

Estudio de las propiedades a tensión de un material biocompuesto reforzado con haces de fibras cortas de bambú

Study of the tensile properties of a biocomposite material reinforced with bamboo short fiber bundles

Eudi Blanco^{1a}, Jorge Fajardo², Edwain Carrasquero³, Caribay Urbina⁴, José Balbino León^{1b}

¹Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales, Facultad de Ingeniería, Universidad Central de Venezuela. Correos electrónicos: ^a eudiblanc@gmail.com, ^b jbleons@gmail.com

²Grupo de Investigación en Nuevos Materiales y Transformación, Universidad Politécnica Salesiana, Ecuador. Correo electrónico: jfajardo@ups.edu.ec

³Grupo de Investigación en Caracterización, Procesamiento y Protección de Materiales, Facultad de Ciencias de la Ingeniería, Universidad Estatal de Milagro, Ecuador. Correo electrónico: carrasqe@gmail.com

⁴Centro de Microscopia Electrónica Dr. Mitsuo Ogura, Facultad de Ciencias, Universidad Central de Venezuela. Correo electrónico: caribayurbina@gmail.com

Recibido: 9 noviembre, 2019. Aceptado: 23 marzo, 2020. Versión final: 1 junio, 2020.

Resumen

En la presente investigación se determinaron las propiedades mecánicas a tracción del material biocompuesto de polipropileno (PP) isotáctico reforzado con haces de fibras cortas de bambú orientadas al azar. Se prepararon muestras del material con diferentes contenidos de refuerzo (20, 30 y 40%), empleando como agente de acople el polipropileno con injertos de moléculas de anhídrido maleico (MAPP). Un grupo de estas muestras fueron sometidas a un tratamiento de envejecimiento térmico acelerado para evaluar el efecto de dicho tratamiento sobre las propiedades a tensión del biocompuesto. Se realizaron ensayos de tracción a diferentes velocidades de deformación (10 y 50 mm/min) y se obtuvo un aumento de la resistencia a la tracción (de 29 a 45 MPa) y del módulo de elasticidad (de 1 a 3 GPa) del PP con el contenido de fibras. Para diferentes velocidades de estiramiento, se obtuvo una mejor resistencia a altas velocidades. El envejecimiento térmico durante 24 horas a 100 °C aumentó la resistencia del PP puro. Para los biocompuestos, se obtuvo una baja resistencia en las muestras envejecidas en mayor tiempo (98 °C, 10 días). A través de la microscopia electrónica de barrido se realizó una caracterización microestructural que permitió explicar el mejoramiento de la resistencia del PP reforzado con fibras, y en algunos casos, la pérdida de resistencia debido al tratamiento térmico.

Palabras clave: bambú; biocompuesto; fibras; polipropileno; tracción; elasticidad; envejecimiento térmico; velocidad de deformación.

Abstract

In the present investigation, the tensile mechanical properties of the isotactic polypropylene (PP) biocomposite material reinforced with randomly oriented short bamboo fiber bundles were determined. Samples of the material with different reinforcement contents (20, 30 and 40%) were prepared, using polypropylene with grafts of maleic anhydride molecules (MAPP) as coupling agent. A group of these samples were subjected to an accelerated thermal aging

treatment to evaluate the effect of said treatment on the tensile properties of the biocomposite. Tensile tests were carried out at different deformation rates (10 and 50 mm/min) and an increase in tensile strength (29 to 45 MPa) and elastic modulus (1 to 3 GPa) of the PP with the fiber content was obtained. For different stretching speeds, better resistance at high speeds was obtained. Thermal aging for 24 hours at 100 °C increased the resistance of pure PP. For the biocomposites, a low resistance was obtained in the samples aged in greater time (98 °C, 10 days). Through scanning electron microscopy, a microstructural characterization was carried out that allowed explaining the improvement of the resistance of the fiber reinforced PP, and in some cases, the loss of resistance due to heat treatment.

Keywords: bamboo; biocomposite; fibers; polypropylene; traction; elasticity; thermal aging; deformation speed.

1. Introducción

El uso de materiales reforzados con fibras naturales surge de la necesidad de crear materiales de alta resistencia a un bajo costo de producción y que sean “amigables” con el medio ambiente (Bio-compuestos). El término biocompuesto se refiere a todo material formado por una matriz (resina) y un reforzamiento de fibras naturales (usualmente derivadas de plantas o celulosa). Los biocompuestos, en algunos casos gracias a mejoras tecnológicas que les brindan propiedades específicas, pueden llegar a soportar altas cargas estructurales, haciéndolos útiles en muchas áreas donde se requiera altas resistencias mecánicas [1].

Las fibras naturales tienen un bajo costo, una baja densidad, facilidad de separación, son biodegradables y no presentan efectos abrasivos, como sí sucede con las fibras de vidrio, pero presentan el inconveniente de incorporar cierta cantidad de agua y por tanto resultan incompatibles en algunos polímeros hidrofóbicos [2].

Algunas de las fibras naturales que se utilizan como elementos de refuerzo de polímeros, en mayor o menor acierto, son: el yute, cáñamo, sisal, plátano, algodón, lino, palma, fique, formio, kenaf, abacá, coco y bambú [3], siendo este último objeto de la presente investigación.

El bambú es uno de los cultivos agrícolas que pueden ser explotados para el diseño y desarrollo de compuestos poliméricos. Esta fibra se caracteriza por su alto contenido de celulosa, hemicelulosa y lignina. El bambú posee una elevada tasa de crecimiento y buenas propiedades mecánicas que no han sido masivamente explotadas [2]. Su variación estructural, propiedades mecánicas, facilidad de extracción de fibras y modificación química, así como sus propiedades térmicas, la han hecho una fibra versátil para su uso en la industria de compuestos.

A diferencia de la madera, el bambú no tiene anillos en su culmo; se compone principalmente de epidermis, corteza, tejido de tierra y laguna. Los haces vasculares que están formados por fibras de parénquima, vasos y

floema están ampliamente incrustados en tejidos parenquimatosos [4] (Figura 1). El culmo consiste en aproximadamente 52% de células de parénquima, 40% de fibras y 8% de tejido conductor. Los haces vasculares están ampliamente distribuidos desde la periferia hacia la sección interna del culmo; sin embargo, su concentración, tamaño y la forma varía. Los haces de fibra son más pequeños y más densos cuando están más cerca de la periferia en comparación con la sección interna del culmo. Las fibras fuertemente lignificadas son principalmente responsables de las propiedades mecánicas de las fibras de bambú. La estructura y la anatomía del culmo de bambú tienen un gran impacto en sus propiedades físicas y en sus usos.

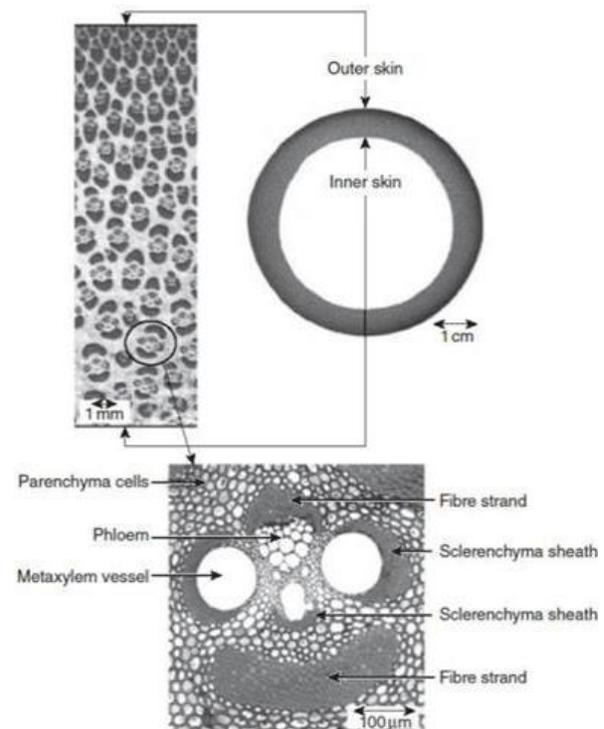


Figura 1. Sección transversal del culmo de bambú [5].

La fibra de bambú consiste en una estructura de pared celular multicapa o "polilaminada" (Figura 2). La laminación consiste en capas alternas anchas y estrechas

con diferente orientación fibrilar. En las capas gruesas, las fibras están orientadas en un ligero ángulo con respecto al eje de fibra, mientras que en las delgadas generalmente muestran una orientación más transversal. Esta estructura de la pared celular es muy importante porque determina las propiedades mecánicas de las fibras [6]. Se ha demostrado que las características de la fibra como el diámetro, el grosor de la pared celular y el número de capas de la pared celular varían según su ubicación en el culmo y dentro de los haces vasculares, así como también según la madurez del culmo [7].

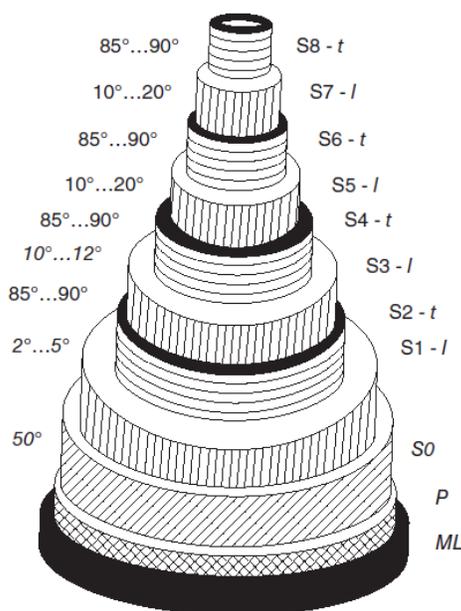


Figura 2. Estructura polilamelar de una fibra de bambú de paredes gruesas (ML = laminilla media, P = pared primaria, S = pared secundaria) [8].

En la fabricación de materiales plásticos reforzados con fibras naturales, se han empleado polímeros tanto termoplásticos como termoestables, aunque los más ampliamente utilizados han sido los primeros y más en concreto las poliolefinas como el polipropileno (PP) y los polietilenos de alta y baja densidad (PEAD y PEBD). La utilización de poliolefinas aporta excelentes propiedades plásticas al compuesto y las fibras naturales aportan la mayor rigidez [3]. Esto indica entonces que la presencia de las fibras naturales en una matriz de PP debe causar un efecto importante sobre la resistencia mecánica de este polímero.

El comportamiento mecánico de los compuestos polímero-fibra está ampliamente determinado por la condición de refuerzo en estos materiales debida a la resistencia de las fibras (caracterizada por su dureza) y la relación de forma de las mismas, a la compatibilidad con

la matriz lo que supone una transmisión de esfuerzos adecuada y a la cantidad de fibra en el compuesto final, que viene condicionada en gran medida por la orientación y ordenamiento de las fibras en la matriz [3], [9], [10].

Otro de los factores que afectan las propiedades mecánicas de un material compuesto polímero-fibra, es su calentamiento continuo a temperaturas alrededor de su temperatura máxima de servicio [11].

Los compuestos de polipropileno (PP)-bambú poseen propiedades de resistencia a la tracción y flexión considerablemente altas. Esta propiedad característica los hace adecuados para reemplazar la fibra de vidrio que es muy utilizada en la actualidad en la industria automotriz [12].

En virtud de lo antes expuesto, el presente trabajo pretende analizar el comportamiento mecánico del compuesto de polipropileno homopolímero isotáctico reforzado con haces de fibras cortas de bambú orientadas al azar, analizando específicamente el efecto del contenido de fibra y la velocidad de deformación del compuesto sobre sus propiedades a tensión y su microestructura. Adicionalmente, también se evaluará el envejecimiento térmico acelerado como factor condicionante de las propiedades a tensión de dichos compuestos. Con esta investigación, se pretende dar un aporte a los estudios que se han venido desarrollando en los últimos años sobre las propiedades mecánicas en tracción del polipropileno reforzado con fibras de bambú. Estos estudios permitirán evaluar la posibilidad de utilizar este biomaterial para la fabricación de piezas de autopartes en la industria automotriz.

2. Metodología

Para esta investigación las muestras utilizadas consistieron en un material biocompuesto cuya matriz fue de polipropileno homopolímero isotáctico, la cual fue reforzada con haces de fibras cortas de bambú orientadas al azar. Estas muestras fueron proporcionadas por el Grupo de Investigación en Nuevos Materiales y Procesos de Transformación, GiMaT-CIDII de la Universidad Politécnica Salesiana (UPS) de Ecuador.

2.1. Materiales

2.1.1. Matriz

Polipropileno isotáctico (iPP) homopolímero fue utilizado como matriz polimérica, cuyas características técnicas se muestran a continuación en la Tabla 1.

Tabla 1. Propiedades del iPP homopolímero^a

Propiedad	Norma	Unidades	Valor
Densidad	ISO 1183	g/cm ³	0,905
MFI (230 °C / 2,16 Kg)	ISO 1133	g/10 min	12
Esfuerzo a la fluencia	ISO 527-2	MPa	32
Deformación a la fluencia	ISO 527-2	%	10
Módulo de elasticidad	ISO 527-2	MPa	1550
Módulo de flexión	ISO 178	MPa	1450
Resistencia al impacto Izod a 23°C	ISO 180	kJ/m ²	3,5
Resistencia al impacto Charpy a 23°C	ISO 179	kJ/m ²	4,5
Dureza Rockwell – Escala R	ISO 2039-2	-	95
Temperatura de fusión	ISO 3146	°C	165
Temperatura de ablandamiento Vicat	ISO 306	-	-
50N-50°C por hora	-	°C	87
10N-50°C por hora	-	°C	152
Temperatura de deflexión en caliente	ISO 752	-	-
1,80 MPa-120°C por hora	-	°C	55
0,45 MPa-120°C por hora	-	°C	100

(a): Valores suministrados por el Grupo de Investigación de Nuevos Materiales y Procesos de Transformación, GiMaT-CIDII de la Universidad Politécnica Salesiana (UPS), Ecuador.

2.1.2. Refuerzo

Haces de fibras cortas de bambú provenientes de Bucay, Ecuador, con una distribución de longitudes de $1,0 \pm 0,5$ mm, una distribución de diámetros de $0,4 \pm 0,2$ mm, obtenidas mediante el método “*steam explosión*” (explosión de vapor) y con una temperatura de inicio de degradación de 200 °C, fueron utilizadas como refuerzo para el compuesto. Los porcentajes de refuerzo utilizados fueron: 20, 30 y 40% w/w.

2.1.3. Agente de acople

Polipropileno con injerto de anhídrido maleico (MAPP) fue empleado como agente de acople entre la fibra y la matriz de polipropileno. Se utilizó MAPP con un peso molecular promedio en peso, $M_w \sim 9100$ por GPC, un peso molecular promedio en número, $M_n \sim 3900$ por GPC, y con 8% de anhídrido maleico.

2.2. Procesamiento del compuesto

La preparación de los compuestos se realizó en dos etapas: la primera, consistió en la obtención de pellets del

material compuesto, mediante una extrusora mono husillo Dr. Collin E-20T. Los compuestos de polipropileno (PP) reforzado con fibras de bambú (FB) se prepararon con la siguiente composición: PP con 20% w/w de FB (PP/20F), PP con 30% w/w de FB (PP/30F), y PP con 40% w/w de FB (PP/40F). En la segunda etapa, con cada material, se inyectaron probetas normalizadas ISO tipo 1B 527 (ASTM D-638) empleando una máquina inyectora Dr. BOY E35.

2.3. Envejecimiento térmico acelerado

Una vez elaboradas las probetas de PP puro y de los compuestos PP/FB empleando MAPP como agente de acople, un grupo de dichas probetas fue sometido a un proceso de envejecimiento térmico acelerado mediante un calentamiento continuo a las temperaturas de 100 y 98°C, durante 1 y 10 días, respectivamente; empleando un horno de convección marca BLUE M, modelo SW-11TA-1. En la Tabla 2 se indican la temperatura y el tiempo de envejecimiento para cada tipo de muestra.

Tabla 2. Condiciones de envejecimiento térmico acelerado para las diferentes muestras

Muestras	Temperatura (°C)	Tiempo (días)
PP	100	1
PP/30F	100	1
PP/40F	100	1
PP/20F	98	10

2.4. Ensayos de tracción

Las propiedades mecánicas en tensión se midieron para las probetas de PP homopolímero y PP/FB (no envejecidas y envejecidas), empleando una máquina de ensayos universales Lloyd Instrument, modelo EZ20 y con longitud entre las mordazas de 115 mm. Un grupo de probetas sin tratamiento térmico de envejecimiento fueron ensayadas a dos velocidades de deformación: 10 mm/min y 50 mm/min. Otro grupo de probetas con tratamiento térmico se ensayaron a la velocidad de deformación de 50 mm/min. Los ensayos se realizaron bajo la norma ISO 527-4 en donde se obtuvieron los valores de módulo de elasticidad, esfuerzo a la fluencia, deformación a la fluencia, esfuerzo a la ruptura y deformación a la ruptura para todos los compuestos PP/FB y el PP homopolímero.

2.5. Microscopia electrónica de barrido

Después de realizar los ensayos de tracción, se obtuvieron imágenes de alta resolución de las superficies de fractura de todas las muestras, con y sin

envejecimiento térmico, utilizando un Microscopio Electrónico de Barrido marca FEI, modelo QUANTA FEG 250 con detector de electrones secundarios. Las superficies a visualizar fueron previamente metalizadas aplicando un recubrimiento de oro (Au) empleando un equipo metalizador por bombardeo iónico "ion sputter".

3. Resultados

3.1. Propiedades mecánicas

3.1.1. Resistencia a la tracción y módulo de elasticidad

Uno de los resultados obtenido en este trabajo, se trata del efecto que tiene la presencia de la fibra de bambú en el PP sobre sus propiedades en tracción. La Figura 3 muestra de manera gráfica estos resultados. A partir de estas curvas de esfuerzo vs. deformación, se puede apreciar que la presencia de la fibra en el PP aumenta considerablemente su resistencia a la tracción y su módulo de elasticidad. Con un contenido de fibra mínimo de 20% w/w se alcanza un aumento de la resistencia a la tracción, con respecto al PP sin fibras, de 27% y con el contenido máximo de 40% w/w de fibra se obtiene un aumento de la resistencia de 58%. Esto se debe a que la fibra aporta al material la propiedad de transferir los esfuerzos desde la matriz polimérica (fase continua) a las fibras (fase dispersa) [13]. Este efecto reforzante de las fibras cortas de bambú se hace más fuerte cuando se aumenta el contenido de la fibra en la matriz. Adicionalmente, la presencia del anhídrido maleico injertado en el polipropileno (MAPP) como agente de acople, reduce la tensión superficial entre las fibras y la matriz [14], logrando una mejor adherencia interfacial, lo cual permite que la fibra actúe como un excelente refuerzo para el polímero.

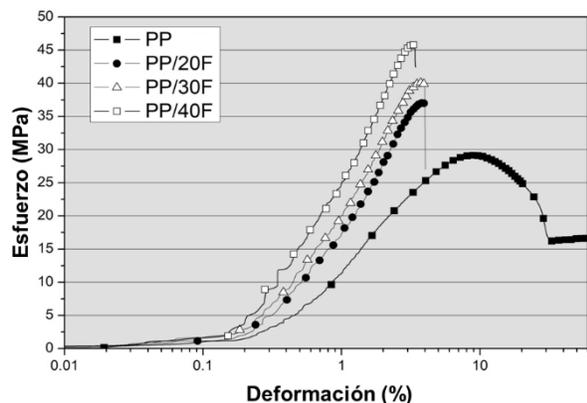


Figura 3. Curvas esfuerzo vs. deformación del PP sin fibra y de los compuestos PP/Fibra.

La interacción entre la fibra de bambú y la matriz PP/MAPP puede atribuirse a la formación de enlaces de hidrógeno en la región interfacial, por ejemplo, entre los grupos hidroxilo (OH) de la celulosa o su contraparte lignina en la fibra de bambú con los grupos anhídrido en la matriz MAPP (Figura 4). Además, estudios han encontrado que el MAPP puede cristalizar en la superficie de la fibra, de modo que la fibra de bambú actúa como un agente de refuerzo y también como un nucleador para el MAPP. Se presume entonces, que la cristalización de la superficie también contribuye a una mejor adhesión de la interfaz para el bambú / PP / Compuesto MAPP [15].

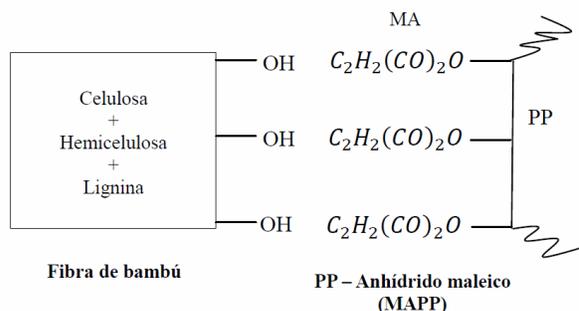


Figura 4. Representación esquemática de la interacción entre la fibra de bambú y la matriz PP/MAPP.

3.1.2. Efecto de la velocidad de deformación sobre las propiedades a tensión

Las probetas fabricadas para cada compuesto (PP/FB) y para el polímero matriz (PP), se sometieron a tracción uniaxial bajo dos velocidades de deformación: 10 y 50 mm/min, con el fin de verificar el comportamiento de estos materiales bajo estas condiciones de tracción. Los resultados obtenidos se muestran en la Figura 5. En ella se puede ver que la resistencia a la tracción del PP y de los compuestos PP/FB es menor a bajas velocidades de deformación, esto sucede porque una menor velocidad de ensayo se asocia a una menor velocidad de deformación, situación bajo la cual las cadenas macromoleculares pueden tener la oportunidad de lograr cambios conformacionales u orientarse en la dirección del esfuerzo aplicado, de modo que tienden a presentar una mayor ductilidad y menores esfuerzos [16], [17]. En cambio, a mayores velocidades de ensayo, la alineación de las cadenas disminuye, ya que no se le da suficiente tiempo a éstas para responder y los requerimientos de esfuerzos para deformarlos son mayores [16].

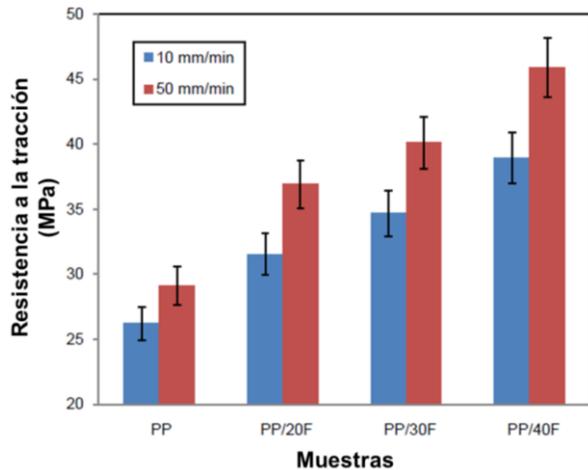


Figura 5. Resistencia a la tracción del PP homopolímero y de los compuestos PP/Fibra obtenidas a diferentes velocidades de deformación (10 y 50 mm/min).

3.1.3. Efecto del envejecimiento térmico sobre las propiedades a tensión

El PP homopolímero isotáctico y un grupo de las formulaciones del compuesto PP/FB (PP/30F y PP/40F) fueron sometidas a un calentamiento continuo a una temperatura de 100 °C durante 24 horas, con el fin de evaluar cuál es el efecto que tiene este tratamiento térmico de corto tiempo sobre las propiedades de tracción. Es importante destacar que la selección de dicha temperatura se debe a que ésta es la temperatura máxima de uso continuo del polipropileno homopolímero. La Tabla 3 muestra los resultados obtenidos de la resistencia a la tracción y del módulo de elasticidad del PP homopolímero y de los compuestos PP/30F y PP/40F después de haberles aplicado dicho tratamiento térmico.

Tabla 3. Resistencia de la tracción y Módulo de elasticidad de los compuestos PP/30F y PP/40F envejecidos (100 °C, 24 h) y no envejecidos

	No envejecido		Envejecido	
	Resistencia a la tracción (MPa)	Módulo de elasticidad (GPa)	Resistencia a la tracción (MPa)	Módulo de elasticidad (GPa)
PP	29,12 ± 0,89	1,16 ± 0,07	30,67 ± 0,48	1,09 ± 0,07
PP/30F	40,09 ± 1,18	2,11 ± 0,35	40,47 ± 1,15	2,48 ± 0,31
PP/40F	45,87 ± 0,86	3,43 ± 0,05	45,41 ± 0,59	3,14 ± 0,05

En la Tabla 3 se puede apreciar que, dentro del error experimental, no existe una diferencia marcada entre las propiedades de resistencia a la tracción y módulo de elasticidad del PP y sus compuestos PP/30F y PP/40F, cuando son sometidos a un calentamiento continuo a 100 °C por 24 horas (en las Figuras 6 - 8, se puede observar gráficamente estos resultados). Este comportamiento coincide con los resultados obtenidos por Groff *et al.* [11] en el estudio del envejecimiento térmico acelerado del polipropileno. Sin embargo, el mencionado autor obtuvo que los parámetros de esfuerzo y deformación a la ruptura son más sensibles a los tratamientos térmicos que sufre el material.

En la Figura 6, se puede observar las curvas esfuerzo-deformación obtenidas para el PP homopolímero con y sin tratamiento térmico. En estas gráficas, se aprecia que el envejecimiento térmico ocasionó una disminución considerable de la deformación a la ruptura del PP homopolímero en un -40,27%, quedando en evidencia que el tratamiento térmico aplicado produce una pérdida apreciable de la ductilidad de dicho material (Tabla 4).

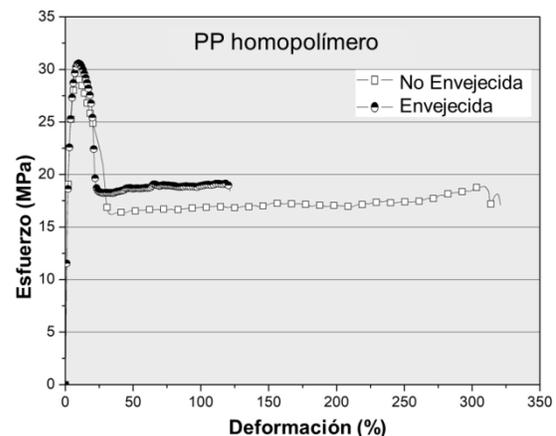


Figura 6. Comparación de las curvas Esfuerzo vs. Deformación del PP Homopolímero envejecido (100 °C, 24 h) y no envejecido.

En las Figuras 7 y 8, se observa que en los compuestos PP/30F y PP/40F esta pérdida de ductilidad (en términos de disminución de la deformación a la ruptura), producto del tratamiento térmico de envejecimiento, se produce en menor grado, lo cual evidencia que los compuestos PP/30F y PP/40F prácticamente no sufren pérdida de ductilidad después de estar expuestos a una temperatura de 100 °C durante 24 horas, si consideramos que dentro del error experimental no existe una diferencia marcada de la deformación a la ruptura de estos compuestos después de que son sometidos a dicho tratamiento térmico (Tabla 4).

Tabla 4. Esfuerzo y deformación a la ruptura de los compuestos PP/30F y PP/40F envejecidos (100 °C, 24 h) y no envejecidos

	No envejecido		Envejecido	
	Esfuerzo a la ruptura (MPa)	Deformación a la ruptura (%)	Esfuerzo a la ruptura (MPa)	Deformación a la ruptura (%)
PP	17,36 ± 0,62	320,63 ± 102	17,90 ± 0,47	191,51 ± 140
PP/30F	39,58 ± 1,46	3,99 ± 0,12	40,09 ± 1,42	3,98 ± 0,12
PP/40F	45,61 ± 0,83	3,40 ± 0,11	45,27 ± 0,58	3,24 ± 0,05

La pérdida apreciable de ductilidad en el PP homopolímero pudiera deberse a que a la temperatura de envejecimiento (100 °C) este material tendría la capacidad de recrystalizar a través de una transformación de la fase-β (trigonal) del PP a la fase-α (monoclínica) o transformación de la fase-*smectic* del PP a la fase-α, durante la cual se incrementa el espesor lamelar, crecen pequeños cristales en el dominio amorfo, y ocurre un reordenamiento de las cadenas poliméricas no cristalizadas [18], haciendo que aumente el grado de cristalinidad, y por ende, el material adquiere menos posibilidades de deformarse antes de que fracture. Este mismo fenómeno también se pudo haber presentado en la matriz del PP de los compuestos, y explica por qué los esfuerzos registrados durante los ensayos de tracción de los compuestos envejecidos son mayores que los esfuerzos de los no envejecidos (Figuras 7 y 8).

Para definir el tipo de transformación polimórfica que tiene lugar y el aumento del grado de cristalinidad, se hace necesario complementar el estudio con un análisis térmico a través de la calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Resulta interesante también mostrar qué sucede con las propiedades a tensión del compuesto PP/FB cuando es sometido a un envejecimiento térmico con un mayor tiempo de duración. Para ello, se utilizó otra formulación del compuesto con 20% w/w de fibra (PP/20F). Las muestras con dicha formulación fueron sometidas a un calentamiento continuo a una temperatura de 98 °C durante 10 días con el fin de evaluar cuál es el efecto que tiene este tratamiento térmico de mayor tiempo sobre las propiedades de tracción. Es importante destacar que la escogencia de dicho valor de temperatura se debe a su proximidad con la temperatura de uso continuo del polipropileno homopolímero (100 °C). Las propiedades de tracción también fueron determinadas en muestras de este compuesto sin envejecimiento térmico. Los

resultados obtenidos se aprecian a continuación en la Tabla 5.

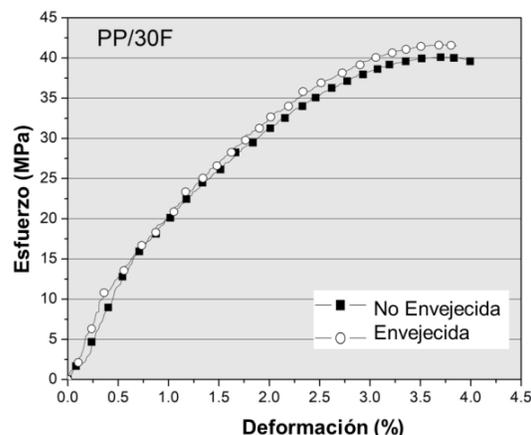


Figura 7. Comparación de las curvas Esfuerzo vs. Deformación del compuesto PP/30F envejecido (100 °C, 24 h) y no envejecido.

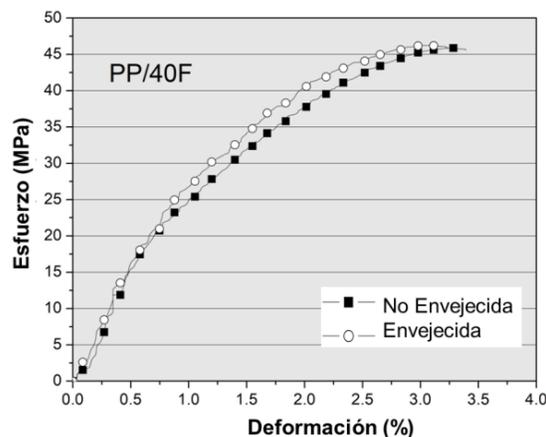


Figura 8. Comparación de las curvas Esfuerzo vs. Deformación del compuesto PP/40F envejecido (100 °C, 24 h) y no envejecido.

Tabla 5. Propiedades tensiles del compuesto PP/20F no envejecido y envejecido (98°C, 10 días).

Propiedad	No envejecido	Envejecido
Resistencia a la tracción (MPa)	36,92 ± 0,12	32,36 ± 0,21
Módulo de elasticidad (GPa)	2,11 ± 0,11	1,8 ± 0,13
Deformación a la ruptura (%)	3,70 ± 0,32	4,25 ± 0,26

En este caso, se observa que tiempos más largos de envejecimiento ocasionan una pérdida apreciable de las propiedades tensiles: la resistencia a la tracción disminuye un -12% y el módulo elástico disminuye un -15%. Este comportamiento puede ser atribuido a una reducción de la resistencia y a la deformación de la fibra durante el largo período de tratamiento térmico [19]. Otra causa de este comportamiento pudiera ser el alto contenido de humedad de las fibras de bambú que se evaporaría durante el tratamiento térmico, dando como resultado microhoyuelos alrededor de las fibras, lo que reduciría el área de la interfaz fibra-matriz, disminuyendo así la resistencia al corte en dicha interfaz [20], [21]. Esto causa que la fibra pierda su efecto reforzante, haciendo que la matriz de polipropileno pierda un poco de rigidez y recupere ductilidad, lo cual se manifiesta en la disminución del módulo de elasticidad en un -15% y en el aumento de la deformación a la ruptura después del tratamiento térmico, dicho aumento es de 15%. Además, estudios termogravimétricos de la fibra de bambú, realizados por Fajardo *et al.* [22], han revelado que las fibras sin tratamiento alcalino pueden tener una pérdida de masa del 5% a una temperatura de 95°C debido a la presencia de humedad en las fibras. Como las fibras de bambú empleadas en este trabajo no recibieron tratamiento alcalino y el envejecimiento térmico se realizó a 98°C, es probable que se logre disminuir la humedad presente en las fibras.

3.2. Microscopia electrónica de barrido (MEB)

Una característica común que se pudo apreciar en todos los compuestos PP/20F, PP/30F y PP/40F, es la adherencia que se observa entre las fibras de bambú y la matriz de polipropileno (Figura 9). Esta adherencia es causada por la presencia (en todos los compuestos) del agente acoplante polipropileno injertado con anhídrido maleico (MAPP), el cual permite que la superficie de contacto entre las fibras y la matriz sea bastante amplia. Este agente acoplante permite una transmisión efectiva de los esfuerzos entre la matriz y la fibra, causando que el polipropileno adquiera una mayor resistencia a la tracción y una mayor rigidez.

Existen diferencias entre las superficies de fractura por tracción del PP sin fibra y los compuestos PP/FB, las cuales se aprecian en la Figura 10. La superficie de fractura obtenida en los ensayos de tracción del PP sin fibras (Figura 10a), revela una alta deformación plástica del material, con alta absorción de energía antes de la fractura. La superficie muestra una zona central de relieve alto que representa el desgarramiento plástico del material producto de la formación, estiramiento y ruptura del cuello característico de las altas deformaciones

permanentes de los polímeros termoplásticos (fractura dúctil).

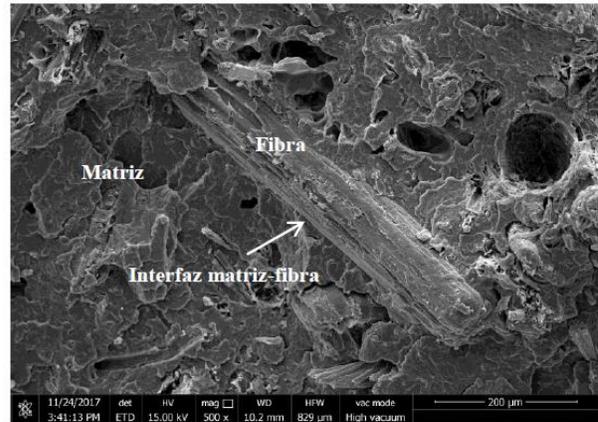


Figura 9. Imagen de MEB de la interfaz PP-Fibra del compuesto PP/40F.

Por otro lado, las micrografías b, c y d de la Figura 10, muestran las superficies de fractura obtenidas en los ensayos de tracción de los compuestos PP/20F, PP/30F y PP/40F, respectivamente. En estas imágenes se observa la superficie de la matriz de polipropileno con relieves bajos, ya que no se produjo formación de cuello durante la tracción uniaxial, lo cual es propio de los procesos de fractura frágil en polímeros, donde en este caso el polipropileno reforzado con las fibras de bambú, sufre una ruptura con muy bajas deformaciones y elevados esfuerzos (Figura 3), evidenciando así el poder reforzante de las fibras en el polipropileno, el cual aumenta con el contenido de las fibras en la matriz polimérica. También en las micrografías b, c y d de la Figura 10, correspondientes las superficies de fractura por tracción de los compuestos PP/FB, se puede observar que las fibras presentes en la matriz se encuentran más dispersas y separadas en el compuesto PP/20F, debido a la poca cantidad de ellas presente en la matriz en comparación con el compuesto PP/40F donde se observa a las fibras más cercanas entre sí.

La morfología de las superficies de fractura de los compuestos revela las causas por las cuales se produce la ruptura. Una de las causas es el desprendimiento de la fibra de la matriz o “pull-out” de la fibra, lo cual se evidencia por la aparición de microhoyuelos y huellas dejadas por la fibra al desprenderse de la matriz (Figura 11). Esto se produce por una baja adherencia entre la fibra de bambú y la matriz de polipropileno [23].

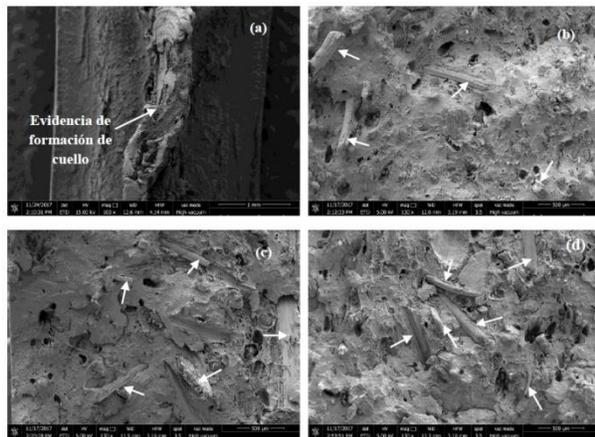


Figura 10. Imagen de MEB de la superficie de fractura por tracción de: (a) PP homopolímero, (b) PP/20F, (c) PP/30F y (d) PP/40F. Las flechas señalan la presencia de las fibras en la matriz de polipropileno.

La adherencia entre la fibra y la matriz se mantiene en los compuestos debido a la presencia del agente acoplante MAPP en la interfase, el cual impide que las fibras se desprendan en mayor grado de la matriz cuando se aplican las fuerzas en los ensayos de tracción. Sin embargo, los altos esfuerzos transmitidos entre la matriz polimérica y la fibra pueden superar la fuerza de adhesión entre estas dos fases, ocasionando esfuerzos de corte en la interfase, y por ende, el desprendimiento de la fibra y/o la disminución del área de contacto entre la superficie de la fibra y la matriz. Algunos autores como Chen *et al.* [15] asocian este fenómeno con la probable humedad presente en la superficie de las fibras, las cuales son altamente hidrofílicas. La presencia de moléculas de agua en la superficie de la fibra impide un mayor contacto con la matriz de polipropileno, la cual es altamente hidrofóbica. Esta humedad también imposibilita que el agente acoplante cumpla con su función. Una muestra de este efecto se puede apreciar en la Figura 12, donde se observa la baja interacción polímero-fibra.

Otra posible causa de este fenómeno pudiese estar relacionada con el contenido de MAPP (8% wt), ya que a estos porcentajes de acoplante, los investigadores Beg y Pickering [24] han observado poca adhesión polímero-fibra, dicho resultado lo atribuyen al autoenredo entre las cadenas del agente de acoplamiento en lugar de hacerlo con la matriz polimérica, lo que resulta en un deslizamiento.

Algunos investigadores como Toshihiko *et al.* [23] y Takagi e Ichihara [25] señalan que el mecanismo de fractura de los compuestos, basado en la morfología lograda, parece involucrar tanto la extracción como la

ruptura de la fibra (“*fiber breaking*”) (Figuras 13a y 13c), así como también las microgrietas en la matriz. La ruptura de la fibra, generalmente, está asociada con los altos esfuerzos de corte que se generan en el proceso de preparación del compuesto, específicamente, durante el mezclado de la fibra con el polímero [26]. Por lo tanto, las resistencias obtenidas en los compuestos estaban limitadas por esta ruptura de fibras.

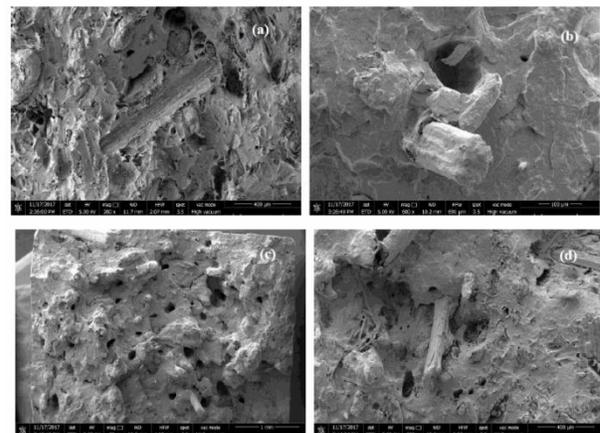


Figura 11. Imagen de MEB de la superficie de fractura por tracción del compuesto PP/Fibra donde se aprecia: (a) huella de la fibra en PP/30F, (b) Microhoyuelo producido por el desprendimiento de la fibra en PP/30F, (c) y (d) grupo de microhoyuelos producido por el desprendimiento de la fibra en PP/40F y PP/20F, respectivamente.

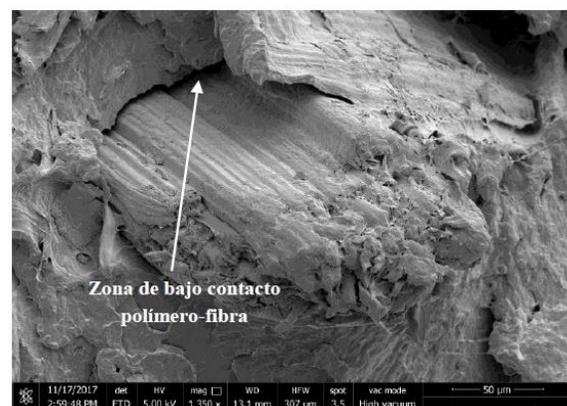


Figura 12. Imagen de MEB de la baja interacción polímero-fibra cuando se aplican esfuerzos de tracción al compuesto PP/40F.

Por otro lado, además se observó desfibrilación (Figuras 13a y 13c) y desgarramiento de la fibra (Figura 13b).

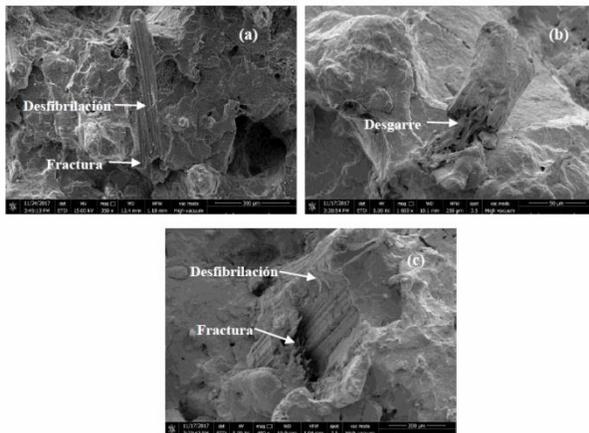


Figura 13. Imagen de MEB de la superficie de fractura del compuesto PP/30F donde muestran los daños de la fibra (fractura, desgarre y desfibrilación).

Por último, tal y como se mencionó anteriormente, otra de las causas a la que se le atribuye la ruptura del compuesto PP/FB es el desarrollo de microgrietas en la matriz de polipropileno [23], lo cual se muestra claramente en la Figura 14. Esto sucede porque al alcanzar el esfuerzo máximo, la energía interna de deformación del polímero se transforma en energía de superficie, la cual es utilizada para la creación de superficies de grietas.

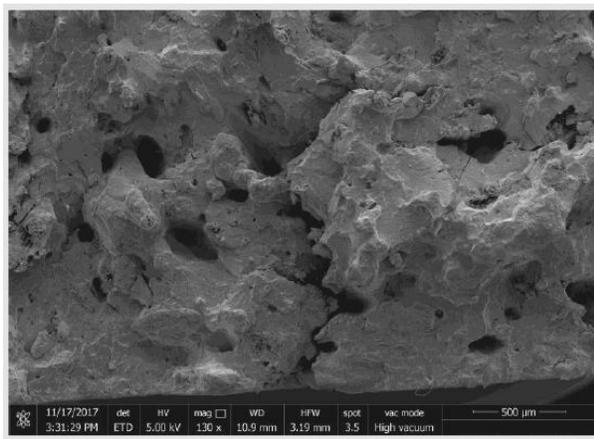


Figura 14. Imagen de MEB de microgrietas y microhoyuelos presentes en la matriz de polipropileno del compuesto PP/30F.

Desde el punto de vista microestructural, en la Figura 15, se puede apreciar las superficies de tracción para el PP homopolímero sin tratamiento térmico y con tratamiento térmico. En la Figura 15a, se observa la zona central de deformación plástica del material caracterizada por la presencia de fibras fracturadas de PP como consecuencia

de los altos porcentajes de elongación, mientras que en la Figura 15b, se aprecian pequeñas bandas fracturadas de PP que demuestran una deformación plástica de menor magnitud o una baja elongación.

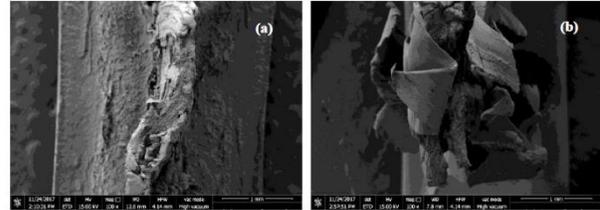


Figura 15. Imagen de MEB de superficies de fractura por tracción del PP homopolímero: (a) Sin envejecimiento térmico; y (b) con envejecimiento térmico a 100 °C durante 24 horas.

Los compuestos PP/20F que fueron sometidos a un envejecimiento térmico a 98 °C durante 10 días, presentaron desmejoras en la resistencia a la tracción y en el módulo de elasticidad con respecto a los compuestos PP/20F sin tratamiento térmico (Tabla 5). Desde el punto de vista microestructural este comportamiento se explica por la presencia de gran cantidad de microgrietas y microhoyuelos en la matriz de PP, así como también, daños (ruptura y desgarre) en la fibra de bambú presentes en la superficie de fractura del PP/20F envejecido (Figura 16b) en comparación con la superficie de fractura del mismo compuesto sin tratamiento térmico (Figura 16a), en la cual se observa una matriz de PP con poco agrietamiento y con poco daño en las fibras de bambú. Todo lo anterior permite evidenciar que cuando el envejecimiento térmico acelerado del biocompuesto se realiza en tiempos prolongados, la pérdida del efecto reforzante de la fibra de bambú es inminente y en consecuencia se producen desmejoras en las propiedades mecánicas del material.

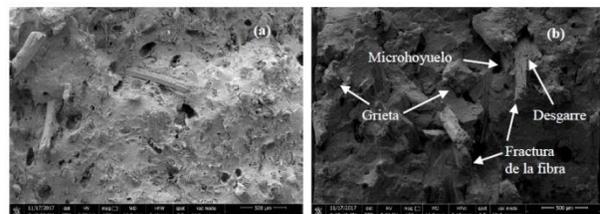


Figura 16. Imagen de MEB de superficies de fractura por tracción del compuesto PP/20F: (a) Sin envejecimiento térmico; y (b) con envejecimiento térmico a 98°C durante 10 días.

Las características de las fibras de bambú después de la tracción del compuesto PP/20F sin envejecimiento térmico y con envejecimiento térmico, se muestran con

detalle en la Figura 17. En el compuesto con tratamiento térmico (Figura 17b) la fibra presenta desprendimiento y poca adherencia a la matriz, mientras que en el compuesto sin tratamiento térmico (Figura 17a), la fibra presenta una mayor adherencia fibra-matriz, lo cual se refleja en la mayor resistencia a la tracción de este compuesto.

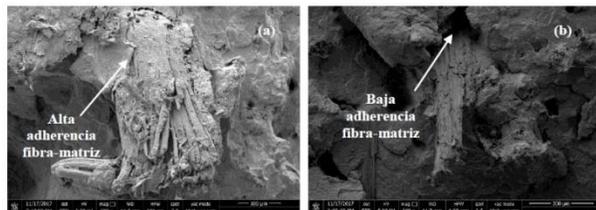


Figura 17. Imagen de MEB de las fibras de bambú del compuesto PP/20F: (a) Sin envejecimiento térmico; y (b) con envejecimiento térmico a 98°C durante 10 días.

La baja adherencia fibra-matriz que se observa en la Figura 17b, tal y como se explicó en la sección 3.1.3, pudiera deberse a un posible contenido de humedad de las fibras de bambú que se evaporaría durante el tratamiento térmico, dando como resultado microhoyuelos alrededor de las fibras, lo que reduciría el área de la interfaz fibra-matriz disminuyendo así la resistencia al corte en dicha interfaz [20], [21].

4. Conclusiones

Las fibras cortas de bambú tienen un alto efecto reforzante en el polipropileno homopolímero isotáctico, lo cual se pudo evidenciar en los altos valores de resistencia a la tracción y módulo de elasticidad de los compuestos PP/FB, y también en los valores bajos de deformación a la ruptura que presentaron todos los compuestos en comparación con los valores obtenidos para el polipropileno sin fibras. Se realizaron ensayos de tracción a diferentes velocidades de deformación (10 y 50 mm/min) y se obtuvo un aumento de la resistencia a la tracción (de 29 a 45 MPa) y del módulo de elasticidad (de 1 a 3 GPa) del PP con el contenido de fibras.

El efecto reforzante de las fibras cortas de bambú se incrementa cuando se eleva el contenido de éstas en la matriz de polipropileno. Así mismo, la resistencia a la tracción aumenta también cuando los biocompuestos y el PP sin fibras se someten a una alta velocidad de deformación (50 mm/min).

El envejecimiento térmico acelerado cuando se aplica por tiempos prolongados (p.ej. 10 días a 98°C) produce una disminución de la resistencia a la tracción y del módulo de elasticidad, así como un aumento de la ductilidad del

biocompuesto con 20% w/w de fibra, en comparación con el mismo compuesto sin tratamiento térmico.

A través de la Microscopia Electrónica de Barrido fue posible apreciar el grado de interacción entre las fibras y la matriz, el cual influye en la mayor o menor resistencia del compuesto cuando es sometido a esfuerzos de tracción uniaxial, lográndose comprobar que los altos valores de resistencia obtenidos se debe a una mayor adherencia observada entre la fibra y la matriz; y que una menor resistencia se debe, principalmente, al bajo contacto apreciado entre la fibra y la matriz; también a la fractura, desfibrilación y desgarramiento de las fibras, y a la posible presencia de humedad en su superficie. Esta baja adherencia condujo a un desprendimiento de la fibra, ocasionando la aparición de microhoyuelos y microgrietas en la matriz polimérica.

Referencias

- [1] R. Lady, “Elaboración de un material biocompuesto a partir de la fibra de plátano”, Tesis de investigación, Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ingeniería y Arquitectura, 2014.
- [2] L. Mohammed, M.N.M. Ansari, G. Pua, M. Jawaid, M. Saiful Islam, “A review on natural fiber reinforced polymer composite and its applications,” *International Journal of Polymer Science*, vol. 2015, pp. 1–15, 2015, doi: 10.1155/2015/243947
- [3] V. Amigó, M.D. Salvador, R. Llorens, F. Martí, O. Sahuquillo, “Comportamiento mecánico de polietileno de alta densidad reciclado reforzado con fibras naturales,” en *Tenth International Conference on Non-Conventional Materials and Technologies (NOCMAT)*, Colombia, 2008.
- [4] X. Londoño, G.C. Camayo, N.M. Riaño, Y. López., “Characterization of the anatomy of *Guadua angustifolia* (Poaceae: Bambusoideae) culms,” *Bamboo Science and Culture*, vol. 16, no. 1, pp. 18 – 31, 2002.
- [5] P. Chaowana. “Bamboo: an alternative raw material for wood and wood-based composites,” *Journal of Materials Science Research*, vol. 2, no. 2, pp. 90, 2013, doi: 10.5539/jmsr.v2n2p90
- [6] L. Osorio, A.W. Trujillo, Van Vuure, I. Verpoest. “Morphological aspects and mechanical properties of single bamboo fibers and flexural characterization of bamboo/epoxy composites,” *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vo. 30, no. 5, pp. 396–408, 2011, doi: 10.1177/0731684410397683

- [7] R. Murphy, K. Alvin. "Variation in fibre wall structure in bamboo," *IAWA Bulletin (NS)*, vol. 13, no. 4, pp. 403 – 410, 1992, doi: 10.1163/22941932-90001296
- [8] W. Liese, *The Anatomy of Bamboo Culms*. Boston, MA, USA: Brill, Academic Publishers, 1998.
- [9] P. Lokesh, T.S.A. Surya Kumari, R. Gopi, G. B. Loganathan, "A study on mechanical properties of bamboo fiber reinforced polymer composite," *Materials Today: Proceedings*, vol. 22, no. 3, pp. 897-903, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2019.11.100
- [10] P.J. Herrera Franco, A. Valadez González, "Mechanical properties of continuous natural fibre-reinforced polymer composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 35, no. 3, pp. 339-345, 2004, doi: 10.1016/j.compositesa.2003.09.012
- [11] I. Groff, R. Franzese, L.D. Landro, M.R. Pagano, M. Genoni, "Characterization of Polypropylene Pipes during Accelerated Aging in Air and Water," *Polymer Testing*, vol. 15, no. 4, pp. 347-361, 1996, doi: 10.1016/0142-9418(95)00039-9
- [12] H.P.S. Abdul Khalil, I.U.H. Bhat, M. Jawaid, A. Zaidon, D. Hermawan, Y.S. Hadi, "Bamboo fibre reinforced biocomposites: A review," *Materials and Design*, vol. 42, pp. 353–368, 2012, doi: 10.1016/j.matdes.2012.06.015
- [13] H. Essabir, S. Nekhlaoui, M. Malha, M.O. Bensalah, F.Z. Arrakhiz, A. Qaiss, R. Bouhfid, "Bio-composites based on polypropylene reinforced with Almond Shells particles: Mechanical and thermal properties," *Materials and Design*, vol. 51, pp. 225-230, 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2013.04.031
- [14] G.W. Beckermann, K.L. Pickering, "Engineering and evaluation of hemp fiber reinforced Polypropylene composites: Micro-mechanics and strength prediction modeling," *Composites Part A-Appl. S.*, vol. 40, no. 2, pp. 210-217, 2009, doi: 10.1016/j.compositesa.2008.11.005
- [15] X. Chen, Q. Guo, Y. Mi, "Bamboo Fiber-Reinforced Polypropylene Composites: A Study of the Mechanical Properties," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 69, no. 10, pp. 1891-1899, 1998, doi: 10.1002/(SICI)1097-4628(19980906)69:10<1891::AID-APP1>3.0.CO;2-9
- [16] R. Morales, M. Candal, J. Robles, "Efecto del proceso de transformación sobre el coeficiente de endurecimiento por deformación en polímeros," *Revista de la Facultad de Ingeniería U.C.V.*, vol. 24, no. 4, pp. 60-70, 2009.
- [17] S. Sahin, P. Yayla, "Effects of testing parameters on the mechanical properties of polypropylene random copolymer," *Polymer Testing*, vol. 24, no. 5, pp. 613-619, 2005, doi: 10.1016/j.polymertesting.2005.03.002
- [18] D. Ferrer Balas, M.L.I Maspoch, J.J. Sánchez, H.E. Ferrando, "Influencia del recocido sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de films de polipropileno," en *Nuevas Perspectivas en Polímeros: Resúmenes de las comunicaciones presentadas en la VI Reunión del Grupo Especializado en Polímeros (GEP) de las Reales Sociedades Españolas de Física y Química*, España, 1999, pp. 188.
- [19] T.H. Quazi, A. Alam, A. Mubarak, M. Saha, Dipti Saha, M.A. Gafur, "Study on the mechanical properties, environmental effect, degradation characteristics and ionizing radiation effect on silk reinforced polypropylene/natural rubber composites," *Composites: Part A*, vol. 41, no. 11, pp. 1587-1596, 2010, doi: 10.1016/j.compositesa.2010.07.007
- [20] A. Arbelaiz, I. Modragon, "Testing the effect of processing and surface treatment on the interfacial adhesion of single fibres in natural fibre composites," Tesis de investigación, Universidad del País Vasco, España, 2011.
- [21] Z.N. Azwa, B.F. Yousif, A.C. Manalo, W. Karunasena, "A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres," *Materials and Design*, vol. 47, pp. 424–442, 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2012.11.025
- [22] J. Fajardo, D. Lasso, L. Valarezo, S. Betancourt, L. Cruz, "Desarrollo de un material biocompuesto de polietileno de alta densidad reforzado con fibras naturales cortas de Guadua Angustifolia Kunth," Proyecto del Grupo de Investigación en Materiales, GiMaT- CIDII, Universidad Politécnica Salesiana, Ecuador, 2015.
- [23] H. Toshihiko, X. Zhilan, Y. Yuqiu, H. Hiroyuki, "Tensile Properties of Bamboo, Jute and Kenaf Mat-Reinforced Composite," *Energy Procedia*, vol. 56, pp. 72-79, 2014, doi: 10.1016/j.egypro.2014.07.133
- [24] M.D.H. Beg, K.L. Pickering, "Mechanical performance of Kraft fibre reinforced polypropylene composites: Influence of fibre length, fibre beating and hygrothermal ageing," *Composites: Part A*, vol. 39, no. 11, pp. 1748–1755, 2008, doi:

10.1016/j.compositesa.2008.08.003

[25] H. Takagi, Y. Ichihara, "Effect of fiber length on mechanical properties of green composites using a starch-based resin and short bamboo fibers," *JSME International Journal*, Series A, vol. 47, no. 4, pp. 551-555, 2004, doi: 10.1299/jsmea.47.551

[26] A.K. Rana, A. Mandal, B.C. Mitra, R. Jacobson, R. Rowell, A.N. Banerjee "Short jute fiber-reinforced polypropylene composites: effect of compatibilizer," *Journal Applied Polymer Science*, vol. 69, no. 2, pp. 329–338, 1998, doi: 10.1002/(SICI)1097-4628(19980711)69:2<329::AID-APP14>3.0.CO;2-R