

FIBRAS DE FIQUE UNA ALTERNATIVA PARA EL REFORZAMIENTO DE PLÁSTICOS. INFLUENCIA DE LA MODIFICACIÓN SUPERFICIAL

FIQUE FIBER AN ALTERNATIVE FOR REINFORCED PLASTICS. INFLUENCE OF SURFACE MODIFICATION

FIBRAS DE FIQUE UMA ALTERNATIVA PARA REFORÇAR MATERIAIS PLÁSTICOS. INFLUÊNCIA DA MODIFICAÇÃO SUPERFICIAL

MARIO FERNANDO MUÑOZ-VELEZ¹, MIGUEL ANGEL HIDALGO-SALAZA R. ²,
JOSE HERMINSUL MINA-HERNANDEZ³

RESUMEN

En este trabajo se estudian las propiedades fisicoquímicas, mecánicas y térmicas de fibras naturales de fique, susceptibles de ser usadas como refuerzo de matrices poliméricas. Las fibras fueron sometidas a modificaciones superficiales a partir de tratamientos químicos que convencionalmente son empleados para promover la compatibilidad de las fibras naturales (hidrofilicas) con matrices de naturaleza polimérica (hidrofóbicas). El proceso de modificación superficial de las fibras se llevó a cabo mediante un tratamiento de alcalinización con NaOH, seguido del injerto de un agente de acoplamiento tipo silano y finalmente una pre-impregnación con polietileno. Mediante la ejecución de ensayos de FTIR se logró observar los grupos funcionales típicos de las fibras nativas y se corroboró la correcta ejecución de las modificaciones superficiales propuestas; de igual manera, la caracterización térmica por TGA permitió evidenciar la pérdida de hemicelulosa y lignina que fueron removidas con el tratamiento alcalino, y la aparición de una

Recibido para evaluación: 12 de junio de 2012. **Aprobado para publicación:** 3 febrero de 2014

- 1 Universidad del Valle, Escuela de Ingeniería de Materiales, Grupo de Materiales Compuestos (GMC). Cali, Colombia.
- 2 Universidad Autónoma de Occidente, Departamento de Energética y Mecánica, Grupo en tecnología para la manufactura (GITEM). Cali, Colombia.
- 3 Universidad del Valle, Grupo de Materiales Compuestos (GMC).Dr. en ingeniería con énfasis en materiales. Cali, Colombia.

Correspondencia: mariof85@hotmail.com

nueva transición debida al polietileno depositado posteriormente con el tratamiento de preimpregnación. Finalmente, se encontró que el tratamiento alcalino condicionó las propiedades mecánicas de las fibras tratadas, siendo despreciable la influencia de la silanización y la preimpregnación en esta caracterización.

ABSTRACT

In this paper are studied the physicochemical, mechanical and thermal properties of the natural fique fibers, that can be used as reinforcement of polymeric matrices. The fibers were subjected to superficial modifications from chemical treatments which are conventionally used to promote the compatibility of natural fibers (hydrophilics) with matrices of polymeric nature (hydrophobics). The superficial modification process of the fibers was carried out by alkalization treatment with NaOH, followed by grafting of a coupling agent type silane and then a pre-impregnation with polyethylene. By running FTIR tests, it was possible to observe functional typical groups of native fibers and confirmed the proper execution of the superficial modifications proposed; in the same way, the thermal characterization by TGA allowed to demonstrate the loss of hemicellulose and lignin, that were removed with alkaline treatment, and the appearance of a new transition due to the polyethylene deposited subsequently with the pre-impregnate treatment. Finally, it was found that the alkaline treatment conditioned the mechanical properties of the treated fibers, being negligible the influence of silanization and the pre-impregnation in this characterization.

RESUMO

Este documento estuda as propriedades físico-químicas, mecânicas e térmicas de fibras naturais de fique, susceptíveis para ser usados como reforço de matrizes poliméricas. As fibras foram sujeitas a modificações superficiais a partir de tratamentos químicos que convencionalmente são utilizados para promover a compatibilidade das fibras naturais (hidrofílicas) com matrizes de natureza poliméricas (hidrofóbicas). O processo de modificação superficial das fibras foi realizado por um tratamento de alcalinização com NaOH, seguido do enxerto de um agente de acoplamento tipo salino, e finalmente, uma pre-impregnação com polietileno. Através da execução dos ensaios de FTIR, foi possível observar os típicos grupos funcionais das fibras nativas e foi corroborada a correta execução das modificações superficiais propostas; também a caracterização térmica por TGA, permitiu evidenciar a perda de hemicelulose e lenhina, que foram removidas com o tratamento alcalino e, o aparecimento de uma nova transição devido ao polietileno depositado subsequentemente com o tratamento de pre-impregnação. Finalmente, foi encontrado que o tratamento alcalino condicionou as propriedades mecânicas das fibras tratadas, sendo insignificante a influência da silanização e, a pré-impregnação presente nesta caracterização.

PALABRAS CLAVES:

Fique, Fibras naturales, Tratamientos químicos, Desempeño físico-mecánico, Refuerzo fibroso.

KEYWORDS:

Fique, Natural fibers, Chemical treatments, Physical-mechanical performance, fibrous reinforcement.

PALAVRAS-CHAVE:

Fique, Fibras naturais, Tratamento químico, Desempenho físico-mecânico, reforço fibroso.

INTRODUCCIÓN

Las fibras naturales tienen cabida en muchos campos relacionados con la industria de un país, es por esto que en el mundo se ha desarrollado un gran número de investigaciones en las cuales se estudia, entre otras cosas, el potencial de las fibras naturales como refuerzo de materiales compuestos de matriz polimérica [1-6]. Estas investigaciones han demostrado que los materiales son renovables y se encuentran disponibles en abundancia; sin embargo tienen algunos inconvenientes como la incompatibilidad con algunas matrices poliméricas, menor resistencia mecánica que las fibras sintéticas, variación dimensional y alta absorción de humedad. No obstante, defensores de las fibras naturales han resaltado algunas ventajas de sus propiedades frente a las de fibras de mayor uso en compuestos de matriz polimérica, como son las fibras de vidrio. Una de las ventajas más importantes de las fibras naturales frente a las fibras de vidrio, es la neutralidad de dióxido de carbono, debido a que la liberación de este gas es una de las causas principales del efecto invernadero, que genera cambios climáticos en el planeta [7]. El uso de fibras de vidrio en compuestos de matriz polimérica se ha visto desplazado por el de fibras naturales, en aplicaciones de baja exigencia estructural, este es el caso de componentes para automóviles, que actualmente están siendo fabricados con compuestos bioamigables [8]. Otros factores que resaltan las bondades de las fibras naturales son: disponibilidad, baja densidad, facilidad de separación, alta dureza, buena resistencia a la corrosión natural, bajo costo, buenas propiedades térmicas, reducción de la irritación cutánea y respiratoria, menos desgaste de los equipos en el procesamiento, renovación y biodegradabilidad [9].

De acuerdo al tipo de aplicación y a los requerimientos necesarios de un material para el cumplimiento de una función específica, deben ser escogidas las fibras así como debe ser definida su disposición en el material. Sin embargo, en algunos casos es conveniente que las fibras naturales sean modificadas y/o tratadas con el fin de suministrar propiedades a las mismas que por naturaleza carecen, algunas de estas características son: homogenización de las fibras (propiedades físico-mecánicas), grado de polimerización y cristalización, mejoramiento de la adhesión fibra-matriz, impermeabilidad, característica ignífugas, estabilidad térmica [9].

Entre las fibras naturales hay que resaltar el fique, debido a que es la fibra de mayor producción en Colombia, generando un promedio de aproximadamente 11200

empleos anuales directos en más de 17000 Has. distribuidas en diferentes departamentos del país, principalmente en Cauca, Nariño, Santander y Antioquia, departamentos que producen el 98 % de la fibra en el país [10]. Delvasto *et al.* [11], reportaron algunas de las características y propiedades de la fibra de fique (cuadro 1), donde se puede observar la gran variabilidad de diámetros que se pueden obtener en muestras de un mismo lote e incluso a lo largo de la misma fibra, como es usual en las fibras naturales.

Por su parte, Gañan *et al.* [12], realizaron un análisis de las propiedades térmicas de la fibra, por medio de Termogravimetría, en donde observaron que el fique puede soportar hasta aproximadamente 220°C sin degradarse. Los autores reportaron una densidad aparente de 0,870 g/cm³, siendo un valor importante en términos de las propiedades específicas del material. De igual manera, en cuanto a las propiedades mecánicas, obtuvieron una resistencia a la tracción de 237 MPa, un módulo de elasticidad de 8,010 GPa y una deformación de 6,020% hasta la ruptura. Datos que se asemejan o caben dentro de los intervalos establecidos por Delvasto *et al.* [11].

Debido a la importancia de establecer la relevancia del uso de fibras de fique como refuerzo de una matriz polimérica, y cuantificar el efecto de los tratamientos superficiales que frecuentemente se emplean para mejorar su desempeño en este tipo de matrices, en este trabajo se realizó la caracterización de fibras de fique nativas y con modificaciones superficiales basadas en tratamientos de alcalinización, silanización y preimpregnación. La evaluación de los materiales se llevó a cabo, principalmente, mediante el empleo de la técnica de Espectroscopia de Infrarrojo con Trans-

Cuadro 1. Características de la fibra de fique [11].

Característica	Fique	Media
Diámetro equivalente, (mm)	0,160 – 0,420	0,240
Densidad aparente, (gr/cm ³)	0,720	----
Densidad específica, (gr/cm ³)	1,740	---
Absorción de agua, (%)	60	
Resistencia máxima a la tensión, (MPa)	43 – 571	132,400
Elongación última, (%)	9,800	
Módulo de elasticidad	8,200 – 9,100	

formada de Fourier (FTIR), para la determinación de grupos funcionales de las fibras, Análisis Termogravimétrico (TGA), para la estimación de la estabilidad térmica y pruebas de tracción para el estudio del desempeño mecánico del material.

MÉTODO

Materiales

Las fibras de fique usadas, cuentan con una densidad de $1,102 \text{ gr/cm}^3$ y fueron obtenidas de mantas industriales suministradas por la empresa Compañía de empaques de Medellín S.A. Las fibras se modificaron superficialmente con tratamientos de alcalinización usando hidróxido de sodio (NaOH) de Merk, silanización con un silano Tris (2-methoxyethoxy) (vinyl) "A-172" de Sigma Aldrich y pre-impregnación con polietileno de alta densidad.

Tratamientos químicos superficiales realizados a las fibras de fique

Primero las fibras fueron sometidas a un tratamiento de alcalinización, el cual se realizó de manera similar a como lo hicieron Herrera et al. [13] en fibras de he-nequén. Aquí las fibras de fique fueron sumergidas en una disolución acuosa de hidróxido de sodio (NaOH) al 2% p/v, durante una hora a 25°C , a continuación las fibras fueron lavadas con agua destilada buscando eliminar por completo el NaOH remanente. Finalmente, los filamentos fueron sometidos a un proceso de secado que se llevó a cabo en dos etapas: primero las fibras se secaron a temperatura ambiente durante 12 h, y posteriormente en un horno a 60°C durante 24 h.

Posteriormente, las fibras se injertaron con un agente de acoplamiento tipo silano; donde durante 1 hora fueron inmersas en una disolución agua-metanol, a una relación 50/50 v/v, en la que previamente se dispersaron 1 y 0,500% de silano y peróxido de dicumilo (porcentaje en peso con respecto a la fibra), respectivamente. Se ajustó el pH de la disolución a 3,500 y se agitó durante 30 min. Después se efectuó un decantado y secado de las fibras por un periodo de 24 horas a 60°C , para luego ser sometidas a un curado durante dos horas a 120°C . Los reactivos usados en la investigación para este tratamiento fueron: el silano Tris (2-methoxyethoxy) (vinyl) "A-172", peróxido de dicumilo, ácido acético, para ajustar el pH del agua desionizada y metanol.

Por último, las fibras de fique previamente modificadas con los tratamientos superficiales anteriores se pre-impregnaron con una disolución de polietileno al 1,500 % p/p en xileno, a una temperatura de 120°C , manteniendo el sistema con una agitación constante a una velocidad de 100 rpm, durante 1 hora. Después de esto, se secaron las fibras a 60°C durante 24 horas. En todos los tratamientos, fue necesario usar una relación de 300 mL de disolución por cada 25 g de fibras de fique modificadas.

Espectroscopia Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)

Se realizó el ensayo mediante el uso de un Equipo PerkinElmer-Spectrum 100, con un sistema ATR (reflectancia total atenuada). Se ejecutaron 20 barridos a una resolución de 2 cm^{-1} , esta técnica se llevó a cabo en la región de absorción comprendida entre $650 - 4000 \text{ cm}^{-1}$.

Análisis Termo gravimétrico (TGA)

Se estudió el comportamiento térmico de cada uno de los tipos de fibras trabajados; para esto se utilizó un equipo TGA Q500 de TA Instruments, con una atmósfera protectora de nitrógeno, el ensayo se ejecutó a una velocidad de calentamiento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ y un intervalo de temperaturas entre 25 y 550°C . El peso promedio de las muestras ensayadas fue de 3 mg aproximadamente.

Caracterización de los parámetros geométricos de las fibras de fique

Se determinó el diámetro aparente y el área de la sección transversal de las fibras antes y después de haber sido sometidas al tratamiento alcalino. Las fibras fueron embebidas en resina epóxica, para luego por medio de un micrófono obtener cortes de la sección transversal de las fibras a espesores de $30 \mu\text{m}$, que luego se observaron y fotografiaron a aumentos de 5X con ayuda de un microscopio óptico PHYSIS modelo M3B. La medición de las áreas se realizó con un software analizador de imágenes (Image Pro-Plus V). Se evaluó una población de 400 fibras. Posteriormente, haciendo uso del área se determinó el diámetro equivalente asumiendo que las fibras tienen una sección transversal geoméricamente circular.

Resistencia a la tensión

El desempeño mecánico a tensión de las fibras de fique con los diferentes tratamientos superficiales, se

evaluó según la norma ASTM D3822-07. Para este ensayo se seleccionó una muestra de 15 fibras de cada uno de los tratamientos, posteriormente se llevaron las muestras a un microscopio óptico PHYSIS modelo M3B para fotografiar a 5X la sección lateral de la fibra; y por medio de un software analizador de imágenes (Image Pro-Plus V 5.1) determinar el diámetro aparente. Finalmente, el ensayo de tensión se realizó en una máquina universal de ensayos marca INSTRON modelo 3366, con mordazas neumáticas especiales para ensayos en fibras y una celda de carga de 100 N. Las fibras fueron evaluadas en función de su longitud, se emplearon 5 longitudes de ensayo (50, 25,400, 19,050, 12,700 y 6,350 mm); la velocidad de desplazamiento de las mordazas durante las pruebas fue igual a (10% de la longitud de ensayo)/min, de acuerdo al estándar.

Ángulo de contacto

Con el fin de determinar el grado de mojabilidad e hidrofobicidad de las fibras con y sin tratamiento, se midió el ángulo de contacto entre éstas y agua destilada empleada como líquido de referencia. El ensayo se realizó ubicando una pequeña gota del líquido en la superficie de la fibra, luego se tomó una fotografía de la morfología de dicha gota y por medio de un analizador de imágenes (Image Pro-plus) se determinó el ángulo que se formó con las diferentes fibras de fique empleadas en la investigación.

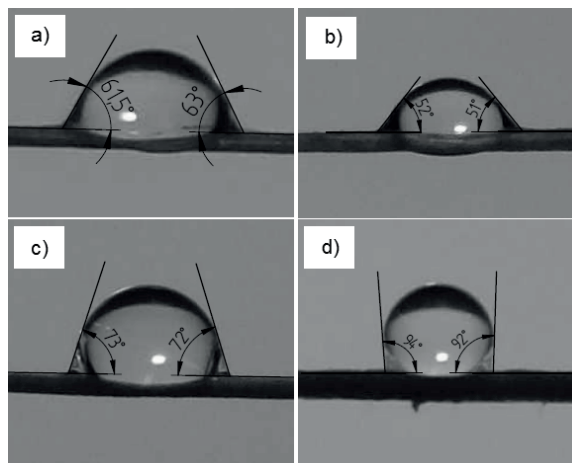
En la figura 1 se presentan imágenes correspondientes al ensayo de determinación de los ángulos de contacto para: (a) las fibras de fique sin tratamiento, (b) las tratadas con NaOH, (c) las modificadas con NaOH + silano y (d) las que contenían todos los tratamientos químicos (NaOH + silano + pre-impregnado).

RESULTADOS

Espectroscopia Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)

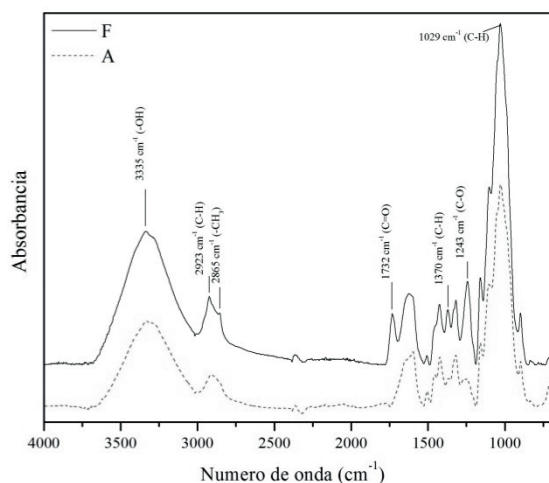
Al realizar el análisis mediante la técnica FTIR sobre las fibras de fique sin tratamiento (F), fue posible observar algunas bandas características de los componentes de las fibras naturales, como lo son las bandas a 3335, 2923, 1029 cm^{-1} ; atribuidas a los grupos OH, C-H y aromáticos respectivamente, que se encuentran asociados a la estructura de la celulosa, hemicelulosa y lignina [14].

Figura 1. Ángulo de contacto entre el agua y la superficie de las diferentes fibras evaluadas.



En la figura 2, se muestran los espectros FTIR para las fibras de fique sin tratamiento y previamente tratadas con NaOH. Al comparar los espectros de los dos tipos de fibras se pudo apreciar que al aplicar el tratamiento de alcalinización desaparecen las bandas a 2865, 1370 y 1243 cm^{-1} atribuidas a los enlaces -CH₃, C-H y C-O presentes en la lignina. Lo mismo pasó con la banda a 1732 cm^{-1} que se asocia a la presencia de grupos carbonilo en la fibra, provenientes de la hemicelulosa y las pectinas. Lo anterior reflejó que por lo menos a nivel superficial se generó la remoción de estos componentes en las fibras de fique tratadas con NaOH; resultados similares han sido publicados por otros investigadores en el estudio de tratamientos de alcalinización en fibras naturales [1, 12, 14, 15].

Figura 2. Espectro FTIR de fibra sin tratamiento (F) vs alcalinizada (A).



Los espectros obtenidos para la fibra tipo S (tratada con NaOH + agente de acople tipo silano) y la fibra tipo A (tratada con NaOH), se muestran en la figura 3, aquí se pudo observar que las señales de absorción más significativas en la fibra tipo S se presentaron en la región comprendida entre 650 y 1400 cm^{-1} ; donde los picos a 1150, 1102, 700 cm^{-1} y la banda comprendida entre 950-1150 cm^{-1} aumentaron de manera significativa su intensidad, relacionándose esto con la presencia de polisiloxanos (-Si-O-Si-) y enlaces -Si-O-C- que evidenciaron la generación de una reacción entre el silano y las fibras de fique. Por otra parte, nuevas bandas de absorción en la fibra tratada con NaOH y silano (S), fueron apreciadas a 1205 y 1370 cm^{-1} , las cuales corroboraron la existencia de enlaces -Si-O-C- en la fibra, mostrando que efectivamente se dio la reacción de condensación entre el silano y la fibra de fique, posterior a la hidrólisis del agente de acoplamiento [15, 16].

Es importante comentar que la pertinencia de combinar los tratamientos de alcalinización y silanización ha sido validada en investigaciones preliminares [17] donde reportan que al realizar el tratamiento de silanización en una fibra natural con un tratamiento previo con NaOH, se mejora la reacción entre el grupo silicofuncional del silano y la fibra, debido a la remoción de algunos componentes de ésta; facilitando una mayor interacción del silano con los grupos hidroxilo de la celulosa.

Finalmente, se realizó la comparación de los espectros de las fibras de fique tratadas con NaOH + silano (S) y las modificadas con NaOH + silano + Pre-impregnación (P) (figura 4). El espectro infrarrojo de la fibra tipo

Figura 3. Espectro FTIR de fibra alcalinizada (A) vs fibra alcalinizada y silanizada (S).

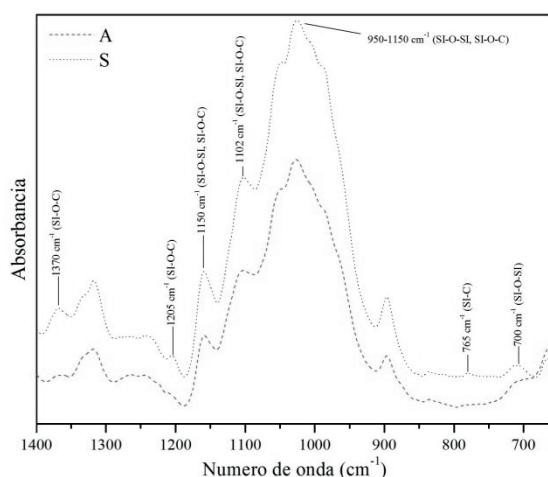
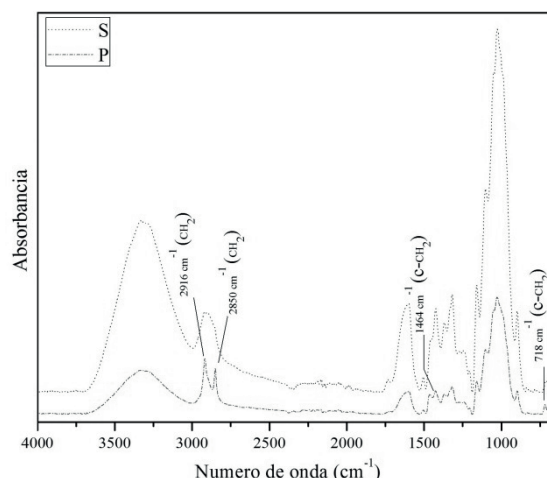


Figura 4. Espectro FTIR de fibra tipo S vs tipo P.



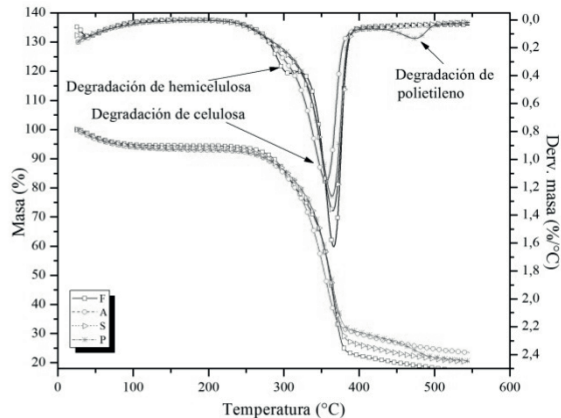
P mostró bandas de absorción bien definidas en 2850 y 2916 cm^{-1} , las cuales no se apreciaron en el espectro de la fibra de fique tipo S. Estas son bandas típicas del polietileno y pertenecen al estiramiento simétrico y asimétrico en tensión de los enlaces metilénicos $-\text{CH}_2$, esto permitió confirmar que efectivamente se alcanzó el recubrimiento superficial de polietileno esperado con el tratamiento de pre-impregnación, tal como se ha reportado en trabajos similares [16, 18, 19].

Por otra parte, las bandas de absorción a 718 y 1464 cm^{-1} , fueron apreciadas en el espectro de la fibra de fique tipo P, las cuales son atribuidas a movimientos asimétricos del grupo $\text{C}-\text{CH}_2$. La presencia de estas bandas podría estar confirmando la reacción entre el grupo organofuncional del silano y el polietileno [16].

Análisis Termogravimétrico (TGA)

En la figura 5, se muestran los termogramas para los cuatro tipos de fibra (F, A, S y P), donde se observó que se presenta una pérdida de masa entre el 5 y 6 %, para todas las fibras a intervalos de temperatura entre los 23 y 100°C, lo cual fue atribuido a la evaporación de agua absorbida por la fibra debido a su carácter hidrofílico.

El termograma de la fibra de fique sin tratamiento presentaron dos etapas de pérdida de masa adicionales a la evidenciada por la evaporación de agua, una de ellas se dio en el intervalo entre 200-325°C, presentando la mayor rapidez de pérdida de masa a 304,820°C, correspondiendo al 17,890% de la masa total de la muestra de ensayo; esta inflexión en la curva de la fi-

Figura 5. Termograma TGA para los diferentes tipos de fibras de fique.

bra F, es atribuida a la despolimerización de la hemicelulosa. Lo anterior fue corroborado con el termograma de la fibra modificada con NaOH, donde por medio del tratamiento se retiró hemicelulosa y parte de lignina; en el gráfico de TGA de las fibras con tratamiento de alcalinización previo, no se evidenció esta pérdida de masa presente en la fibra F.

Sin embargo, para todas las fibras de fique se apreció una pérdida importante de masa dada en el intervalo de 325 a 400°C, para la fibra sin tratamiento y entre 200 y 400°C para las fibras con tratamiento alcalino previo; correspondiendo esta disminución a la degradación térmica de la celulosa y con ello la descomposición de la fibra. Esta degradación anteriormente comentada, se dio en un porcentaje de 54 y 65% aproximadamente para la fibra F y las fibras A, S y P, respectivamente. El aumento aparente en el contenido de celulosa para las fibras tratadas inicialmente con NaOH, se debió a la eliminación de hemicelulosa y parte de lignina de la fibra, lo que repercutió en el incremento de la proporción celulosa/fibra.

El porcentaje de hemicelulosa, celulosa y lignina fue estimado previamente mediante el método de Van Soest [20], el cual es comúnmente usado para determinar el contenido de estos componentes en fibras naturales. Los resultados obtenidos se muestran en el cuadro 2, donde se puede apreciar que el contenido de hemicelulosa fue similar al porcentaje de masa perdida en la segunda etapa del termograma para la fibra sin tratamiento; lo cual ratifica que esta pérdida de masa se debe a la degradación de la hemicelulosa.

Por otra parte, el termograma perteneciente a la fibra de fique tipo P, mostró una etapa de pérdida de masa

Cuadro 2. Contenido de componentes de fibra de fique sin tratamiento [21].

Muestra	F	Reportado
Peso, (gr)	1	---
Hemicelulosa, (%)	16,700	---
Celulosa, (%)	68,360	73,800
Lignina, (%)	7,230	11,300
Cenizas, (%)	0,740	0,700

adicional después de la degradación de la celulosa, la cual se presentó alrededor de los 474 °C. Araújo *et al.* [22], exponen que la temperatura de degradación térmica del polietileno se presenta a 476°C; esto conlleva a corroborar que el tratamiento de pre-impregnación con polietileno fue llevado a cabo.

Caracterización de los parámetros geométricos de las fibras de fique

En la figura 6, se puede observar el histograma normal del área de la sección transversal para las fibras sin tratamiento (F) y tratadas con NaOH (A), donde se presentaron valores promedios de $0,036 \pm 0,016$ y $0,024 \pm 0,011$ mm², para las fibras tipo F y tipo A respectivamente; las grandes desviaciones estándar son asociadas a las variaciones de la sección transversal a lo largo de la fibra, atribuidas a las diferentes morfologías de los filamentos.

Los valores conseguidos para el diámetro equivalente de las fibras de fique sin tratamiento y previamente tratadas con NaOH, fueron de $0,209 \pm 0,050$ y $0,171 \pm 0,040$ mm respectivamente (figura 7). Estos valores resultaron ser similares a los reportados en diferentes investigaciones [11, 23, 24].

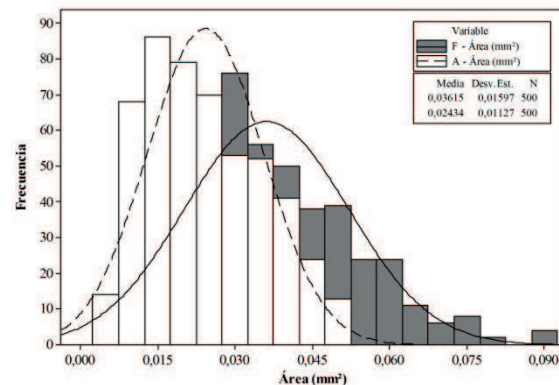
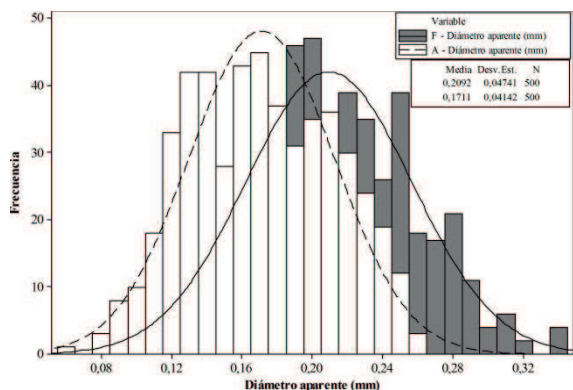
Figura 6. Histogramas de distribución de áreas de la sección transversal de las fibras de fique tipo F y A.

Figura 7. Histogramas de distribución normal del diámetro equivalente de las fibras de fique tipo F y A.



El área de la sección transversal de la fibra tratada con NaOH disminuyó en un 32,670% con respecto al área de la fibra sin tratamiento, mientras que el diámetro equivalente presentó una disminución del 18,160%, lo que confirmó la remoción de sustancias como la hemicelulosa y parte de lignina en las fibras alcalinizadas.

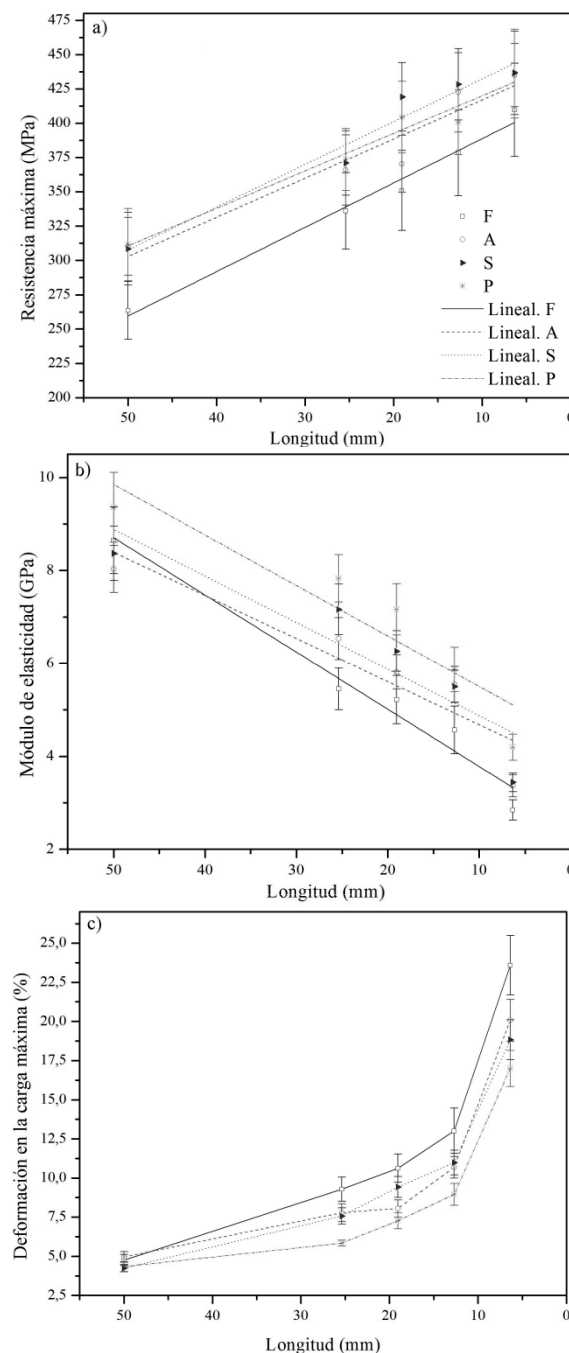
Resistencia a la tensión

En la figura 8 se muestran los resultados obtenidos para la resistencia máxima (a), el módulo de elasticidad (b) y la deformación en la carga máxima (c) a tensión evaluadas a diferentes longitudes de fibras.

Para la fibra de fique sin tratamiento los resultados obtenidos en la resistencia máxima y el módulo de elasticidad, a 50 mm de longitud de ensayo, fueron de 263,550 MPa y 8,640 GPa, respectivamente. Siendo estos valores similares a los reportados por Gañan y Mina [23, 24].

En cuanto a la influencia de los tratamientos superficiales sobre las propiedades a tensión de las fibras naturales, fue posible apreciar un aumento en la resistencia máxima y el módulo de elasticidad en las fibras con un tratamiento de alcalinización previo (A, S y P) (figura 8-a y b), mientras que la capacidad de deformación del material se redujo, con respecto a la fibra sin tratamiento (F) (figura 8-c). Esta aparente rigidización de la fibra de fique después de ser tratada con NaOH, puede ser atribuida a la generación de cambios en la proporción fibra-matriz (considerando la fibra como un compuesto donde las fibrillas de celulosa son el refuerzo de una matriz de hemicelulosa y lignina) del compuesto, asociados a la

Figura 8. Propiedades a tensión de las diferentes fibras de fique en función de la longitud de ensayo.



eliminación de hemicelulosa y parte de lignina. Por otra parte, este cambio en las propiedades a tensión de las fibras naturales generado por el tratamiento alcalino, también se debió a variaciones en la orientación molecular de las cadenas de celulosa, las cuales experimentan una transición del tipo I al

tipo II como consecuencia del tratamiento efectuado [12, 23, 25]. Así mismo, vale la pena resaltar que los resultados indicaron que no existe una diferencia significativa en las propiedades mecánicas a tensión para todas las fibras que en alguna de sus etapas contaron con un tratamiento con NaOH, sugiriendo esto que la incorporación del agente acoplante y el proceso de pre-impregnación de la fibra no repercuten en el desempeño mecánico del material.

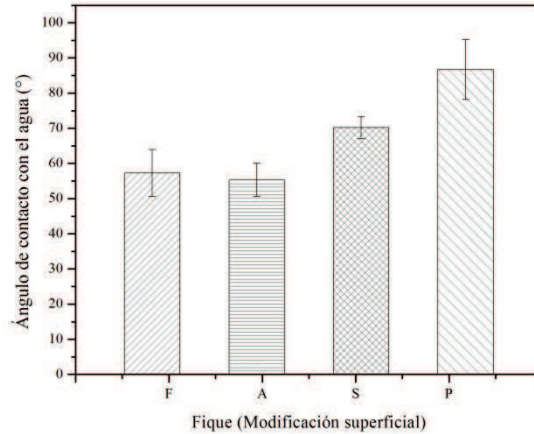
La longitud del filamento influye en gran medida en las propiedades a tensión de las fibras naturales; la resistencia máxima y la deformación aumentaron en cuanto disminuyó la longitud, mientras que el módulo de elasticidad presentó una caída. El incremento en la resistencia máxima y la deformación podría estar relacionado con la presencia de defectos en la fibra, en este sentido mayores longitudes en el ensayo de tensión implican un aumento en la probabilidad de encontrar estas irregularidades en los filamentos, y por tanto la generación de propiedades mecánicas inferiores. Por otro lado, el decremento del módulo de elasticidad puede estar relacionado con la disminución de la velocidad de desplazamiento de las mordazas en el ensayo, la cual por norma se establece como del 10% de la longitud del filamento, por tanto la velocidad será menor en la medida que la longitud de las fibras se reduzca; lo anterior podría generar un aumento de la fluencia en las cadenas moleculares de la fibra, por una mayor respuesta de tipo viscoso.

Es importante aclarar que las grandes desviaciones estándar obtenidas para la resistencia máxima, el módulo de elasticidad y la deformación porcentual en la carga máxima, estarían atribuidas a que el área de la sección transversal y la geometría varían a lo largo de los filamentos del fique, condicionando la dispersión en los resultados mecánicos del material. Esta heterogeneidad de las fibras naturales se constituye en una de las desventajas que presentan cuando se trabajan como refuerzo en materiales compuestos [23, 26].

Ángulo de contacto

En la figura 9 se muestran los ángulos de contacto observados en la superficie de las diferentes fibras empleadas. Se presentó un ángulo de 57,28° entre el agua y la superficie de la fibra sin tratamiento, lo que permite predecir una alta polaridad de la fibra y mojabilidad con este líquido, características normalmente de materiales hidrofílicos [12].

Figura 9. Ángulos de contacto para las superficies de las diferentes fibras con agua.



Por su parte, el agua en la superficie de la fibra tratada con NaOH, mostró un ángulo de contacto inferior al presentado en la fibra sin tratamiento, implicando un aumento en la polaridad de la fibra; este comportamiento se puede atribuir al incremento en la cantidad de grupos hidroxilo de la celulosa, que quedan expuestos al remover algunos componentes de la fibra (hemicelulosa, ceras, pectinas y parte de lignina); y que pueden interactuar con las moléculas de agua a partir de la formación de enlaces de hidrógeno.

Sin embargo, en las fibras con tratamiento previo de NaOH + silano; se puede identificar un aumento en el ángulo de contacto que forman con la gota de agua, lo que muestra una disminución en la polaridad del fique; lo anterior, sería debido a que parte de los grupos hidroxilo de la celulosa expuestos por la eliminación de sustancias con el tratamiento alcalino, han reaccionado con los grupos OH del silano, disminuyendo la compatibilidad con el agua.

El ángulo de contacto entre la gota de agua y la superficie de la fibra tipo P, mostró que el valor del ángulo fue mayor que en las fibras sin tratamiento de pre-impregnación con polietileno, alcanzando un valor promedio de 86,660°, este valor permite corroborar una vez más, la correcta ejecución de esta modificación superficial, debido a que el ángulo forma aproximadamente 90° con la superficie, valor que usualmente es obtenido en superficies de carácter hidrofóbicas [27], tal como la del polietileno de alta densidad. Por otra parte, el alto valor de ángulo de contacto permite intuir una disminución importante en la polaridad de la superficie de la fibra; permitiendo tener mayor compatibilidad con matrices termoplásticas, normalmente de naturaleza apolar [12].

CONCLUSIONES

A partir de las técnicas de FTIR, TGA, Microscopía óptica, la realización de ensayos de tensión y ángulo de contacto, se pudo corroborar la correcta realización de las modificaciones superficiales planteadas para las fibras de fique (alcalinización, silanización, preimpregnación).

En cuanto a las fibras tratadas con NaOH, fue posible identificar una remoción de componentes, en especial de hemicelulosa y lignina; que permite concentrar el porcentaje de celulosa, mejorando las propiedades mecánicas de las fibras. Además una cantidad mayor de grupos hidroxilo de la celulosa quedan expuestos para que la reacción con el silano se facilite.

De acuerdo a los ángulos de contacto determinados experimentalmente, las fibras de fique podrían aumentar levemente su polaridad con el tratamiento de alcalinización; no obstante, al injertar un silano y/o pre-impregnar la superficie de la fibra con polietileno de alta densidad, se estaría disminuyendo la polaridad de la fibra, haciéndola más compatible con matrices termoplásticas, normalmente apolares.

Lo anterior deja intuir que las fibras de fique son susceptibles de ser utilizadas como refuerzo de matrices de naturaleza polimérica, en particular de polietileno, empleando los tratamientos superficiales planteados en el presente estudio.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la empresa Compañía de empaques de Medellín S.A por suministrar y permitir hacer uso de las mantas industriales de fique, empleadas en esta investigación. De igual manera, se expresa el agradecimiento a la Universidad del Valle y la Universidad Autónoma de Occidente, por facilitar los reactivos, equipos y espacios necesarios para el desarrollo de esta investigación.

REFERENCIAS

- [1] CASTRO, C. y PALENCIA, A. Evaluación de la influencia de diferentes condiciones de tratamientos superficiales sobre el comportamiento de fibras de fique [Tesis Ingeniería Química]. Medellín (Colombia): Universidad Pontificia Bolivariana, Facultad de Ingeniería Química, 2006.
- [2] HIDALGO, M.A., MUÑOZ, M.F y QUINTANA, K. Análisis mecánico del compuesto polietileno aluminio reforzado con fibras cortas de fique en disposición bidimensional. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 32, 2011, p. 89-95.
- [3] HIDALGO, M.A., MUÑOZ, M.F and QUINTANA, K.J. Mechanical Behavior of Polyethylene Aluminum Composite Reinforced with Continuous Agro Fique Fibers. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 31, 2011, p. 187-194.
- [4] HIDALGO, M.A. y MUÑOZ, M.F. Interacción Interfacial del Compuesto LDPE/Al Reforzado con Fibra de Fique: Influencia de la Temperatura. Santiago de Chile (Chile): XI IBEROMET CONAMET SAM, 2010.
- [5] HIDALGO, M.A. y MUÑOZ, M.F. Efecto de la absorción de agua en tableros rígidos de compuesto LDPE/Al-fique. Santiago de Chile (Chile): XI IBEROMET CONAMET SAM, 2010.
- [6] HIDALGO, M.A., MUÑOZ, M.F., MINA, J. and OSSWALD, T. Study of the interfacial properties of fique fiber reinforced polyethylene aluminium. Newtown (USA): The International Plastics Showcase, ANTEC, 2012.
- [7] WAMBUA, P., IVENS, J. and VERPOEST I. Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics?. *Composites Science and Technology*, 63, 2003, p. 1259-1264.
- [8] LEO, A., ROWELL, R. and TAVARES, N. Applications of natural fibres in automotive industry in Brazil-thermoforming process. *Science and Technology of Polymers and Advanced Materials*, 1997, p. 755-60.
- [9] BLEDZKI, A.K. and GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*, 24, 1999, p. 221-274.
- [10] MOURAD, A.L., GARCÍA, E.C. and VON ZUBEN, F. Influence of recycling rate increase of aseptic carton for long-life milk on GWP reduction. *Resources, Conservation and Recycling*, 52, 2008, p. 678-689.
- [11] DELVASTO, S., TORO, E., PERDOMO, F. and MEJÍA R. An appropriate vacuum technology for manufacture of corrugated fique fiber reinforced cementitious sheets. *Construction and Building Materials*, 24, 2010, p. 187-192.
- [12] GAÑAN, P. and MONDRAGÓN, I. Surface modification of fique fibers: effects on their physico-mechanical properties. *Polymer Composites*, 23, 2002, p. 383-394.
- [13] HERRERA, P.J. and VALADEZ, A. Mechanical properties of continuous natural fibre-reinforced

- polymer composites. *Composites: Part A*, 35, 2004, p. 339–345.
- [14] SINHA, E. and ROUT, S.K. Influence of fibre-surface treatment on structural, thermal and mechanical properties of jute fibre and its composite. *Bulletin of Materials Science*, 32, 2009, p. 65-76.
- [15] VALADEZ, A. Efecto del tratamiento superficial de fibras de henequén sobre la resistencia interfacial fibra-matriz y en las propiedades efectivas de materiales compuestos termoplásticos [Tesis Ph.D]. México D.F. (México): Universidad Autónoma Metropolitana, División de Ciencias Básicas e Ingeniería, 1999.
- [16] AHMED, G.S., GILBERT, M., MAINPRIZE, S. and ROGERSON, M. FTIR analysis of silane grafted high density polyethylene. *Plastics, Rubber and Composites*, 38, 2009, p. 13-20.
- [17] VALADEZ, A., CERVANTES, J.M., OLAYO, R. and HERRERA, P. Chemical modification of henequén fibers with an organosilane coupling agent. *Composites: Part B*, 30, 1999, p. 321-331.
- [18] GULMINE, J.V., JANISSEK, P.R., HEISE, H.M. and AKCELRUD, L. Polyethylene characterization by FTIR. *Polymer Testing*, 21, 2002, p. 557-563.
- [19] LEE, C., WU, T., CHEN, Y. and WU, J. Characteristics and discrimination of five types of woodplastic composites by FTIR spectroscopy combined with principal component analysis. *Holzforchung*, 64, 2010, p. 699-704.
- [20] RODRÍGUEZ, J. Valor nutritivo de la Bora Eichhornia Crassipes (mart.) Solms en relación a su utilización como forraje. *Zootecnia Tropical*, 15, 1997, p. 51-65.
- [21] SUÁREZ, H. Guía ambiental del subsector fiquero. 2 ed. Bogotá (Colombia). Cadena Productiva Nacional del Fique (CADEFIQUE), 2006, 122 p.
- [22] ARAÚJO, J.R., WALDMAN, W.R. and DE PAOLI, M.A. Thermal properties of high density polyethylene composites with natural fibres: Coupling agent effect. *Polymer Degradation and Stability*, 93, 2008, p. 1770-1775.
- [23] MINA, J.H. Preparación y caracterización físico-química y mecánica de materiales compuestos de PLA/PCL/TPS reforzados con fibras de fique [Tesis Ph.D.]. Cali (Colombia): Universidad del Valle, Facultad de ingeniería, 2010.
- [24] GAÑAN, P. and MONDRAGÓN, I. Fique fiber-reinforced polyester composites: Effects of fiber surface treatments on mechanical behavior. *Journal of Materials Science*, 39, 2004, p. 3121-3128.
- [25] CYRAS, V., VALLO, C., KENNY, J. and VASQUEZ, A. Effect of chemical treatment on the mechanical properties of starch-based blends reinforced with sisal fibre. *Journal of Composite Materials*, 38, 2004, p. 1387-1399.
- [26] VALLEJOS, M.E. Aprovechamiento integral del cannabis sativa como material de refuerzo /carga del polipropileno [Tesis Ph.D.] Girona (España): Universitat de Girona, 2006.
- [27] JARAMILLO, D.F. Repelencia al agua en suelos: Una síntesis. *Revista Academia Colombiana de Ciencias*, 3, 2006, p. 115.