



EFECTO DE LA FIBRA DE AGAVE DE DESECHO EN EL REFORZAMIENTO DE POLIPROPILENO VIRGEN O RECICLADO

EFFECT OF WASTE AGAVE FIBER ON THE REINFORCING OF VIRGIN OR RECYCLED POLYPROPYLENE

R.J. Sanjuan-Raygoza y C.F. Jasso-Gastinel*

*Departamento de Ingeniería Química, Universidad de Guadalajara,
Blvd. Gral. Marcelino Garcia B. # 1451, Guadalajara, Jalisco, México.*

Recibido 15 de Enero 2009; Aceptado 23 de Septiembre 2009

Resumen

La factibilidad que presenta la fibra de agave (tequilana weber) como agente de refuerzo de polipropileno, es estudiada utilizando un agente de acoplamiento para mejorar la interacción fibra-matriz. Para ello se prepararon compositos utilizando polipropileno virgen, reprocesado o reciclado, con diferentes concentraciones de fibra. Como referencia, se prepararon compositos con fibra de henequén. Se realizaron pruebas de esfuerzo-deformación, flexión y resistencia al impacto por caída de dardo, para evaluar el desempeño mecánico de los compositos. La respuesta mecánica y micrografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido, muestran el beneficio de utilizar agente de acoplamiento.

Palabras clave: compositos, agente acoplante, reforzante, fibras celulósicas.

Abstract

The capability of agave fiber (Tequilana Weber) as a reinforcing agent for polypropylene is studied, using a coupling agent to improve polymer-fiber interaction. Composites using virgin, reprocessed or recycled polypropylene were prepared at different fiber concentrations. Henequen fiber instead of agave fiber was used to prepare other composites as reference. Stress-strain behavior, flexure and falling dart impact testing, were followed to evaluate composites performance. Mechanical response and SEM micrographs show the benefit obtained by the use of coupling agent.

Keywords: composites, coupling agent, reinforcing, cellulose fibers.

1. Introducción

En los últimos años ha habido un incremento notorio en el reciclado de materiales poliméricos, usando técnicas termomecánicas (reciclado físico) (Incarnato y col., 1999a. Canevarolo y col., 2000). La idea de que un objeto polimérico pueda ser reciclado, después de haber cumplido sus funciones es importante desde el punto de vista económico y ambiental. Además, reprocesar materiales poliméricos generados de operaciones de proceso tales como extrusión e inyección, es una práctica común. Este procedimiento, es llevado a cabo porque permite mantener una alta eficiencia en el ciclo de producción. Adicionalmente, el proceso de recuperación cumple con las actuales directrices y normas ambientales que promueven la reducción de desechos que surgen durante los procesos de producción y el reciclado de materiales.

Durante el proceso de reciclado el material plástico experimenta varias acciones que ocasionan modificaciones en su estructura (Incarnato y col., 1999b. Guerrita y col., 1996). De hecho, las propiedades físicas del producto reciclado y su estructura molecular son diferentes comparadas con las del material virgen (Canevarolo y col., 2000. Nichetti y col., 1999. Jasso y col., 1994a). Para subsanar esta pérdida de propiedades, es práctica común el adicionar reforzantes, los cuales pueden significativamente modificar las características mecánicas del material (Suetsugu y col., 1990. Bledzki y col., 1999). Pero existen además otras razones para reciclar polímeros; el ahorro de energía para obtener objetos útiles y quizá la más importante para la industria, que es la correspondiente a la disminución de costo frente a materiales tradicionales aportando las mismas prestaciones.

De la gran variedad de agentes de refuerzo utilizados en polímeros, las fibras celulósicas,

* Autor para la correspondencia. E-mail: carlos.jasso@cucei.udg.mx
Fax: (33) 13785900 ext 7404

representan una clase importante de agente reforzante. Estas presentan algunas ventajas, incluyendo baja densidad, poco daño si hay un procesamiento cuidadoso y bajos requerimientos en equipo de proceso, biodegradabilidad, alta rigidez y relativamente bajo costo (Bledzki y col., 1999. Rozman y col., 1999). Sin embargo, la principal desventaja de los polímeros reforzados con fibras celulósicas parece ser la incompatibilidad entre el carácter hidrofílico de las fibras y la hidrofobicidad del polímero (especialmente en poliolefinas). Esto puede contribuir a una pobre transferencia de esfuerzos entre la matriz y la carga reforzante, y una limitada dispersión de la fibra en el termoplástico fundido, lo cual conduce a la obtención de un material compuesto con pobres propiedades mecánicas (Arbelaiz y col., 2005. Rauwendaal, 2001. Rozman y col., 2000. Raj y col., 1989). El problema se complica aún más si se utilizan desechos celulósicos y termoplásticos de postconsumo.

Para mejorar el desempeño físico de los polímeros reforzados con fibras naturales, diferentes agentes de acoplamiento han sido utilizados en los últimos años, principalmente silanos, titanatos e isocianatos (López y col., 2000. Rozman y col., 2000. Raj y col., 1989). Como resultado, numerosas investigaciones se han enfocado a encontrar agentes de acoplamiento adecuados para preparar termoplásticos reforzados con fibras naturales, con el objeto de subsanar o mejorar las propiedades de los materiales plásticos (virgenes o de postconsumo). Entre la enorme cantidad de aditivos usados como agentes de acoplamiento, el polipropileno de bajo peso molecular modificado con anhídrido maleico (Epolene E-43) ha mostrado ser muy eficiente al mejorar el efecto de dispersión del reforzante, reduciendo la interacción fibra-fibra, aumentando el enlace interfacial fibra-matriz y promoviendo la compatibilidad entre el polipropileno y las fibras (Keener y col., 2004. Mohanty y col., 2004. Qiu y col., 2004. Tripathy y col., 2001).

En el presente trabajo, se tiene como objetivo determinar la viabilidad de la fibra de agave (FA) como agente reforzante en una matriz de polipropileno, tanto virgen como reprocesado, de postconsumo y de postconsumo reprocesado.

Entre las diversas fibras naturales, la fibra de agave posee alta resistencia específica y rigidez (Bledzki y col., 2004. Iñiguez y col. 2001). Sin embargo, su alto contenido de lignina conduce a la absorción de humedad y por tanto, a una menor adhesión con materiales termoplásticos hidrofóbicos. Su uso para elaboración de tableros de resina fenólica-fibra de agave, ya ha mostrado potencial de utilización (Iñiguez, 2000).

Por otra parte, se incluye la fibra de henequén (FH) en algunas formulaciones para comparar la fibra de agave con otra que ya ha demostrado ser útil como agente reforzante de polímeros termoestables

(Jasso y col., 1994b. Jasso y col., 1992) y termoplásticos (Balam C. R. y col., 2006).

Un estudio sistemático de las propiedades mecánicas de los materiales compuestos como función de la concentración de fibra, es llevado a cabo para determinar su efecto en el desempeño mecánico.

2. Experimentación

Polipropileno (PP-030) con una densidad de 0.91 g/cm³ y un índice de fluidez de 3 g/10 min, obtenido de la industria PEMEX, fue utilizado como matriz polimérica.

Polipropileno de postconsumo, adquirido de la empresa reciclados plásticos de México, con un índice de fluidez 6 g/10 min, fue utilizado como material de reciclado.

Fibra de agave (tequilana weber) con un diámetro promedio de 137 μ m, proveniente de la industria tequilera de la región como residuo y sin tratamiento alguno, fue utilizada como agente de refuerzo. Las propiedades físicas y mecánicas de dicha fibra se muestran en la Tabla 1.

Fibra de henequén con un diámetro promedio de 135 micras, fue aportada por el Centro de Investigación Científica de Yucatán (México) en su estado natural; sus propiedades físicas se muestran también en la Tabla 1.

Polipropileno bajo el nombre comercial epolene E-43, con anhídrido maleico injertado en la cadena principal fue suministrado por la empresa Eastman Chemical Corporation. Dicho polipropileno con un Mw=9100 y un número ácido de 47, fue utilizado como agente de acoplamiento.

Se prepararon dos tipos de materiales compuestos (compositos). Para el primero, el polipropileno virgen (PPv) y fibra de agave previamente secada (24 h en estufa de vacío a 60 °C) con partículas tamizadas a 65 mesh, fueron mezclados en un extrusor de doble husillo (Leistritz Micro 27 GL/GG 32D) en modo corrotativo, a 190 °C.

Para el segundo tipo de compositos, el PPv, el polipropileno reprocesado (PPr) en 2, y 6 ocasiones, así como el polipropileno de postconsumo (PPp) y el polipropileno de postconsumo reprocesado (PPpr), fueron compatibilizados con 5% en peso de Epolene E-43 y posteriormente reforzados con FA o FH, a las mismas condiciones de procesamiento.

Con los materiales formulados, se prepararon placas de 3 mm de espesor en una prensa de termocompresión marca Carver, a 185 °C y 49000 N de fuerza de cierre.

A partir de las placas moldeadas se utilizó un cortador eléctrico con preformas de probetas de tracción, flexión e impacto para preparar los especímenes de prueba requeridos, de acuerdo a cada una de las normas correspondientes.

Tabla 1. Características y propiedades de fibras: a). Agave (Bledzki y col., 2004. Iñiguez y col., 2001), b). Henequén (Valadez y col., 1999. Cazaurang y col., 1990).

Los porcentajes son en peso, excepto donde se indique otro concepto.

Material soluble en benceno-alcohol	3.15%	Material soluble en benceno-alcohol	1.92%
Material soluble en agua	3.94%	Material soluble en agua	2.70%
Lignina	16.85%	Lignina	8.04%
Holocelulosa (celulosa + hemicelulosa)	70.5%	Holocelulosa (celulosa + hemicelulosa)	87.88%
Celulosa	64.96%	Celulosa	59.75%
Cenizas	1.99%	Cenizas	0.53%
Densidad (g/cm ³)	1.45	Densidad (g/cm ³)	1.5
Resistencia a la tracción (MPa)	575.43	Resistencia a la tracción (MPa)	500
Deformación a rotura (%, adimensional)	3.98	Deformación a rotura (%, adimensional)	4.8
Módulo a la tracción, (MPa)	149.9	Módulo a la tracción, (GPa)	13.2

a)

b)

Las muestras de PPv y de los diferentes materiales compuestos con y sin epolene E-43, fueron sujetadas a pruebas de tracción bajo la norma ASTM-D-638 a 23°C, utilizando una máquina de ensayos mecánicos marca UNITED modelo SFM, con una velocidad de cruceta de 5 mm/min.

Las probetas de PPv y los compositos de PPr, PPp y PPpr fueron analizados en flexión de acuerdo a la norma ASTM D-790 a 23°C (método de prueba I), utilizando la misma máquina de ensayos mecánicos, UNITED SFM, con una velocidad de cruceta de 1.3 mm/min y una separación entre soportes de 50 mm.

Para la realización de la prueba de impacto, se prepararon probetas de los diferentes materiales con dimensiones de 90 x 45 x 3 mm³, y se utilizó un equipo de impacto por caída de dardo marca CSI, modelo CS-126G a 23°C, de acuerdo a la norma ASTM D-3029.

El análisis morfológico fue realizado en un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM 5400 LV. Las muestras de los diferentes compositos moldeados, fueron fracturadas en nitrógeno líquido para evitar la deformación de la morfología y lograr una fractura rígida. Posteriormente, fueron recubiertas con una capa de oro (50 nm de espesor) y secadas al vacío por un período de 15 minutos previo a la toma de micrografías.

3. Resultados

Ya que este trabajo está enfocado a apreciar la posible utilización de la FA de desecho como agente reforzante, fue con dicha fibra que se prepararon todos los tipos de compositos de PP a utilizar (con PP virgen, reprocesado o de postconsumo, además de sin y con agente de acoplamiento para el PPv), mientras que la fibra de henequén se utilizó sólo como referencia en casos representativos.

El patrón de desempeño en tracción de los compositos de este trabajo puede verse en la Fig. 1, y los valores promedio de los parámetros de relevancia (en tracción) de todos los compositos, se presentan en la Tabla 2, colocando para cada uno la columna correspondiente a la desviación estándar de la distribución del valor promedio de la muestra (error estándar). Específicamente, la trayectoria de tracción de los compositos de PPv con fibra de agave sin y con agente de acoplamiento, es presentada en la Fig. 1. En ella se puede apreciar una fuerte caída en el módulo de los compositos sin agente acoplante debido a una falta de integración entre los componentes (polímero-fibra); este tipo de comportamiento ya ha sido reportado en la literatura. Rozman y col., (2000) determinaron que el PPv con 10% en peso de fibra comercial de coco presenta un módulo de 498 MPa, lo cual representa una disminución significativa con respecto a valores reportados para PPv (Rozman y col., 1999). En la Tabla 2 puede verse con claridad, que el valor del módulo del PPv se afecta notablemente al mezclarlo con fibra sin agente de acoplamiento (18 - 55 % de fibra), o si se mezcla con 5 % en peso de agente acoplante. Sin embargo, tal valor se afecta poco con 6 reprocesamientos de PPv. Por otra parte, el PPp y el PPpr2 como es de esperarse, tienen un valor considerablemente menor (25.8 y 36.4 % respectivamente) que el PPv. La resistencia última de las diferentes matrices poliméricas sin fibra, presenta una respuesta que corresponde a la del módulo, al hacer la comparación con el PPv. Para la deformación a la rotura, el valor de la matriz sin fibra se afecta fuertemente por la presencia de agente acoplante o por ser un polímero de postconsumo (PPp o PPpr2), que es material formado con diversos polipropilenos y que se ha degradado por diversos motivos. Mención especial debe hacerse en el caso del PPr6, cuya dramática caída en deformación al sufrir el PPv varios ciclos de calentamiento y enfria-

Tabla 2. Propiedades en tracción de PP virgen, PP reprocesado y PP de postconsumo compatibilizados con epolene E-43, reforzado con fibra de agave o henequén.

Material	Módulo Young (Mpa)	error estándar	Resistencia Última (MPa)	error estándar	Deformación a la rotura (%)	error estándar
PPv	699,0	31,4	26,0	2,8	476,0	51,0
PPv+E43	151,4	3,1	5	0,07	34,2	0,37
PPr6	677,0	8,9	27,0	2,6	21,0	4,9
PPp	518,5	14,7	17,4	0,6	40,1	4,4
PPpr2	444,4	4	14,6	0,5	48,4	4,1
PPv+18%FA	277,0	3,2	22,7	0,2	15,6	1,8
PPv+36%FA	292,0	9,9	17,9	0,1	9,4	0,3
PPv+55%FA	297,0	3,1	13,3	0,9	6,5	0,1
PPv +E43+18%FA	720,0	18,6	28,9	0,3	5,8	0,3
PPv +E43+36%FA	775,4	37,6	26,7	0,3	3,7	0,1
PPv+E43+55%FA	934,7	27	27,1	0,2	3,1	0,04
PPr6+E43+18%FA	767,5	26,1	28,4	0,4	5,8	0,1
PPr6+E43+36%FA	890,0	43,8	27,0	0,3	3,5	0,1
PPr6+E43+55%FA	860,0	29,9	24,7	0,3	3,1	0,1
PPp+E43+18%FA	261,4	9,9	22,0	0,8	8,0	0,6
PPp+E43+36%FA	398,0	5,1	21,3	0,2	5,5	0,04
PPp+E43+55%FA	352,8	7,1	20,4	0,2	7,0	0,1
PPpr2+E43+18%FA	268,1	3,3	20,4	0,4	12,0	0,6
PPpr2+E43+36%FA	246,3	5	22,1	0,2	11,0	0,4
PPpr2+E43+55%FA	400,2	5	22,6	0,2	6,5	0,1
PPv +E43+18%FH	648,5	33,8	26,7	0,3	5,7	0,3
PPv +E43+36%FH	707,5	25,7	23,1	0,9	3,8	0,1
PPv+E43+55%FH	880,0	42,4	20,7	0,3	2,6	0,2
PPr6+E43+18%FH	720,0	31,5	25,6	0,2	5,8	0,1
PPr6+E43+36%FH	788,8	40	22,3	0,5	3,4	0,08
PPr6+E43+55%FH	745,0	37,3	20,2	0,5	2,7	0,2

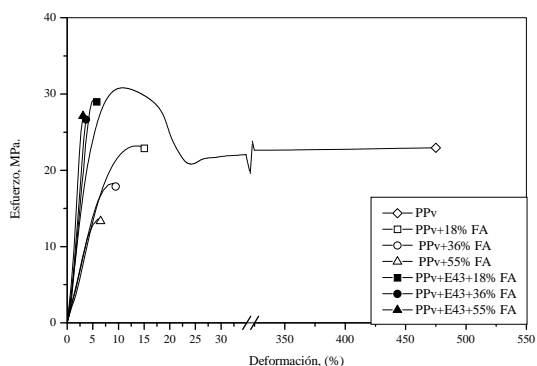


Fig. 1. Comportamiento en tracción de polipropileno virgen, con fibra de agave como agente reforzante, con y sin agente de acoplamiento. Los porcentajes indican cantidad de fibra de agave. Temperatura 23°C y velocidad de cruceta 5 mm/min.

miento, se debe al incremento de heterogeneidad morfológica (fases amorfa y cristalina), ya que el grado de cristalinidad aumenta (lo cual contribuye a mantener el valor del módulo) y se afecta la continuidad de las fases; con ello se disminuye la capacidad de deformación del polímero (Da Costa y col. 2007). También puede verse en la Tabla 2 para

los diferentes tipos de composites, que en general se presenta un aumento de dicho módulo al aumentar la concentración de fibra de 18 a 36 %, lo cual es atribuible a la rigidez propia de la fibra; sin embargo, al aumentar de 36 a 55% de fibra, el consiguiente aumento es proporcionalmente menor, y cuando se trata de materiales reprocesados o de postconsumo, se puede incluso presentar un ligero decremento. Ello indica que para tales matrices poliméricas, se dificulta más la integración de dichos materiales al mezclar cantidades considerables de fibra. La excepción se presenta con los composites de PPpr2, donde el aumento en módulo al pasar de 36 a 55 % de fibra, puede atribuirse a que la fibra con E43 usando material de postconsumo con 2 reprocesamientos pudo integrarse mejor que sin efectuar dichos reprocesamientos, posiblemente porque el PPp no estaba bien mezclado de origen. Al incluir el agente acoplante logrando la atracción polímero (PPv o PPr6)-fibra, el valor del módulo rebasa significativamente el del PPv a elevadas concentraciones de fibra (ver Tabla 2). La resistencia última se ve igualmente afectada en ausencia de agente acoplante, disminuyendo más a medida que aumenta la concentración de fibra, por afectarse más un composite “más desintegrado” al ir aumentando

la deformación. Al lograrse la integración con agente acoplante, la resistencia última presenta valores similares a los del PPv. La deformación a la rotura cae dramáticamente en ambos tipos de composites por la rigidez de la fibra, por ser materiales heterogéneos (disminuyendo aún más tal deformación al incrementarse la cantidad de fibra), y porque el efecto de interacción polímero-agente acoplante se pierde al ir aumentando la deformación, ya que las cadenas poliméricas se van separando de la fibra (ver Tabla 2). Para composites equivalentes de FA y FH se presentan valores de deformación casi iguales, aunque los módulos de composites con FA son claramente mayores. Coutinho y col., (2000) y Hristov y col., (2004) encontraron un comportamiento similar en pruebas de tracción cuando reforzaron PP con fibras duras y fibras de madera respectivamente. En ambos casos se presentó una disminución drástica en la deformación con respecto al PP original, y sólo el módulo del composite reportado por Hristov y col. (2004), presentó un incremento de 5 % con respecto al PP virgen.

En general, La falta de integración provoca la formación de microfracturas en la interfase, así como una transferencia no uniforme de esfuerzos debido a la aglomeración de la fibra. Por otra parte, la degradación de la fibra ($L/d=10$ antes de procesar) por efecto de procesado ($L/d=6$ después de procesar) genera una disminución en el área longitudinal de contacto efectivo (polímero-fibra) en el eje de tracción, ya que las cadenas poliméricas y fibras se estiran y tienden a orientarse en la dirección de dicha tracción, disminuyéndose aún más la transferencia de esfuerzos en fibras más cortas, mermando considerablemente el desempeño mecánico del compuesto. De hecho, al utilizar fibras cortas para reforzar polímeros, al valor de $L/D=10$ se le denomina relación crítica (Lewin y col. 1998).

En la Tabla 2 también se puede apreciar que el uso del agente de acoplamiento causa un incremento en las propiedades de módulo y resistencia última en un 160% y 27% respectivamente para el compuesto con 18% de FA; en 165% y 49% para el compuesto con 36% y con 214% y 103% para el composite con 55% de FA. Todo ello comparado con los composites sin agente de acoplamiento. Sólo en deformación a la rotura se obtuvieron valores inferiores al del PPv. Como es evidente, con la presencia de agente de acoplamiento, el aumento en la concentración de fibra genera un incremento en módulo en los diferentes materiales compuestos. Tal patrón de comportamiento coincide con el obtenido en pruebas mecanodinámicas (Jasso y col., 2007). Sin embargo, aún con la presencia de agente acoplante, para los diferentes composites en general, el incremento en la cantidad de fibra no se traduce en un aumento de resistencia última, por el desvanecimiento de la mencionada interacción polímero-agente acoplante-fibra al aumentar la deformación. La mejoría en

propiedades con el uso de agente de acoplamiento se atribuye principalmente a la formación de enlaces interfaciales entre la fibra y la matriz, permitiendo llevar a cabo un efecto reforzante, aunque se provoca una rigidización al ir aumentando la concentración de fibra en el composite (Lu y col., 2005. Mohanty y col., 2004. Qiu y col., 2004).

De igual forma, se puede ver como los composites elaborados con PP reprocesado en seis ocasiones presentan valores superiores en módulo y resistencia en un 9,7% y 9,2% para la concentración de 18% de FA; 27,3% y 3,8% a 36% de FA respectivamente, y sólo un incremento de 23% para 55% de FA en módulo, con referencia al PPv. En general, en la deformación todos los composites presentaron valores bastante inferiores al del PPv puro, aunque los elaborados con PPr presentaron resultados similares a los composites elaborados con PPv sin reprocesar. El mejoramiento en módulo para composites debido al reprocesamiento (composites con PPr6 vs composites con PPv) puede ser atribuido a la ligera disminución de peso molecular del polímero (Da Costa y col., 2005. Canevarolo, 2000. Sanjuán, 1998. Sapieha y col., 1989), que permitió así una mejor dispersión de las fibras, alcanzando así mayor área interfacial y por ello como consecuencia un mejor efecto reforzante. El estudio realizado por Canevarolo (2000), mostró que cuando el PP es reprocesado en 6 ocasiones, vía extrusión, el peso molecular promedio en número disminuía un 31%, mientras que el peso molecular promedio en peso lo hacía en un 60 % (Canevarolo, 2000). De manera similar, Da Costa y col. (2005) determinaron las propiedades reológicas de los PP's reprocesados por extrusión en 19 ocasiones. Ellos mostraron cambios significativos en la viscosidad y módulos, atribuidos al continuo efecto de degradación mecánica.

El desempeño mecánico de los composites con PPr presenta resultados inferiores a los del PPv puro y a los de los composites con PPv y PPr, con una disminución pronunciada en módulo y resistencia a la rotura. Ello se debe principalmente al mayor efecto degradativo que sufre el material de postconsumo (uso, envejecimiento, recolección, mezclado con diversos polipropilenos, etc). Sin embargo, la menor rigidez que en promedio presentan los composites con PPr, va acompañada de una mayor capacidad de deformación. Ahora bien, al reprocesar el PPr en dos ocasiones, se genera un incremento del 13,4% en módulo (con respecto a PPr sin reprocesar) a concentración elevada de FA. Ello puede deberse a un mejor dispersado del PPr puro, y a que al provocarse una ligera disminución en peso molecular (Da Costa y col., 2005. Canevarolo y col., 2000), se puede lograr una mejor interacción polímero-agente-fibra, mejorándose además su capacidad de deformación. Por otra parte, el hecho de que con ninguno de los composites de PPr o PPr2 se alcance el valor del módulo del polímero puro (PPr o PPr2), indica que la acción

del agente acoplante pierde cierta efectividad con PPp.

Los materiales compuestos mezclados con fibra de henequén, al igual que con fibra de agave, presentaron un efecto reforzante en el módulo (independientemente de la matriz de PP utilizada), que aumentaba conforme se incrementaba la cantidad de fibra, siendo los módulos superiores al del PPv a partir de 36%. Por otra parte, en comparación con los compuestos de fibra de agave, los compuestos con fibra de henequén presentaron valores ligeramente menores en módulo, resistencia última y deformación a la rotura. Lo anterior se atribuye principalmente al menor contenido de celulosa y lignina en el henequén (Rozman y col., 2000). Por lo tanto, el efecto reforzante en tracción logrado con la fibra de agave es superior al obtenido con henequén.

En la Fig. 2 se muestra el módulo de flexión de los materiales caracterizados, incluyendo los diferentes tipos de polipropileno y fibra. En dicha Fig. se aprecia un incremento lineal a medida que aumenta la concentración de cualquiera de las fibras.

El módulo de flexión de los composites con 36 y 55% de fibra de agave sin E-43, se ubica por encima del valor obtenido con el PPv. Un comportamiento muy similar se reportó cuando el PP fue reforzado con fibra de coco (Rozman y col., 2000). En este tipo de prueba (tipo de esfuerzo opuesto en ambas caras de la muestra) que combina compresión y tracción, la aportación de la fibra para reforzar el material no se ve tan afectada sin agente acoplante.

Los composites de PPv con agente de acoplamiento y FA, también mostraron un incremento directamente proporcional a medida que aumentaba la concentración de fibra, pero con valores bastante menores al del PPv. En esta prueba, por el tipo de esfuerzo aplicado, el bajo peso molecular del E-43 tiene un efecto plastificante, provocando una disminución en el módulo de flexión. Por otra parte, con la FH se logró generar un efecto reforzante significativo a alta concentración (55%) y ubicarse con un módulo ligeramente superior al del PPv. Ello denota que la aportación a la rigidez de la FH, no se está afectando con el agente de acoplamiento (lo que sí pudo apreciarse con la FA), probablemente porque no se tiene una interacción con la FH al nivel de la de agave, por el menor contenido de celulosa y lignina.

El efecto de 6 reprocesamientos sobre la matriz polimérica condujo a una ligera disminución de peso molecular del polímero, que permitió una mejor dispersión de las fibras, y como consecuencia un mejor efecto reforzante en el material.

Los composites formulados con PPp, presentaron un comportamiento de aumento lineal del módulo de flexión con respecto a la concentración de fibra, pero la naturaleza de la matriz (como sucedió en las pruebas de tracción), no

permitió obtener valores en módulo, similares al del PPv.

Las propiedades de impacto de los diferentes materiales se muestran en la Fig. 3. En dicha figura, se puede apreciar que el aumento en la concentración de FA, provoca que la energía a la fractura del composite sin agente de acoplamiento disminuya en 11 ó 13% cuando la concentración de fibra es 36 ó 55% respectivamente. Sólo a baja concentración de fibra (18%), se obtiene un valor ligeramente superior al del PPv (5%). Esto era de esperarse ya que en las pruebas de tracción se obtuvo una mayor tenacidad para el composite con menor cantidad de fibra.

Con el uso de compatibilizante en composites de PPv y PPp con fibra de agave o henequén, se obtuvieron valores de energía de fractura ligeramente inferiores al del PPv.

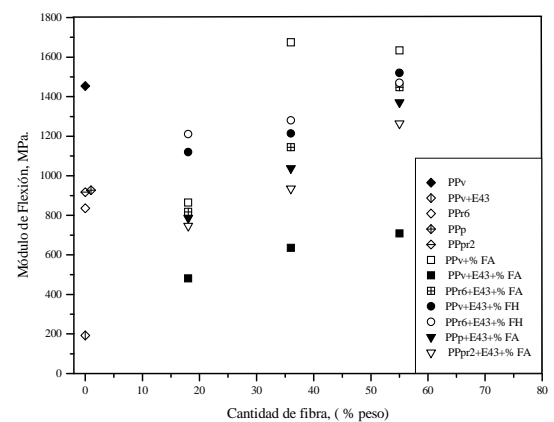


Fig. 2. Módulo de flexión como función de la cantidad de fibra en Polipropileno virgen, reprocesado y de postconsumo, reforzados con fibra de agave o henequén con y sin agente de acoplamiento. Temperatura 23°C y velocidad de cruceta 1.3 mm/min.

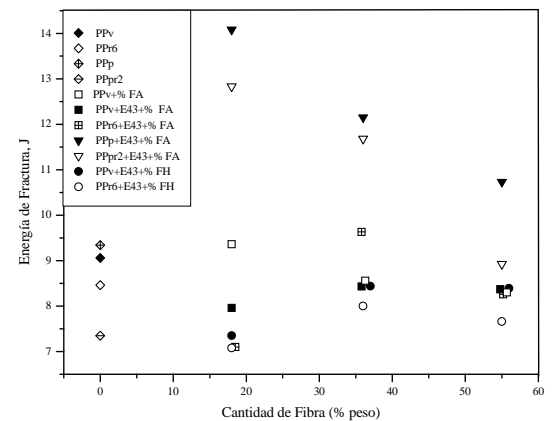


Fig. 3. Resistencia al impacto como función de la cantidad de fibra en polipropileno virgen, reprocesado y de potsconsumo, reforzados con fibra de agave o henequén, con y sin agente de acoplamiento. Temperatura 23°C.

En los casos de PPv+E43+%FA se presentó un decremento que fluctuó entre 9 y 11% con respecto al PPv. Ello se debe a que las fibras generan rigidización en los materiales, conduciendo a resultados similares a los obtenidos en tracción (Fig. 1 y Tabla 2).

Para el caso de los materiales de PPr6+E43+%FA, la resistencia al impacto también disminuye en un 22 y 10% para los composites con 18 y 55% de FA respectivamente; el material con 36% de fibra mostró un ligero incremento del 5% con respecto al PPv, que aunque no es significativo, puede deberse a una mejor integración fibra-matriz, que genera una mayor capacidad de absorción de energía.

El uso de fibra de henequén, no mejoró el comportamiento de resistencia al impacto de los composites, ya que éstos mantuvieron valores inferiores al del PPv en un 20%, 10% y 12% en promedio para concentraciones de 18, 36 y 55% de FH respectivamente. El comportamiento era de esperarse debido a que en las pruebas de tracción tampoco presentaron una mejora significativa con el uso de este tipo de fibra.

Los composites a base de PPp, mostraron aumentos del 60, 33 y 22% con respecto al PPv en resistencia al impacto cuando la concentración de fibra era de 18, 36 y 55% respectivamente. Este comportamiento que se atribuye principalmente a una disminución de rigidez del PP de postconsumo permitió tener mayor capacidad para absorber energía. Sin embargo, el aumento en la cantidad de fibra hace que el material tienda a un mayor grado de rigidización generando una tendencia negativa. Al igual que en los casos anteriores, las pruebas de tracción corroboran este desempeño. Los compuestos con PPr2, presentaron un comportamiento similar pero con valores más bajos que los del PPp. Solo a 18 y 36% de fibra, se obtuvieron resultados por encima del PPv (45 y 33% respectivamente), mientras que con 55% de FA la resistencia al impacto mostró valores similares al del PPv.

La compatibilidad de la fibra de agave con PP al usar un agente de acoplamiento se muestra en las micrografías de las probetas fracturadas de algunos composites (Figs. 4 a 7). En el caso de composites sin agente de acoplamiento (Fig. 4), se pueden observar los huecos por las fibras extraídas durante la tracción, así como una fractura de fibras muy perpendicular; ello es atribuible a la débil interacción interfacial entre las fibras y la matriz. Por el contrario, cuando se utiliza el agente de acoplamiento (Fig. 5), la muestra presenta una mejor interacción fibra matriz. Al impregnarse las fibras con polímero por la presencia de agente de acoplamiento, se reduce la cantidad de fibras extraídas o fracturadas. En la parte media del lado derecho se indica con una flecha una protuberancia que corresponde a una fibra que se deformó antes de fracturarse, quedando adherida a la matriz, mientras que en la parte media del lado izquierdo, se puede

ver una fibra extraída (indicada con flecha), con sección transversal deformada debido a la resistencia que opone la fibra a romperse. El agente permitió un mejor efecto de transferencia de esfuerzos fibra-matriz y por consecuencia una mejora en el comportamiento mecánico en los materiales compuestos.

La Fig. 6 muestra como la sección transversal de las fibras, para el compuesto a base de PPr6, presenta fractura no uniforme y una total impregnación por parte del polímero como una consecuencia del enlace interfacial entre el polímero y la fibra, permitiendo una mejor transferencia de esfuerzos y por consecuencia una recuperación de propiedades mecánicas, como las de tracción. En la Fig. 7 puede verse, que la superficie homogénea del polímero permitió un mayor grado de humectación generando la fractura de fibras en segmentos debido a la presencia de los enlaces interfaciales entre las fibras y la matriz, por efecto del agente de acoplamiento. A pesar de esto, el uso de una matriz de postconsumo no generó una recuperación de propiedades tan significativa como el caso de PPr6.

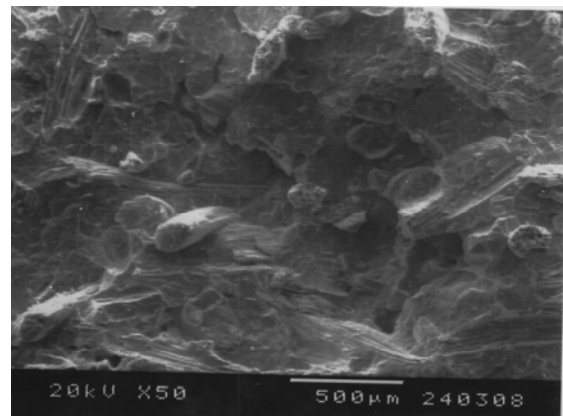


Fig. 4. Microscopia de PPv + 36% FA

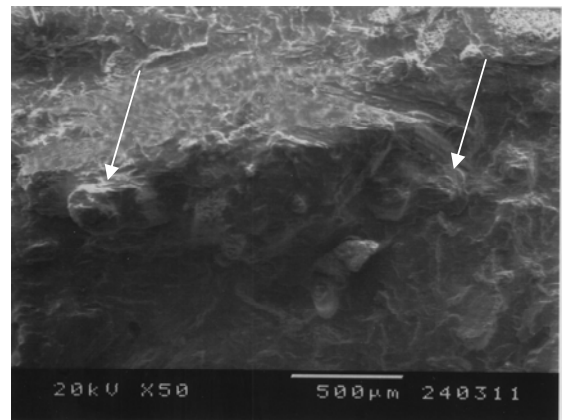


Fig. 5. Microscopia de PPv +E43+ 36% FA.

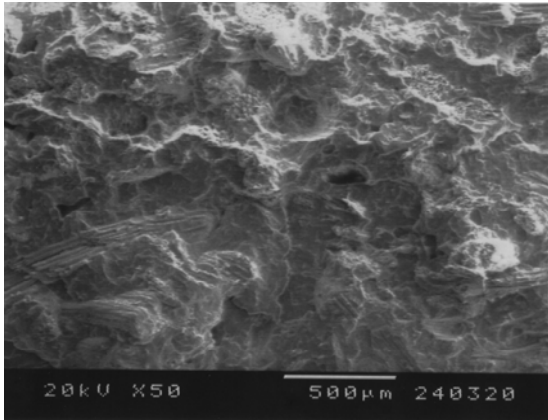


Fig. 6. Microscopia de PPr6 + E43 + 36% FA

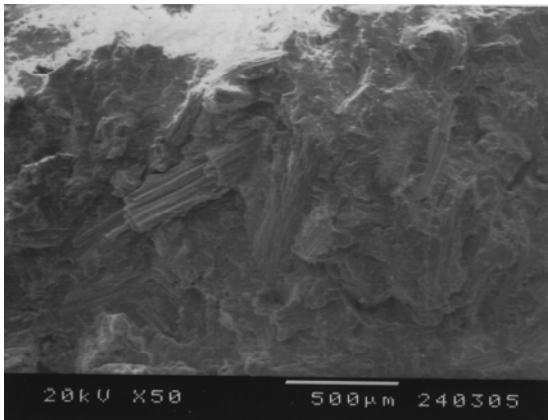


Fig. 7. Microscopia de PPP + E43 + 36% FA

Conclusiones

Las propiedades mecánicas de los diferentes materiales compuestos con fibra de agave han sido estudiadas. Se observó que el uso de un agente de acoplamiento es esencial al mejorar significativamente el enlace interfacial entre la matriz y el reforzante, aún en los casos en que se utilicen materiales de reproceso o de postconsumo, logrando una recuperación notable de comportamiento mecánico.

El efecto del reprocesamiento de la matriz en un extrusor de doble husillo (en hasta 6 ocasiones), no altera significativamente el comportamiento mecánico de los composites al reforzarlos con fibras celulósicas, ya que se observó que los composites con PPr6 presentan un comportamiento mecánico similar al compuesto con PPV, lo que hace al PP factible para un reciclado primario o secundario.

Por otra parte, el uso de materiales de postconsumo como matriz, permite una recuperación significativa de resistencia al impacto una vez reforzado el material con fibra de agave, lo que posibilita su recuperación y reutilización, además de ayudar a reducir de forma ecológica tales desechos sólidos.

La utilización de la fibra de agave de desecho, puede repercutir en un ahorro económico

significativo si se pretende utilizar como reforzante en materiales termoplásticos; la sinergia lograda entre el PPr6 y la fibra de agave con el agente acoplante, ofrece un valor agregado que permite reincorporar el material a la industria del plástico cuando la demanda en propiedades no sea muy elevada (reciclado secundario). Adicionalmente se contribuye a la conservación del medio ambiente y se tiene un bajo costo por ser ambos materiales de desecho.

Referencias

- Arbelaz A., Fernández B., Ramos J. A., Retegi A., Llano-Ponte R. and Mondragon I. (2005). Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling. *Composites Science and Technology* 65 (10), 1582-1592.
- Balam C. R., Duarte A. S. y Canché E. G. (2006). Obtención y caracterización de materiales compuestos de fibras de la piña de henequén y polipropileno. *Revista Mexicana de ingeniería química* 5, 39-44.
- Bledzki A. K. and Faruk O. (2004). Wood fiber reinforced polypropylene composites: Compression and injection molding process. *Polymer-Plastics Technology and Engineering* 43 (3), 871-888.
- Bledzki K., Gassan J. (1999). Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science* 24, 221-274.
- Canevarolo S. V. (2000). Chain scission distribution function for polypropylene degradation during multiple extrusions. *Polymer Degradation and Stability* 709, 71-76.
- Cazaurang M. M., Peraza S. S., Cruz R. C. (1990). Dissolving-Grade Pulp from Henequen Fiber. *Cellulose Chem. and Technol.* 24, 629-638.
- Coutinho F. M., Costa T. H., Suarez J. C., Melo D. P. (2000). Sawdust reinforced polypropylene composites: a study of fracture behavior. *Polymer Testing* 19, 625-633.
- Da Costa H. M., Ramos V. D., Rocha M. C. (2005). Rheological properties of polypropylene during multiple extrusions. *Polymer Testing* 24, 86-93.
- Da Costa H. M., Ramos V. D., De Oliveira M. G. (2007). Degradation of polypropylene (PP) during multiple extrusions: Thermal analysis, mechanical properties and analysis of variance. *Polymer Testing*, 26, 676-684.
- Guerrica E. G., Eguiazabal J.I. and Nazabal J. (1996). Effects of reprocessing conditions on the properties of unfilled and talc-filled polypropylene. *Polymer Degradation and Stability* 53, 1-8.
- Hristov V. N., Vasileva S. T., Krumova M., Lanch R. and Michler G.H. (2004). Deformation Mechanisms and mechanical properties of

- modified polypropylene/wood fiber composites. *Polymer Composites* 25(5), 521-526.
- Incarnato L., Scarfato P, and Acierno D. (1999a). Rheological and mechanical properties of recycled polypropylene. *Polym. Eng. Sci.* 39, (4), 749-755
- Incarnato L, Scarfato P., Gorrasi G. And Acierno D. (1999b). Structural modifications induced by recycling of PP. *Polym. Eng. Sci.* 39 (9), 1661-1666.
- Iñiguez C. G., Díaz T. R., Sanjuán D. R., Rowell R.M. (2001). Utilization of by-products from the tequila industry. Part 2: potential value of agave tequilana weber azul leaves. *Bioresource Technology* 77, 101-108.
- Iñiguez C. G., Lange S. E., Rowell R. M. (2000). Utilization of by-products from the tequila industry. Part 1: agave bagasse as a raw material for animal feeding and fiberboard production. *Bioresource Technology* 77, 25-32.
- Jasso C. F., Sanjuan R. R. (2007). Reinforcing virgin, reprocessed or recycled polypropylene with agave fiber and polymeric coupling agent. *SPE ANTEC Tech. Papers*, Vol. 65 (1), 54-58
- Jasso G. C., Flores O. F y Laguna C. O. (1994a). Alteración del poliestireno de alto impacto por termocizalla iterativa generada en varios ciclos de extrusión. *Revista de plásticos modernos* 456, 589-592.
- Jasso C. F., Sanjuan R., Mendizábal E. (1994b). Modification of polyester composites by the use of cellulosic fibers and butyl acrylate monomer. *SPE ANTEC Tech. Papers*, Vol. 40, 956-958.
- Jasso G. C., López C. P., Mendizábal M. E. (1992). Mechanical and Rheological properties of poly-(butadiene acrylonitrile) rubber compounds reinforced with cellulosic material. *Polymer Engineering and Science* 32 (6), 443-447.
- Lewin M. L., Pearce E.M. (1998). *Handbook of fiber science and technology*. Ed. M. Dekker, N.Y. Vol. 4
- Keener T. J., Stuart R. K, Brown T. K. (2004). Maleated coupling agents for natural fibre composites *Composites*, Part. A. 35, 357-362.
- López-Manchado M. A., Arroyo M. (2000). Thermal and dynamic mechanical properties of polypropylene and short organic fiber composites. *Polymer* 41, 7761-7767.
- Lu J. Z., Negulescu I. I. and Wu Q. (2005). Maleated wood-fiber/high-density polyethylene composites: Coupling mechanisms and interfacial characterization. *Composites Interfaces* 12 (1-2), 125-140.
- Mohanty S., Verma S.K., Nayak S. K., Tripathy S.S. (2004). Influence of fiber treatment on the performance of sisal-polypropylene composites. *Journal of Applied Polymer Science* 94, 1336-1345.
- Nichetti D. and Manas-Zloczower. (1999). Influence of Molecular Parameters on Material Processability in Extrusion Processes. *Polym. Eng. Sci.* 36 (5), 887-895.
- Qiu W., Endo T., Hirotsu T. (2004). Interfacial interactions of a novel mechanochemical composite of cellulose with maleated polypropylene. *Journal of Applied Polymer Science* 94, 1326-1335.
- Raj R. G., Kokta B. V. and Daneault C. (1989). Effect of chemical treatment of fibers on the mechanical properties of polyethylene-wood fiber composites. *J. Adhesion Sci. Technol.* 3 (1), 55-64.
- Rauwendaal C. (2001). *Polymer Extrusion*, Hanser Publisher, 4th edition, New York.
- Rozman H. D., Tan G. S., Kumar R.N. (1999). A preliminary study on the use of glass and coconut fibre as reinforcement in polypropylene composites. *Polym. Plast. Technol. Eng.* 38 (5), 997-1011.
- Rozman H. D., Tan K. W., Kumar R.N. Abubakar A., Mohd Ishak Z.A., Ismail H. (2000). The effect of lignin as a compatibilizer on the physical properties of coconut fiber-polypropylene composites. *European Polymer Journal* 36, 1483-1494.
- Sanjuan R. R. (1998). Tesis de Maestría en Ingeniería Química, Universidad de Guadalajara.
- Sapieha S., Pupo J. F. and Schreiber H. P. (1989). Thermal degradation of cellulose-containing composites during processing. *Journal of Applied Polymer Science* 37, 233-240.
- Suetsugu Y. (1990). State of dispersion mechanical properties correlation in small particle filled polymer composites. *Intern. Polymer Processing* 5 (3), 184-190.
- Tripathy S.S., Levita G. and Di Landro L. (2001). Interfacial Adhesion in Jute-Polyolefin composites. *Polymer Composites* 22 (6), 815-822.
- Valadez G. A., Cervantes U. J., Olayo R., Herrera F. P. (1999). Effect of fiber surface treatment on the fiber-matrix bond strength of natural fiber reinforced composites *Composites: Part B.* 30, 309-320.