

**USO DE POLIURETANO A PARTIR DE ACEITE DE RICINO Y GLICEROL
EN LA SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE COMPOSITOS REFORZADOS
CON TEJIDOS NATURALES DE YUTE Y LONA**

**SERGIO ALEXIS LÓPEZ DOMINGUEZ
MAYRA ALEJANDRA TELLEZ MAURELLO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2016

**USO DE POLIURETANO A PARTIR DE ACEITE DE RICINO Y GLICEROL
EN LA SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE COMPOSITOS REFORZADOS
CON TEJIDOS NATURALES DE YUTE Y LONA**

SERGIO ALEXIS LÓPEZ DOMINGUEZ

MAYRA ALEJANDRA TELLEZ MAURELLO

Trabajo de grado presentado como requisito para optar al título de
Ingeniero Químico.

Director

GUSTAVO EMILIO RAMÍREZ CABALLERO

Ingeniero Químico, PhD

Codirectora

BELKYS JOHANA POLO CAMBRONELL

Ingeniera Química

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2016

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Industrial de Santander y a la Escuela de Ingeniería Química por permitirnos ser parte de esta admirable institución.

Al Doctor Gustavo Emilio Ramírez Caballero por su absoluto apoyo y constante disponibilidad en todas las etapas de la investigación realizada.

A la Ingeniera Belkys Polo Cambronell por su aportarnos todos sus consejos y conocimientos para culminar con éxito el presente proyecto.

A la Ingeniera Carolina Ardila Suárez por brindarnos acompañamiento en el desarrollo del presente trabajo.

A la Ingeniera Jenny Carolina Osma Afanador por su atenta asistencia hacia los autores en la etapa de análisis mecánico dinámico.

Al Laboratorio Instrumental de Análisis Químico de la Escuela de Química de la Universidad Industrial de Santander por permitirnos realizar los análisis de Espectrofotometría Infrarroja.

Al Laboratorio de Microscopía del parque tecnológico Guatiguará de la Universidad Industrial de Santander, por permitirnos realizar los análisis de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).

DEDICATORIA

A Dios por la vida, la salud, porque él me da la fortaleza necesaria cuando los caminos son difíciles, él es artífice en todas las metas que me he propuesto.

A mi amada Madre quién con su incondicional amor y esfuerzo me ha apoyado en mi proceso como profesional, a ella le debo la vida y la persona que soy ahora.

A mi padre por su apoyo y cariño durante mi proceso de formación.

A mi querida hermana por su amor, comprensión y porque siempre ha estado conmigo en la búsqueda de mis sueños.

A mi compañera Mayra Téllez por su amistad y absoluto compromiso para culminar con éxito el proyecto de investigación

A toda mi familia, amigos y compañeros porque de ellos he recibido los mejores consejos, la verdadera amistad y las mejores experiencias.

Sergio Alexis López Domínguez

Primera instancia a DIOS por regalarme esta gran dicha y satisfacción de haber cumplido y desempeñado esta labor, brindándome siempre la fuerza necesaria de no desfallecer pese a las adversidades, venciendo todos los obstáculos.

A mi padre Roberto Téllez por ser el pilar económico de mi formación profesional permitiéndome vivir esta gran experiencia gracias a su cariño, comprensión, consejos y sacrificio que han hecho posible la culminación de esta etapa de mi vida. Hoy retribuyo parte de su esfuerzo con este logro que no es mío sino también de él, por lo cual viviré eternamente agradecida.

A mi madre Evis Maurello y mi abuela Orfelina Toloza, por tenerme presente en sus oraciones, regalarme siempre una voz de aliento y además brindarme apoyo moral.

A mis tíos Mariano Téllez y Yaneth Pineda por ese acompañamiento expresado en muestra de cariño, afecto y entrega absoluta. También por su lucha insaciable de ayudarme y levantarme en los momentos difíciles para seguir adelante. A ellos les debo todo, puesto que son el principal cimiento de la construcción de mi vida profesional, donde sentaron en mí las bases de responsabilidad y deseos de superación. Es por esto que les ofrezco este triunfo porque hicieron partícipe en el desarrollo y culminación de esta gran etapa de mi vida.

A mis compañeros de carrera, en especial a Merlin Chávez por toda su colaboración, comprensión, paciencia y apoyo incondicional la cual empezó a ser parte fundamental de mi vida.

A mi compañero Sergio López por brindarme toda su ayuda y acompañamiento hasta el final.

Finalmente a mi primo Luis Carlos Ardila, por asesorarme y brindarme su conocimiento para la edificación final de este proyecto.

Mayra Alejandra Téllez Maurello

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	17
1. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	24
1.1 PRUEBAS PRELIMINARES	24
1.1.1 Tratamiento alcalino.....	25
1.1.2 Tratamiento físico	25
1.2 SÍNTESIS DE COMPOSITES.....	26
1.3 CARACTERIZACIÓN.....	27
1.3.1 CARACTERIZACIÓN VISCOELÁSTICA.....	27
1.3.2 Ensayo de flexión en viga empotrada	28
1.3.3 Ensayo de flexión bajo carga	28
1.3.4 Ensayo de compresión.....	29
1.3.5 Prueba de hinchamiento y ataque químico	29
1.3.7 Microscopia electrónica de barrido (SEM).....	30
2. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	31
2.1 PROPIEDADES VISCOELÁSTICAS	31
2.1.2 Ensayo de flexión en viga empotrada	31
2.1.3 Ensayo de flexión bajo carga	34
2.1.4 Ensayo de compresión:	37
2.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA.....	41
2.2.1 Prueba de hinchamiento y ataque químico:	41
2.3 CARACTERIZACIÓN MICROGRÁFICA	43
3. CONCLUSIONES	49
4. RECOMENDACIONES	50
REFERENCIAS	51
BIBLIOGRAFÍA	56
ANEXOS	61

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Composición química de las fibras naturales	22
Tabla 2. Diseño de experimentos para tratamiento alcalino en tejidos de Yute y Lona	25
Tabla 4. Propiedades físico-químicas de Hidróxido de Sodio (NaOH).	67
Tabla 5. Propiedades físico-químicas de Aceite de Ricino.....	67
Tabla 6. Propiedades físico-químicas de Glicerol.....	67
Tabla 7. Propiedades físico-químicas de MDI Diisocianato.....	67

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Reacción de formulación de Poliuretano.....	18
Figura 2. Tipos de refuerzo característicos	20
Figura 3. Clasificación de las Fibras Naturales de acuerdo a su origen.....	21
Figura 4. Reacción de NaOH con radicales libres Hidroxilo.....	23
Figura 5. Metodología experimental.....	24
Figura 6. Esquema del montaje experimental para síntesis de poliuretano	26
Figura 7. Esquema de la nomenclatura utilizada en la caracterización.....	27
Figura 8. Tipos de <i>clamps</i> utilizados en Análisis Dinámico Mecánico (<i>DMA</i>) ...	28
Figura 9. Ensayo de flexión en viga empotrada: Módulo de almacenamiento .	31
Figura 10. Ensayo de flexión en viga empotrada: Módulo de almacenamiento	32
Figura 11. Ensayo de flexión en viga empotrada: Módulo de pérdida.....	33
Figura 12. Ensayo de flexión en viga empotrada: Tangente delta	34
Figura 13. Ensayo de flexión bajo carga de la matriz polimérica.	35
Figura 14. Ensayo de flexión bajo carga de Composites	36
Figura 15. Esquema de la curva <i>creep</i> en polímeros.....	38
Figura 16. Ensayo de compresión a 30°C.....	39
Figura 17. Ensayo de compresión a 150°C.....	40
Figura 18. Prueba de hinchamiento y ataque químico; prueba de absorción de agua.....	42
Figura 19. Micrografías de tejidos de Yute.....	44
Figura 20. Micrografías de tejidos de Lona	45
Figura 21. Micrografías de Composite de Yute.....	46
Figura 22. Micrografías de Composite de Lona	47
Figura 23. Tejidos empleados como refuerzo	61
Figura 24. Materiales sintetizados.....	62
Figura 25. Resultado análisis estadístico ANOVA para tejidos de Yute.....	63
Figura 26. Resultado análisis estadístico ANOVA para tejidos de Lona	64
Figura 27. Espectro infrarrojo de Yute	65

Figura 28. Espectro infrarrojo de Lona.....	66
Figura 29. Nomenclatura utilizada para identificar la matriz polimérica	70
Figura 30. Nomenclatura utilizada para identificar composite con tejido de lona sin tratamiento	70
Figura 31. Nomenclatura utilizada para identificar composite con tejido de lona con tratamiento	70
Figura 32. Nomenclatura utilizada para identificar composite con tejido de yute sin tratamiento	71
Figura 33. Nomenclatura utilizada para identificar composite con tejido de yute con tratamiento	71
Figura 34. Composites posterior al tiempo de exposición en gasolina.....	72

LISTA DE ECUACIONES

Ecuación 1. Ecuación porcentual de hinchamiento	29
--	----

LISTA DE ANEXOS

Anexo A. Registro fotográfico de los tejidos empleados como refuerzo, matriz de poliuretano y composites elaborados.....	61
Anexo B. Resultados de análisis estadístico ANOVA y espectroscopia Infrarroja en tejidos de Yute y Lona.	63
Anexo C. Propiedades fisicoquímicas de los reactivos empleados.....	67
Anexo D. Protocolo de síntesis.	68
Anexo E. Cálculo de las Cantidades Estequiométricas de Polioliol y MDI.....	69
Anexo F. Nomenclatura utilizada para identificar los materiales sintetizados. .	70
Anexo G. Registro fotográfico de los composites posterior al tiempo de exposición en gasolina.....	72

RESUMEN

TÍTULO: USO DE POLIURETANO A PARTIR DE ACEITE DE RICINO Y GLICEROL EN LA SÍNTESIS DE COMPOSITES REFORZADOS CON TEJIDOS NATURALES DE YUTE Y LONA*

AUTORES: SERGIO ALEXIS LÓPEZ DOMINGUEZ
MAYRA ALEJANDRA TÉLLEZ MAURELLO**

PALABRAS CLAVES: Composite, poliuretano, fibras naturales, yute, lona, tratamiento alcalino.

DESCRIPCIÓN: En la presente investigación se desarrollaron y caracterizaron composites de poliuretano como matriz, a partir de diisocianato (MDI); aceite de ricino de distribución comercial y glicerol como polioles en una relación molar $\text{OH}_{\text{Aceite}}:\text{OH}_{\text{Glicerol}}$ de 60:40 y $\text{NCO}:\text{OH}$ de 1:1; y como fase de refuerzo tejidos naturales de yute y lona. Inicialmente, se realizaron pruebas preliminares para los tejidos de yute y lona, tomando como base un diseño experimental que consideró la influencia de la concentración de NaOH, tiempo y temperatura de exposición, apoyado por el análisis infrarrojo (IR) que determinó cualitativamente la remoción de material hidrófilo, representado en la disminución de la banda en vibraciones de los grupos funcionales OH.

La caracterización de los composites obtenidos se realizó mediante análisis dinámico mecánico (DMA) que estudió las propiedades viscoelásticas de los materiales; pruebas de hinchamiento y ataque químico y microscopía electrónica de barrido (SEM) que analizó la estructura superficial a escala microscópica, en los tejidos sin tratamiento y posterior al tratamiento, como también, en la interfase fibra-matriz de los composites. Los resultados obtenidos evidencian que el tratamiento seleccionado en tejidos de yute, permitió la remoción parcial de los componentes no celulósicos y el tratamiento empleado para tejidos de lona removió alto contenido de recubrimientos industriales. Finalmente se concluye que el uso de tejidos de yute y lona como fase de refuerzo, incrementa las propiedades viscoelásticas sobre la matriz de poliuretano. Además, los tejidos tratados presentan alto grado de unión mecánica, relacionado con la difusión de las fibras en la matriz.

* Proyecto de grado para optar al título de Ingeniero Químico.

** Facultad de ingenierías fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: PhD. Gustavo Emilio Ramírez Caballero. Codirectora: Ing. Belkys Johana Polo Cambronell.

ABSTRACT

TITLE: USE OF POLYURETHANE FROM CASTOR OIL AND GLYCEROL IN THE SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF COMPOSITES REINFORCED WITH NATURAL FABRICS JUTE AND CANVAS.*

AUTHORS: SERGIO ALEXIS LÓPEZ DOMINGUEZ
MAYRA ALEJANDRA TÉLLEZ MAURELLO**

KEY WORDS: Composite, polyurethane, natural fibers, jute, canvas, alkali treatment.

DESCRIPTION: In this investigation have developed and characterized polyurethane composites as matrix from diisocyanate (MDI); castor oil commercial distribution, and glycerol as polyols, in a molar ratio $\text{OH}_{\text{Oil}}:\text{OH}_{\text{Glycerol}}$ 60:40 and $\text{NCO}:\text{OH}$ of 1:1; and as reinforcing phase, natural fabric of jute and canvas. Initially, preliminary tests for jute and canvas were made, based on an experimental design that considered the influence of NaOH concentration, time and temperature of exposure, supported by infrared analysis (IR) determined removal hydrophilic material, shown in decrease in vibration band of the functional groups OH.

The characterization of the composites obtained, was performed by mechanical dynamic analysis (DMA) who studied the viscoelastic properties of materials; swelling tests and chemical attack and scanning electron microscopy (SEM), which analyzed the surface structure on a microscopic scale in untreated tissue and after treatment, also in fiber-matrix interface of composites. The results show that the treatment selected in jute, allowed the partial removal of non-cellulosic components and the treatment used for canvas tissue was removed high content of industrial coatings. Finally it is concluded that the use of jute and canvas as reinforcing phase, increases the viscoelastic properties of the polyurethane matrix. In addition, the treated fabrics exhibit high mechanical bonding, related with fibers diffused in the matriz.

*Project to choose the title of Chemical Engineer.

** Faculty of physic and chemical engineering. School of Chemical Engineering. Director: PhD. Gustavo Emilio Ramírez Caballero. Co-director: Engineer. Belkys Johana Polo Cambronell.

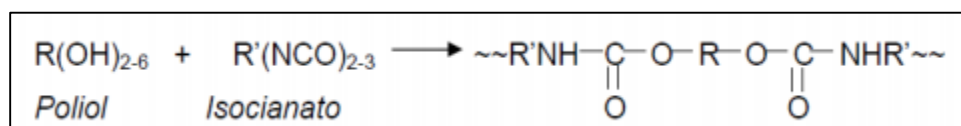
INTRODUCCIÓN

Desde finales del siglo XX hasta la actualidad, los composites han resultado de gran importancia para el desarrollo de diversos sectores industriales y de investigación [1]. Un composite o material compuesto puede ser definido como una combinación de dos o más materiales resultando en un nuevo material con propiedades mejoradas [2]. Los composites constan de dos fases: la matriz, encargada de estabilizar y repartir las tensiones entre los refuerzos; y el refuerzo proporciona resistencia y rigidez, soportando gran parte las tensiones mecánicas del material. El refuerzo es más fuerte y rígido que la matriz y por lo general se emplean fibras o material particulado [3]. Además, ofrecen altas propiedades mecánicas, con una estructura de peso ligero, adecuados para su aplicación en diferentes sectores industriales tales como; la aviación en la cual se emplean polímeros reforzados con fibras de carbono; en instrumentos electrónicos los composites con mayor influencia corresponden a aleaciones metálicas ligeras, reforzadas con fibras de carbono y dentro de la industria automotriz se diseñan muchas piezas en poliéster reforzado con fibra de vidrio, con la cual se consigue que los vehículos consuman menor cantidad de carburante [4].

En la búsqueda de materiales cada más eficientes, económicos y amigables con el medio ambiente, se han investigado los composites reforzados con fibras de origen natural, debido a que ofrecen buenas prestaciones mecánicas, baja densidad, bajo costo, no abrasivos y biodegradables en comparación con los composites a partir de fibras sintéticas [6]. Actualmente, las matrices poliméricas tanto termoestables, como termoplásticas son las más utilizadas en la elaboración de estos composites. En los termoplásticos se encuentran matrices de polietileno, polipropileno y dentro de la familia de los termoestables se destacan las resinas epóxicas, fenólicas y poliuretanos. Dentro de este marco, sobresalen los poliuretanos, donde cada vez se encuentran nuevos campos de aplicación y segmentos de mercado, debido a que ofrece bajos costos de procesamiento, buenas propiedades mecánicas y viscoelásticas [5]. Dependiendo de la materia prima y de la composición, el poliuretano (PU) se

puede utilizar para la fabricación de una amplia gama de productos tales como adhesivos, recubrimientos, elastómeros y espumas rígidas y flexibles, sin embargo, se limitan para aplicaciones en donde se requieren elevadas propiedades mecánicas, por tal razón, se desarrollan composites de poliuretano a fin de obtener un material compuesto con mayores propiedades [6]. Según estudios realizados por Silvia et al., en el que se desarrollaron composites de poliuretano provenientes de aceite de ricino, utilizando como refuerzo fibras de sisal; se mejoró el rendimiento de tenacidad a la fractura, sobre la matriz polimérica [7]. Igualmente, PROAÑO Andrés et al., obtuvieron composites de poliuretano rígido a partir de polioxipropileno como polioliol y fibras de raquis de palma Africana, en la cual exhiben propiedades superiores de flexión y tracción sobre la matriz [6]. El poliuretano está constituido por unidades repetidas de grupos funcionales uretano; segmentos rígidos, y por cadenas carbonatadas; segmentos flexibles [8], son polímeros que se caracterizan por tener como unidad repetitiva el grupo funcional uretano proveniente de la reacción entre un grupo funcional hidroxilo y un grupo funcional isocianato [9, 10] en la **Figura 1** se observa el esquema de la reacción.

Figura 1. Reacción de formulación de Poliuretano



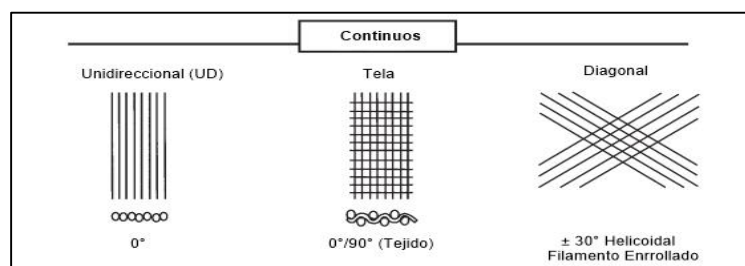
Fuente: [10]

Recientemente, en términos de materias primas para la síntesis de poliuretano, se ha incursionado en opciones como el uso de aceites vegetales, por ejemplo; el aceite de palma y de ricino [11]. La obtención de polímeros a partir de estas fuentes renovables, buscan la disminución en el impacto del medio ambiente, mediante el uso de fuentes alternativas y producción limpia. Otra alternativa es la implementación de glicerol, subproducto del biodiesel que tendría como beneficio el aprovechamiento de su sobreproducción y por tanto proporcionarle un valor agregado [12]. De este modo, en el grupo de investigación en polímeros (GIP) de la UIS, se han desarrollado estudios sobre obtención y caracterización

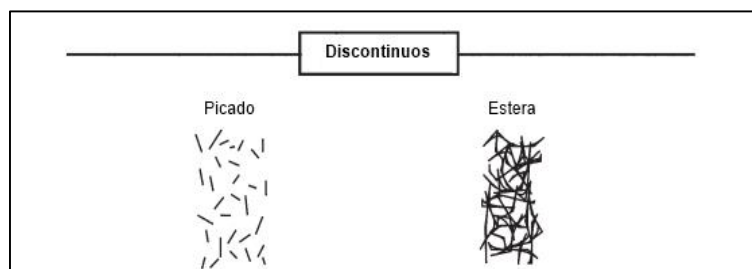
de poliuretanos a partir de aceite de ricino, glicerol y diisocianato comercial (MDI). En el trabajo realizado por DÍAZ Edgar et al, se estudió las relaciones molares de polioles, en la cual concluyó que la adición de glicerol, obtuvo poliuretanos con mayores propiedades mecánicas (módulo elástico y dureza), en comparación con los poliuretanos sintetizados únicamente con aceite de ricino y diisocianato (MDI). Sin embargo, para mejorar aún más las propiedades del poliuretano, se ve la necesidad de reforzarlo [13]. Así mismo, emplear refuerzos de fibras de origen natural, tendrían como beneficio la reducción del consumo de fibras sintéticas, y en consecuencia la disminución del uso de derivados del petróleo [3]. Las fibras naturales utilizadas actualmente como sisal, algodón, lino, cáñamo, yute y banana entre otras, tienen ventajas tales como la disponibilidad en altas cantidades, bajo peso, biodegradabilidad, bajo costo, renovables, baja naturaleza abrasiva, propiedades mecánicas específicas (tales como: resistencia al impacto, tensión, desgaste y fatiga), muchas veces similares a las fibras sintéticas [14], esto se muestra con evidencia en el estudio realizado por AMIGÓ Vicente et al., en polipropileno de alta densidad reforzado con fibras de sisal, cáñamo y algodón, donde los resultados obtenidos en ensayos de flexión y tracción concluyen que la incorporación de estas fibras incrementan la resistencia máxima, el módulo de elasticidad y el alargamiento a la rotura por encima de la matriz polimérica, además, los valores de alargamiento obtenidos resultan superiores con la incorporación fibras de algodón en comparación con las fibras de sisal, con las cuales el composite se rompe durante el ensayo [15]. Investigación similar elaborada por M. Jawaid et al., en composites híbridos mediante el refuerzo de fibras de yute y de palma de aceite en matriz epoxy, encontraron que las propiedades de tracción de los materiales compuestos híbridos aumentan en comparación con la matriz, además, la adición de fibras de yute y palma de aceite, aumenta el módulo de almacenamiento [16]. Dentro de las características principales de las fibras, se tiene en cuenta la relación de longitud a diámetro (l/d) también conocida como la relación de aspecto que puede variar en gran medida. Las fibras continuas tienen relaciones de aspecto de longitud, mientras que las fibras discontinuas tienen relaciones de aspecto cortos [17]. Los composites de fibras continuas como las

fibras de yute, normalmente tienen una orientación definida, mientras que las fibras discontinuas como las fibras de vidrio o carbono en trozos, generalmente tienen una orientación aleatoria. En las fibras continuas las orientaciones pueden ser unidireccional, tela tejida, y enrollamiento helicoidal, mientras que en los discontinuos éstas se trituran o se presenta como estera aleatoria, ver **Figura 2** [17]. Estudios realizados por HIDALGO Miguel, et al., sobre composites empleando fibras de fique como refuerzo en matriz de polietileno-aluminio, reportaron que la implementación de las fibras continuas como fase de refuerzo presentan mejores resultados en las propiedades mecánicas, en comparación a las fibras discontinuas o aleatorias [18]. Las fibras naturales son materiales lignocelulósicos que se encuentran ampliamente distribuidos por la naturaleza en forma de árboles y plantas. En general, se puede decir que los materiales ligno-celulósicos son los biomateriales renovables más abundantes en la tierra. Además, difieren de su origen como se presenta en la **Figura 3**. En el presente trabajo se utilizaron los tejidos de fibras continuas de yute y algodón (lona) en la síntesis de composites, ya que poseen alto potencial para mejorar las propiedades de la matriz polimérica.

Figura 2. Tipos de refuerzo característicos. **a)** Continuos, **b)** Discontinuos



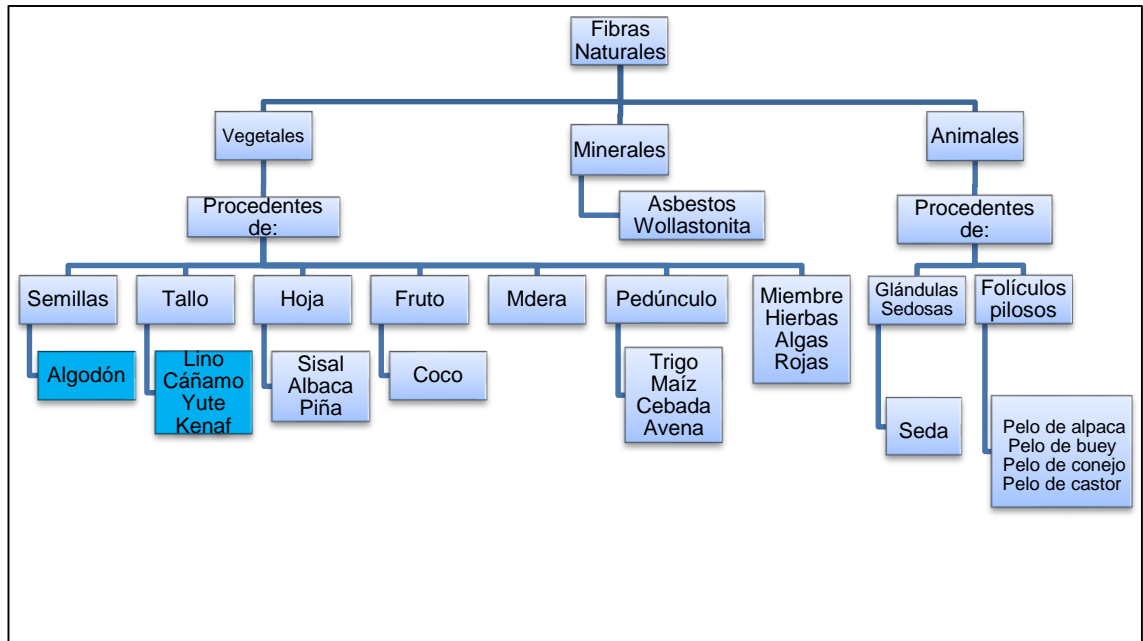
a)



b)

Fuente: [17]

Figura 3. Clasificación de las Fibras Naturales de acuerdo a su origen



Fuente: [19]

El yute (*Chorchorus capsularis*, *Tiliaceae*), es una planta originaria de la zona este del Mediterráneo compuesta principalmente por celulosa y materiales vegetales, es la segunda fibra más importante después del algodón, debido a su fácil disponibilidad y bajo costo [20]. Además, muestra estabilidad térmica a los tratamientos químicos, es una fibra natural con alta resistencia y rigidez utilizada ampliamente como refuerzo en materiales compuestos termoestables y termoplásticos [21], estas características, su biodegradabilidad, su resistencia a elevadas temperaturas y al fuego, permite su aplicación en diversos sectores industriales y de investigaciones [22]. Por otra parte, el algodón (*Gossypium ssp.*, *Malvaceae*), con el cual se elaboran los tejidos de lona, es una fibra constituida en su mayoría por celulosa; es nativa de las regiones tropicales y subtropicales siendo la fibra de mayor producción mundial [23]. Esta fibra es resistente a las sustancias alcalinas pero se degrada en presencia de ácidos [19].

En la **Tabla 1** se observa la composición química de las fibras empleadas. Como se mencionó anteriormente, las fibras están constituidas principalmente de celulosa, la cual aporta las propiedades mecánicas a las fibras; la hemicelulosa,

responsable de la biodegradabilidad, la absorción de humedad y la degradación térmica de las fibras; la lignina, que es térmicamente estable, sin embargo, es la responsable de la degradación por radiación Ultra Violeta (UV) y la pectina; principal componente de la pared celular, encargada de regular el pH [24]. Estos componentes unidos a la estructura celulósica generan dificultades de adherencia de las fibras con la matriz polimérica (PU). La razón principal es la característica hidrófila de la hemicelulosa, lignina, pectina y algunas impurezas, que provocan baja adhesión interfacial entre la fibra polar hidrófila y la matriz no polar hidrófoba que a su vez resulta en una interfaz fibra-matriz débil. Por lo tanto, la presencia de estos componentes es poco deseable dentro de la estructura de las fibras [25]. Adicionalmente, estos compuestos agregan una importante fracción de peso a las fibras, en torno al 10% [25]. En este sentido, y con el fin de eliminar la mayor cantidad de estos compuestos (Hemicelulosa, lignina, pectina), en la literatura se han planteado procesos como el tratamiento alcalino, el blanqueamiento, la acetilación y la peroxidación como alternativas para mejorar la resistencia a la tracción de las fibras lignocelulósicas naturales. La eliminación de sustancias no celulósicas y la separación de la estructura celulósica, son estrategias que mejoraran la resistencia a la tracción de la fibra lignocelulósica natural y la compatibilidad con la matriz polimérica [26].

Tabla 1. Composición química de las fibras naturales

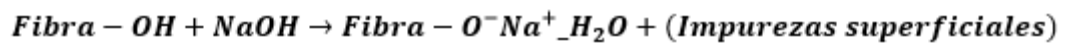
<i>Fibras</i>	<i>Celulosa</i> %	<i>Hemicelulosa</i> %	<i>Lignina</i> %	<i>Pectina</i> %
<i>Algodón</i>	82,7	5,2	-	-
<i>Yute</i>	61,0-71,5	13,6-20,4	12-13	0,2

Fuente: [19]

Para optimizar la adhesión interfacial entre las fibras naturales y la matriz, en el presente trabajo se eligió el tratamiento alcalino (Mercerización) con NaOH en solución para los tejidos de yute, debido que es el tratamiento químico común más usado para limpiar la superficie de las fibras lignocelulósicas, remueve gran cantidad de hemicelulosa, lignina, pectina sustancias cerosas, aceites naturales

y en consecuencia mejora las propiedades de la fibra además de presentar una superficie rugosa posterior al tratamiento [27]. La reacción de NaOH con celulosa se muestra en la **Figura 4**.

Figura 4. Reacción de NaOH con radicales libres Hidroxilo



Fuente: [27]

El objetivo de la presente investigación es desarrollar y caracterizar composites de poliuretano, implementando tejidos de fibras naturales de yute y lona (algodón). La matriz se elabora, a partir de diisocianato comercial MDI, aceite de ricino y glicerol como poliol secundario (**Anexo C**). En la reacción de síntesis se utilizó una relación molar entre el diisocianato y los grupos hidroxilo que contienen los polioles de 1:1, igualmente, una relación establecida de aceite de ricino a glicerol de 0,6:0,4; debido a que físicamente presenta propiedades elásticas como viscosas, además de encontrarse dentro de una investigación de posgrado en el Grupo de Investigación de Polímeros (UIS), donde se evalúan diferentes relaciones molares de polioles. Los composites se elaboran mediante moldeo por colocación manual o *hand lay-up* ya que es el método más sencillo para preparar materiales reforzados con fibras, por su bajo costo económico además de obtener composites con excelentes acabados [28], de igual forma se elabora la matriz polimérica para ser utilizada como punto de referencia en la etapa de caracterización. Los tejidos de refuerzo fueron adquiridos por distribuidores comerciales en el departamento Santander, que a su vez son importados de Venezuela.

1. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Durante el desarrollo de la presente investigación se siguió una serie de etapas de acuerdo al planteamiento metodológico mostrado en la **figura 5**.

Figura 5. Metodología experimental



1.1 PRUEBAS PRELIMINARES

Durante el desarrollo de las pruebas preliminares se estableció un protocolo, así mismo se realizó análisis estadístico ANOVA de diseño factorial 2^3 con sus pertinentes réplicas de acuerdo a la documentación bibliográfica, en los cuales los factores estudiados fueron concentración de NaOH, temperatura y tiempo de exposición para los tejidos de yute y lona con sus respectivos niveles alto y bajo como se muestra en la **Tabla 2**. De igual forma se realizó análisis de

Espectroscopia Infrarroja a las muestras de tejidos sin tratamiento y posterior al tratamiento para cada una de las interacciones en la matriz factorial.

Tabla 2. Diseño de experimentos para tratamiento alcalino en tejidos de Yute y Lona

<i>Factor</i> <i>Nivel</i>	<i>[NaOH]</i> <i>%p/v</i>	<i>Temperatura</i> <i>°C</i>	<i>Tiempo</i> <i>h</i>
<i>Alto (+)</i>	10	70	24
<i>Bajo (-)</i>	5	Ambiente (23±2)	6

Este diseño experimental permite estudiar la pérdida de peso debido a la modificación superficial de los tejidos de yute y lona en presencia de la solución alcalina, que, junto con la información obtenida de los análisis IR fue posible determinar cualitativamente la remoción de material hidrofílico presente, en función de la disminución de vibraciones en los grupos funcionales OH. El **Anexo B** presenta los resultados obtenidos del análisis estadístico ANOVA y la Espectroscopía Infrarroja para los tejidos de yute y lona (algodón) antes y después del tratamiento alcalino.

1.1.1 Tratamiento alcalino: De acuerdo a las pruebas preliminares se selecciona el tratamiento alcalino para los tejidos de yute. Este proceso consistió en sumergir totalmente los tejidos de yute no tratados en solución al 10% p/v de NaOH a temperatura ambiente ($23 \pm 2^\circ\text{C}$) durante 6 horas en recipiente de vidrio herméticamente sellado. Posterior al tiempo de exposición, las muestras son lavadas con agua destilada para eliminar los residuos de solución alcalina y llevadas a secado a 50°C durante 15 horas a fin de eliminar la humedad presente.

1.1.2 Tratamiento físico: En etapas finales de fabricación los tejidos de lona (algodón), se recubren con ceras industriales para facilitar el almacenamiento y asegurar su conservación, el tratamiento persigue remover éstos recubrimientos que dificultan la adherencia de la matriz de poliuretano con el tejido. Debido a que en el desarrollo de las pruebas preliminares, el tratamiento alcalino en tejidos

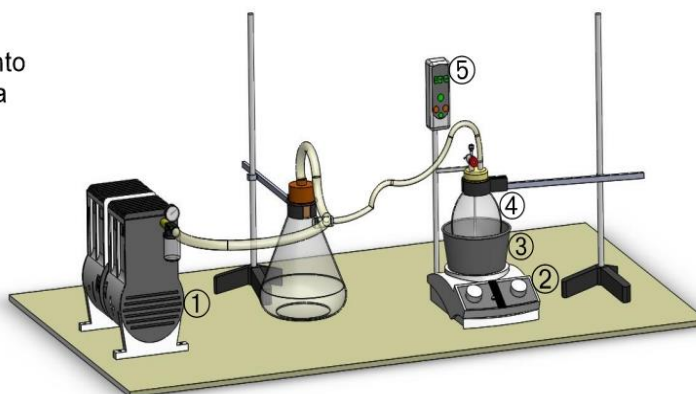
de lona aumenta la banda en las vibraciones de los grupos funcionales OH y por ende crece las propiedades hidrófilas de las fibras, se seleccionó como tratamiento para los tejidos de lona un lavado a profundidad a temperatura ambiente ($23 \pm 2^\circ\text{C}$), el cual consistió en sumergir los tejidos en agua destilada y friccionar las superficies repetidamente con esponja para asegurar la remoción de las impurezas y recubrimientos; el agua se renueva hasta dos veces, punto en el cual no cambia de tonalidad y se considera el final del lavado, posterior al tratamiento, los tejidos se llevaron a secado a 50°C durante 15 horas a fin de eliminar la humedad presente.

Antes de dar inicio a cada reacción se realizó un secado a 50°C durante 30 minutos a los tejidos de Yute y Lona con tratamiento y sin tratamiento para retirar la humedad que pudieron absorber del ambiente.

1.2 SÍNTESIS DE COMPOSITOS

Figura 6. Esquema del montaje experimental para síntesis de poliuretano

1. Bomba de vacío
2. Plancha de calentamiento con agitación magnética
3. Baño de aceite mineral
4. Reactor
5. Control de temperatura



Fuente: [29]

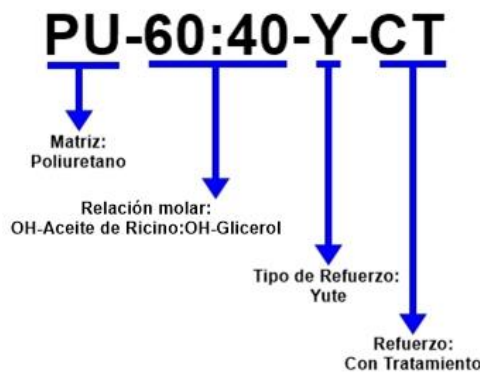
En la etapa de síntesis se empleó Poliuretano (PU) como matriz de los composites a partir de Metil-Difenil-Diisocianato (MDI) comercial (HUNSTMAN); Aceite de Ricino de distribución comercial (Laboratorio León S.A.), y Glicerol grado USP (Varela y Químicos Asociados) como polioles. En una relación molar $\text{OH}_{\text{Aceite}}:\text{OH}_{\text{Glicerol}}$ de **60:40** y $\text{NCO}:\text{OH}$ de **1:1**, las cantidades volumétricas de los reactivos se toman según los cálculos del índice de hidroxilo y la

funcionalidad del Diisocianato, presentados en el **Anexo F**. La metodología se estableció según la experiencia del Grupo de Investigación en Polímeros de la UIS, acorde al montaje experimental mostrado en la **Figura 6** y el protocolo de síntesis reportado en el **Anexo D**.

La síntesis de composites se realizó mediante el método de moldeo por colocación manual o *hand lay-up*, este proceso se llevó a cabo finalizado el tiempo de reacción de poliuretano, en el cual se vierte una capa en molde de silicona, e inmediatamente se ubica el tejido que corresponda según sea el caso (Lona o Yute), seguidamente se vacía la segunda capa de material polimérico sobre el tejido, finalmente el curado de los composites sintetizados se realiza durante 4 horas y tiempo de post-curado de 10 días a temperatura ambiente (23 ± 2 °C).

La nomenclatura empleada para diferenciar los Composites en la caracterización se sigue según esquema de la **Figura 7**, la nomenclatura con detalle se presenta en el **Anexo G**.

Figura 7. Esquema de la nomenclatura utilizada en la caracterización.

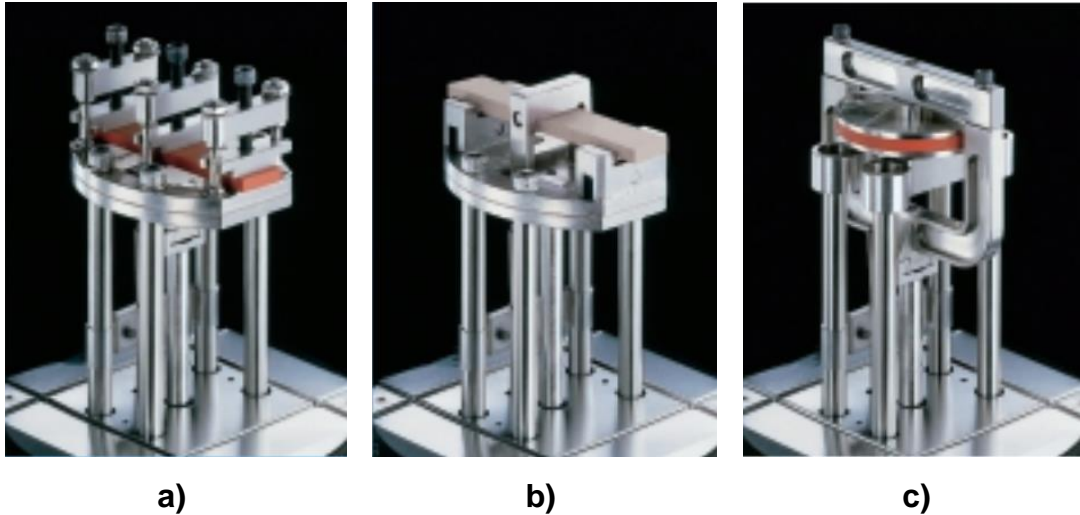


1.3 CARACTERIZACIÓN

1.3.1 CARACTERIZACIÓN VISCOELÁSTICA

En el desarrollo de la etapa de caracterización viscoelástica y mecánica de los composites sintetizados se utilizó el Analizador Mecánico Diferencial DMA serie *Q800 TA INSTRUMENT®*.

Figura 8. Tipos de *clamps* utilizados en Análisis Dinámico Mecánico (DMA). **a)** Flexión-Dual/Single Cantilever, **b)** Flexión-3 Point Bend, **c)** Compresión-Creep



Fuente: [30]

1.3.2 Ensayo de flexión en viga empotrada: Este ensayo determina el módulo de almacenamiento: E' , módulo de pérdida: E'' y la relación entre el módulo de almacenamiento y módulo de pérdida: $\tan \delta$, realizado con el *clamp* de flexión mostrado en la **Figura 8a** y siguiendo las especificaciones del método presentado en la literatura [31]. En este método de deformación, la muestra con geometría rectangular de dimensiones 36 x 12 x 3 mm se sujeta en un extremo mediante un empotramiento (*Single Cantilever*) y se aplica la carga sobre el otro extremo, la prueba se lleva a cabo en un rango de temperatura de 40°C hasta 200°C a una rampa de calentamiento de 5°C/min.

1.3.3 Ensayo de flexión bajo carga: Para determinar la temperatura de flexión bajo carga (*HDT*) se utilizó el *clamp* de flexión mostrado en la **Figura 8b** y siguiendo las especificaciones de la norma ASTM D648-07 [32], en la cual se utilizan probetas de geometría rectangular de dimensiones 36 x 12 x 3 mm. En el método de flexión a tres puntos, los extremos de la probeta se apoyan libremente, aplicándose la carga en su punto medio. La temperatura se incrementa a una velocidad de 2°C/min en un rango de 100°C hasta 250°C. Debido a que el equipo utilizado no soporta las dimensiones establecidas por la

norma, se realizó el respectivo escalamiento para la carga aplicada, indicado por la literatura [33].

1.3.4 Ensayo de compresión: Esta prueba reporta información de la deformación y recuperación de los composites por medio del esfuerzo de compresión. El ensayo se desarrolló empleando el *clamp* de compresión de la **Figura 8c** y las especificaciones de la norma ASTM F36-15 [34]. En este método de deformación, la muestra en forma de disco con dimensiones de 40 mm de diámetro y 3 mm de espesor se dispone sobre una superficie plana fija, la prueba inicia manteniendo un tiempo de estabilización de 5 minutos a la temperatura de estudio, a continuación el equipo aplica la carga constante de 0,005 Mpa mediante una placa superior durante 20 minutos, seguidamente se retira la carga y se establece un tiempo de recuperación de 20 minutos, los ensayo se realizan a las temperaturas de 30°C y 150°C.

1.3.5 Prueba de hinchamiento y ataque químico: El procedimiento se llevó a cabo basado en la norma ASTM D543-95 [36], la cual incluye disposiciones para cambios en la información de pesos, dimensiones, aspecto visual y propiedades de resistencia, y de acuerdo a la norma ASTM D570-98 [35] la cual permite determinar la tasa de absorción de agua destilada. Se realizó la inmersión de las probetas durante 7 días en soluciones químicas de agua destilada y diferentes agentes químicos y solventes para determinar el comportamiento de los materiales ante diferentes y posibles ambientes a los que puedan ser expuestos. Ambiente ácido, básico, polares y no polares, los agentes químicos y solventes fueron: HCl 10% [v/v], NaOH 10% [p/v], NaCl 10% [p/v], varsol, gasolina y ACPM. Para determinar los porcentajes de hinchamiento, se utilizó la **Ecuación 1**.

Ecuación 1. Ecuación porcentual de hinchamiento

$$\text{Hinchamiento (\%)} = \frac{\text{peso hinchado} - \text{peso inicial}}{\text{peso inicial}} * 100$$

Fuente: [36]

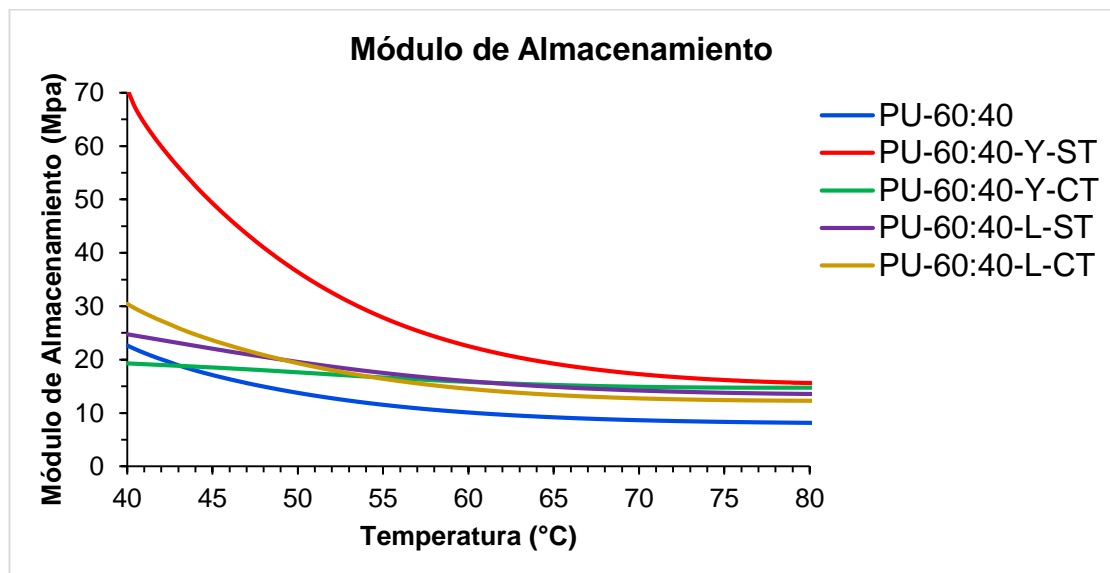
1.3.7 Microscopia electrónica de barrido (SEM): Fue utilizado el microscopio *FEI QUANTA FEG 650* para analizar la estructura superficial de los materiales a escala microscópica. Los materiales analizados fueron: tejidos de Yute y Lona sin tratamiento y éstos mismos tejidos posterior al tratamiento aplicado, los composites en la interfase fibra-matriz mediante corte transversal de las muestras. Para posibilitar la exploración de la superficie de los materiales; se recubrieron las muestras con oro debido a que los tejidos y las muestras de composite no son conductores.

2. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

2.1 PROPIEDADES VISCOELÁSTICAS

2.1.2 Ensayo de flexión en viga empotrada: En la **Figura 9** y **Figura 10** se observa la representación gráfica del módulo de almacenamiento: E' , que representa el comportamiento elástico de los materiales, está relacionado con la rigidez del material y revela la capacidad del mismo para almacenar energía sin dejarse deformar permanentemente.

Figura 9. Ensayo de flexión en viga empotrada: Módulo de almacenamiento

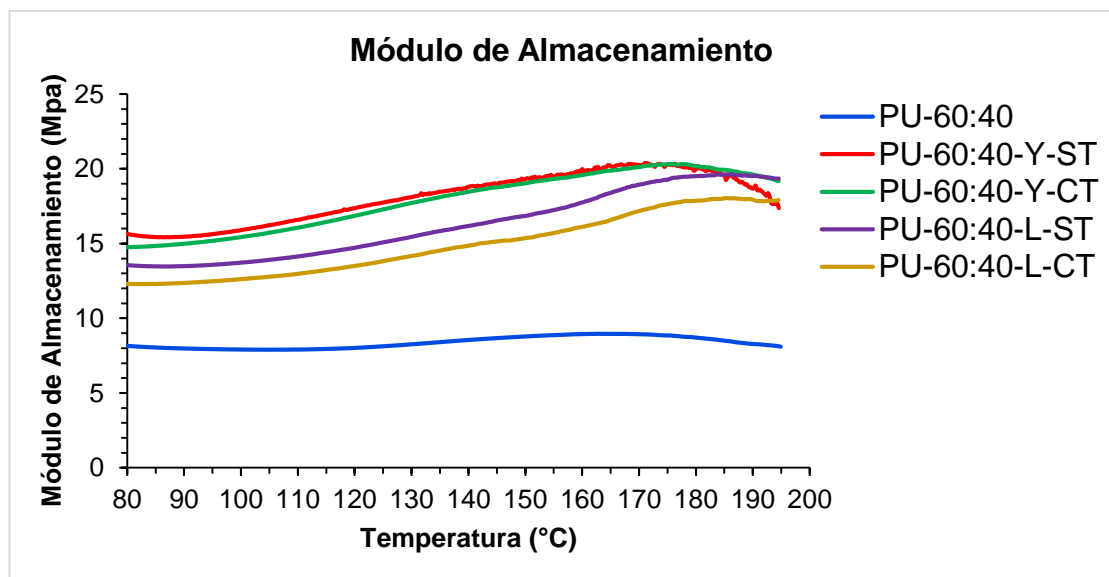


En la **Figura 9** se observa el módulo de almacenamiento en el rango de 40°C a 80°C para todos los composites, a menor temperatura los valores de E' son los más elevados, donde predomina la contribución de la parte elástica de los materiales. Seguidamente los valores de E' van disminuyendo al aumentar la temperatura. Todos los composites, con tejido de yute y lona presentan módulos de almacenamiento mayores en comparación con la matriz de poliuretano, por consiguiente, se puede afirmar que los tejidos empleados como refuerzo transfieren parte de sus propiedades al composite, proporcionando mayor rigidez al material, unos en mayor proporción que otros. El composite con yute sin tratamiento exhibe valores más altos en comparación al composite con yute

tratado, evidentemente el yute sin tratamiento proporciona mayor rigidez debido a los cementos (Hemicelulosa, lignina y ceras) que dan estructura al tejido, por el contrario cuando se aplica el tratamiento alcalino las fibras de los tejidos se ablandan y aportan en menor medida propiedades al composite.

El composite con lona tratada presenta un módulo de almacenamiento 20% mayor comparado con el composite con lona sin tratamiento; sin embargo, a partir de 48°C para el composite con lona sin tratamiento la tendencia en los valores de E' aumenta alrededor de un 5% en comparación con el composite con lona tratada. Por lo tanto, se infiere que por debajo de los 48°C el tratamiento empleado en tejidos de lona (algodón) aporta mayor rigidez al composite, en comparación a la lona (algodón) sin tratamiento.

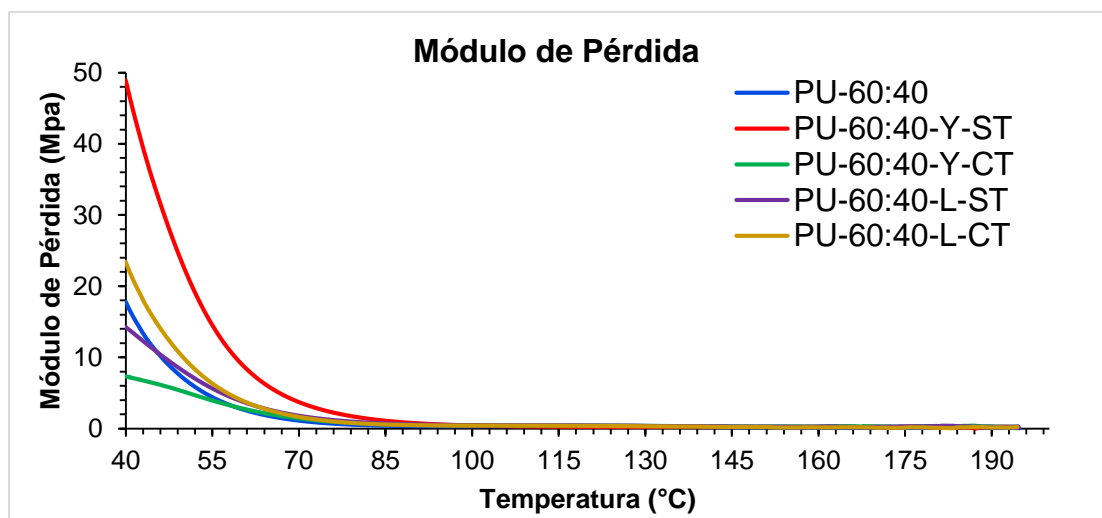
Figura 10. Ensayo de flexión en viga empotrada: Módulo de almacenamiento



La **Figura 10** muestra los módulos de almacenamiento en el rango de 80°C a 200°C, en este intervalo de temperaturas se observa un comportamiento inverso en comparación con el rango de 40°C a 80°C, mostrado en la **Figura 9**. A partir de los 80°C se observa un crecimiento progresivo del módulo de almacenamiento para todos los composites. Este comportamiento creciente del módulo de almacenamiento, está relacionado con la movilidad que adquieren las cadenas poliméricas, es decir un estado viscoelástico de la matriz a elevadas temperaturas. Además, los tejidos utilizados como refuerzo restringen el

movimiento molecular, dando como resultado un incrementando gradual de la rigidez de los composites; en contraste, la matriz exhibe una tendencia aproximadamente constante en el rango mencionado, posiblemente este comportamiento se debe a que no tiene ningún tipo de refuerzo, que permita el aumento del módulo de almacenamiento. Por otro lado, el composite con yute con y sin tratamiento muestran tendencias muy similares partiendo de un módulo de 15 Mpa y 16 Mpa respectivamente, finalmente alcanzan su máximo de 20 Mpa a 170 °C para finalmente descender nuevamente a 15 Mpa a 200 °C, lo cual demuestra que no hay un efecto importante del tratamiento alcalino. En cuanto al composite con lona tratada adquiere una tendencia aproximadamente igual al composite con lona sin tratamiento, sin embargo, éste último exhibe resultados mayores de módulo de almacenamiento.

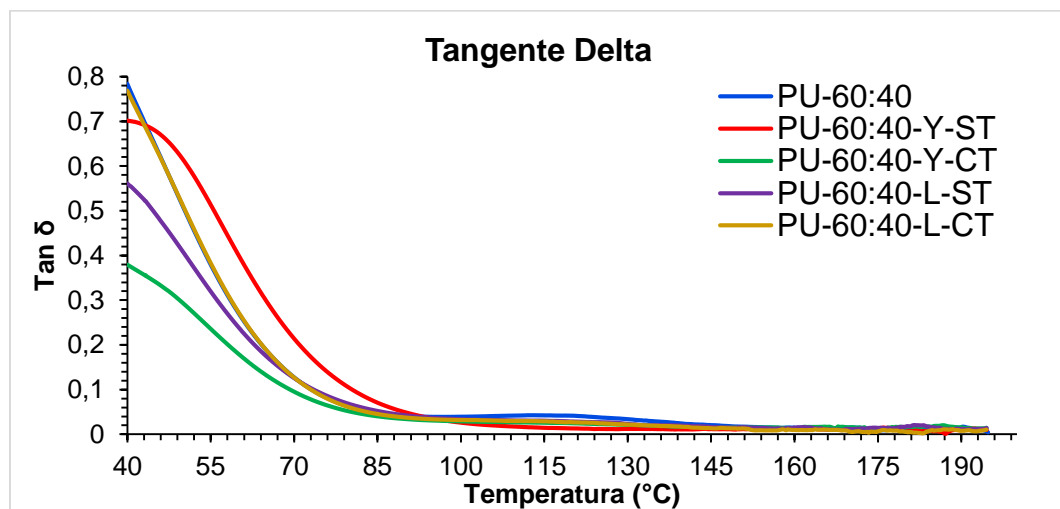
Figura 11. Ensayo de flexión en viga empotrada: Módulo de pérdida



La **Figura 11**, presenta los resultados obtenidos de módulo de pérdida E'' , que representa el componente viscoso de los materiales y está relacionado con la habilidad de disipar la energía mecánica a través del movimiento molecular. Al inicio de la prueba se observan los valores más altos de E'' para todos los composites y la matriz polimérica. Los valores de módulo de pérdida disminuyen a medida que aumenta la temperatura, asociados al componente viscoso de los materiales, siendo el composite con yute sin tratamiento el de mayor

componente viscoso; mientras que su homologo con tratamiento presenta la menor viscosidad. Un comportamiento inverso muestra los composites con lona, es decir, el composite con tratamiento tiene un componente viscoso 18% mayor comparado con el material sin tratamiento. A partir del punto máximo de aporte viscoso, el módulo de pérdida va descendiendo hasta los 80 °C, relacionado con un comportamiento viscoelástico y finalmente, a partir de los 80 °C el módulo de pérdida tiende a cero, predominando la contribución elástica los materiales.

Figura 12. Ensayo de flexión en viga empotrada: Tangente delta

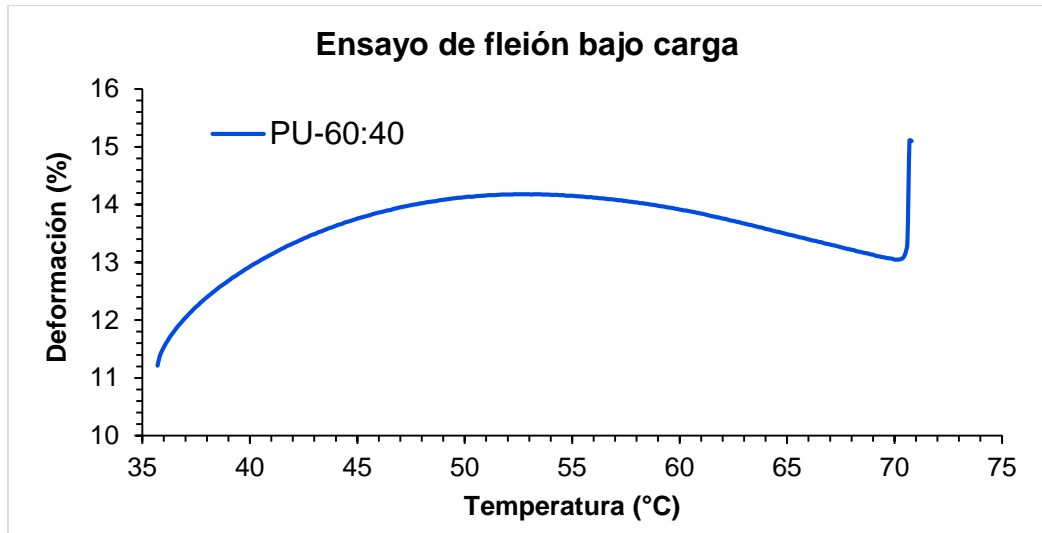


La **Figura 12** presenta las curvas de tangente delta: **Tan δ**, la cual corresponde a la relación entre el módulo de pérdida sobre el módulo de almacenamiento (**Tan δ = E''/E'**). **Tan δ** disminuye a lo largo del rango de temperatura, tendiendo a cero a partir de los 100 °C, lo cual indica que los composites estudiados almacenarán la mayor parte de la energía luego de ser sometidos a un esfuerzo, para después tener una recuperación, de igual forma, los resultados evidencian un comportamiento viscoelástica de los composites analizados.

2.1.3 Ensayo de flexión bajo carga: El ensayo de flexión bajo carga, permitió determinar la temperatura de flexión bajo carga (*Heat Deflection Temperature*) o temperatura de reblandecimiento, que por lo general indica la temperatura más alta a la que un polímero puede ser usado como material rígido [33], por convención cuando el barrido reporta la condición de 2% de deformación se

registra la temperatura de deformación bajo carga. En la **Figura 13** se observa el resultado del ensayo de flexión bajo carga para la matriz polimérica.

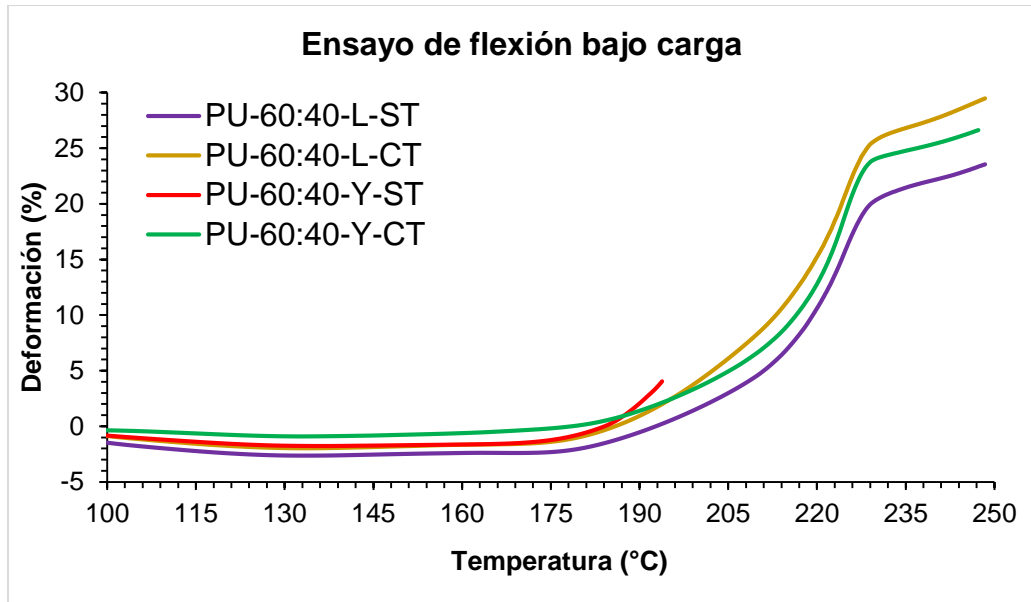
Figura 13. Ensayo de flexión bajo carga de la matriz polimérica.



Se realizó el ensayo de flexión bajo carga para la matriz de poliuretano en el rango de temperatura de 100°C a 250°C, en el cual el material sufrió ruptura poco después del inicio de la prueba sin reportar datos; debido a esto, y con el fin de obtener los resultados de deformación bajo carga de la matriz, se realizó la medición en un intervalo de temperatura de 35°C a 100°C. Inicialmente la deformación aumenta en función de la temperatura hasta un máximo de 14,18%, seguidamente se presenta la disminución paulatina de la deformación y posterior ruptura a la temperatura 70,8°C, debido al comportamiento mencionado el material no logra alcanzar el 2% de deformación y por ende no presenta temperatura de deformación bajo carga. El material **PU-60:40** se comporta como un polímero con alto grado de rigidez, directamente relacionada con la movilidad de las macromoléculas en el polímero, la cual influye en la capacidad de las cadenas moleculares para vibrar y rotar a medida que la temperatura aumenta. Cuanto más rígida es una cadena, la probabilidad de que experimente un movimiento de rotación cuando la temperatura aumente es menor, y por tanto la capacidad de deformación para soportar la carga disminuye, seguidamente la fuerza aplicada es demasiado grande para que las inmóviles cadenas

poliméricas puedan resistirla y ya que no pueden moverse a su alrededor para relajar dicha tensión, la muestra sufre ruptura.

Figura 14. Ensayo de flexión bajo carga de Composites



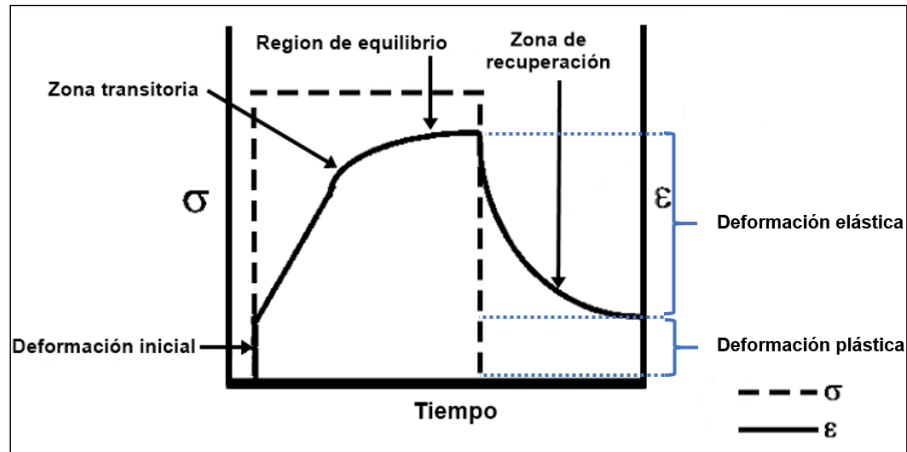
La **figura 14** expone la representación gráfica de los valores obtenidos en el ensayo de flexión bajo carga para los composites. Se observa el típico comportamiento de muestras poliméricas [30], donde al principio el aumento de temperatura registra una deformación negativa, a causa de la dilatación de los materiales, es decir, disminuye el entrecruzamiento de las cadenas poliméricas representado en el aumento de volumen, posteriormente, al seguir aumentando la temperatura es superada por la carga aplicada y seguidamente una deformación acelerada e inversa; a excepción del composite **PU-60:40-Y-ST**, que luego de superar la deformación negativa, reporta temperatura de deformación bajo carga de 189,87°C y posteriormente sufre ruptura a 193,8°C; por tanto, en el composite con yute sin tratamiento predomina la parte rígida o elástica sobre la viscosa, lo cual concuerda con los resultados obtenidos en el ensayo de flexión en viga empotrada, con respecto al módulo de almacenamiento. Por su parte, el composite **PU-60:40-Y-CT**, presenta temperatura de deformación bajo carga de 193,2°C y exhibe la totalidad de la deformación en el valor final de temperatura estudiado. Igualmente, se presentan

temperaturas de deformación bajo carga de 201,42°C y 193,85°C para **PU-60:40-L-ST** y **PU-60:40-L-CT**, respectivamente. Es posible apreciar que el tratamiento empleado en los tejidos de lona (algodón), disminuye sustancialmente la temperatura de deformación bajo carga en comparación al composite con lona sin tratamiento, sin embargo, presentan la totalidad de la deformación al final del ensayo.

Posiblemente, los composites con tejidos de yute y lona previamente tratados establecen mayor grado de unión mecánica en comparación a los composites sin tratamiento, debido a las formas irregulares de las superficie de las fibras con la matriz polimérica en estado viscoelástico, alto grado de humectación e interacción química entre grupos funcionales hidroxilo (OH) de la superficie de las fibras y los grupos isocianato del poliuretano [37], proporcionado por la remoción de gran parte de hemicelulosa, lignina y pectina en las fibras de yute y la remoción de ceras y recubrimientos industriales en las fibras de lona (algodón) posterior al tratamiento empleado, exponiendo la estructura celulósica e incrementado la adhesión fibra-matriz y permitiendo que los materiales presenten la totalidad de su deformación en el rango de temperatura evaluado sin sufrir ruptura.

2.1.4 Ensayo de compresión: Consideremos un polímero sometido a una temperatura constante, donde se le aplica una tensión σ en compresión; si la carga se aplica durante un tiempo suficientemente grande, se observa entonces una deformación plástica del material que varía en el tiempo. Este proceso se denomina *creep* o fluencia. La curva ideal de deformación vs tiempo de un material a determinada temperatura, se muestra en la **Figura 15**.

Figura 15. Esquema de la curva *creep* en polímeros

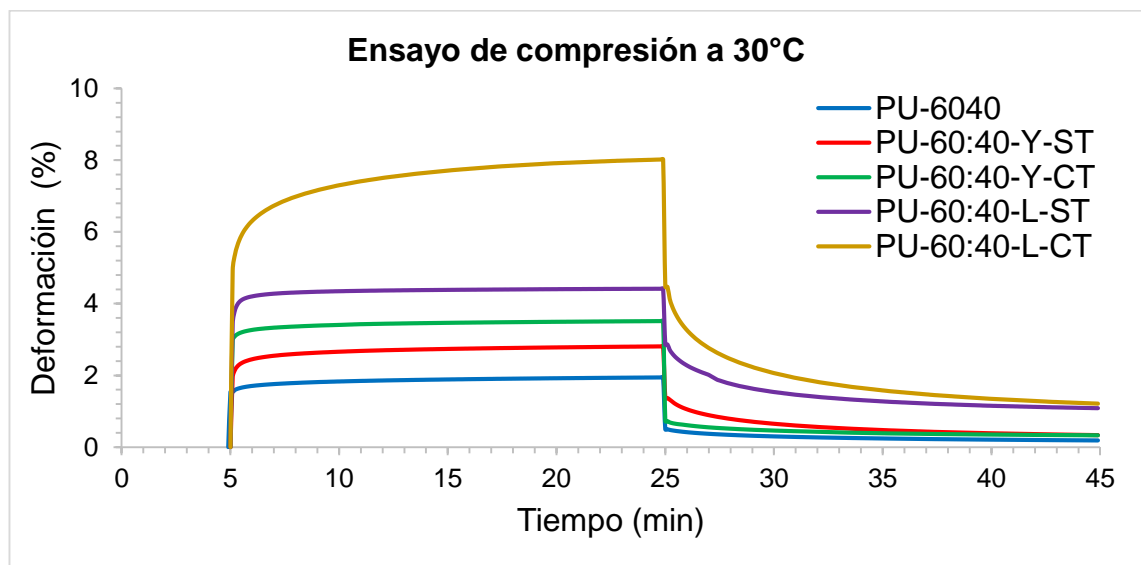


Fuente: [30]

La curva inicia con la deformación elástica instantánea del material ocasionada por la aplicación de la carga (σ) que origina el estiramiento de las cadenas poliméricas apartándolas de sus configuraciones más estables, en seguida se presenta el **régimen primario o transitorio**, que por lo general la deformación aumenta con el tiempo de una forma no lineal. Así mismo, el régimen primario se caracteriza porque la velocidad de deformación disminuye uniformemente con el tiempo. El régimen primario presenta una característica peculiar: la deformación aumenta inicialmente con el tiempo, debido a la relajación de la red polimérica, asociado con la componente viscosa en el polímero, en cualquier caso, la aparición y características del régimen primario dependen de las fases en los composites. En el **régimen secundario o estacionario**, la deformación varía linealmente en el tiempo. Aquí, la velocidad de deformación es constante, y es el valor de la deformación que se utiliza para describir este régimen y, por extensión, el proceso de *creep* en general. **El régimen estacionario** surge como consecuencia del balance entre el cambio estructural asociado al mecanismo de deformación y la acomodación de tensiones o recuperación microestructural. Como en el régimen primario, las características del estacionario dependen del material y de las condiciones en las que tenga lugar la deformación. En múltiples ocasiones el flujo viscoso constituye un eficiente mecanismo de acomodación para el desplazamiento de las cadenas poliméricas. Eliminando la carga tiene lugar el proceso inverso, es decir, se presenta una recuperación del material o

deformación elástica; además, debido a que los materiales no son totalmente elásticos, sino por el contrario tienen una componente elástica y otra componente viscosa, los materiales no se recuperan completamente. En particular, la curva *creep* o de fluencia depende fundamentalmente de la temperatura y de la tensión aplicada, por ende el ensayo de compresión se realizó a las temperaturas de 30°C y 150°C.

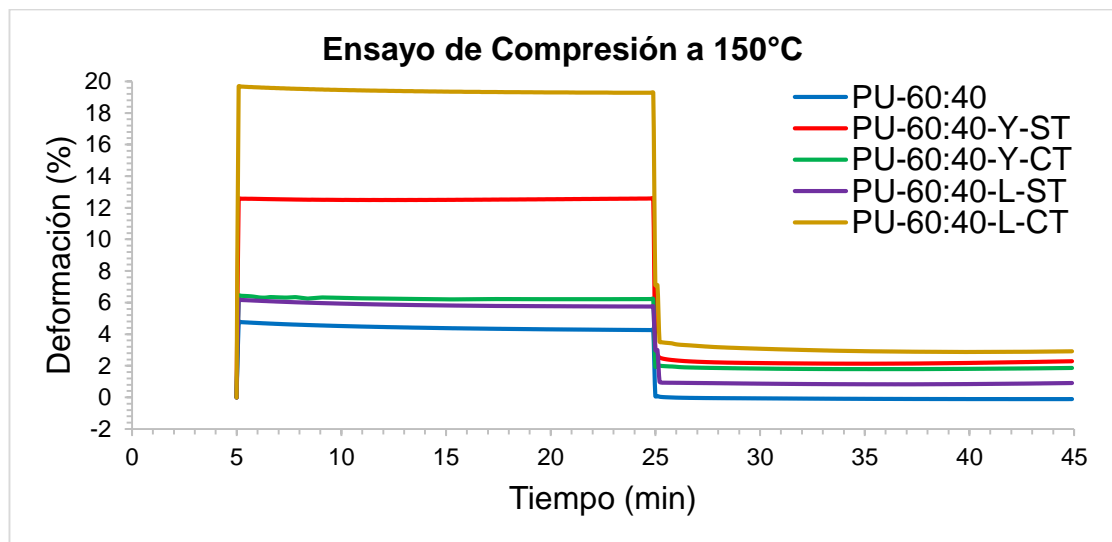
Figura 16. Ensayo de compresión a 30°C



La **Figura 16** representa las curvas de deformación y recuperación a la temperatura de 30°C, donde al inicio del ensayo, la deformación transitoria se presenta como una curva creciente hasta un valor casi constante indicando un comportamiento viscoelástico de los materiales, se observa que los composites de lona y yute con previo tratamiento, experimentan mayor deformación que los composites con tejidos sin tratamiento, además, existe mayor grado de interacción entre las fases del material cuando los tejidos son tratados, lo cual se ve reflejado en una mayor capacidad de compresión, adicionalmente, se aprecia que la deformación de los composites con tejido de lona (algodón) es mayor comparados con los composites con tejidos de yute. Es importante señalar que, todos los composites presentan porcentajes de deformación superiores a la matriz de poliuretano, lo que evidencia efecto beneficioso de los refuerzos en los composites analizados sobre las propiedades mecánicas de los

mismos. En el instante que es retirada la carga los materiales tienden a recuperarse (deformación elástica), igual que deformarse permanentemente (deformación plástica), los composites con yute presentan mayor porcentaje de deformación elástica y por consiguiente mayor recuperación en comparación con los composites con tejido de lona (algodón). Es preciso mencionar, que el tipo de tejido influye en las propiedades de recuperación en el material final. Los composites con lona presentan mayor deformación plástica en comparación a los composites con yute. Los composites con yute tratado y composite con yute sin tratamiento establecen aproximadamente igual porcentaje de deformación elástica reportado al final del ensayo, además, mayor porcentaje de recuperación en comparación a los composites con lona. Igualmente, la matriz de poliuretano reporta el mayor porcentaje de deformación elástica comparado con los composites. Los composites de lona con tejidos tratados y tejidos sin tratar, reportan aproximadamente igual valor deformación plástica y menor recuperación en comparación a los composites con yute.

Figura 17. Ensayo de compresión a 150°C



La **Figura 17** representa las curvas de deformación y recuperación de todos los materiales a la temperatura de 150°C. Es preciso mencionar que el aumento de temperatura de 30°C a 150°C, las deformaciones aumentan para todos los materiales de estudio en el mismo periodo de tiempo, debido al incremento de la

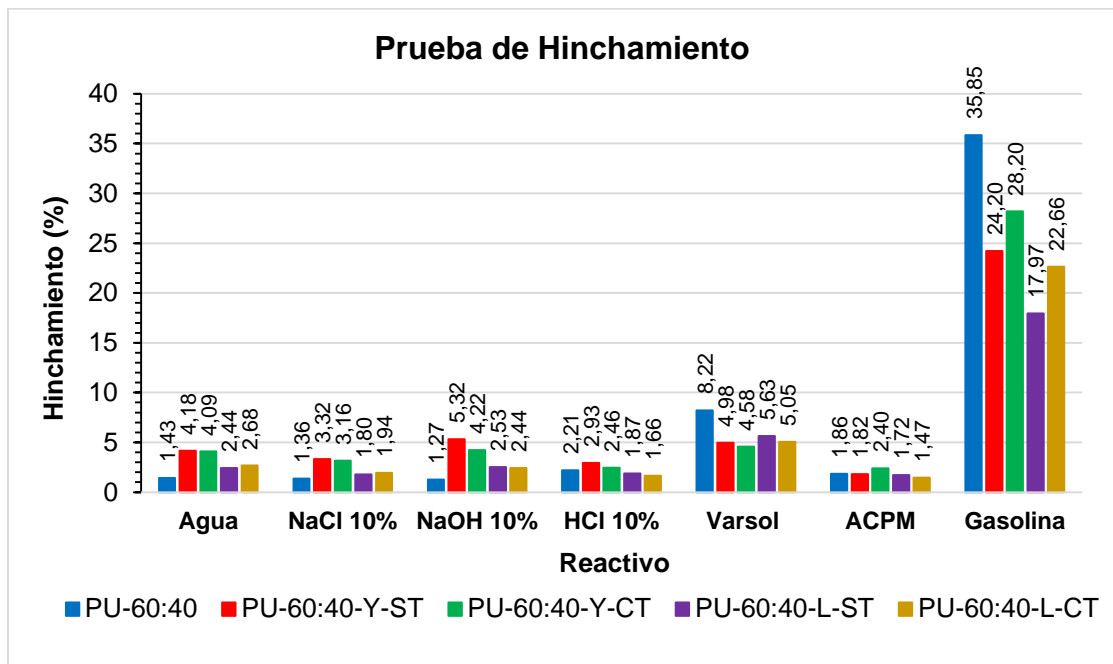
energía cinética de las moléculas que se traduce en mayor entrecruzamiento y movilidad de las cadenas poliméricas. La deformación transitoria se presenta al inicio del ensayo como una deformación acelerada que se estabiliza instantánea en un valor de deformación casi constante, esto indica un comportamiento elástico de los materiales. En la matriz de poliuretano se presenta el más bajo porcentaje de deformación comparado con los composites. Además, el valor negativo de recuperación de -0,11% para la matriz, indica la dilatación debido a la transferencia de calor; donde las cadenas poliméricas se apartan de su configuración más estable y aumentando la distancia entre ellas. En este sentido, cabe mencionar que los composites no presentan dilatación a la temperatura de estudio ya que los sistemas de refuerzo impiden la movilidad molecular, y evita que el material se expanda más allá de su volumen inicial. Por otro lado, los composites de yute y lona previamente tratados muestran mayor porcentaje de deformación en comparación a los tejidos sin tratamiento; sin embargo, éstos presentan menor porcentaje de recuperación elástica y por ende mayor deformación plástica. Los composites de lona adquieren mayor deformación plástica en comparación con los composites de yute ya que sus fibras aportan mayor flexibilidad al material final.

2.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA

2.2.1 Prueba de hinchamiento y ataque químico: La **Figura 18** resume y compara los resultados obtenidos de hinchamiento y ataque químico después de 7 días de inmersión para la matriz de poliuretano y composites, en presencia de diferentes sustancias químicas.

En la **Figura 18** se presentan los valores de hinchamiento en medio acuoso, donde la matriz de poliuretano absorbe menor porcentaje de agua destilada en comparación con todos los composites, sin embargo, los composites con lona retienen mayor contenido de agua, comparado con los composites de yute, es posible inferir que la adición de los tejidos de lona y yute como refuerzo, además, del tipo de tejido implementado influye en la cantidad de humedad absorbida.

Figura 18. Prueba de hinchamiento y ataque químico; prueba de absorción de agua



La prueba química muestra que todos los materiales puede ser expuesto en medios inorgánicos de soluciones alcalinas diluidas (NaOH 10%, NaCl 10%), ácidos diluidos (HCl 10 %). Además, se evidencia para de todos los materiales un alto porcentaje de hinchamiento a la gasolina y varsol. La baja capacidad de absorción de ACPM se da por las largas cadenas hidrocarbonadas que permean difícilmente la superficie de la matriz polimérica, impidiendo la difusión a través de las fibras, igualmente, no se ve afectado el aspecto visual de los materiales posterior al tiempo de exposición. Por su parte, la matriz de poliuretano evidencia un alto porcentaje de hinchamiento y mayor capacidad de absorción de gasolina y varsol, este comportamiento se debe a las cadenas carbonadas del material afines con las cadenas de los hidrocarburos alifáticos [38], que permean con mayor facilidad la superficie de los materiales. De igual manera, los composites expuestos en varsol, presentan hinchamiento por debajo de la matriz de poliuretano, es posible inferir que la implementación de tejidos como refuerzo, disminuye la absorción en este medio, reduciendo la difusión de la sustancia a través del material.

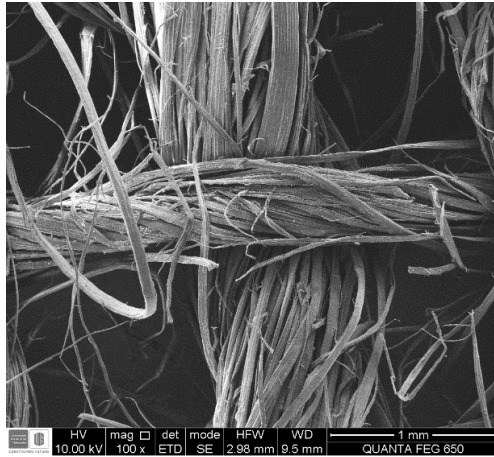
En los composites, aunque se reporta valores de hinchamiento de gasolina, los materiales presentan degradación al final del tiempo de exposición, debido a los bajos pesos moleculares, la sustancia química permea fácilmente la matriz de poliuretano, luego se difunde con facilidad en los tejidos de refuerzo dando como resultado la inutilización total de los materiales. En el **Anexo H** se presentan las fotografías de los composites finalizada la prueba.

Se observó que la resistencia química de los composites con fibras tratadas del mismo tejido, es levemente mayor en ambientes ácidos que a alcalinos; así mismo, concluido el tiempo de inmersión los composites de lona y yute con tejido tratados proporcionan mayor resistencia química a ambos ambientes respecto a las fibras sin tratar. Este comportamiento puede ser debido a una mejora en la adhesión de las fibras con la matriz y las fibras posterior al tratamiento, lo que lleva a un menor número de espacios libre y brechas más angostas en la región interfacial.

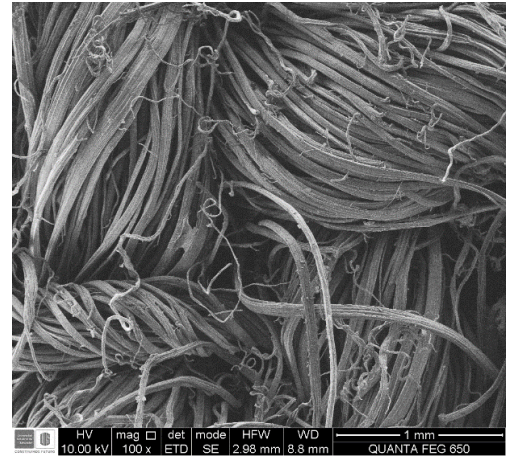
2.3 CARACTERIZACIÓN MICROGRÁFICA

La microscopía electrónica de barrido obtiene información micrográfica en los tejidos de lona (algodón) y yute sin aplicación del tratamiento y posterior al tratamiento; de las disposiciones que toman los haces de las fibras y las sustancias retiradas de la superficie de las mismas. Permite estudiar el comportamiento en la interface entre las fibras y la matriz de los composites elaborados.

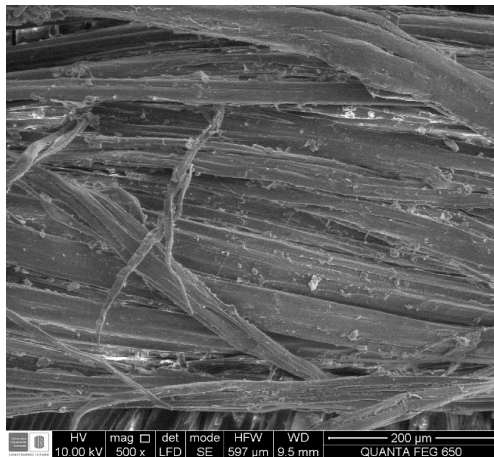
Figura 19. Micrografías de tejidos de Yute. **a)** Sin tratamiento a 1000 μm , **b)** Con tratamiento a 1000 μm , **c)** Sin tratamiento a 200 μm , **d)** Con tratamiento a 200 μm



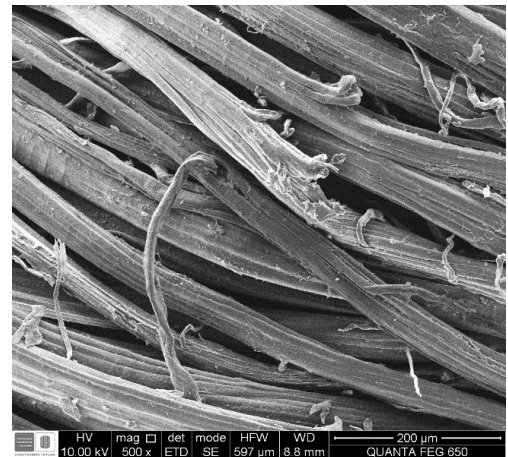
a)



b)



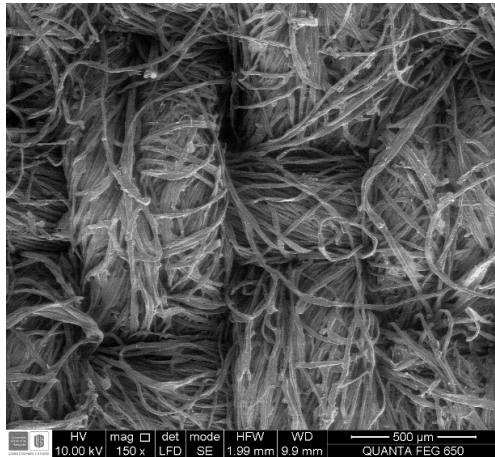
c)



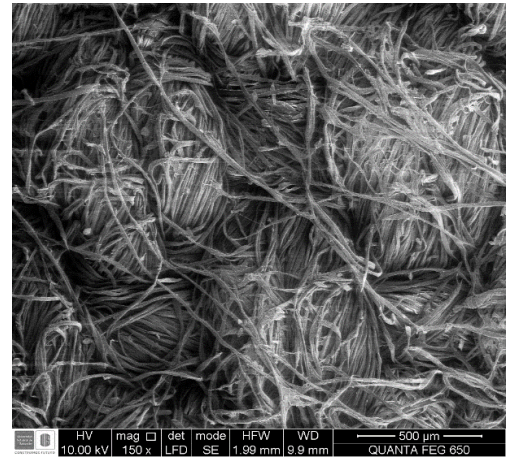
d)

La **Figura 19** muestra que el tratamiento en los tejidos de yute con NaOH en solución produjo rugosidad de la superficie, removiendo gran cantidad sustancias hidrófilas de hemicelulosa, lignina, pectina y limpia las microfibras de ceras, aceites naturales. Además, presenta una topología rugosa posterior al tratamiento, dejando expuesta la estructura celulósica y proporcionando una mayor área de superficie.

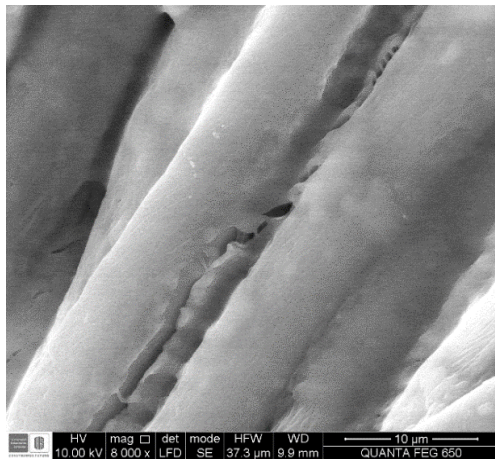
Figura 20. Micrografías de tejidos de Lona. **a)** Sin tratamiento a 500 μm , **b)** Con tratamiento a 500 μm , **c)** Sin tratamiento a 10 μm , **d)** Con tratamiento a 10 μm



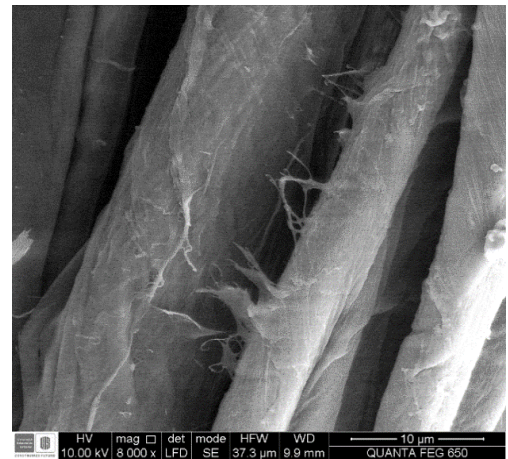
a)



b)



c)

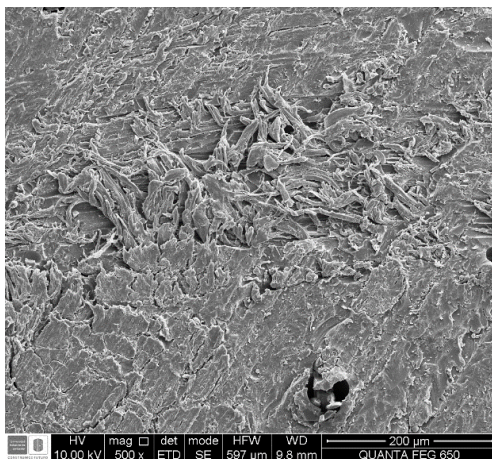


d)

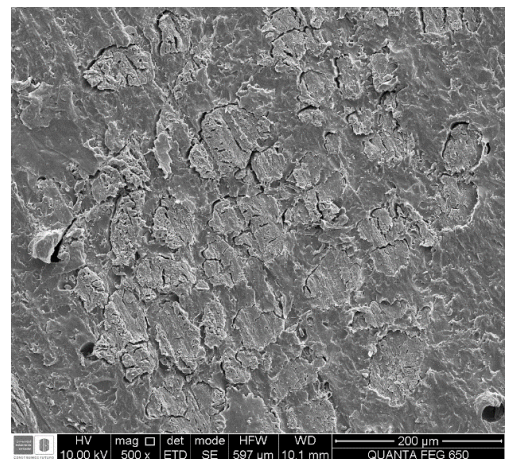
El tratamiento físico empleando lavado con agua destilada para los tejidos de lona, remueve de la superficie de las fibras gran cantidad de los recubrimientos industriales y ceras. La lona no tratada mostrada en la **Figura 20c** es lisa como resultado de ceras y recubrimientos. Sin embargo, la **Figura 20d** muestra que el tratamiento de las fibras elimina cantidades considerables de recubrimientos, ceras y otras impurezas, en consecuencia la superficie de las microfibras se vuelve más áspera.

En las **Figura 21** y **Figura 22** se muestran las micrografías en la interfase fibra-matriz para los diferentes composites.

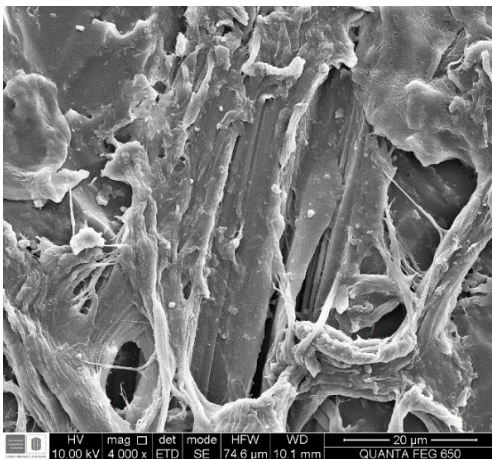
Figura 21. Micrografías de Composite de Yute. **a)** Sin tratamiento a 200 μm , **b)** Con tratamiento a 200 μm , **c)** Sin tratamiento a 20 μm , **d)** Con tratamiento a 20 μm



a)



b)



c)

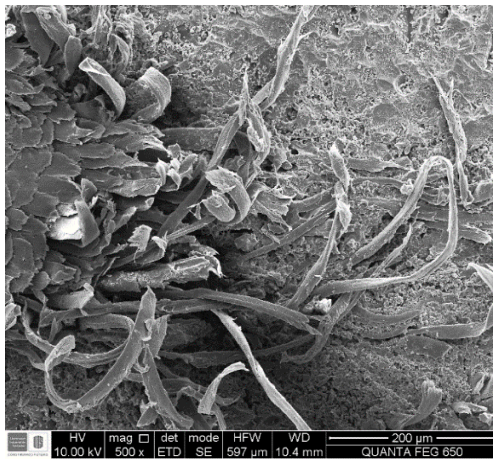


d)

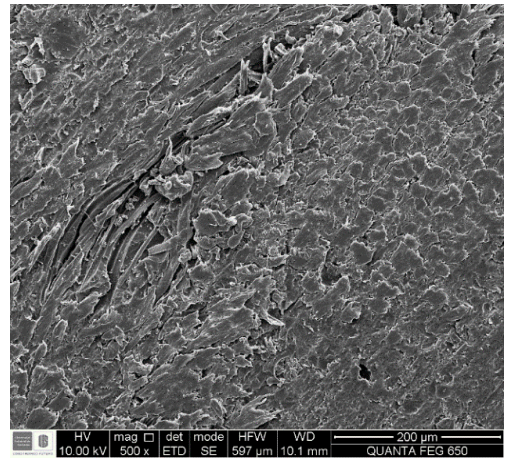
Es posible observar en la **Figura 21a** que las fibras de yute sin tratamiento se dispersan en direcciones aleatorias, sin presentar alto grado de difusión dentro de la matriz. Además, la **Figura 21c** muestra espacios libres en la interfase, representando baja adhesión de la matriz con las fibras de yute sin tratamiento. Las fibras de yute con tratamiento conforman estructuras celulósicas más

definidas y con mayor dispersión en la matriz de poliuretano (**Figura 21b**), de igual forma, es posible observar que la interfase (**Figura 21d**) se encuentran totalmente cubierta por la resina de poliuretano, por tal razón los composites de yute con tratamiento alcalino mejoran la unión interfacial proporcionando sitios adicionales para el enclavamiento mecánico, que resulta en una mejor humectación de la matriz en los huecos de las fibras.

Figura 22. Micrográficas de Composite de Lona. **a)** Sin tratamiento a 200 μm , **b)** Con tratamiento a 200 μm , **c)** Sin tratamiento a 20 μm , **d)** Con tratamiento a 20 μm



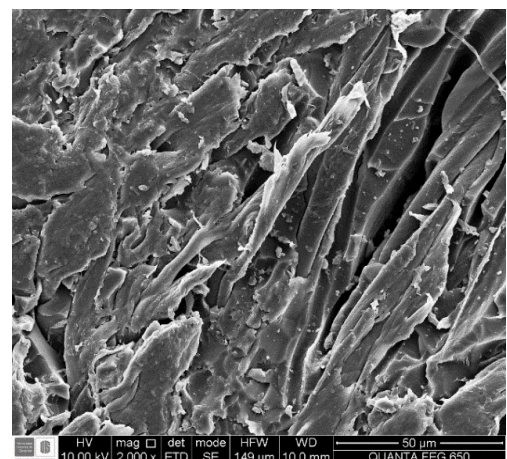
a)



b)



c)



d)

En las micrografías realizadas para composites a partir de tejidos de lona (algodón) mostradas en la **Figura 22**, es posible apreciar una distribución concentrada de las fibras celulósicas de los tejidos en la matriz. El composite reforzado con tejido de lona sin tratamiento evidencia un número de espacios entre las fibras y la matriz (**Figura 22c**), indicando una baja adhesión interfacial y humectación insuficiente de las fibras no tratadas. La baja adhesión se encuentra con más frecuencia en estas fibras que tienen una superficie lisa debido a recubrimientos industriales.

Por su parte, el composite reforzado con lona (algodón) con previo tratamiento, revela a nivel de interfase una mejor adhesión de las fibras con la matriz (**Figura 22b**). Las fibras tratadas se recubren uniformemente por capas de material polimérico que reducen considerablemente los huecos entre ellas (**Figura 22d**), conduciendo a un alto grado de adhesión mecánica debido a las formas irregulares de la superficie de las fibras, proporcionando mejor anclaje con la matriz polimérica.

3. CONCLUSIONES

Se desarrollaron composites de poliuretano, a partir de tejidos de yute y lona (algodón), sintetizados a partir de diisocianato comercial (MDI), aceite de ricino y glicerol.

Con base en los resultados obtenidos en este estudio, el uso de tejidos de yute y lona (algodón) como fase de refuerzo, incrementan las propiedades viscoelásticas comparado con la matriz de poliuretano.

La exposición de los composites en medios orgánicos de gasolina, ocasionan la desintegración e inutilización de los materiales, debido a que esta sustancia penetra fácilmente la matriz y posteriormente se difunde en los tejidos de refuerzo.

De acuerdo a los resultados obtenidos en la microscopía electrónica de barrido (SEM), se comprobó la adhesión mecánica de los composites relacionada con la propagación de las fibras en la matriz polimérica.

4. RECOMENDACIONES

Realizar estudios con otros tipos de tejidos lignocelulósicos como sistemas de refuerzo en matrices poliméricas a partir de aceite de ricino, glicerol puro y diisocianato (MDI).

Realizar investigaciones que involucren la caracterización mecánica y viscoelástica de los composites elaborados, variando las relaciones molares de polioles.

Realizar ensayos de DMA para las mismas muestras de composites a distintas frecuencias y velocidades de calentamiento con el objetivo de obtener curvas de las cuales se puedan calcular valores de transición vítrea.

Evaluar los composites para aplicaciones específicas que incluyan la elaboración de sellos hidráulicos y piezas de construcción.

Comprobar la adhesión química de las fibras de yute y lona (algodón) con la matriz de poliuretano.

REFERENCIAS

- [1] **FERNÁNDEZ VILLEGAS, Irene.** *Análisis del Proceso de soldadura por resistencia en materiales compuestos de matriz termoplástica de interés aeronáutico. Tesis Doctoral Doctor Ingeniero Aeronáutico.* Madrid: Universidad Politécnica de Madrid. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Aeronáuticos. Departamento de Infraestructuras, Sistemas Aeroespaciales y Aeropuertos, 2004, p 200.
- [2] **FARUK, Omar, et al.,** *Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010.* En: ELSEVIER, Noviembre de 2012 Vol. 37, no. 11, p 1552-1596.
- [3] **WALLERNBERGER, F.** *Natural Fibers, Plastic and Composites.* Kluwer Academic Publishers Group, 2004, 3-4 p.
- [4] **OLIVARES M. Santiago, et al.** *Los Composites: Características y aplicaciones en la edificación.* En: Informes de la construcción, Marzo-Abril de 2003 Vol. 54, no 484, p 45-62.
- [5] **CUÉLLAR, Mónica y RIVAS, Ana.** *El uso del aceite de palma en la producción de poliuretanos.* En: Revista palmas, 2004, p. 422-425.
- [6] **PROAÑO Andres, et al.** *Desarrollo de un material compuesto de matriz de Poliuretano rígido reforzado con fibra de Raquis de palma Africana.* En: Revista Politécnica, Septiembre de 2015 Vol. 36, no 2, 7 p.
- [7] **R.V. Silvia, et al.** *Fracture toughness of natural fibers/castor oil polyurethane composites.* En: ELSEVIER, Agosto de 2006 Vol. 66, no 10, p 345-351.
- [8] **IONESCU, M.** *Chemistry and technology of poyols for polyurethanes.* Shrewsbury, United Kingdom: Rapra Technology, 2005. 586 p.

[9] ESPAÑA. ASOCIACIÓN TÉCNICA DEL POLIURETANO APLICADO. Libro blanco del poliuretano proyectado para aislamiento térmico, acústico e impermeabilización, conforme al CTE. 2 edición. Madrid, Julio de 2009. 96 p.

[10] WILEY, John. *Encyclopedia of polymer science and technology*. Vol. 1, 1964; p 586-607.

[11] YEGANEH Hamid, et al. *Preparation and properties of novel biodegradable polyurethane networks based on castor oil and poly(ethylene glycol)*. En: ELSEVIER, Mayo de 2007 Vol 92, no 3, p 480-489.

[12] GIL PILONIETA Angélica, et al. *Poliuretanos degradables a partir de aceite de higuera*. En: *Scientia et Technica Año XIII, Septiembre de 2007, no 36, 6 p.*

[13] DÍAZ Édgar, et al. *Estudio de las variables de síntesis de poliuretano a partir de aceite de ricino y glicerol*. Trabajo de grado Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, 2014. 62 p.

[14] RODRIGUEZ Lady. *Elaboración de un material biocompuesto a partir de la fibra de plátano*. Trabajo de grado. Msc. Ingeniería Industrial. Manizales: Universidad Nacional de Colombia, 2014. 105 p.

[15] AMIGÓ Vicente, et al. *Aprovechamiento de residuos de fibras naturales como elementos de refuerzo de materiales poliméricos*. En: Quinto congreso internacional de fibras naturales. Noviembre de 2008. 10 p.

[16] M. Jawaid, et al. *Effect of jute fibre loading on tensile and dynamic mechanical properties of oil palm epoxy composites*. En: ELSEVIER, Febrero de 2013, Vol 45, no 1, p 619-624.

[17] F.C. Campbell. *Structural Composite Materials*. First printing. St. Louis, Missouri: ASM International, 2010, p. 1-29.

- [18] **HIDALGO-SALAZAR Miguel, et al.** *The effect of interfacial adhesion on the creep behaviour of LDPE-Al-Fique composite materials.* En: ELSEVIER, Junio de 2013 Vol. 55, p 345-351.
- [19] **TORRÓ, Rosana.** *Desarrollo y caracterización de Biocomposites Enfibrados Procedentes de recursos Renovables.* Tesis Doctoral. Valencia: Universidad Politécnica de Valencia. 2010, 333 p.
- [20] **HUU NAM. Tran, et al.** *Mechanical and thermal properties and water absorption of jute fiber reinforced poly (butylene succinate) biodegradable composites,* En: Taylor&Francis: Junio de 2012 Vol. 21, no 3. p 241-258.
- [21] **R. Vilma, K. et al.** *Comparisional Study of Succinylation and Phthalicylation of Jute Fibres: Study of Mechanical Properties of Modified Fibre Reinforced Epoxy Composites,* En: ELSEVIER, Julio de 2015 Vol. 2 no 4-5, p 2918-2927.
- [22] **Y. Karaduman, et al.** *Viscoelastic properties of surface modified jute fiber/polypropylene nonwoven composites.* En: ELSEVIER, Diciembre de 2014 Vol. 67, p 111-118.
- [23] **COMITÉ CONSULTIVO INTERNACIONAL DE ALGODÓN.** *Algodón: Revista de la Situación Mundial,* Junio de 2012 Vol. 65, no 5, p 1-4.
- [24] **F. Martí, et al.** *Comportamiento mecánico con Composites de PP/Yute.* En: Materiales compuestos 05, Junio de 2005 Vol. 5, p 179-186.
- [25] **GÓMEZ, José.** *Diseño de un material compuesto con fibra natural para sustituir la utilización de la fibra de vidrio.* Trabajo de grado Ingeniero de Diseño de Producto. Medellín: Universidad EAFIT, 2009. 67 p.

[26] SAHA, Prosenjt, et al. *Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment*. En: ELSEVIER, Mayo de 2010 Vol. 101, no. 9, p 3182-3187.

[27] EL-SHEKEIL, Yousuf., et al. *Influence of chemical treatment on the tensile properties of kenaf fiber reinforced thermoplastics polyurethane composite*. En: *eXPRESS Polymer Letters*, Agosto de 2012 Vol. 6, no. 12, p 1032-1040.

[28] PONTÓN, P y GUERRERO, V. *Obtención de Materiales Compuestos de Matriz Poliéster reforzados con Fibras de Abacá mediante Esterificación manual*. En: *Revista Tecnológica ESPOL-RTE*, Diciembre de 2010 Vol. 23, no. 3, p 47-54.

[29] BLANCO, Yeisson y PARRA, María Alejandra., *Caracterización mecánica y viscoelástica de Poliuretano sintetizado a partir de Aceite de Ricino y MDI Polimérico mediante análisis mecánico diferencial*. Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2015. 73 p.

[30] TA INSTRUMENTS. *Getting Started Guide*. New Castle, 2007. 74 p.

[31] GÓMEZ GARCÍA, Camelo. *Caracterización térmica y mecánica de polibutilentereftalato (PBT) reforzado con fibra de vidrio*. Tesis de doctorado. Cartagena: Universidad Politécnica de Cartagena, 2012. 111 p.

[32] ASTM, International. *Standard Test Method for Deflection Temperature of Plastics Under Flexural Load in the Edgewise Position*. D648-07. United States of America. 2007. 14 p.

[33] BID WADUD, Sujana and ULLBRICH, Russel. *Using the DMA Q800 for ASTM International D 648. Deflection Temperature Under Load*. TA Instruments.

[34] **ASTM, International.** *Standard Test Method for Compressibility and Recovery of Gasket Materials.* F36-15. United States of America. 2015. 4 p.

[35] **ASTM, International.** *Standard Test Method for Water Absorption of Plastics.* D570-98. United States of America. 2010. 4 p.

[36] **ASTM, International.** *Standard Practices for Evaluating the Resistance of Plastics to Chemical Reagents.* D543-14. United States of America. 2014. 7 p.

[37] **U. M. Casado, N. E. Marcovich, M. I. Arangueren, M. A. Mosiewicki.** *Compuestos basados en fibras vegetales y poliuretanos derivados de aceite de Tung.* En: Congreso SAM/CONAMET, Septiembre de 2007. p 1235-1239.

[38] **GARCÍA, Aron. MACHADO, Leonardo.** *Evaluación del comportamiento físico-mecánico de un poliuretano reforzado, producido a partir de aceite de ricino, y su competitividad técnica como material de aplicabilidad industrial.* Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2013. 83 p.

BIBLIOGRAFÍA

AMIGÓ Vicente, et al. *Aprovechamiento de residuos de fibras naturales como elementos de refuerzo de materiales poliméricos.* En: Quinto congreso internacional de fibras naturales. Noviembre de 2008. 10 p.

ASTM, International. *Standard Practices for Evaluating the Resistance of Plastics to Chemical Reagents.* D543-14. Unites States of America. 2014. 7 p.

ASTM, International. *Standard Test Method for Compressibility and Recovery of Gasket Materials.* F36-15. United States of America. 2015. 4 p.

ASTM, International. *Standard Test Method for Deflection Temperature of Plastics Under Flexural Load in the Edgewise Position.* D648-07. United Satetes of America. 2007. 14 p.

ASTM, International. *Standard Test Method for Water Absorption of Plastics.* D570-98. United States of America. 2010. 4 p.

BID WADUD, Sujan and ULLBRICH, Russel. *Using the DMA Q800 for ASTM International D 648. Deflection Temperature Under Load.* TA Instruments.

BLANCO, Yeisson y PARRA, María Alejandra., *Caracterización mecánica y viscoelástica de Poliuretano sintetizado a partir de Aceite de Ricino y MDI Polimérico mediante análisis mecánico diferencial.* Trabajo de grado Ingeniero Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2015. 73 p.

COMITÉ CONSULTIVO INTERNACIONAL DE ALGODÓN. *Algodón: Revista de la Situación Mundial,* Junio de 2012 Vol. 65, no 5, p 1-4.

CUÉLLAR, Mónica y RIVAS, Ana. *El uso del aceite de palma en la producción de poliuretanos.* En: Revista palmas, 2004, p. 422-425.

DÍAZ Édgar, et al. *Estudio de las variables de síntesis de poliuretano a partir de aceite de ricino y glicerol*. Trabajo de grado Ingeniería Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, 2014. 62 p.

EL-SHEKEIL Yousuf, et al. *Influence of chemical treatment on the tensile properties of kenaf fiber reinforced thermoplastics polyurethane composite*. En: *eXPRESS Polymer Letters*, Agosto de 2012 Vol. 6, no. 12, p 1032-1040.

ESPAÑA. ASOCIACIÓN TÉCNICA DEL POLIURETANO APLICADO. Libro blanco del poliuretano proyectado para aislamiento térmico, acústico e impermeabilización, conforme al CTE. 2 edición. Madrid, Julio de 2009. 96 p.

F. Martí, et al. *Comportamiento mecánico con Composites de PP/Yute*. En: *Materiales compuestos 05*, Junio de 2005 Vol. 5, p 179-186.

F.C. Campbell. *Structural Composite Materials*. First printing. St. Louis, Missouri: ASM International, 2010, p. 1-29.

FARUK, Omar, et al., *Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010*. En: *ELSEVIER*, Noviembre de 2012 Vol. 37, no. 11, p 1552-1596.

FERNÁNDEZ VILLEGAS, Irene. *Análisis del Proceso de soldadura por resistencia en materiales compuestos de matriz termoplástica de interés aeronáutico. Tesis Doctoral Doctor Ingeniero Aeronáutico*. Madrid: Universidad Politécnica de Madrid. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Aeronáuticos. Departamento de Infraestructuras, Sistemas Aeroespaciales y Aeropuertos, 2004, p 200.

GARCÍA, Aron. MACHADO, Leonardo. *Evaluación del comportamiento físico-mecánico de un poliuretano reforzado, producido a partir de aceite de ricino, y su competitividad técnica como material de aplicabilidad industrial*. Trabajo de

grado Ingeniero Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. 2013. 83 p.

GIL PILONIETA Angélica, et al. *Poliuretanos degradables a partir de aceite de higuera.* En: *Scientia et Technica Año XIII, Septiembre de 2007, no 36, 6 p.*

GÓMEZ GARCÍA, Camelo. *Caracterización térmica y mecánica de polibutilentereftalato (PBT) reforzado con fibra de vidrio.* Tesis de doctorado. Cartagena: Universidad Politécnica de Cartagena, 2012. 111 p.

GÓMEZ, José. *Diseño de un material compuesto con fibra natural para sustituir la utilización de la fibra de vidrio.* Trabajo de grado Ingeniero de Diseño de Producto. Medellín: Universidad EAFIT, 2009. 67 p.

HIDALGO-SALAZAR Miguel, et al. *The effect of interfacial adhesion on the creep behaviour of LDPE-Al-Fique composite materials.* En: ELSEVIER, Junio de 2013 Vol. 55, p 345-351.

HUU NAM. Tran, et al. *Mechanical and thermal properties and water absorption of jute fiber reinforced poly (butylene succinate) biodegradable composites,* En: Taylor&Francis: Junio de 2012 Vol. 21, no 3, p 241-258.

IONESCU, M. *Chemistry and technology of polyols for polyurethanes.* Shrewsbury, United Kingdom: Rapra Technology, 2005. 586 p.

M. Jawaid, et al. *Effect of jute fibre loading on tensile and dynamic mechanical properties of oil palm epoxy composites.* En: ELSEVIER, Febrero de 2013, Vol 45, no 1, p 619-624.

OLIVARES M. Santiago, et al. *Los Composites: Características y aplicaciones en la edificación.* En: Informes de la construcción, Marzo-Abril de 2003 Vol. 54, no 484, p 45-62.

PONTÓN, P y GUERRERO, V. *Obtención de Materiales Compuestos de Matriz Poliéster reforzados con Fibras de Abacá mediante Esterificación manual.* En: Revista Tecnológica ESPOL-RTE, Diciembre de 2010 Vol. 23, no. 3, p 47-54.

PROAÑO Andres, et al. *Desarrollo de un material compuesto de matriz de Poliuretano rígido reforzado con fibra de Raquis de palma Africana.* En: Revista Politécnica, Septiembre de 2015 Vol. 36, no 2, 7 p.

R. Vilma, K. et al. *Comparisional Study of Succinylation and Phthalicylation of Jute Fibres: Study of Mechanical Properties of Modified Fibre Reinforced Epoxy Composites,* En: ELSEVIER, Julio de 2015 Vol. 2 no 4-5, p 2918-2927.

R.V. Silvia, et al. *Fracture toughness of natural fibers/castor oil polyurethane composites.* En: ELSEVIER, Agosto de 2006 Vol. 66, no 10, p 345-351.

RODRIGUEZ Lady. *Elaboración de un material biocompuesto a partir de la fibra de plátano.* Trabajo de grado. Msc. Ingeniería Industrial. Manizales: Universidad Nacional de Colombia, 2014. 105 p.

SAHA, Prosenjt, et al. *Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment.* En: ELSEVIER, Mayo de 2010 Vol. 101, no. 9, p 3182-3187.

TORRÓ, Rosana. *Desarrollo y caracterización de Biocomposites Enfibrados Procedentes de recursos Renovables.* Tesis Doctoral. Valencia: Universidad Politécnica de Valencia. 2010, 333 p.

U. M. Casado, N. E. Marcovich, M. I. Arangueren, M. A. Mosiewicki. *Compuestos basados en fibras vegetales y poliuretanos derivados de aceite de Tung.* En: Congreso SAM/CONAMET, Septiembre de 2007. p 1235-1239.

WALLERNBERGER, F. *Natural Fibers, Plastic and Composites.* Kluwer Academic Publishers Group, 2004, 3-4 p.

WILEY, John. *Encyclopedia of polymer science and technology*. Vol. 1, 1964; p 586-607.

Y. Karaduman, et al. *Viscoelastic properties of surface modified jute fiber/polypropylene nonwoven composites*. En: ELSEVIER, Diciembre de 2014 Vol. 67, p 111-118.

YEGANEH Hamid, et al. *Preparation and properties of novel biodegradable polyurethane networks based on castor oil and poly(ethylene glycol)*. En: ELSEVIER, Mayo de 2007 Vol 92, no 3, p 480-489.

ANEXOS

Anexo A. Registro fotográfico de los tejidos empleados como refuerzo, matriz de poliuretano y composites elaborados.

Figura 23. Tejidos empleados como refuerzo. **a)** Yute sin tratamiento, **b)** Yute con tratamiento, **c)** Lona sin tratamiento, **d)** Lona con tratamiento



a)



b)

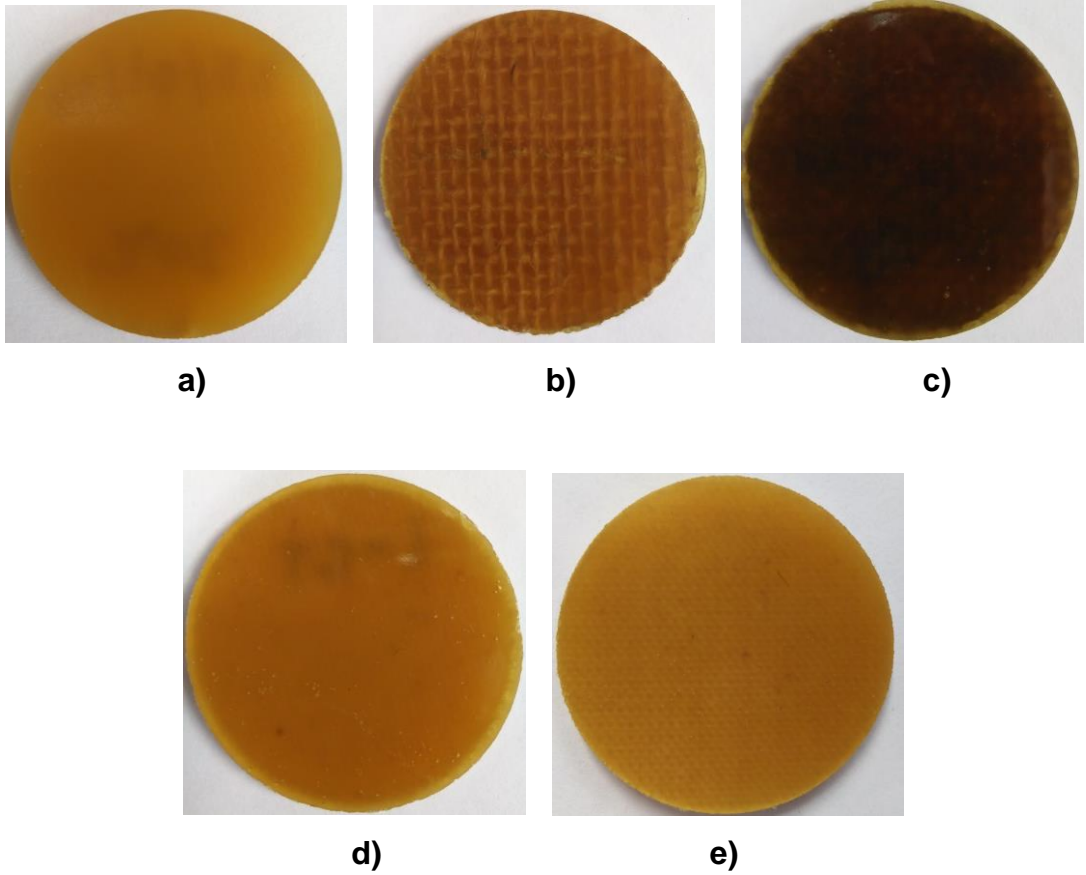


c)



d)

Figura 24. Materiales sintetizados. **a)** Matriz de poliuretano, **b)** Composite con Yute sin tratamiento, **c)** Composite con Yute con tratamiento, **d)** Composite con Lona sin tratamiento, **e)** Composite con Lona con tratamiento



Anexo B. Resultados de análisis estadístico ANOVA y espectroscopia Infrarroja en tejidos de Yute y Lona.

Figura 25. Resultado análisis estadístico ANOVA para tejidos de Yute

Response	1	% Pérdida de peso				
ANOVA for selected factorial model						
Analysis of variance table [Partial sum of squares - Type III]						
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F	
Model	414.54	7	59.22	4.51	0.0253	significant
<i>A-Concentración</i>	50.35	1	50.35	3.83	0.0859	
<i>B-Temperatura</i>	205.36	1	205.36	15.64	0.0042	
<i>C-Tiempo</i>	79.47	1	79.47	6.05	0.0393	
AB	9.06	1	9.06	0.69	0.4303	
AC	25.58	1	25.58	1.95	0.2004	
BC	18.35	1	18.35	1.40	0.2711	
ABC	26.37	1	26.37	2.01	0.1942	
Pure Error	105.06	8	13.13			
Cor Total	519.60	15				

The Model F-value of 4.51 implies the model is significant. There is only a 2.53% chance that an F-value this large could occur due to noise.

Values of "Prob > F" less than 0.0500 indicate model terms are significant. In this case B, C are significant model terms.

Values greater than 0.1000 indicate the model terms are not significant. If there are many insignificant model terms (not counting those required to support hierarchy), model reduction may improve your model.

Figura 26. Resultado análisis estadístico ANOVA para tejidos de Lona

Use your mouse to right click on individual cells for definitions.

Response 1 % Pérdida de peso

ANOVA for selected factorial model

Analysis of variance table [Partial sum of squares - Type III]

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F	
Model	61.33	7	8.76	5.31	0.0158	significant
A-Concentración	0.20	1	0.20	0.12	0.7356	
B-Temperatura	52.72	1	52.72	31.96	0.0005	
C-Tiempo	3.16	1	3.16	1.91	0.2038	
AB	1.19	1	1.19	0.72	0.4211	
AC	0.19	1	0.19	0.11	0.7446	
BC	2.63	1	2.63	1.60	0.2422	
ABC	1.25	1	1.25	0.76	0.4101	
Pure Error	13.19	8	1.65			
Cor Total	74.52	15				

The Model F-value of 5.31 implies the model is significant. There is only a 1.58% chance that an F-value this large could occur due to noise.

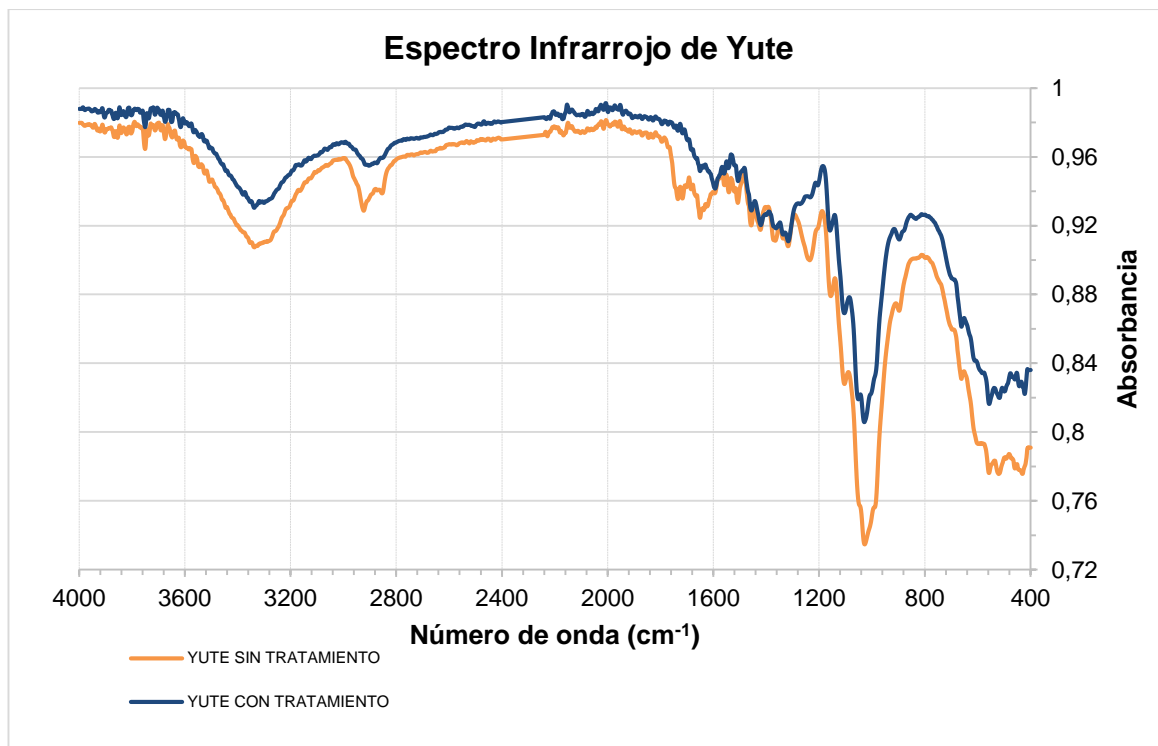
Values of "Prob > F" less than 0.0500 indicate model terms are significant. In this case B is a significant model term.

Values greater than 0.1000 indicate the model terms are not significant. If there are many insignificant model terms (not counting those required to support hierarchy), model reduction may improve your model.

Espectroscopía Infrarroja en tejidos de Yute.

Mediante el análisis estadístico ANOVA y apoyado en la Espectroscopia Infrarroja por transformada de Fourier (**Figura 27**), se determinó que el tratamiento alcalino aumenta la cantidad de celulosa amorfa, eliminando los enlaces hidrógeno en la estructura de la red celulósica; elimina gran cantidad de material hidrófilo como lignina, hemicelulosa además de impurezas (ceras y grasas) de tal modo que se produce una morfología rugosa y mayor área superficial.

Figura 27. Espectro infrarrojo de Yute



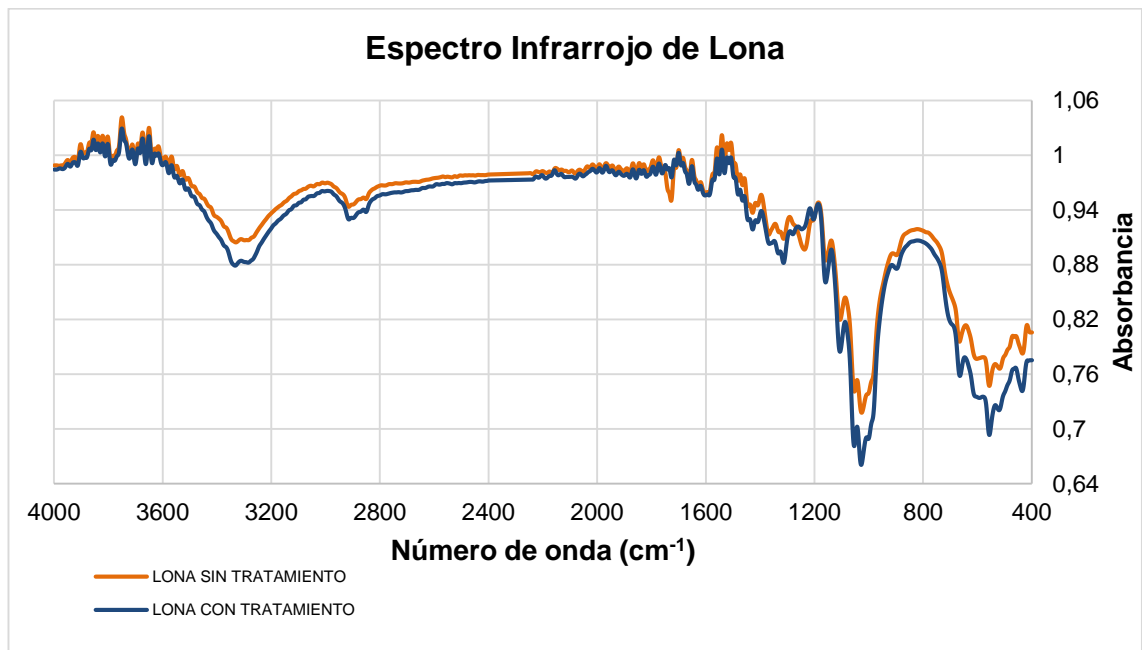
Los tejidos de yute no tratados y tratados se analizaron en el espectrofotómetro infrarrojo bunker, los espectros indican que el pico ancho de absorbancia en el rango de 3.200 hasta 3.600 cm^{-1} representa el estiramiento de O-H en la red de enlace de hidrógeno, que se vuelve menos intenso tras el tratamiento alcalino. Dicha disminución se debe a la ruptura de enlaces de hidrógeno entre los grupos O-H de moléculas de celulosa y hemicelulosa.

Un debilitamiento similar en la intensidad de los picos de absorbancia a 2.922 cm^{-1} , que representa la vibración de estiramiento C-H de los grupos metilo y metileno en celulosa y hemicelulosa y 1734 cm^{-1} para el estiramiento de los enlaces C=O en ácido carboxílico y componentes de éster de hemicelulosa, muestra la eliminación de las moléculas de hemicelulosa tras el tratamiento. Las bandas de absorbancia de 1366 cm^{-1} a 1457 cm^{-1} asignados a $-\text{CH}_3$ en deformaciones simétricos y asimétricos de C-H de la lignina también se debilitan debido al tratamiento indicando la eliminación de lignina.

El pico a 1235 cm^{-1} correspondientes a C-O que se extiende en los grupos acetilo en hemicelulosa, también se debilitó después del tratamiento que indica

la eliminación de hemicelulosa. Así mismo, se registran reducciones en la vibración a 1027 cm^{-1} relacionadas con la lignina. En cuanto a la celulosa, algunas alteraciones se aprecian en las regiones cercanas a 681 cm^{-1} , que están relacionadas con el anillo de glucosa. Todo lo anterior indica que efectivamente la condición de tratamiento empleada introduce variaciones sobre la composición química de las fibras en los tejidos de yute.

Figura 28. Espectro infrarrojo de Lona



Anexo C. Propiedades fisicoquímicas de los reactivos empleados.

Tabla 3. Propiedades físico-químicas de Hidróxido de Sodio (NaOH).

Hidróxido de Sodio (Merck Millipore)	
Análisis (acidimetric, NaOH)	≥ 99,9%
Densidad (Kg/m ³)	2130 Kg/m ³
Punto de fusión (°C)	319 - 322
Valor de pH (a 20°C, 100 g/l, H ₂ O)	> 14
Solubilidad (a 20°C, g/l)	1090

Tabla 4. Propiedades físico-químicas de Aceite de Ricino.

Aceite de Ricino (Laboratorio León) Grado USP	
Índice de Hidroxilo (mg KOH/g aceite)	160
Índice de Acidez (mg KOH/g aceite)	2,33
Densidad (Kg/m ³)	968
Punto de inflamación (°C)	255 - 300
Solubilidad en agua	Insoluble

Tabla 5. Propiedades físico-químicas de Glicerol.

Glicerol grado USP (Varela y Químicos Asociados)	
Concentración (% vol.)	85
Índice de hidroxilo	1800
Densidad (25 °C, Kg/ m ³)	1081,1

Tabla 6. Propiedades físico-químicas de MDI Diisocianato.

Rubinate 5005 MDI (Laboratorio HUNSTMAN)	
Funcionalidad aprox.	2,7
Peso equivalente	133
Contenido NCO	30,2-31,5
Peso molecular promedio (g/mol)	340
Acidez (ppm HCl)	50-250
Viscosidad (a 25°C, cPs)	170 - 250
Gravedad Específica (25 °C)	1,23
Punto de Inflamación (°C)	218
Presión de vapor (a 25°C mmHg)	1x10 ⁻⁴

Anexo D. Protocolo de síntesis.

Protocolo de síntesis.

1. Pretratamiento de reactivos: Rotoevaporar aceite de ricino y glicerol, a 80°C, presión de vacío de 80 mmbar durante 50 minutos.
2. Cálculos volumétricos para relaciones molares $OH_{Aceite}:OH_{Glicerol}$ de **60:40** y MDI. (**Anexo**)
3. Acondicionamiento de polioles: En un reactor de 200 ml se adicionan las cantidades volumétricas de Aceite de Ricino y Glicerol. Se lleva a cabo el calentamiento durante 30 minutos a 50 °C con agitación magnética de 550 rpm y presión de vacío de 650 mm Hg, con el propósito de eliminar la posible humedad presente en los reactivos y evitar imperfecciones en los materiales sintetizados.
4. Reacción: Finalizado el tiempo de acondicionamiento de polioles, se adiciona la cantidad volumétrica de MDI en el reactor dando inicio a la reacción y formación de grupos uretano. La reacción se lleva a cabo durante 2 minutos a 50 °C con agitación magnética de 550 rpm y presión de vacío de 25 in de Hg.
5. Fin de reacción: Posterior al tiempo de reacción se suspende el sistema de vacío y retiro de reactor del baño de aceite.
6. Vaciado en molde: Seguidamente al desmontaje del reactor, se vierte el Poliuretano en molde de silicona. Se adiciona el tejido de Lona o Yute con o sin tratamiento y si es el caso únicamente la matriz polimérica.
7. Curado: El curado del material sintetizado se realiza a temperatura ambiente (23 ± 2 °C) durante 4 horas.
8. Post-curado: El tiempo de post-curado correspondió a 10 días.

Anexo E. Cálculo de las Cantidades Estequiométricas de Polioliol y MDI.

Cálculo de la relación estequiométrica NCO/OH:

$$\frac{NCO}{OH} = \frac{\text{moles de NCO}}{\text{moles de OH}}$$

Cálculo de la cantidad de moles de OH:

$$\text{moles de OH} = \frac{g \text{ de polioliol} * 1H \left(\frac{mg \text{ de KOH}}{g \text{ de polioliol}} \right)}{1000 * \left(\frac{56,1 g \text{ de KOH}}{mol} \right)}$$

IH: Índice de hidroxilo del polioliol (160 mg KOH/aceite)

Cálculo de moles de NCO:

$$\text{moles de NCO} = \frac{g \text{ de isocianato} * \text{funcionalidad}}{\text{peso molecular de isocianato} \left(\frac{g}{mol} \right)}$$

Peso molecular del isocianato: 340 g/mol

Funcionalidad aproximada: 2,7

Anexo F. Nomenclatura utilizada para identificar los materiales sintetizados.

Figura 29. Nomenclatura utilizada para identificar la matriz polimérica

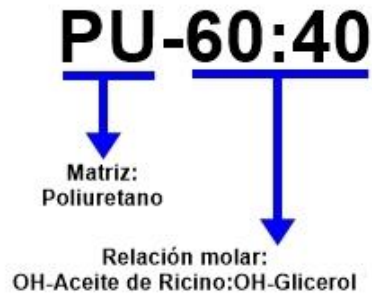


Figura 30. Nomenclatura utilizada para identificar composite con tejido de lona sin tratamiento

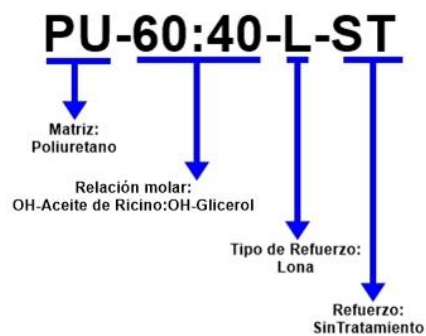


Figura 31. Nomenclatura utilizada para identificar composite con tejido de lona con tratamiento

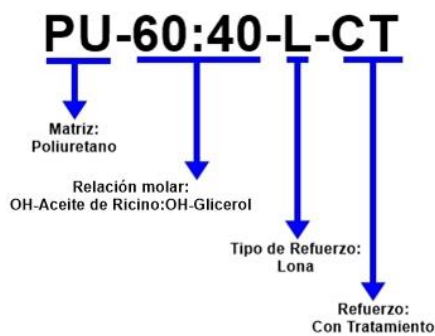


Figura 32. Nomenclatura utilizada para identificar composite con tejido de yute sin tratamiento

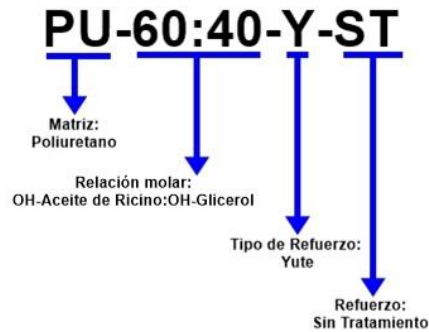
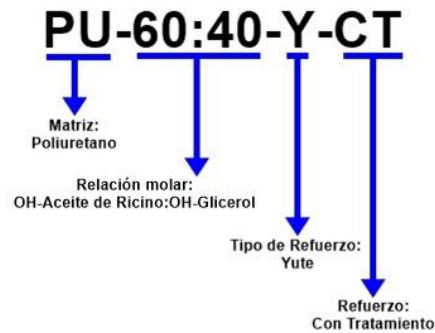


Figura 33. Nomenclatura utilizada para identificar composite con tejido de yute con tratamiento



Anexo G. Registro fotográfico de los composites posterior al tiempo de exposición en gasolina.

Figura 34. Composites posterior al tiempo de exposición en gasolina.
a) Refuerzo de Yute sin tratamiento, **b)** refuerzo de Yute con tratamiento, **c)** refuerzo de Lona sin tratamiento, **d)** refuerzo de Lona con tratamiento

