

TRATAMIENTO QUÍMICO Y CARACTERIZACIÓN DE FIBRAS NATURALES DE
YUTE Y FIQUE COMO AGENTES DE REFUERZO DE POLIURETANO

EDICSON MESA PALOMINO

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUÍMICA
BUCARAMANGA
2016

TRATAMIENTO QUÍMICO Y CARACTERIZACIÓN DE FIBRAS NATURALES DE
YUTE Y FIQUE COMO AGENTE DE REFUERZO DE POLIURETANO

EDICSON MESA PALOMINO

Trabajo de Grado para optar al título de:
Químico

Director

LUZ ÁNGELA CARREÑO DÍAZ
Química, Esp., M.Sc., Ph. D. En Química

Codirector

MARISOL FERNÁNDEZ ROJAS
Química, M.Sc. Ing. Tec. Materiales

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUÍMICA
BUCARAMANGA

2016

Al Señor todo poderoso, a mis padres por su esfuerzo y apoyo, a mi hermano por ser mi modelo a seguir, a mi esposa por su apoyo incondicional y a mi hija por ser mi inspiración.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a mis padres, Heber D. Mesa V. y Luz Dary Palomino C, a mi hermano Heber Mesa P., a mi esposa Jeniffer M. Rondón P. y a mi hija Nicole Valeria Mesa Rondón, por su apoyo incondicional, amor y paciencia.

A mi directora, la Dra. Luz Ángela Carreño D. y a mi codirectora Marisol Fernández R. Por dirigirme en este trabajo de grado y la orientación científica y personal en esta etapa como estudiante.

Al laboratorio de investigación en química sostenible (LIQS), al laboratorio de espectroscopia de difracción de rayos X, al laboratorio de polímeros, al laboratorio instrumental de análisis químico y a Tesicol, por apoyarme en los análisis para llevar a cabo el desarrollo de este proyecto.

A la Universidad Industrial de Santander, a todo su planta docente y técnicos de laboratorios, por hacer parte de este proceso de formación.

A mi gran amigo Fabián Tapias, por ser incondicional en mi estadía en la Universidad y fuera de ella, a mis amigos y compañeros de estudio, Julieth Escorcía, Julián A. Ugarte, Nelson Fabián Sierra, Cristian Murillo, entre otros quienes fueron parte importante durante mi estudio.

A todos los que de una u otra manera influyeron en mi proceso de formación académica y de crecimiento personal y moral.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN.....	18
1. MARCO TEÓRICO.....	20
1.1 FIBRAS NATURALES.....	20
1.1.1 Uso de las fibras naturales.....	21
1.1.2 Fibras de Fique.....	22
1.1.3 Fibras de yute.....	22
1.2 ESTRUCTURA QUÍMICA DE LAS FIBRAS NATURALES.....	23
1.2.1 Celulosa.....	23
1.2.2 Hemicelulosa.....	24
1.2.3 Lignina.....	25
1.3. ANTECEDENTES.....	26
2. METODOLOGÍA.....	27
2.1 MATERIALES Y REACTIVOS.....	28
2.2 LIMPIEZA DE LAS FIBRAS.....	28
2.3 PRE -TRATAMIENTO ALCALINO Y TRATAMIENTOS QUÍMICOS.....	28
2.3.1 Pre -tratamientos iniciales con hidróxido de sodio al 4, 5 y 6 % p/v.....	28

2.3.1.1	Hidróxido de sodio 4, 5 y 6 % p/v.....	28
2.3.1.2	Determinación de la concentración óptima de hidróxido de sodio.	28
2.3.2	Tratamientos químicos superficiales	29
2.3.2.1	Tratamiento de silanización.....	29
2.3.2.2	Tratamiento de acetilación	29
2.3.2.3	Tratamiento con isocianato	29
2.3.2.4	Síntesis de poliuretano	30
3.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	31
3.1	LIMPIEZA Y CARACTERIZACIÓN DE LAS FIBRAS CRUDAS.....	31
3.2	PRE -TRATAMIENTO ALCALINO Y REMOCIÓN DE LIGNINA, HEMICELULOSA E IMPUREZAS PRESENTES EN LA SUPERFICIE DE LAS FIBRAS.....	35
3.3	TRATAMIENTOS QUÍMICOS SUPERFICIALES Y CARACTERIZACIÓN.....	42
3.3.1	Tratamiento con silano.....	42
3.3.2	Tratamiento con anhídrido acético	46
3.3.3	Tratamiento con hexamitilenodiisocianato (HDI).....	50
3.3.4	Análisis termogravimétrico sobre las fibras de fique HILADO y yute.....	54
3.4	SÍNTESIS DE POLÍMERO.....	57
3.4.1	PRUEBAS DE MOJABILIDAD.....	58
3.4.2	Análisis morfológico	61
3.5	ENSAYOS MECÁNICOS	67
3.5.1	nsayos mecánicos de las fibras naturales de fique hilado y yute	67
3.5.2	Ensayos mecánicos del polímero y del polímero reforzado con fibras naturales de fique hilado y yute	70

4.	CONCLUSIONES.....	73
5.	RECOMENDACIONES.....	75
	BIBLIOGRAFÍA.....	76
	ANEXOS	81

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Estructura de un fibra natural.....	20
Figura 2. Estructura química de la celulosa.....	24
Figura 3. Estructura química de la hemicelulosa.....	24
Figura 4. Estructura química de la lignina.....	25
Figura 5. Diagrama general del tratamiento y caracterización de las fibras.....	27
Figura 6. Limpieza de las fibras de fique y yute.....	31
Figura 7. Espectros IR de fique, yute y fique sin hilar limpias.....	32
Figura 8. Difractogramas de muestras vegetales fique sin hilar, fique hilado y yute.....	33
Figura 9. Difractograma de las fibras vegetales con los índices de Miller en cada señal.....	34
Figura 10. Porcentaje de cristalinidad de las fibras vegetales de yute, fique hilado y fique sin hilar.....	35

Figura 11. Imágenes de las Fibras vegetales en soluciones de NaOH, a) fibra de fique sin hilar (NaOH 4%), b) fibra de yute (NaOH 5%) y c) fibra de fique hilado (NaOH 6%).....36

Figura 12. Reacción química general de la mercerización o alcalinización de las fibras vegetales (fique hilado, sin hilar y yute).....36

Figura 13. Espectros IR –ATR de a) la fibra de yute tratada con hidróxido de sodio (4,5 y 6 %) y b) fibra de yute limpia (sin pre –tratamiento) y pre –tratada con NaOH.....37

Figura 14. Espectros IR –ATR de a) fibra de fique hilado tratadas con hidróxido de sodio (4, 5 y 6 %) y b) fibras de fique sin hilar pre –tratadas con NaOH (4, 5 y 6 %).39

Figura 15. Difractogramas de la fibra de yute a) limpia más pre –tratada y b) pre –tratadas con hidróxido de sodio (4, 5 y 6%).....40

Figura 16. Porcentaje de cristalinidad de a) fibra de yute limpia y con los pre –tratamientos, b) fibra de fique hilado y con los pre –tratamientos y c) fibra de fique sin hilar y con los pre –tratamientos41

Figura 17. Reacción química entre el agente acoplante tipo silano y la celulosa, a) hidrólisis del silano y b) reacción del silanol y la fibra.....43

Figura 18. Espectro IR –ATR de la fibra de fique sin hilar pre –tratada con NaOH (5%) y la fibra de fique sin hilar tratada con 3-cloropropiltrimetoxisilano44

Figura 19. Difractogramas de la fibra de fique sin hilar pre –tratadas y la fibra de fique sin hilar con silanización	45
Figura 20. Porcentaje de cristalinidad de la fibra de fique sin hilar limpia, con NaOH 5% y fibra de fique sin hilar con silanización	46
Figura 21. Reacción química de las fibras pre –tratadas con NaOH (5%) y anhídrido acético, empleando ácido acético como catalizador.....	47
Figura 22. Espectros IR de la fibra de fique sin hilar pre –tratada con NaOH (5%) y fibra de fique sin hilar con anhídrido acético	47
Figura 23. Difractogramas de la fibra de fique sin hilar pre –tratada con NaOH (5%) y fibra de fique sin hilar con acetilación	49
Figura 24. Comparación del porcentaje de cristalinidad de la fibra de fique sin hilar limpia, pre –tratada con NaOH (5%) y con acetilación.....	50
Figura 25. Reacción química de la fibra vegetal con HDI.....	51
Figura 26. Espectros IR –ATR de las fibras de a) yute y b) fique hilado, ambas pre –tratadas y con isocianato a temperatura ambiente y a 54°C.....	52
Figura 27. Difractogramas de las fibras de a) yute y b) fique hilado, ambas pre –tratadas con NaOH (5%) y tratadas con HDI a temperatura ambiente y a temperatura de 54 °C y c) porcentaje de cristalinidad de las fibras de yute y fique hilado, calculados a partir de los difractogramas.....	54

Figura 28. Termogramas de a) fibras de fique hilado limpias, tratadas con NaOH 5%, silanizadas, acetiladas y b) fibras de yute, limpias, tratadas con NaOH (5%), silanizadas y acetiladas.....	56
Figura 29. a) Polímero y b) fibras naturales de fique hilado y yute, impregnadas con el polímero recién sintetizado.....	57
Figura 30. Fibras de fique hilado y yute limpias y modificadas en una bandeja para ser impregnadas con el polímero.....	58
Figura 31. Análisis IR del polímero usado para impregnar las fibras y sus modos de vibración.....	59
Figura 32. Espectros IR –ATR del polímero reforzado con a) fibras de yute limpio b) yute con NaOH 5%, c) yute silanizado, d) yute Acetilado e) yute con isocianato a temperatura ambiente y f) fibra de yute con isocianato a 54°C	59
Figura 33. Producción del poliuretano y reacción entre las fibras naturales limpias y modificadas superficialmente con el polímero.....	61
Figura 34. Imágenes de las fracturas de composites de poliuretano reforzado con a) fique hilado modificadas con NaOH 5%, b) fique hilado con isocianato a temperatura ambiente, c) fique hilado con isocianato a 54 °C, d) fique hilado limpia, e) fique hilado acetilado y f) fique hilado silanizado.....	62
Figura 35. Imágenes de las fracturas de composites de poliuretano reforzado con a) fibra de yute modificadas con isocianato a 54 °C, b) yute con isocianato a temperatura ambiente, c) yute con silanizado, d) yute acetilado, e) yute limpio y f) yute con NaOH 5%.....	65

Figura 36. Curva de tensión contra elongación del polímero solo.....71

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Señales de los espectros IR de las fibras vegetales limpias de fique hilado, fique sin hilar y yute.....	32
Tabla 2. Señales de los espectros IR (figura 13.a y 13.b) de fibras de yute limpias y pre –tratadas con NaOH (4, 5 y 6%).....	38
Tabla 3. Señales de los espectros IR -ATR (figura 17) de la fibra de fique sin hilar pre –tratadas con NaOH (5%) y la fibra con el silano acoplado.....	45
Tabla 4. Señales de los espectros IR (figura 21) de la fibra de fique sin hilar pre –tratada con NaOH (5%), con anhídrido acético y sus modos de vibración.....	48
Tabla 5. Señales de los espectros IR (figura 21) de la fibra de fique sin hilar pre –tratada con NaOH (5%), con anhídrido acético y sus modos de vibración.....	53
Tabla 6. Datos de los termogramas a) fibra de fique hilado y b) fibra de yute.....	56
Tabla 7. Resultados de los ensayos de tensión, elongación de fibras de fique hilado y fibras de yute, limpias y modificadas.....	68
Tabla 8. Resultados de los ensayos de tensión, elongación de materiales compuestos reforzados con fibras de fique hilado y fibras de yute, limpias y modificadas.....	70

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. Reactivos y equipos.....	81
ANEXO B. Cálculos del porcentaje de cristalinidad.....	82
ANEXO C. Espectros IR, difractogramas y graficas de porcentaje de cristalinidad.....	87

LISTA DE ABREVIATURAS

Abreviatura: Término

FH, Y o F sin H Limpio: Fique hilado, yute o fique sin hilar limpio

FH, Y o F sin H + NaOH 4, 5 y 6%: Fique hilado, yute o fique sin hilar tratado con NaOH 4, 5 y 6%

FH, Y o F sin H + Silanización: Fique hilado, yute o fique sin hilar pre –tratado con NaOH 5% y tratado con 3-cloropropiltrimetoxisilano

FH, Y o F sin H + Acetilación: Fique hilado, yute o fique sin hilar pre –tratado con NaOH 5% y tratado con anhídrido acético

FH o Y + I Temp A: Fique hilado o yute pre –tratado con NaOH 5% y tratado con hexametilendiisocianato a temperatura ambiente.

FH o Y + I 54 °C: Fique hilado o yute pre –tratado con NaOH 5% y tratado con hexametilendiisocianato a una temperatura de 54 °C.

RESUMEN

TÍTULO: TRATAMIENTO QUÍMICO Y CARACTERIZACIÓN DE FIBRAS NATURALES DE YUTE Y FIQUE COMO AGENTES DE REFUERZO DE POLIURETANO

AUTOR: EDICSON MESA PALOMINO

PALABRAS CLAVES: Fibras naturales, tratamientos químicos, compositos.

DESCRIPCIÓN:

Las fibras naturales son extraídas del tallo de las plantas, de sus hojas o de sus semillas, estas fibras en los últimos años han encontrado aplicación como refuerzo en matrices poliméricas. Para esto es necesario someter la fibra a tratamientos químicos para remover impurezas en la fibra y mejorar su adhesión interfacial en materiales hidrófobos como polímeros y así formar lo que se conoce como compositos. En este trabajo de investigación se emplearon fibras naturales (fique y yute) para ser modificadas superficialmente mediante la aplicación de diferentes tratamientos químicos: hidróxido de sodio (4, 5 y 6%), acetilación, silanización e isocianato, con el fin de mejorar su hidrofobicidad, inicialmente se utilizó hidróxido de sodio para remover contenido de lignina y hemicelulosa presentes y que este sirviera como pre –tratamiento antes de los tratamientos químicos posteriores.

Las fibras pre –tratadas y modificadas fueron caracterizadas por espectroscopia infrarroja (FTIR –ATR), que permitió comprobar la eliminación parcial de lignina y hemicelulosa luego del tratamiento con NaOH, después de la aplicación de los otros tratamientos empleados se observaron bandas características que corroboraron la efectividad de cada uno de ellos. Las fibras también se caracterizaron por Difracción de Rayos X (DRX) donde se calculó el grado de cristalinidad de las fibras y se evidenció que los pre –tratamientos así como los tratamientos aumentaron este grado de cristalinidad. Mediante análisis termogravimétrico (TGA) se pudo determinar que la estabilidad térmica aumentó en las fibras tratadas químicamente en comparación con las no tratadas y las pre –tratadas y por último se realizaron pruebas de mojabilidad, donde las fibras tratadas se impregnaron con el polímero poliuretano y se evaluó su capacidad de adhesión a la matriz polimérica, mediante ensayos de tracción, se determinó que las fibras silanizadas y las tratadas con isocianato a 54°C permitieron mejor adhesión interfacial fibra –matriz.

· Trabajo de grado

· Facultad de Ciencias. Escuela de Química. Director: Luz Ángela Carreño Díaz. Co-director. Marisol Fernández

ABSTRACT

TITLE: CHEMICAL TREATMENT AND CHARACTERIZATION OF NATURAL FIBERS JUTE AND FIQUE AS REINFORMENT AGENTS IN POLYURETHANE

AUTHOR: EDICSON MESA PALOMINO

KEYWORDS: Natural fibers, chemical treatments, composites, jute, fique.

DESCRIPTION:

Natural fibers can be extracted from plant stems, leaves or their seeds, in the last years this kind of fibers have found application as reinforcement in polymer matrixes. For this application fibers surface has to be modified through chemical treatments to remove impurities as well as to improve the interfacial adhesion on hydrophobic materials such as polymers to form what is known as composites. Natural fibers (fique and jute) were studied to be superficially modified through different chemical treatments such as are sodium hydroxide (4, 5 and 6%), acetylation, silylation and isocyanate, in order to improve the hydrophobicity of the fibers; sodium hydroxide was initially used to remove hemicellulose and lignin, this would also work as a pre-treatment before the subsequent chemical treatments.

The pre-treated and modified fibers were characterized by infrared spectroscopy (FTIR - ATR) which allowed to proof partial removal of lignin and hemicellulose with NaOH, the same way after every applied treatment characteristic bands were identified to proof the effectiveness of every one. Fibers were also characterized by X-Ray Diffraction (XRD) which allowed to determine the degree of the fiber crystallinity through a calculation and showed that the pre-treatments, as well as the treatments increased the degree of crystallinity. By Thermogravimetric Analysis (TGA) it was found that the thermal stability get increased after every chemical treatment when compared to the untreated and pre-treated ones. It has been demonstrated the Silane treatment was the most efficient for surface modification in order to enhance the water absorption resistance as well as the wettability in order to promote the interfacial properties of the composite. In general terms the chemical treatments applied to the fibers were effective for their surface modification, increasing the degree of crystallinity, the tensile strength and the thermal stability and diminishing their hydrophilic character.

· Degree Work

· Faculty of Sciences. School of Chemical. Director : Luz Ángela Carreño Díaz. Co-director. Marisol Fernández,

INTRODUCCIÓN

Las fibras de yute (Corchorus) son extraídas del tallo de la planta, de la cual, son cultivadas comercialmente dos especies (C. Capsularis L y C olitorius L). El yute se cultiva en el sur de Asia, los mayores países productores de yute son: Bangladesh, India, China y Tailandia. El yute es la segunda fibra vegetal más importante después del algodón en términos de uso, consumo global, producción y disponibilidad, es una de las fibras más baratas y de las más resistentes de entre todas las fibras naturales. Con base en estas características y aunque la fibra de yute no se produce en Colombia se decidió poder comparar los resultados con la fibra de fique (Khan and Khan, 2015a).

El fique (Agave furcraea) es una planta nativa colombiana de donde se extrae su fibra de la hoja de la planta por procesos mecánicos. Esta fibra es empleada en la fabricación de cuerdas o cabuya, sacos y empaques para productos agrícolas. El fique al igual que de las demás fibras naturales está constituida principalmente por tres componentes: celulosa, hemicelulosa y lignina, donde la celulosa es componente principal que le otorga fuerza y estabilidad a las paredes celulares de las plantas. Actualmente existen investigaciones con el objetivo de explotar este recurso natural para usarlo en la elaboración de láminas de techos corrugados así como en el refuerzo de cemento Portland (Hoyos et al., 2012).

Los compositos poliméricos han tenido un amplio crecimiento y han venido siendo usados desde hace varios años; se sabe que que un polímero y un relleno solido (composito) le confiere una combinación de las principales propiedades de las dos o más fases sólidas. Estas fases solidas pueden ser fibras sintéticas (fibras de vidrio), grafito, sílice entre otras, incluyendo fibras naturales (La Mantia and Morreale, 2011).

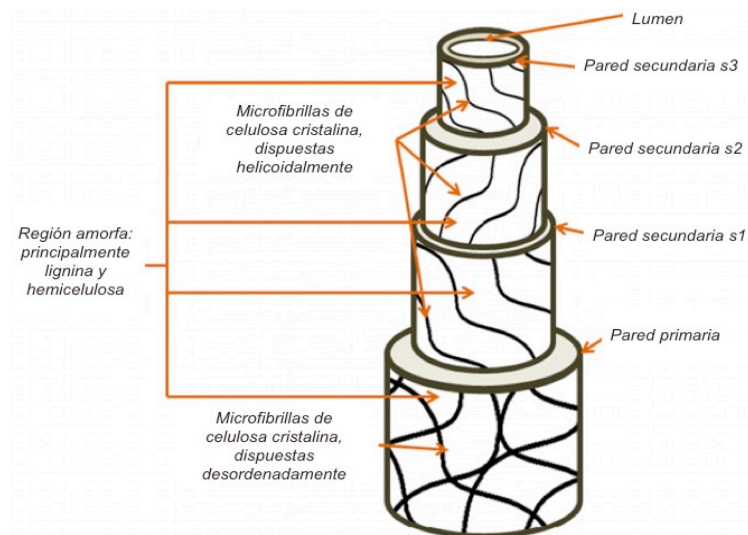
Aunque el desarrollo de diferentes tratamientos químicos sobre fibras naturales para su uso como agentes de refuerzo en matrices poliméricas es bastante amplio, para fibras de fique no se encuentra muchas investigaciones al respecto, es por eso que este proyecto pretende aportar a la investigación sobre las modificaciones superficiales de la fibra de fique, así como su caracterización para que estas sean empleadas como refuerzo en matrices poliméricas y pueda incentivarse el cultivo de esta planta y darle un uso más industrial en la fabricación de materiales compuestos o composites como se conocen hoy en día. El uso de la fibra de yute como marco de referencia fue bastante importante ya que el yute una de las fibras con más alto contenido de celulosa y una de las más empleadas en este tipo de investigaciones.

1. MARCO TEÓRICO

1.1 FIBRAS NATURALES

Las fibras naturales son materiales que se pueden obtener directamente de un animal, vegetal o una fuente mineral en las cuales el diámetro es insignificante en comparación con su longitud (Möller and Popescu, 2012). Las fibras vegetales están compuestas de celulosa, hemicelulosa, lignina, pectina, ceras y sustancias solubles en agua (Li et al., 2007). Las fibras naturales derivadas de plantas, tienen como componente principal fibrillas de celulosa incrustadas en una matriz de lignina, cada fibra tiene una estructura en capas, la cual contiene una pared celular primaria y tres paredes celulares secundarias, como muestra la Figura 1. El grosor de la capa intermedia de las paredes celulares secundarias determina las propiedades mecánicas de la fibra, esta se compone de un conjunto de microfibrillas celulares plegadas helicoidalmente, formadas a partir de moléculas de celulosa de cadena larga (Azwa et al., 2013).

Figura 1. Estructura de una fibra natural.



Fuente: Adaptación de Azwa et al., 2012.

Las plantas que producen fibras naturales son clasificadas como primarias o secundarias, dependiendo de su utilización; las plantas primarias son cultivadas por su contenido en fibra, mientras que las plantas secundarias son plantas en la cual las fibras son producidas como un subproducto (Faruk and Ain, 2013).

Las fibras naturales son un recurso abundante y renovable (Al-Maadeed and Labidi, 2014) y teniendo en cuenta que la mayoría de estas fibras, son desechos agro – industriales, se convierten en un material atractivo por tener bajo costo y buenas propiedades mecánicas (Cuéllar and Muñoz, 2010).

1.1.1 Uso de las fibras naturales A lo largo de los siglos las fibras naturales se han utilizado principalmente para producir: ropa, papel, materiales aislantes y de construcción entre otros (Möller and Popescu, 2012).

Recientemente, se ha planteado su uso en procesos de elaboración de compuestos plásticos usando fibras naturales como material de refuerzo, estos compuestos consisten en una matriz polimérica en la cual son incorporadas las fibras como agentes reforzantes (Li et al., 2007). Las características atractivas de las fibras naturales en matrices poliméricas reforzadas, han sido su bajo costo, peso ligero, altos módulos específicos y bajo riesgo a la salud, en comparación con compuestos reforzados con fibras sintéticas tales como: fibras de vidrio, carbón y fibras de aramida (Rokbi et al., 2011). Además de las características mencionadas, las fibras naturales presentan una ventaja adicional importante frente a las fibras sintéticas: ayudan a reducir las emisiones de dióxido de carbono, uno de los principales causantes del efecto invernadero, que genera cambios climáticos en el planeta (Muñoz Velez et al., 2014a).

La principal desventaja que presentan las fibras vegetales frente a las sintéticas es su carácter hidrófilico, lo que puede generar incompatibilidad con el polímero al momento de incorporarlas a este, además por su característica química, fácilmente es degradada por acción de microorganismos. Para disminuir el carácter hidrófilico

de estas fibras es necesario recurrir a procedimientos físicos, químicos o combinados que permitan mejorar la compatibilidad con la matriz polimérica (hidrofóbica) (Cuéllar and Muñoz, 2010).

Algunas aplicaciones de estos compuestos reforzados con fibras naturales se extienden a la industria de los plásticos, así como al sector automotriz e industrias de fletes, para disminuir los costos en materiales (Li et al., 2007).

1.1.2 Fibras de Fique. La región Andina comprendida por Colombia, Ecuador y Venezuela, componen el área de origen del fique; pero en la actualidad solo existe fique en Colombia, Costa Rica, Venezuela y Ecuador, donde Colombia es el principal productor mundial (Arriaga R. and Velásquez J., 2014).

Esta fibra es la de mayor producción en Colombia, generando un promedio aproximado de 11200 empleos anuales directos en más de 17000 hectáreas distribuidas en diferentes departamentos del país, principalmente en Cauca, Nariño, Santander y Antioquia, departamentos que producen el 98 % de la fibra en el país (Muñoz Velez et al., 2014a).

1.1.3 Fibras de yute. Las fibras de yute (Corchorur) son extraídas del tallo de la planta, de la cual, son cultivadas comercialmente dos especies (*C. Capsularis* L y *C. olitorius* L); estas dos especies poseen composiciones químicas bastante similares. La planta de yute alcanza alturas de 2,5 a 3,5 metros, la fibra es removida del tallo por un proceso de enriamiento biológico. El yute se cultiva en el sur de Asia, los mayores países productores de yute son: Bangladesh, India, China y Tailandia, entre estos, Bangladesh provee alrededor del 90 % del yute bruto del mundo y es el mayor exportación de la fibra.

El yute es la segunda fibra vegetal más importante después del algodón en términos de uso, consumo global, producción y disponibilidad, es una de las fibras más baratas y de las más resistentes de entre todas las fibras naturales. Con base en estas características y aunque la fibra de yute no se produce en Colombia se decidió poder comparar los resultados con el fique.

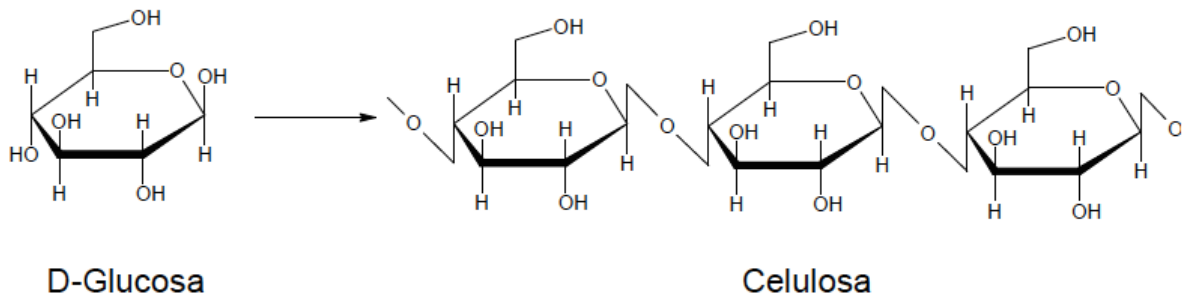
Se ha reportado que una hectárea de plantas de yute absorben 15 toneladas de dióxido de carbono (CO₂) de la atmósfera y agrega 11 toneladas de oxígeno molecular (O₂) a lo largo de su vida, el cual es de aproximadamente 120 días. Por otra parte, las hojas descompuestas y las raíces de esta planta, incrementan la fertilidad del suelo, reduciendo costos en fertilizantes (Khan and Khan, 2015b).

1.2 ESTRUCTURA QUÍMICA DE LAS FIBRAS NATURALES

La pared celular de las fibras naturales está compuesta principalmente por celulosa entre un 40-80 %, lignina 5 -25 % y hemicelulosa 10 %; esto le atribuye características de rigidez y dureza a los tejidos presentes en las fibras (Espitia Sibaja, 2010).

1.2.1 Celulosa La celulosa es el biopolímero más abundante sobre la tierra y la mayor unidad que compone la pared celular de las plantas (Xu and Rowell, 2011), está conformada por moléculas de D -glucosa unidas linealmente mediante enlaces β -1,4-glucosídicos (Figura 2), estas cadenas lineales se mantienen unidas mediante interacciones intramoleculares gracias a los grupos funcionales hidroxilos presentes en la molécula de D -glucosa (Espitia Sibaja, 2010).

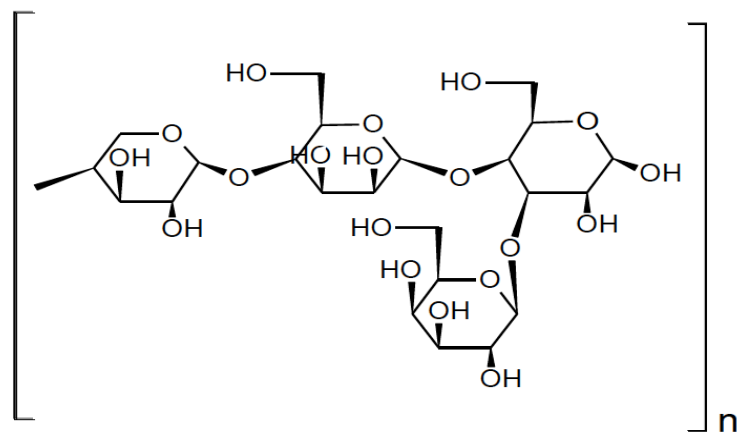
Figura 2. Estructura química de la celulosa



Fuente: Espitia Sibaja, 2010.

1.2.2 Hemicelulosa Está compuesta por varias unidades de diferentes azúcares (García Villamizar, 2015a) de cadenas de hetero –polisacáridos altamente ramificados, amorfos e hidrófilicos, formada por azúcares de 5 y 6 carbonos (Figura 3). La hemicelulosa posee un grado de polimerización conformada por alrededor de 300 -500 unidades de azúcares (Xu and Rowell, 2011); estos azúcares que forman la hemicelulosa, se encuentran unidos por enlaces glucosídicos (García Villamizar, 2015a) donde la hemicelulosa puede ser fácilmente hidrolizada por ácidos diluidos, bases y enzimas seleccionadas (Xu and Rowell, 2011).

Figura 3. Estructura química de la hemicelulosa.

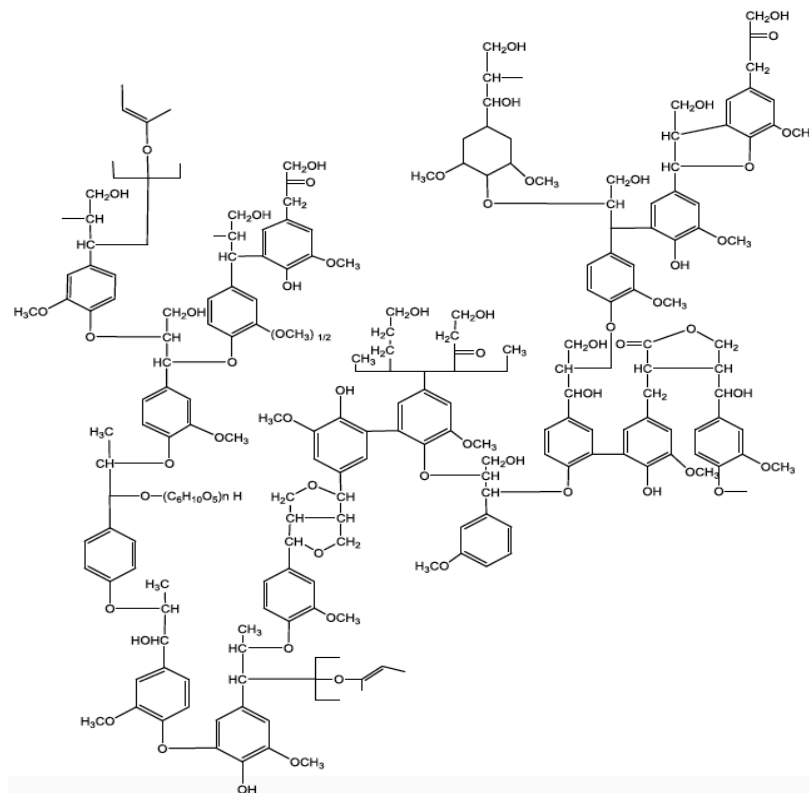


Fuente: García V. Claudia P. (tesis)

1.2.3 Lignina Es un polímero aromático ramificado y heterogéneo, conformado por la unión de varios ácidos y alcoholes fenilpropílicos como el cumarílico, coniferílico, sinapílico entre otros. La lignina es insoluble en ácidos, pero es soluble en bases fuertes y posee una composición atómica que está entre 61 -65 % de carbono, 5 -6,2 % de hidrógeno y 34 -28,8 % de oxígeno (Castro Herazo and Palencia Penagos, 2006).

La lignina cumple una función importante en las fibras naturales, que actúa como agente incrustante entre la celulosa y la hemicelulosa (García Villamizar, 2015a); en cuanto mayor sea el contenido de lignina en la fibra, mayor rigidez le otorga (Xu and Rowell, 2011).

Figura 4. Estructura química de la lignina.



Fuente: García V. Claudia P. (tesis)

1.3. ANTECEDENTES

Las fibras de celulosa se encuentran ampliamente disponibles en muchos países en vía de desarrollo, sus ventajas y características hacen de estas fibras, materiales ideales como agentes de refuerzo en matrices poliméricas para la preparación de “compositos” (Tonoli et al., 2013).

En el año 2012, Goriparthi y colaboradores, modificaron superficialmente las fibras de yute, para mejorar la adhesión de la fibra a una matriz polimérica de polilactida (PLA), para esto utilizaron tratamientos superficiales con silanos, una solución de $\text{NaOH}_{(ac)}$ al 6 %, entre otros; una vez transformada la superficie de las fibras, estas fueron caracterizadas mediante espectroscopia infrarroja (FTIR) (Goriparthi et al., 2012).

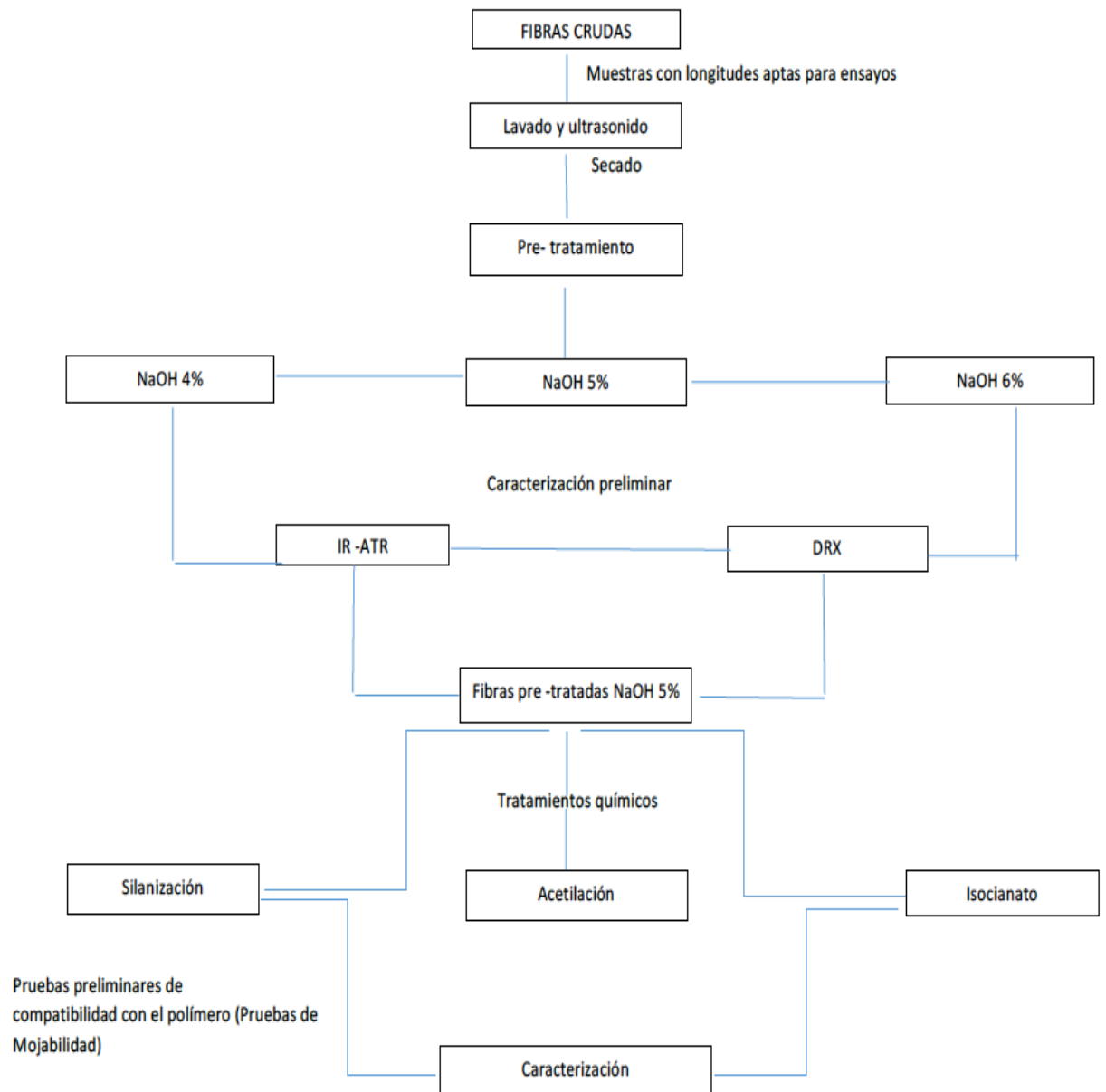
Sawpan et al. (2011), investigaron la influencia de los tratamientos químicos sobre la estructura de la fibra y las propiedades de tensión, de fibras industriales de cáñamo, para ello emplearon tratamientos químicos con hidróxido de sodio, anhídrido acético, silano y otros; una vez alteradas superficialmente las fibras, las caracterizaron por técnicas analíticas como, espectroscopia infrarroja (FTIR) y difracción de rayos X (XRD); además utilizaron microscopia electrónica de barrido (SEM) y microscopia de luz óptica para estudiar la topografía de la superficie de las fibras y medir el diámetro de las mismas (Sawpan et al., 2011a).

Arrakhiz et al. (2012), reforzaron polietileno de alta densidad con fibras de coco, modificadas químicamente, para ello emplearon tres reactivos químicos (silano, NaOH y bromuro de dodecano). Para la caracterización y comparación de las modificaciones químicas sobre las fibras, utilizaron espectroscopia infrarroja (FTIR); también midieron el módulo de Young, en el cual obtuvieron un incremento de 120% cuando usaron bromuro de dodecano y 70% con un agente acoplante de silano (Arrakhiz et al., 2012).

2. METODOLOGÍA

La Figura 5 muestra el desarrollo llevado a cabo paso a paso para el desarrollo de este proyecto de investigación, resaltando cada uno de los tratamientos químicos realizados a cada una de las fibras empleadas.

Figura 5. Diagrama general del tratamiento y caracterización de las fibras.



2.1 MATERIALES Y REACTIVOS

Las fibras de fique sin hilar fueron donadas por el profesor José Carlos Gutiérrez, las demás fibras (yute y fique hilado) fueron adquiridas en el comercio. El material de vidrio utilizado pertenece al laboratorio en el cual se desarrolló el proyecto (LIQS) y los reactivos empleados marca Merck, excepto el hidróxido de sodio comercial Laboratorios León.

2.2 LIMPIEZA DE LAS FIBRAS

Las fibras de fique sin hilar, se peinaron con un cepillo metálico para remover impurezas presentes en la fibra, mientras que las otras fibras de yute y fique (hiladas) se cortaron de 25 cm cada una aproximadamente, luego se lavaron todas las fibras con agua destilada antes de ser llevadas a un baño ultrasónico (40 KHz, 130 W) por 60 minutos, y finalmente se secaron a 60 °C en la estufa por 24 horas.

2.3 PRE -TRATAMIENTO ALCALINO Y TRATAMIENTOS QUÍMICOS

2.3.1 Pre –tratamientos iniciales con hidróxido de sodio al 4, 5 y 6 % p/v

2.3.1.1 Hidróxido de sodio 4, 5 y 6 % p/v. Después de limpias y secas las fibras, cada una se sumergió en 200 mL de solución de hidróxido de sodio (4, 5 y 6 %) por un periodo de 3 horas a temperatura ambiente, luego fueron lavadas con abundante agua destilada hasta obtener un pH neutro para luego ser llevadas a la estufa a una temperatura de 60 °C por 24 horas antes de sus posteriores tratamientos.

2.3.1.2 Determinación de la concentración óptima de hidróxido de sodio. Para determinar cuál era la mejor concentración de hidróxido de sodio, las fibras sometidas a los tratamientos con hidróxido de sodio al 4, 5 y 6% se caracterizaron empleando espectroscopia infrarroja, así como espectroscopia de difracción de rayos X; con base en estos análisis se seleccionó la mejor concentración de

hidróxido de sodio para pre -tratar las fibras y dejarlas listas para los tratamientos químicos.

2.3.2 Tratamientos químicos superficiales

2.3.2.1 Tratamiento de silanización Las fibras pre –tratadas con hidróxido de sodio (5 %) fueron sumergidas en una solución con 3 –cloropropiltrimetoxisilano al 3% v/v solubilizado en una mezcla de etanol: agua (60:40) por 3 horas a temperatura ambiente, luego fueron lavadas con abundante agua destilada para remover el exceso de reactivo, para luego ser llevadas a la estufa a una temperatura de 60 °C por 24 horas.

2.3.2.2 Tratamiento de acetilación Al igual que en el procedimiento anterior, las fibras pre –tratadas con NaOH fueron sumergidas inicialmente en ácido acético glacial, con la cantidad suficiente de ácido para que estas quedaran sumergidas en dicho ácido por una hora, luego de pasada la hora, las fibras fueron sumergidas en anhídrido acético por 3 horas, todo a temperatura ambiente. Después del tratamiento las fibras fueron lavadas con abundante agua destilada y secadas en una estufa a 60 °C por 24 horas.

2.3.2.3 Tratamiento con isocianato Para este último tratamiento se utilizó hexametilendiisocianato (HDI) como reactivo para modificar superficialmente las fibras, para ello se preparó una solución al 18% v/v utilizando tolueno como solvente, unas fibras fueron sumergidas en la solución por 3 horas a temperatura ambiente y otras fueron sumergidas en la misma solución pero a una temperatura de 54 °C por 30 minutos, una vez transcurrido el tiempo para ambos procedimientos, estas fueron lavadas con abundante agua destilada y secadas en una estufa a 60 °C por 24 horas.

2.3.2.4 Síntesis de poliuretano Se sintetizaron poliuretanos, para esto se utilizaron los diisocianatos hexametilendiisocianato (HDI) y 4,4-diciclohexilmetileno diisocianato (H_{12} MDI) y el aceite de ricino transesterificado (ART) como poliol.

Inicialmente se realizó la reacción de transesterificación de acuerdo al siguiente procedimiento: el aceite de ricino (1.0 mol), el agente modificador trietanolamina (2.0 mol) y el hidróxido de calcio (0,2%) como catalizador, se adicionaron a un balón de 3 bocas equipado con un agitador mecánico, un condensador y un controlador de temperatura. La mezcla de reacción se agitó a 150°C durante 2 horas. La transesterificación se verificó por IR y MALDI, y el índice de hidroxilo se determinó con base en la norma ASTM D1957-86.

Posteriormente, los poliuretanos (PUs) se prepararon con una razón molar NCO/OH = 1, de acuerdo al siguiente procedimiento: el poliol ART (0,03 mol) y el catalizador dibutilin dilaurato (DBTDL) (0,1%) se disolvieron en 1,2 mL de metiletilcetona (MEK) en un balón de 3 bocas, equipado con un embudo de adición, un condensador y un controlador de temperatura. Después de homogenizar, se adicionó el diisocianato (0,03 moles) (HDI, H_{12} MDI o una mezcla HDI/ H_{12} MDI (2:1)), gota a gota al sistema y la mezcla de reacción fue agitada a 60°C durante 2 horas. El polímero se vertió sobre las fibras y se dejó curar a temperatura ambiente durante 24 h (Propuesta doctoral, Fernandez, 2015).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 LIMPIEZA Y CARACTERIZACIÓN DE LAS FIBRAS CRUDAS

Inicialmente, las fibras vegetales de yute y fique (hilado y sin hilar) se lavaron para remover todo tipo de impurezas y suciedades que estas pudieran llegar a tener y que pudieran ser eliminadas mediante un lavado, para ello se utilizó un baño ultrasónico como muestra la figura 6.

Figura 6. Limpieza de las fibras vegetales de fique y yute.



Fuente: Autor

Una vez limpias y secas las fibras, se hizo una caracterización preliminar por espectroscopia infrarroja (IR –ATR) y difracción de rayos X (DRX), para obtener información composicional así como información del índice de cristalinidad de las fibras, la Figura 7 muestra los 3 espectros IR de las fibras lavadas y en la tabla 1 se lista la identificación de las bandas principales y su correspondencia con los grupos funcionales presentes.

Figura 7. Espectros IR –ATR de las fibra de fique sin hilar, fibra de fique hilado y fibra de yute limpias.

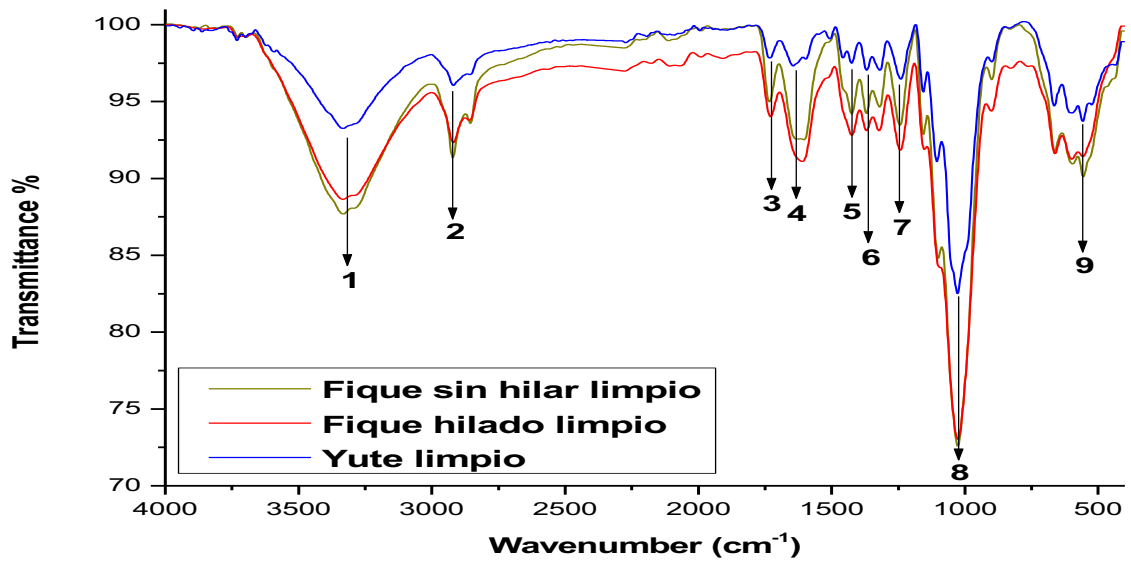
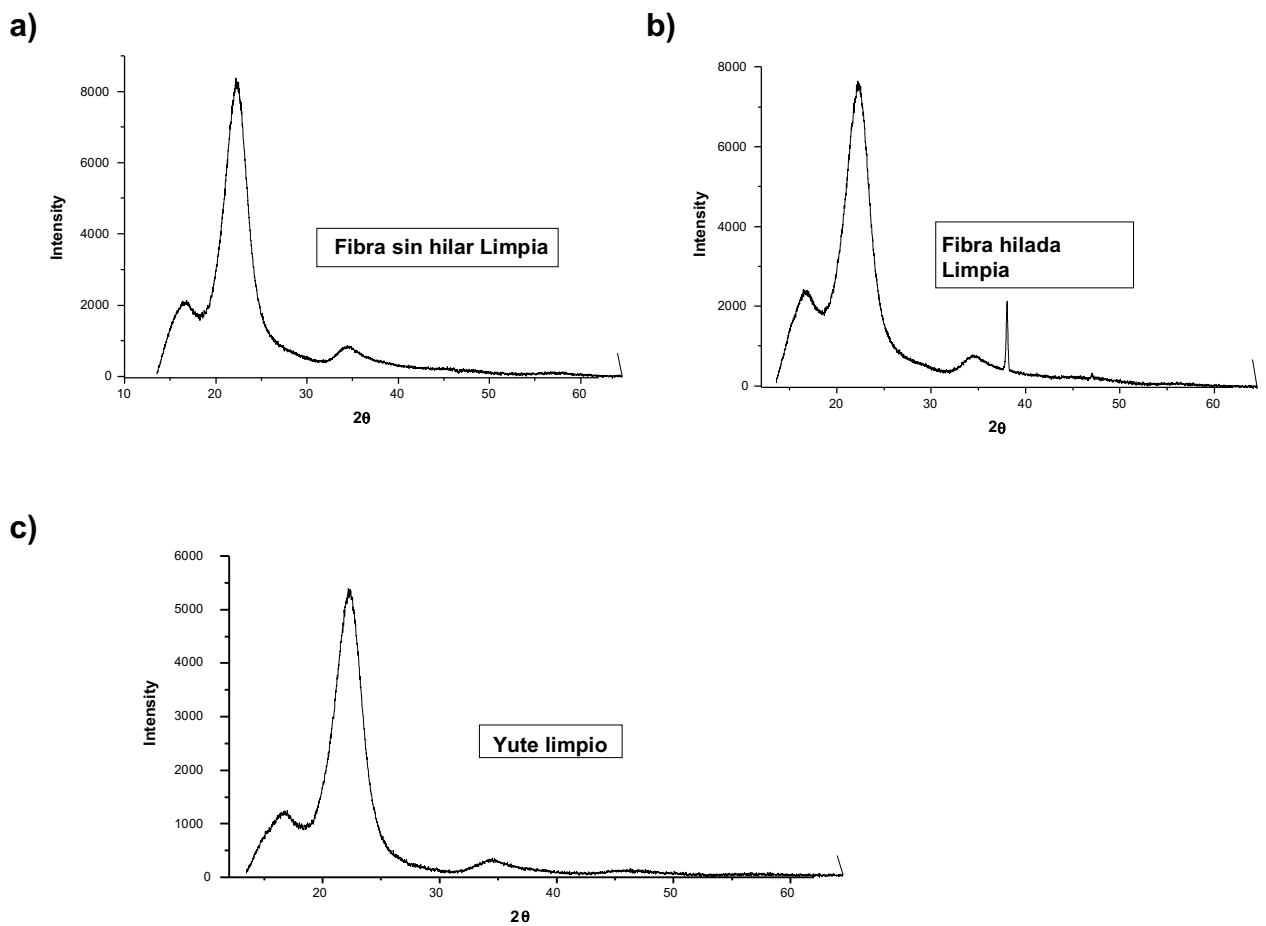


Tabla 1. Señales de los espectros IR (figura 7) de las fibras vegetales limpias de fique hilado, fibra de fique sin hilar y fibra de yute (Ridzuan et al., 2016).

Señal	numero de onda en F H (cm ⁻¹)	numero de onda en F sin H (cm ⁻¹)	Numero de onda en Y (cm ⁻¹)	Modos de vibración
1	3334	3332	3330	Tensión OH
2	2919	2921	2919	Tensión C-H de CH y CH ₂ presente en celulosa y hemicelulosa
3	1729	1733	1733	Tensión C=O en lignina y hemicelulosa
4	1610	1604	1644	Tensión C=C de anillo aromático
5	1424	1424	1425	Flexión simétrica CH ₂
6	-	1369	1368	Flexión C-H del anillo aromático en polisacáridos
7	1242	1243	1240	Tensión C-O en lignina
8	1026	1027	1028	Tensión C-O de grupos hidroxilos y éter en la celulosa
9	599	555	557	Enlace C-OH fuera del plano de flexión

La espectroscopia infrarroja muestra que las fibras vegetales de fique y yute se encuentran conformadas por celulosa, lignina y hemicelulosa, siendo estos dos últimos compuestos quienes le atribuyen características inapropiadas en términos de su uso como agentes de refuerzo en matrices poliméricas (Benítez et al., 2013). Por otra parte la espectroscopia de difracción de rayos X (DRX) permite confirmar la presencia de celulosa cristalina, gracias a las señales presentes en los difractogramas de las fibras vegetales limpias (Figuras 8.a, b y c) en los ángulos 2θ : 16, 22 y 35 (García Villamizar, 2015b).

Figura 8. Difractogramas de muestras vegetales de **a)** fibra de fique sin hilar, **b)** fibra de fique hilado y **c)** fibra de yute.



Gracias a las señales presentes en los diferentes difractogramas de las fibras, puede calcularse el porcentaje de cristalinidad en este tipo de materiales vegetales (**Figura 9**); para ello se empleó el cálculo reportado por (Sawpan et al., 2011b), donde a partir de la ecuación 1 y los difractogramas de las fibras vegetales, es posible hallar el porcentaje de cristalinidad presente en las muestras.

$$I_{XRD}(\%) = [(I_{002} - I_{amp}) * 100] / I_{002}$$

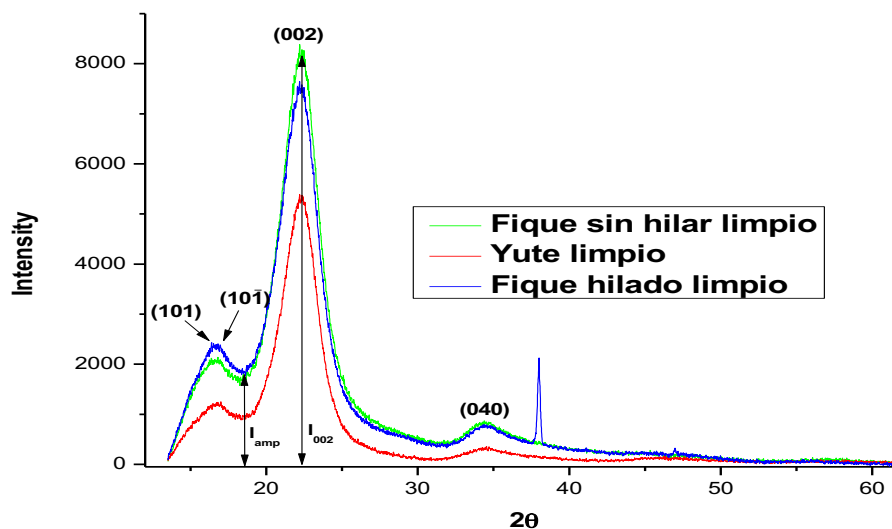
Ecuación 1. Expresión matemática para calcular el porcentaje de cristalinidad.

Dónde, I_{XRD} corresponde al índice de cristalinidad, I_{002} es la intensidad máxima de difracción del pico 002 en el ángulo 2θ comprendido entre 22° y 23° , y I_{amp} es la intensidad de difracción correspondiente al material amorfo en el ángulo 2θ cercano a 18° . Como ejemplo a continuación se presenta el cálculo para las fibras de yute:

$$I_{XRD}(\%) = [(4799,8 - 1014,5) * 100] / 4799,8$$

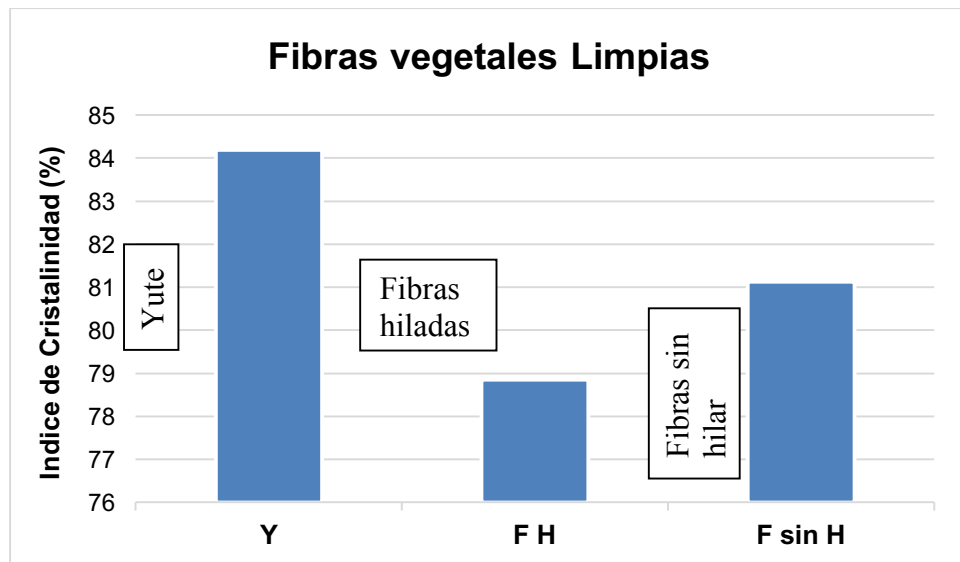
$$I_{XRD}(\%) = 78,6$$

Figura 9. Difractograma de las fibras de fique sin hilar, fibra de yute y fibra de fique hilado con los índices de Miller en cada señal.



La Figura 10 representa el índice de cristalinidad de cada una de las fibras, donde puede apreciarse que la fibra de yute tiene un alto valor en el porcentaje de cristalinidad, lo que permite deducir que es una fibra con un mayor contenido de celulosa en comparación con la fibra de fique. El valor del índice de cristalinidad en las fibras de fique hilado y sin hilar difieren entre sí, esto puede ser debido al contacto superficial de las fibras con el agua en el momento del lavado, la fibra de fique sin hilar tiene mayor área de contacto con el agua, lo que permite remover un poco más de suciedad y material amorfo.

Figura 10. Porcentaje de cristalinidad de las fibras de yute, fibra de fique hilado y fibra de fique sin hilar.

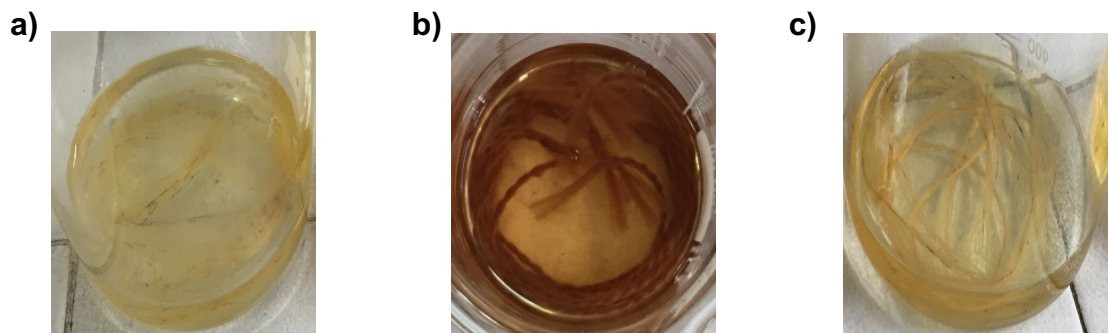


3.2 PRE -TRATAMIENTO ALCALINO Y REMOCIÓN DE LIGNINA, HEMICELULOSA E IMPUREZAS PRESENTES EN LA SUPERFICIE DE LAS FIBRAS.

Las fibras limpias fueron tratadas con hidróxido de sodio con concentraciones diferentes (4, 5 y 6 % p/v) como muestra la Figura 11, con el objetivo de remover lignina, hemicelulosa, entre otros materiales que se encuentran presentes en las

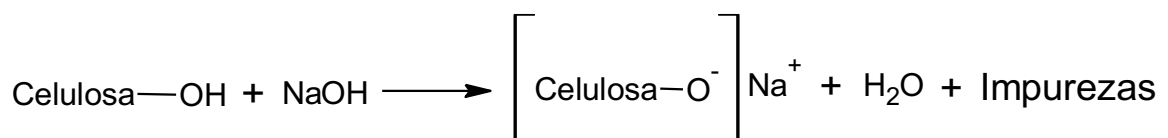
fibras vegetales y que el lavado con agua destilada no hubiera removido completamente, esto a su vez expone los grupos hidroxilo de las celulosa para interactuar mejor con los tratamientos químicos realizados posteriormente a este pre –tratamiento alcalino e incluso mejorar la adhesión interfacial con la matriz polimérica (Fiore et al., 2015).

Figura 11. Imágenes de las Fibras vegetales en soluciones de NaOH, a) fibra de fique sin hilar (NaOH 4%), b) fibra de yute (NaOH 5%) y c) fibra de fique hilado (NaOH 6%).



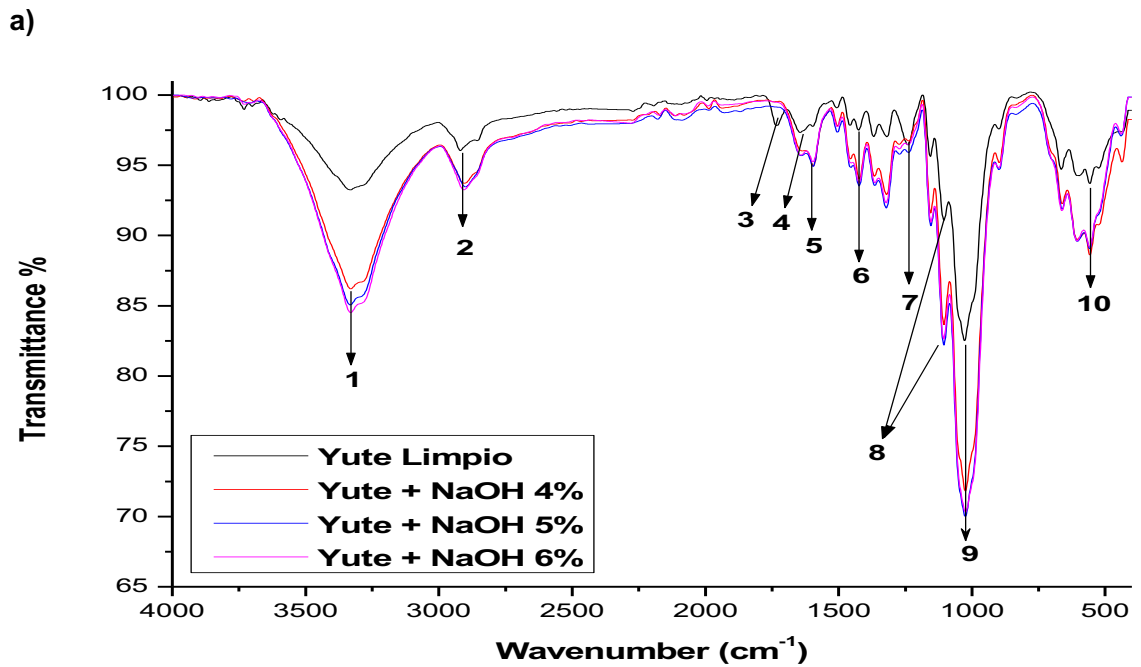
La Figura 12 muestra la reacción de mercerización de las fibras vegetales de fique y yute, dando como resultado de este proceso la cationización de los grupos hidroxilos presentes en la celulosa y generando agua e impurezas en solución como productos secundarios, los cuales fueron removidos mediante lavado abundante con agua destilada hasta obtener un pH neutro en las fibras.

Figura 12. Reacción química general de la mercerización o alcalinización de las fibras vegetales (fibra de fique hilado, fibra de fique sin hilar y fibra de yute).



El análisis IR –ATR permitió caracterizar los grupos funcionales presentes en las fibras después del pretratamiento con hidróxido de sodio (NaOH), el pretratamiento con NaOH se aplicó tanto a las fibras sin el lavado inicial (Figura 13.b) como a las fibras lavadas (Figura 13.a) para comparar. Para ello en la Tabla 2 se presenta información más detallada de las vibraciones de tensión correspondiente a los espectros IR.

Figura 13. Espectros IR –ATR de **a)** fibra de yute limpia y fibras de yute tratadas con hidróxido de sodio (4, 5 y 6 %) y **b)** fibras de yute pre –tratadas con NaOH (4, 5 y 6 %).



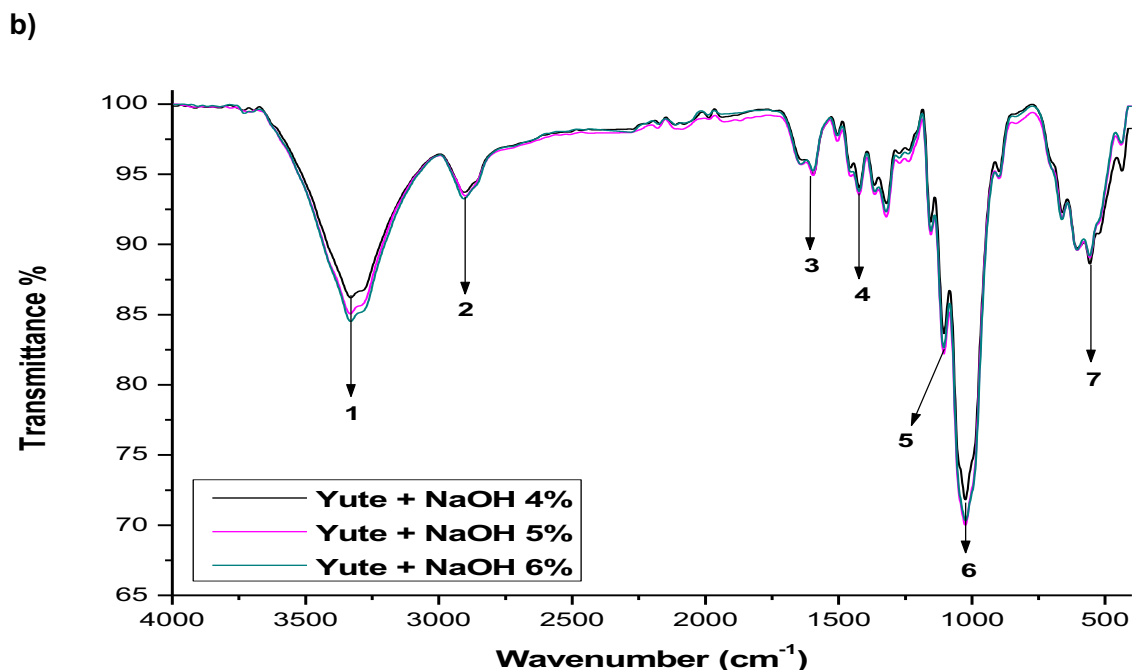


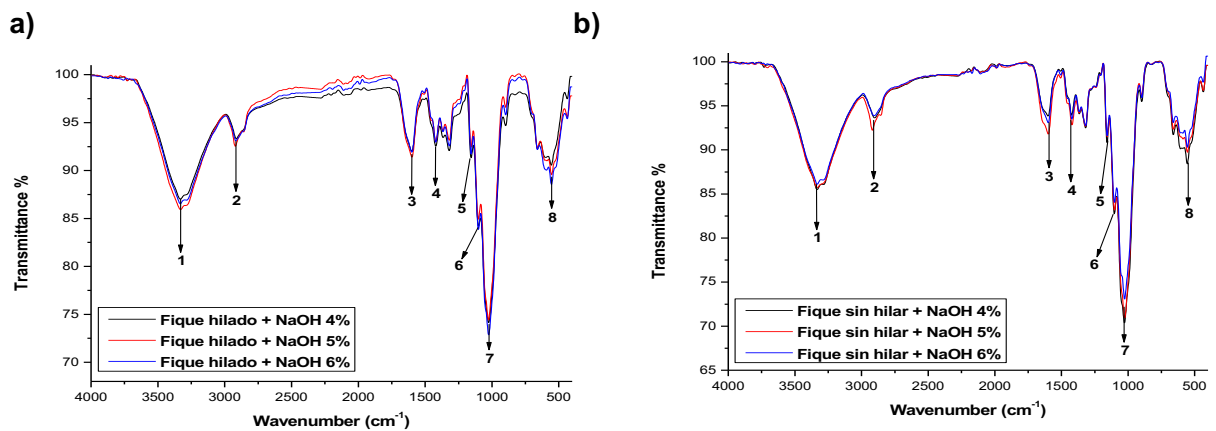
Tabla 2. Señales de los espectros IR (figura 13.a y 13.b) de fibra de yute limpia y fibras de yute pre –tratadas con NaOH (4, 5 y 6%).

Señal	numero de onda en Y (cm ⁻¹)	numero de onda en Y + NaOH 4% (cm ⁻¹)	numero de onda en Y + NaOH 5% (cm ⁻¹)	numero de onda en Y + NaOH 6% (cm ⁻¹)	Modos de vibración
1	3330	3330	3332	3331	Tensión OH
2	2919	2903	2900	2906	Tensión C-H de CH y CH ₂
3	1733	--	--	--	Tensión C=O en lignina y hemicelulosa
4 - 5	1644	1595	1596	1596	Tensión C=C (de anillos aromáticos)
6	1425	1422	1423	1423	Flexión simétrica CH ₂
7	1240	--	--	--	Tensión C-O en lignina
8	1105	1105	1105	1105	Tensión C-O-C del anillo de piranosa en polisacáridos
9	1028	1025	1025	1024	Tensión C-O de grupos hidroxilos y éter en la celulosa
10	557	557	558	558	Enlace C-OH fuera del plano de flexión

Para la fibra de yute limpio puede observarse que el espectro IR posee bandas características de la celulosa, entre las cuales están, bandas OH, C-H; CH₂, C-O-C y C-O, así como también las bandas C=O y C-O propias de la lignina, una vez realizado el pre –tratamiento con hidróxido de sodio a diferentes concentraciones, se observa claramente que las bandas características de la lignina en 1733 y 1240 cm⁻¹, ya no aparecen en los espectros de la fibra de yute, tal cual como muestra la Figura 13.b. Todo esto indica que el pre –tratamiento con hidróxido de sodio fue efectivo y que la lignina presente en la fibra fue removida parcial o completamente, en concordancia con lo reportado por (Borchani et al., 2015).

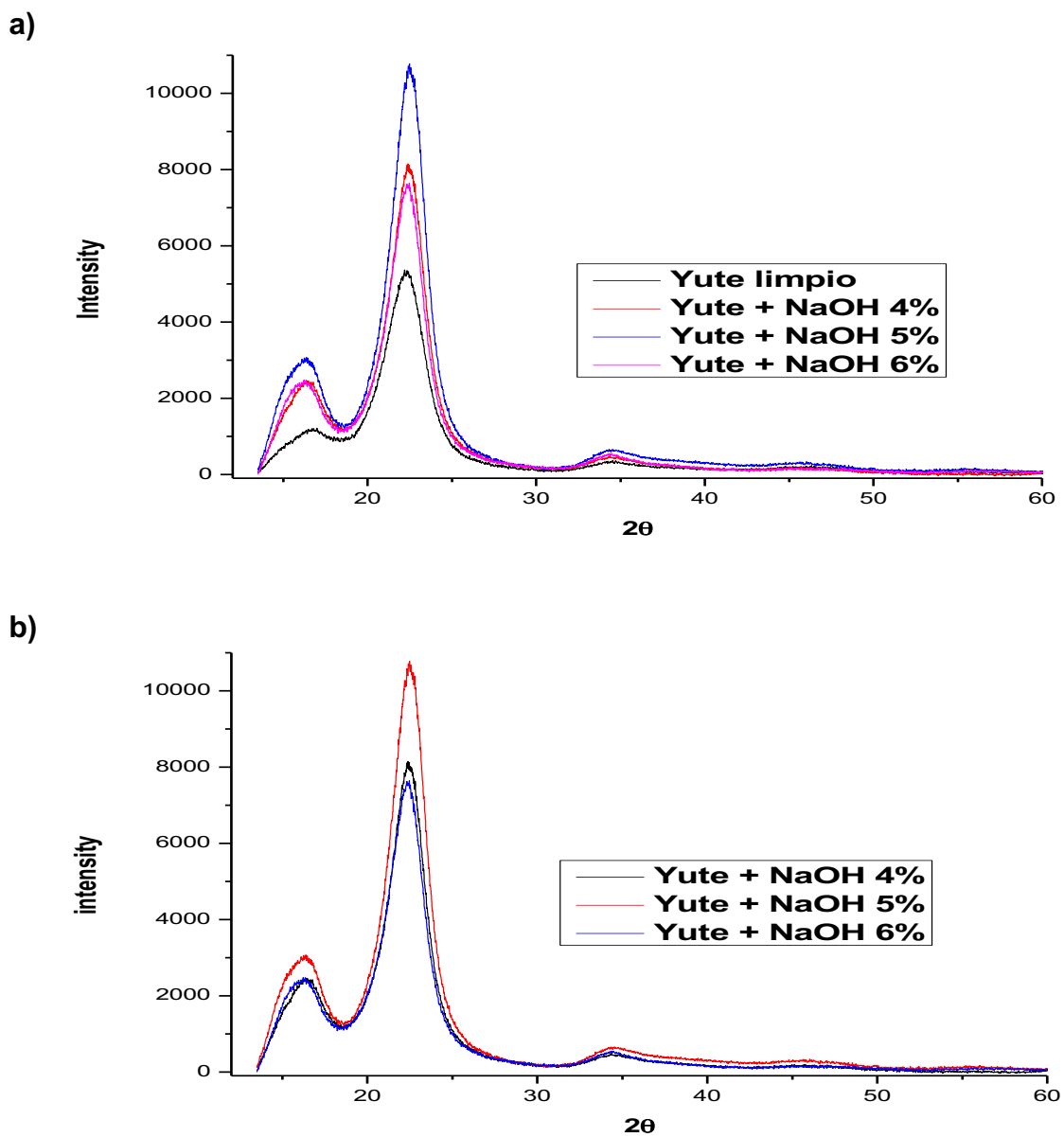
Para los espectros IR de las fibras de fique hilado y fique sin hilar, limpias, se observan las mismas bandas de tensión para los grupos funcionales OH, C-H; CH₂, C-O-C y C-O, presentes en la celulosa y también los grupos funcionales C=O y C-O, pertenecientes a la lignina; para estas fibras de fique también fue exitoso el pre –tratamiento con hidróxido de sodio, pues los espectros IR de las fibras de fique pre –tratadas (Figura 14) muestran ausencia de estas bandas, aun así las tablas en el anexo C1 y C2, contiene las señales de los espectros IR de las muestras de fique hilado y sin hilar y sus correspondientes modos de vibración.

Figura 14. Espectros IR –ATR de **a)** fibra de fique hilado hilado tratadas con hidróxido de sodio (4, 5 y 6 %) y **b)** fibras de fique sin hilar pre –tratadas con NaOH (4, 5 y 6 %).



Los difractogramas de la fibra de yute limpia más la fibra tratada con hidróxido de sodio (4, 5 y 6%) se muestran en la Figura 15.a y los difractogramas de la fibra de yute pre –tratada con hidróxido de sodio (4, 5 y 6%) (Figura 15.b), gracias al análisis de estos difractogramas se pudo calcular el índice de cristalinidad, utilizando la ecuación 1, mencionada en la sección 3.1.

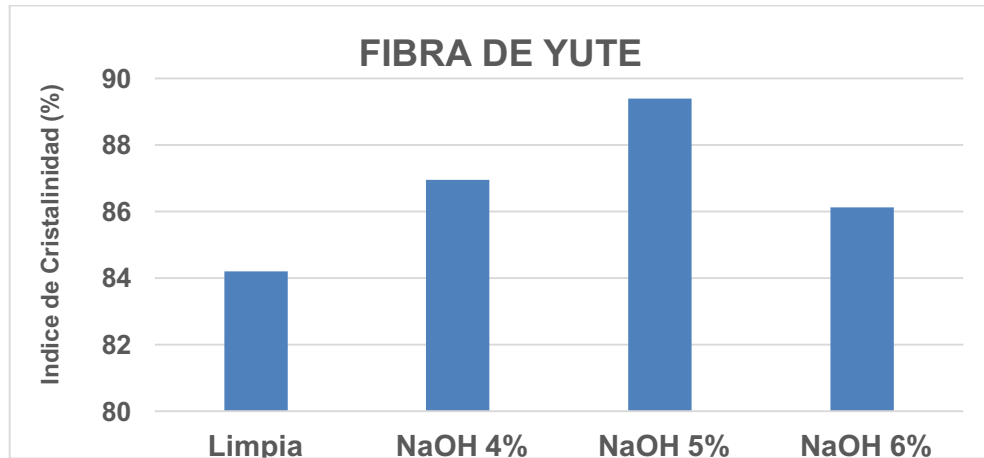
Figura 15. Difractogramas de **a)** fibra de yute limpia más pre –tratada y **b)** fibras de yute pre –tratadas con hidróxido de sodio (4, 5 y 6%).



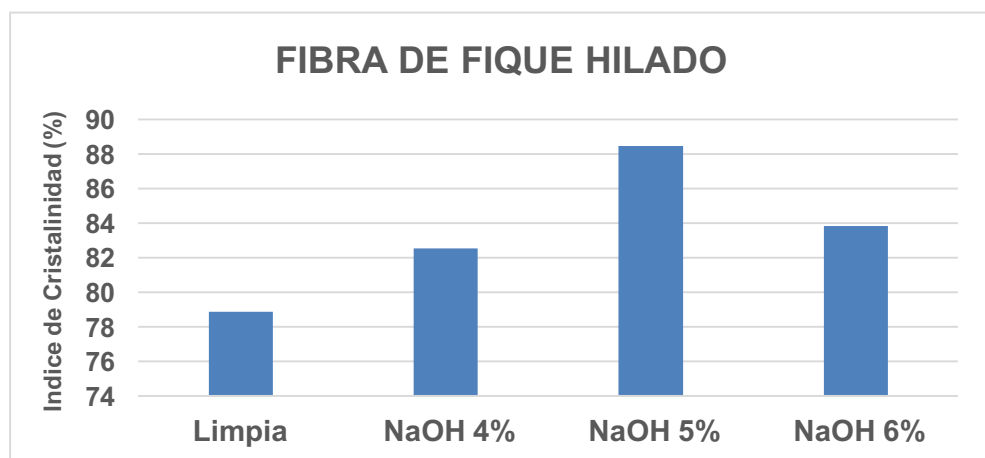
Para estas fibras se calcularon los porcentajes de cristalinidad, obteniendo valores altos en comparación con la fibra sin tratamiento, es decir, la fibra limpia. La Figura 16 muestra los porcentajes de cristalinidad de la fibra de yute limpia, así como los porcentajes de cristalinidad de la misma fibra con cada una de las concentraciones de hidróxido de sodio, empleado como pre –tratamiento.

Figura 16. Porcentaje de cristalinidad de **a)** fibra de yute limpia y con los pre –tratamientos, **b)** fibra de fique hilado limpia y con los pre –tratamientos y **c)** fibra de fique sin hilar limpia y con los pre –tratamientos.

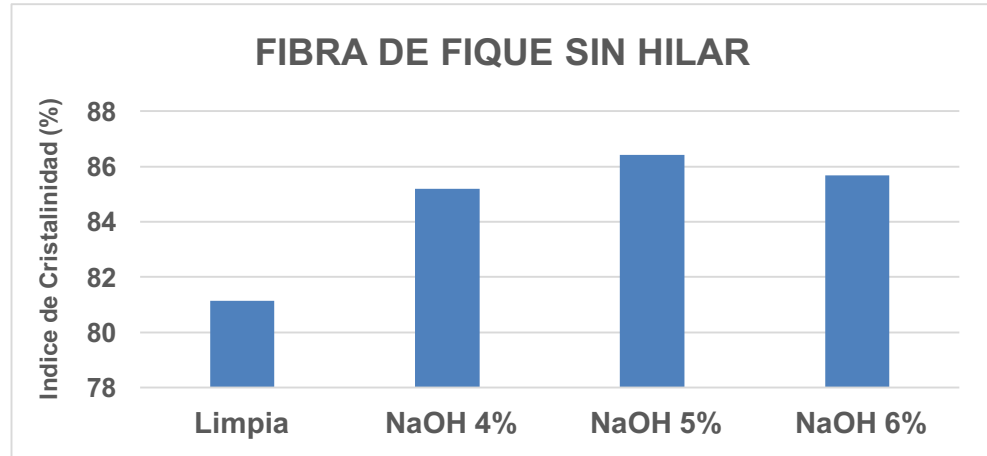
a)



b)



c)



Comparando el porcentaje de cristalinidad de la fibra de yute limpia con las pre – tratadas, se observa un incremento en este valor, lo que confirma que efectivamente el hidróxido de sodio funciona como un reactivo eficaz para remover lignina e impurezas adheridas en la superficie de la fibra presente en este tipo de materiales vegetales y así como a exponer más la celulosa para tratamientos posteriores, como había sido reportado por (Meon et al., 2012).

Como puede apreciarse en la Figura 15a, para la fibra de yute, así como para las demás fibras de fique hilado y fique sin hilar (figura 15b. y 15c), el porcentaje de cristalinidad más alto se obtuvo con el pre –tratamiento alcalino con una concentración al 5% (p/v); teniendo en cuenta que fue la concentración alcalina óptima, se escogió esta concentración para pre –tratar todas las fibras antes de los tratamientos químicos.

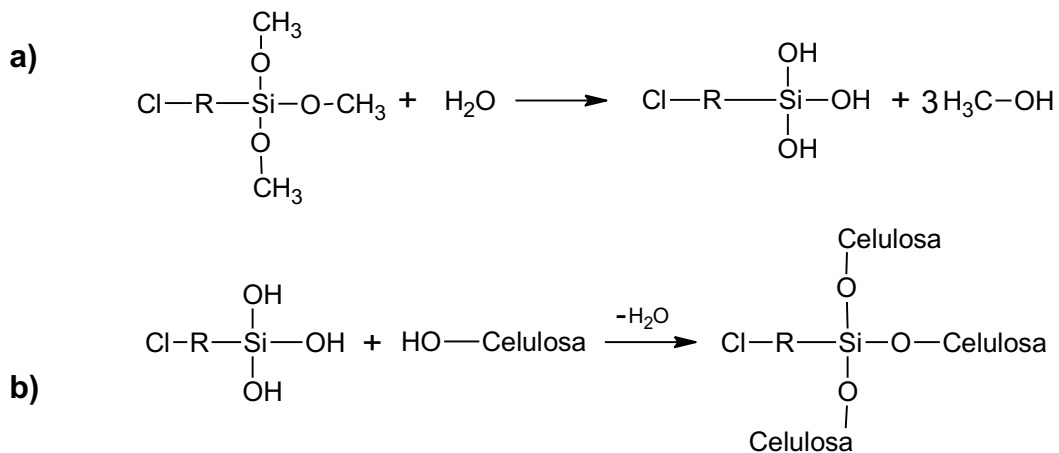
3.3 TRATAMIENTOS QUÍMICOS SUPERFICIALES Y CARACTERIZACIÓN

3.3.1 Tratamiento con silano Las fibras pre –tratadas con hidróxido de sodio (5%), fueron sometidas a un tratamiento con silano, tal cual como se describió en la metodología (sección 2.3.2.1), esto con la intención de obtener una mejor

compatibilidad con la matriz polimérica al reducirle el carácter hidrófilico. Para tal fin, la espectroscopia infrarroja con reflexión total atenuada (IR –ATR) fue muy útil, así como la espectroscopia de difracción de rayos X (DRX) como métodos de caracterización de las muestras modificadas superficialmente.

En la Figura 17 se presenta la reacción que ocurre entre el agente acoplante tipo silano (R = 3-cloropropiltrimetoxisilano) y las fibras vegetales; se puede observar que el primer paso de la reacción es la producción del silanol y luego este reacciona con los hidroxilos expuestos en la celulosa, formando enlaces covalentes estables (Huda et al., 2008).

Figura 17. Reacción química entre el agente acoplante tipo silano y la celulosa, a) hidrólisis del silano y b) reacción del silanol y la fibra.



Fuente: Adaptación de (Huda et al., 2008).

Los espectros obtenidos por IR –ATR de las fibras pre –tratadas con hidróxido de sodio (5%) junto con las tratadas con el agente acoplante tipo silano (3-cloropropiltrimetoxisilano) se compararon. La Figura 18 muestra el espectro IR de la fibra de fique sin hilar con el pretratamiento de NaOH y después de la silanización, donde puede evidenciarse un ligero cambio en los espectros.

En la Tabla 3 se observan las bandas de tensión Si-O y Si(OMe)₃, las cuales pertenecen al silano empleado en el tratamiento químico sobre la fibra, así como las principales señales de la celulosa que aparecen en ambos espectros, con una pequeña diferencia en el espectro IR (Figura 18), donde las bandas OH y C-O características de la celulosa sufren una disminución, indicando que el carácter hidrófilico de la fibra tuvo una reducción; aunque el tratamiento utilizado para modificar la superficie de la fibra de fique sin hilar funcionó sobre la fibra, este no fue 100 % exitoso, ya que no hubo una desaparición total de las señales atribuidas a la celulosa, por lo que probablemente la fibra aún tiene hidroxilos sin reaccionar con el silano (Luna Vera et al., 2014).

Figura 18. Espectro IR –ATR de la fibra de fique sin hilar pre –tratada con NaOH (5%) y la fibra de fique sin hilar tratada con 3-cloropropiltrimetoxisilano.

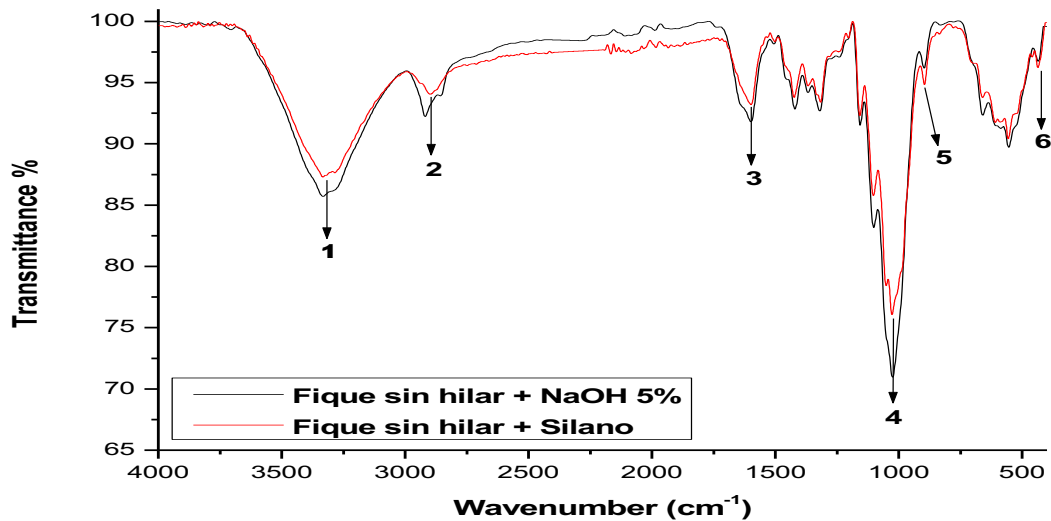
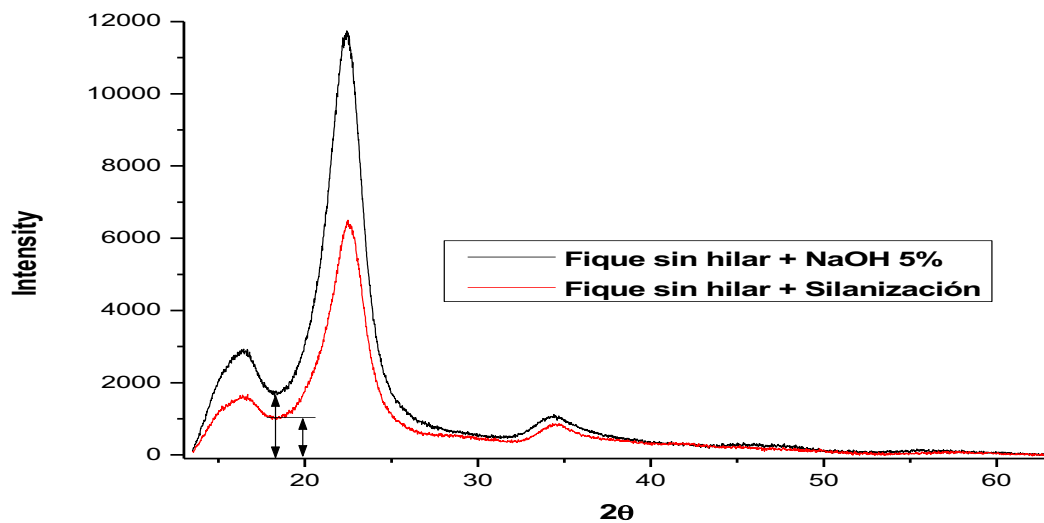


Tabla 3. Señales de los espectros IR -ATR (Figura 17) de la fibra de fique sin hilar pre –tratadas con NaOH (5%) y la fibra de fique sin hilar con el silano acoplado.

Señal	numero de onda en FH sin H + NaOH 5% (cm ⁻¹)	numero de onda en FH sin H + Silano (cm ⁻¹)	Modos de vibración
1	3332	3333	Tensión OH
2	2918	2898	Tensión C-H de CH y CH ₂
3	1599	1598	Tensión OH (Absorción de agua)
4	1025	1027	Tensión C-O de grupos hidroxilos y éter en la celulosa
5	--	896	Tensión Si-O
6	--	436	Tensión asimétrica - Si(OMe) ₃

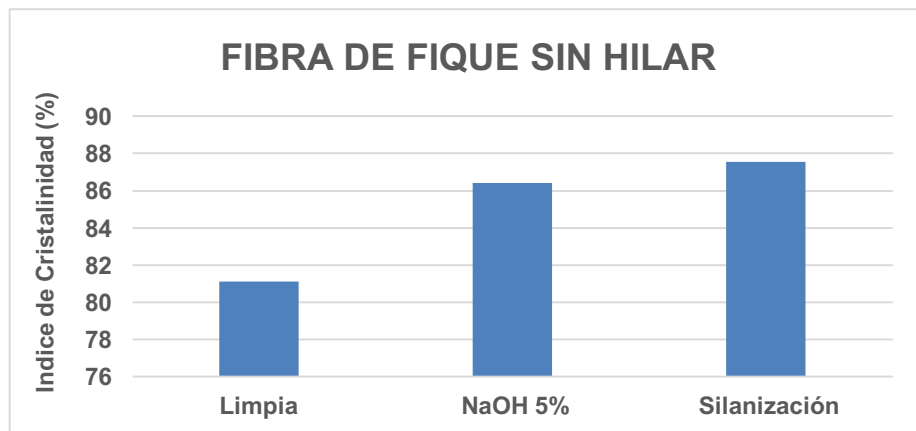
En el difractograma mostrado en la Figura 19 se observa que la señal del pico amorfo en la celulosa disminuye, a causa del tratamiento con el silano, lo que genera un incremento en el porcentaje de cristalinidad (Figura 20).

Figura 19. Difractogramas de la fibra de fique sin hilar pre –tratadas y la fibra de fique sin hilar con silanización.



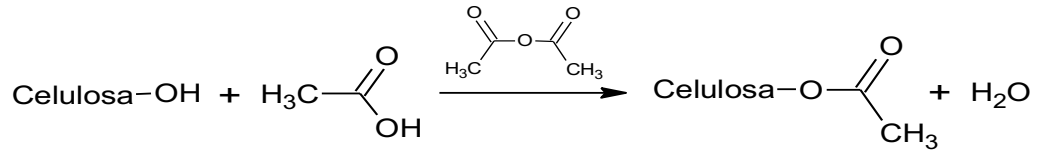
Para la fibra de yute tratada con el silano también se obtiene el mismo resultado que con la fibra de fique sin hilar, el porcentaje de cristalinidad aumento de 89,39 % en la fibra pre –tratada a 91,1 % en la fibra silanizada (anexo C6.b), indicando que el tratamiento fue efectivo; a excepción de las fibras de fique sin hilar y la de yute, la fibra de fique hilado no tuvo un incremento en el porcentaje de cristalinidad como se esperaba (anexo C6.a), lo que indica que el tratamiento no influyó en la cristalización de la celulosa, pero si fue efectivo, ya que el espectro IR –ATR (anexo C5) muestra bandas que no se encontraban en la fibra pre –tratada y dichas bandas poseen modos de vibración causadas por el silano empleado.

Figura 20. Porcentaje de cristalinidad de la fibra de fique sin hilar limpia, con NaOH 5% y fibra de fique sin hilar con silanización.



3.3.2 Tratamiento con anhídrido acético Como se explicó en la metodología (sección 2.3.2.2) otro de los tratamientos aplicados a las fibras fue el de acetilación; luego de tener las fibras pre –tratadas con NaOH (5%); para esta modificación también se utilizó espectroscopia IR –ATR y espectroscopia de difracción de rayos X, como técnicas de caracterización para las fibras. En la Figura 21 puede encontrarse la reacción ocurrida entre las fibras y el anhídrido acético empleado en este tratamiento.

Figura 21. Reacción química de las fibras pre –tratadas con NaOH (5%) y anhídrido acético, empleando ácido acético como catalizador.



Fuente: (Kabir et al., 2012).

La Figura 22 muestra los espectros de la fibra de fique sin hilar pre –tratada, junto con el espectro de la misma fibra tratada con acetilación, (IR fibras de fique hilado y yute, anexo C8 a y b) observándose un cambio bastante notorio en las intensidades de las bandas. La tabla 4 contiene las señales de los espectros mostrados en la Figura 22, así como los modos de vibración respectivos.

Figura 22. Espectros IR de la fibra de fique sin hilar pre –tratada con NaOH (5%) y fibra de fique sin hilar con anhídrido acético.

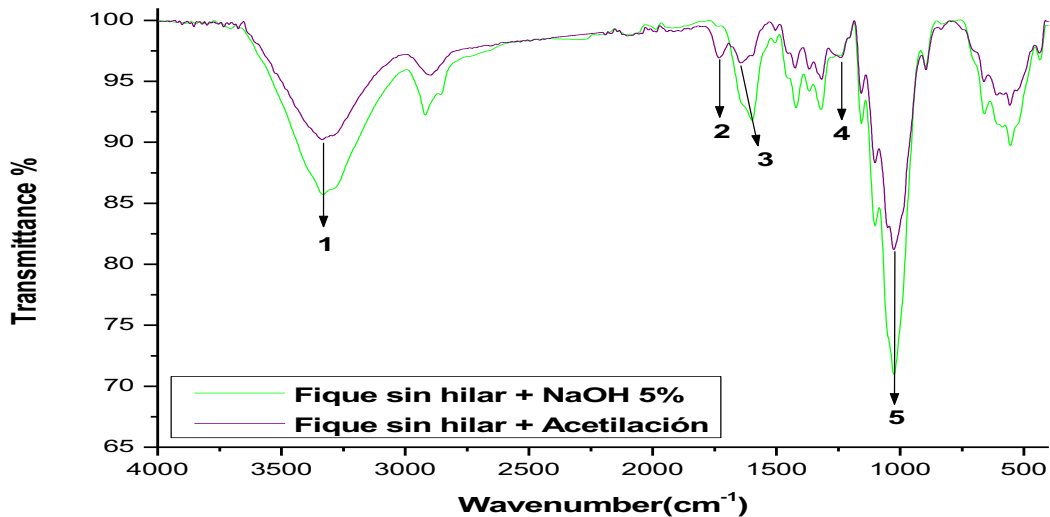
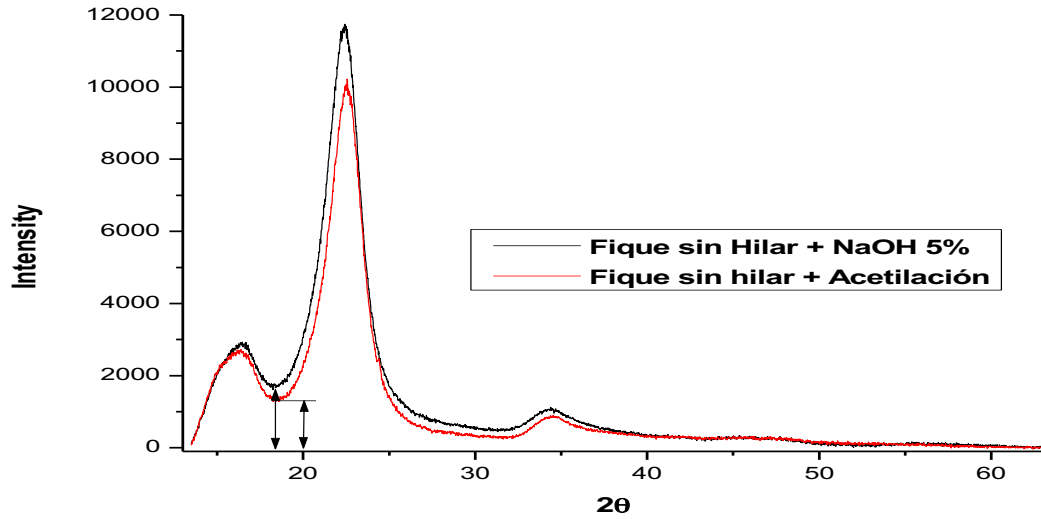


Tabla 4. Señales de los espectros IR (Figura 22) de la fibra de fique sin hilar pre – tratada con NaOH (5%), fibra de fique sin hilar con anhídrido acético y sus modos de vibración (Bertoti et al., 2009).

Señal	numero de onda en FH sin H + NaOH 5% (cm ⁻¹)	numero de onda en FH sin H + Silano (cm ⁻¹)	Modos de vibración
1	3332	3335	Tensión OH
2	--	1732	Tensión C=O
3	1599	1645	Tensión C=C(Anillos aromáticos)
4	--	1240	Tensión C-O-C
5	1025	1026	Tensión C-O de grupos hidroxilos y éter en la celulosa

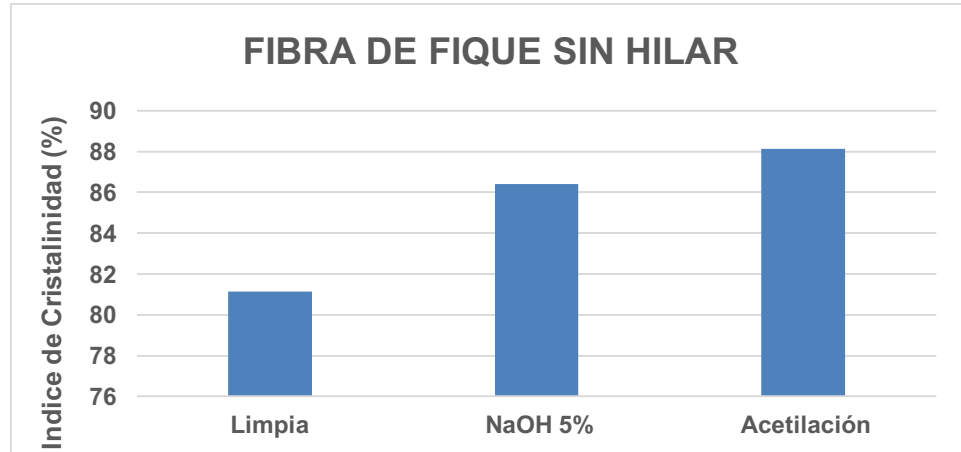
Como muestra la tabla 4, las señales en 1732 y 1240 cm⁻¹ en el espectro de la fibra de fique sin hilar con acetilación, son señales que aparecen después de la modificación, las cuales corresponden a los modos de vibración C=O y C-O-C; además de estas 2 señales nuevas en el espectro, puede observarse en la Figura 22 que hay una reducción en la intensidad de las señales 1, 3 y 5 (tabla 4), señales que pertenecen a la celulosa, esto indica que el tratamiento fue efectivo y que muchos de los hidroxilos de la celulosa fueron sustituidos por grupos acetilo, a su vez esto causa la plastización de la fibra, haciéndola más hidrofóbica y compatible con la matriz polimérica (Nishino et al., 2011).

Figura 23. Difractogramas de la fibra de fique sin hilar pre –tratada con NaOH (5%) y fibra de fique sin hilar con acetilación.



La Figura 24 refleja el porcentaje de cristalinidad de la fibra de fique sin hilar y hace una comparación de la variación de los valores entre la fibra limpia, pre –tratada y acetilada, donde se ve claramente que el tratamiento aumenta el porcentaje de cristalinidad de la celulosa, reduciendo la intensidad del pico amorfo, como se aprecia en la Figura 23

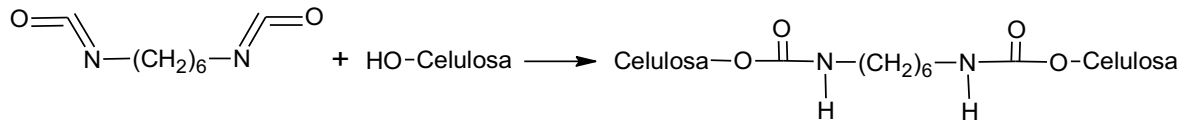
Figura 24. Comparación del porcentaje de cristalinidad de la fibra de fique sin hilar limpia, fibra de fique sin hilar pre –tratada con NaOH (5%) y fibra de fique sin hilar con acetilación.



Para la fibra de yute y de fique sin hilar tratada con acetilación también se obtiene el mismo resultado que con la fibra de fique sin hilar, el porcentaje de cristalinidad aumentó reduciendo la intensidad del pico amorfo presente en las muestras (anexo C9.a y C9.b), lo que indica que el tratamiento fue efectivo.

3.3.3 Tratamiento con hexametilendiisocianato (HDI) Para este tratamiento se siguió el procedimiento de la sección 2.3.2.3, de dos maneras diferentes, una a temperatura ambiente y otra a 54°C, luego se caracterizaron las muestras por espectroscopia IR –ATR y por difracción de rayos X. La Figura 25 deja ver la reacción general del isocianato con la fibra.

Figura 25. Reacción química de la fibra vegetal con HDI.



Fuente: Adaptación de (Gallego et al., 2013).

Para este tratamiento superficial, se trabajó solo con las fibras de yute y fique hilado, teniendo en cuenta que la fibra de fique sin hilar y la hilada son el mismo material, se escogió utilizar la fibra de fique hilado para la modificación y así disminuir la cantidad de reactivo empleado. Los espectros tomados de las fibras de yute y fique hilado sometidas al tratamiento se muestran en la Figura 26.

En los espectros de las fibras de yute y fique hilado mostrados en la Figura 26 así como en la tabla 5, se observa que hay señales que no se encontraban presentes en la fibra pre –tratada, como son las señales 3, 4 y 5 (tabla 5), las cuales tienen modos de vibración de tensión C=N, C-O; C-N y C-N-C, correspondientes al hexametilendiisocianato (HDI) usado sobre las fibras.

En la Figura 26 se observa que las señales pertenecientes a las fibras sometidas al isocianato a temperatura ambiente y a una temperatura de 54 °C, las cuales son menos intensas que las señales del espectro IR de las mismas fibras pre –tratadas, esto indica que hubo reacción del isocianato con los grupos OH de la fibra y se observa tanto en la fibra de yute como en la fibra de fique hilado (Figuras 26.a y 26.b), a su vez, este reactivo tiene la capacidad de reaccionar con la humedad presente en la fibra para formar urea, la cual ayuda a la reacción con los hidroxilos de la fibra (Kabir et al., 2012).

Figura 26. Espectros IR –ATR de las fibras de a) yute y b) fique hilado, ambas pre-tratadas y con isocianato a temperatura ambiente y a 54 °C.

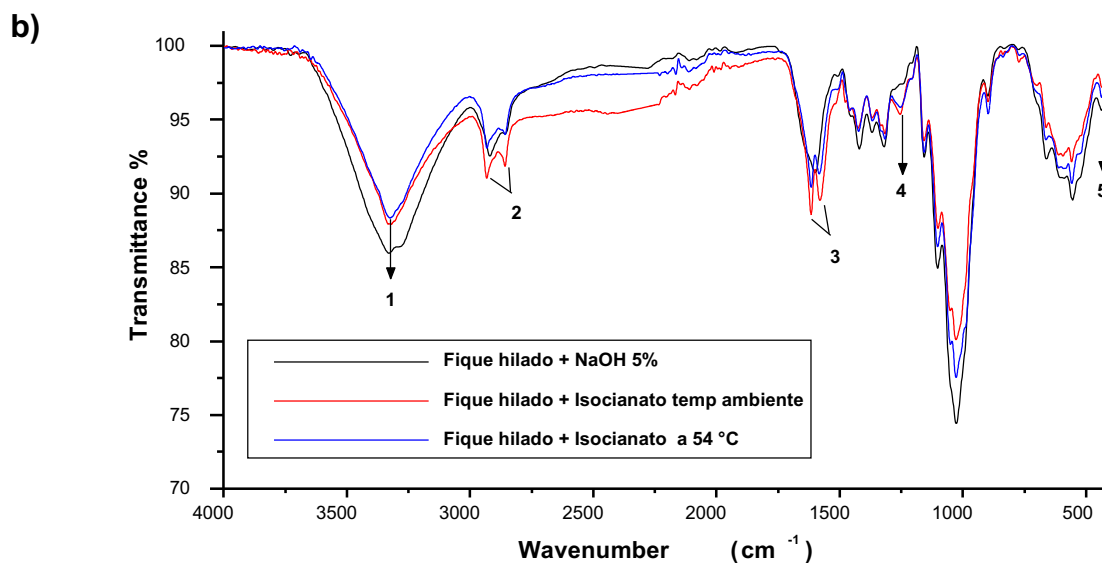
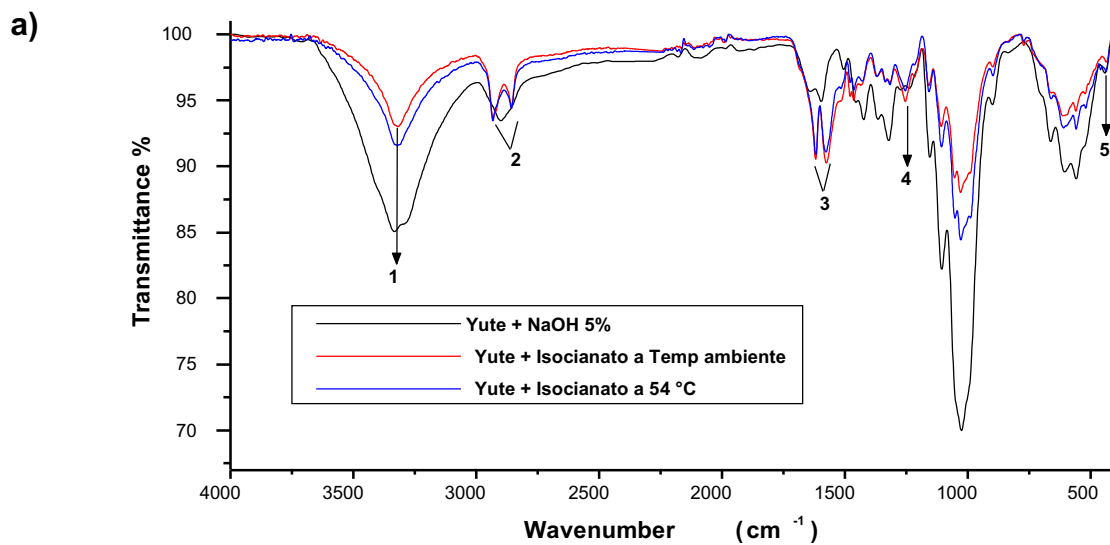
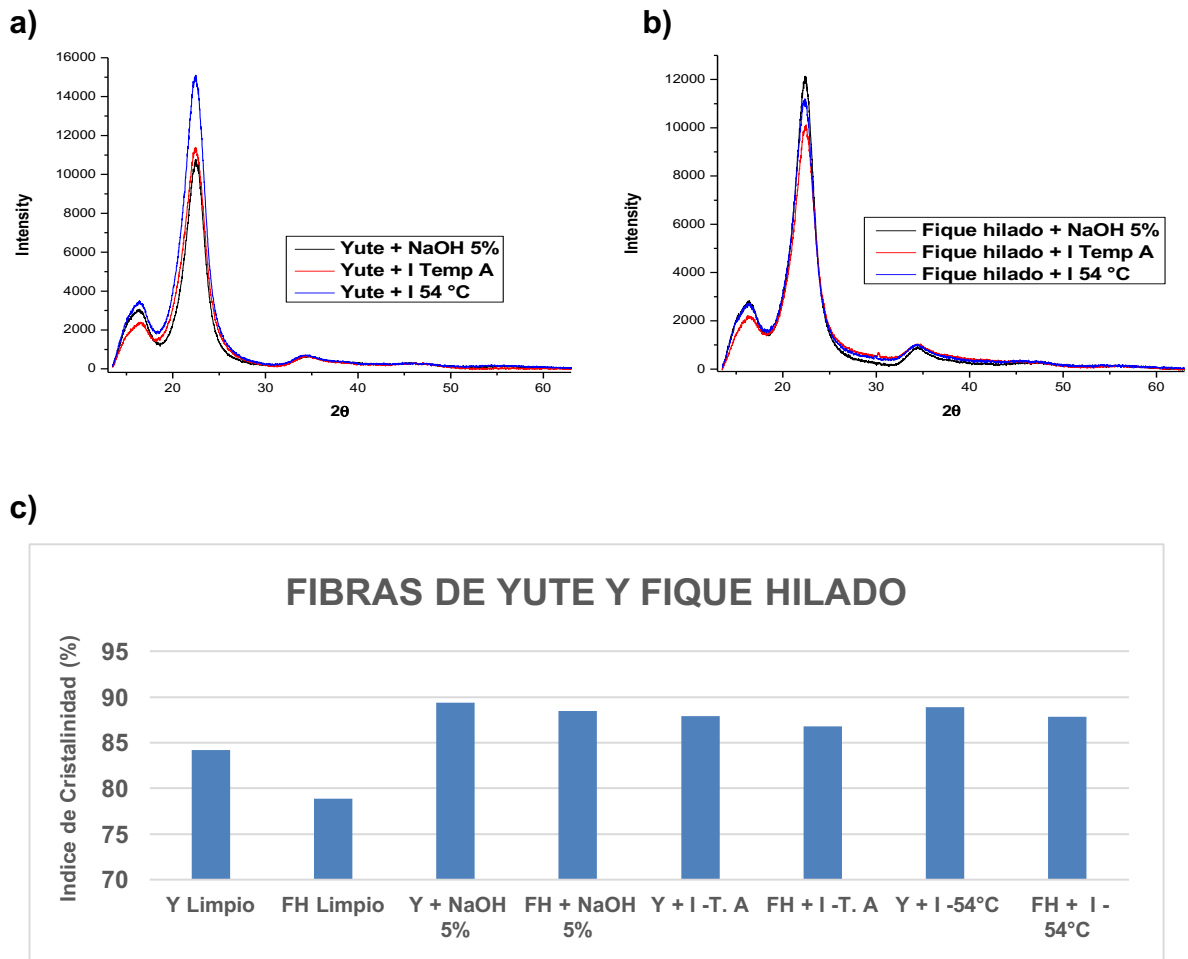


Tabla 5. Señales de los espectros IR (Figura 26) de **a)** fibra de yute tratada con NaOH 5%, yute tratado con isocianato a temperatura ambiente, yute tratado con isocianato a 54 °C y **b)** fibra de fique hilado tratado con NaOH (5%), fique hilado con isocianato a temperatura ambiente, fique hilado con isocianato a 54 °C y sus modos de vibración.

Señal	numero de onda en FH + NaOH 5% (cm ⁻¹)	numero de onda en FH + I Temp A (cm ⁻¹)	numero de onda en FH + I 54 °C (cm ⁻¹)	numero de onda en Y + NaOH 5% (cm ⁻¹)	numero de onda en Y + I Temp A (cm ⁻¹)	numero de onda en Y + I 54 °C (cm ⁻¹)	Modos de vibración
1	3330	3320	3325	3332	3317	3322	Tensión OH
2	2920	2932; 2858	2932	2900	2931; 2855	2932; 2856	Tensión C-H de CH y CH ₂
3	--	1616; 1581	1617; 1584	--	1617; 1573	1617; 1575	Tensión C=N
4	--	1254	1253	--	1252	1253	Tensión C-O acoplado con C-N
5	--	435	435	--	434	436	Deformación C-N-C

Al hacer la comparación de las fibras de yute y fique hilado expuestas con los mismos tratamientos, puede observarse que la fibra de yute posee un contenido de celulosa más alto, tal y como lo indica el porcentaje de cristalinidad que muestra la Figura 27.c, donde se observa que la fibra de yute limpia, tiene un porcentaje de cristalinidad mayor que el de la fibra de fique hilado limpia, a medida que se realizaron los tratamientos químicos ese porcentaje de cristalinidad aumento en comparación con las fibras sin tratar (limpias), pero el aumento es más notorio en la fibra de yute, esto indica que el yute tuvo más expuesta la celulosa en el momento de la modificación superficial con HDI.

Figura 27. Difractogramas de **a)** fibras de yute y **b)** fibra de fique hilado, ambas pre-tratadas con NaOH (5%) y tratadas con HDI a temperatura ambiente y a temperatura de 54 °C y **c)** porcentaje de cristalinidad de las fibras de yute y fique hilado, calculados a partir de los difractogramas.



3.3.4 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO SOBRE LAS FIBRAS DE FIQUE HILADO Y YUTE

Las Figuras 28 a y b, contienen los termogramas de las fibras de fique hilado y de yute, limpias y tratadas con NaOH (5%), silanizadas y acetiladas, y la tabla 6 a y b,

posee información acerca del análisis de los termogramas de las fibras de fique y yute, limpias y tratadas con NaOH (5%), silanizadas y acetiladas.

De acuerdo con el análisis térmico realizado a las fibras, se observa en las Figuras 28.a y 28.b, que las fibras sin tratamiento poseen 3 etapas de descomposición, en comparación con las fibras modificadas que presentan solo 2 etapas. Todas las fibras presentan una primera etapa comprendida en un rango de temperatura entre 25 -135 °C aproximadamente, la cual corresponde a pérdida de humedad, datos similares fueron encontrados por (Dorez et al., 2014), una segunda etapa de degradación de 250 -340 °C se encuentra presente solo en las fibras limpias y corresponde a la descomposición de la hemicelulosa y la tercera etapa que va de 330 a 400 °C, es la etapa en la cual se despolimeriza la celulosa, (Muñoz Velez et al., 2014b) encontraron resultados similares con la fibra de fique.

Claramente puede observarse en la tabla 6.a y 6.b, que el porcentaje de humedad disminuye conforme las fibras fueron modificadas superficialmente en comparación con las fibras limpias, al igual que la estabilidad térmica también tuvo un ligero incremento, pasando de 380 °C a descomponerse a una temperatura mayor a 400 °C como es el caso de las fibras tratadas con acetilación.

Figura 28. Termogramas de **a)** fibras de fique hilado limpias, tratadas con NaOH (5%), silanizadas y acetiladas y **b)** fibras de yute, limpias tratadas con NaOH (5%), silanizadas y acetiladas.

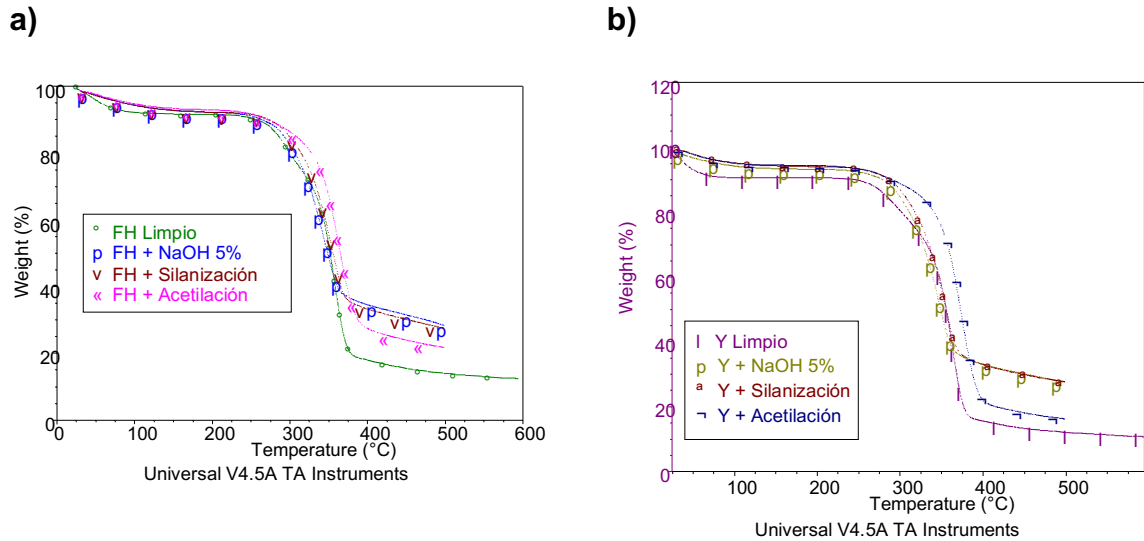


Tabla 6. Datos de los termogramas **a)** fibra de fique hilado y **b)** fibra de yute.

a)

Fibra	Etapa 1 (°C)	Etapa 2 (°C)	Etapa 3 (°C)	Perdida Masa etapa 1 (%)	Perdida Masa etapa 2 (%)	Perdida Masa etapa 3 (%)
FH Limpio	25 - 86	250 - 330	330 - 385	7,18	20,87	50,26
FH + NaOH 5%	42 - 118	--	237 - 381	4,23	--	55,53
FH + Silanización	39 - 125	--	255 - 381	4,46	--	56,37
FH + Acetilación	50 - 135	--	247 - 406	3,93	--	64,99

b)

Fibra	Etapa 1 (°C)	Etapa 2 (°C)	Etapa 3 (°C)	Perdida Masa etapa 1 (%)	Perdida Masa etapa 2 (%)	Perdida Masa etapa 3 (%)
Y Limpio	25 - 77	254 - 340	340 - 399	9,04	23,38	50,56

Y + NaOH 5%	45 - 125	--	238 - 383	3,49	--	58,31
Y + Silanización	45 - 115	--	250 - 393	3,6	--	59,82
Y + Acetilación	41 - 101	--	253 - 420	3,44	--	73,47

3.4 SÍNTESIS DE POLÍMERO

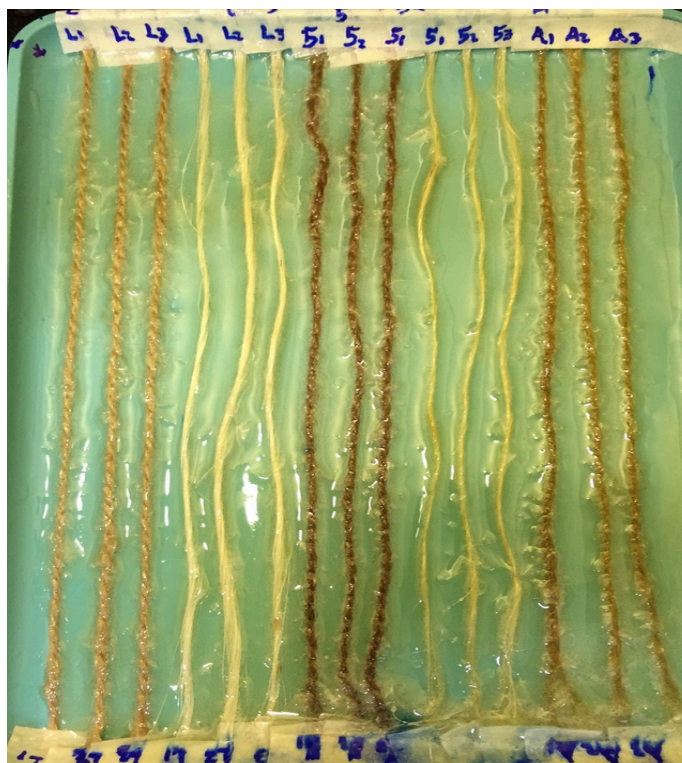
Para estas pruebas el polímero fue preparado tal como se describió en la sección 2.3.2.4, realizado por la estudiante de Doctorado Marisol Fernández, para luego ser añadido a las fibras como se evidencia en la figura 29.

Figura 29. a) Polímero y b) Fibras naturales de fique hilado y yute, impregnadas con el polímero recién sintetizado.

a)



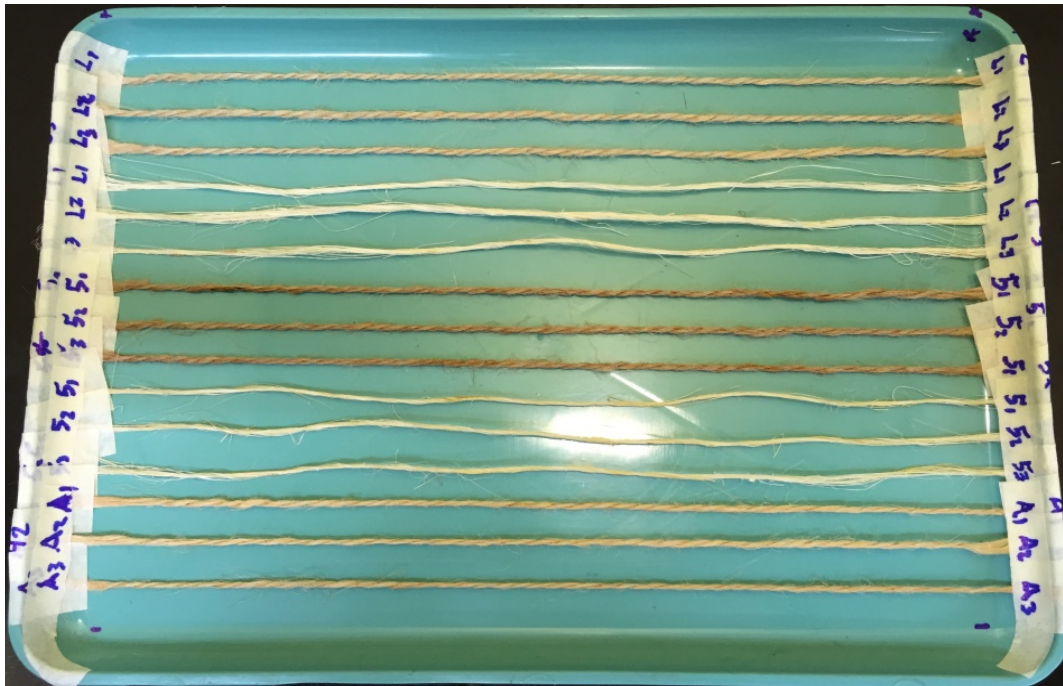
b)



3.4.1 PRUEBAS DE MOJABILIDAD

Estas pruebas consisten en ubicar cada una de las fibras de fique hilado y yute, limpias y modificadas en un molde de forma lineal como muestra la figura 30, luego de ubicadas las fibras se procede a verter el polímero sintetizado sobre el molde y se deja curar por 24 h y se preparan las muestras antes de los ensayos mecánicos.

Figura 30. Fibras de fique hilado y yute limpias y modificadas en una bandeja para ser impregnadas con el polímero.



La Figura 31 contiene el espectro IR –ATR del poliuretano empleado en esta prueba de mojabilidad, así como sus principales modos de vibración.

Figura 31. Análisis IR del polímero usado para impregnar las fibras y sus modos de vibración.

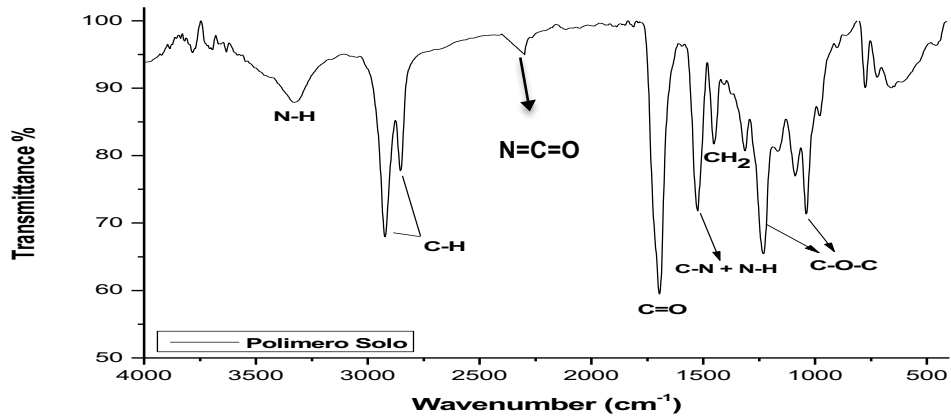
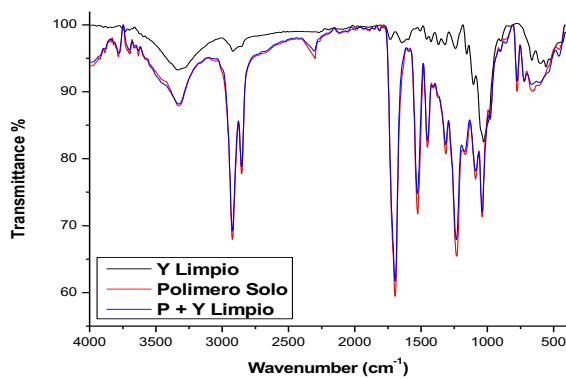
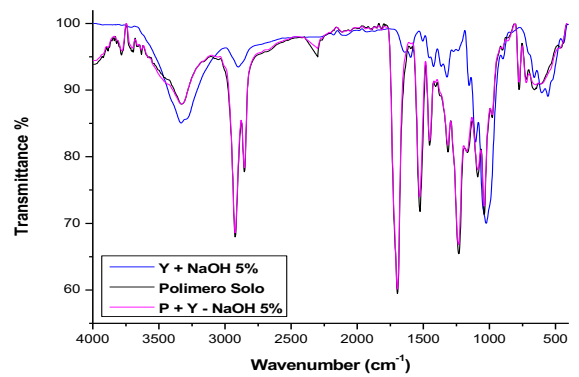


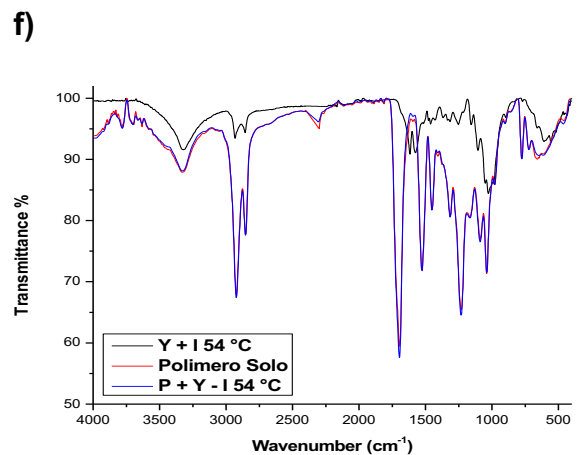
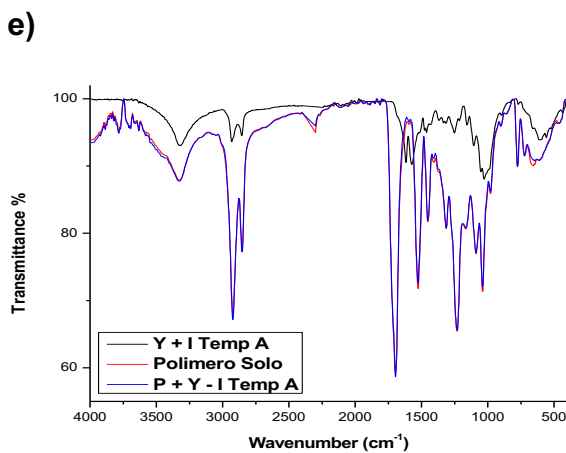
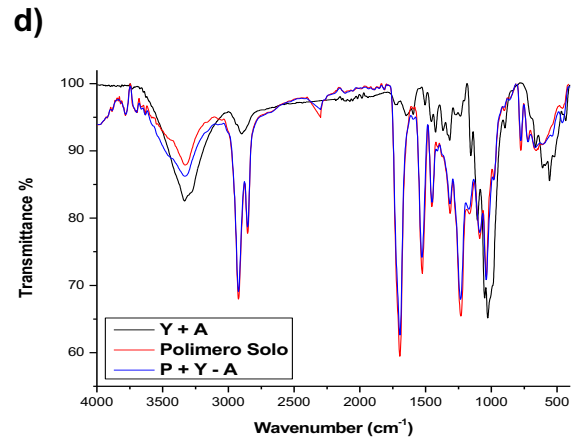
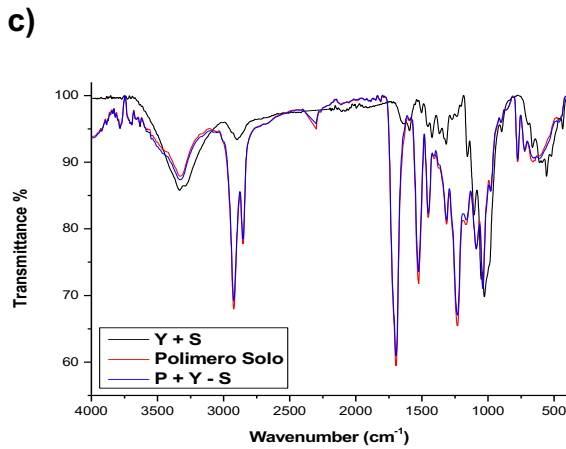
Figura 32. Espectros IR –ATR del polímero reforzado con a) fibras de yute limpio b) yute con NaOH 5%, c) yute silanizada, d) yute acetilada e) yute con isocianato a temperatura ambiente y f) fibra de yute con isocianato a 54 °C.

a)



b)



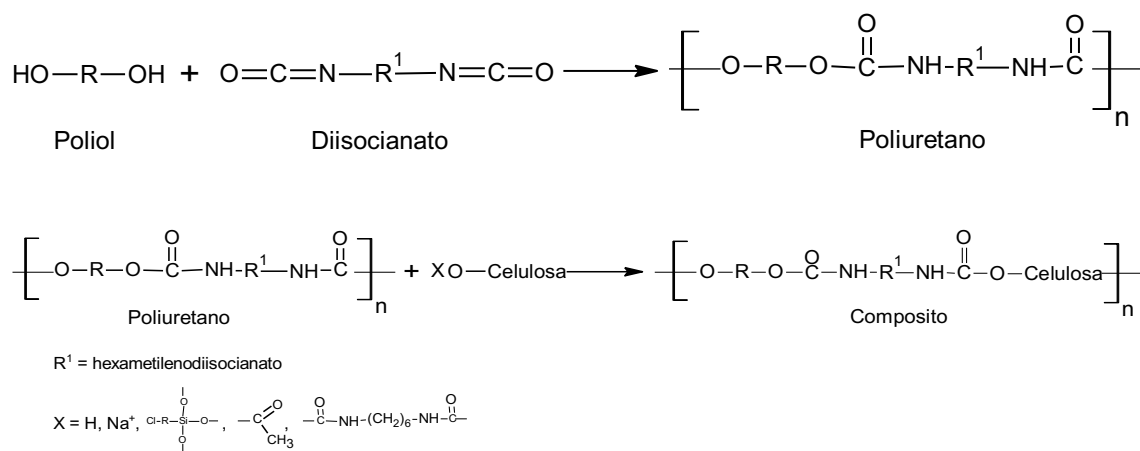


La Figura 31 evidencia los principales modos de vibración del poliuretano con el cual se impregnaron las fibras naturales limpias y modificadas superficialmente. En los espectro de las fibras cubiertas con el polímero como pruebas de mojabilidad (Figura 32 a-f), pueden observarse cambios en las intensidades de las señales, lo que indica que si hubo interacción entre el polímero y las superficie de las fibras modificadas sobre la superficie con los tratamientos químicos propuestos en este trabajo.

En la Figura 31 se observa un pico en 2300 cm^{-1} aproximadamente con una banda de absorción atribuida a grupos isocianato ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) en exceso; sin embargo, para las muestras de polímero reforzado con las diferentes fibras de yute y fique hilado

tratadas químicamente (Figura 30 a-f y anexo C10 a-f) no se observa esta banda de absorción, lo que indica que los grupos NCO libres tuvieron la capacidad de establecer una reticulación con los grupos OH de las fibras limpias y también con los grupos funcionales presentes en las superficies de las fibras tratadas (Merlini et al., 2011), tal y como se muestra en la reacción general del polímero con las fibras en la Figura 32.

Figura 33. Producción del poliuretano y reacción entre las fibras naturales limpias y modificadas superficialmente con el polímero.



Fuente: Adaptación de (Mothé et al., 2009).

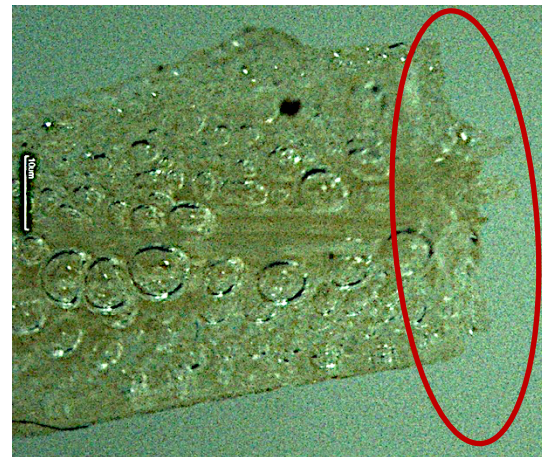
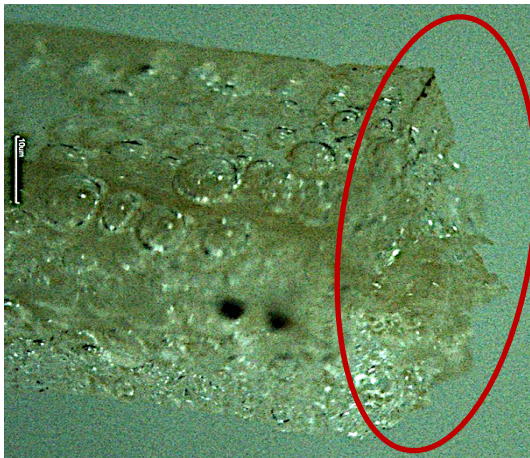
3.4.2 Análisis morfológico

Para las muestras de polímero reforzado con las fibras naturales de fique y yute limpias y modificadas superficialmente (compositos), se tomaron fotografías con un estereoscopio del lugar en el que el material sufrió la fractura al momento de las pruebas mecánicas; se puede observar en estas fotografías que para los compositos reforzados con fibras de fique hilado modificadas con NaOH 5%, isocianato a temperatura ambiente e isocianato a 54 °C (figura 33.a, 33.b y 33.c),

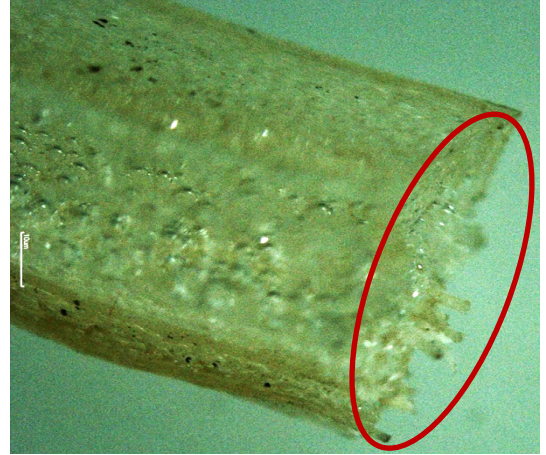
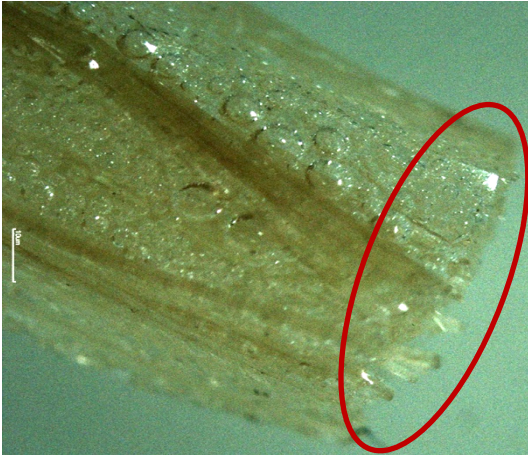
se obtuvo mejor adherencia a la matriz polimérica, esto debido a que la ruptura que se observa en estas muestras fue bastante uniforme, indicando que en el momento de la ruptura se desprendió el polímero junto la fibra, a comparación de los compositos reforzados con las mismas fibras de fique hilado limpias y modificadas con acetilación y silanizadas (figura 33.d, 33.e y 33.f) donde se observa parte de la fibra queda expuesta en el lugar de la fractura, lo que indica que la adhesión no fue 100 % completa.

Figura 34. Imágenes de la fractura de compositos de poliuretano reforzado con **a)** fibra de fique hilado modificadas con NaOH 5%, **b)** fique hilado con isocianato a temperatura ambiente, **c)** fique hilado con isocianato a 54 °C, **d)** fique hilado limpia **e)** fique hilado acetilada y **f)** fique hilado silanizada.

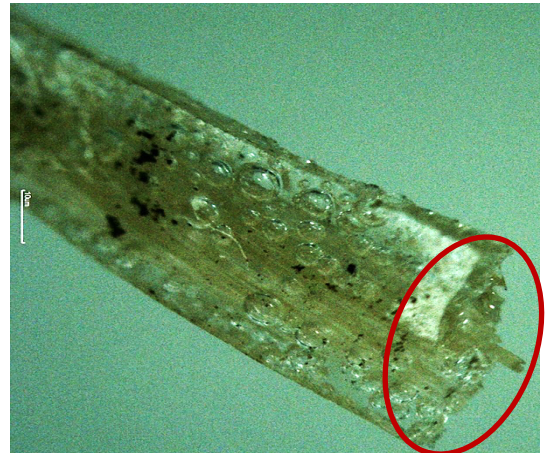
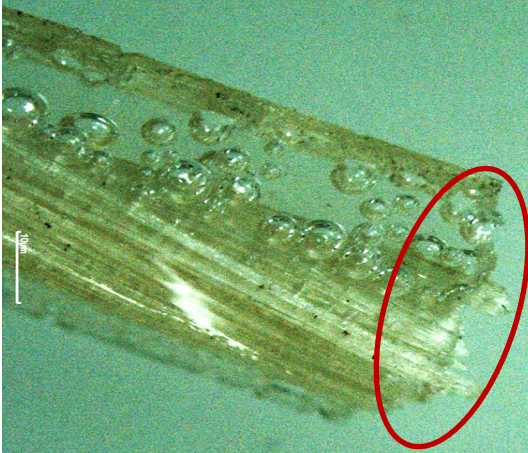
a)



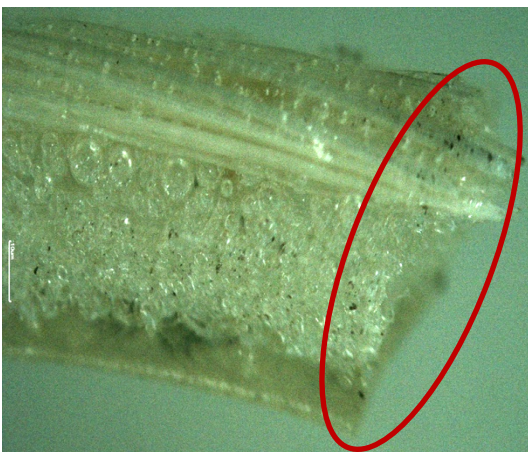
b)



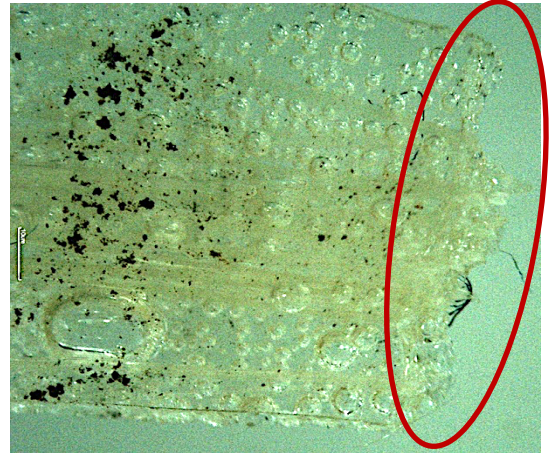
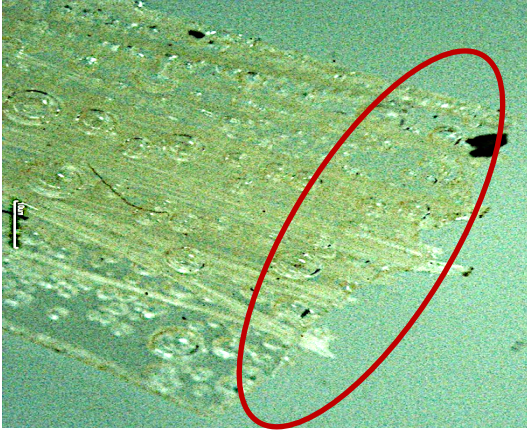
c)



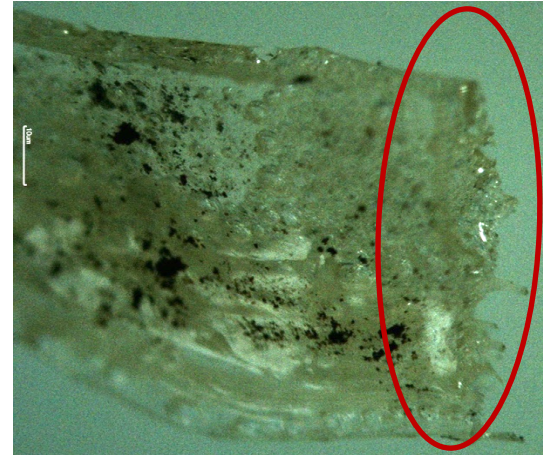
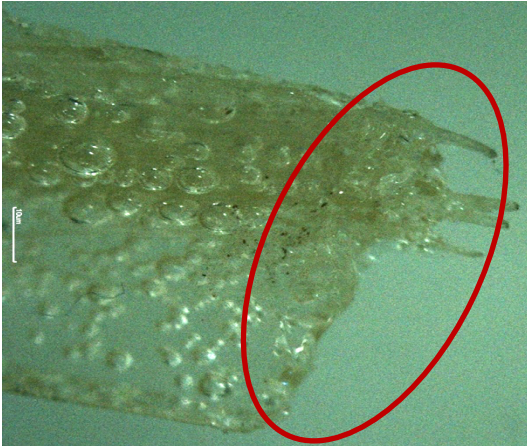
d)



e)



f)

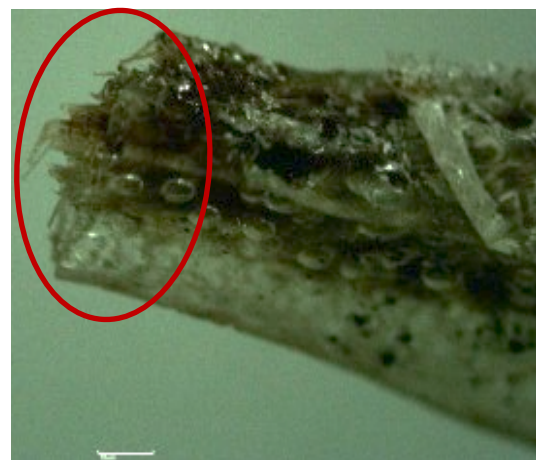


Al igual que para el polímero reforzado con fibras de fique hilado limpio y tratado superficialmente, también se hizo pruebas de mojabilidad del polímero con fibras de yute limpias y modificadas superficialmente; para estas pruebas se tienen fotografías de la fractura sufrida por las muestras en el momento de los ensayos de tracción, donde se observa que el polímero reforzado con fibras de yute tratadas con isocianato a 54 °C, isocianato a temperatura ambiente y con silanización (figura 34.a, 34.b y 34.c), presentan una adhesión más efectiva con la matriz polimérica, pues en estas imágenes se aprecia que el corte es mucho más uniforme que en las muestras del polímero reforzado con fibras de fique hilado modificadas, esto puede

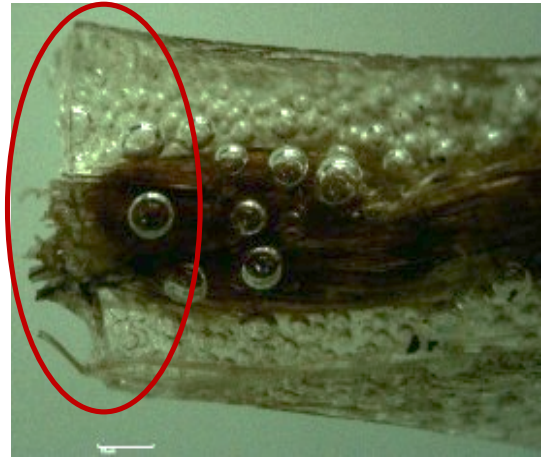
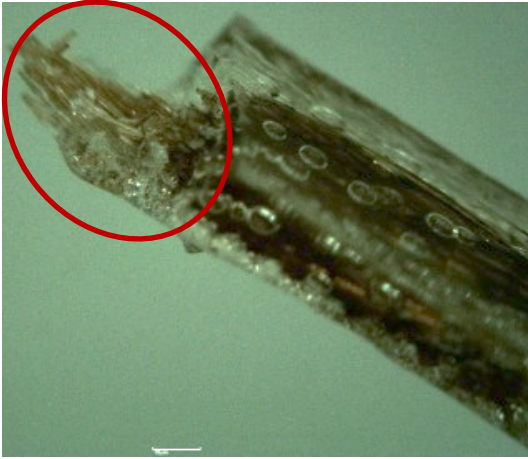
deberse al alto contenido de celulosa que posee la fibra de yute, lo que permitió que los reactivos actuaran más sobre la superficie de esta fibra y se mejorara considerablemente la adhesión interfacial entre estos dos materiales. En las fotografías del polímero reforzado con fibras de yute acetiladas (figura 34.d), se logra ver que la adhesión entre los dos materiales no ocurrió de la misma manera que con las fibras de yute tratadas con isocianato a 54 °C, a temperatura ambiente o silanizadas, pues aunque el corte no fue uniforme, se observa que en el momento de la fractura, la fibra queda cubierta de polímero, puede decirse que el tratamiento si mejoro la adhesión entre los dos materiales pero no fue 100 % efectiva, algo similar sucede con las muestras de polímero reforzado con fibras de yute limpias y tratadas con NaOH 5% (figura 34.e y 34.f), las fotografías de estas muestras de compositos evidencian una gran exposición de la fibra en el lugar de la fractura, lo que indica que no hubo una adherencia con gran eficacia.

Figura 35. Imágenes de la fractura de compositos de poliuretano reforzado con **a)** fibra de yute modificadas con isocianato a 54 °C, **b)** yute modificadas con isocianato a temperatura ambiente, **c)** yute silanizada, **d)** yute acetilada **e)** fibra de yute limpia y **f)** yute con NaOH 5%.

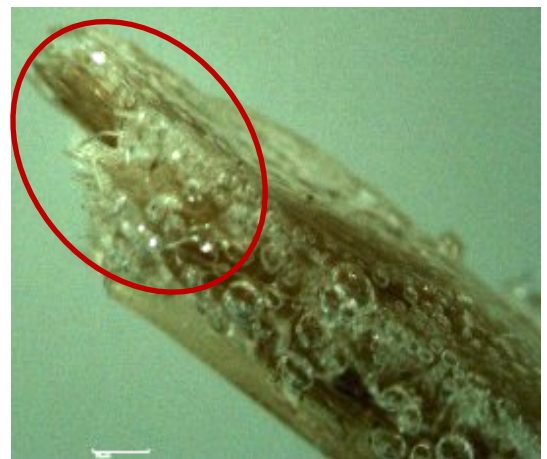
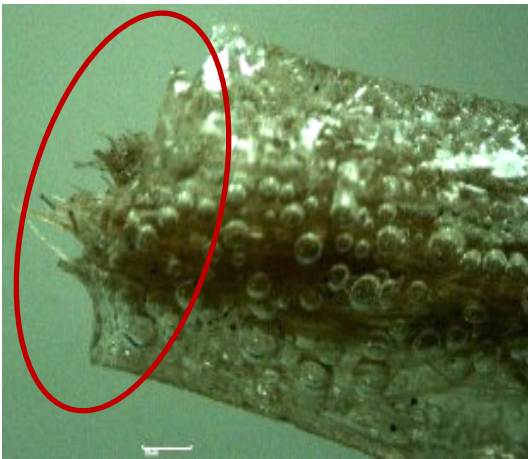
a)



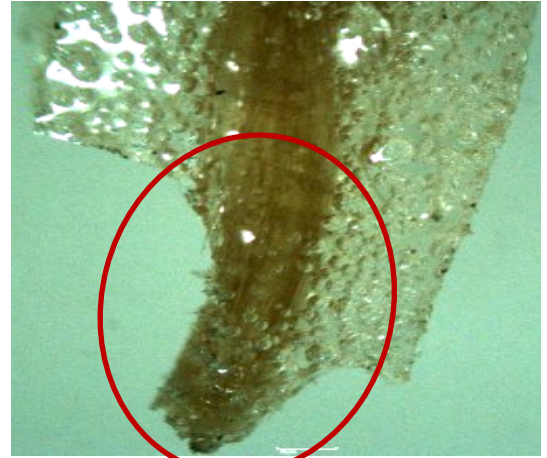
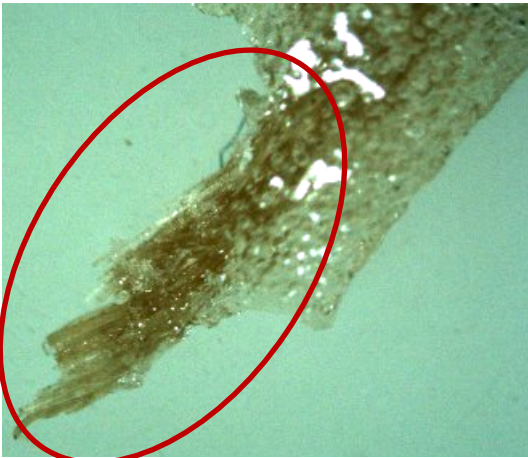
b)



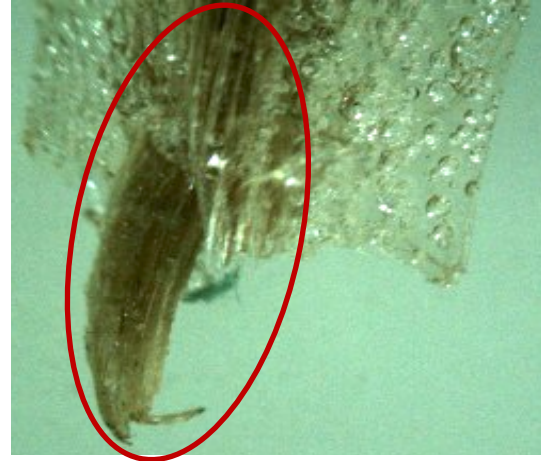
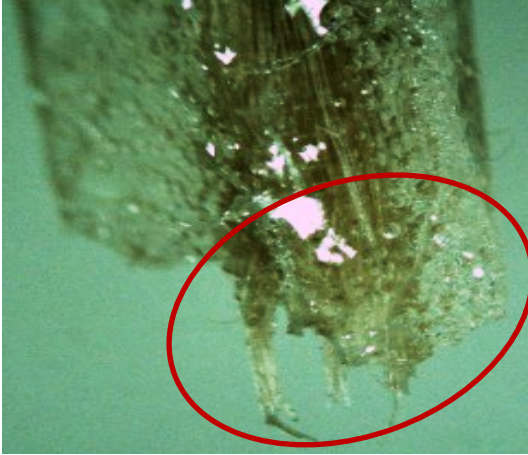
c)



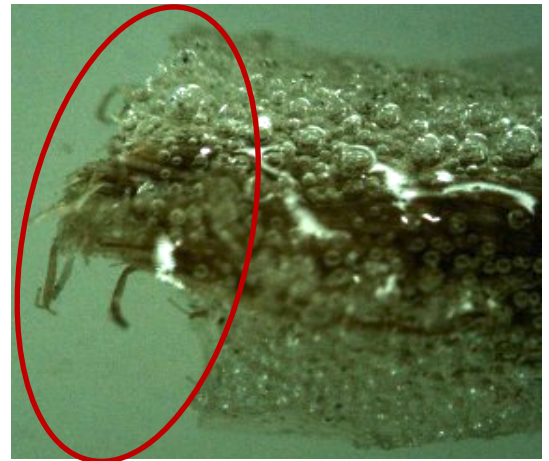
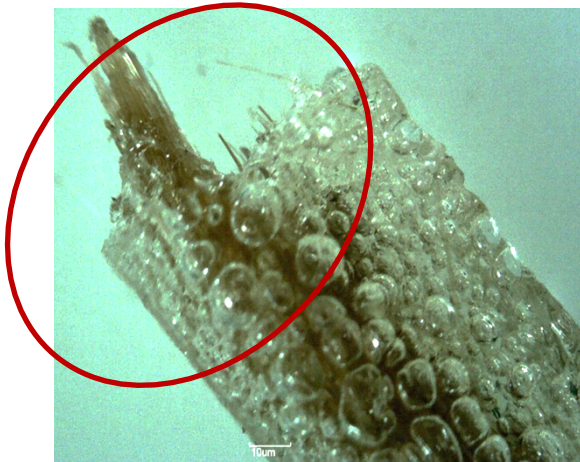
d)



e)



f)



3.5 ENSAYOS MECÁNICOS

3.5.1 Ensayos mecánicos de las fibras naturales de fique hilado y yute Se realizó ensayos mecánicos sobre las fibras de fique hilado y fibras de yute, limpias y modificadas superficialmente, este ensayo se efectuó en un dinamómetro ubicado en la empresa Tesicol S.A.

Para los cálculos de tensión se empleó la ecuación 2 y estos se realizaron en base a la norma ASTM –C1557-14 y el valor de porcentaje de elongación fue suministrado por el equipo.

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

Ecuación 2. Expresión matemática para el cálculo de tensión.

Donde:

σ : Fuerza de tensión

F: Fuerza a la fractura

A: Área transversal de las fibras

$$\sigma = \left(\frac{87,72 \text{ N}}{5,68 \times 10^{-6} \text{ m}^2} \right) / 10^6 \text{ MPa}$$

$$\sigma = 15,4 \text{ MPa}$$

Tabla 7. Resultados de los ensayos de tensión, elongación de fibras de fique hilado y fibras de yute, limpias y modificadas.

	Fibra	Tensión MPa	Elongación (%)
Fique	Limpia	15,43	8,33
	NaOH 4%	14,26	8,33
	NaOH 5%	13,17	8,11
	NaOH 6%	6,77	7,75

	Ac	12,18	24,80
	Si	17,99	18,00
	HDI T A	12,68	23,75
	HDI 54 °C	11,5	23,00
Yute	Limpia	6,73	6,63
	NaOH 4%	11,85	7,33
	NaOH 5%	11,41	7,22
	NaOH 6%	8,77	7,56
	Ac	9,39	18,40
	Si	11,21	39,50
	HDI TA	5,69	1,00
	HDI 54 °C	3,86	1,00

La tabla 7 contiene los valores del cálculo de tensión y elongación, puede observarse para la fibra de fique hilado que los pre -tratamientos tienen un valor de tensión menor en comparación con la fibra de fique limpia, lo que indica que probablemente la fibra de fique presentaba grandes cantidades de material amorfo en su superficie, que al ser removido, dejaron la celulosa más expuesta pero menos resistente. Al someter las fibras de fique a los tratamientos químicos, se esperaba que estos al reaccionar con los hidroxilos de la celulosa ayudaran a aumentar la resistencia a la tensión de la fibra de fique, pero no fue del todo así; el tratamiento con silano sin embargo tuvo un valor de tensión superior, incluso mayor que el de la fibra limpia. Por otra parte, los valores de medida de elongación sobre las fibras sometidas a los tratamientos, no fueron los esperados en comparación con las fibras limpias y pre –tratadas, por tal motivo se asume que esta medida fue errónea, debido a la inexperiencia en uso del equipo. Para la fibra de yute los resultados estuvieron más constantes, pues los pre –tratamientos si ayudaron a incrementar los valores de tensión, esto debido a que el contenido de material amorfo presente

en la superficie de esta fibra es menor; en cuanto a los tratamientos químicos, se observa claramente que la fibra de yute silanizada obtuvo un valor de tensión mayor en comparación con los demás tratamientos y un poco menor que el valor de tensión de la fibra pre –tratada con NaOH 5%, sin embargo los valores de elongación al igual que en las fibras de fique no fueron los esperados y se asume que estos valores son erróneos por razones de operación.

3.5.2 Ensayos mecánicos del polímero y del polímero reforzado con fibras naturales de fique hilado y yute

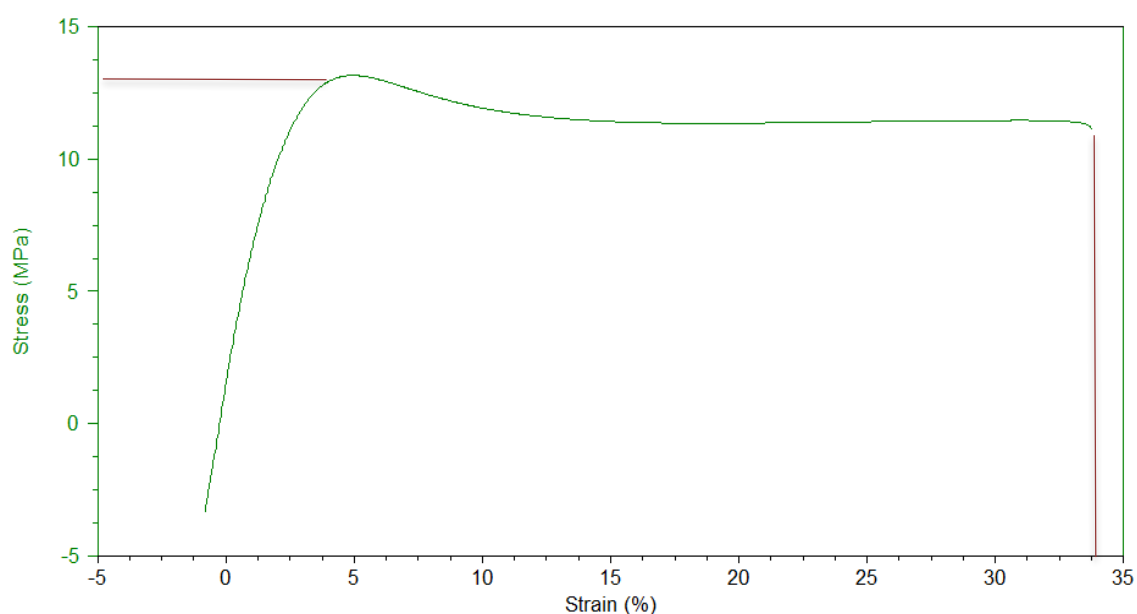
Para los composites reforzados con fibras naturales de fique y yute, también se realizaron ensayos de tracción y los resultados se encuentran enlistados en la tabla 8. La figura 33 muestra la curva de tensión contra elongación del polímero solo.

Tabla 8. Resultados de los ensayos de tensión, elongación de materiales compuestos reforzados con fibras de fique hilado y fibras de yute limpias y modificadas.

Polímero + Fibra		Tensión MPa	Elongación (%)
Fique	Limpia	10,35	0,55
	NaOH 5%	9,75	5,50
	Ac	13,97	7,00
	Si	12,25	7,50
	HDI T A	7,44	7,00
	HDI 54 °C	18,96	6,00
Yute	Limpia	13,11	6,00
	NaOH 5%	14,41	6,50

	Ac	11,72	6,50
	Si	14,85	6,00
	HDI TA	8,86	5,50
	HDI 54 °C	13,64	5,50

Figura 36. Curva de tensión contra elongación del polímero solo.



La tabla 8 muestra los valores de tensión y elongación del polímero reforzado con fibras de, fique hilado y yute limpias y modificadas superficialmente, donde el compuesto reforzado con fibra de fique hilado modificada con isocianato a 54 °C, obtuvo el valor de tensión más alto en comparación con las demás muestras e incluso por encima del valor de tensión del polímero representado en la figura 33, cuyo valor es aproximadamente de 13 MPa para la tensión y 33 % de elongación, lo que indica que este tratamiento no solo mejoró la adherencia interfacial de la fibra y el polímero, sino que este también influyó en el aumento de la fuerza de tensión, en el caso de la elongación, los valores fueron bastante constantes para los

compositos reforzados con fibras modificadas, aunque estos fueron mayores que los valores de elongación en comparación con las muestras con fibra de fique limpia y pre –tratada con NaOH 5%, esto permite concluir que los tratamientos también influyeron de manera positiva sobre la elongación de los compositos reforzados.

Para los compositos reforzados con fibras de yute limpia y tratadas superficialmente, puede observarse que el refuerzo con la fibra de yute silanizada posee el valor más alto sobre la tensión, esto también indica que el tratamiento no solo fue efectivo mejorando la compatibilidad con la matriz polimérica, sino que también mejoro la tensión del composito en comparación con el valor de tensión del polímero, para estos compistos el valor de deformación se mantuvo constante, tal y como muestra la tabla 8.

4. CONCLUSIONES

- Los resultados obtenidos en este proyecto de investigación permiten afirmar que el objetivo general se desarrolló en su totalidad. Se realizaron modificaciones superficiales a dos fibras naturales: fique y yute, con el objetivo de mejorar su hidrofobicidad. Se aplicaron 4 pretratamientos químicos a las fibras, las cuales se caracterizaron antes y después por Espectroscopia Infrarroja y Difracción de Rayos X. Los tratamientos aplicados permitieron mejorar el grado de cristalinidad de las fibras, se encontró que el tratamiento con acetilación es el que más aumenta el índice de cristalinidad en un 7 %. Se prepararon polímeros reforzados con las fibras naturales tratadas químicamente y se evaluó la adhesión interfacial entre los dos materiales mediante ensayos de tracción, los cuales permiten concluir que la fibra tratada con isocianato a 54 °C permite una mejor adhesión interfacial entre la fibra y la matriz polimérica utilizada.
- Se aplicó una solución de hidróxido con varias concentraciones para evaluar y determinar el procedimiento que permitiera remover la mayor cantidad de lignina y hemicelulosa en la fibra, para lo cual, la concentración del 5% fue la más adecuada.
- Por medio de técnicas espectroscópicas se logró observar que los tratamientos químicos sobre la superficie de las fibras fue efectivo, al evidenciarse bandas características de los reactivos químicos empleados, así como el aumento del grado de cristalinidad.
- Gracias al análisis térmico, se comprobó que las modificaciones químicas superficiales realizadas sobre las fibras, si aumentan la temperatura de

descomposición de las fibras, llegando a temperaturas hasta de 400 y 420 °C para algunos tratamientos.

- La caracterización por IR de los compositos preliminares (pruebas de mojabilidad), indicaron que hubo interacción entre el polímero y la superficie de las fibras modificadas y sin modificar.
- Las pruebas de mojabilidad permitieron evaluar la adherencia de las fibras modificadas y sin modificar, así como los valores de tensión y deformación, para lo cual se concluye que los tratamientos fueron efectivos, todos tuvieron buena compatibilidad con la matriz polimérica, pero en particular las fibras silanizadas y tratadas con isocianato a 54 °C, ayudaron a mejorar las propiedades mecánicas de los compositos.
- Los ensayos de tensión permitieron comparar los compositos reforzado con fibras de fique y yute limpias y tratadas, por lo cual puede concluirse que el refuerzo realizado con fibras de fique hilado generaron mayores valores de tensión y elasticidad en comparación con el refuerzo de fibras de yute, lo que indica que el fique si es un buen material de refuerzo para este tipo de compositos.

5. RECOMENDACIONES

- Se recomienda seguir con esta investigación, empleando fibras naturales fique, ya que es una planta nativa de la región y que no tiene mucha aplicabilidad a nivel industrial y poder incentivar el cultivo de esta planta.
- Se recomienda emplear otros tratamientos químicos para la modificación superficial de fibras naturales, así como emplear tratamientos físicos e incluso probar con tratamientos químicos y físicos a la vez, para obtener mayor información sobre cuál es la mejor manera de modificar la superficie de las fibras.
- Ya que esta es una tesis de pregrado, se recomienda para investigaciones futuras, fabricar compositos con diferentes polímeros reforzados con fibras de fique modificadas superficialmente y realizar ensayos que suministren más información acerca de estos compositos, como son pruebas de desgaste físico y mecánico, así como ensayos de degradación térmica y exposición a radiación UV.

BIBLIOGRAFÍA

AL-MAADEED, M. A.; LABIDI, S. Recycled Polymers in Natural Fibre-Reinforced Polymer Composites. En: Natural Fibre Composites; Elsevier, 2014; pp 103–114.

ARRAKHIZ, F. Z. *et al.* Mechanical Properties of High Density Polyethylene Reinforced with Chemically Modified Coir Fibers: Impact of Chemical Treatments. *Material & Design* [online] May, 2012. Vol. 37 [cited: 3 Nov. 2015] p 379–383. Available from: Science Direct.

ARRIAGA R., S. M.; Velásquez J., J. A. Elaboración de tableros de fibras libres de resinas a partir de residuos de fique. En: *Revista Investigaciones Aplicadas*. Enero-junio, Vol. 8 No. 1. 2014; pp 10–13.

AZWA, Z. N. *et al.* A Review on the Degradability of Polymeric Composites Based on Natural Fibres. En: *Materials & Design*; Elsevier. December, Vol.47 2013, pp 424–442.

BENÍTEZ, A. N. *et al.* Treatment of Banana Fiber for Use in the Reinforcement of Polymeric Matrices. En: *Measurement*; Elsevier. December, Vol. 46 2013, pp 1065–1073.

BERTOTI, A. R.; Luporini, S.; Esperidião, M. C. A. Effects of Acetylation in Vapor Phase and Mercerization on the Properties of Sugarcane Fibers. En: *Carbohydrate Polymers*; Elsevier. December, Vol. 77 2009, pp 20–24.

BORCHANI, K. E.; Carrot, C.; Jaziri, M. Untreated and Alkali Treated Fibers from Alfa Stem: Effect of Alkali Treatment on Structural, Morphological and Thermal Features. En: *Cellulose*; Springer. February, Vol. 22 No. 3. 2015, pp 1577–1589.

CASTRO HERAZO, C. I.; Palencia Penagos, A. L. Evaluación de la influencia de diferentes condiciones de tratamientos superficiales sobre el comportamiento de fibras de fique. Medellín: Universidad Pontificia Bolivariana. Facultad de ingeniería química. Escuela de ingeniería. 2006.

CUÉLLAR, A.; Muñoz, I. Fibra de guadua como refuerzo de matrices polimericas. En: Dyna, Junio, Vol. 77 No. 162. 2010, pp 137–142.

DOREZ, G. *et al.* Effect of Cellulose, Hemicellulose and Lignin Contents on Pyrolysis and Combustion of Natural Fibers. En: Journal of Analytical and Applied Pyrolysis; Elsevier. April, Vol. 107 2014, pp 323–331.

ESPITIA SIBAJA, H. M. Aislamiento de nanofibras de celulosa a partir de residuos agroindustriales de fique y caña de azúcar, con potencial aplicación en reforzamiento de polímeros termoplásticos. Medellín: Universidad Nacional de Colombia: Sede Medellín. Facultad de ciencias. Escuela de química. 2010.

FARUK, O.; Ain, M. S. Biofiber Reinforced Polymer Composites for Structural Applications. En: In Developments in Fiber-Reinforced Polymer (FRP) Composites for Civil Engineering; Elsevier. June, 2013. pp 18–53.

FERNANDEZ, M. Desarrollo de biocompositos basados en poliuretano reforzado con fibras naturales modificadas como materiales sostenibles para la fabricación de productos industriales (propuesta doctoral). Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias. Escuela de química. 2015.

FIORE, V.; Di Bella, G.; Valenza, A. The Effect of Alkaline Treatment on Mechanical Properties of Kenaf Fibers and Their Epoxy Composites. En: Composites: Part B Engineering; Elsevier. Vol. 68 2015, pp 14–21.

GALLEGO, R. *et al.* Chemical Modification of Methyl Cellulose with HMDI to Modulate the Thickening Properties in Castor Oil. En: Cellulose; Springer. Vol. 20

No. 1. 2013, pp 495–507.

GARCÍA VILLAMIZAR, C. P. Obtención por hidrólisis ácida y caracterización de nanofibras de celulosa a partir del bagazo y la estopa de fique. Trabajo de grado en Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias. Escuela de química. 2015.

GORIPARTHI, B. K.; Suman, K. N. S.; Mohan Rao, N. En: Effect of Fiber Surface Treatments on Mechanical and Abrasive Wear Performance of Polylactide/jute Composites. En: Composites: Part A. Applied Science & Manufacturing; Elsevier. Vol. 43 No. 10. 2012, pp 1800–1808.

HOYOS, C. G. *et al.* Fique Fibers: Enhancement of the Tensile Strength of Alkali Treated Fibers during Tensile Load Application. En: Fibers & Polymers; Elsevier. Vol. 13 No. 5. 2012, pp 632–640.

HUDA, M. S. *et al.* Effect of Fiber Surface-Treatments on the Properties of Laminated Biocomposites from Poly(lactic Acid) (PLA) and Kenaf Fibers. En: Composites Science & Technology; Elsevier. Vol. 68 No. 2. 2008, pp 424–432.

KABIR, M. M. *et al.* Chemical Treatments on Plant-Based Natural Fibre Reinforced Polymer Composites: An Overview. En: Composites: Part B. Engineering; Elsevier. Vol. 43 No. 7. 2012, pp 2883–2892.

KHAN, J. A.; Khan, M. A. The Use of Jute Fibers as Reinforcements in Composites. En: Biofiber Reinforcements in Composite Materials; Elsevier. 2015 pp 3–34.

LA MANTIA, F. P.; Morreale, M. Green Composites: A Brief Review. En: Composites: Part A. Applied Science & Manufacturing; Elsevier. Vol. 42 No. 6. 2011, pp 579–588.

LI, X.; Tabil, L. G.; Panigrahi, S. Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in

Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review. En: Journal of Polymers & the Environment; Springer. January. Vol.15 No. 1. 2007, pp 25–33.

LUNA VERA, F. *et al.* Modificación superficial de micro fibras de celulosa obtenidas a partir de bagazo de caña de azúcar usando silanización. En: Informador Técnico Colombia. Julio-diciembre. Vol. 78 No. 2. 2014, pp 106–114.

MEON, M. S. *et al.* Improving Tensile Properties of Kenaf Fibers Treated with Sodium Hydroxide. En: Procedia Engineering; Elsevier. Vol. 41. 2012, pp 1587–1592.

MERLINI, C.; Soldi, V.; Barra, G. M. O. Influence of Fiber Surface Treatment and Length on Physico-Chemical Properties of Short Random Banana Fiber-Reinforced Castor Oil Polyurethane Composites. En: Polymer Testing; Elsevier. August. Vol. 30 No. 8. 2011, pp 833–840.

MÖLLER, M.; Popescu, C. Natural Fibers. En: In Polymer Science: A Comprehensive Reference; Elsevier, 2012; pp 267–280.

MOTHÉ, C. G.; de Araujo, C. R.; Wang, S. H. Thermal and Mechanical Characteristics of Polyurethane/curaua Fiber Composites. En: Journal of Thermal Analysis & Calorimetry; Springer. Vol. 95 No. 1. 2009, pp 181–185.

MUÑOZ VELEZ, M. F.; Hidalgo Salazar, M. A.; Mina Hernandez, J. H. Fibras de fique una alternativa para el reforzamiento de plásticos. Influencia de la modificación superficial. En: Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial. Julio-Diciembre. Vol. 12 No.12. 2014, pp 60–70.

NISHINO, T. *et al.* Acetylation of Plant Cellulose Fiber in Supercritical Carbon Dioxide. En: Polymer; Elsevier. December. Vol. 52 No. 3. 2011, pp 830–836.

RIDZUAN, M. J. M. *et al.* Characterisation of Natural Cellulosic Fibre from Pennisetum Purpureum Stem as Potential Reinforcement of Polymer Composites.

En: Materials Design; Elsevier. Vol. 89. 2016, pp 839–847.

ROKBI, M. *et al.* Effect of Chemical Treatment on Flexure Properties of Natural Fiber-Reinforced Polyester Composite. En: Procedia Engineering; Elsevier. Vol. 10. 2011, pp 2092–2097.

SAWPAN, M. A.; Pickering, K. L.; Fernyhough, A. Effect of Various Chemical Treatments on the Fibre Structure and Tensile Properties of Industrial Hemp Fibres. En: Composites: Part A. Applied Science & Manufacturing; Elsevier. March. Vol. 42 No. 8. 2011. pp 888–895.

TONOLI, G. H. D. *et al.* Processing and Dimensional Changes of Cement Based Composites Reinforced with Surface-Treated Cellulose Fibres. En: Cement & Concrete. Composites; Elsevier. December. Vol. 37. 2013. pp 68–75.

XU, Y.; Rowell, R. M. Biofibers. En: Sustainable Production of Fuels, Chemicals, and Fibers from Forest Biomass; American Chemical Society: Washington, DC. Vol. 1067, 2011. pp 323–365.

ANEXOS

ANEXO A: REACTIVOS Y EQUIPOS

Tabla A2. Reactivos empleados en el desarrollo de este trabajo.

REACTIVOS	FUENTE
Hidróxido de Sodio	Lab. León
Ácido Acético	Merck
Anhídrido Acético	Merck
3-Clorotrimetoxisilano	Merck
Hexametilendiisocianato	Merck
Alcohol Metílico	Merck
Tolueno	Merck

Tabla A3: Equipos empleados en esta investigación.

EQUIPOS	MARCA	FUENTE
Baño de Ultrasonido E60 (50/60 Hz, 500 W)	Elmasonic	UIS
Espectrofotómetro IR con Celda ATR	Bruker	UIS
Difractómetro de rayos X	Bruker	UIS
Microscopio SMZ 645	Nikon	UIS
Dinamómetro	Jaume Bot i Riera	Tesicol
Analizador térmico	Discovery TGA	UIS
Estereoscopio SZ61	Olymous	UIS

ANEXO B: DATOS PARA EL CALCULO DE PORCENTAJES DE CRISTALINIDAD DE TODA LAS MUESTRAS DE FIBRAS Y DATOS PARA CALCULO DE TENSION DE FIBRAS Y COMPOSITOS

Calculo de los porcentajes de cristalinidad de las fibras.

$$I_{XRD}(\%) = [(I_{002} - I_{amp}) * 100]/I_{002}$$

Dónde:

I_{002} es la intensidad del pico cristalino máximo de 2θ entre $22-23^\circ$

I_{am} es la intensidad del pico amorfo menor de 2θ entre 18 y 19°

$$I_{XRD}(\%) = [(8015,4 - 923,4) * 100]/8015,4$$

$$I_{XRD}(\%) = 88,48$$

Tabla B1. Datos hallados con el tratamiento de los difractogramas de las muestras de fibras, utilizando Powder X, para el cálculo del porcentaje de cristalinidad.

MUESTRA	I_{002}	I_{am}	$I_{XRD}(\%)$
FH Limpio	4799,8	1014,5	78,86
FH + NaOH 4%	7510	1310,6	82,55
FH + NaOH 5%	8015,4	923,4	88,48
FH + NaOH 6%	6763,5	1093	83,84
FH Silanizado	6177,9	733,3	88,13
FH Acetilado	9148,4	940,2	89,72
FH + I Temp A	6550,1	867,3	86,76
FH + I 54 °C	7217,3	878,4	87,83
Y Limpio	3487,2	551,5	84,19

Y + NaOH 4%	5290,4	690,8	86,94
Y + NaOH 5%	6994,3	742,4	89,39
Y + NaOH 6%	4986,6	692,4	86,11
Y Silanizado	7294,2	725,3	90,06
Y Acetilado	4618,9	402	91,30
Y + I Temp A	7479,1	902,7	87,93
Y + I 54 °C	9848,4	1093,4	88,90
F sin H Limpio	5328,5	1005,6	81,13
F sin H + NaOH 4%	6232	922,4	85,20
F sin H + NaOH 5%	7699	1045,5	86,42
F sin H + NaOH 6%	6200,1	888	85,68
F sin H Silanizado	4074,4	506,8	87,56
F sin H Acetilado	6544,3	777	88,13

Cálculos del área transversa en fibras naturales y calculo tensión en fibras naturales y compositos.

$$A = \pi r^2$$

Donde:

A: área de la sección transversal

r: radio de la fibra

$$A = \pi(0,0013)^2$$

$$A = 5,31 \times 10^{-6} m^2$$

Calculo de la tensión.

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

Donde:

σ : Fuerza de tensión

F: Fuerza a la fractura

A: Área transversal de las fibras

$$\sigma = \left(\frac{75,73 \text{ N}}{5,31 \times 10^{-6} \text{ m}^2} \right) / 10^6 \text{ MPa}$$

$$\sigma = 14,26 \text{ MPa}$$

Tabla B2. Datos suministrados por el equipo de las muestras de fibras en los ensayos de tracción, utilizando Powder X, para el cálculo del porcentaje de cristalinidad.

Fibra	Fuerza a Kg/F	Fuerza a la tensión (N)	Radio (m)	Área (m2)	Tensión (Pa)	Tensión (Mpa)	
Fique	Limpia	8,94	87,7150474 8	0,00134 5	5,68323E- 06	15434005,3 3	15,4340053 3
	NaOH 4%	7,72	75,7292987 4	0,0013	5,3093E- 06	14263507,7 5	14,2635077 5
	NaOH 5%	5,39	52,8463449 6	0,00113	4,01151E- 06	13173682,1 3	13,1736821 3
	NaOH 6%	4,63	45,3559875	0,00146	6,69663E- 06	6772952,45 7	6,77295245 7
	Ac	4,59	45,0323664	0,00108 5	3,69837E- 06	12176273,7 8	12,1762737 8
	Si	5,59	54,8390664	0,00098 5	3,04806E- 06	17991472,2 5	17,9914722 5

	HDI T A	3,90	38,24613	0,00098	3,01719E-06	12676064,99	12,67606499
	HDI 50°C	5,18	50,7496725	0,001185	4,41151E-06	11503914,76	11,50391476
Yute	Limpia	6,38	62,5177125	0,00172	9,29411E-06	6726595,259	6,726595259
	NaOH 4%	7,44	72,961848	0,0014	6,15754E-06	11849195,52	11,84919552
	NaOH 5%	7,17	70,28069622	0,0014	6,15754E-06	11413769,44	11,41376944
	NaOH 6%	6,67	65,37734622	0,00154	7,45062E-06	8774754,162	8,774754162
	Ac	5,44	53,348448	0,001345	5,68323E-06	9386989,512	9,386989512
	Si	7,14	70,019838	0,00141	6,24581E-06	11210680,82	11,21068082
	HDI TA	2,35	23,045745	0,001135	4,04709E-06	5694402,231	5,694402231
	HDI 50°C	2,22	21,770874	0,00134	5,64106E-06	3859360,782	3,859360782

$$A = \text{Ancho} \times \text{Grosor}$$

Donde:

A: área de la sección transversal

r: radio de la fibra

$$A = (0,0036 \text{ m})(0,002 \text{ m})$$

$$A = 7,2 \times 10^{-6} \text{ m}^2$$

Tabla B3. Datos suministrados por el equipo de las muestras de fibras en los ensayos de tracción, utilizando Powder X, para el cálculo del porcentaje de cristalinidad.

Polímero + Fibra		Fuerza Kg/F	Fuerza a la tensión (N)	Ancho (m)	Grosor (m)	Área cara rectangular (m2)	Tensión Pa	Tensión MPa
Fique	Limpia	7,65	75,02125 5	0,003625	0,002	0,00000725	10347759,3 1	10,3477593 1
	NaOH 5%	5,00	49,0335	0,002875	0,00175	5,03125E-06	9745788,82	9,74578882
	Ac	6,90	67,66623	0,003875	0,00125	4,84375E-06	13969802,3 2	13,9698023 2
	Si	7,65	75,02125 5	0,0035	0,00175	0,00000612 5	12248368,1 6	12,2483681 6
	I Temp A	8,25	80,90527 5	0,003625	0,003	0,00001087 5	7439565,51 7	7,43956551 7
	I a 50°C	7,25	71,09857 5	0,0025	0,0015	0,00000375	18959620	18,95962
Yute	Limpia	9,65	94,63465 5	0,004125	0,00175	7,21875E-06	13109562,6	13,1095626
	NaOH 5%	9,00	88,2603	0,0035	0,00175	0,00000612 5	14409844,9	14,4098449
	Ac	5,75	56,38852 5	0,0035	0,001375	4,8125E-06	11717096,1	11,7170961
	Si	9,25	90,71197 5	0,002875	0,002125	6,10938E-06	14847995,9 1	14,8479959 1
	I Temp A	6,00	58,8402	0,003125	0,002125	6,64063E-06	8860641,88 2	8,86064188 2
	I a 50°C	7,50	73,55025	0,002875	0,001875	5,39063E-06	13644104,3 5	13,6441043 5

ANEXO C: ESPECTROS IR –ATR Y DIFRACTOGRAMAS DE FIBRAS VEGETALES

Figura C1. Espectros IR -ATR de **a)** fibras de fique hilado Limpio y **b)** fique sin hilar Limpio y con hidróxido de sodio (4, 5 y 6%).

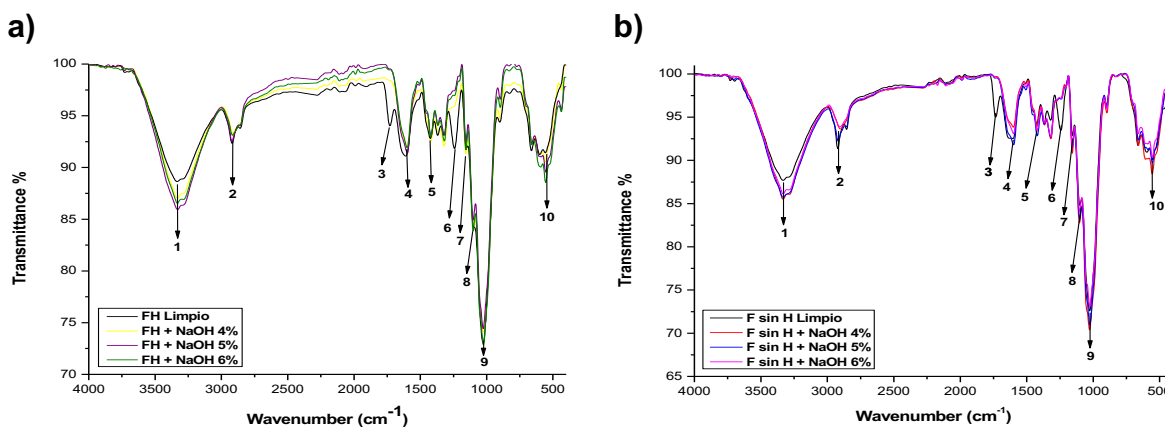


Tabla C1. Señales de los espectros IR (Figura A1.a y A1.b) de **a)** fibras de fique hilado y **b)** sin hilar limpias y pre –tratadas con NaOH (4, 5 y 6%).

a)

Señal	numero de onda en FH Limpio (cm ⁻¹)	numero de onda en FH + NaOH 4% (cm ⁻¹)	numero de onda en FH + NaOH 5% (cm ⁻¹)	numero de onda en FH + NaOH 6% (cm ⁻¹)	Modos de vibración
1	3334	3331	3330	3332	Tensión OH
2	2919	2913	2920	2916	Tensión C-H de CH y CH ₂ presente en celulosa y hemicelulosa
3	1729	--	--	--	Tensión C=O en lignina y hemicelulosa
4	1610	1600	1599	1600	Tensión OH (Absorción de agua)
5	1424	1420	1420	1420	Flexión simétrica CH ₂
6	1242	--	--	--	Tensión C-O en lignina

7	1156	1156	1156	1156	Tensión asimétrica C-O-C en celulosa
8	--	--	1102	1101	Tensión C-O-C del anillo de piranosa en polisacáridos
9	1026	1025	1026	1025	Tensión C-O de grupos hidroxilos y éter en la celulosa
10	559	556	554	555	Enlace C-OH fuera del plano de flexión

b)

Señal	numero de onda en FH sin H Limpio (cm ⁻¹)	numero de onda en FH sin H + NaOH 4% (cm ⁻¹)	numero de onda en FH sin H + NaOH 5% (cm ⁻¹)	numero de onda en FH sin H + NaOH 6% (cm ⁻¹)	Modos de vibración
1	3332	3333	3332	3332	Tensión OH
2	2921	2901	2918	2905	Tensión C-H de CH y CH ₂ presente en celulosa y hemicelulosa
3	1733	--	--	--	Tensión C=O en lignina y hemicelulosa
4	1604	1600	1599	1599	Tensión OH (Absorción de agua)
5	1425	1422	1423	1423	Flexión simétrica CH ₂
6	1243	--	--	--	Tensión C-O en lignina
7	--	1157	1157	1157	Tensión asimétrica C-O-C en celulosa
8	--	1103	1101	1102	Tensión C-O-C del anillo de piranosa en polisacáridos
9	1027	1027	1025	1026	Tensión C-O de grupos hidroxilos y éter en la celulosa
10	555	556	554	554	Enlace C-OH fuera del plano de flexión

Figura C3. Difractogramas de **a)** fibras de fique hilado limpio pre –tratadas con hidróxido de sodio (4, 5 y 6%) y **b)** fique sin hilar limpio y pre –tratado con hidróxido de sodio (4, 5 y 6%).

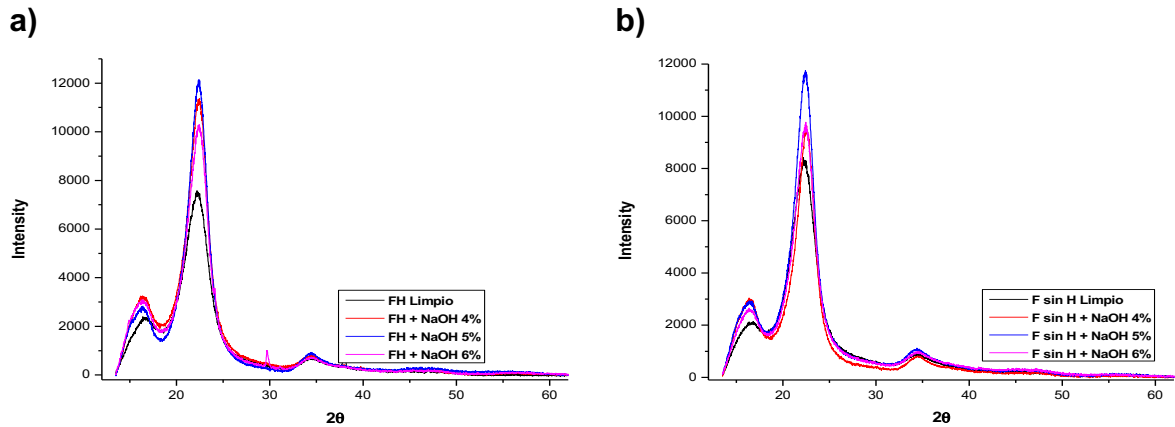
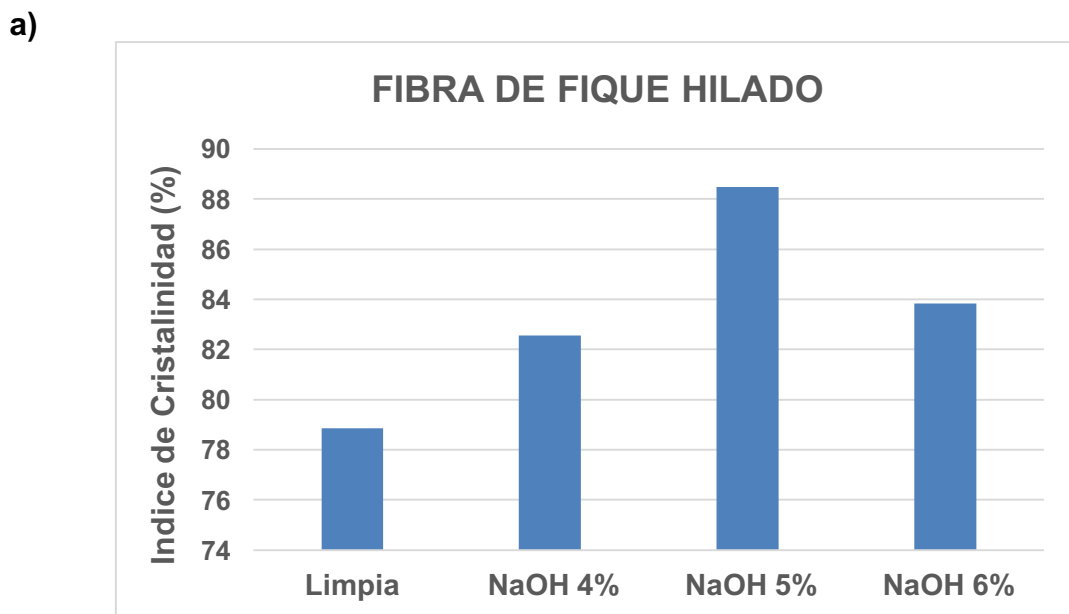


Figura C4. Porcentajes de cristalinidad de las fibras de **a)** fique hilado limpia y con los pre –tratamientos, al igual que **b)** fibra de fique sin hilar limpia y pre –tratada.



b)

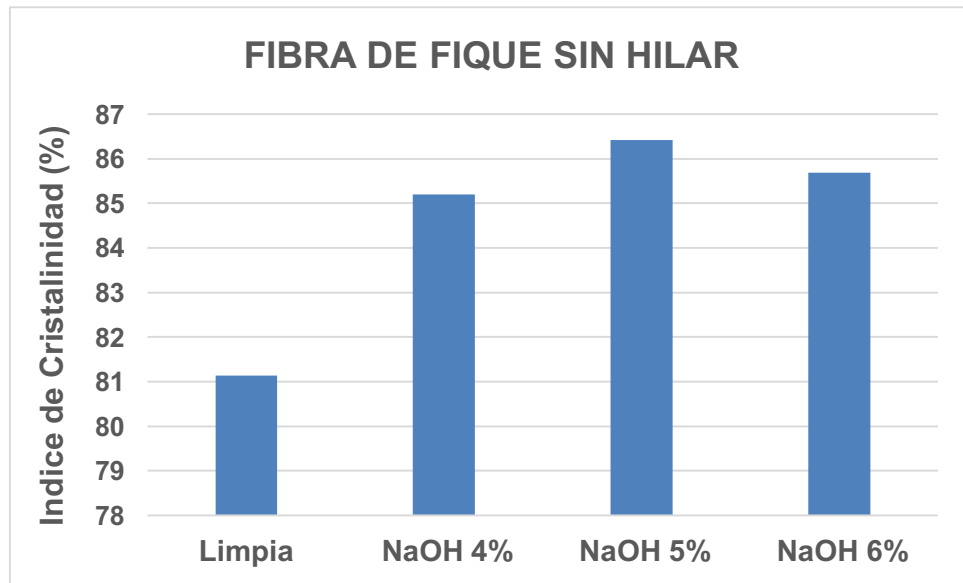
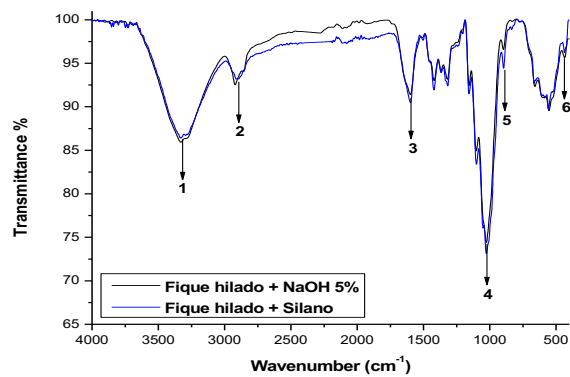


Figura C5. Espectros IR -ATR de a) fibra de fique hilado pre –tratada y pre –tratada más el silano y b) fibra de yute pre –tratada y pre –tratada más el silano.

a)



b)

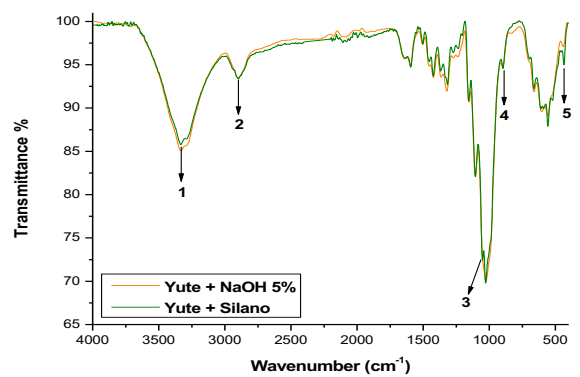


Tabla C2. Señales de los espectros IR (Figura A5.a y A5.b) de **a)** fibras de fique hilado y **b)** fibra de yute, pre –tratadas con NaOH (5%) y silanizadas.

a)

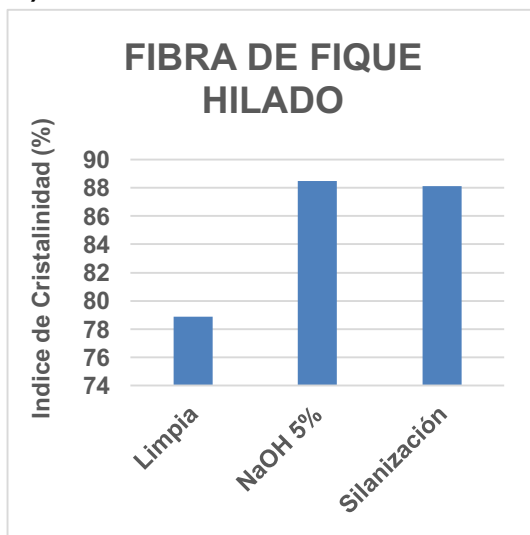
Señal	numero de onda en FH + NaOH 5% (cm ⁻¹)	numero de onda en FH + Silano (cm ⁻¹)	Modos de vibración
1	3330	3332	Tensión OH
2	2920	2911	Tensión C-H de CH y CH2 presente en celulosa y hemicelulosa
3	1599	1598	Tensión OH (Absorción de agua)
4	1026	1026	Tensión C-O de grupos hidroxilos y éter en la celulosa
5	--	896	Tensión Si-O
6	--	436	Tensión asimétrica Si(OMe)3

b)

Señal	numero de onda en Y + NaOH 5% (cm ⁻¹)	numero de onda en Y + Silano (cm ⁻¹)	Modos de vibración
1	3332	3332	Tensión OH
2	2900	2911	Tensión C-H de CH y CH2 presente en celulosa y hemicelulosa
3	--	1051	Tensión asimétrica Si-O-C
4	--	897	Tensión Si-O
5	--	435	Tensión asimétrica Si(OMe)3

Figura C6. Porcentajes de cristalinidad de las fibras de **a)** fique hilado limpia, pre –tratada y silanizada, al igual que **b)** fibra de yute limpia, pre –tratada y silanizada.

a)



b)

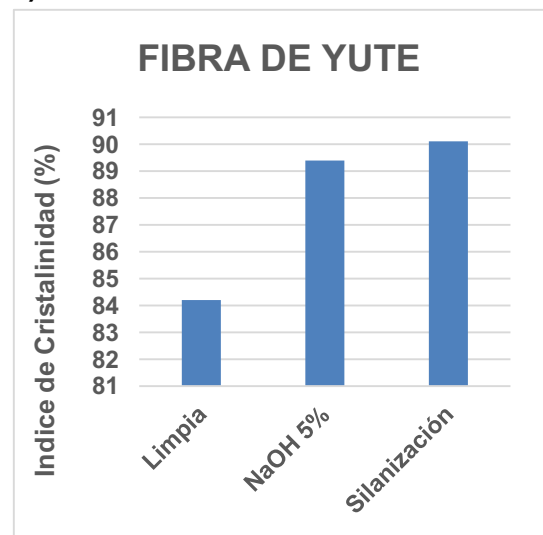


Figura C7. Espectros IR -ATR de a) fibra de fique hilado pre –tratada y acetilada y b) fibra de yute pre –tratada y acetilada.

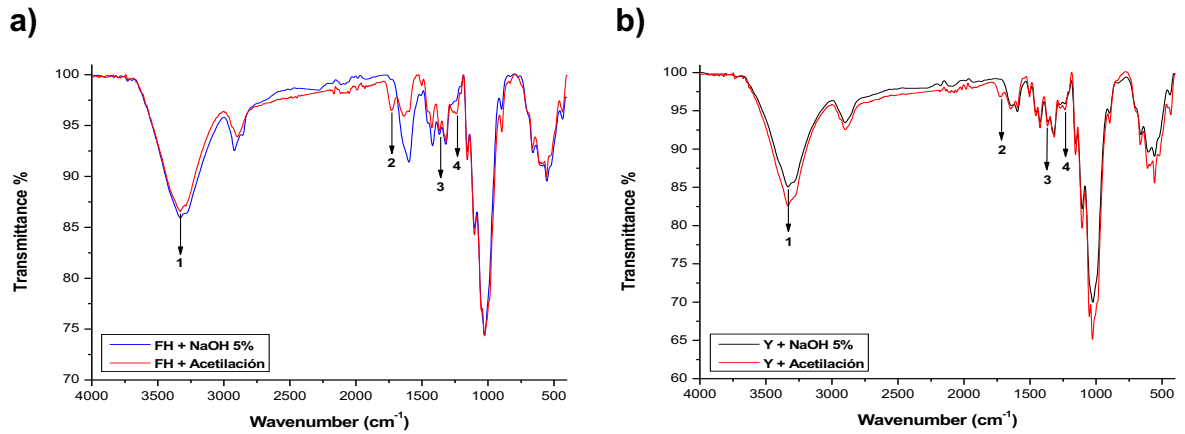


Figura C8. Difractogramas de a) fibras de fique hilado limpio pre –tratadas con hidróxido de sodio (5%) y b) fique hilado pre –tratado y con acetilación.

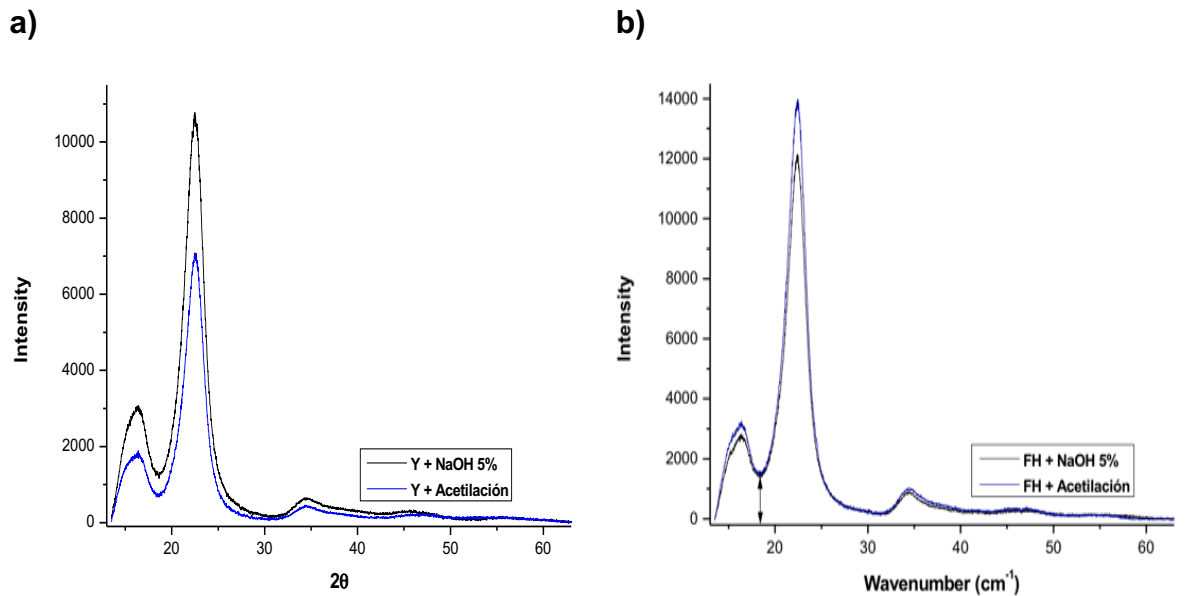
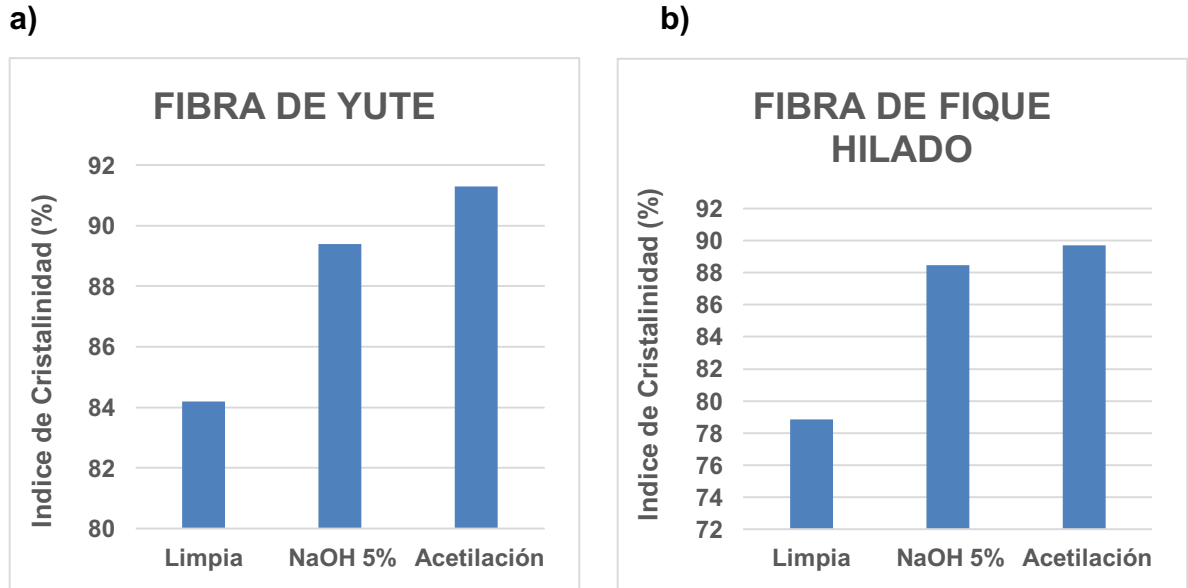


Figura C9. Porcentajes de cristalinidad de las fibras de **a)** yute, pre –tratada y acetilada, al igual que **b)** fibra de fique hilado, pre –tratada y silanizada.



Anexo C10. Espectros IR –ATR del polímero reforzado con fibras de fique hilado **a)** limpio y modificadas superficialmente con **b)** NaOH 5%, **c)** Silanizadas, **d)** Acetiladas y con isocianato **e)** a temperatura ambiente y **f)** a 54 °C.

