se muestran los parámetros mecánicos de las pruebas a tensión de los materiales compuestos. Se observa un aumento del módulo de los materiales compuestos con el contenido de fibra, comportamiento característico de materiales fibroreforzados. También se observó disminución en la resistencia y la deformación. Se observa un pequeño aumento en la resistencia a ruptura, indicando una mejor compatibilidad de la fibra-matriz, cuando se usó el PP-g-AM como agente acoplante. El pequeño aumento se podría, como se apreció en los espectros de FTIR de los materiales compuestos, deber a que no todo el AM injertado reaccionó con las fibras de celulosa.

Tabla 2. Propiedades mecánicas en tensión de los materiales compuestos PP-celulosa en los que se usó PP-g-AM como agente compatibilizante.

Formulaciones	Módulo de Young (GPa)	Resistencia a tensión (MPa)	Deformación a ruptura (%)
PP	0.75 ± 0.05	30.26 ± 1.43	27.75 ± 3.49
30 sin AM	1.39 ± 0.23	25.18 ± 7.19	7.19 ± 1.07
30	1.37 ± 0.17	26.36 ± 2.53	7.85 ± 1.03
40	1.28 ± 0.23	24.23 ± 2.71	6.10 ± 0.81

Microscopía electrónica

En la Figura 5 se muestran las micrografías de MEB de la superficie de fractura en tensión de los de los materiales compuestos. En la figura 5a, cuando no se usó agente acoplante, se observa la presencia de fibras limpias y separación de las mismas con respecto a la matriz, así como también la presencia de agujeros dejados por las fibras al ser sacadas de la matriz. Los materiales compuestos con agente acoplante también presentan fibras limpias y agujeros, pero también se observan fibras con restos de material siendo mas notorio para fibras con 50 % de celulosa, lo que indica una mejor compatibilidad fibra-matriz.

Conclusiones

Se obtuvo celulosa a partir de las fibras de la hoja de *Agave tequilana* empleando el método desarrollado en el CICY. La celulosa presentó mayor estabilidad térmica que las fibras enteras, por lo que se podrían procesar a temperaturas más altas y ampliar el rango de matrices a usar. Los materiales compuestos con celulosa fueron más rígidos que la matriz de PP. No se obtuvo una completa reacción del AM injertado al PP usando como agente acoplante, como se comprobó tanto a través de los espectros de FTIR como por el pobre incremento de la resistencia a tensión de los materiales compuestos cuando se usó agente acoplante, siendo necesario el modificar el proceso de obtención de los materiales compuestos.

Agradecimientos

Al fondo Sectorial CONAFOR-CONACYT por el apoyo al proyecto 37113

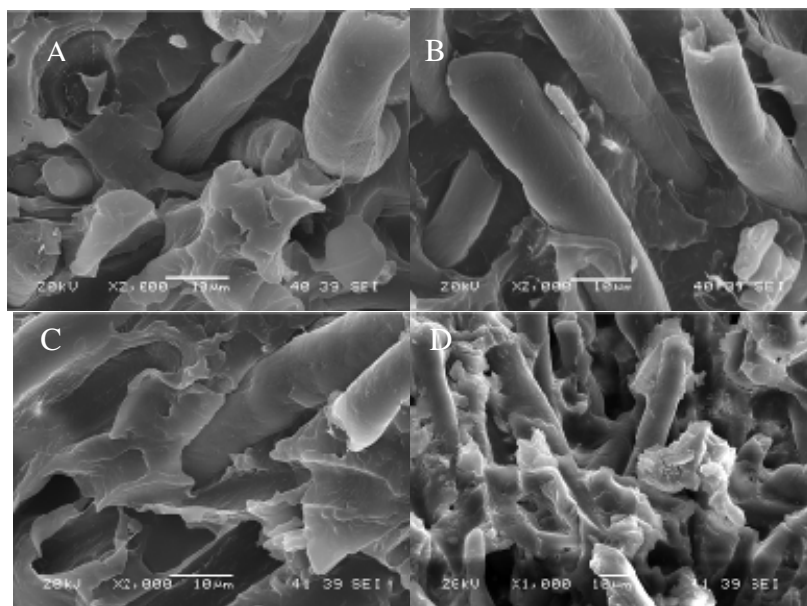


Figura 5. Microfotografías de MEB de la zona de ruptura de de materiales compuestos de PP-PPAM y celulosa. A) 30% sin PPAM, B) 30% con PPAM, C) 40% con PPAM y D) 50% con PPAM.

Bibliografía

1. Wulin Qiu, Farao Zhang, T. Endo, T. Hirotsu, Journal of Materials Science, **40**, (2005) 3607-3614.
2. Libby, E. Ciencia y Tecnología sobre Pulpa y Papel, Tomo I, CECCSA, México, 1981.
3. Aguilar-Vega, M y Cruz-Ramos, C, Properties of Henequen Cellulosic Fibres, Journal of Applied Polymer Science, Vol 56, 1245-1252 (1995).
4. Huda M.S., Mohanty A.K., Dzral L.T., Schut E., Misra M., Journal of Material Science, **40**, (2005), 4221-4229.
5. Fendler A., Villanueva M.P., Jiménez E. Lagaro'n J.M., Cellulose (2007), **14**, 427-338.
6. Rashmi Kumasi, Hirokazu Ito, Masahiro Takatani, Miho Uchiyama, Tadashi Okamoto., J Wood Sci., (2007) DOI 10.1007/s10086-007-0889-5.