

Mauritia Flexuosa: Evaluación de agente de acople y porcentaje de refuerzo sobre energía de impacto y composición química en compuestos de matriz poliéster

William Flores Ramos¹, Claudia Saavedra Garate¹, Meliza Lindsay Rojas, Dr.², Leslie Lescano, MSc.³, Guillermo Linares, Dr.³, Danny Chávez Novoa, MSc⁴, Alexander Vega Anticona, Dr^{4,*}.

¹Escuela de Ingeniería de Materiales, Universidad Nacional de Trujillo, Perú, wflores@unitru.edu.pe, csaavedra@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, 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 tratamiento alcalino (NaOH 0.5 M) y posterior tratamiento con agente de acople a diversas concentraciones (1, 2 y 3) % (v/v); además de diferentes porcentajes en peso de fibras en los niveles de (25, 30 y 35)%; esto, sobre la energía de impacto por unidad de área de los compuestos de resina poliéster Anypol 100 y fibras obtenidas de la especie *Mauritia Flexuosa*; el agente de acople utilizado fue N-(2a-aminoetilo)-3-aminopropiltrimetoxisilano. Las placas de compuestos se obtuvieron por moldeo a compresión (presión constante en todos los casos de 24 MPa). El proceso de moldeo permitió la obtención de placas de 130 mm x 80 mm x 3.4 mm; de estas se obtuvieron las muestras para el ensayo de impacto, las dimensiones de las muestras se tomaron de la norma EN ISO 179-1. Para efectos de comparación se realizó ensayo de impacto en muestras equivalentes a las mencionadas, pero sin los tratamientos químicos mencionados además de ensayos del mismo tipo para la matriz poliéster sin refuerzo. El ensayo de impacto realizado en todos los casos fue de tipo Charpy; luego del ensayo se registró y evaluó las zonas de fractura de las muestras ensayadas mediante microscopia óptica, a fin de determinar el efecto tanto de los tratamientos químicos como del porcentaje en peso de las fibras utilizadas, de esta evaluación, se evidencia que el mayor efecto sobre la energía de impacto por unidad de área lo presenta la variable porcentaje en peso de fibras, es decir los tratamientos químicos realizados no generaron mayor efecto en los valores de energía de impacto registrados. Los máximos valores de energía de impacto por unidad de área se obtuvo para los porcentajes en peso de 35% con fibras no tratadas (50.78 KJ/m²- FST) y con fibras tratadas al 2% de agente de acople (51.49 KJ/m²- FS2), estos datos ponen de manifiesto que si bien la adherencia fibra matriz mejora por efecto del agente de acople, no necesariamente la energía de impacto también mejora; además, de los ensayos de impacto mencionados, y con fines de comparación para las fibras se realizó la cuantificación de los principales compuestos químicos de estas, tanto en la condición de fibras tratadas y no tratadas, de este análisis químico, se evidencia la disminución del porcentaje de humedad (se reduce la hidrofiliadad inicial de las fibras), porcentaje de lignina, pero el incremento del

porcentaje de celulosa de las mismas, también el proceso de caracterización de fibras se incluyó el uso de microscopia electrónica de barrido (SEM) y espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR) a fin de evaluar los cambios superficiales de fibras y de la composición química de las mismas, se pudo relacionar la tendencia del análisis químico con las curvas FT-IR obtenidas, esto mediante la identificación de grupos funcionales; las curvas FT-IR permitieron además evaluar la presencia del agente de acople sobre la superficie de las fibras. La microscopia SEM demostró el incremento de la rugosidad superficial de las fibras sometidas a los tratamientos mencionados.

Palabras clave: *Mauritia flexuosa*, agente de acople, energía de impacto.

I. INTRODUCCIÓN

A la fecha, los compuestos con fibras naturales vienen ganando campo en la ciencia e ingeniería de los materiales, ello debido a la necesidad de desarrollar materiales respetuosos con el medio ambiente y con potencial reemplazo parcial o total de fibras sintéticas, estas últimas actualmente se utilizan como refuerzos en los compuestos que se comercializan en diferentes mercados; entre las ventajas de los compuestos con fibras naturales se consideran: altos valores de propiedades específicas (resistencia y módulo), bajo costo, baja densidad y reciclabilidad, de esta forma los compuestos reforzados con fibras naturales podrían tener la posibilidad de uso como refuerzos en reemplazo de forma parcial por lo menos de sus similares sintéticos [1]. A pesar de las ventajas mencionadas, la incompatibilidad entre las fibras naturales y algunas matrices por la naturaleza hidrofílica de estas, conduce a una baja adherencia entre matriz y refuerzo, dificultando las posibilidades de transferencia de carga; la causa principal de esta incompatibilidad es la presencia del grupo hidroxilo y otros grupos polares en las fibras naturales que los hace hidrofílicos

Digital Object Identifier (DOI):

<http://dx.doi.org/10.18687/LACCEI2021.1.1.74>

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

[2]; la hidrofiliidad de las fibras es equivalente a alta absorción de humedad, que es la principal causa de la débil adhesión con las matrices hidrofóbicas y esto a su vez genera compuestos con baja adherencia fibra-matriz, con posibilidades de fenómenos como hinchamiento y/o delaminación [2], [3]. Entre las formas de disminuir la hidrofiliidad de las fibras mencionadas, están los tratamientos químicos superficiales, como los alcalinos, además estos tratamientos pueden generar enlaces químicos en la interface de los compuestos mediante el uso de agentes de acople, aunque no es un estándar de tratamiento químico para fibras lignocelulósicas, se suele utilizar tratamiento alcalino seguido del agente de acople [4].

Las fibras vegetales o denominadas lignocelulósicas, contienen celulosa, hemicelulosa, lignina, pectinas, ceras y otras sustancias solubles; la celulosa es de mayor interés desde el punto de vista de desempeño mecánico, la lignina cumple una función cementante; la celulosa es resistente a la hidrólisis, álcalis fuertes y agentes oxidantes, pero en cierta medida es degradable cuando se expone a tratamientos químicos prolongados; las hemicelulosas son polisacáridos de bajo peso molecular que funcionan como matriz entre las microfibrillas de celulosa, es hidrofílica y puede hidrolizarse fácilmente en ácidos y bases diluidas; la lignina es un complejo polímero de hidrocarburos que proporciona rigidez a la planta y ayuda al transporte de agua, es hidrofóbica, resiste la hidrólisis ácida y el ataque de la mayoría de los microorganismos, es soluble en álcali caliente [4], [5]. Los agentes de acople tipo silano tienen estructuras bifuncionales y pueden crear puentes químicos entre las fibras y las matrices [6], [7]. Las estructuras bifuncionales de los silanos se pueden utilizar en compuestos reforzados con fibra vegetales, el uso de esto sugiere que las reacciones químicas entre la fibra y el agente de acoplamiento de silano conducen a incrementar la adherencia en la interface de los compuestos y por ende las propiedades dependientes de esta [8], [9].

La fracción en volumen de fibra o cantidad de fibras, influye en la capacidad de absorción de humedad y desempeño de los compuestos; así compuestos sisal/cemento, mostraron que la contracción por secado aumenta con presencia de fibras, pero sus propiedades en flexión mejoraron [10]. Así mismo para un compuesto de PLA-PBS y fibras de bambú la resistencia en tracción, disminuyó a medida que aumento el contenido de humedad del mismo, ello debido a la alta hidrofiliidad de las fibras utilizadas [11]. La degradación de las propiedades mecánicas de los compuestos de fibra de cáñamo / HDPE, aumentó con el aumento en el porcentaje de absorción de humedad; además, los valores del coeficiente de difusión aumentan constantemente con el incremento en la fracción de volumen de fibra debido a mayor contenido de celulosa [12].

Entre trabajos que evaluaron agentes de acople tenemos [13], quienes a las fibras de *Sansevieria cilíndrica* (SCF) las

sometieron a tratamientos químicos en: peróxido de benzoilo, hidróxido de sodio, permanganato de potasio y ácido esteárico, concluyen que resistencia al impacto de los compuestos a partir de las SCF tratadas se incrementan (resistencia al impacto entre 23.41 KJ/m² y 10 KJ/m²), esto debido a la mejora de adherencia entre fibra y matriz, a su vez debido al incremento de la rugosidad superficial de las fibras, propias de las descomposiciones controladas de las fibras vegetales; además se dio la disminución de la naturaleza hidrofílica de las fibras, producto del intercambio iónico entre fibras y tratamientos de superficie; así mismo en [9] evaluaron diferentes tratamientos (alcalino, silanización, acetilación, benzoilación, agentes de acoplamiento de tipo maleico, permanganato, peróxido, isocianato, ácido esteárico, clorito de sodio), concluyen que los tratamientos pueden llegar a mejorar el comportamiento de las fibras en términos de resistencia mecánica y estabilidad dimensional de los compuestos resultantes en comparación con una muestra original no tratadas, ello debido a la mejora de acople matriz/refuerzo, menor capacidad de absorción de agua, existiendo la posibilidad de disminución de la rigidez de las fibras, por modificación química de las fibras (disminución de lignina). En [14], concluyen que la incorporación de fibra de plátano en un plástico, produce los efectos que se esperan de cualquier sistema de uso de refuerzos, en este caso se evidencia el aumento de resistencia a la tracción y una mayor resistencia al impacto, con 30 % en peso de fibra, el incremento porcentual en peso de fibras, sería un factor de mayor relevancia que los tratamientos químicos, pues determinarían la forma de fractura de los compuestos obtenidos; comportamientos equivalentes son reportados en [15], [16], [17].

La presente investigación ha utilizado las fibras obtenidas del cogollo de la palma de aguaje (*Mauritia flexuosa*), esta palma se encuentra distribuida desde la cuenca amazónica hasta la isla de Trinidad (Trinidad y Tobago), llega a ocupar 5000 hectáreas de la amazonia peruana, debido a ello es un producto muy aprovechado por el poblador nacional, su fruto es fuente de alimentación, mientras que las fibras obtenidas se utilizan para la fabricación textil, las hojas se aprovechan en viviendas y la parte maderable de la palma como fuente de energía, sin embargo es poco lo que se conoce del potencial de uso de sus fibras en aplicaciones como refuerzos en compuestos y como fibra única [18]; de esta forma se realizó la evaluación de un agente de acople y el porcentaje en peso de estas fibras, sobre la energía de impacto en compuestos de matriz poliéster.

II. MATERIALES Y MÉTODOS

A. Diseño de Investigación.

Se realizó un diseño experimental tipo bifactorial con tres niveles de estudio y tres repeticiones en cada caso; las variables y sus correspondientes niveles se muestran en la

Tabla I, de forma adicional, se evaluaron 12 muestras más, 3 de matriz poliéster sin refuerzos y 9 muestras de compuesto sin agente de acople, lo que hace un total de 39 muestras para ensayo de impacto.

TABLA I.
NIVELES DE VARIABLES DE ESTUDIO.

VARIABLES INDEPENDIENTE	NIVELES DE ESTUDIO
A. Agente de acople (v/v)	1,2,3
B. Masa de fibra (% peso)	25, 30, 35

B. Procedimiento Experimental.

a) Extracción de fibra de la especie *Mauritia Flexuosa*:

Para la extracción de las fibras se utilizaron los cogollos de la especie, estos fueron recolectados de la provincia de Moyobamba, departamento de San Martín en Perú; los cogollos fueron cortados en láminas de forma longitudinal y de estos, mediante presión con elementos cortantes se logró obtener las fibras mencionadas, las fibras fueron secadas a la intemperie por 5 días; pasado este tiempo, las fibras se cortaron a aproximadamente 10 cm, separándose en paquetes de 150 gramos, estas luego fueron lavadas en una mezcla de agua y alcohol (1:1 v/v) por espacio de 30 minutos a 80°C.

b) *Proceso de silanización de fibras*: Previo al proceso de silanización de las fibras, estas pasaron por un proceso alcalino, se utilizó en este caso NaOH, 0.5 M, 30 minutos de inmersión, 50 g/l de solución por fibras, neutralización con ácido acético al 5% (v/v), secado en estufa (80°C/12 horas); una vez terminado esta etapa se procedió al proceso de silanización, para ello se utilizó el N-(2a-aminoetilo)-3-aminopropiltrietoxisilano (agente de acople tipo silano). Para la obtención de la solución de silanización se realizó las mezclas del agente de acople tipo silano mencionado y etanol (95%) en las relaciones en volúmenes mencionados en la Tabla N°I, con adiciones de ácido acético se mantuvo el pH en 7, la inmersión de fibras se realizó durante 5 horas; 50g/l, es la razón de fibras y solución para silanización, las fibras luego fueron calentadas en estufa a 60°C/1hora.

c) *Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)*: Para este registro fotográfico, las fibras se deshidrataron, se recubrieron de una capa de oro (plasma); el equipo utilizado fue un microscopio electrónico de barrido (FEI, Quanta 650, USA) operado a alto vacío y un voltaje de aceleración de 30 kV con magnificaciones variables.

d) *Composición química de la fibra*: Todas las fibras utilizadas en los ensayos fueron caracterizadas químicamente (fibras tratadas y no tratadas), el proceso fue el siguiente:

d.1 Porcentaje de Humedad: El porcentaje de humedad se determinó mediante la secuencia experimental descrito en

Standard Method for Determination of Total Solids in Biomass [19], en todos los casos los porcentajes se obtienen por diferencia de peso del paso anterior o del peso inicial de las muestras, la secuencia empieza pesando 2 gramos de fibras, las cuales son deshidratadas a 105°C, una estufa (MEMMERT, Alemania) hasta peso constante.

d.2 Determinación de Extractivos: Según el Standard Method for the Determination of Extractives in Biomass se utilizó, pesados 2 gramos de cada muestra de fibras, en el equipo Soxhlet se utilizó como sustancia extractiva al etanol (95%), el proceso duro 24 horas; el extractivo se cambió 5 veces, terminado esta etapa se procedió al secado de fibras en estufa (105°C/12 horas) y desecador.

d.3 Determinación de Holocelulosa: Del paso anterior (d.2), utilizamos un gramo de fibras, a estas se le agrego agua destilada (60°C/80mL) y 0.5 mL de ácido acético glacial (CH₃COOH), la mezcla fue agitada; luego se adicione un gramo de clorito de sodio (NaClO₂), la mezcla se colocó en baño maría (70°C/1hora), finalmente se adicione 0.5 mL de ácido acético y 1 g de clorito de sodio, esta última etapa se repite hasta que las muestras tienen color claro, terminada esta etapa la mezcla es filtrada y lavada en alcohol (90%), luego se procedió a secar en estufa (50°C/6horas)

d.4 Determinación de Celulosa: Según el Standard Method for Determination of Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp, se utilizó 0.3 g de muestras del paso anterior (d.3), a estas se adicione 20 mL de NaOH (17.5% p/v), la mezcla se colocó en baño maría a temperatura ambiente por 0.5 horas, se adicione 20 mL de agua destilada, se agitó y se dejó reposar por 0.5 horas; la pulpa obtenida fue filtrada, luego se procedió a determinar alfa, beta y gamma celulosa, de la siguiente forma:

d.5 Alfa Celulosa: Se utilizó 0.25 mL del filtrado de pulpa del paso descrito en d.4; se agregó 1 mL de K₂Cr₂O₇ (0.5 N) y 5 mL de H₂SO₄cc agitando lentamente; dejamos en reposo por 0.25 horas, se agregó 2.25 mL de agua destilada; luego se agregó 4 gotas de ferroína (indicador) y se tituló con ácido sulfúrico ferroso (0.1 N) hasta conseguir un viraje de color de verde a rojo, se registró el volumen de gasto; el cálculo del porcentaje se realizó una valoración en blanco, sustituyendo el filtrado de pulpa con 1.25 mL de NaOH y 1.25 mL de agua destilada.

d.6 Beta y Gamma Celulosa (Hemicelulosa): Al restante del filtrado de pulpa se le agrego 9 mL de H₂SO₄ (3N), se mezcló y colocó en baño maría (80°C) hasta coagular, se centrifugó por 10 minutos a 40 rpm; luego se utilizó 0.5 mL del sobrenadante y se agregó 1 mL de K₂Cr₂O₇ (0.5 N) y 9 mL de H₂SO₄cc; dejamos reposar por 15 min, se agregó 2.25 mL de agua destilada; se dejó reposar para luego agregar 4 gotas de ferroína (indicador), esto con la finalidad de titular con ácido sulfúrico ferrosos (0.1 N) hasta lograr el mismo cambio de color del paso anterior, se reportó el volumen de

gasto. Para los cálculos se realizó una prueba en blanco sustituyendo la solución con 1.25 mL de NaOH (17.5% p/v), 1.25 mL de agua destilada y 2.5 mL de H₂SO₄ (3N).

d.7 *Determinación de Lignina*: Se utilizó el Standard Method for Determination of Acid-Insoluble Lignin in Biomass, el procedimiento se realizó de la siguiente forma: [20]

d.8 *Lignina Klason*: Se utilizó 5 g de muestra sin extractivos; se adiciono H₂SO₄ al 72% (por cada 100 mg se adicionó 1 mL de ácido sulfúrico); la mezcla obtenida se agito hasta verificar la disolución total, se adiciono a continuación 84 mL de agua destilada. Luego paso a la autoclave a 120 ° C por 60 minutos, se filtró y el filtrado fue utilizado para el cálculo de la lignina soluble; el residuo fue utilizado para cálculo de la lignina insoluble.

d.9 *Lignina Soluble*: Se preparó un patrón de comparación (blanco), colocando 10mL de H₂SO₄ al 72% y 10mL de agua destilada agitando la solución; la muestra se llevó a evaluación con el espectrofotómetro teniendo en cuenta las comparaciones con las muestras obtenidas en el paso anterior.

d.10 *Lignina Insoluble*: El residuo sólido mencionado en d.5.1 se secó a 105°C por 2 horas, se llevó a peso constante; luego se calcinó la muestra en una mufla hasta obtener peso constante.

e) *Espectroscopia de transmisión infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)*: Para evaluación FTIR se utilizó el espectrofotómetro modelo IR Spectrum Two (PerkinElmer, USA); el barrido correspondiente se realizó tanto a muestras de fibras tratadas y no tratadas, el software del equipo genera, almacena y grafica como % transmitancia vs número de onda (cm⁻¹).

f) *Conformado de placas del compuesto de resina poliéster y fibras de Mauritia Flexuosa*: Para la matriz se utilizó resina poliéster Anypol 100, para la etapa de curado d esta, se utilizaron 350 g de monoestireno; 10 g de octoato de cobalto (6%) y 25 cc de peróxido de M.E.K por kilo de resina; la proporción mencionada fue obtenida por ensayo y error, se utilizó como criterio de selección de proporciones, el mayor valor del ensayo de impacto de la resina sin refuerzo a modo Charpy. Para las obtención de las placas de compuesto se utilizó un molde de acero (ASTM A36), las medidas internas de este fue 130 mm x 80 mm x 3.4 mm, el proceso de moldeo fue de compresión, la presión del proceso de mantuvo constante en todos los casos; el cálculo de los porcentajes en masa de refuerzo se realizó por diferencia de masas y los datos de densidades tanto de la matriz como el del refuerzo utilizado (la variación entre estos datos y los planificados no supero el 5% en todos los casos); las fibras se alinearon a lo largo de la cavidad del molde utilizado.

g) *Moldeo por compresión*: El moldeo por compresión se realizó mediante equipo de compresión de la marca TecnoTest – E60 (Italia); la presión de conformado fue de 24 MPa, el desmolde se realizó después de 12 horas de prensado, pasado ese tiempo, las muestras se dejaron terminar de curar por 72 horas más a temperatura ambiente, luego las placas fueron inspeccionadas a fin de determinar el tipo y cantidad de defectos de manufactura, de esta manera y mediante criterio de poros máximos, se seleccionaron las placas a utilizar en los ensayos por impacto.

h) *Muestras y ensayo de impacto (EN ISO 179-01)*: Las dimensiones de las muestras a ensayar se muestran en la Tabla II, tanto para las muestras no reforzadas (matriz poliéster) y muestras reforzadas (compuestos), estas medidas se obtuvieron de la norma EN ISO 179-01. La Fig.1, muestra algunas de las placas de los compuestos obtenidos y de las muestras para el ensayo de impacto.

TABLA II:
DIMENSIONES DE PROBETAS PARA ENSAYO CHARPY (NORMA ISO 179 – 01) [21].

Muestra	Largo (mm) l	Ancho (mm) b	Espesor (mm) h	Spam (mm) L
Plásticos no reforzados	80 ± 0.20	10 ± 0.20	4 ± 0.20	62 ± 0.20
Plásticos reforzados	25h	10 o 15	3	20h

i) *Ensayo de impacto Charpy*: Las muestras preparadas se ensayaron en un péndulo de impacto a modo Charpy (TERCO, Suecia.) con una carga máxima de 15 J. y escala de 0.1 J. La resistencia al impacto Charpy, a_{cN} , se determinó según la ecuación (2) en (kJ/m²), a esta se la definió como energía de absorción de energía por unidad de sección de las muestras. Dónde: h: espesor de la probeta (mm); b: ancho de la probeta (mm); E_c: energía absorbida en la rotura (J).

$$a_{cN} = \frac{E_B}{hb} \times 10^3 \quad (2)$$



Fig. 1 (a) Placas de compuestos obtenidos, (b) muestras de probetas para ensayo de impacto (EN ISO 179-01).

III. RESULTADOS Y DISCUSION

A. Energía de Impacto

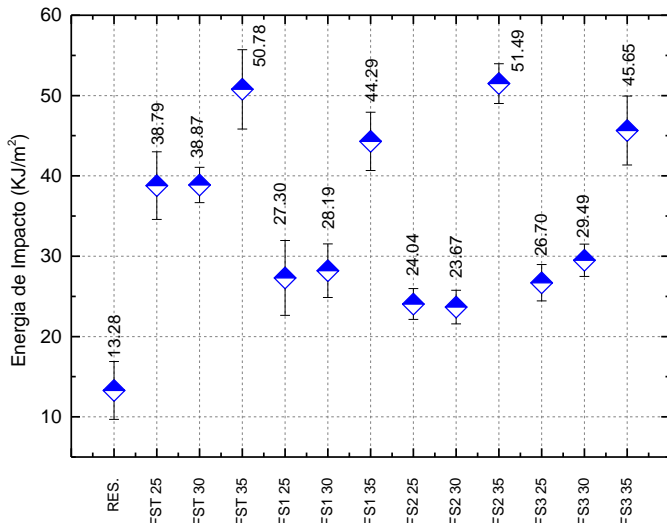


Fig. 2 Energía de impacto promedios de matriz (RES.); compuestos con fibras sin tratamiento (FST); compuestos con fibras tratadas (FSX) a diversos porcentajes en peso de fibras (25%, 30% y 35%) y diferentes concentraciones de agente de acople (1%, 2% y 3%).

La Fig. 2 muestra los datos promedio de energía de impacto por unidad de área de los compuestos obtenidos de resina poliéster y fibras de la palma *Mauritia Flexuosa* (aguaje) a los diferentes porcentajes en peso de fibras (25,30,35) y tratadas con diversas concentraciones de agente de acople N-(2-aminoetilo)-3-aminopropiltrimetoxisilano, (1,2,3); de estos datos se observa que la energía de impacto por unidad de área de los compuestos obtenidos es superior a la energía de impacto de la matriz de resina poliéster sin refuerzo (13.28 KJ/m²); de igual forma, los valores de energía de impacto de los compuestos con fibras no tratadas son similares a sus homólogos tratados con el agente de acople mencionado (35% peso de fibras), estos valores son: 50.78 KJ/m² - FST, 44.29 KJ/m²- FS1, 51.49 KJ/m²-FS2, 45.65 KJ/m²-FS3; además se evidencia que los valores de energía de impacto por unidad de área en los porcentajes en peso de 25% y 30%, son cercanos numéricamente, en este caso: (38.79, 38.87) KJ/m²-FST; (27.30, 28.19) KJ/m²-FS1; (24.04, 23.67) KJ/m²-FS2; (26.70, 29.49) KJ/m²-FS3; mientras que los valores de energía de impacto para los porcentajes de 35% son distantes respecto a los primeros (25%, 30%), pero similares en este porcentaje como se mencionó en líneas anteriores; ello independiente del porcentaje de agente de acople utilizado, esta última diferencia pone de manifiesto que el efecto del porcentaje de refuerzo es superior al del agente de acople en lo que respecta a la energía de impacto por unidad de área, como se evidencia en la Fig. 2; los mayores valores de energía de impacto por unidad de área reportados corresponden a los compuestos reforzados con 35% en peso de fibra, siendo el mayor valor el de los

compuestos de fibras con agente de acople al 2% (FS2-51.49 KJ/m²), este promedio es ligeramente superior al promedio de los compuestos sin tratamiento de fibras (FST-50.78 KJ/m²); ambos con el mismo porcentaje en peso de fibras. De los datos es evidente el efecto de mejora de la capacidad de absorción de energía por unidad de área, cuando se utilizan fibras como refuerzos, sin embargo, el efecto del agente de acople es poco significativo para las condiciones de los ensayos desarrollados en la presente investigación; tendencia que podría ser diferente si las condiciones de los tratamientos químicos de superficie cambian o el tipo de caracterización mecánica es diferente. En [3], se concluye que el uso de agentes de acople tipo silano, mejoran la adherencia refuerzo matriz; disminuye la hidrofiliidad de las fibras lignocelulósicas, ello debido al reemplazo de los grupos hidroxilo, formando grupos no polares; a pesar de esto, demostró que el tratamiento tuvo baja influencia en la energía de impacto del compuesto estudiado, mostrando el efecto mayor del porcentaje en peso del refuerzo; tendencia similar reportada en la Fig. 2; de este modo la mejora de adherencia en la interface del compuesto no es equivalente al incremento de la energía de impacto del mismo. Por otro lado para [22], el comportamiento a la fractura de los compuestos es dependiente de los materiales que los forman y de las propiedades de la interface entre ellos, esta tiene la capacidad de interferir de forma significativa en la energía necesaria para el fallo y los modos de los mismos, el fallo puede ocurrir por combinación de algunos de estos modos: delaminación, grietas de matriz y rotura de fibras; además se asume que la delaminación y grietas de matriz están asociados a las propiedades de la matriz, mientras que la rotura de fibras, depende de las propiedades de las mismas; por lo que comprender este fenómeno generaría menores susceptibilidades a la aplicación de cargas súbitas; teniendo en cuenta que los resultados de energía de impacto son también dependientes de la energía del impactador. La Fig. 3 muestra algunos ejemplos de formas de fallo de los compuestos ensayados por impacto a modo Charpy de la presente investigación, de estas se puede decir, que si bien no es simple distinguir por separado los modos de fallo mencionados, sin embargo es claro el cambio del modo a causa de los incrementos de fibras y del efecto del agente de acople, así por ejemplo en los casos (a) y (b), se evidencia el cambio de forma de fallo debido al uso del agente de acople; para los casos (c) y (d), se evidencia el efecto del incremento del porcentaje de refuerzo; mientras que (e) y (f), se visualizan fallos de compuestos con equivalentes porcentajes de refuerzos, pero con y sin agente de acople. Además de lo mencionado se debe de señalar que (b) y (c), son la misma muestra, pero a diferente de las demás muestras, estas rompieron por completo luego del ensayo, mientras los otros casos se evidencia fibras que aún tienen unida las muestras ensayadas, por lo que la energía de impacto por unidad de área de estas últimas es superior a los casos de fractura completa, esta diferencia se aprecia también con el efecto del

incremento del porcentaje en peso, tendencia mostrada en los datos promedio de la Fig. 2; de esto modo podemos afirmar que los mayores valores de energía de impacto se obtuvo en los casos de fractura incompleta y que en estos casos la energía de impacto permitió el avance de grietas en la dirección perpendicular a la del impacto, modo de fallo denominado delaminación, mientras que en los casos que ocurrió la fractura completa, y como se aprecia en (b), ocurre de forma predominante la fractura de la matriz y de las fibras. Similares tendencias de modos de fallos se reportan en [1], [4].

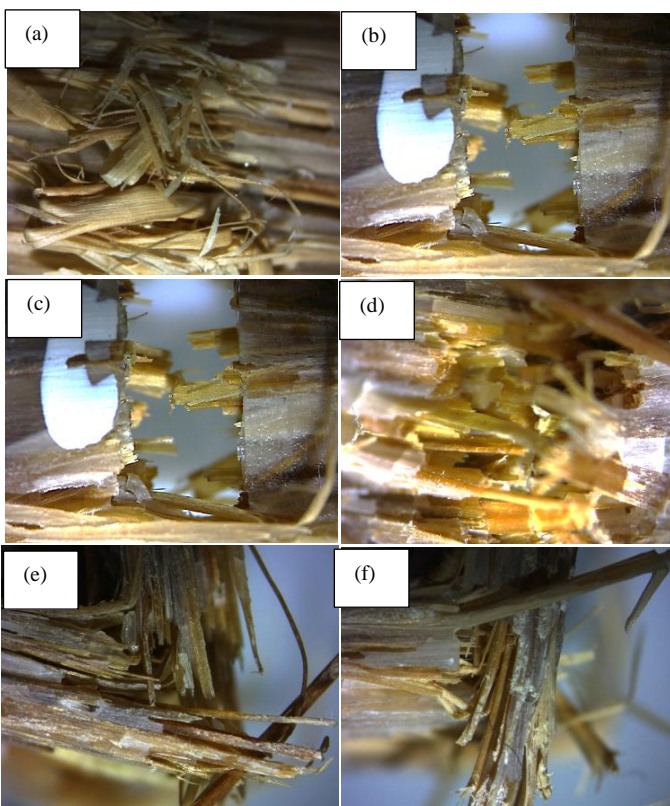


Fig. 3 Modos de fallo por impacto. (a) FST-25%; (b) FS3-25%; (c) FS3-25%; (d) FS3-35%. (e) FST-35%. (f) FS2-35%. FST= fibras sin tratamiento; FSX= fibras tratadas; (25, 30,35), porcentaje de fibras; (2,3), concentración de agente de acople.

B. Composición química de fibras

La Tabla III muestra los porcentajes de los principales compuestos químicos de las muestras de fibras sin tratamiento (FST) y fibras tratadas con agente de acople a diversas concentraciones (FSX); de la tabla mencionada podemos mencionar que los porcentajes de humedad de las fibras disminuye con el tratamiento químico aplicado en este caso de 8.80% hasta 3.79% en el mejor de los casos; similar tendencia se reportó para el caso de las grasas y lignina; para el caso de la celulosa la tendencia es a incrementar en la condiciones descritas.

Tabla III.
COMPOSICION QUIMICA DE FIBRAS

	% Hum.	% Grasas	% Lign.	% Holocel.	% Cel	% Hemicel.
FST	8.80	21.5	24.19	54.31	51.81	2.50
FS1	5.51	10.5	19.87	69.63	64.11	5.52
FS2	3.79	11.1	20.55	68.45	66.17	2.28
FS3	4.66	14.2	16.82	69.18	66.75	2.43

FST= fibras sin tratamiento; FS1= fibras tratadas 1% v/v agente de acople; FS2= fibras tratadas 2% v/v agente de acople FS3= fibras tratadas 3% v/v agente de acople.

Las variaciones de los compuestos químicos de las fibras se debería en este caso, al efecto combinado de los tratamientos químicos aplicados sobre las fibras, estos se describieron en la sección II y fueron: tratamiento alcalino y agente de acople tipo silano; estos tienen la capacidad de disminuir la hidrofiliadad de las fibras (ambos); disolución selectiva controlada de compuestos químicos de fibras (tratamiento alcalino) y formación de enlaces primario entre matriz y refuerzo (agente de acople); además en [24], afirman que los tratamientos químicos aplicados a fibras lignocelulósicas pueden ocasionar debilitamiento o daño a las mismas, en especial los tratamientos alcalinos, pues son procesos de degradación controlada; por lo que el control de las variables de estos procesos es de suma importancia en las propiedades obtenidas en el uso de estos refuerzos, sin embargo esto procesos son de interés por la mejora de adherencia, pero esto no sería indicativo de mejora en el comportamiento a impacto; según [25], a altos niveles de adhesión, el modo de falla es quebradizo. La tendencia de las variaciones de los compuestos químicos que aquí se ha reportado, son similares a los reportados en [1], [4], [26], [27],

C. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

La Fig. 4 muestra la topografía superficial de fibras (a) no tratadas, (b) tratadas (tratamiento alcalino más agente de acople al 1%) y (c) tratadas (tratamiento alcalino más agente de acople al 3%); la superficie de la fibra no tratada muestra ceras y grasas en superficie (c,g), se evidencia mayor distancia entre los surcos superficiales (ds), impurezas (i); mientras que las superficies de la fibra tratadas, estas o no se observan o se observan en menor grado, además la distancia (ds) es visiblemente menor, corroborando la tendencia esperada del el efecto de variación de composición química reportado en la Tabla III y del arreglo estructural interno de las fibras; para [28] los residuos cerosos y la humedad superficial de las fibras reduce la adherencia necesaria entre refuerzo y matriz, dando por resultado la disminución de adherencia entre ellos, además para [22] la alta rugosidad en la superficie de las fibras tratadas, proporcionan mayor número de puntos de anclaje generando así una mayor adherencia refuerzo - matriz; por lo tanto, la modificación en la topografía superficial de la fibra mediante los tratamientos influye en las propiedades mecánicas tanto de la fibra, como

en la del compuesto que los utiliza como refuerzo; de esta forma se demuestra la mejora de la adherencia fibra matriz en el caso de la presente investigación, esto es, por aumento de la rugosidad superficial, siendo esta la causa de los cambios de modo de fallo presentados en la Fig. 3 y correlacionados con los datos de la Fig. 2, tendencia similar de cambio superficial se reporta en [1], [4]. Sin embargo no necesariamente la mejora de adherencia mejoro los valores de energía de impacto de las muestras ensayadas.

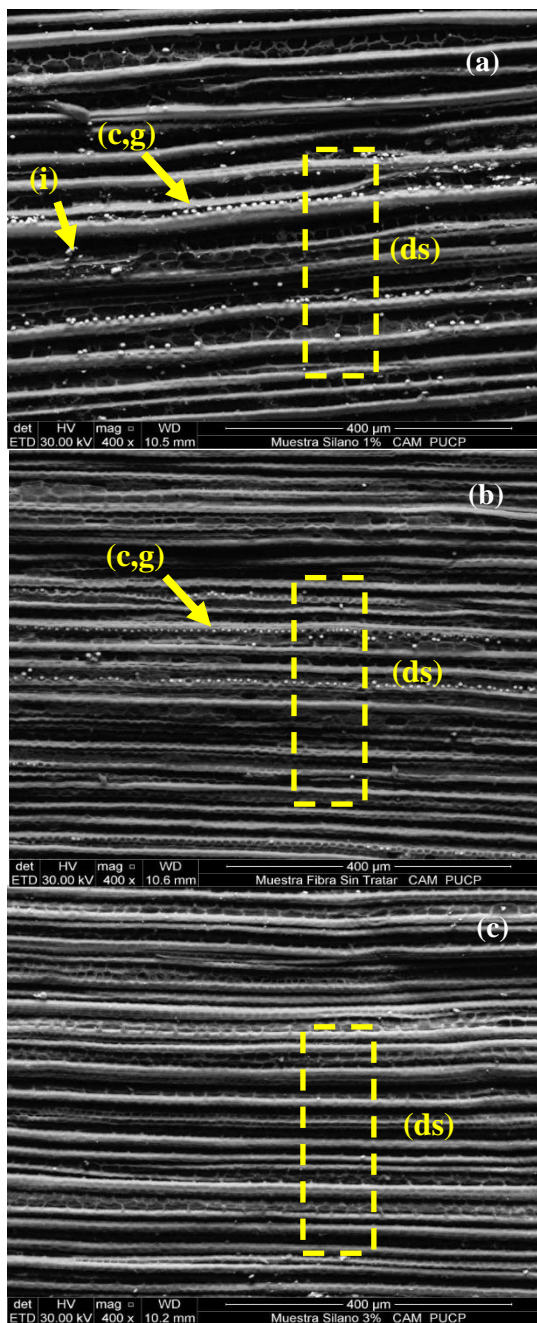


Fig. 4. Microscopia SEM de superficie de fibras. (a) FST; (b) FS1; (c) FS3. FST= fibras sin tratamiento; FS1= fibras tratadas 1% agente de acople; FS3= fibras tratadas 3% agente de acople.

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

En la Fig. 5, se muestra los espectros FT-IR de las fibras tratadas y no tratadas; para el caso de las fibra no tratadas, se obtuvo un pico al número de onda de 3345 cm^{-1} , el cual corresponde a la vibración de OH^- de la celulosa; los picos 2918 cm^{-1} y 2850 cm^{-1} corresponden a la vibración de estiramiento del grupo CH_2 de celulosa y hemicelulosa respectivamente; los picos en los números de onda 1734 cm^{-1} y 1635 cm^{-1} , estas asociados al estiramiento de C=O , que son grupos funcionales aldehído de las hemicelulosa. Para los casos de las fibras tratadas (agente de acople tipo silano), se evidencia picos en números de onda similares, pero de diferente porcentaje de transmitancia, así tenemos para el caso de fibras tratadas al 1% v/v de agente de acople picos a 3336 cm^{-1} , 2917 cm^{-1} , 2950 cm^{-1} , 1734 cm^{-1} , y 1605 cm^{-1} ; mientras que en el caso de las fibras tratadas al 3% con agente de acople tenemos picos a 3331 cm^{-1} , 2918 cm^{-1} , y 2850 cm^{-1} , 1734 cm^{-1} , 1593 cm^{-1} ; para el caso del pico en el número de onda de 1462 cm^{-1} , este se asociada a la vibración del grupo funcional de tipo aromático y de la lignina, estos números de ondas son verificados y comparados con [29]. Similar tendencia de modificaciones de número de onda se reportan en [1], [4], [27]; de esta forma se verifica la tendencia de modificación química presentada en la Tabla III.

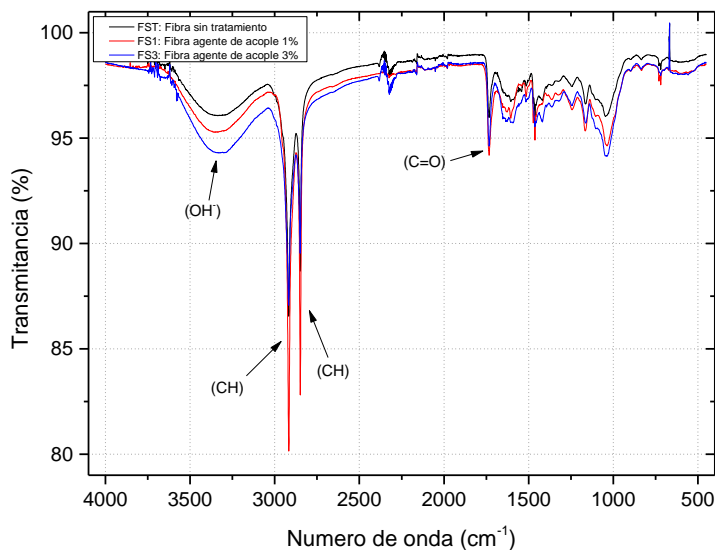


Fig. 5 Curvas FTIR para muestras de fibras. Comparación de FST, FS1 y FS3; FST= fibras sin tratamiento; FS1= fibras tratadas 1% v/v agente de acople FS3= fibras tratadas 3% v/v agente de acople

Por otro lado en la Fig. 6, se señalan cuatro números de onda, los cuales según [16], los números de onda de 1517 cm^{-1} y 1459 cm^{-1} , corresponderían a la vibración de los grupos NH_2 unidos a los grupos OH^- de la superficie de la fibra [24], lo que indica que el agente de acople tipo silano se ha injertado con éxito en la superficie de la misma; además el número de onda de 1194 cm^{-1} se asigna a las vibraciones de

Si-O-celulosa, lo que indica que el silano pre-hidrolizado ha reaccionado con los grupos hidroxilo en la superficie de la fibra, finalmente el número de onda a 1145 cm^{-1} , es causado por las vibraciones del grupo Si-O-Si, lo que indica que el silano pre-hidrolizado se ha autocondensado generando el polímero denominado siloxano, de esta forma se demuestra que varias reacciones tienen lugar entre los agentes de acople de silano y de la superficie de la fibra lignocelulósicas.

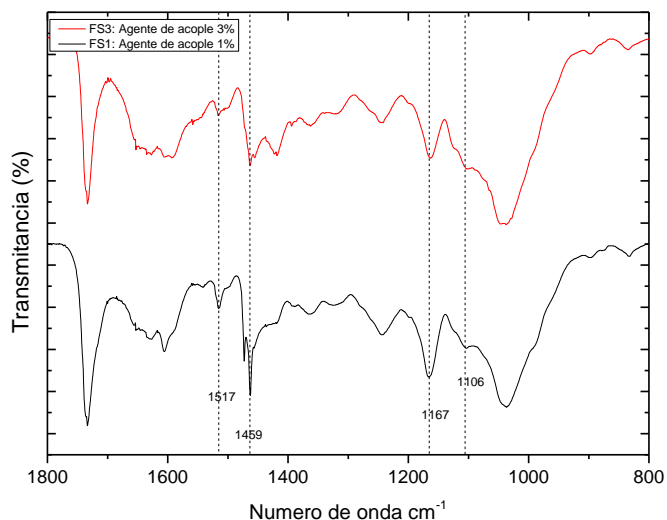


Fig. 6 Curvas FTIR para muestras de fibras. Comparación FS1 y FS3. FST= fibras sin tratamiento; FS1= fibras tratadas 1% v/v agente de acople FS3= fibras tratadas 3% v/v agente de acople

IV. CONCLUSIONES

De los resultados del ensayo de impacto realizados a los compuestos de matriz poliéster y fibras de *Mauritia Flexuosa* (Fig. 2), podemos concluir que el uso de las fibras mencionadas incrementa los valores de energía de impacto por unidad de área; el valor de energía de impacto de la matriz (resina poliéster sin refuerzo), incremento de 13.28 KJ/m^2 , hasta 51.49 KJ/m^2 , para los compuesto con fibras tratadas con N-(2a-aminoetilo)-3-aminopropiltrimetoxisilano, como agente de acople, al 2% (FS2); los valores de energía de impacto por unidad de área de 25% y 30% en peso de fibras, son similares por en todos los niveles evaluados (38.79 , 38.87) KJ/m^2 -FST; (27.30 , 28.19) KJ/m^2 -FS1; (24.04 , 23.67) KJ/m^2 -FS2; (26.70 , 29.49) KJ/m^2 -FS3; lo cual indica el poco efecto del agente de acople en este caso; mientras que los valores de energía de impacto para 35% en peso de fibras, son superiores a todos los demás casos, además los máximos valores de energía de impacto se obtuvo para los porcentajes de 35% con fibras no tratadas (50.78 KJ/m^2 - FST) y con fibras tratadas al 2% de agente de acople (51.49 KJ/m^2 - FS2); estos dos casos indican el alto efecto del porcentaje en peso fibras para los ensayos de impacto; por otro lado según lo observado en Fig. 3(a) y Fig. 3(b), se evidencia el cambio de forma de fallo debido al uso del agente de acople (menor desprendimiento y rupturas de fibras); en Fig. 3(c) y Fig. 3(d),

se evidencia el efecto del incremento del porcentaje de refuerzo; mientras que Fig. 3(e) y Fig. 3(f), se aprecia un modo de fallo similar, siendo la diferencia entra las muestras el uso del agente de acople a igual porcentaje en peso de fibras (35%), por lo que el incremento del porcentaje en peso de fibras promueve fracturas en dirección paralela de fibras, es decir por capas (delaminación); mientras que en los otros porcentajes de fibras utilizados se generó fracturas perpendiculares a las fibras (ruptura completa de muestras).

Los tratamientos químicos realizados a las fibras de *Mauritia Flexuosa*, estos son tratamiento alcalino y agente de acople N-(2a-aminoetilo)-3-aminopropiltrimetoxisilano, generaron cambios en la composición química inicial de las, así el porcentaje de humedad disminuyó de 8.80% hasta 3.79%, lo cual indica la reducción de la hidrofiliadad inicial de las fibras, similar tendencia se reportó para las grasas superficiales en este caso el valor disminuyó de 21.5% hasta 10.5%, lo cual aumenta la rugosidad superficial de las fibras (esto se evidencia con los registros SEM – Fig.4); finalmente la tendencia de lignina es similar en este caso disminuyó de 24.19% a 16.82%, por el contrario la cantidad de celulosa presente en fibras incremento de 51.81% a 66.75%, estos cambios se ocasionaron en especial por el tratamiento alcalino previo al uso del agente de acople; todos estos cambios fueron contrastados por las curvas de FTIR a que las muestras fueron sometidas (Fig. 5(a), Fig. 5(b)); de esta última figura de aprecia la presencia del agente de acople en la superficie de las fibras [1517 - 1106] cm^{-1} .

AGRADECIMIENTOS

Al departamento de caracterización de materiales de la Pontificia Universidad Católica del Perú por facilitar el uso del SEM, y al laboratorio de ensayos multifuncionales, facultad de farmacia de la Universidad Nacional de Trujillo por facilitar el análisis FT-IR.

REFERENCIAS

- [1] 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 - Perú.
- [2] 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. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.11.019>.
- [3] 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. <https://doi.org/10.1016/j.polyimdegradstab.2008.07.021>
- [4] 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>.
- [5] John, M., Thomas, S. (2008). Biofibres and Biocomposites. *Carbohydrate Polymers*. 71. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2007.05.040>.
- [6] Orue, Ander & Jauregi, A. & Unsuain, U. & Labidi, Jalel & Eceiza, Arantxa & Arbelaz, Aitor. (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. 10.1016/j.compositesa.2016.01.021.
- [7] Agrawal, Richa & Saxena, N. & Sharma, K.B & Thomas, Seemon & Sreekala, M.S. (2000). Activation energy and crystallization kinetics of untreated and treated oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites. *Materials Science and Engineering: A*. 277. 77-82. 10.1016/S0921-5093(99)00556-0.
- [8] Van de Weyenberg, Isabel & Ivens, Jan & Coster, A. & Kino, B. & Baetens, Elke & Verpoest, I. (2003). Influence of processing and chemical treatment of flax fibres on their composites. *Composites Science and Technology*. 63. 1241-1246. 10.1016/S0266-3538(03)00093-9.
- [9] Kabir, M.M. & Wang, Hao & Lau, Kin tak & Cardona, Francisco. (2012). Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview. *Composites Part B: Engineering*. 43. 2883-2892. 10.1016/j.compositesb.2012.04.053.
- [10] Silva, Flávio & Toledo Filho, Romildo & Melo Filho, J. & Fairbairn, Eduardo. (2010). Physical and mechanical properties of durable sisal fiber cement composites. *Construction and Building Materials*. 24. 10.1016/j.conbuildmat.2009.10.030.
- [11] Lee, Seung Hwan & Wang, Siqun. (2006). Biodegradable Polymers/Bamboo Fiber Biocomposite With Bio-Based Coupling Agent. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 37. 80-91. 10.1016/j.compositesa.2005.04.015.
- [12] B., Prajwal & V, Giridharan & K, Vamshi & Rather, Muzamil & Mohan, C. (2019). Sisal Fibre Reinforced Polypropylene Bio-Composites for Inherent Applications. *SSRN Electronic Journal*. 10.2139/ssrn.3510051.
- [13] Sreenivasan, V.S. & Durairaj, Ravindran & Vairavan, Manikandan & Narayanasamy, Ramaswamy. (2012). Influence of fibre treatments on mechanical properties of short *Sansevieria cylindrica*/polyester composites. *Materials & Design*. 37. 111-121. 10.1016/j.matdes.2012.01.004.
- [14] Balzer, Palova & Vicente, Lawrence & Briesemeister, Ricardo & Becker, Daniela & Soldi, Valdir & Rodolfo Jr, Antonio & Feltran, Murilo. (2007). Estudo das propriedades mecânicas de um composto de PVC modificado com fibras de bananeira. *Polímeros*. 17. 1-4. 10.1590/S0104-14282007000100004.
- [15] Suharty, Neng & Ismail, Hanafi & Diharjo, Kuncoro & Handayani, Desi & Firdaus, Maulidan. (2016). Effect of Kenaf Fiber as a Reinforcement on the Tensile, Flexural Strength and Impact Toughness Properties of Recycled Polypropylene/Halloysite Composites. *Procedia Chemistry*. 19. 253-258. 10.1016/j.proche.2016.03.102.
- [16] Zhou, Feng & Cheng, Guangxu & Jiang, Bo. (2014). Effect of silane treatment on microstructure of sisal fibers. *Applied Surface Science*. 292. 10.1016/j.apsusc.2013.12.054.
- [17] Hashim, mohd yussni & Roslan, MOHD NAZRUL & Mohd Amin, Azrizul & Zaidi, A.M.A. & Ariffin, S.. (2012). Mercerization treatment parameter effect on natural fibre reinforced polymer matrix composite: A brief review. *World Academy of Science, Engineering and Technology*. 68. 1638-1644.
- [18] Trujillo-Gonzalez, J.& Santana-Castañeda, E. & Torres-Mora, M. (2011). La palma de Moriche (*Mauritia flexuosa* Lf); un ecosistema estratégico. *Revista Orinoquia*. 15. 62-70. 10.22579/20112629.43.
- [19] Ehrman, T. (1994). "Standard method for determination of total solids in biomass," *Chemical Analysis and Testing Task, Laboratory Analytical Procedure*, vol. 242.
- [20] Templeton, D. & Ehrman, T. (1995). "NREL chemical analysis and testing task—laboratory analytical procedure LAP-003," *Determination of Acid-Insoluble Lignin in Biomass*.
- [21] ISO. (2010). "179-1: 2010. Plastics—Determination of Charpy Impact Properties, Part 1: Non-Instrumented Impact Test," *International Organization for Standardization*: Geneva, Switzerland.
- [22] Santos, R. & Araujo de Souza, A. & De Paoli, M. & Leite, C. (2010). Cardanol-formaldehyde thermoset composites reinforced with buriti fibers: Preparation and characterization. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 41. 1123-1129. 10.1016/j.compositesa.2010.04.010.
- [23] Pérez, M. & Gil, Ll. & Oller, S. (2012). Evaluación del daño por impacto en laminados de material compuesto mediante la respuesta dinámica. *Universitat Politècnica de Catalunya*. Barcelona. España.
- [24] Li, Xue & Tabil, Lope & Panigrahi, Satyanarayan. (2007). Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review. *Journal of Polymers and the Environment*. 15. 25-33. 10.1007/s10924-006-0042-3.
- [25] Mallick, P. (2007). *Fiber-Reinforced Composites: Materials, Manufacturing, And Design*. 10.1201/9781420005981.
- [26] Ormaghi, H. & Moraes, A. & Poletto, M. & Zattera, A. & Amico, S. (2016). Chemical composition, tensile properties and structural characterization of buriti fiber. *Cellulose Chemistry and Technology*. 50. 15-22.
- [27] Balaji, A. & Nagarajan, K.. (2017). Characterization of alkali treated and untreated new cellulosic fiber from Saharan aloe vera cactus leaves. *Carbohydrate Polymers*. 174. 10.1016/j.carbpol.2017.06.065.
- [28] Sinha, A. & Narang, H. & Bhattacharya, S.. (2017). Effect of Alkali Treatment on Surface Morphology of Abaca Fibre. *Materials Today: Proceedings*. 4. 8993-8996. 10.1016/j.matpr.2017.07.251.
- [29] Smith, B. (1999). *Infrared spectral interpretation. . A systematic Approach*. CRC Press, U.S.A., pp. Vol 73, N.2, 118-125.