

Sansevieria Trifasciata: Efecto del NaOH sobre la modificación química, física y mecánica de fibras.

Cesar Arévalo Aranda MSc.¹, Meliza Lindsay Rojas, Dr.², Leslie Lescano, MSc.³, Jesús Sánchez-González, MSc.³, Guillermo Linares, Dr.³, Danny Chávez Novoa, MSc⁴, Alexander Vega Anticona, Dr^{4,*}.

¹Departamento de Ingeniería Metalurgia, Universidad Nacional de Trujillo, Perú, carevalo@unitru.edu.pe,

²Dirección de Investigación y Desarrollo, Universidad Privada del Norte, Perú, meliza.rojas@upn.edu.pe

³Departamento de Ciencias Agroindustriales, Universidad Nacional de Trujillo, Perú, llescano@unitru.edu.pe, jsanchezg@unitru.edu.pe, glinares@unitru.edu.pe.

⁴Departamento de Ingeniería de Materiales, Universidad Nacional de Trujillo, Perú, dchavez@unitru.edu.pe,

Resumen - El presente trabajo evaluó el efecto del incremento del porcentaje de hidróxido de sodio (7.5%; 12.5% y 25%) p/v, sobre la modificación en la composición química, propiedades mecánicas en tracción y temperatura de degradación en fibras individuales obtenidas de las hojas de la especie *Sansevieria Trifasciata*; de la especie mencionada, se extrajeron fibras mediante proceso manual por inmersión en agua, se determinó la masa de fibras extraídas a partir de una determinada masa de hojas (masa de recuperación); de las fibras obtenidas se seleccionó mediante estereoscopia muestras que se utilizaron tanto en el proceso alcalino (mercerización), en las secuencias de caracterización mecánicas, físicas y químicas, el criterio de selección fue la integridad superficial de las mismas. La caracterización de las fibras obtenidas incluyó la cuantificación de los componentes lignocelulósicos (lignina, celulosa y hemicelulosa); análisis termogravimétrico (TGA); evaluación de la superficies de fibras y medición de sección transversal mediante microscopía electrónica de barrido (SEM); uso de la técnica de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR); ensayo de tracción en fibras únicas (ASTM D 3379-89); para el ensayo de tracción de fibra única se realizó 11 repeticiones por nivel de estudio. De los resultados obtenidos podemos mencionar que el incremento del porcentaje de hidróxido de sodio en el rango evaluado, modificó la composición química inicial de las fibras obtenidas; disminuyó el porcentajes de lignina de 21.52% (FST-NT) a 16.62% (FST-25% NaOH), disminuyó el porcentaje de hemicelulosa de 15.01% (FST-NT) a 11.38% (FST-25% NaOH); incrementó el porcentaje de celulosa de 55.20% (FST-NT) a 59.32% (FST-25% NaOH); en el mismo sentido, incrementó los valores de resistencia a la tracción de fibras individuales, de 344.89 MPa (FST-NT) a 598 MPa (FST-7.5 % NaOH); 569 MPa (FST- 12.5% NaOH) y 432 MPa (FST-25% NaOH), así mismo, se incrementó los valores temperatura de inicio, final y media de degradación de las fibras obtenidas; de 280°C (FST-NT) a 288°C (FST-25% NaOH); de 423°C (FST-NT) a 434°C (FST-25% NaOH); de 350°C (FST-NT) a 356°C (FST-25% NaOH); respectivamente; por otro lado, disminuyó los valores de los porcentaje de humedad de las fibras obtenidas, de 10.20% (FST-NT) hasta 5.54% (FST-25% NaOH); además de que disminuyó el

tamaño de la sección transversal e incremento la rugosidad superficial de las fibras obtenidas.

Palabras clave: Fibras lignocelulósicos, *Sansevieria Trifasciata*, Resistencia a tracción, Temperatura de degradación.

I. INTRODUCCIÓN

Perú, debido a su variedad de climas, posee invernaderos naturales que permite el desarrollo de múltiples cultivos agrícolas que actualmente proveen de una fuente de recursos renovables abundantes; sin embargo existen recursos no es explotado, como por ejemplo las especies fibrosas, son recursos que podrían ser utilizadas en sectores industriales nacionales y de esta forma generar valor agregado a los recursos naturales existentes, pero la falta de caracterización de estas, limita el uso adecuado de las mismas; las fibras vegetales (lignocelulósicas) extraíbles poseen atributos de interés industrial (medianos valores de propiedades específicas (resistencia y módulo), bajo costo, baja densidad y posibilidad de reciclado); sin embargo poseen también algunos inconvenientes, entre ellos su naturaleza hidrofílica y sus relativas bajas temperaturas de uso; esto puede afectar la durabilidad de estas en mayor o menor medida dependiendo de las condiciones de uso y de los compuestos que los utilicen como refuerzos; a pesar de los inconvenientes muchos autores han reportado el uso y comercialización de fibras lignocelulósicas, como es el caso de las fibras de Palmira, Sisal [1], Banano [2], Palma de aceite [3], Henequén [4], Yute [5], Caña y pulpa de madera [6], entre otras. Existe la posibilidad de disminuir la hidrofílica de las fibras mediante el uso de tratamientos químicos (tratamientos alcalinos), los cuales podrían además incrementar la estabilidad térmica de las mismas al eliminar compuestos de bajo peso molecular [7], [8], [9]. Los tratamientos alcalinos disminuyen la capacidad de enlace de hidrógeno de la celulosa por reducción de los grupos hidroxilo [7]. El tratamiento alcalino genera hinchamiento interfibrilar,

Digital Object Identifier (DOI):

<http://dx.doi.org/10.18687/LACCEI2021.1.1.61>

ISBN: 978-958-52071-8-9 ISSN: 2414-6390

cuando el álcali penetra en la pared celular, esto genera remoción de hemicelulosa y de lignina, como consecuencia, la región interfibrilar se hace menos densa y menos rígida permitiendo que las fibrillas de celulosa tengan interacción directa, además de mayor capacidad de reorganizarse al ser sometidas a cargas [10]; el tratamiento alcalino provoca la deprotonación de los grupos hidroxilo [11]. El uso adecuado de las fibras vegetales depende del entendimiento de su naturaleza y la composición de la misma, de esta manera, se puede comprender su funcionalidad y su proceso de degradación [7], [8], [9].

La celulosa es resistente a la hidrólisis, álcalis fuertes y agentes oxidantes; la hemicelulosa es un polisacárido de bajo peso molecular, es hidrofílica y puede hidrolizarse fácilmente en ácidos y bases diluidas; la lignina es un complejo polímero de hidrocarburos, es hidrofílica, resiste la hidrólisis ácida y es soluble en álcali caliente, [12], [13]. Entre los factores que afectan el desempeño de las fibras lignocelulósicas tenemos el ángulo microfibrilar, las dimensiones de celdas celulares entre las capas, los defectos propios de las fibras y los generados, además de su composición química [7], [12], [13]. Un mayor grado de polimerización de la celulosa, longitud de celda mayor y un ángulo microfibrilar inferior pueden incrementar la resistencia a la tracción y el módulo de Young de estas fibras [14]; así por ejemplo de fibras de *Yute* y *Cáñamo* reportan valores de entre (400-800) N/mm² y (550-900) N/mm², respectivamente, esta diferencia se correlaciona con su contenido de celulosa en forma directa [15].

La degradación de fibras depende entre otros factores de su composición química; así, cada tipo puede tener un desempeño único respecto a su comportamiento térmico; esto es, la temperatura de degradación cambia a medida de la modificación de su composición química, encontrando la tendencia de que la eliminación de los componentes de bajo peso molecular puede incrementar la temperatura de degradación de las mismas [16]. La celulosa se descompone térmicamente en etapas: (a) entre (50-100) °C evaporación de agua de las fibras, (b) (200-280) °C, formación de compuestos de bajo peso molecular por ejemplo CO, metano (c) entre (280-340) °C formación de compuestos inflamables como alcoholes y alcanos [17]. La hemicelulosa se descomponen entre (200 y 260) °C y libera gases como el CO₂. La descomposición térmica de la lignina está dentro del amplio rango de temperatura (160-400) °C [18]; de esta forma la lignina influye en un amplio rango de temperaturas y por ende en las velocidades de liberación de calor [19], [20]; el mayor contenido de celulosa incrementa la inflamabilidad [21]; las fibras de lino tienen bajo contenido de lignina y se consideran las mejores para la resistencia térmica [15]. Utilizando fibras extraídas de la palmera *Areca*, tras someterlas a tratamiento alcalino con NaOH, se evidenció la reducción de los diámetros de fibras, incremento del porcentaje de celulosa, reducción de hemicelulosa, lignina

con los incrementos de NaOH; los grupos funcionales presentes en las fibras fueron verificados por FTIR [22]. Similares tendencias se reportó para fibras de *Hemp* [23]; otras técnicas de caracterización incluyen ensayos a tracción de fibras, análisis termo-gravimétrico (TGA) y microscopía electrónica de barrido (SEM) [24]. Con excepción del algodón las fibras vegetales vienen siendo utilizadas en aplicaciones artesanales en nuestro país, otras especies fibrosas son muy poco o no existe reportes de caracterización de estas, entre esas especies tenemos a la denominada *Sansevieria Trifasciata*; la especie puede prosperar en condiciones no favorables para otras especies (poca agua, variedad de suelos, poca exposición al sol, resistentes a plagas) [25], de esta forma en el presente trabajo se logró la caracterización física, química y mecánica de las fibras individuales obtenidas de la especie *Sansevieria Trifasciata*.

II. MATERIALES Y MÉTODOS

A. Diseño de Investigación.

Se aplicó el diseño experimental tipo unifactorial, siendo la variable de estudio la concentración (p/v) de hidróxido de sodio (NaOH) en tres niveles: 7.5 g/L, 12.5 g/L y 25 g/L; se realizaron 11 ensayos de tracción por cada nivel, además de 11 ensayos a las fibras sin tratamiento alcalino, lo hizo un total de 44 ensayos; además de ellos se realizó caracterización de la composición química, FT-IR, microscopía SEM y análisis térmico TGA, para fibras tratadas y no tratadas.

B. Procedimiento Experimental.

a) *Proceso de obtención de fibra de Sansevieria Trifasciata*: Las hojas fueron recolectadas en la provincia de Trujillo, departamento de La Libertad, Perú; las hojas fueron cortadas al borde del suelo (el criterio de selección de estas fue el largo y ancho equivalentes, se espera una edad promedio similar entre hojas seleccionadas), una vez obtenidas las hojas a utilizar, se procedió a trasladarlas al laboratorio, allí las hojas fueron cortadas a aproximadamente 30 cm de largo; las hojas cortadas fueron empaquetadas y pesadas (aprox. 1,5 Kg de masa inicial); esto permitió la obtención del porcentaje de obtención de fibras a partir de las hojas; luego fueron colocadas en recipientes con agua de grifo (3litro/Kg), allí permanecieron por 14 días, esto facilitó la extracción de las fibras, luego del periodo de inmersión, estas se limpiaron nuevamente con agua, y se procedió a la extracción manual (presión de hojas), de esta forma se logró obtener las fibras que se utilizaron en la presente investigación. Posteriormente se realizaron dos etapas de limpieza; la primera consistió en sumergir las fibras en agua destilada por un tiempo de 15 min a una temperatura de 60 °C, luego las fibras pasaron de forma inmediata a la segunda etapa de limpieza, que consistió en la inmersión de estas por

45 minutos en una mezcla (1:1 v/v) de agua: alcohol a 70°C; terminado esta etapa se procedió al tratamiento alcalino (mercerización).

b) *Tratamiento alcalino de fibras:* Para el tratamiento alcalino (mercerización), se preparó las soluciones de hidróxido de sodio y agua destilada en las relaciones de 7.5 g/L, 12.5 g/L y 25 g/L; para todos los casos se preparó 1L de solución; una vez obtenidas las soluciones, las fibras de la segunda etapa de limpieza fueron sumergidas en las soluciones correspondientes, por un tiempo de 30 minutos a temperatura de ambiente, una vez transcurrido el tiempo de inmersión las fibra fueron lavadas en agua destilada de ser necesario se procedió a neutralizar el pH de estos enjuagues, para ello se utilizó una solución de ácido acético (5% V/V), finalmente las fibras tratadas fueron secadas en estufa a 80 °C durante 12 horas.

c) *Microscopia Electrónica de Barrido (SEM):* Las fibras deshidratadas fueron previamente recubiertas con una fina capa de oro por deposición de plasma; luego, la morfología de las fibras se observó en un microscopio electrónico de barrido (VEGA 3 TESCAN) operado a un voltaje de aceleración de 5kV con aumentos variables.

d) *Caracterización química de la fibra:* Tanto para las fibras tratadas y no tratadas alcalinamente se determinó los porcentajes de los principales compuestos químicos de las mismas, los cálculos de los porcentajes fueron considerando las masas residuales o las masas iniciales de las muestras ensayadas; las secuencias fueron:

d.1 Determinación de Extractivos: Basado en Standard Method for the Determination of Extractives in Biomass, se pesó 2 gramos de cada muestra de fibras; el proceso de extracción se realizó utilizando etanol (96%) en un equipo Soxhlet, se verifico de forma recurrente la temperatura, la velocidad de reflujo y la velocidad de calentamiento así lo logro obtener de cuatro a cinco intercambios de solvente (sifonada) por hora, esto se realizó durante 24 horas, una vez pasado este tiempo, el solvente se eliminó, para finalmente secar las fibras en estufa (105°C) y desecador, hasta tener un peso constante.

d.2 Determinación de Holocelulosa: Para un peso de 1g por muestra seca libre de extractos, se agregó 80 mL de agua destilada caliente, 0.5 mL de ácido acético glacial (CH₃COOH), la mezcla se agitó; luego se agregó 1 g de clorito de sodio (NaClO₂), la mezcla se agito de forma lenta, se colocó a baño maría a 70 °C; después de 1 h, se agregó 0.5 mL de ácido acético y 1 g de clorito de sodio, para volver a agitar, esta etapa se repitió varias veces hasta lograr un color blanquecino en la mezcla, logrado esto la mezcla se dejó reposar por 24 horas, finalmente se filtró y las muestras de fibras fueron lavadas en alcohol y secadas en estufa a 50°C aproximadamente.

d.3 Determinación de Celulosa: Basados en el Standard Method for Determination of Alpha, Beta and Gamma Cellulose in pulp, se utilizó un peso de 0.5 g de muestra obtenida de la etapa anterior (*d.2*), se agregó 20 mL de NaOH al 17.5%, se agitó y se colocó en baño maría a temperatura ambiente; después de 30 minutos se agregó 20 mL de agua destilada, se agitó y se dejó reposar por 45 minutos, finalmente se filtró la mezcla, los primeros mililitros del filtrado fueron descartados conservando el resto del filtrado de este se procedió a la cuantificación de:

d.4 Alfa Celulosa: Se utilizó 0.25 mL del filtrado, se agregó 1 mL de K₂Cr₂O₇ a 0.5 N, 5 mL de H₂SO₄ cc agitando lentamente; reposar por 15 minutos, se agregó 2.25 mL de agua destilada y se dejó enfriar hasta temperatura ambiente, luego se agregó 4 gotas de ferroína (indicador) y se tituló con ácido sulfúrico ferrosos 0.1 N, hasta conseguir el cambio de color de verde a rojo, obteniendo así el volumen de gasto. Para la cuantificación se realizó la valoración en blanco, sustituyendo el filtrado de pulpa con 1.25 mL de NaOH y 1.25 mL de agua destilada.

d.5 Beta y Gamma Celulosa (Hemicelulosa): Se midió el filtrado en una probeta de 50 mL, se agregó 9 mL de ácido sulfúrico H₂SO₄ 3N, se mezcló, se colocó en baño maría (80 °C) hasta coagular, se dejó reposar, se centrifugó por 10 minutos a 40 rpm; luego se tomó 0.5 mL del sobrenadante y se agregó 1 mL de K₂Cr₂O₇, 0.5 N y 9 mL de ácido sulfúrico concentrado; se dejó reposar por 15 minutos, se agregó 2.25 mL de agua destilada y se dejó enfriar, se agregó 4 gotas de ferroína (indicador) y se tituló con ácido sulfúrico ferrosos 0.1 N, hasta conseguir un cambio de color de forma equivalente al paso anterior; para la cuantificación se realizó de forma equivalente al paso anterior.

d.6 Determinación de Lignina: Para este procedimiento se utilizó el Standard Method for Determination of Acid Insoluble Lignin in Biomass, esto incluye:

d.7 Lignina Klason: Para un peso 5g de muestra sin extractivos, se agregó H₂SO₄ al 72% (por cada 100 mg se adicionó 1 mL de ácido sulfúrico); la mezcla se agita frecuentemente hasta su total disolución, luego se agregó 84 mL de agua destilada; la mezcla se calentó a 120 ° C por 60 minutos, pasado el tiempo se filtró, el filtrado se usó para la lignina soluble y el residuo sólido se lavó con agua caliente para remover la solución ácida, el residuo fue utilizado en lignina insoluble.

d.8 Lignina Soluble: Se preparó un blanco, colocando en un tubo con tapa 10mL de ácido sulfúrico al 72% y 10mL de agua destilada agitando la solución. La muestra se llevó a evaluación con el espectrofotómetro.

d.9 Lignina Insoluble: El residuo sólido mencionado se secó a 105°C por 2 horas o hasta lograr peso constante; luego se calcinó la muestra a 570 °C (hasta obtener peso constante).

e) *Espectroscopia de transmisión infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)*: Para la caracterización por FTIR se utilizó un espectrofotómetro modelo IR Spectrum Two (PerkinElmer, USA), se utilizó un peso de 0.5 g de muestras de cada nivel descrito en líneas anteriores, las muestras fueron colocadas en la punta de diamante, la cual es ajustada de forma predeterminada; se procedió a realizar el barrido correspondiente, el software del equipo realizó la gráfica (% transmitancia vs número de onda (cm^{-1})).

f) *Ensayo de Termogravimetría*: En esta etapa se utilizó un Termo Analizador Simultáneo: SETARAM Setsys Evolution; las muestras fueron cortadas y trituradas, solo se utilizaron las fibras retenidas en malla N° 35; las condiciones del ensayo fueron: temperatura máxima de barrido (20 a 450) °C; velocidad de calentamiento de 10 °C/min; todo ello en un atmosfera de nitrógeno. El software se encargó de dar los resultados y las curvas termo gravimétricos en cada caso.

g) *Preparación de muestras para ensayo de tracción (ASTM D D3379-89)*: Las dimensiones de las muestras a ensayar se muestran en la Fig.1, las fibras para para ensayo de tracción única se cortaron a 30 mm, se acoplaron mediante

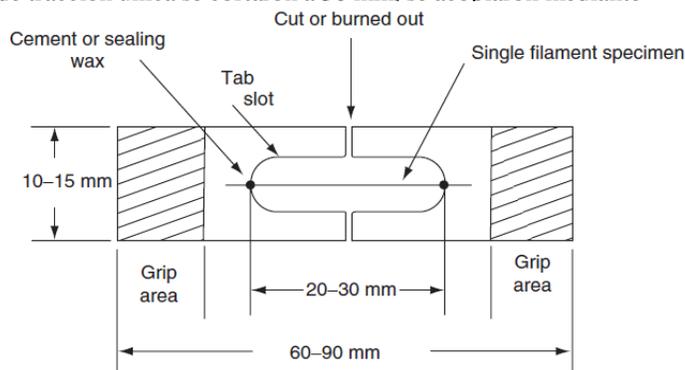


Fig.1. Dimensiones de probeta para ensayo de tracción en fibra única. (ASTM D 3379-89).

III. RESULTADOS Y DISCUSION

A. Extracción – Cuantificación de sección transversal

Con el objetivo de disminuir las fuentes de variabilidad en las etapas de caracterización de fibras, en la presente investigación se consideró que las hojas de la especie deberían de tener en promedio misma altura y ancho; la extracción de fibras se realizó de la zona media de las hojas de la especie utilizada; para facilitar la extracción y disminuir defectos superficiales de fibras, estas se extrajeron de forma manual, esto es: por inmersión en agua y posterior presión; las fibras obtenidas fueron evaluadas mediante microscopia óptica (estereoscopio – 20X) a fin de seleccionar las fibras sin daños visibles, una vez seleccionadas las fibras se determinó el tamaño de las secciones transversales (diámetros de fibras)

tanto para las fibras no tratadas como para las fibras tratadas (Fig. 2). La Fig.3 resume la tendencia de los valores de sección transversal de las fibras; de ambas, podemos evidenciar la relación inversa entre el incremento del porcentaje de NaOH y los valores de las secciones transversales (diámetro de fibras). La Tabla I muestra el porcentaje promedio de fibras obtenidas a partir de hojas de *Sansevieria Trifasciata*.

B. Ensayo de tracción de fibras

La Tabla II se muestran los datos de la masa (kg) para la ruptura de fibras y la distancia máxima alcanzada (mm) hasta la ruptura de las mismas, en función del porcentaje de NaOH utilizado en la presente investigación; la Tabla N° III muestra los cálculos promedio obtenidos de resistencia en tracción, porcentaje de alargamiento a la ruptura de fibras únicas, como en función del NaOH utilizado. La Fig.4 muestra la tendencia de fibras únicas seleccionadas para el ensayo a tracción, se aprecia el incremento de la masa de ruptura en los casos de NaOH de 7.5% p/v y 12.5% p/v y la disminución en el caso NaOH 25% p/v; además se evidencia el incremento en todos los casos de la distancia recorrida por las fibras hasta la ruptura, además de la reducción de los valores de las pendientes en los casos de NaOH 12.5% p/v y 25% p/v. La Fig.5 muestra los valores promedio de resistencia máxima a tracción y % de alargamiento hasta ruptura de fibras. La reducción de las secciones transversales (diámetros) de fibras, respecto a las fibras sin tratamiento, se debería a la eliminación de las hemicelulosas, componentes de zonas amorfas de las fibras, además del colapso de la estructura celular de las mismas debido al tratamiento alcalino realizado [26]; según [27], tanto las hemicelulosas y la lignina son solubles en álcalis, debido a ello se generó la reducción de las secciones de las fibras lignocelulósicas (Fig.3); lo mencionado respecto a la tendencia de eliminación de componentes químicos se verifica en la Tabla IV, el porcentaje de lignina disminuye hasta 16.62% respecto al valor inicial de 21.52%, mientras que la hemicelulosa disminuye hasta 11.338% de 15.01%; respecto al incremento de los valores de masa a ruptura y resistencia a la tracción de las fibras evaluadas (Tabla II y Tabla III), este se debe al efecto del incremento del NaOH de la solución alcalina utilizada, la cual genero cambios en la composición química de las fibras (Tabla IV) disminuyendo lignina y hemicelulosa como menciono, e incremento el porcentaje de celulosa presente; además la modificación y/o remoción de componentes mencionados generan cambios en la estructura internas de las fibras; [28], indica que la eliminación de los elementos cementantes de lignina y también aunque en menor medida la hemicelulosa, genera mayor libertad de las cadenas poliméricas de los componentes químicos de las fibras, facilitando el alargamiento durante ensayos a tracción unidireccionales, esto además podría permitir la disminución del ángulo interfibrilar y la alineación de las microfibrillas en la dirección de la fuerza aplicada, esta sería la razón de los

incrementos de las masas para la ruptura de las fibras tratadas, en este caso las concentraciones de 7%, 12.5% y 25% de NaOH lograron incrementar los valores de resistencia a la tracción (73.43%; 65.07% y 25.35% respectivamente) y los porcentajes de alargamiento a la ruptura (56.14%; 151.75% y 141.81% respectivamente) respecto a las muestras de fibras no tratadas; se debe de mencionar en este apartado que los valores de resistencia a la tracción y porcentaje de alargamiento de las fibras fueron cálculos teniendo en cuenta los valores promedio de los diámetros de las fibras según las condiciones del tratamiento alcalino (Fig.3) y no con un valor promedio de fibras tratadas en su conjunto; además de ello agregamos que con fines de comparación, la tendencia reportada en la presente investigación podría cambiar debido a la no existencia de un estándar de los porcentajes de NaOH, ni tiempos de inmersión en solución utilizados en los procesos alcalinos a los cuales las fibras son sometidos (las modificaciones respecto a composición química y estructura interna de fibras es dependiente de los parámetros del tratamiento alcalino: concentración, tiempo, temperatura, etc), por lo que las investigaciones en este sentido son variables según las variables del tratamiento mencionadas.

C. Análisis químico de fibras

La Tabla IV reporta los valores de los compuestos químicos correspondientes a las muestras de fibra obtenidas tratadas y no tratadas alcalinamente.

TABLA I.
PORCENTAJE DE FIBRAS OBTENIDAS A PARTIR DE LAS HOJAS (*SANSEVERIA TRIFASCIATA*)

Masa de hojas (gramos)	Masa de fibras obtenidas en seco (gramos)	% de fibras obtenidas
1466.30	98.45	6.71
1512.69	110.45	7.30
1596.78	99.45	6.23
	Promedio	6.75

TABLA II.
DATOS DE LA MASA PARA LA RUPTURA ALARGAMIENTO HASTA LA RUPTURA DE FIBRAS

FST - NT	FST - 7.5% NaOH		FST - 12.5% NaOH		FST - 25% NaOH			
	kg	mm	kg	mm	kg	mm		
T1	0.34	0.28	0.41	0.51	0.34	0.87	0.27	0.78
T2	0.34	0.31	0.48	0.55	0.39	0.85	0.28	0.84
T3	0.28	0.37	0.44	0.57	0.36	0.83	0.26	0.89
T4	0.32	0.35	0.42	0.56	0.38	0.83	0.21	0.87
T5	0.34	0.29	0.43	0.53	0.38	0.91	0.24	0.84
T6	0.31	0.34	0.49	0.52	0.33	0.87	0.22	0.84
T7	0.29	0.36	0.47	0.54	0.38	0.85	0.19	0.85

T8	0.27	0.35	0.44	0.56	0.35	0.86	0.26	0.64
T9	0.25	0.43	0.46	0.51	0.31	0.88	0.24	0.89
T10	0.31	0.31	0.47	0.52	0.38	0.82	0.26	0.84
T11	0.32	0.37	0.48	0.48	0.32	0.91	0.17	0.82
PROM. DES. EST.	0.31 0.03 0	0.34 0.04 3	0.458 0.024	0.534 0.028	0.358 0.029	0.861 0.032	0.236 0.035	0.827 0.069

TABLA III.
PROMEDIO DE RESISTENCIA EN TRACCIÓN, PORCENTAJE DE ALARGAMIENTO FIBRAS ÚNICAS.

	Masa (Kg)	Alar. (mm)	Diám. (mm)	Fuerza (N)	Área (mm ²)	Tensión (MPa)	% Alar.
FST - NT	0.306	0.342	0.105	3.002	0.0087	344.89	1.14
FST -7.5% NaOH	0.458	0.534	0.098	4.488	0.0075	598.15	1.78
FST - 12.5% NaOH	0.358	0.861	0.089	3.508	0.0062	569.34	2.87
FST -25% NaOH	0.233	0.827	0.082	2.283	0.0053	432.33	2.76

Lo = 30 mm (en todos los casos)

* Para el cálculo de tensión se ha considerado área circular de fibras

TABLA IV.
COMPOSICIÓN QUÍMICA PROMEDIO DE FIBRAS

	Base Seca						
	% Hum.	% Extr.	% Lig.	% Holoc.	Celulosa		Hemic.
					Alfa C.	Beta C.	Gamma C.
FST-ST	10.20%	1.92%	21.52%	76.46%	55.20%	6.25%	15.01%
7.5% NaOH	7.03%	1.75%	18.10%	78.62%	56.87%	8.53%	13.22%
12.5% NaOH	5.92%	1.49%	17.87%	79.37%	57.44%	9.01%	12.92%
25% NaOH	5.54%	1.18%	16.62%	80.53%	59.32%	9.83%	11.38%

D. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FT-IR).

En la Fig. 6 se muestra el espectro FT-IR de las fibras sin tratamiento y con tratamiento a diversos porcentajes de NaOH. La vibración de los grupos OH- de la celulosa se encuentra en un número de onda entre 3750 cm-1 y 3000 cm-1, los picos 2920 cm-1 y 2860 cm-1 se asocian a la vibración de estiramiento del grupo funcional de los alcanos (C-H), esta representa la molécula de hemicelulosa y celulosa. El número de onda de 1730 cm-1 representa a la hemicelulosa, mediante la vibración de estiramiento de los grupos funcionales de los carbonilos (C=O); el pico que tiene número de onda cercano a 1640 cm-1 representa la presencia de agua. Los picos entre los rangos de 1595 cm-1 y 1505 cm-1 corresponden a la vibración del anillo de la lignina; los comprendidos entre 1462 cm-1 y 1425 cm-1 corresponden al estiramiento de los grupos (C-H) de celulosa y en menor medida de lignina [29].

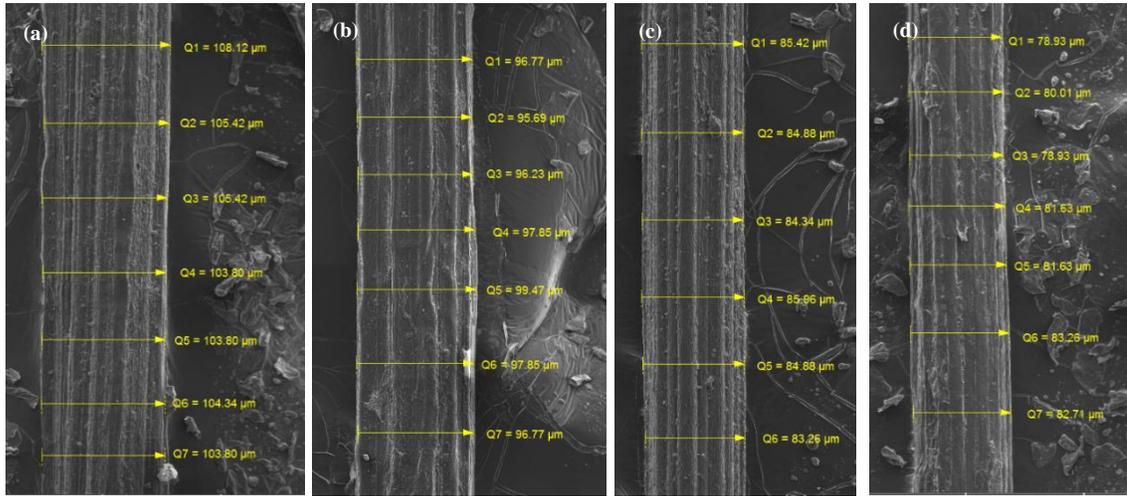


Fig. 2: Imagen SEM de secciones transversales de fibras *Sansevieria trifasciata*. (a) Ningún tratamiento. (b) 7.5% NaOH. (c) 12.5% NaOH. (d) 25% NaOH, (Aumento 500X. - 5 kV)

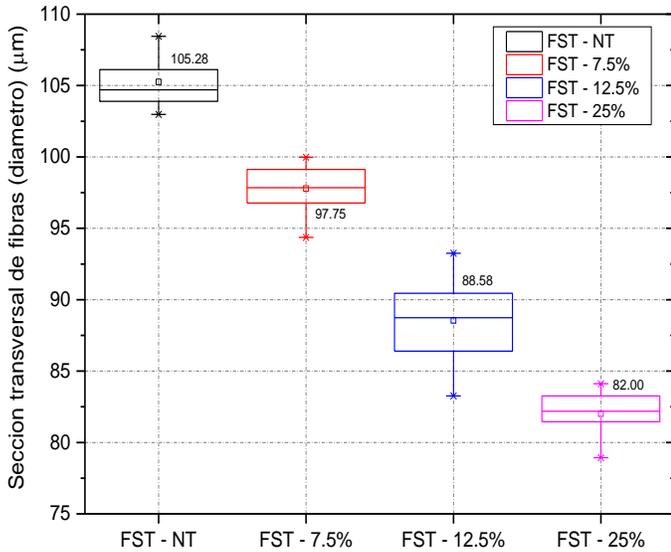


Fig. 3. Valores de las secciones transversales de fibras *Sansevieria Trifasciata* (FST), según concentración de hidróxido de sodio utilizado. Ningún tratamiento (NT); 7.5% NaOH; 12.5% NaOH y 25% NaOH

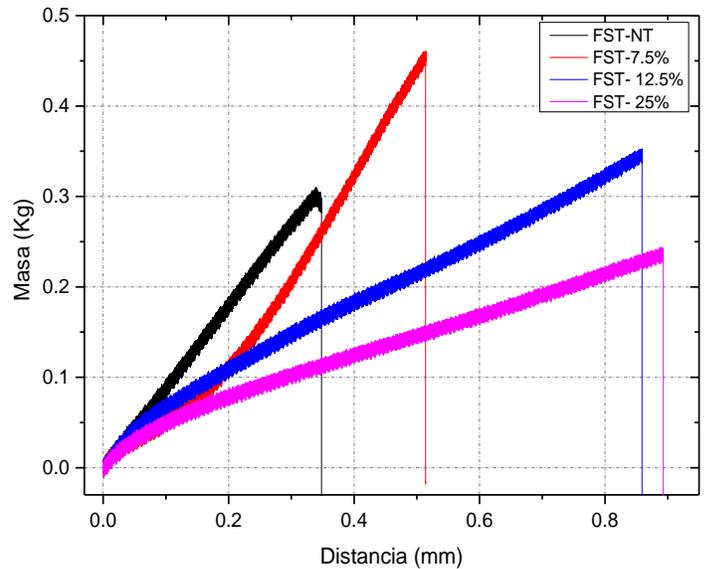


Fig.4. Masas y distancia del ensayo de tracción de fibras seleccionadas. Fibras *Sansevieria Trifasciata* (FST). Ningún tratamiento (NT); 7.5% NaOH; 12.5% NaOH y 25% NaOH.

De la misma forma, [30], determina variaciones de los componentes de celulosa, hemicelulosa y lignina en un rango de $(4000 \text{ a } 500) \text{ cm}^{-1}$, mediante la técnica de FTIR, en su caso, las variación de los principales componentes químicos de fibras se reportó en los números de onda 3340 cm^{-1} , 1750 cm^{-1} , 1525 cm^{-1} ; para los datos reportados en la Fig. N°6 podemos evidenciar la variación del porcentaje de celulosa de las fibras tratadas alcalinamente a comparación de las fibras no tratadas en 3340 cm^{-1} , variación de hemicelulosa (2890 cm^{-1} y 1710 cm^{-1}), variación del porcentaje de lignina (1530 cm^{-1} y 1430 cm^{-1}); modificación de celulosa cristalina (1320 cm^{-1}), reducción de la cantidad total de los polisacáridos (1030 cm^{-1}).

Los datos FTIR para las muestra de fibras evaluadas están relacionados a las variaciones de los porcentajes de los componentes lignocelulósicos de las fibras reportados en la Tabla IV, así se verifica la variación de lignina, celulosa y hemicelulosa de las fibras tratadas respecto a las no tratadas, de igual forma estas variaciones reportadas en FTIR permiten relacionar la variación de las propiedades mecánicas en tracción de fibras únicas, pues estas están asociadas también a las variaciones de los porcentajes de los compoontees lignocelulósicos de las fibras evaluadas.

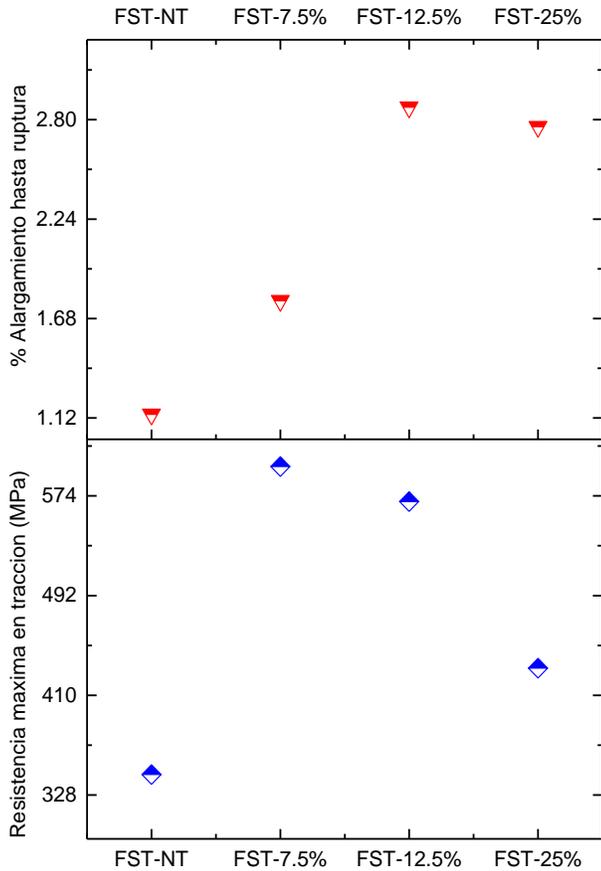


Fig. 5. Valores promedio de resistencia máxima a tracción y % de alargamiento hasta ruptura de fibras. Fibras *Sansevieria Trifasciata* (FST). Ningún tratamiento (NT); 7.5% NaOH; 12.5% NaOH y 25% NaOH

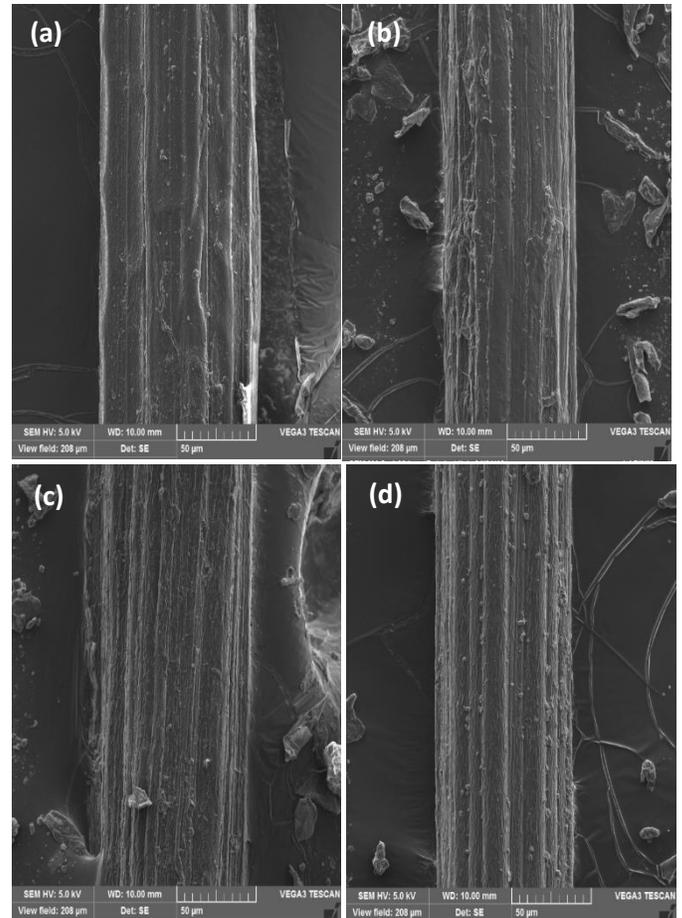


Fig. 7. Microscopía SEM de fibras. (a) Ningún tratamiento (NT); (b) 7.5% NaOH; (c) 12.5% NaOH y (d) 25% NaOH. (5kV-1kX)

E. Microscopía SEM de fibras

La Fig. 7, muestra los cambios topográficos de las fibras no tratadas así como de las fibras tratadas, de ellas se evidencia el incremento de la rugosidad superficial de las fibras tratadas en función del incremento del porcentaje de NaOH utilizado en el tratamiento alcalino, esto se debe a la modificación de la composición química de las fibras a causa del tratamiento mencionado y que fue verificado en la Tabla IV y corroborado en la Fig. 6 antes descrita; el incremento de la rugosidad a causa de los tratamientos alcalinos también se reportó en [31], [32], [33], este incremento de rugosidad, podría generar la mejora de la transferencia de carga cuando estas fibras se utilicen como refuerzos, además como se reporta en la Tabla IV, el contenido de humedad inicial de fibras se reduce a medida que se incrementa el porcentaje de NaOH utilizado, tendencia esperada de las fibras en tratamientos alcalinos, esta tendencia significa la disminución de la naturaleza hidrofílica de las fibras vegetales debido al tratamiento alcalino de las mismas, los

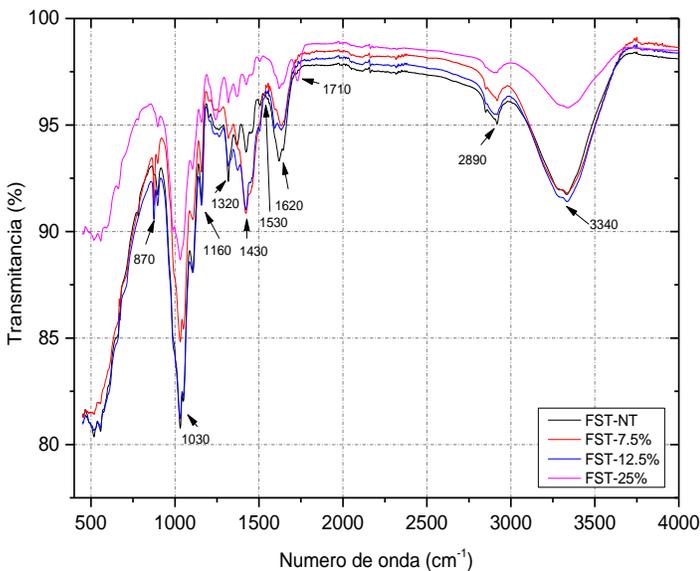


Fig.6. Curvas FTIR para muestra de fibras. Fibras *Sansevieria Trifasciata* (FST). Ningún tratamiento (NT); 7.5% NaOH; 12.5% NaOH y 25% NaOH

denominados extractivos (ceras y grasas), también muestran la tendencia a disminuir, lo cual promueve junto a la variación de los otros compuestos químicos de las fibras el incremento de la rugosidad superficial de las fibras evaluadas; en este sentido [34], [35], [36], [37], [38] reportan tendencias similares respecto a las variaciones de los porcentajes de los compuestos lignocelulósicos, extractivos y contenido de humedad; finalmente los cambios de la rugosidad son dependientes de las variables del proceso alcalino, pudiéndose de esta forma incrementar o disminuir esta. La Fig. 9 evidencia también la tendencia de las variaciones de los componentes lignocelulósicos de las fibras evaluadas, en este caso en la evaluación térmica. Además en [38], evidencia la misma tendencia respecto a los cambios de sección transversal, evaluación FTIR y topografía superficial SEM.

F. Análisis Termogravimétrico de fibras

La Fig. 8 muestra los datos TGA de las fibras tratadas alcalinamente y no tratadas, de la comparación de estas se observa un comportamiento frente a la temperatura similar (formas de curvas y cambios de pendientes), mientras que en la Fig. 9(a) se muestran los datos de las temperaturas de inicio y final de degradación, la temperatura media de degradación (50% de masa), para ello se aplicó el método de la tangente, el método incluye el trazado de una línea tangente sobre la zona de caída brusca de masa, esta línea se intercepta con líneas paralelas (inicio y final de la zona de caída brusca de masa), así en este caso se determinó que la temperatura de inicio de degradación es de 280°C, la temperatura final de degradación es de 423°C para muestras de fibras sin tratamiento; la Fig. 9(b) compara las temperaturas de inicio y final de degradación de fibras no tratadas y fibras tratadas, se mantuvo para efectos de la comparación el valor de la pendiente en la zona de caída brusca de masa, las líneas de determinación de las temperatura de degradación en este caso están en forma discontinua, en este caso la temperatura de inicio de degradación se incrementó a 288°C, el de final a 434°C en el mayor de los casos; en las mismas figuras, se ha determinado la temperatura de degradación media, en el caso (a) 350°C y en el caso (b) 356°C, en el mayor de los casos, de los datos obtenidos en ambas graficas es evidente que las modificaciones de las temperaturas de degradación en este caso son pocas, debido a las pequeñas modificaciones de la composición química inicial de las fibras; sin embargo las pequeñas variaciones mencionadas generaron modificaciones en las formas de curvas obtenidas. La Tabla V resume las variaciones de las temperaturas de degradación de las fibras evaluadas, de ellos se demostró la tendencia de degradación controlada que los tratamientos alcalinos producen, este proceso de degradación se da de forma gradual según la estabilidad de los componentes químicos de fibras mencionadas, pero no necesariamente de forma consecutiva, para el caso del proceso de degradación térmico, no termina

de degradar una y en forma simultanea se puede estar dando la degradación de otra, lo que sí es claro es que los componentes de menor peso molecular, los de menor grado de orden (zonas amorfas), son los primeros en degradarse térmicamente, en ese sentido se espera el inicio de la degradación de las denominadas ceras y grasas de la superficie de fibras, la hemicelulosa (menor a 300°C) y en forma paralela la lignina (desde 200°C) y la celulosa (desde 360°C), de esta forma el tratamiento alcalino eliminó los compuestos de bajo peso molecular de las fibras, esta eliminación hace que las temperaturas de degradación evaluadas se incrementen, pues los que inicialmente deberían iniciar la degradación térmica fueron removidos por el tratamiento alcalino, aunque en el caso las modificaciones de las temperaturas de inicio y final de degradación se incrementen en pocos grados; la misma tendencia se reporta en la temperatura de degradación media de las fibras, en este caso la diferencia fue de 6°C en la mayor de los casos; las diferencias mayores se reportaron a porcentajes de NaOH del 25% p/v.

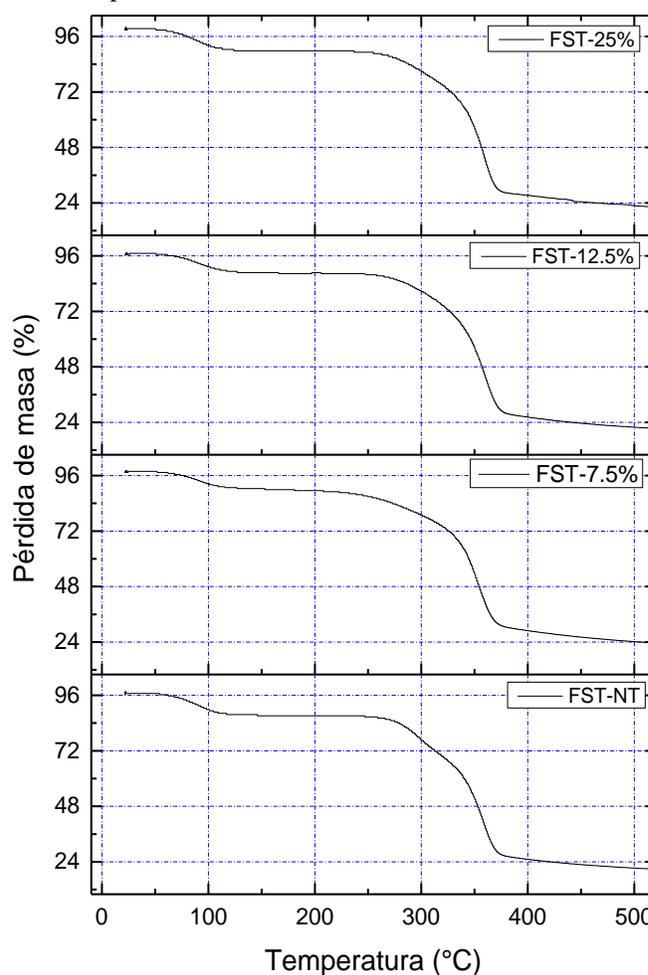


Fig. 8. Datos de análisis térmico (TGA) obtenidos para las muestras de fibras sometidas a tratamiento alcalino. Fibras *Sansevieria Trifasciata* (FST). Ningún tratamiento (NT); 7.5% NaOH; 12.5% NaOH y 25% NaOH.

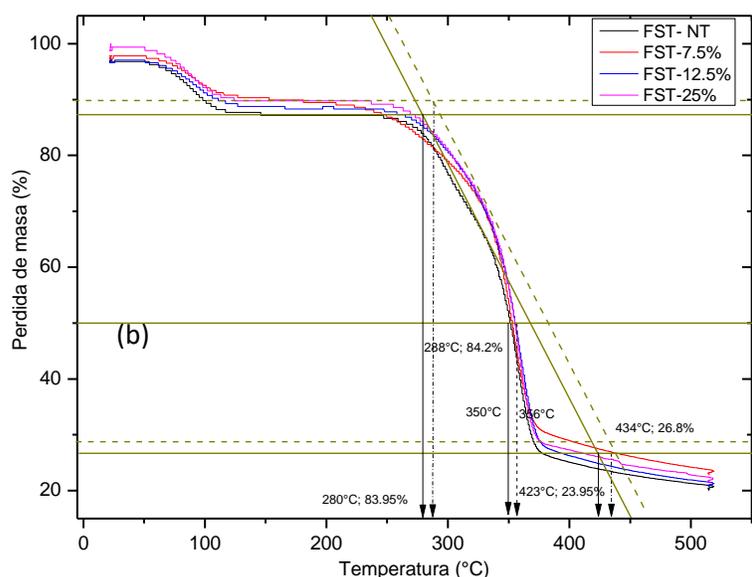
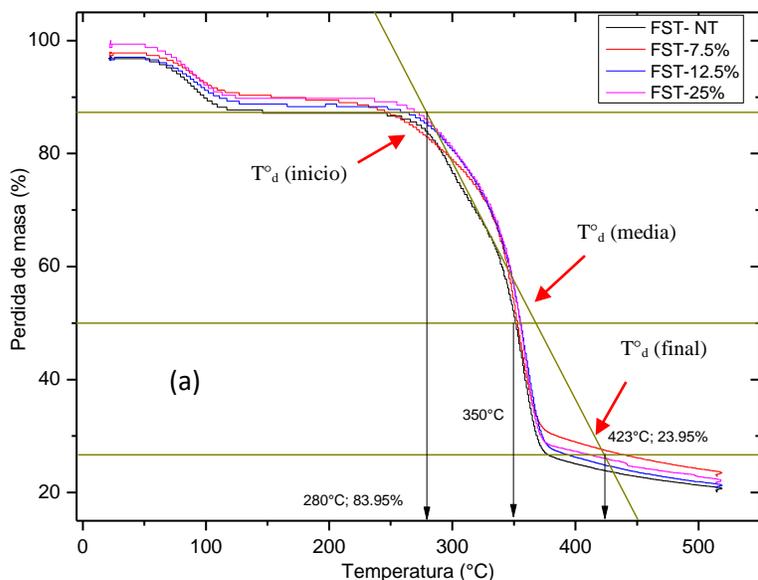


Fig. N° 9. Datos de temperatura de inicio y final de degradación, temperatura media de degradación (50% pérdida de masa) de fibras tratadas y no tratadas. (a) Fibras sin tratamiento; (b) Fibras tratadas.

TABLA V.
TEMPERATURAS DE DEGRADACIÓN DE FIBRAS

	T_i	T_f degradación	T^o media
	degradación		degradación
FST - NT	280°C	423°C	350°C
FST -25% NaOH	288°C	434°C	356°C
% diferencia	2.86	2.60	1.71

G. Conclusiones

El incremento NaOH en las concentraciones utilizadas; disminuyó el porcentajes de lignina de 21.52% (FST-NT) a 16.62% (FST-25% NaOH), disminuyó el porcentaje de hemicelulosa de 15.01% (FST-NT) a 11.38% (FST-25% NaOH); incrementó el porcentaje de celulosa de 55.20% (FST-NT) a 59.32% (FST-25% NaOH); de igual forma, incremento los valores de resistencia a la tracción de fibras individuales, de 344.89 MPa (FST-NT) a 598 MPa (FST-7.5 % NaOH); 569 MPa (FST- 12.5% NaOH) y 432 MPa (FST-25% NaOH); además, incremento los valores temperatura de inicio, final y media de degradación de las fibras; de 280°C (FST-NT) a 288°C (FST-25% NaOH); de 423°C (FST-NT) a 434°C (FST-25% NaOH); de 350°C (FST-NT) a 356°C (FST-25% NaOH); respectivamente; sin embargo, disminuyó los valores de los porcentaje de humedad de las fibras obtenidas de 10.20% (FST-NT) hasta 5.54% (FST-25% NaOH); además disminuyó el tamaño de la sección transversal e incremento la rugosidad superficial de las fibras obtenidas a partir de las hojas de la especie *Sansevieria Trifasciata*.

AGRADECIMIENTOS

Al Laboratorio de ensayos multifuncionales, facultad de farmacia de la Universidad Nacional de Trujillo por facilitar el análisis FT-IR.

REFERENCIAS

- [1] Luyt, A., & Makhatha, M. (2005). Composites of low density polyethylene and short sisal fibres: The effect of wax addition and peroxide treatment on thermal properties. *Thermochimica Acta*. 426. 101-107. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2004.07.010>.
- [2] Pothan, L., Sabu, T. (2003). Polarity parameters and dynamic mechanical behaviour of chemically modified banana fiber reinforced polyester composites. *Composites Science and Technology*. 63, 1231-1240. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00092-7](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00092-7).
- [3] Sreekala, M., Kumaran, M., Reethamma J., Sabu, T. (2001). Stress-relaxation behaviour in composites based on short oil-palm fibres and phenol formaldehyde resin. *Composites Science and Technology - Composites Sci Technol*. 61. 1175-1188.
- [4] Herrera-Franco, P., Valadez, A. (2004). Mechanical properties of continuous natural fibre-reinforced polymer composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 35. 339-345.
- [5] Annamalai, P., Singh, R., Sarwade, B.(2005). Degradability of composites, prepared from ethylene-propylene copolymer and jute fiber under accelerated aging and biotic environments. *Materials Chemistry and Physics*. 92. 458-469.
- [6] Espert, A., Vilaplana, F., Karlsson, S. (2004). Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties. *Composites Part A-applied Science and Manufacturing* - 35. 1267-1276. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2004.04.004>.
- [7] Dittenber, D., Hota, G. (2012). Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 43. 1419-1429.
- [8] Araujo, J., Waldman, W. y De Paoli, M. (2008). Thermal properties of high density polyethylene composites with natural fibres: Coupling agent effect. *Polymer Degradation and Stability - Polym Degrad Stabil*. 93. 1770-1775.
- [9] Shih, Y-F. (2007). Mechanical and thermal properties of waste water bamboo husk fiber reinforced epoxy composites. *Materials Science*

- and Engineering A-structural Materials Properties Microstructure and Processing - Mater Sci Eng A-Struct Mater. 445. 289-295.
- [10] Albuquerque, A., Joseph, K., Carvalho, L., y Almeida, J. (2000). Effect of wettability and ageing conditions on the physical and mechanical properties of uniaxially oriented jute-roving-reinforced polyester composites. *Composites Science and Technology*, Vol. 60, No. 6, 833-844. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(99\)00188-8](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(99)00188-8).
- [11] Fink, H.P., Walenta, E., Kunze, J., y Mann, G. (1995). Wide angle X-ray and solid state ¹³C-NMR studies of cellulose alkalization.
- [12] John, M., Thomas, S. (2008). Biofibres and Biocomposites. *Carbohydrate Polymers*. 71.
- [13] Wong, K., Yousif, B., y Low, K. (2010). The effects of alkali treatment on the interfacial adhesion of bamboo fibres. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications*. 224. 139-148.
- [14] Methacanon, P., Weerawatsophon, U., Sumransin, N., Prahsarn, C., y Bergado, D. (2010). Properties and potential application of the selected natural fibers as limited life geotextiles. *Carbohydrate Polymers*. 82. 1090-1096. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.06.036>.
- [15] Manfredi, L., Rodriguez, E., Wladyka-Przybylak, M. y Vázquez, A. (2006). Thermal degradation and fire resistance of unsaturated polyester, modified acrylic resins and their composites with natural fibres. *Polymer Degradation and Stability*. 91. 255-261. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2005.05.003>.
- [16] De la Cuesta J.; Montoya U., Betancourt S. y Álvarez C. (2011). Efecto de la temperatura de procesado sobre las propiedades mecánicas de tableros aglomerados sin resina sintética. *Prospect*. 9(2): 75-80.
- [17] Chen, H., Mião, M. y Ding, X. (2009). Influence of moisture absorption on the interfacial strength of bamboo/vinyl ester composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 40. 2013-2019. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.09.003>.
- [18] Summerscales, J., Dissanayake, N. y Virk, A. (2010). A review of bast fibres and their composites. Part I-Fibres as reinforcements. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 41. 1329-1335. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.06.001>.
- [19] Dhakal, H., Zhang, Z. y Richardson, M. (2007). Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites Science and Technology*. 67. 1674-1683. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.06.019>.
- [20] Khedari, J., Watsanasathaporn, P. y Hirunlabh, J. (2005). Development of fibre-based soil-cement block with low thermal conductivity. *Cement and Concrete Composites*. 27. 111-116. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.02.042>.
- [21] Suardana, N., Ku, M. y Lim, J. (2011). Effects of diammonium phosphate on the flammability and mechanical properties of bio-composites. *Materials & Design*. 32. 1990-1999. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.11.069>.
- [22] Shanmugasundaram, N., Rajendran, I., Ramkumar, T. (2018). Characterization of untreated and alkali treated new cellulosic fiber from an Areca palm leaf stalk as potential reinforcement in polymer composites. *Carbohydrate Polymers*. 195. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.04.127>
- [23] Qadeer, D., Abdeldjalil, Adnan A., Sadia K., Jun W., Mehdi D., Wanan C., Wenbin L. (2018). The influence of different chemical treatments on the hemp fiber/polybenzoxazine based green composites: Mechanical, thermal and water absorption properties. *Materials Chemistry and Physics*. 217. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2018.06.040>.
- [24] Ridzuan, M., Abdul, M., Afendi, M., Kanafiah, M., Zahri, J., & Gibson, A. (2016). Characterisation of natural cellulosic fibre from Pennisetum purpureum stem as potential reinforcement of polymer composites. *Materials & Design*. 89. 839-847. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.10.052>.
- [25] Sreenivasan, V., Ravindran, D., Manikandan, V., y Narayanasamy, R. (2012). Influence of fibre treatments on mechanical properties of short *Sansevieria cylindrica*/polyester composites. *Materials y Design*, Vol (37), 111–121. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.01.004>.
- [26] Yousif, B., Ku, H. (2012). Suitability of using coir fiber/polymeric composite for the design of liquid storage tanks. *Materials and Design*. 36. 847-853. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.01.063>.
- [27] Wang, W., Sain, M. y Cooper, P. (2005). Hygrothermal weathering of rice hull/HDPE composites under extreme climatic conditions. *Polymer Degradation and Stability*. 90. 540-545. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2005.03.014>.
- [28] Goda, K., Sreekala, M., Gomes, A., Kaji, T., y Ohgi, J. (2006). Improvement of plant based natural fibers for toughening green composites—Effect of load application during mercerization of ramie fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 37. 2213-2220. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.12.014>.
- [29] Smith, B. (1999). Infrared spectral interpretation. A systematic Approach. CRC Press, U.S.A., pp. Vol 73, N.2, 118-125.
- [30] Balaji, A. y Nagarajan, K. (2017). Characterization of alkali treated and untreated new cellulosic fiber from Saharan aloe vera cactus leaves. *Carbohydrate Polymers*. 174. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.06.065>.
- [31] Orue, A., Jauregi, A., Unsuain, U., Labidi, J., Eceiza, A., y Arbelaz, A. (2016). The effect of alkaline and silane treatments on mechanical properties and breakage of sisal fibers and poly(lactic acid)/sisal fiber composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 84. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.01.021>.
- [32] Asumani, O., Reid, R. y Paskaramoorthy, R. (2012). The effects of alkali-silane treatment on the tensile and flexural properties of short fibre non-woven kenaf reinforced polypropylene composites. *Composites Part A Applied Science and Manufacturing*. 43. 1431-1440. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.04.007>.
- [33] Vega, A. (2019). Caracterización mecánica, física-química de fibra *Sansevieria Trifasciata*, como posible refuerzo en un compuesto de matriz poliéster. Tesis Doctoral. Universidad Nacional de Trujillo. Trujillo - Peru.
- [34] Shanmugasundaram, N., Rajendran, I., Ramkumar, T. (2018). Characterization of untreated and alkali treated new cellulosic fiber from an Areca palm leaf stalk as potential reinforcement in polymer composites. *Carbohydrate Polymers*. 195. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.04.127>.
- [35] Qadeer, D., Abdeldjalil, Adnan A., Sadia K., Jun W., Mehdi D., Wanan C., Wenbin L. (2018). The influence of different chemical treatments on the hemp fiber/polybenzoxazine based green composites: Mechanical, thermal and water absorption properties. *Materials Chemistry and Physics*. 217. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2018.06.040>.
- [36] Ornaghi, H., De Oliveira, Á., Poletto, M., Zattiera, A., y Campos, S. (2016). Chemical composition, tensile properties and structural characterization of buriti fiber. *Cellulose Chemistry and Technology*. 50. 15-22.
- [37] Xie, Y., Hill, C., Xiao, Z., Militz, H., Mai, C. (2010). Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review. *Composites: Part A: Applied Science and Manufacturing*. 41. 806-819. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.03.005>.
- [38] Epiquien, M., Lavado, K., Lindsay, M., Lescano, L., Sánchez-González, J., Linares, G., Chávez D., Vega, A., (2020). Compuestos de poliéster reforzados con fibra de *Mauritia flexuosa* tratada con álcali: Energía de impacto, composición química y topografía superficial. 18th LACCEI International Multi-Conference for Engineering, Education, and Technology: "Engineering, Integration, and Alliances for a Sustainable Development" July 27-31, 2020, Virtual Edition. <https://doi.org/10.18687/laccei2020.1.1.516>.