

**DISEÑO DEL PROTOCOLO PARA LA INMOVILIZACIÓN DE PARTÍCULAS DE
HUMO DE SÍLICE SOBRE TEJIDOS DE FIQUE MEDIANTE EL MÉTODO DE
INMERSIÓN**

**MARYORI GARZÓN SANTAMARÍA
LAURA MARCELA RUIZ RUIZ**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2017

**DISEÑO DEL PROTOCOLO PARA LA INMOVILIZACIÓN DE PARTÍCULAS DE
HUMO DE SÍLICE SOBRE TEJIDOS DE FIQUE MEDIANTE EL MÉTODO DE
INMERSIÓN**

**MARYORI GARZÓN SANTAMARÍA
LAURA MARCELA RUIZ RUIZ**

**Trabajo de grado como requisito para optar al título de
INGENIERA QUÍMICA**

**Directora
Prof. LUZ MARINA RUEDA BALLESTEROS
Ingeniera Química, M.Sc., Ph. D.**

**CO-DIRECTOR:
Prof. GERMÁN ADOLFO DÍAZ RAMÍREZ
Diseñador Industrial, M.Sc.**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2017

AGRADECIMIENTOS

Primero, queremos dar gracias a Dios por permitirnos vivir estos años de desarrollo personal, en los cuales culminamos con agrado y éxito nuestros estudios en ingeniería química, siendo posible con los esfuerzos y la colaboración de nuestros padres, hermanos, familiares y amigos.

A la Profesora Luz Marina Rueda Ballesteros, por darnos la confianza y oportunidad para realizar este trabajo.

Al Profesor German A. Díaz Ramírez, por el apoyo y sus valiosos aportes a lo largo de esta investigación.

Al Centro de Investigaciones en Catálisis (CICAT) por el servicio prestado durante la fase experimental de este proyecto.

Por último, dar gracias a la Universidad Industrial de Santander por formar no solo profesionales con capacidades técnicas, sino también con capacidades humanas y de responsabilidad social.

MARYORI GARZÓN SANTAMARÍA
LAURA MARCELA RUIZ RUIZ

CONTENIDO

| | Pág. |
|---|------|
| INTRODUCCIÓN | 14 |
| 1. DESCRIPCIÓN METODOLÓGICA | 20 |
| 1.1 MATERIALES | 21 |
| 1.2 PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LA SUSPENSIÓN ACUOSA DE HUMO DE SÍLICE | 21 |
| 1.3 ACONDICIONAMIENTO DE LOS TEJIDOS | 22 |
| 1.4 INMOVILIZACIÓN DE PARTÍCULAS DE HUMO DE SÍLICE | 22 |
| 1.5 INMOVILIZACIÓN DE PARTICULAS DE HUMO DE SÍLICE SOBRE TEJIDOS DE FIQUE POR EL MÉTODO DE INMERSIÓN CON LAS CONDICIONES FAVORABLES | 24 |
| 1.5.1 Caracterización superficial | 25 |
| 1.5.1.1 Espectroscopía Infrarrojo de Transformada de Fourier con Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR). | 25 |
| 1.5.1.2 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). | 25 |
| 1.6 EVALUACIÓN DE LA DEGRADACIÓN TÉRMICA DEL TEJIDO INMOVILIZADO | 25 |
| 2. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 27 |
| 2.1 SUSPENSIÓN ACUOSA DE HUMO DE SÍLICE | 27 |
| 2.2 ACONDICIONAMIENTO DE TEJIDOS DE FIQUE | 28 |
| 2.3 DETERMINACIÓN DE VARIABLES | 29 |
| 2.3.1 Tiempo de inmersión | 29 |
| 2.3.2 Tipo de curado | 30 |
| 2.3.3 Tiempo de enjuague ultrasónico | 32 |
| 2.3.4 Concentración de la suspensión | 33 |
| 2.3.5 Condiciones de secado | 35 |
| 2.3.6 Orden de etapas | 36 |

| | |
|---|----|
| 2.4 PROTOCOLO DE INMOVILIZACIÓN DE PARTICULAS DE HUMO DE SÍLICE SOBRE TEJIDOS DE FIQUE POR EL MÉTODO DE INMERSIÓN | 38 |
| 2.4.1 Caracterización superficial | 39 |
| 2.5 EVALUACIÓN DE LA DEGRADACIÓN TÉRMICA DEL TEJIDO INMOVILIZADO | 42 |
| 3. CONCLUSIONES | 45 |
| 4. RECOMENDACIONES | 46 |
| BIBLIOGRAFÍA | 47 |
| ANEXOS | 53 |

LISTA DE FIGURAS

| | Pág. |
|--|-------------|
| Figura 1. Esquema de la inmovilización de partículas por el método de inmersión | 18 |
| Figura 2. Esquema metodológico empleado durante el proyecto | 20 |
| Figura 3. Medición del espectro ATR-IR de: (a) tejido crudo y (b) tejido acondicionado | 28 |
| Figura 4. Tiempo de inmersión del tejido de fique en la suspensión de humo de sílice durante 30 y 10 min | 30 |
| Figura 5. Curado en seco y con tratamiento hidrotérmico o “boiling” para los tejidos de fique inmovilizados con humo de sílice | 31 |
| Figura 6. Tiempo de enjuague ultrasónico del tejido de fique luego de la inmersión en suspensión de humo de sílice durante 30 y 15 min | 33 |
| Figura 7. Concentración de la suspensión acuosa de humo de sílice al 17% y 5% p/p | 34 |
| Figura 8. Condiciones de secado para el tejido inmovilizado con humo de sílice a: T= 100 °C, t= 60 min y T= 60 °C, t= 960 min | 36 |
| Figura 9. Cambio de orden de etapas para la inmovilización de humo de sílice sobre tejidos de fique usando curado en seco y tratamiento hidrotérmico (“Boiling”) | 37 |
| Figura 10. Orden de etapas para la inmovilización de humo de sílice sobre tejidos de fique usando curado en seco | 37 |
| Figura 11. Orden de etapas para la inmovilización de humo de sílice sobre tejidos de fique usando tratamiento hidrotérmico (“Boiling”) | 37 |
| Figura 12. Diagrama del protocolo para la inmovilización de partículas de humo de sílice en tejidos de fique por el método de inmersión discontinuo | 39 |
| Figura 13. Imágenes SEM de fibras inmovilizadas con partículas de humo de sílice a diferentes magnificaciones: a) 100 µm; b) 20 µm y c) 3 µm | 40 |

| | |
|--|----|
| Figura 14. Medición del espectro ATR-IR de:(a) tejido modificado curado en seco (5% p/p); y (b) tejido acondicionado | 42 |
| Figura 15. Termogramas para el tejido de fique crudo y el tejido de fique inmovilizado con humo de sílice con el protocolo establecido | 44 |

LISTA DE ANEXOS

| | Pág. |
|---|-------------|
| ANEXO A. ESTRUCTURA DE LAS FIBRAS DE FIQUE | 54 |
| ANEXO B. DISPERSIÓN DE LUZ DINÁMICA (DLS) Y MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM) PARA LA SUSPENSIÓN DE HUMO DE SÍLICE | 57 |
| ANEXO C. CÁLCULOS MATEMÁTICOS PARA LAS CONCENTRACIONES DE LA SUSPENSIÓN DE HUMO DE SÍLICE | 58 |
| ANEXO D. CANTIDAD DE NANOPARTÍCULAS IDEALES QUE ADMITE UN TEJIDO DE FIQUE | 59 |
| ANEXO E. MICROANÁLISIS EDS DE TEJIDOS DE FIQUE INMOVILIZADOS CON HUMO DE SÍLICE | 64 |
| ANEXO F. TEJIDO DE FIQUE Y HUMO DE SÍLICE DENSIFICADO | 66 |

RESUMEN

TÍTULO: DISEÑO DEL PROTOCOLO PARA LA INMOVILIZACIÓN DE PARTÍCULAS DE HUMO DE SÍLICE SOBRE TEJIDOS DE FIQUE MEDIANTE EL MÉTODO DE INMERSIÓN. *

AUTORES: MARYORI GARZÓN SANTAMARIA
LAURA MARCELA RUIZ RUIZ**

PALABRAS CLAVES: Materiales compuestos, Humo de sílice, SiO₂ inmovilizado, Fibras de fique, Método de inmersión.

DESCRIPCIÓN

El desarrollo de materiales compuestos ha propiciado la búsqueda de materiales alternativos con alto desempeño y bajo impacto medioambiental, haciendo necesario definir condiciones que favorezcan la interfase matriz-agregado, mejorando el comportamiento de las propiedades en la aplicación que se requiera. En esta investigación se desarrolló un protocolo para la inmovilización de partículas de humo de sílice sobre tejidos de fique (de dimensiones 10x16 cm y entramado 27-20) por el método de inmersión. La influencia de variables como tiempo de inmersión, tipo de curado, tiempo de enjuague ultrasónico, concentración de la suspensión, condiciones de secado y orden de etapas se evaluó en términos de la cantidad de partículas inmovilizadas sobre el tejido. Anterior a la inmovilización se acondicionaron los tejidos y se preparó la suspensión acuosa de humo de sílice caracterizada por dispersión de luz dinámica (DLS). Se estipuló el protocolo de inmovilización con las condiciones que favorecen la mayor inmovilización de partículas sobre el tejido y se caracterizó la modificación superficial de los tejidos mediante espectroscopia de infrarrojo (IR-ATR) y microscopia electrónica de barrido (SEM), así como también se evaluó la degradación térmica por medio de un análisis termogravimétrico (TGA). Con el acondicionamiento se consigue una reducción de lignina y hemicelulosa, componentes propios de las fibras. Con el protocolo establecido se obtiene una modificación superficial de los tejidos, presentando un recubrimiento total del tejido con formación de enlaces celulosa-SiO₂; no obstante, se observa la presencia de clústers de SiO₂ lo cual podría afectar la calidad del material compuesto. Por otro lado, se logra una temperatura de degradación 10°C mayor para el tejido modificado en comparación con el tejido crudo.

* Proyecto de Grado. Modalidad investigación

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Centro de investigaciones en catálisis. Directora: Luz Marina Ballesteros Rueda. Ingeniera química, M Sc., Ph.D. Codirector: Germán Adolfo Díaz Ramírez, Diseñador Industrial, M Sc.

ABSTRACT

TITLE: DESIGN OF THE PROTOCOL FOR THE IMMOBILIZATION OF SILICA FUME PARTICLES ON WEAVE OF FIQUE THROUGH IMMERSION METHOD.*

AUTHORS: MARYORI GARZÓN SANTAMARIA
LAURA MARCELA RUIZ RUIZ**

KEYWORDS: Composite materials, Silica fume, Immobilized SiO₂, Fibers of fique, Immersion method.

DESCRIPTION

The development of composite materials has led to the search for alternative materials with high performance and low environmental impact, making it necessary to define the characteristics that favor the matrix-aggregate interface, improving the behavior of the properties in the application that is required. In this research, a protocol was used for the immobilization of silica fume particles on sisal tissues (10x16 cm and framework 27-20) by the immersion method. The influence of variables such as the immersion time, the type of curing, the ultrasonic rinsing time, the concentration of the suspension, the drying conditions and the order of the stages are evaluated in terms of the amount of particles immobilized on the tissue. Prior to the immobilization, the tissues were conditioned and the aqueous suspension of silica characterized by dynamic light scattering (DLS) was prepared. The immobilization protocol was stipulated with the conditions that favor the greater immobilization of particles on the tissue and the surface modification of the tissues was characterized by infrared spectroscopy (IR-ATR) and scanning electron microscopy (SEM), as well as evaluated the thermal degradation by means of a thermogravimetric analysis (TGA). With the conditioning, a reduction of lignin and hemicellulose, components of the fibers, is achieved. With the established protocol, a superficial modification of the tissues can be obtained, presenting a total covering of the tissue with formation of cellulose-SiO₂ bonds; however, the presence of SiO₂ clusters that can affect the quality of the composite material is observed. On the other hand, a higher degradation temperature of 10 ° C was achieved for the modified tissue compared to the raw tissue.

* Degree Project, Researching modality

** Physical and Chemical Engineering Faculty, Chemical Engineering School.

Advisor: Luz Marina Ballesteros Rueda. Chemical Engineer, Ph.D. Codirectors: Germán Adolfo Díaz Ramírez, Industrial Designer, M Sc

INTRODUCCIÓN

El creciente desarrollo de materiales compuestos en aplicaciones estructurales donde se requieren características de alta resistencia y bajo peso, favorece el uso de fibras sintéticas, por su fácil procesamiento y alta resistencia mecánica. Sin embargo, uno de los problemas más importantes de estas fibras, es la liberación de dióxido de carbono, siendo éste el principal responsable del efecto invernadero¹. No obstante, la preocupación por la sostenibilidad y el cambio climático, así como la necesidad de materiales de alto desempeño, están motivando la búsqueda de fibras alternativas para ser empleadas como refuerzo en materiales compuestos de matriz polimérica². Sectores como el de la construcción, envasado y automotriz han estimulado una aceptación de las fibras naturales en aplicaciones técnicas.

Las fibras naturales (yute, fique, algodón, lino, cáñamo, etc.) son una alternativa viable para el desarrollo de dichos materiales compuestos, ya que provienen de recursos renovables que en ocasiones no se aprovechan considerándolas desechos, lo cual facilita su disponibilidad, presentan un bajo costo, baja densidad, son biodegradables y no presentan efectos abrasivos como algunas fibras sintéticas como las de vidrio ³⁴. A pesar de ello, la principal desventaja de las

¹ MUÑOZ VELEZ, Mario Fernando; SALAZAR HIDALGO, Miguel Angel y MINA HERNANDEZ, Jose Hermisul. Fibras de fique una alternativa para el reforzamiento de plásticos. Influencia de la modificación superficial. [Base de datos en línea]. Julio - Diciembre 2014. Revista Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial, 12(2), 60-70. (Recuperado en 11 marzo 2017). Disponible en <http://www.scielo.org.co/pdf/bsaa/v12n2/v12n2a07.pdf>

² SUAREZ CASTAÑEDA, Jose Luis, *et al.* Fibras vegetales colombianas como refuerzo en compuestos de matriz polimérica. [Base de datos en línea]. Noviembre 23 de 2016. Revista Tecnura, 21(51), 57-66. (Recuperado en 22 julio 2017). Disponible en <http://revistas.udistrital.edu.co/ojs/index.php/Tecnura/article/view/10312>

³ NAVARRO GARCÍA, Osvaldo Alfonso y RAMÍREZ ZAMBRANO, Andrés David. Evaluación de las propiedades mecánicas de un material compuesto reforzado con fibra de fique y fibra de vidrio en una matriz de resina epóxica. Tesis de pregrado en Ingeniería Mecánica. Barranquilla: Universidad Autónoma del Caribe. Facultad de Ingeniería, 2014, 120p.

⁴ VELÁSQUEZ RESTREPO, Sandra Milena; PELAÉZ ARROYAVE, Gabriel Jaime y GIRALDO VÁSQUEZ, Diego Hernán. Uso de fibras vegetales en materiales compuestos de matriz polimérica: una revisión con miras a su aplicación en el diseño de nuevos productos. [Base de datos en línea].

fibras naturales son la baja sinergia de éstas con matrices poliméricas y la alta absorción de humedad, planteando la necesidad de su modificación superficial, por ejemplo con partículas inorgánicas, que garanticen una mejor interacción con la matriz y a su vez mejoren las propiedades (físicas, químicas o mecánicas) del material compuesto que se desea obtener.

El humo de sílice es una opción factible en el reforzamiento de estructuras por sus propiedades físicas y mecánicas; es un subproducto inorgánico que se origina de la reducción del cuarzo con carbón, durante los procesos de obtención de silicio metálico y ferrosilicio. El humo de sílice está formado por partículas esféricas de SiO₂ amorfo en un porcentaje de 85 a 98%⁵. Este compuesto es utilizado como aditivo para concretos debido a su tamaño submicrométrico, ya que permite una mayor oclusión de los poros en la mezcla y así mejora la interfaz matriz-agregado, ofreciendo de esta manera un producto más estable, resistente y duradero⁶ Su aprovechamiento es oportuno, ya que se producen aproximadamente 19014 toneladas (t) al año, de las cuales 10000 t son utilizadas como adición en morteros de cemento o en el concreto y el resto se convierten en residuos generando inconvenientes económicos y medioambientales⁷. A partir de esto, han proliferado investigaciones en torno al empleo del humo de sílice como agente mediador para

Marzo 02 de 2016. Repositorio Institucional del Sena, 77-86. (Recuperado 15 julio 2017). Disponible en <http://repositorio.sena.edu.co/handle/11404/3249>

⁵ CENTRO DE ESTUDIOS Y EXPERIMENTACIÓN DE OBRAS PÚBLICAS. Ficha Técnica: Humo de Sílice. [En línea]. España: Ministerio de Agricultura y Pesca, Alimentación y Medio Ambiente, 2007. (Recuperado 27 marzo 2017). Disponible en <http://www.cedex.es/NR/rdonlyres/08063BEF-1B3B-4B7E-92A5-668337F52FD6/119859/HUMODESILICE.pdf>

⁶ INSTITUTO MEXICANO DEL CEMENTO Y DEL CONCRETO. El humo de sílice como adición al concreto estructural. [Base de datos en línea]. Septiembre de 2011. Revista Construcción y tecnología en concreto, 1(06). (Recuperado 13 agosto 2017). Disponible en <http://www.imcyc.com/revistacyt/sep11/artingenieria.html>

⁷ CENTRO DE ESTUDIOS Y EXPERIMENTACIÓN DE OBRAS PÚBLICAS. Ficha Técnica: Humo de Sílice. [En línea]. España: Ministerio de Agricultura y Pesca, Alimentación y Medio Ambiente, 2007. (Recuperado 27 marzo 2017). Disponible en <http://www.cedex.es/NR/rdonlyres/08063BEF-1B3B-4B7E-92A5-668337F52FD6/119859/HUMODESILICE.pdf>

mejorar propiedades mecánicas y térmicas, y disminuir la capacidad higroscópica de fibras naturales⁸.

Entre las fibras naturales se resalta el fique, una de las fibras con mayor producción en Colombia; éste se cultiva en departamentos como: Nariño, Cauca, Antioquia, Santander, Guajira y Risaralda, siendo estos los mayores productores del país y representando el 99% de la producción nacional⁹La planta de fique es de tallo erguido, con una altura que varía entre 2 y 7 metros, poblada de hojas de color verde en forma radial, puntiagudas y dentado espinoso, poseen gran cantidad de raíces que se expande profundamente haciéndola una planta antierosiva; plantas con más de 50 años de edad pueden ser encontradas, pero su periodo típico de vida varía entre 10 y 20 años ¹⁰(Ver anexo A).

La fibra extraída constituye un 4 % máximo del peso total de la hoja y establece la estructura de las paredes celulares. La fibra está compuesta por celulosa, hemicelulosa y algunas impurezas como pigmentos y lignina (Ver anexo A). Para mejorar su comportamiento con materiales inorgánicos es necesario retirar la mayor cantidad de hemicelulosa y lignina y así dejar expuestos los grupos funcionales de la celulosa.

El fique se utiliza para la elaboración de sogas, textiles y empaques, además de su práctica artesanal. Recientemente, investigaciones han demostrado que la modificación superficial de las fibras de fique con tratamientos químicos, altera

⁸ RAABE, Joabel, *et al.* Evaluation of reaction factors for deposition of silica (SiO₂) nanoparticles on cellulose fibers. [Base de datos en línea]. Agosto 27 de 2014. Revista Carbohydrate Polymers, 114 (2014), 424–431. (Recuperado 03 agosto 2017). Disponible en <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014486171400811X>

⁹ COMMITTEE ON COMMODITY PROBLEMS. Reunión conjunta del grupo intergubernamental sobre fibras duras en su 38.^a reunión y el grupo intergubernamental sobre el yute, el kenaf y fibras afines en su 40.^a reunión. Bogotá: Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura, 2015.

¹⁰ COMITES TECNICO Y DIRECTIVO NACIONALES Y REGIONALES DE CADEFIQUE. Guía ambiental del subsector fiquero. Ministerio de ambiente, vivienda y desarrollo territorial ministerio de agricultura y desarrollo rural. Bogotá D.C.: Panamericana Formas e Impresos S.A., 2006. p.6. (Cambio y Forma. Serie práctica). ISBN 958-97785-3-4

propiedades físicas, mecánicas y térmicas haciéndolas susceptibles de ser utilizadas como refuerzo de matrices de naturaleza polimérica^{11 12 13}. Para ello, se han utilizado diversos tipos de partículas inorgánicas incluyendo metales (Al, Fe, Au y Ag), óxidos metálicos (ZnO, Al₂O₃, CaCO₃ y TiO₂), óxidos no metálicos (SiO₂) y otros (SiC).¹⁴ La deposición de estas partículas en fibras naturales se lleva a cabo por procesos como sol-gel, síntesis in situ, ensamblaje electrostático e inmersión, entre otros. La inmersión es una de las técnicas menos costosas y más sencillas de recubrimiento, en donde el sustrato se sumerge en la solución precursora, agitada a una velocidad constante, seguida de un cierto tiempo de permanencia para dar paso a la interacción del sustrato con la solución de recubrimiento, luego se retira el sustrato, arrastrando una capa delgada de solución precursora o depósito de película, para dar paso a retirar el exceso de líquido como se muestra en la Figura 1¹⁵. En la actualidad se encuentran reportadas diferentes inmobilizaciones de TiO₂ en fibras textiles y de polyester usando el método de inmersión, obteniendo buenos resultados de acoplamiento¹⁶

¹¹ MUÑOZ VELEZ, Mario Fernando; SALAZAR HIDALGO, Miguel Angel y MINA HERNANDEZ, Jose Herminsul. Fibras de fique una alternativa para el reforzamiento de plásticos. Influencia de la modificación superficial. [Base de datos en línea]. Julio - Diciembre 2014. Revista Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial, 12(2), 60-70. (Recuperado en 11 marzo 2017). Disponible en <http://www.scielo.org.co/pdf/bsaa/v12n2/v12n2a07.pdf>

¹² RAABE, Joabel, *et al.* Evaluation of reaction factors for deposition of silica (SiO₂) nanoparticles on cellulose fibers. [Base de datos en línea]. Agosto 27 de 2014. Revista Carbohydrate Polymers, 114 (2014), 424–431. (Recuperado 03 agosto 2017). Disponible en <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014486171400811X>

¹³ GOMEZ P., Jose Antonio. Diseño de un material compuesto con fibra natural para sustituir la utilización de la fibra de vidrio. Tesis de pregrado en Ingeniería de Diseño de Producto. Medellín: Universidad EAFIT. Departamento de ingeniería de diseño de producto, 2009, 67p

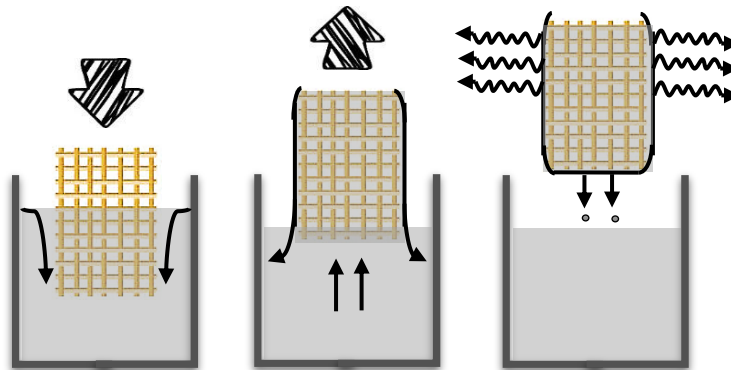
¹⁴ KANGO, Sarita, *et al.* Surface modification of inorganic nanoparticles for development of organic-inorganic nanocomposites. [Base de datos en línea]. Marzo 07 de 2013. Revista Progress in Polymer Science, 38 (2013), 1232–1261. (Recuperado 03 agosto 2017). Disponible en <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079670013000105?via%3Dihub>

¹⁵ BRINKER, C. Jeffrey. Dip Coating. [En línea]. Brinker Group: Nanostructures research. Albuquerque: The University of New Mexico. 2013. (Recuperado 05 agosto 2017). Disponible en <https://www.unm.edu/~solgel/PublicationsPDF/2013/BrinkerDipCoating2013.pdf>

¹⁶ CAMARGO HOLGUÍN, Andrea Stephanie y ORÓSTEGUI CALDERÓN, Daniel Fernando. Fotodesinfección de agua contaminada mediante TiO₂ inmobilizado sobre fibras textiles en un reactor CPC. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas, 2017, 37 p

17. A pesar de ello, no se ha reportado la deposición de partículas de humo de sílice en tejidos duros celulósicos como el fique, por lo que implementar condiciones empleadas para otros materiales con propiedades similares a éstos, no asegura una eficacia en la inmovilización de estas partículas en dicho material.

Figura 1. Esquema de la inmovilización de partículas por el método de inmersión



Debido a la importancia de analizar el efecto de la modificación superficial del fique junto con el humo de sílice para ser considerado como refuerzo de materiales compuestos, el presente proyecto tuvo como propósito desarrollar un protocolo para la inmovilización de partículas de humo de sílice sobre tejidos de fique por el método de inmersión en suspensión acuosa con los siguientes objetivos específicos:

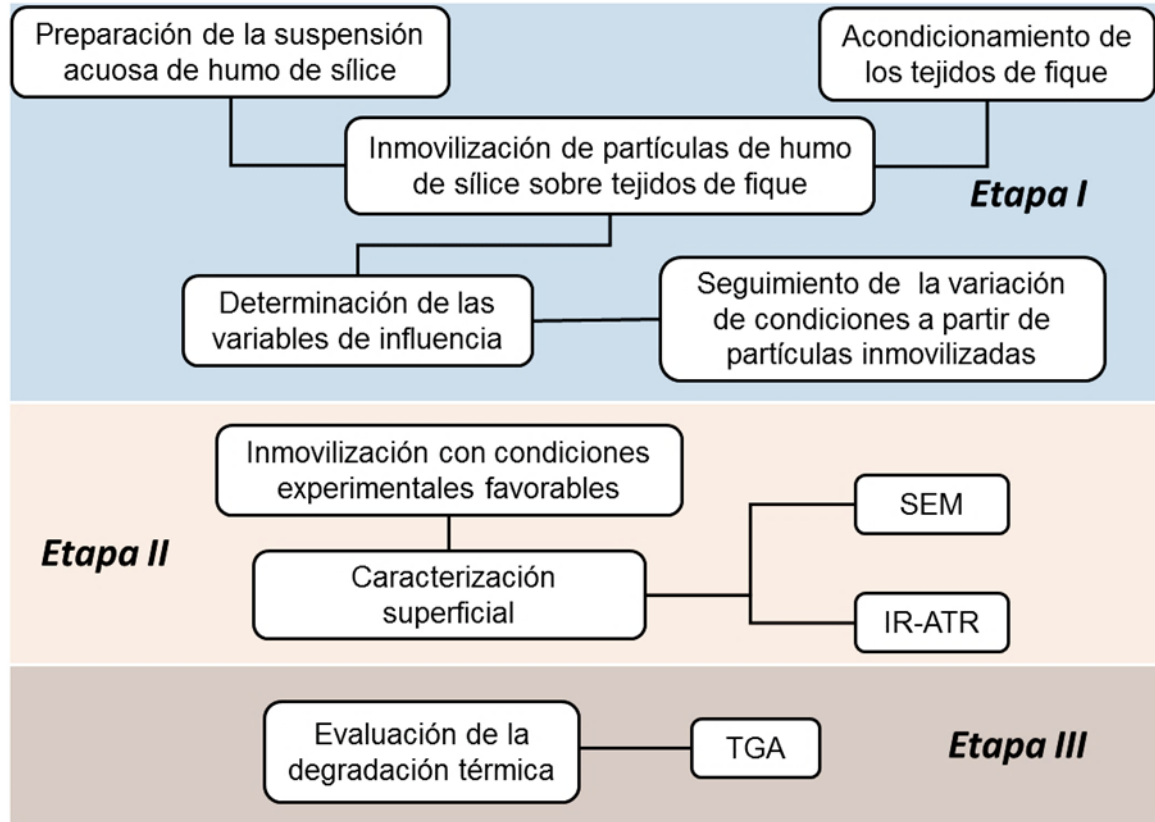
- Determinar la influencia de las variables establecidas en el proceso a partir de la cantidad de partículas de humo de sílice inmovilizadas sobre el tejido de fique.

¹⁷ MEJIA, M.I. et al. Preparation, testing and performance of a TiO₂/polyester photocatalyst for the degradation of gaseous metanol [Base de datos en línea]. Noviembre 11 de 2009. Applied Catalysis B: Environmental, 94 (2010), 166–172. (Recuperado en 19 agosto 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2009.11.005>

- Inmovilizar partículas de humo de sílice sobre tejidos de fique por el método de inmersión basado en las condiciones experimentales fijadas en el objetivo anterior.
- Evaluar el efecto de la modificación de los tejidos de fique en términos de la degradación térmica con base en un análisis termo gravimétrico.

1. DESCRIPCIÓN METODOLÓGICA

Figura 2. Esquema metodológico empleado durante el proyecto



El trabajo de investigación se divide en 3 etapas metodológicas. La primera etapa consistió en la preparación y caracterización previa de la suspensión acuosa y los tejidos de fique para su implementación en la inmovilización de partículas de humo de sílice sobre tejidos de fique. La inmovilización se realizó a diferentes condiciones, determinando la ganancia en peso, principal parámetro para establecer la deposición de partículas sobre el tejido, y con ello determinar las variables de mayor influencia. En la segunda etapa se llevó a cabo la inmovilización del SiO₂ a las condiciones experimentales establecidas en la etapa anterior que favorecen la mayor cantidad de SiO₂ depositado sobre las fibras. Además, se realizó una caracterización del tejido mediante espectroscopía infrarroja (IR) para comprobar la presencia de SiO₂ sobre los tejidos, así como la

interacción entre estos dos; por otra parte, se llevó a cabo microscopía electrónica de barrido (SEM) para observar la distribución espacial de partículas sobre el tejido. En la tercera y última etapa se evaluó el efecto de la modificación superficial determinando la resistencia a la degradación de los tejidos modificados mediante análisis termogravimétrico.

1.1 MATERIALES

Se tomaron tejidos planos de fique con un área de 10x16 (cm), estos fueron elaborados con una densidad de urdimbre* de 27 hilos/decímetro y una densidad de trama** de 20 hilos/decímetro. Los textiles fueron suministrados por la empresa Coohilados del Fonce Ltda. de San Gil, Santander, Colombia. El humo de sílice fue facilitado por Ferroven S.A (Bolívar, Venezuela) en estado densificado. Los tejidos se acondicionaron con un baño ultrasónico usando agente de lavado neutro no iónico DETERSOFT suministrado por INDUSQUIM SAS. La suspensión para la inmovilización, enjuagues y tratamientos hidrotérmicos (boiling) se realizaron con H₂O desionizada (18,20 Ω) (Var anexo F).

1.2 PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LA SUSPENSIÓN ACUOSA DE HUMO DE SÍLICE

Se preparó una suspensión de humo de sílice en agua desionizada (1 L) a una concentración de 17 y 5% p/p asistida por ultrasonido, utilizando un procesador Vibracell con una potencia de 500 W aplicado a una frecuencia de 20 kHz por un tiempo de 20 minutos, pulso 1:1, a un rango de amplitud de 75% y sonda de diámetro 12,70 mm. La suspensión se mantuvo sobre un baño de hielo para evitar el aumento de temperatura durante la sonicación (SP 40°C).

* Conjunto de hilos colocados en paralelo y a lo largo en el telar para pasar por ellos la trama y formar un tejido.

** Conjunto de hilos que, cruzados con los de la urdimbre, forman una tela.

Caracterización de la suspensión

Con objeto de determinar la distribución de tamaños de partículas en la dispersión acuosa de humo de sílice se realizó una prueba de dispersión de luz dinámica (DLS) utilizando un Zetasizer Nano ZS de Malvern Instruments. El tamaño de partícula se analizó utilizando una suspensión diluida de partículas en agua desionizada. La absorbancia de la suspensión de humo de sílice, parámetro que requiere el equipo, fue establecido mediante un espectro UV-Vis a una longitud de onda de 632 nm.

1.3 ACONDICIONAMIENTO DE LOS TEJIDOS

A los tejidos de fique se les elaboró un fileteado con sesgo o borde textil para evitar pérdidas del tejido. Una vez preparados se sometieron a limpieza asistida por ultrasonido utilizando un baño ultrasónico (LC-ULTRASONICS ELMA 3OH) dentro del cual se sumergieron durante 30 min en agente de lavado no iónico acuoso al 0,05% p/p; posterior a eso se realizó un enjuague, nuevamente asistido por ultrasonido, por 30 min para retirar el agente de lavado. Todo esto, con el fin de retirar impurezas y reducir el contenido de hemicelulosa y lignina presentes en las fibras vegetales. Finalmente se secaron en un horno (Thermo Fisher Scientific, Nicolet iS50) a 100°C durante 60 min, con el fin de retirar la humedad del tejido. Los grupo funcionales presentes después del acondicionamiento se evaluaron mediante una espectroscopia IR.

1.4 INMOVILIZACIÓN DE PARTÍCULAS DE HUMO DE SÍLICE

La inmovilización se realizó partiendo del procedimiento reportado por Camargo y Oróstegui, 2017¹⁸ para un proceso discontinuo, quienes inmovilizaron

¹⁸ CAMARGO HOLGUÍN, Andrea Stephanie y ORÓSTEGUI CALDERÓN, Daniel Fernando. Fotodesinfección de agua contaminada mediante TiO₂ inmovilizado sobre fibras textiles en un

nanopartículas de TiO_2 sobre fibras textiles. En la primera etapa, el tejido acondicionado previamente fue sumergido en la suspensión acuosa de humo de sílice con agitación constante para evitar sedimentación, a temperatura ambiente y por un tiempo determinado. Una vez culminó el tiempo de inmersión, el tejido fue retirado y dejado en reposo durante 10 min, permitiendo escurrir el exceso de líquido. Posteriormente fue sumergido en enjuague ultrasónico por un tiempo específico para remover las partículas no fijadas. Luego, el tejido fue llevado a un horno a un tiempo y temperatura a fin de retirar la humedad, sin que se vieran alteradas las propiedades del tejido. Para originar una interacción más fuerte tejido- SiO_2 se llevó a cabo un curado o choque térmico, para el cual se evaluaron dos métodos: en primer lugar, curado en seco, que se llevó a cabo en un horno precalentado a 120°C por un tiempo de 10 min ¹⁹; en segundo lugar, un tratamiento hidrotérmico (Boiling), que consistió en introducir el tejido en agua a 100°C por un tiempo de 30 minutos. Una vez terminado cada ciclo, se realizaron 3 mediciones del peso del tejido en una balanza digital (legibilidad de 0,0001 g). Por último, los procesos descritos, se repitieron para un total de 5 ciclos con el fin garantizar el mayor número de partículas de humo de sílice inmovilizadas sobre los tejidos de fique.

En las Tablas 1 y 2 se resumen los valores de los parámetros experimentales que fueron modificados, tales como: tiempo de inmersión, tipo de curado, tiempo de enjuague, concentración de la suspensión de SiO_2 , condiciones de secado, así como el orden de las etapas; lo anterior, con el objeto de valorar el efecto de las variaciones en el proceso sobre la cantidad de partículas inmovilizadas. Terminado esto, se comenzó con la variación en el tiempo de inmersión, evaluando la ganancia en peso del tejido debido a las partículas depositadas en 5

reactor CPC. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, 2017, 37 p.

¹⁹ CAMARGO HOLGUÍN, Andrea Stephanie y ORÓSTEGUI CALDERÓN, Daniel Fernando. Fotodesinfección de agua contaminada mediante TiO_2 inmovilizado sobre fibras textiles en un reactor CPC. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, 2017, 37 p.

ciclos del proceso. La condición con mayor ganancia en peso fue fijada en la siguiente prueba, y así sucesivamente con las demás, logrando así definir el protocolo más adecuado para la inmovilización de partículas de SiO₂ sobre tejidos de fique.

Tabla 1. Variables estudiadas durante el proceso de inmovilización

| Tiempo de inmersión [min] | Tipo de curado | Tiempo de enjuague ultrasónico [min] | Concentración de la suspensión de SiO ₂ [% p/p] | Condiciones de secado |
|---------------------------|----------------|--------------------------------------|--|-----------------------|
| 30 | Seco | 30 | 17 | T:100°C, |
| 10 | Boiling | 15 | 5 | t:1hT:60°C, t:16 h |

Tabla 2. Tipos de curado para el tejido con las variaciones de etapas.

| | ORDEN DE ETAPAS | |
|---|--|--|
| Curado en seco | Inmersión Enjuague Secado Curado | Inmersión Secado Curado Enjuague Secado |
| Tratamiento hidrotérmico “Boiling” | Inmersión Enjuague Boiling Curado | Inmersión Secado Boiling Enjuague Secado |

1.5 INMOVILIZACIÓN DE PARTICULAS DE HUMO DE SÍLICE SOBRE TEJIDOS DE FIQUE POR EL MÉTODO DE INMERSIÓN CON LAS CONDICIONES FAVORABLES

Se realizó el protocolo de inmovilización usando las condiciones más favorables para el proceso obtenidas en la primera etapa de este proyecto de investigación.

Mediante una caracterización superficial se evaluó la distribución de las partículas de humo de sílice a lo largo del tejido y la interacción partícula-tejido.

1.5.1 Caracterización superficial

1.5.1.1 Espectroscopía Infrarrojo de Transformada de Fourier con Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR). La toma de los espectros infrarrojos de los tejidos crudos, acondicionados y modificados superficialmente, se realizó con el Espectrómetro Infrarrojo de Transformada de Fourier con un sistema de Reflectancia Total Atenuada FTIR-ATR Marca Thermo Fisher Scientific iS50, para la identificación de grupos funcionales. El tejido no requirió una preparación previa para la toma del espectro; se colocó entre el cristal de diamante del espectrómetro y la torre giratoria de presión. Los datos se tomaron en un rango de 400 a 4000 cm^{-1} en modo absorbancia.

1.5.1.2 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). Las Microscopías Electrónicas de Barrido SEM se tomaron usando un equipo QUANTA FEG 650 (FEI) con detector LFD (Large Field Detector), a 20 Kv, equipado con un analizador de energía dispersiva (EDS). La preparación de las fibras para los análisis SEM requirió un recubrimiento en oro.

1.6 EVALUACIÓN DE LA DEGRADACIÓN TÉRMICA DEL TEJIDO INMOVILIZADO

Las fibras crudas y modificadas con las condiciones que favorecieron la inmovilización se sometieron a un análisis termogravimétrico para evaluar la resistencia a la degradación térmica del tejido modificado. Para ello se utilizó un equipo TGA Q500 de TA instrument con un flujo de aire a 60 [ml/min]. La prueba se ejecutó a una velocidad de calentamiento de 10°C/min, en un intervalo de

temperaturas entre 25 a 600°C. Las muestras analizadas tenían un peso promedio de 11 [mg].

2. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

2.1 SUSPENSIÓN ACUOSA DE HUMO DE SÍLICE

Para dispersar las partículas que se encuentran en estado densificado, se utilizan mecanismos como la molienda o la sonicación, pero el primero posee desventajas como contaminar el material y desgastar la superficie por cizallamiento del material fracturado. En cambio, la dispersión asistida por ultrasonido, basada en la agitación mecánica de los efectos de cavitación causados por la entrada de ondas de ultrasonido en líquidos, supera las fuerzas de unión entre partículas, disminuyendo así la viscosidad de la suspensión haciéndola homogénea y estable. Por esto, se aplicó un proceso de sonicación, basados en Chatterjee y Islam (2008)²⁰, mediante el cual se consiguió la desaglomeración de las partículas más grandes de humo de sílice. Para determinar el tamaño de partícula de humo de sílice en la suspensión acuosa, se utilizó la técnica de dispersión de luz dinámica (DLS) (Ver anexo B); en donde, por la distribución de tamaño de partículas se obtuvo una distribución unimodal, con un diámetro promedio de las partículas de $301,20 \pm 99,61$ (nm); el equipo realizó 3 pruebas a la dispersión, arrojando diámetros promedio similares en cada una, por lo que se puede decir que los resultados son estables.

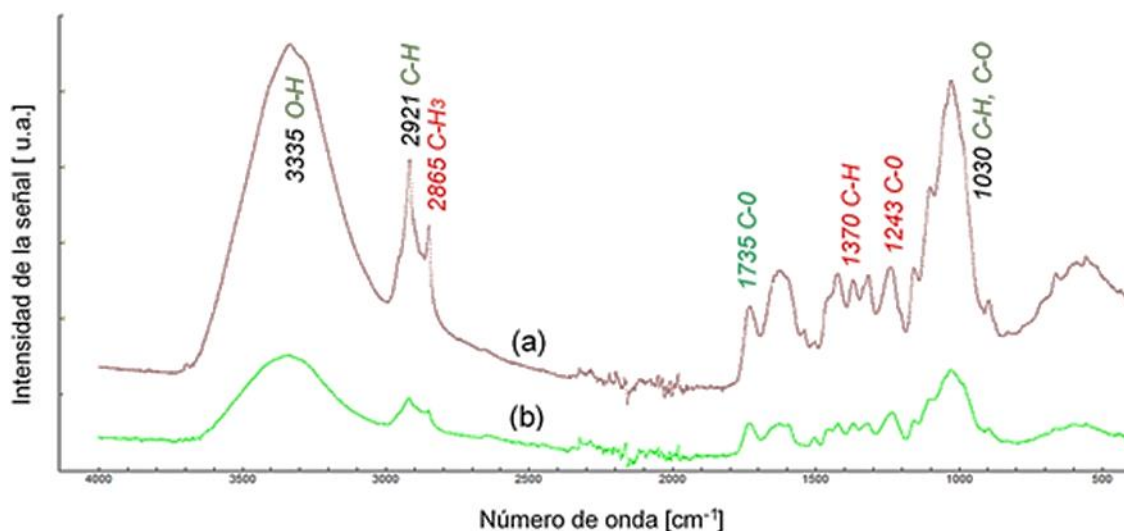
Los resultados obtenidos por DLS para las partículas de humo de sílice ($301,20 \pm 99,61$ nm) fueron corroborados por microscopía electrónica de barrido (SEM) (Ver anexo B), donde la distribución de tamaños por esta técnica fue muy similar, encontrando diámetros entre 100 (nm) y 1000 (nm), al igual que algunos diámetros cercanos a estos valores límites, como el de 78, 31 (nm), confirmando un tamaño promedio de partículas submicrométricas en la muestra.

²⁰ CHATTERJEE, Amit y ISLAM, Muhammad S. Fabrication and characterization of TiO₂-epoxy nanocomposite [Base de datos en línea]. Noviembre 15 de 2007. *Materials Science and Engineering*, 487 (08), 574-585. (Recuperado en 10 septiembre de 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.11.052>

2.2 ACONDICIONAMIENTO DE TEJIDOS DE FIQUE

Basados en el acondicionamiento de tejidos por Fankin et al. (2014)²¹, los tejidos de fique fueron acondicionados con un agente no iónico y luego un lavado con abundante agua desionizada asistido por ultrasonido, esto con el fin de retirar el alto contenido de impurezas, como pigmentos vegetales y residuos sólidos orgánicos e inorgánicos, eliminando sustancias como el carbonato de calcio y la lignina²², buscando dejar expuesta la celulosa con sus enlaces -OH y así poder formar enlaces con el humo de sílice.

Figura 3. Medición del espectro ATR-IR de: (a) tejido crudo y (b) tejido acondicionado*



²¹ FAKIN, Darinka et al. Effects of nanoTiO₂-SiO₂ on the hydrophilicity/dyeability of polyester fabric and photostability of disperse dyes under UV irradiation [Base de datos en línea]. Agosto 25 de 2014. Surface and Coatings Technology, 253 (14), 185-193. (Recuperado 15 de septiembre 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.05.035>

²² OVALLE SERRANO, Sergio A.; TIRADO, Cristian Blanco y COMBARIZA, Marianny. Síntesis in situ de nanopartículas de plata sobre fibras de fique. En: Revista Colombia Química. Abril, 2013, 42 (1), 30-37.

* u.a.=Unidades de Absorbancia

En la Figura 3 se puede apreciar la disminución en las vibraciones de las bandas 3335 cm^{-1} , característica de las vibraciones de los grupos -OH, y 2921 cm^{-1} la cual está relacionada con el estiramiento de enlaces C-H de grupos metilo; ambas vibraciones presentes tanto en la celulosa, como en la hemicelulosa y lignina. También se puede apreciar que hay una reducción de las bandas a 2865 , 1370 y 1243 cm^{-1} atribuidas a los enlaces -CH₃, C-H y C-O presentes en la lignina, al igual que la banda a 1735 cm^{-1} que se asocia a la presencia de grupos carbonilo en la fibra, provenientes de la hemicelulosa y las pectinas, tal y como lo observaron Muñoz et al. (2014)²³. Lo anterior refleja que superficialmente se generó una remoción de estos componentes antes de la inmovilización, sin embargo, no fue una remoción total pues aún se logran ver vibraciones de las bandas correspondientes a la lignina y hemicelulosa.

2.3 DETERMINACIÓN DE VARIABLES

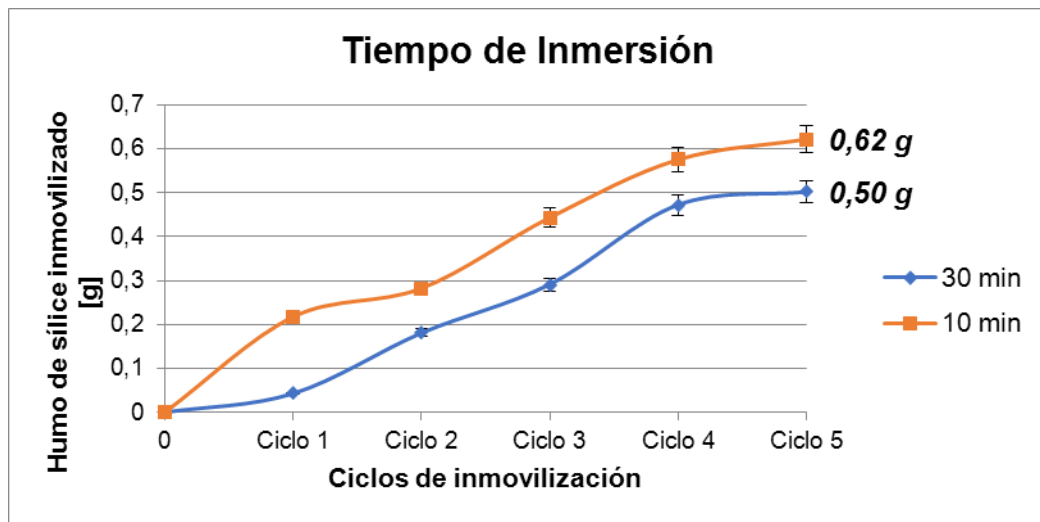
2.3.1 Tiempo de inmersión. En la Figura 4 se puede apreciar que una mayor cantidad de humo de sílice inmovilizado con tiempos de inmersión de 10 min/ciclo, manteniendo constantes los demás parámetros de inmovilización: concentración de la dispersión (17% p/p), tiempo enjuague (30 min), condiciones de secado (T: 100°C, t: 60 min), condiciones de curado (curado en seco) y número de ciclos (5). Lo anterior puede deberse a que a un mayor tiempo de exposición del tejido con las partículas de humo de sílice en dispersión, aumenta el tamaño de los agregados de partículas interfiriendo en la adecuada fijación de las partículas sobre el tejido, tal y como lo especificaron Mejía et al. 2010²⁴; sin embargo, los

²³ MUÑOZ VELEZ, Mario Fernando; SALAZAR HIDALGO, Miguel Angel y MINA HERNANDEZ, Jose Hermínsul. Fibras de fique una alternativa para el reforzamiento de plásticos. Influencia de la modificación superficial. [Base de datos en línea]. Julio - Diciembre 2014. Revista Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial, 12(2), 60-70. (Recuperado en 11 marzo 2017). Disponible en <http://www.scielo.org.co/pdf/bsaa/v12n2/v12n2a07.pdf>

²⁴ MEJIA, M.I. et al. Preparation, testing and performance of a TiO₂/polyester photocatalyst for the degradation of gaseous metanol [Base de datos en línea]. Noviembre 11 de 2009. Applied Catalysis B: Environmental, 94 (2010), 166–172. (Recuperado en 19 agosto 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2009.11.005>

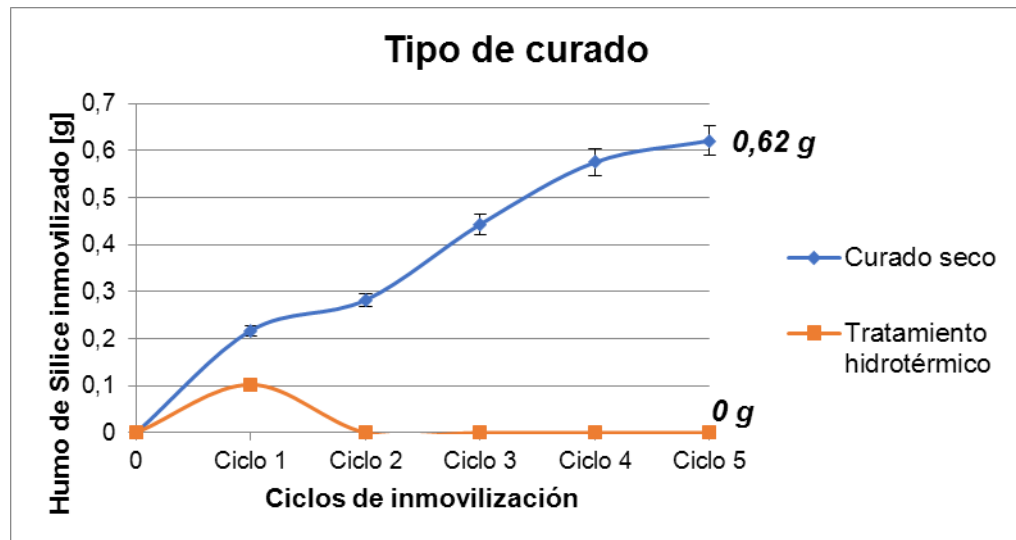
aglomerados de partículas son fácilmente desprendidos en el enjuague asistido por ultrasonido lo cual conlleva a una pérdida de estabilidad del material por los espacios vacíos o agrietamientos en el recubrimiento de humo de sílice sobre el tejido. De manera que, a las condiciones estudiadas, el tiempo de inmersión es una variable que influye en el proceso de manera inversa, es decir a mayor tiempo de inmersión menor inmovilización de material. La condición más favorable para el proceso fue la prueba a 10 minutos de inmersión, ya que obtuvo la mayor cantidad de partículas inmovilizadas.

Figura 4. Tiempo de inmersión del tejido de fique en la suspensión de humo de sílice durante 30 y 10 min



2.3.2 Tipo de curado. Por el método de inmersión discontinuo, se hace necesario un tratamiento a alta temperatura o curado para la formación de enlaces partícula-tejido, hecho que sólo ocurre en el curado en seco, en el cual se presenta una inmovilización de aproximadamente 0,60 g de humo de sílice, lo que corresponde a un 7,60 % del peso del tejido respecto al peso inicial del mismo, como se muestra en la Figura 5.

Figura 5. Curado en seco y con tratamiento hidrotérmico o “boiling” para los tejidos de fique inmovilizados con humo de sílice



Para la muestra asistida con un tratamiento hidrotérmico no hay inmovilización, es decir, con este tratamiento no se forma una interacción fuerte partícula-tejido si no por el contrario, el agua usada en esta etapa favorece el desprendimiento de partículas debido al carácter hidrofílico de las mismas, así como también, promueve la pérdida de filamentos de los tejidos. De acuerdo a Marzec et al. (2016)²⁵, el tratamiento hidrotérmico, permite el control más preciso del tamaño de las partículas y su distribución espacial dando buenos resultados de acoplamiento y mejorando las propiedades del composite; esto contrasta con los resultados de esta investigación posiblemente debido a las condiciones establecidas, teniendo en cuenta que se fijó una temperatura de 100°C, temperatura mínima para tratamientos hidrotérmicos que involucran celulosa²⁶, por lo que se utilizó una

²⁵ MARZEC, Anna; MAZIARZ, Wojciech; PEŁDZICH, Zbigniew. Preparation of nanocrystalline composite TiO₂-SnO₂ powders using sol-gel method combined with hydrothermal treatment [Base de datos en línea]. Diciembre 2016. Processing and Application of Ceramics, 10 [4] (2016), 249–256. (Recuperado en 22 agosto 2017). Disponible en [https://www.researchgate.net/publication/312033330_Preparation_of_nanocrystalline_composite_TiO₂-SnO₂_powders_using_sol-gel_method_combined_with_hydrothermal_treatment](https://www.researchgate.net/publication/312033330_Preparation_of_nanocrystalline_composite_TiO2-SnO2_powders_using_sol-gel_method_combined_with_hydrothermal_treatment)

²⁶ FERRER CARRERA, Ana. Aprovechamiento integral del residuo de la industria del aceite de palma (EFB): Obtención de derivados de las hemicelulosas, pastas celulósicas y celulosa

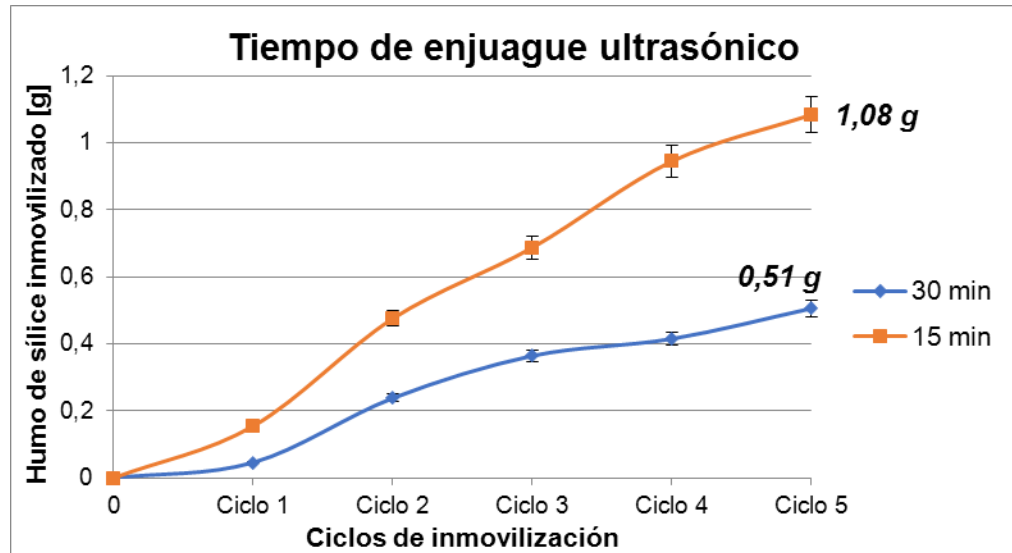
temperatura muy baja para llevar a cabo este proceso. De acuerdo a lo anterior se determina que el tipo de curado es una variable que influye en el proceso llevado a cabo, siendo el curado en seco la opción que logró inmovilizar partículas de humo de sílice en los tejidos de fique, representada en la ganancia de peso del textil al finalizar 5 ciclos.

2.3.3 Tiempo de enjuague ultrasónico. En la Figura 6 se observa que, a mayor tiempo de enjuague ultrasónico, hay un mayor desprendimiento de partículas aglomeradas, sin embargo, el tejido expuesto a largos tiempos de sonicación provoca el rompimiento de interacciones débiles formadas entre el humo de sílice y la celulosa²⁷. Por lo anterior, se escoge un tiempo de enjuague ultrasónico de 15 minutos que, aunque no asegura una total remoción de “clústers” de humo de sílice, evita la caída de partículas débilmente adheridas que en un futuro podrían tener una mejor fijación con el curado, al igual que minimiza costos energéticos del proceso.

nanofibrilar. [En línea]. Montería: Universidad de Córdoba, Servicio de Publicaciones. 2002. (Recuperado en 21 agosto 2017). Disponible en <http://hdl.handle.net/10396/10702>

²⁷ RÍOS ROMERO, Evelyn Alicia et al. Efecto del tratamiento con ultrasonido sobre las propiedades funcionales y estructurales de almidón procedente de diversas fuentes: una revisión [Base de datos en línea]. Abril 05 de 2016. Revista de Ciencias Biológicas y de la Salud, XVIII (2), 16-23. (Recuperado 15 de septiembre 2017). Disponible en 10.18633/bt.v18i2.275

Figura 6. Tiempo de enjuague ultrasónico del tejido de fique luego de la inmersión en suspensión de humo de sílice durante 30 y 15 min

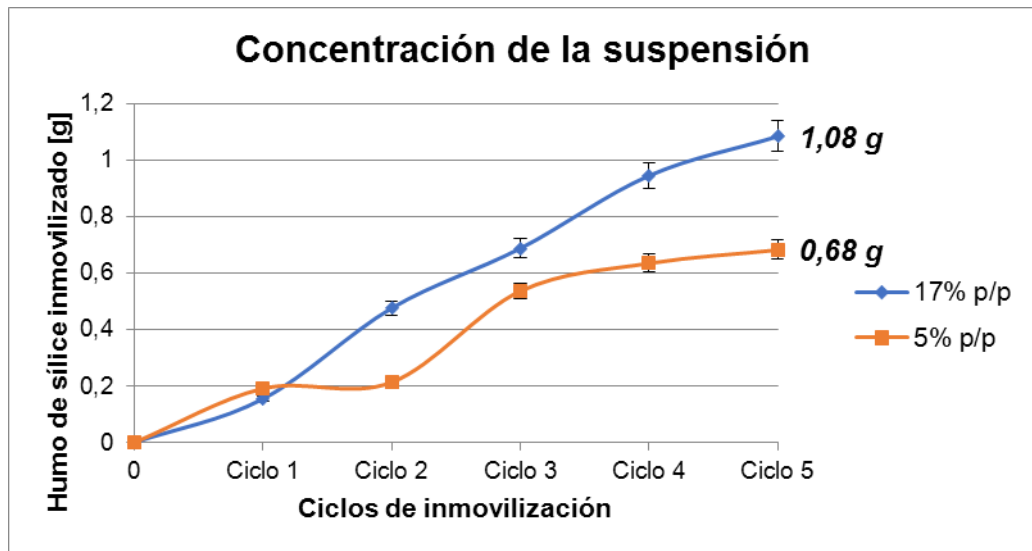


2.3.4 Concentración de la suspensión. La concentración para la dispersión acuosa de humo de sílice fue evaluada al 17% p/p (peso de soluto/peso de la solución) tomada de Rodríguez et al. (2012)²⁸ y al 5% p/p reportada por Pinto et al. (2015)²⁹. Los cálculos para cada una de las concentraciones se presentan en el anexo C.

²⁸ RODRÍGUEZ, Erich D. et al. Increase of the reactivity of densified silica fume by sonication treatment [Base de datos en línea]. Septiembre de 2012. Ultrasonics Sonochemistry, 19 (2012), 1099-1107. (Recuperado en 08 febrero de 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2012.01.011>

²⁹ PINTO, Deesy et al. Mechanical properties of epoxy nanocomposites using titanium dioxide as reinforcement [Base de datos en línea]. Octubre 01 de 2015. Construction and Building Materials, 95 (2015), 506-524. (Recuperado en 20 agosto de 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.07.124>

Figura 7. Concentración de la suspensión acuosa de humo de sílice al 17% y 5% p/p



La cantidad de humo de sílice utilizada para la dispersión al 5% p/p es alrededor de la cuarta parte de lo utilizado en la suspensión al 17% p/p, (lo que a gran escala sería un tema a considerar, ya que influye directamente en los costos) siendo muy alta una concentración del 17% p/p, demostrado en el crecimiento lineal del peso ganado de humo de sílice por el tejido al paso de los ciclos, como se observa en la Figura 7, en donde se sobrepasa el límite de inmovilización ideal (Ver anexo D), sin reflejar una estabilización del peso; lo que si se observa en la prueba con concentración del 5% p/p, que a causa de haber llegado a inmovilizar la mayor cantidad de humo de sílice posible, no hay un cambio significativo del peso ganado por el tejido en el cuarto y quinto ciclo. Adicionalmente, a lo largo del proceso de la prueba con concentración de la suspensión de humo de sílice al 17% p/p, se evidencia la pérdida de material tanto en la sedimentación que presenta la suspensión como en el enjuague ultrasónico hecho después de la inmersión. Por lo anterior, se decide utilizar una concentración del 5% p/p para la suspensión de humo de sílice, como mejor alternativa para el proceso propuesto en esta investigación.

2.3.5 Condiciones de secado. Se evaluaron dos condiciones de secado para los tejidos inmovilizados, la primera a una temperatura de 100 °C por 60 minutos, y la segunda a 60 °C por 960 minutos, el primero se propuso con el fin de optimizar el tiempo del proceso de inmovilización y el segundo fue tomado de varias fuentes bibliográficas ^{30 31 32 33}. En los primeros tres ciclos de la Figura 8, se observa que el humo de sílice inmovilizado es aproximadamente el mismo para las dos pruebas, sin embargo, en el cuarto y quinto ciclo la prueba a condiciones de 60 °C por 960 minutos llega a inmovilizar 0,07 g de humo de sílice más que la prueba a condiciones de 100 °C por 60 minutos, pudiendo ser atribuida a una mayor liberación de espacios ocupados por moléculas de agua que permiten que partículas de humo de sílice puedan ocuparlos. Por esto, se confirman las condiciones de secado del tejido a 60 °C por 960 minutos para la inmovilización de partículas de humo de sílice sobre tejidos de fique.

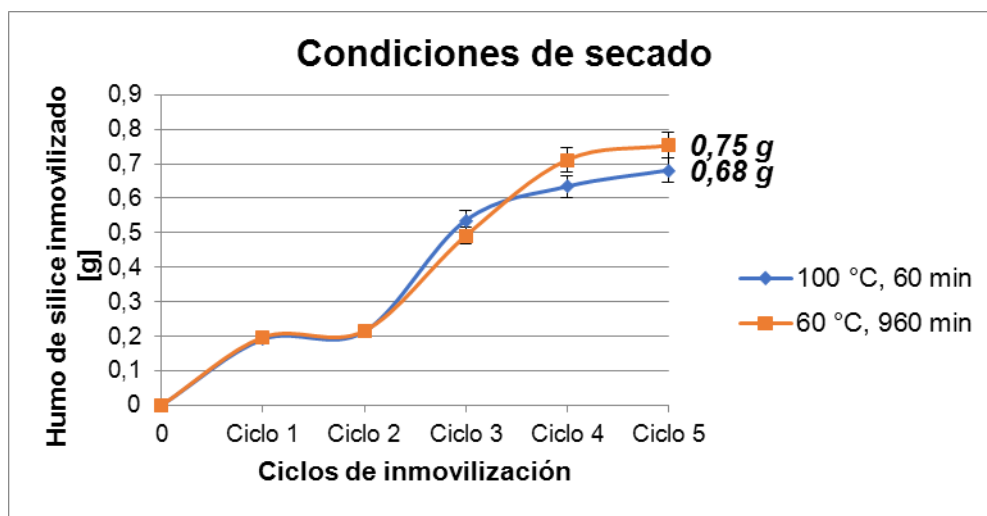
³⁰ MUÑOZ VELEZ, Mario Fernando; SALAZAR HIDALGO, Miguel Angel y MINA HERNANDEZ, Jose Hermínsul. Fibras de fique una alternativa para el reforzamiento de plásticos. Influencia de la modificación superficial. [Base de datos en línea]. Julio - Diciembre 2014. Revista Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial, 12(2), 60-70. (Recuperado en 11 marzo 2017). Disponible en <http://www.scielo.org.co/pdf/bsaa/v12n2/v12n2a07.pdf>

³¹ SUAREZ CASTAÑEDA, Jose Luis, *et al.* Fibras vegetales colombianas como refuerzo en compuestos de matriz polimérica. [Base de datos en línea]. Noviembre 23 de 2016. Revista Tecnura, 21(51), 57-66. (Recuperado en 22 julio

³² CATANO RUEDA, Elkin Hernán. Obtención y caracterización de nanofibras de celulosa a partir de desechos agroindustriales. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Medellín: Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Minas, 2009, 31p.

³³ RAABE, Joabel, *et al.* Evaluation of reaction factors for deposition of silica (SiO₂) nanoparticles on cellulose fibers. [Base de datos en línea]. Agosto 27 de 2014. Revista Carbohydrate Polymers, 114 (2014), 424–431. (Recuperado 03 agosto 2017). Disponible en <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014486171400811X>

Figura 8. Condiciones de secado para el tejido inmovilizado con humo de sílice a: T= 100 °C, t= 60 min y T= 60 °C, t= 960 min



2.3.6 Orden de etapas. Velasco 2014³⁴ deduce que un orden de etapas diferente, consignado en la Figura 10, al manejado inicialmente en este proyecto, es efectivo en la inmovilización de partículas de TiO₂ en tejidos celulósicos, por lo que, basado en ello, se decide realizar un cambio en el orden de las etapas del proceso de inmovilización de humo de sílice en los tejidos de fique con el fin de determinar la influencia del orden de etapas en el proceso. El cambio de orden se llevó a cabo tanto para el curado en seco como para el tratamiento hidrotérmico (Figura 10 y 11).

³⁴ VELASCO ROZO, Edwing Alexander. Estudio de la inmovilización de TiO₂ en poliéster funcionalizado para el desarrollo de textiles fotobactericidas. Tesis de maestría en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, 2014, 107 p.

Figura 9. Cambio de orden de etapas para la inmovilización de humo de sílice sobre tejidos de fique usando curado en seco y tratamiento hidrotérmico (“Boiling”)

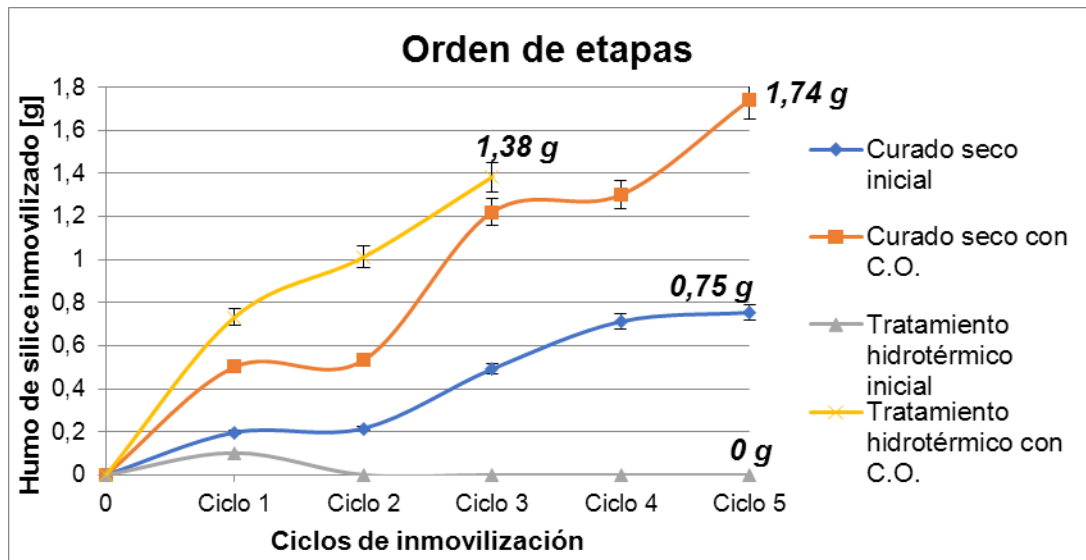


Figura 10. Orden de etapas para la inmovilización de humo de sílice sobre tejidos de fique usando curado en seco

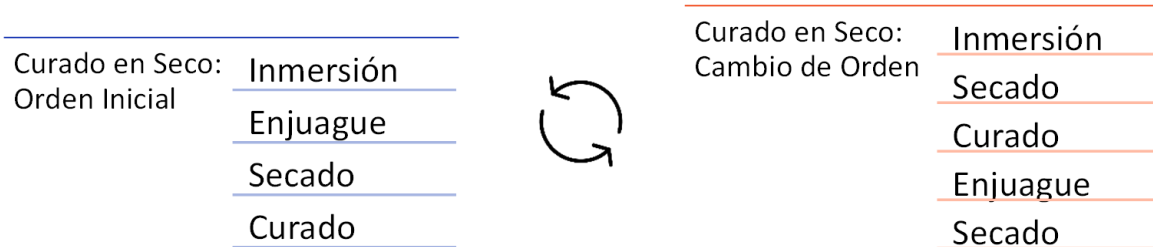


Figura 11. Orden de etapas para la inmovilización de humo de sílice sobre tejidos de fique usando tratamiento hidrotérmico (“Boiling”)



Como se muestra en la Figura 9, las pruebas con cambio de orden tuvieron un comportamiento creciente en cada uno de los ciclos y además dieron la mayor ganancia de peso en los tejidos respecto a los tejidos con orden inicial. A pesar de esto, los tejidos se mostraron a simple vista sobresaturados de humo de sílice, lo que deja ver que en la inmersión de cada ciclo se estaban depositando partículas sobre las ya fijadas; esto debido a que se realizó un secado posterior a la inmersión que no permitía desprenderlas fácilmente en el enjuague, evitando una distribución uniforme de las partículas a lo largo del tejido. Por lo anterior se explica el constante aumento de peso en los tejidos con cambio de orden a diferencia de las pruebas con el orden inicial, que para el caso de curado en seco aumenta con el paso de los ciclos, pero al final tiende a estabilizarse, ya que el tejido no inmoviliza más partículas. Debido a esto, se decidió llevar a cabo el orden de etapas inicial (inmersión - enjuague ultrasónico – secado - curado) para la inmovilización de partículas de humo de sílice sobre tejidos de fique.

2.4 PROTOCOLO DE INMOVILIZACIÓN DE PARTICULAS DE HUMO DE SÍLICE SOBRE TEJIDOS DE FIQUE POR EL MÉTODO DE INMERSIÓN

Con base en los resultados anteriores el protocolo propuesto para la inmovilización de humo de sílice sobre tejidos de fique es descrito en la Figura 12. Se inmovilizaron 0,75 gramos de partículas de humo de sílice sobre el tejido de fique, lo cual constituye más del 100% del peso total ideal que se puede inmovilizar sobre un tejido de fique con las dimensiones propuestas en esta investigación (Ver anexo D).

Figura 12. Diagrama del protocolo para la inmovilización de partículas de humo de sílice en tejidos de fique por el método de inmersión discontinuo

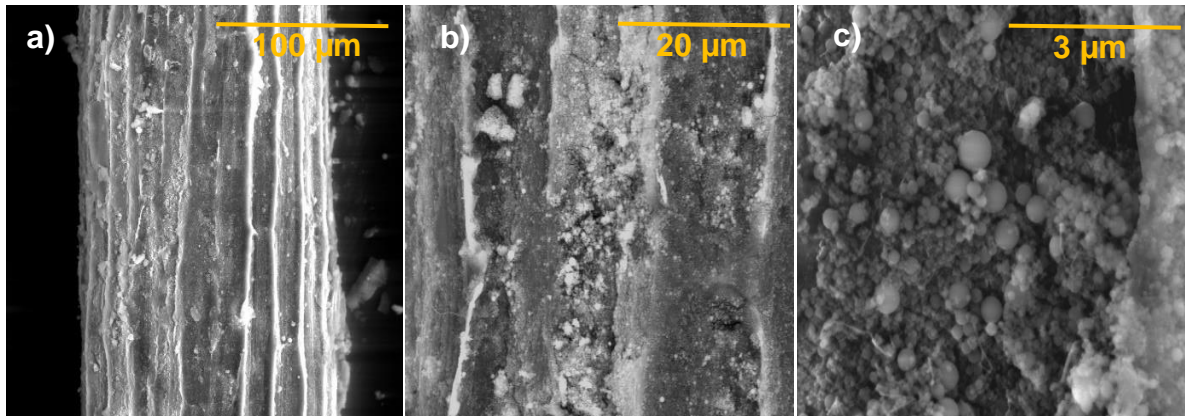


2.4.1 Caracterización superficial. Para corroborar la inmovilización de partículas de humo de sílice con el protocolo descrito anteriormente y la distribución de éstas a lo largo del tejido, se realizó una caracterización mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).

Las imágenes SEM revelan la presencia de partículas de humo de sílice depositadas sobre el tejido de fique. La Figura 13 b. establece la formación de “clústers” o aglomeraciones en diferentes partes del tejido, deduciendo con esto, que la concentración de la suspensión de humo de sílice pudo ser menor; a 3 μm (Figura 13 c.) se observa detalladamente dichas aglomeraciones, en donde partículas están unas sobre otras sin hacer interacción con el tejido, lo que puede significar su desprendimiento posterior o inestabilidad en el material; pese a ello, no se observan espacios vacíos, logrando un total recubrimiento del tejido por partículas de humo de sílice. Para garantizar que las partículas observadas en las

imágenes SEM fueran partículas de humo de sílice se analizaron las fibras mediante Espectroscopia de Energía Dispersiva (EDS) (Ver anexo E).

Figura 13. Imágenes SEM de fibras inmovilizadas con partículas de humo de sílice a diferentes magnificaciones: a) 100 μm ; b) 20 μm y c) 3 μm



La espectroscopia ATR-IR permitió examinar las modificaciones de los grupos funcionales en la superficie del tejido después de la inmovilización de las partículas. En la Figura 14 se compararon los espectros de los tejidos acondicionado e inmovilizado; a 3335 cm^{-1} se observó una reducción de la banda lo que refleja una disminución en las vibraciones de grupos hidroxilo, estos hidroxilos tienen la capacidad de formar puentes de hidrógeno tanto intermolecular como extra molecular a la celulosa, lo que permite la adherencia de partículas externas³⁵, sin embargo por esta técnica no fue posible corroborar esta afirmación, puesto que dicha interacción (Si-OH), localizada a una banda característica de 980 cm^{-1} , se solapa con bandas características de la celulosa en esa región del espectro^{36 37}. Por otro lado, la formación de nuevas bandas en el espectro del

³⁵ SINHA, E.; ROUT, S. K. Influence of fibre-surface treatment on structural, thermal and mechanical properties of jute [Base de datos en línea]. Febrero 20 de 2008. Journal of Materials Science, 43 (8), 2590-2601. (Recuperado en 01 septiembre 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1007/s10853-008-2478-4>

³⁶ SHI, Jianjun et al. Heat insulation performance, mechanics and hydrophobic modification of cellulose-SiO₂ composite aerogels [Base datos en línea]. Octubre 15 de 2013. Carbohydrate Polymers, 98 (13), 282-289. (Recuperado en 04 septiembre de 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.05.082>

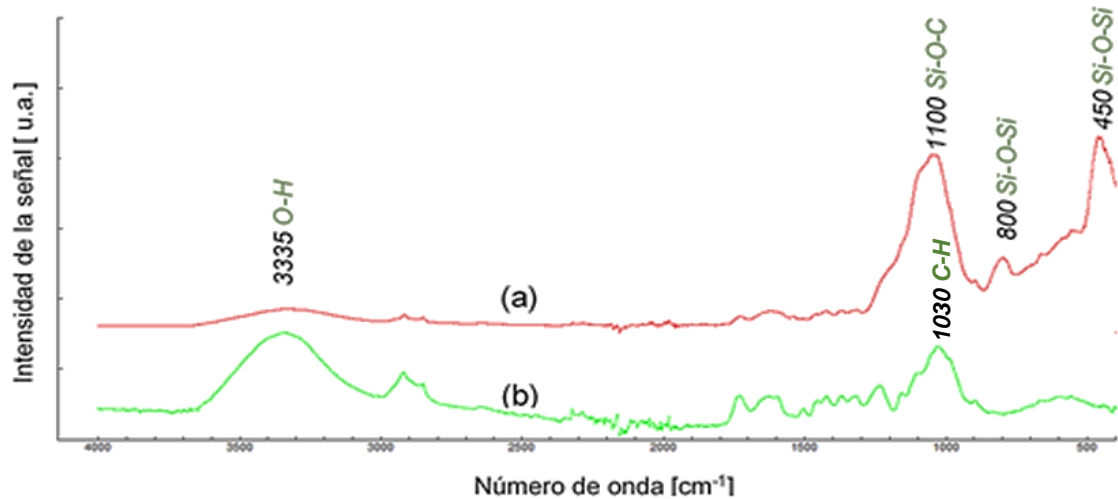
tejido inmovilizado a 1100, 800, 450 cm^{-1} características de los enlaces Si-O-C, Si-O-Si y Si-O-Si, respectivamente, sugirió la presencia de partículas de humo de sílice sobre el tejido de fique. Cuando se compararon ambos espectros se observó un leve corrimiento de la banda 1030 cm^{-1} (característica de los enlaces C-H y C-O presentes en la celulosa) hacia números de onda mayores por lo que se puede inferir que el humo de sílice no solo está depositado sobre el tejido si no que podría estar interactuando con la cadena de celulosa por medio de enlaces fuertes³⁸, posiblemente covalentes, como lo presentan Shi et al. (2013)³⁹. En resumen, la interacción partícula-tejido se da por medio de puentes de hidrógeno y enlaces covalentes lo que garantiza la inmovilización de partículas de humo de sílice sobre tejidos de fique por el método utilizado.

³⁷ GONZÁLES, J. y PÉREZ, J. F. Vidrios SiO_2 nanocompuestos preparados por sol-gel: revisión [Base de datos en línea]. Diciembre de 2000. Revista Superficies y vacío, II, 1-16. (Recuperado el 17 de octubre 2017). Disponible en <http://www.redalyc.org/html/942/94201101/>

³⁸ RAABE, Joabel, *et al.* Evaluation of reaction factors for deposition of silica (SiO_2) nanoparticles on cellulose fibers. [Base de datos en línea]. Agosto 27 de 2014. Revista Carbohydrate Polymers, 114 (2014), 424–431. (Recuperado 03 agosto 2017). Disponible en <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014486171400811X>

³⁹ SHI, Jianjun et al. Heat insulation performance, mechanics and hydrophobic modification of cellulose– SiO_2 composite aerogels [Base datos en línea]. Octubre 15 de 2013. Carbohydrate Polymers, 98 (13), 282-289. (Recuperado en 04 septiembre de 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.05.082>

Figura 14. Medición del espectro ATR-IR de:(a) tejido modificado curado en seco (5% p/p); y (b) tejido acondicionado



2.5 EVALUACIÓN DE LA DEGRADACIÓN TÉRMICA DEL TEJIDO INMOVILIZADO

Se presentan los termogramas (Figura 15) para los tejidos crudo e inmobilizado con el protocolo establecido a una concentración de dispersión del 5% p/p; en estos se observa que se presenta una pérdida de masa aproximadamente del 8% para las dos fibras a intervalos de temperatura de 30 a 100 °C, lo cual se atribuye a la evaporación de agua absorbida en la fibra como lo reportaron Muñoz et al. (2014⁴⁰). Luego se puede apreciar que a una temperatura de 275 °C se inicia la descomposición de la fibra; ésta es similar en las dos fibras, sin embargo, el porcentaje de pérdida de masa de la fibra inmobilizada es un 3% menor que la fibra cruda. La descomposición se da en dos etapas, una de ellas se dio en el intervalo entre 270-400 °C, reflejada en el cambio de pendiente de la curva y

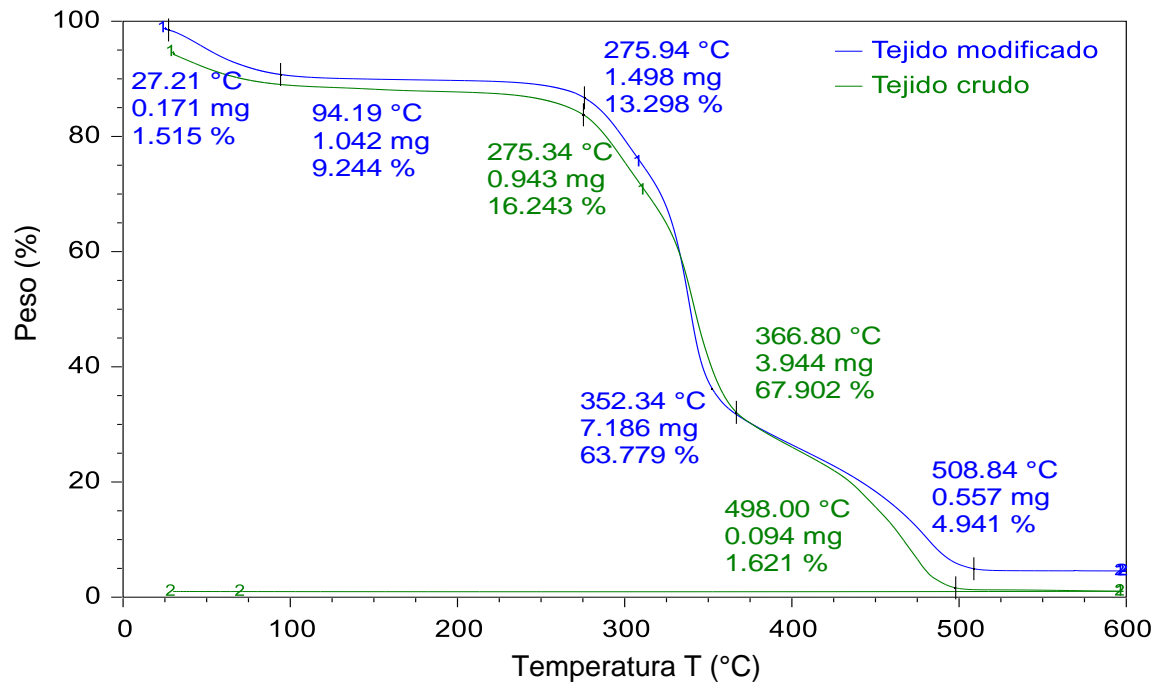
⁴⁰ MUÑOZ VELEZ, Mario Fernando; SALAZAR HIDALGO, Miguel Angel y MINA HERNANDEZ, Jose Herminul. Fibras de fique una alternativa para el reforzamiento de plásticos. Influencia de la modificación superficial. [Base de datos en línea]. Julio - Diciembre 2014. Revista Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial, 12(2), 60-70. (Recuperado en 11 marzo 2017). Disponible en <http://www.scielo.org.co/pdf/bsaa/v12n2/v12n2a07.pdf>

correspondiendo al 70% aprox. de la masa total de la muestra de ensayo inmovilizada; la hemicelulosa, que no fue totalmente removida con el acondicionamiento, presenta una estructura amorfa y por lo tanto es uno de los primeros componentes en degradarse. La mayor pérdida de masa se produjo en esta etapa, primero debido a la degradación de la hemicelulosa y a la vez una significativa descomposición de celulosa⁴¹. En la segunda etapa de descomposición, para ambas fibras de fique, se apreció una pérdida de masa menor, dada en el intervalo de 400 a 510 °C, debido a la oxidación del material orgánico restante. Finalmente, para el tejido inmovilizado se da una degradación total de la fibra diez grados después que para la fibra cruda, mostrando una mayor temperatura de degradación, asignada a la participación de humo de sílice en la muestra, expuesto anteriormente por medio de las técnicas SEM e IR. La determinación del contenido resultante (5%) se debe a que el material de recubrimiento (humo de sílice) no se degrada bajo las condiciones experimentales elegidas y quedan como resto, mientras que la parte orgánica se degrada por completo. Con lo anterior se infiere que la presencia de humo de sílice en el tejido de fique mejora resistencia a la degradación, como lo afirma Raabe et al. (2014)⁴².

⁴¹ RAABE, Joabel, *et al.* Evaluation of reaction factors for deposition of silica (SiO₂) nanoparticles on cellulose fibers. [Base de datos en línea]. Agosto 27 de 2014. Revista Carbohydrate Polymers, 114 (2014), 424–431. (Recuperado 03 agosto 2017). Disponible en <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014486171400811X>

⁴² RAABE, Joabel, *et al.* Evaluation of reaction factors for deposition of silica (SiO₂) nanoparticles on cellulose fibers. [Base de datos en línea]. Agosto 27 de 2014. Revista Carbohydrate Polymers, 114 (2014), 424–431. (Recuperado 03 agosto 2017). Disponible en <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014486171400811X>

Figura 15. Termogramas para el tejido de fique crudo y el tejido de fique inmovilizado con humo de sílice con el protocolo establecido



3. CONCLUSIONES

Se determinó que todas las variables monitoreadas (tiempo de inmersión, tipo de curado, tiempo de enjuague ultrasónico, concentración de la suspensión de humo de sílice, condiciones de secado y orden de etapas) influyeron al momento de inmovilizar partículas de humo de sílice sobre tejidos de fique por el método de inmersión ya que presentaron una variación en el peso, obtenido a diferentes condiciones, de los tejidos inmovilizados. Sin embargo, evaluar la influencia de las variables a partir de la cantidad de partículas inmovilizadas de humo de sílice no es suficiente, ya que hay aspectos importantes como la distribución espacial de partículas a lo largo del tejido, calidad del material, tiempos de producción y costos energéticos, que son determinantes en este proceso.

Se inmovilizaron 0,75 gramos de partículas de humo de sílice sobre tejidos de fique de dimensiones de 10x16 cm por el método de inmersión a las condiciones experimentales fijadas. Se comprobó la presencia de partículas de humo de sílice en el tejido de fique, con un diámetro promedio de partícula adherido de 301,20 nm; así como su distribución espacial, recubriendo por completo el tejido, no obstante, se detalla la presencia de clúster o aglomeraciones que pueden afectar la estabilidad del material. Por otra parte, se puede deducir que la interacción partícula-tejido se da posiblemente a través de enlaces covalentes y/o puentes de hidrógeno indicando la modificación superficial.

Se concluyó que con la inmovilización de partículas de humo de sílice sobre tejidos de fique se presenta una leve mejoría en la resistencia a la degradación térmica; aumentando así la temperatura de degradación de la fibra inmovilizada respecto a la fibra cruda.

4. RECOMENDACIONES

Teniendo en cuenta que con el protocolo establecido todavía se observa la formación de aglomeraciones que pueden alterar la calidad del material, es aconsejable realizar un estudio más detallado de la influencia de la concentración en la inmovilización de partículas de humo de sílice y su distribución sobre tejidos de fique.

Se recomienda investigar más a fondo acerca de qué tipo de interacción se está dando entre las partículas de humo de sílice inmovilizadas y el tejido de fique.

Sería de gran interés evaluar el protocolo de inmovilización establecido en esta investigación en tejidos de fique de mayor tamaño determinando sus propiedades mecánicas para su posterior implementación como refuerzo de estructuras.

BIBLIOGRAFÍA

ASHORI, Alireza et al. Bacterial cellulose/silica nanocomposites: Preparation and characterization [Base de datos en línea]. Septiembre 01 de 2012. Carbohydrate Polymers, 90 (12), 413-418. (Recuperado en 10 septiembre de 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.05.060>

BRINKER, C. Jeffrey. Dip Coating. [En línea]. Brinker Group: Nanostructures research. Albuquerque: The University of New Mexico. 2013. (Recuperado 05 agosto 2017). Disponible en <https://www.unm.edu/~solgel/PublicationsPDF/2013/BrinkerDipCoating2013.pdf>

CAMARGO HOLGUÍN, Andrea Stephanie y ORÓSTEGUI CALDERÓN, Daniel Fernando. Fotodesinfección de agua contaminada mediante TiO₂ inmovilizado sobre fibras textiles en un reactor CPC. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas, 2017, 37 p.

CATAÑO RUEDA, Elkin Hernán. Obtención y caracterización de nanofibras de celulosa a partir de desechos agroindustriales. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Medellín: Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Minas, 2009, 31p.

CENTRO DE ESTUDIOS Y EXPERIMENTACIÓN DE OBRAS PÚBLICAS. Ficha Técnica: Humo de Sílice. [En línea]. España: Ministerio de Agricultura y Pesca, Alimentación y Medio Ambiente, 2007. (Recuperado 27 marzo 2017). Disponible en <http://www.cedex.es/NR/rdonlyres/08063BEF-1B3B-4B7E-92A5-668337F52FD6/119859/HUMODESILICE.pdf>

CHATTERJEE, Amit y ISLAM, Muhammad S. Fabrication and characterization of TiO₂-epoxy nanocomposite [Base de datos en línea]. Noviembre 15 de 2007. *Materials Science and Engineering*, 487 (08), 574-585. (Recuperado en 10 septiembre de 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.11.052>

COMITES TECNICO Y DIRECTIVO NACIONALES Y REGIONALES DE CADEFIQUE. Guía ambiental del subsector fiquero. Ministerio de ambiente, vivienda y desarrollo territorial ministerio de agricultura y desarrollo rural. Bogotá D.C.: Panamericana Formas e Impresos S.A., 2006. p.6. (Cambio y Forma. Serie práctica). ISBN 958-97785-3-4

COMMITTEE ON COMMODITY PROBLEMS. Reunión conjunta del grupo intergubernamental sobre fibras duras en su 38.^a reunión y el grupo intergubernamental sobre el yute, el kenaf y fibras afines en su 40.^a reunión. Bogotá: Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura, 2015.

FAKIN, Darinka et al. Effects of nanoTiO₂-SiO₂ on the hydrophilicity/dyeability of polyester fabric and photostability of disperse dyes under UV irradiation [Base de datos en línea]. Agosto 25 de 2014. *Surface and Coatings Technology*, 253 (14), 185-193. (Recuperado 15 de septiembre 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.05.035>

FERRER CARRERA, Ana. Aprovechamiento integral del residuo de la industria del aceite de palma (EFB): Obtención de derivados de las hemicelulosas, pastas celulósicas y celulosa nanofibrilar. [En línea]. Montería: Universidad de Córdoba, Servicio de Publicaciones. 2002. (Recuperado en 21 agosto 2017). Disponible en <http://hdl.handle.net/10396/10702>

GOMEZ P., Jose Antonio. Diseño de un material compuesto con fibra natural para sustituir la utilización de la fibra de vidrio. Tesis de pregrado en Ingeniería de Diseño de Producto. Medellín: Universidad EAFIT. Departamento de ingeniería de diseño de producto, 2009, 67p.

GONZÁLES, J. y PÉREZ, J. F. Vidrios SiO₂ nanocompuestos preparados por sol-gel: revisión [Base de datos en línea]. Diciembre de 2000. Revista Superficies y vacío, II, 1-16. (Recuperado el 17 de octubre 2017). Disponible en <http://www.redalyc.org/html/942/94201101/>

INSTITUTO MEXICANO DEL CEMENTO Y DEL CONCRETO. El humo de sílice como adición al concreto estructural. [Base de datos en línea]. Septiembre de 2011. Revista Construcción y tecnología en concreto, 1(06). (Recuperado 13 agosto 2017). Disponible en <http://www.imcyc.com/revistacyt/sep11/artingenieria.html>

KANGO, Sarita, *et al.* Surface modification of inorganic nanoparticles for development of organic–inorganic nanocomposites. [Base de datos en línea]. Marzo 07 de 2013. Revista Progress in Polymer Science, 38 (2013), 1232–1261. (Recuperado 03 agosto 2017). Disponible en <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079670013000105?via%3Dihub>

LENS, Piet *et al.* Biofuels for Fuel Cells: Renewable energy from biomass fermentation. Londres: IWA Publishing, 2005. p 176. ISBN 978-1-84339-092-3

MARZEC, Anna; MAZIARZ, Wojciech; PEŃDZICH, Zbigniew. Preparation of nanocrystalline composite TiO₂-SnO₂ powders using sol-gel method combined with hydrothermal treatment [Base de datos en línea]. Diciembre 2016. Processing and Application of Ceramics, 10 [4] (2016), 249–256. (Recuperado en 22 agosto 2017). Disponible en

https://www.researchgate.net/publication/312033330_Preparation_of_nanocrystalline_composite_TiO2-SnO2_powders_using_sol-gel_method_combined_with_hydrothermal_treatment

MEJIA, M.I. et al. Preparation, testing and performance of a TiO₂/polyester photocatalyst for the degradation of gaseous metanol [Base de datos en línea]. Noviembre 11 de 2009. Applied Catalysis B: Environmental, 94 (2010), 166–172. (Recuperado en 19 agosto 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2009.11.005>

MUÑOZ VELEZ, Mario Fernando; SALAZAR HIDALGO, Miguel Angel y MINA HERNANDEZ, Jose Herminul. Fibras de fique una alternativa para el reforzamiento de plásticos. Influencia de la modificación superficial. [Base de datos en línea]. Julio - Diciembre 2014. Revista Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial, 12(2), 60-70. (Recuperado en 11 marzo 2017). Disponible en <http://www.scielo.org.co/pdf/bsaa/v12n2/v12n2a07.pdf>

NAVARRO GARCÍA, Osvaldo Alfonso y RAMÍREZ ZAMBRANO, Andrés David. Evaluación de las propiedades mecánicas de un material compuesto reforzado con fibra de fique y fibra de vidrio en una matriz de resina epóxica. Tesis de pregrado en Ingeniería Mecánica. Barranquilla: Universidad Autónoma del Caribe. Facultad de Ingeniería, 2014, 120p.

OVALLE SERRANO, Sergio A.; TIRADO, Cristian Blanco y COMBARIZA, Marianny. Síntesis in situ de nanopartículas de plata sobre fibras de fique. En: Revista Colombia Química. Abril, 2013, 42 (1), 30-37.

PINTO, Deesy et al. Mechanical properties of epoxy nanocomposites using titanium dioxide as reinforcement [Base de datos en línea]. Octubre 01 de 2015.

Construction and Building Materials, 95 (2015), 506-524. (Recuperado en 20 agosto de 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.07.124>

RAABE, Joabel, *et al.* Evaluation of reaction factors for deposition of silica (SiO₂) nanoparticles on cellulose fibers. [Base de datos en línea]. Agosto 27 de 2014. Revista Carbohydrate Polymers, 114 (2014), 424–431. (Recuperado 03 agosto 2017). Disponible en <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014486171400811X>

RÍOS ROMERO, Evelyn Alicia *et al.* Efecto del tratamiento con ultrasonido sobre las propiedades funcionales y estructurales de almidón procedente de diversas fuentes: una revisión [Base de datos en línea]. Abril 05 de 2016. Revista de Ciencias Biológicas y de la Salud, XVIII (2), 16-23. (Recuperado 15 de septiembre 2017). Disponible en [10.18633/bt.v18i2.275](https://doi.org/10.18633/bt.v18i2.275)

RODRÍGUEZ, Erich D. *et al.* Increase of the reactivity of densified silica fume by sonication treatment [Base de datos en línea]. Septiembre de 2012. Ultrasonics Sonochemistry, 19 (2012), 1099-1107. (Recuperado en 08 febrero de 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2012.01.011>

SHI, Jianjun *et al.* Heat insulation performance, mechanics and hydrophobic modification of cellulose–SiO₂ composite aerogels [Base datos en línea]. Octubre 15 de 2013. Carbohydrate Polymers, 98 (13), 282-289. (Recuperado en 04 septiembre de 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.05.082>

SINHA, E.; ROUT, S. K. Influence of fibre-surface treatment on structural, thermal and mechanical properties of jute [Base de datos en línea]. Febrero 20 de 2008. Journal of Materials Science, 43 (8), 2590–2601. (Recuperado en 01 septiembre 2017). Disponible en <https://doi.org/10.1007/s10853-008-2478-4>

SUAREZ CASTAÑEDA, Jose Luis, *et al.* Fibras vegetales colombianas como refuerzo en compuestos de matriz polimérica. [Base de datos en línea]. Noviembre 23 de 2016. Revista Tecnura, 21(51), 57-66. (Recuperado en 22 julio 2017). Disponible en <http://revistas.udistrital.edu.co/ojs/index.php/Tecnura/article/view/10312>

VELASCO ROZO, Edwing Alexander. Estudio de la inmovilización de TiO₂ en poliéster funcionalizado para el desarrollo de textiles fotobactericidas. Tesis de maestría en Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas, 2014, 107 p.

VELÁSQUEZ RESTREPO, Sandra Milena; PELAÉZ ARROYAVE, Gabriel Jaime y GIRALDO VÁSQUEZ, Diego Hernán. Uso de fibras vegetales en materiales compuestos de matriz polimérica: una revisión con miras a su aplicación en el diseño de nuevos productos. [Base de datos en línea]. Marzo 02 de 2016. Repositorio Institucional del Sena, 77-86. (Recuperado 15 julio 2017). Disponible en <http://repositorio.sena.edu.co/handle/11404/3249>

ANEXOS

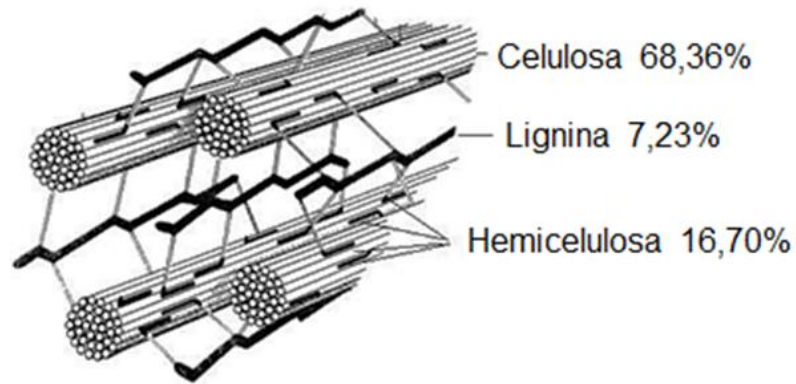
ANEXO A. ESTRUCTURA DE LAS FIBRAS DE FIQUE

Planta de fique



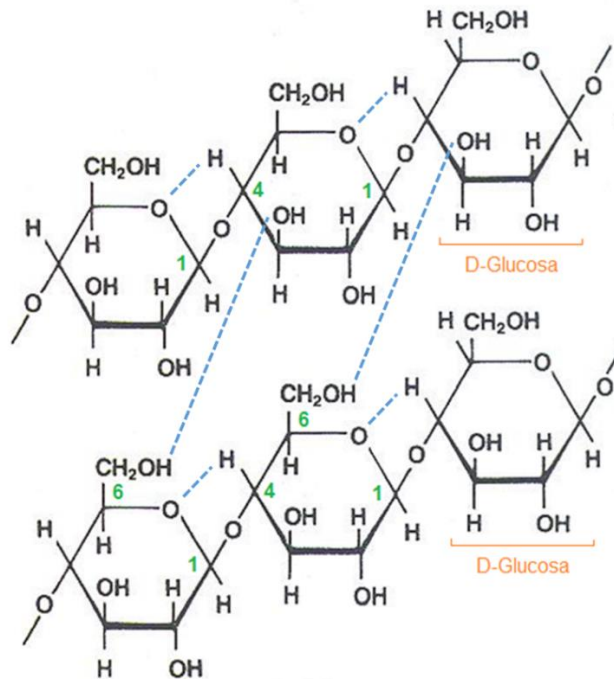
Fuente: COMITES TECNICO Y DIRECTIVO NACIONALES Y REGIONALES DE CADEFIQUE. Guía ambiental del subsector fiquero. Ministerio de ambiente, vivienda y desarrollo territorial ministerio de agricultura y desarrollo rural. Bogotá D.C.: Panamericana Formas e Impresos S.A., 2006. p.6. (Cambio y Forma. Serie práctica). ISBN 958-97785-3-4

Estructura de las fibras naturales



Fuente: LENS, Piet et al. *Biofuels for Fuel Cells: Renewable energy from biomass fermentation*. Londres: IWA Publishing, 2005. p 176. ISBN 978-1-84339-092-3

Estructura de la celulosa



Fuente: CATAÑO RUEDA, Elkin Hernán. *Obtención y caracterización de nanofibras de celulosa a partir de desechos agroindustriales*. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Medellín: Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Minas, 2009, 31p.

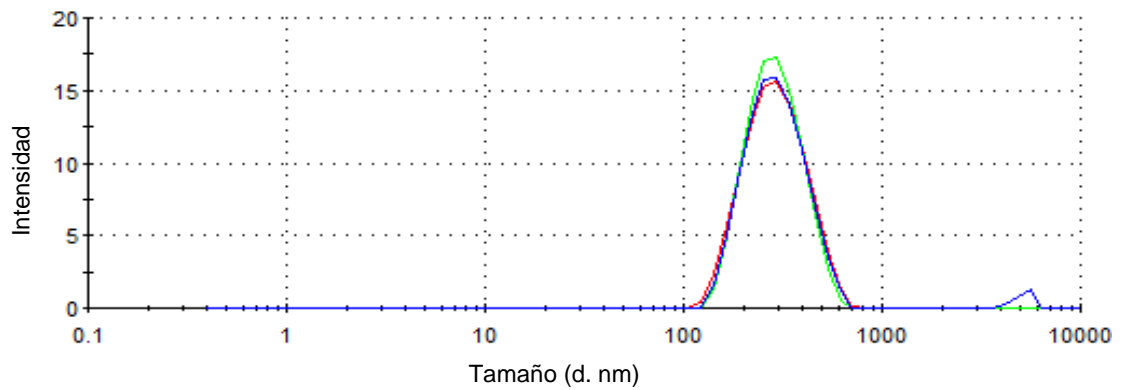
La fibra está dividida en 3 capas: La pared primaria es la capa externa de las fibras de fique constituida en su gran mayoría por lignina; la capa intercelular es la capa formada entre la pared primaria y la pared secundaria que consiste de lignina y hemicelulosa; y la pared secundaria o capa interna de las fibras está conformada de celulosa con pequeñas cantidades de hemicelulosa y lignina. Las cadenas celulósicas y hemicelulósicas se encuentran unidas entre sí en el seno de los filamentos mediante fuerzas atractivas internas que se dan en los grupos funcionales hidroxilo y carboxilo de las macromoléculas. La celulosa está constituida por unidades repetitivas de glucosa de tipo D, con enlaces β 1-4 piranósido, pudiendo establecerse puentes de hidrógeno en las posiciones 1 y 6 y aumentar así la resistencia (Figura 2.)^{43,44}

⁴³ COMITES TECNICO Y DIRECTIVO NACIONALES Y REGIONALES DE CADEFIQUE. Guía ambiental del subsector fiquero. Ministerio de ambiente, vivienda y desarrollo territorial ministerio de agricultura y desarrollo rural. Bogotá D.C.: Panamericana Formas e Impresos S.A., 2006. p.6. (Cambio y Forma. Serie práctica). ISBN 958-97785-3-4

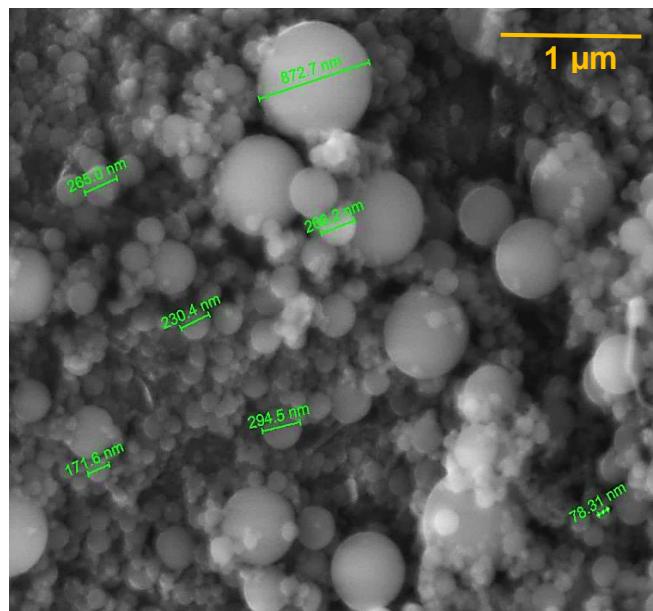
⁴⁴ CATANO RUEDA, Elkin Hernán. Obtención y caracterización de nanofibras de celulosa a partir de desechos agroindustriales. Tesis de pregrado en Ingeniería Química. Medellín: Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Minas, 2009, 31p.

ANEXO B. DISPERSIÓN DE LUZ DINÁMICA (DLS) Y MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM) PARA LA SUSPENSIÓN DE HUMO DE SÍLICE

Distribución de tamaños de partículas de humo de sílice (unimodal, pico $301,2 \pm 99,61\text{nm}$).



Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) de tejido inmovilizado con partículas de humo de sílice.



ANEXO C. CÁLCULOS MATEMÁTICOS PARA LAS CONCENTRACIONES DE LA SUSPENSIÓN DE HUMO DE SÍLICE

$$(1) 17\% = \frac{102,4096 \text{ g HS}}{102,4096 \text{ g HS} + 500 \text{ g H}_2\text{O}} \times 100; 5\% = \frac{26,3157 \text{ g HS}}{26,3157 \text{ g HS} + 500 \text{ g H}_2\text{O}} \times 100$$

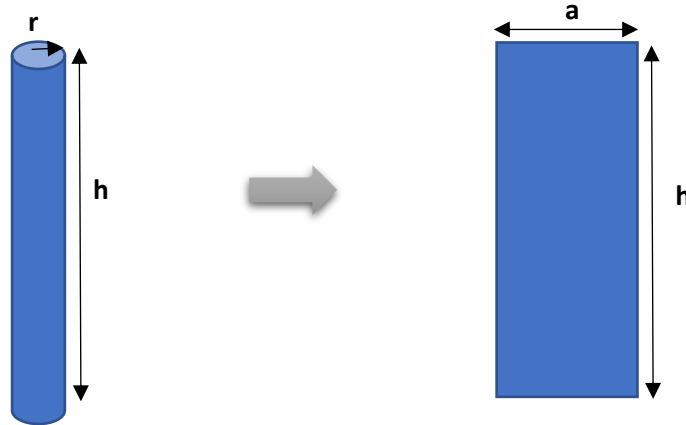
$$(2) 500 \text{ ml H}_2\text{O} \times 1 \frac{\text{g}}{\text{ml}} = 500 \text{ g H}_2\text{O}$$

Densidad del agua

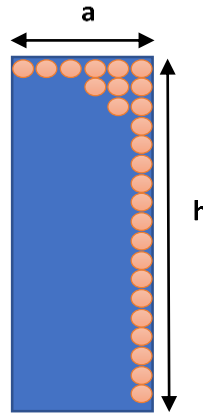
* HS: Humo de Sílice

ANEXO D. CANTIDAD DE NANOPARTÍCULAS IDEALES QUE ADMITE UN TEJIDO DE FIQUE

Un hilo se asemeja a la geometría de un cilindro donde **h** es la altura y **r** el radio del mismo. Pero para saber el área del cilindro podemos desplegarlo para que nos quede un rectángulo en donde su lado más largo viene siendo **h** y su lado más corto sería el perímetro de una circunferencia ($2\pi r$) que para este caso llamaremos **a**.



Si ubicamos las nanopartículas de sílice una tras otra sobre el área del cilindro tendremos circunferencias proyectadas en el rectángulo como se muestra en la siguiente figura, conociendo que el diámetro de la nano-partícula de sílice oscila entre 30 y 300 μm se puede saber cuántas nano-partículas caben por lado y lado del área del cilindro. Además, sabemos que **h** es igual a 160 mm y **r** es 0,5 mm. Se presenta a continuación la tabla con los cálculos para encontrar las nano-partículas que puede soportar una fibra de fique, obteniendo varios resultados para cada diámetro de la nano-partícula.



| Diametro SiO ₂ [nm] | Diametro hilo [mm] | Longitud a [mm] | SiO ₂ por el lado a | Longitud h [mm] | SiO ₂ por el lado h | SiO ₂ Totales en la hilo |
|--------------------------------|--------------------|-----------------|--------------------------------|-----------------|--------------------------------|-------------------------------------|
| 30,000 | 1,000 | 3,142 | 104.719,755 | 160,000 | 5.333.333,333 | 558.505.360.638,185 |
| 40,000 | 1,000 | 3,142 | 78.539,816 | 160,000 | 4.000.000,000 | 314.159.265.358,979 |
| 50,000 | 1,000 | 3,142 | 62.831,853 | 160,000 | 3.200.000,000 | 201.061.929.829,747 |
| 60,000 | 1,000 | 3,142 | 52.359,878 | 160,000 | 2.666.666,667 | 139.626.340.159,546 |
| 70,000 | 1,000 | 3,142 | 44.879,895 | 160,000 | 2.285.714,286 | 102.582.617.260,075 |
| 80,000 | 1,000 | 3,142 | 39.269,908 | 160,000 | 2.000.000,000 | 78.539.816.339,745 |
| 90,000 | 1,000 | 3,142 | 34.906,585 | 160,000 | 1.777.777,778 | 62.056.151.182,021 |
| 100,000 | 1,000 | 3,142 | 31.415,927 | 160,000 | 1.600.000,000 | 50.265.482.457,437 |
| 110,000 | 1,000 | 3,142 | 28.559,933 | 160,000 | 1.454.545,455 | 41.541.721.039,204 |
| 120,000 | 1,000 | 3,142 | 26.179,939 | 160,000 | 1.333.333,333 | 34.906.585.039,887 |
| 130,000 | 1,000 | 3,142 | 24.166,097 | 160,000 | 1.230.769,231 | 29.742.889.028,069 |
| 140,000 | 1,000 | 3,142 | 22.439,948 | 160,000 | 1.142.857,143 | 25.645.654.315,019 |
| 150,000 | 1,000 | 3,142 | 20.943,951 | 160,000 | 1.066.666,667 | 22.340.214.425,527 |
| 160,000 | 1,000 | 3,142 | 19.634,954 | 160,000 | 1.000.000,000 | 19.634.954.084,936 |
| 170,000 | 1,000 | 3,142 | 18.479,957 | 160,000 | 941.176,471 | 17.392.900.504,303 |
| 180,000 | 1,000 | 3,142 | 17.453,293 | 160,000 | 888.888,889 | 15.514.037.795,505 |
| 190,000 | 1,000 | 3,142 | 16.534,698 | 160,000 | 842.105,263 | 13.923.956.359,401 |
| 200,000 | 1,000 | 3,142 | 15.707,963 | 160,000 | 800.000,000 | 12.566.370.614,359 |
| 210,000 | 1,000 | 3,142 | 14.959,965 | 160,000 | 761.904,762 | 11.398.068.584,453 |
| 220,000 | 1,000 | 3,142 | 14.279,967 | 160,000 | 727.272,727 | 10.385.430.259,801 |
| 230,000 | 1,000 | 3,142 | 13.659,098 | 160,000 | 695.652,174 | 9.501.981.560,952 |
| 240,000 | 1,000 | 3,142 | 13.089,969 | 160,000 | 666.666,667 | 8.726.646.259,972 |
| 250,000 | 1,000 | 3,142 | 12.566,371 | 160,000 | 640.000,000 | 8.042.477.193,190 |
| 260,000 | 1,000 | 3,142 | 12.083,049 | 160,000 | 615.384,615 | 7.435.722.257,017 |
| 270,000 | 1,000 | 3,142 | 11.635,528 | 160,000 | 592.592,593 | 6.895.127.909,113 |
| 280,000 | 1,000 | 3,142 | 11.219,974 | 160,000 | 571.428,571 | 6.411.413.578,755 |
| 290,000 | 1,000 | 3,142 | 10.833,078 | 160,000 | 551.724,138 | 5.976.870.684,594 |
| 300,000 | 1,000 | 3,142 | 10.471,976 | 160,000 | 533.333,333 | 5.585.053.606,382 |

El anterior cálculo fue hecho para los hilos que dan el lado más largo del tejido, ahora se hará el mismo procedimiento, pero para los hilos que tienen un **h** de 100 mm y aproximadamente tienen el mismo radio.

| Diametro SiO ₂ [nm] | Diametro hilo [mm] | Longitud a [mm] | SiO ₂ por el lado a | Longitud h [mm] | SiO ₂ por el lado h | SiO ₂ Totales en el hilo |
|--------------------------------|--------------------|-----------------|--------------------------------|-----------------|--------------------------------|-------------------------------------|
| 30,000 | 1,000 | 3,142 | 104.719,755 | 100,000 | 3.333.333,333 | 349.065.850.398,866 |
| 40,000 | 1,000 | 3,142 | 78.539,816 | 100,000 | 2.500.000,000 | 196.349.540.849,362 |
| 50,000 | 1,000 | 3,142 | 62.831,853 | 100,000 | 2.000.000,000 | 125.663.706.143,592 |
| 60,000 | 1,000 | 3,142 | 52.359,878 | 100,000 | 1.666.666,667 | 87.266.462.599,717 |
| 70,000 | 1,000 | 3,142 | 44.879,895 | 100,000 | 1.428.571,429 | 64.114.135.787,547 |
| 80,000 | 1,000 | 3,142 | 39.269,908 | 100,000 | 1.250.000,000 | 49.087.385.212,341 |
| 90,000 | 1,000 | 3,142 | 34.906,585 | 100,000 | 1.111.111,111 | 38.785.094.488,763 |
| 100,000 | 1,000 | 3,142 | 31.415,927 | 100,000 | 1.000.000,000 | 31.415.926.535,898 |
| 110,000 | 1,000 | 3,142 | 28.559,933 | 100,000 | 909.090,909 | 25.963.575.649,502 |
| 120,000 | 1,000 | 3,142 | 26.179,939 | 100,000 | 833.333,333 | 21.816.615.649,929 |
| 130,000 | 1,000 | 3,142 | 24.166,097 | 100,000 | 769.230,769 | 18.589.305.642,543 |
| 140,000 | 1,000 | 3,142 | 22.439,948 | 100,000 | 714.285,714 | 16.028.533.946,887 |
| 150,000 | 1,000 | 3,142 | 20.943,951 | 100,000 | 666.666,667 | 13.962.634.015,955 |
| 160,000 | 1,000 | 3,142 | 19.634,954 | 100,000 | 625.000,000 | 12.271.846.303,085 |
| 170,000 | 1,000 | 3,142 | 18.479,957 | 100,000 | 588.235,294 | 10.870.562.815,190 |
| 180,000 | 1,000 | 3,142 | 17.453,293 | 100,000 | 555.555,556 | 9.696.273.622,191 |
| 190,000 | 1,000 | 3,142 | 16.534,698 | 100,000 | 526.315,789 | 8.702.472.724,625 |
| 200,000 | 1,000 | 3,142 | 15.707,963 | 100,000 | 500.000,000 | 7.853.981.633,974 |
| 210,000 | 1,000 | 3,142 | 14.959,965 | 100,000 | 476.190,476 | 7.123.792.865,283 |
| 220,000 | 1,000 | 3,142 | 14.279,967 | 100,000 | 454.545,455 | 6.490.893.912,376 |
| 230,000 | 1,000 | 3,142 | 13.659,098 | 100,000 | 434.782,609 | 5.938.738.475,595 |
| 240,000 | 1,000 | 3,142 | 13.089,969 | 100,000 | 416.666,667 | 5.454.153.912,482 |
| 250,000 | 1,000 | 3,142 | 12.566,371 | 100,000 | 400.000,000 | 5.026.548.245,744 |
| 260,000 | 1,000 | 3,142 | 12.083,049 | 100,000 | 384.615,385 | 4.647.326.410,636 |
| 270,000 | 1,000 | 3,142 | 11.635,528 | 100,000 | 370.370,370 | 4.309.454.943,196 |
| 280,000 | 1,000 | 3,142 | 11.219,974 | 100,000 | 357.142,857 | 4.007.133.486,722 |
| 290,000 | 1,000 | 3,142 | 10.833,078 | 100,000 | 344.827,586 | 3.735.544.177,871 |
| 300,000 | 1,000 | 3,142 | 10.471,976 | 100,000 | 333.333,333 | 3.490.658.503,989 |

Obteniendo los resultados para ambos hilos de diferente altura, se realizó un promedio de la cantidad de hilos que tiene el tejido tanto para las de **h** igual 100 mm como para las de **h** igual a 160 mm, del cual se concluyó que aproximadamente el tejido tiene 22 fibras de 160 mm y 36 de 100 mm. A partir de esta información podemos sacar un aproximado de la cantidad de nano-partículas de SiO₂ que pueden adherirse en totalidad al tejido.

La cantidad en masa se halló a partir de la densidad y el peso molar de la sílice, al dividir estas dos se tienen las moléculas por nanómetro cubico, y conociendo el volumen de cada nano-partícula, el peso molar y la cantidad de nano-partículas se puede llegar a hacer un estimado en gramos de la cantidad de dióxido de silicio que realmente se consigue inmovilizar en un tejido de fique de las medidas nombradas inicialmente. La densidad fue un promedio entre los valores de

densidades en los que varía el humo de sílice densificado⁴⁵, y el peso molar se asumió como el del dióxido de silicio⁴⁶ pues en la literatura no se encuentra un valor para el humo de sílice, además de que cerca del 92% de este es dióxido de silicio⁴⁷, lo que permite hacer esta aproximación.

| Diametro SiO ₂ [nm] | SiO ₂ Totales en el hilo (100 mm) | Total de SiO ₂ en hilos de 100 mm | SiO ₂ Totales en el hilo (160 nm) | Total de SiO ₂ en hilos de 160 mm | Total de NPs en el tejido |
|--------------------------------|--|--|--|--|---------------------------|
| 30,000 | 349.065.850.399 | 12.566.370.614.359 | 558.505.360.638 | 12.287.117.934.040 | 24.853.488.548.399 |
| 40,000 | 196.349.540.849 | 7.068.583.470.577 | 314.159.265.359 | 6.911.503.837.898 | 13.980.087.308.475 |
| 50,000 | 125.663.706.144 | 4.523.893.421.169 | 201.061.929.830 | 4.423.362.456.254 | 8.947.255.877.424 |
| 60,000 | 87.266.462.600 | 3.141.592.653.590 | 139.626.340.160 | 3.071.779.483.510 | 6.213.372.137.100 |
| 70,000 | 64.114.135.788 | 2.308.108.888.352 | 102.582.617.260 | 2.256.817.579.722 | 4.564.926.468.073 |
| 80,000 | 49.087.385.212 | 1.767.145.867.644 | 78.539.816.340 | 1.727.875.959.474 | 3.495.021.827.119 |
| 90,000 | 38.785.094.489 | 1.396.263.401.595 | 62.056.151.182 | 1.365.235.326.004 | 2.761.498.727.600 |
| 100,000 | 31.415.926.536 | 1.130.973.355.292 | 50.265.482.457 | 1.105.840.614.064 | 2.236.813.969.356 |
| 110,000 | 25.963.575.650 | 934.688.723.382 | 41.541.721.039 | 913.917.862.862 | 1.848.606.586.245 |
| 120,000 | 21.816.615.650 | 785.398.163.397 | 34.906.585.040 | 767.944.870.878 | 1.553.343.034.275 |
| 130,000 | 18.589.305.643 | 669.215.003.132 | 29.742.889.028 | 654.343.558.618 | 1.323.558.561.749 |
| 140,000 | 16.028.533.947 | 577.027.222.088 | 25.645.654.315 | 564.204.394.930 | 1.141.231.617.018 |
| 150,000 | 13.962.634.016 | 502.654.824.574 | 22.340.214.426 | 491.484.717.362 | 994.139.541.936 |
| 160,000 | 12.271.846.303 | 441.786.466.911 | 19.634.954.085 | 431.968.989.869 | 873.755.456.780 |
| 170,000 | 10.870.562.815 | 391.340.261.347 | 17.392.900.504 | 382.643.811.095 | 773.984.072.441 |
| 180,000 | 9.696.273.622 | 349.065.850.399 | 15.514.037.796 | 341.308.831.501 | 690.374.681.900 |
| 190,000 | 8.702.472.725 | 313.289.018.087 | 13.923.956.359 | 306.327.039.907 | 619.616.057.993 |
| 200,000 | 7.853.981.634 | 282.743.338.823 | 12.566.370.614 | 276.460.153.516 | 559.203.492.339 |
| 210,000 | 7.123.792.865 | 256.456.543.150 | 11.398.068.584 | 250.757.508.858 | 507.214.052.008 |
| 220,000 | 6.490.893.912 | 233.672.180.846 | 10.385.430.260 | 228.479.465.716 | 462.151.646.561 |
| 230,000 | 5.938.738.476 | 213.794.585.121 | 9.501.981.561 | 209.043.594.341 | 422.838.179.462 |
| 240,000 | 5.454.153.912 | 196.349.540.849 | 8.726.646.260 | 191.986.217.719 | 388.335.758.569 |
| 250,000 | 5.026.548.246 | 180.955.736.847 | 8.042.477.193 | 176.934.498.250 | 357.890.235.097 |
| 260,000 | 4.647.326.411 | 167.303.750.783 | 7.435.722.257 | 163.585.889.654 | 330.889.640.437 |
| 270,000 | 4.309.454.943 | 155.140.377.955 | 6.895.127.909 | 151.692.814.000 | 306.833.191.956 |
| 280,000 | 4.007.133.487 | 144.256.805.522 | 6.411.413.579 | 141.051.098.733 | 285.307.904.255 |
| 290,000 | 3.735.544.178 | 134.479.590.403 | 5.976.870.685 | 131.491.155.061 | 265.970.745.464 |
| 300,000 | 3.490.658.504 | 125.663.706.144 | 5.585.053.606 | 122.871.179.340 | 248.534.885.484 |

A continuación, se muestran los cálculos hechos para el estimado en gramos de sílice que se pueden inmovilizar.

⁴⁵ CENTRO DE ESTUDIOS Y EXPERIMENTACIÓN DE OBRAS PÚBLICAS. Humo de Sílice. España, 200

⁴⁶ OBSERVATORIO DE SALUD AMBIENTAL DE BOGOTÁ. Dióxido de Silicio. Colombia.

⁴⁷ CENTRO DE ESTUDIOS Y EXPERIMENTACIÓN DE OBRAS PÚBLICAS. Humo de Sílice. España, 200

| Volumen SiO ₂ [nm ³] | Peso Molecular SiO ₂ [g/mol] | Densidad SiO ₂ [g/nm ³] | Cantidad de SiO ₂ [mol/nm ³] | Cantidad de SiO ₂ [mol] | Peso de NPS en tejido [g] |
|--|--|---|--|---------------------------------------|------------------------------|
| 14.137,17 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 1,31762E-19 | 0,00019676 |
| 33.510,32 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 3,12324E-19 | 0,000262347 |
| 65.449,85 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 6,10008E-19 | 0,000327934 |
| 113.097,34 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 1,05409E-18 | 0,000393521 |
| 179.594,38 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 1,67386E-18 | 0,000459108 |
| 268.082,57 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 2,49859E-18 | 0,000524694 |
| 381.703,51 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 3,55757E-18 | 0,000590281 |
| 523.598,78 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 4,88007E-18 | 0,000655868 |
| 696.909,97 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 6,49537E-18 | 0,000721455 |
| 904.778,68 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 8,43275E-18 | 0,000787042 |
| 1.150.346,51 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 1,07215E-17 | 0,000852629 |
| 1.436.755,04 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 1,33909E-17 | 0,000918215 |
| 1.767.145,87 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 1,64702E-17 | 0,000983802 |
| 2.144.660,58 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 1,99887E-17 | 0,001049389 |
| 2.572.440,78 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 2,39758E-17 | 0,001114976 |
| 3.053.628,06 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 2,84605E-17 | 0,001180563 |
| 3.591.364,00 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 3,34724E-17 | 0,001246149 |
| 4.188.790,20 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 3,90405E-17 | 0,001311736 |
| 4.849.048,26 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 4,51943E-17 | 0,001377323 |
| 5.575.279,76 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 5,19629E-17 | 0,00144291 |
| 6.370.626,30 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 5,93758E-17 | 0,001508497 |
| 7.238.229,47 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 6,7462E-17 | 0,001574083 |
| 8.181.230,87 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 7,6251E-17 | 0,00163967 |
| 9.202.772,08 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 8,5772E-17 | 0,001705257 |
| 10.305.994,70 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 9,60543E-17 | 0,001770844 |
| 11.494.040,32 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 1,07127E-16 | 0,001836431 |
| 12.770.050,54 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 1,1902E-16 | 0,001902018 |
| 14.137.166,94 | 60,0843 | 5,6E-22 | 9,32024E-24 | 1,31762E-16 | 0,001967604 |

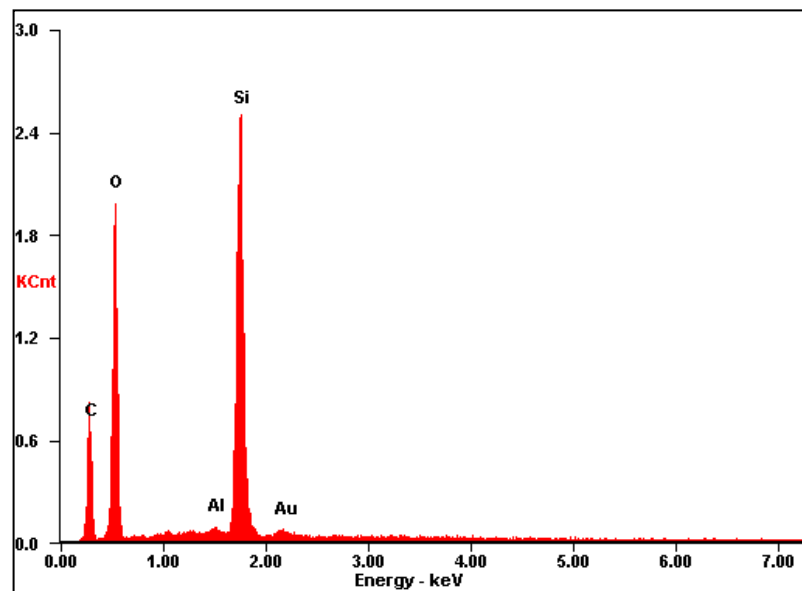
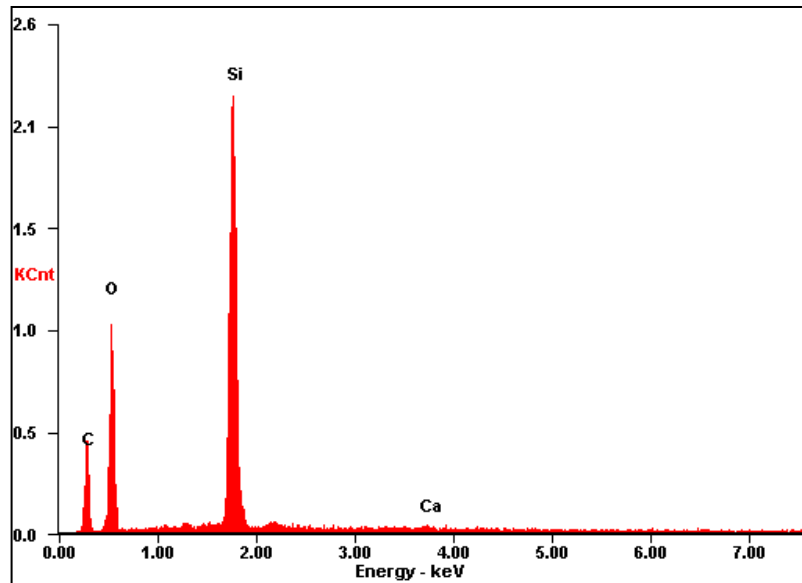
ANEXO E. MICROANÁLISIS EDS DE TEJIDOS DE FIQUE INMOVILIZADOS CON HUMO DE SÍLICE

Para garantizar que las partículas observadas en las imágenes SEM fueran partículas de humo de sílice se analizaron las fibras mediante Espectroscopia de Energía Dispersiva (EDS), espectros que se pueden apreciar en la Figura 20, encontrando componentes como carbono y oxígeno los cuales son característicos de la fibra de fique debido a su alto contenido de celulosa⁴⁸. Por otro lado, se observó la presencia de silicio, principal componente de humo de sílice, corroborando la presencia de dichas partículas sobre la superficie del tejido. Adicionalmente, se reconocen elementos como el calcio, posiblemente, provenientes del humo de sílice de procesos que contienen altas proporciones de óxidos alcalinoterreos (tipo CaO, aproximadamente al 0,5%)⁴⁹, o quizás se deba a la presencia de carbonato de calcio en las fibras, impureza del proceso que debió ser retirada completamente en el acondicionamiento. Así mismo, se observa el aluminio, presentes en óxidos como Al₂O₃ al 0,2% del humo de sílice. Cabe mencionar, además, que el oro se debe al recubrimiento que se le hizo a la muestra para realizar el análisis microscópico.

⁴⁸ COMITES TECNICO Y DIRECTIVO NACIONALES Y REGIONALES DE CADEFIQUE. Guía ambiental del subsector fiquero. Ministerio de ambiente, vivienda y desarrollo territorial ministerio de agricultura y desarrollo rural. Bogotá D.C.: Panamericana Formas e Impresos S.A., 2006. p.6. (Cambio y Forma. Serie práctica). ISBN 958-97785-3-4

⁴⁹ CENTRO DE ESTUDIOS Y EXPERIMENTACIÓN DE OBRAS PÚBLICAS. Ficha Técnica: Humo de Sílice. [En línea]. España: Ministerio de Agricultura y Pesca, Alimentación y Medio Ambiente, 2007. (Recuperado 27 marzo 2017). Disponible en <http://www.cedex.es/NR/rdonlyres/08063BEF-1B3B-4B7E-92A5-668337F52FD6/119859/HUMODESILICE.pdf>

Microanálisis EDS de tejidos de fique immobilizados con humo de sílice



ANEXO F. TEJIDO DE FIQUE Y HUMO DE SÍLICE DENSIFICADO

Tejido de fique de medidas 10x16 cm y fileteado



Humo de sílice densificado



Fuente: CENTRO DE ESTUDIOS Y EXPERIMENTACIÓN DE OBRAS PÚBLICAS. Ficha Técnica: Humo de Sílice. [En línea]. España: Ministerio de Agricultura y Pesca, Alimentación y Medio Ambiente, 2007. (Recuperado 27 marzo 2017). Disponible en <http://www.cedex.es/NR/rdonlyres/08063BEF-1B3B-4B7E-92A5-668337F52FD6/119859/HUMODESILICE.pdf>