

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA SALESIANA
SEDE CUENCA

CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA

**“DESARROLLO EXPERIMENTAL DE BLENDS DE
POLIPROPILENO CON FIBRAS NATURALES
LIGNOCELULÓSICAS”**

Tesis previa a la obtención del
título de Ingeniero Mecánico

Autor:

Perugachi Colta Diego José

Director:

Ing. Luis Marcelo López López

Cuenca, Diciembre 2014

DEDICATORIA

Con gran cariño y orgullo dedico este trabajo a mi familia y a todas aquellas personas que estuvieron a mi lado y supieron inculcar en mí, valores y propósitos que permitieron la consecución de esta meta, en especial a:

 Mi madre, María Colta por su incesable lucha, por darme todo lo mejor a pesar de las adversidades, por sus consejos, su apoyo incondicional y en general por ser todo para mí.

 A mi esposa, Ely que ha estado a mi lado brindándome cariño, confianza y apoyo incondicional para seguir adelante y cumplir una etapa más de mi vida.

A mi hijo, Josué David que es el motivo y la razón que me ha llevado a seguir superándome día a día y alcanzar mis más apreciados ideales, quiero dejar en él un legado de enseñanza, que comprenda que cuando se quiere alcanzar algo en la vida, no hay tiempo ni obstáculo que lo impida LOGRAR.

Diego José.

AGRADECIMIENTO

A través de estas palabras quiero expresar mi más sincero agradecimiento a Dios por jamás abandonarme en el transcurso de mi vida y permitirme cumplir esta meta tan anhelada.

A mi madre por ser ejemplo de lucha y perseverancia, y mostrarme que todo es posible en la vida cuando uno se lo propone.

A mi hermano que a pesar de su corta edad me ha brindado muchas enseñanzas de vida.

Al esposo de mi madre por brindarme siempre su apoyo incondicional en los momentos más difíciles de esta etapa de mi vida.

A mis amigos y docentes por brindarme su apoyo incondicional para generar este proyecto.

Finalmente un agradecimiento especial al Ing. Luis López Director del presente proyecto tesis, quien con gran profesionalismo supo impartir sus conocimientos y consejos para la culminación del mismo.

DECLARATORIA

El trabajo de grado que presento, es original y basado en el proceso de investigación y/o adaptación tecnológica establecido en la Carrera de Ingeniería Mecánica de la Universidad Politécnica Salesiana. En tal virtud los conceptos técnicos, científicos y resultados realizados son de exclusiva responsabilidad del autor.

A través de la presente declaración cedo los derechos de propiedad intelectual correspondiente a este trabajo, a la Universidad Politécnica Salesiana, según lo establecido por la ley de propiedad intelectual, por su Reglamento y por la Normativa Institucional Vigente.



Perugachi Colta Diego José

CERTIFICADO

El presente proyecto de Tesis “Desarrollo experimental de blends de polipropileno con fibras naturales lignocelulósicas”, realizado por el estudiante: Perugachi Colta Diego José, fue dirigido por mi persona.



Ing. Luis Marcelo López López

RESUMEN

El estudio realiza una revisión bibliográfica de materiales compuestos de matriz polimérica reforzada con fibras naturales como el bambú, cabuya y aserrín que permite establecer parámetros de mezclas y evaluar el comportamiento del agente de acople MAPP entre las fibras naturales lignocelulósicas y la matriz de polipropileno.

La experimentación se realizó en un reómetro de torsión (plastografo) donde se controló los porcentajes de fibra y MAPP de manera que permita valorar el efecto del MAPP en el torque, temperatura y tiempo de degradación de la mezcla. En el estudio se aplica un cuadro estadístico que permite garantizar el número de ensayos y el efecto del porcentaje de MAPP en las diferentes variables de interés.

Palabras Clave: Fibras naturales lignocelulósicas, reómetro de torsión, compuestos, fibras, MAPP

ABSTRACT

The study makes a literature review of polymer matrix composites reinforced with natural fibers such as bamboo, sisal and sawdust that allow mixing parameters and evaluate the performance of MAPP coupling agent between the lignocellulosic natural fibers and polypropylene matrix.

Experimentation was carried out in a rheometer torque (plastografo), where the percentages of fiber and MAPP was controlled in such a way to assess the effect of the MAPP in the torque, temperature and time of degradation of the mixture. In the study of statistical table that guarantees the number of tests and the effect of the percentage of MAPP in the different variables of interest is applied.

Keywords: natural lignocellulosic fibers, torque rheometer, composites, fibers, MAPP

ÍNDICE

	Pág.
Índice de figuras	x
Índice de tablas	xii
Lista de siglas	xiv
1. Estado del arte cronológico de blends de polipropileno con fibras lignocelulósicas.	
1	
1.1 Introducción a las fibras naturales lignocelulósicas.....	1
1.2 Evolución de materiales compuestos reforzados con fibras lignocelulósicas	2
1.3 Descripción y características de las fibras lignocelulósicas	3
1.4 Composición química y estructura de las fibras lignocelulósicas	4
1.4.1 Celulosa	4
1.4.2 La hemicelulosa.....	5
1.4.3 La lignina.....	5
1.4.4 Estructura de fibras y fibrillas	6
1.5 Propiedades y ventajas de las fibras lignocelulósicas.....	8
1.5.1 Ventajas de las fibras lignocelulósicas	9
1.6 Principales fibras naturales utilizadas como refuerzo para materiales compuestos	
10	
1.6.1 Fibras blandas	11
1.6.2 Fibras de hoja	11

1.6.3	Fibras de semilla y de fruta.....	12
1.6.4	Pastos y juncos	13
1.6.5	Fibras de madera.....	13
1.7	Fibra de Bambú.....	14
1.7.1	Estructura.....	15
1.7.2	Aplicaciones del bambú.....	16
1.8	Aserrín	18
1.8.1	Composición química de la madera.....	18
1.9	Polipropileno.....	19
1.9.1	Estructura del polipropileno	20
1.9.2	Propiedades del polipropileno	21
2	Desarrollo experimental.....	22
2.1	Diseño experimental	22
2.2	Diseño de cuadro latino	22
2.2.1	Ventajas	23
2.3	Principio y características del diseño.....	23
2.4	Descripción del desarrollo experimental	24
2.5	Materiales y equipos utilizados.....	25
2.5.1	Materiales	25
2.5.2	Equipos	30
3	Obtención de Blends de polipropileno con fibras naturales.....	37
3.1	Proceso de obtención	37
3.2	Compuesto de PP - Bambú (GAK).....	39
3.3	Compuesto de PP – Aserrín	42
3.4	Compuesto de PP – Cabuya.....	45

4	Análisis de resultados	49
4.1	Análisis de Torque:	50
4.2	Análisis de tiempo de fusión.....	53
4.3	Análisis de temperatura de fusión.....	57
4.4	Conclusiones	60
4.5	Recomendaciones	61
5	Referencias Bibliográficas	62
	Anexos	68

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1.1: Clasificación de las fibras naturales de acuerdo a su origen.....	2
Figura 1.2: Evolución de materiales compuestos reforzados con fibras naturales.....	4
Figura 1.3: Estructura de la celulosa	5
Figura 1.4: Modelo de la estructura de la lignina.....	6
Figura 1.5: Estructura de una fibra vegetal.....	7
Figura 1.6: Principales fibras vegetales utilizadas en materiales compuestos	11
Figura 1.7: Partes del culmo de Bambú.....	14
Figura 1.8: Sección de la pared del culmo.....	16
Figura 1.9: Partes de la Guadua.....	17
Figura 1.10: Estructura de la celulosa en la madera.....	18
Figura 1.11: Polimerización del propileno en presencia de catalizadores alquilmetálicos ..	19
Figura 1.12: Forma de la estructura del PP, (a) Isotáctica; (b) Sindiotáctica; (c) Atáctica ..	20
Figura 2.1: Representación del diseño de cuadro latino de 3x3 mediante una matriz de doble entrada.....	24
Figura 2.2: Factores y variables del proceso experimental	25
Figura 2.3: Polipropileno Braskem H 306.....	26
Figura 2.4: Fibra de Bambú (GAK).....	27
Figura 2.5: Fibras de madera (aserrín).....	28
Figura 2.6: Fibra de cabuya	29

Figura 2.7: Anhídrido maleico (MAPP).....	30
Figura 2.8: Balanza analítica digital	30
Figura 2.9: Tamizador Advantech Duratap	31
Figura 2.10: Mallas de tamizaje	32
Figura 2.11: Horno Universal Memmert	33
Figura 2.12: Analizador Halógeno de Humedad HB43-S.....	34
Figura 2.13: Plastografo Brabender.....	35
Figura 2.14: Entorno del programa WINMIX.....	36
Figura 3.1: Proceso de obtención de mezclas (blends) de PP - Fibra.....	39
Figura 3.2: Mezcla PP – GAK obtenida.....	42
Figura 3.3: Mezcla PP – Aserrín obtenida.....	45
Figura 3.4: Mezcla PP – Cabuya obtenida	48
Figura 4.1: Curva de nivel de confianza.....	49
Figura 4.2: Curvas de resistencia al torque de las fibras	51
Figura 4.3: Resultados estadísticos del P valor significativo del Torque.....	52
Figura 4.4: Torque Vs. Porcentaje de MAPP en SPSS	53
Figura 4.5: Curvas de tiempo de fusión de las fibras experimentadas	55
Figura 4.6: Resultados estadísticos del P valor significativo del Tiempo de Fusión	55
Figura 4.7: Tiempo de fusión Vs. Porcentaje de MAPP en SPSS.....	56
Figura 4.8: Curvas de temperatura de fusión de las fibras experimentadas	58
Figura 4.9: Resultados estadísticos del P valor significativo de la temperatura de Fusión..	59
Figura 4.10: Temperatura de fusión Vs. Porcentaje de MAPP en SPSS.....	59

ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1.1: Composición y dimensiones de algunas fibras naturales	8
Tabla 1.2: Propiedades físicas de algunas fibras naturales.....	9
Tabla 1.3: Propiedades mecánicas de las fibras blandas más conocidas.....	9
Tabla 1.4: Ventajas de las fibras naturales en comparación con las fibras de vidrio	10
Tabla 1.5: Propiedades mecánicas de algunas fibras de hoja	12
Tabla 1.6: Propiedades mecánicas de algunas fibras de semilla y fruta.....	13
Tabla 1.7: Composición química de algunas fibras de pastos y juncos	13
Tabla 1.8: Propiedades mecánicas de las fibras de madera.....	14
Tabla 1.9: Composición química de las fibras de madera.....	14
Tabla 1.10: Propiedades de las maderas más comunes a temperatura ambiente.....	19
Tabla 2.1: Propiedades del polipropileno Braskem H306.....	26
Tabla 2.2: Características físicas de la fibra de cabuya.....	28
Tabla 3.1: Porcentajes de refuerzo utilizado en la mezcla PP - Fibra	37
Tabla 3.2: Porcentajes de fibra de refuerzo y MAPP utilizados en la experimentación	38
Tabla 3.3: Peso de los componentes de la mezcla en función del porcentaje de la fibra de refuerzo GAK y MAPP	40
Tabla 3.4: Resultados de la mezcla PP – GAK	41

Tabla 3.5: Peso de los componentes de mezcla en función del porcentaje de la fibra de refuerzo Aserrín y MAPP	43
Tabla 3.6: Resultados de la mezcla PP – Aserrín	44
Tabla 3.7: Peso de los componentes de la mezcla en función del porcentaje de la fibra de refuerzo Cabuya y MAPP.....	46
Tabla 3.8: Resultados de la mezcla PP - Cabuya	47
Tabla 4.1: Torque máximo de las fibras	50
Tabla 4.2: Tiempo de fusión de las fibras	54
Tabla 4.3: Temperatura de fusión de las fibras	57

LISTA DE SIGLAS

GAK	Caña guadua
PP	Polipropileno
MAPP	Anhídrido maleico
SPSS	Statistical Package for the Social Sciences
H₀	Hipótesis nula
H₁	Hipótesis alternativa

1. Estado del arte cronológico de blends de polipropileno con fibras lignocelulósicas.

Introducción

La creciente necesidad de la sociedad actual en el cuidado del medio ambiente ha obligado a que la manufactura de la industria adquiera nuevos procesos y metodologías que posibiliten emplear de manera eficaz los recursos naturales existentes. Razón por la cual en la actualidad se ha abierto un espacio amplio para la investigación de materiales amigables con el medio ambiente [1].

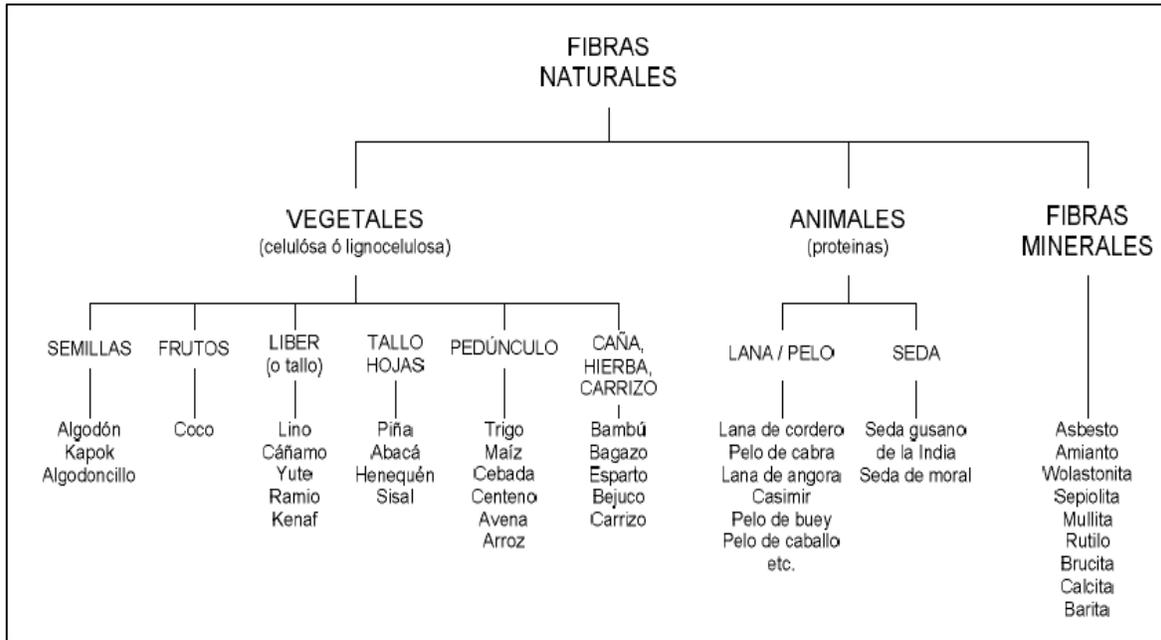
Los compuestos con matrices poliméricas ofrecen facilidad de procesamiento, alta productividad, propiedades mecánicas moderadas, aptitud para reciclado y baja densidad, entre otras [1]. Los materiales compuestos son la unión de dos o más materiales que poseen propiedades físicas o químicas diferentes y que dentro de la estructura final se mantienen separados ya sea a nivel macro o microscópico [2]. La demanda de materiales con mayor grado de reciclabilidad favorece el empleo de materiales lignocelulósicos como refuerzo/carga en materiales plásticos [3].

En las últimas décadas las fibras de materiales lignocelulósicas han sido utilizadas como materiales de relleno o cargas en matrices plásticas con el fin de abaratar costos lo cual las ha hecho sumamente interesantes [4].

1.1 Introducción a las fibras naturales lignocelulósicas

Las fibras naturales son aquellos materiales fibrosos que pueden extraerse de las plantas. Estas fibras se encuentran en troncos, hojas y raíces, que se agrupan en fajos, donde son unidas por pegamentos y resinas naturales. Las fibras están constituidas por celulosa y lignina, además de otros componentes que aparecen en menor cantidad. Razón por la cual estas fibras también reciben el nombre de fibras lignocelulósicas. En la figura 1.1 se muestra la clasificación de las fibras naturales [5].

Figura 1.1: Clasificación de las fibras naturales de acuerdo a su origen



Fuente: Páez J [5].

Desde hace algunas décadas se han descubierto en la industria de los materiales compuestos lignocelulósicos que proceden de recursos renovables, presentándose así como una alternativa en comparación con los materiales convencionales [4].

Los materiales lignocelulósicos se pueden obtener a partir de fibras de madera, o a su vez de las fibras naturales procedentes del tallo, hojas, y semillas de plantas. En la actualidad la industria de los componentes para automóvil es uno de los principales consumidores de fibras naturales tales como el kenaf, cáñamo, lino, yute y sisal [4].

1.2 Evolución de materiales compuestos reforzados con fibras lignocelulósicas

La definición de materiales reforzados no es nueva, este es muy antiguo. Existen referencias bíblicas de arcilla reforzada con paja en el antiguo Egipto. Las resinas fenólicas reforzadas con fibras de asbesto fueron introducidas a los inicios del siglo XX. A partir de 1939 se emplearon las fibras naturales como refuerzo de una matriz fenólica obteniendo aplicaciones aeronáuticas. En el año de 1942 Henry Ford construyó uno de los primeros

vehículos que uso cáñamo en algunas de sus partes, y a partir de los años de 1950 y 1990 se usaron en la construcción del cuerpo del vehículo [6].

El primer compuesto a base de boro y fibras de carbono de alta resistencia fue introducido en los años sesenta con aplicaciones en compuestos avanzados para componentes de aeronaves. A inicios de la década de los setenta los compuestos reforzados se extendieron en gran medida en las industrias de aeronáutica, automotriz, deportiva y biomédica. [1]

Para el año 2000 se utilizó en interiores y exteriores de vehículo de transporte liviano y pesado. A partir del año 2004 se comenzó a usar en artículos electrónicos y a partir del 2006 en el uso de elementos deportivos por su baja densidad [6]. En la figura 1.2 se muestra la evolución de los compuestos reforzados con fibras naturales [6].

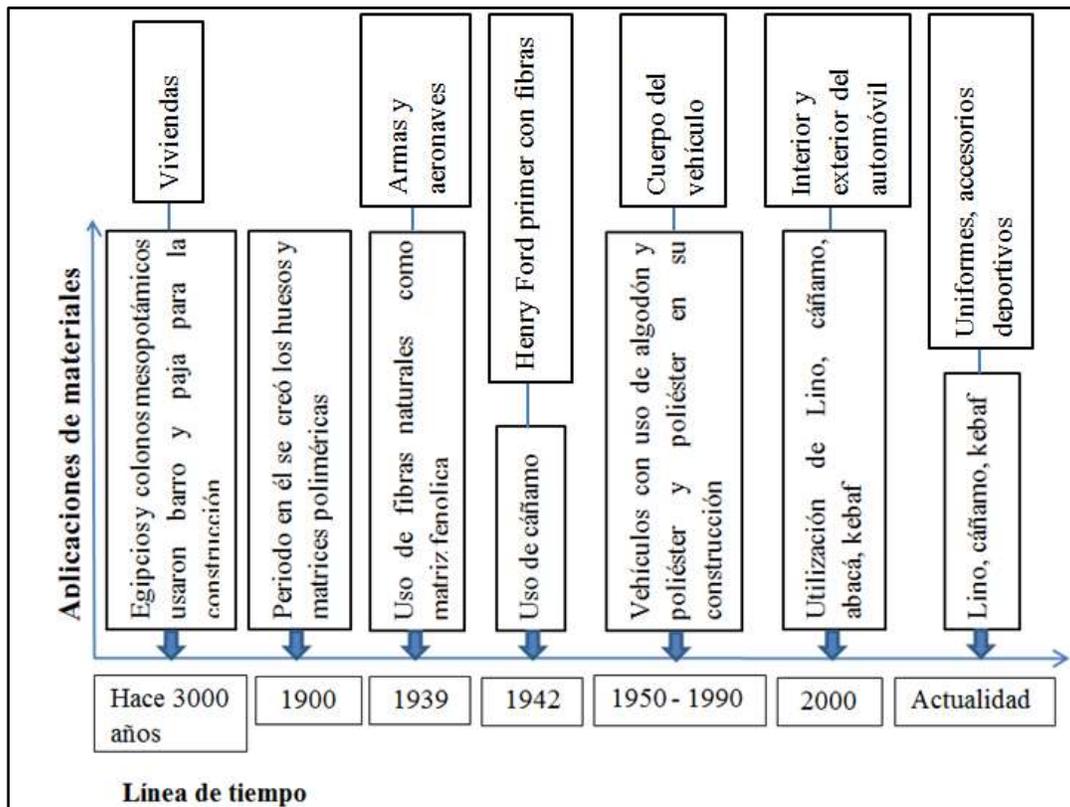
1.3 Descripción y características de las fibras lignocelulósicas

La lignocelulosa es el principal componente de la pared celular de las plantas, esta biomasa producida por la fotosíntesis es la fuente de carbono renovable más prometedora para solucionar los problemas actuales de energía y materias primas [7].

La reacción de fotosíntesis que generan los vegetales da lugar a la formación de algunos componentes claves, tales como la celulosa y la hemicelulosa los cuales consisten en diversos hidratos de carbono polimerizados. Estos compuestos son unidos por una matriz hecha de lignina y hemicelulosa, cuya función es actuar como una barrera natural a la degradación microbiana y servir como protección mecánica [8].

Las fibras son consideradas como materiales compuestos reforzados por microfibrillas rígidas y resistentes de la celulosa dentro de una matriz viscoelástica formada por un complejo hemicelulosa/lignina. Considerando las energías de enlace entre los átomos en la estructura molecular de la celulosa, el módulo de Young y la resistencia a la tracción de la celulosa cristalina se ha estimado que están en el orden de 60 – 120 GPa y 12 – 19 GPa respectivamente, los cuales pueden tomarse como límites máximos para el comportamiento a tracción de las fibras naturales [4].

Figura 1.2: Evolución de materiales compuestos reforzados con fibras naturales



Adaptado de: Valarezo L [9].

1.4 Composición química y estructura de las fibras lignocelulósicas

Las fibras de celulosa están constituidas por anillos D-glucosa con tres grupos de hidroxilo [10]. Los principales componentes de fibra de la planta son celulosa, hemicelulosa y lignina. Además de estos componentes se encuentran compuestos inorgánicos extraíbles con disolventes orgánicos tales como pectinas, hidratos de carbono simples, terpenos, alcaloides, polifenoles, resinas, y grasas, entre otros [8].

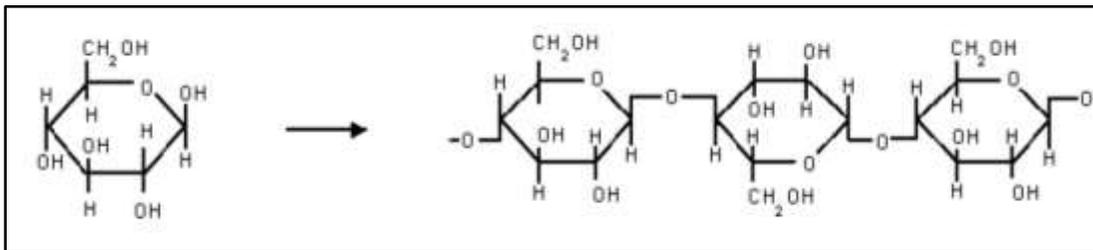
1.4.1 Celulosa

La celulosa es el material orgánico más abundante en la tierra, con una producción anual de más de 50 mil millones toneladas [8]. La celulosa se sintetiza en la membrana de la pared celular de las plantas, donde se genera simultáneamente numerosas cadenas paralelas de celulosa que forman una unidad elemental fibrilar denominado filamento micelar. Estos

filamentos se combinan en microfibrillas, las cuales son consideradas como las unidades más pequeñas de cadenas de celulosa. El número de cadenas de celulosa en una microfibrilla oscila entre 30 y 200 dependiendo del tipo de planta. [4]

La estructura de la celulosa se forma por la unión de moléculas β -glucosa a través de enlaces β -1,4-glucosídico, lo que hace que sea insoluble en agua. Tiene una estructura lineal larga que se puede apreciar en la figura 1.3 [5].

Figura 1.3: Estructura de la celulosa



Fuente: Páez J [5].

1.4.2 La hemicelulosa

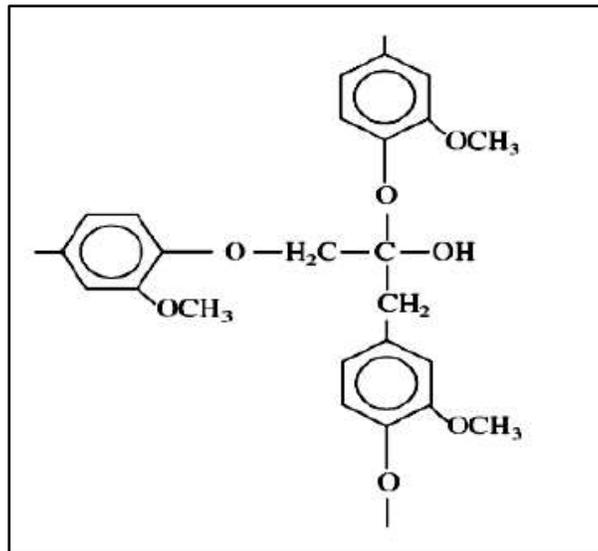
El término hemicelulosa se utiliza para los polisacáridos que se producen normalmente asociados con la celulosa. La polimerización se compone de varios monosacáridos, incluyendo los hidratos de carbono de cinco carbonos (tales como xilosa y arabinosa), hidratos de seis carbonos (tales como galactosa y glucosa manosa) [8]. La hemicelulosa se caracteriza por ser una molécula con ramificaciones, como lo es el ácido urónico capaces de unirse a las otras moléculas mediante enlaces que constituyen la pared rígida que protege a la célula de la presión ejercida sobre esta por el resto de células que la rodean [11].

1.4.3 La lignina

La lignina está asociada con la celulosa y la hemicelulosa en la composición del material lignocelulósico. La lignina es un material hidrófobo, altamente ramificada estructura tridimensional, y puede ser clasificado como un polifenol, que está constituido por una disposición irregular de diversas unidades de fenilpropano que pueden contener grupos hidroxilo y metoxilo como sustituyentes en el grupo fenilo [8]. La lignina es el polímero

natural más complejo en relación a su estructura y heterogeneidad. Se han propuesto numerosos modelos que representan una “aproximación”, dicha estructura se puede observar en la figura 1.4 [11].

Figura 1.4: Modelo de la estructura de la lignina

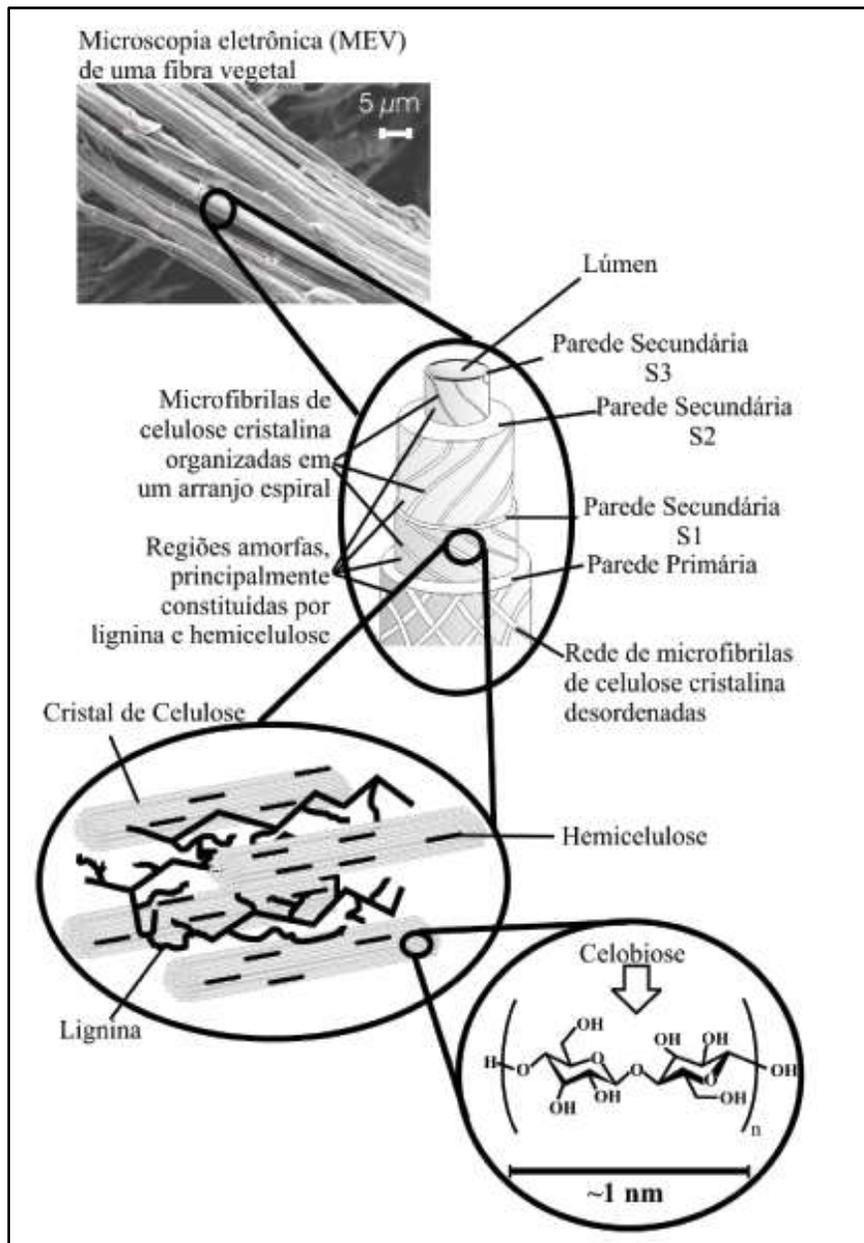


Fuente: Corrales F [11].

1.4.4 Estructura de fibras y fibrillas

Cada fibra lignocelulósica tiene una estructura compleja de capas.; consiste en una pared principal delgada, depositada inicialmente durante el crecimiento de las células que rodean una pared lateral. La pared secundaria está formada por tres capas (S1, S2, S3), donde la capa intermedia (S2) determina las propiedades mecánicas de la fibra y se compone de un número de microfibrillas helicoidales formado por largas cadenas de celulosa y dispuestos en dirección de la fibra. Estas microfibrillas tienen un diámetro de 10 a 30 nm cuyas cadenas de empaquetamiento resultante están entre 30 y 100 cadenas de celulosa extendidas. La figura 1.5 muestra la estructura de una fibra vegetal [8].

Figura 1.5: Estructura de una fibra vegetal



Fuente: Silva R; Haraguchi S; Muniz E; Rubira A [8].

Las condiciones climáticas, edad y procesamiento influyen no solo a la estructura de las fibras sino también su composición química. En la tabla 1.1 se muestran las composiciones químicas de algunas fibras naturales [4].

Tabla 1.1: Composición y dimensiones de algunas fibras naturales

Fibra	Diámetro (μm)	Longitud (mm)	L/D	Celulosa	Hemicelulosa	Lignina
<i>Cáñamo</i>	5 - 55	10 - 51	1000	57 - 77	14 - 17	9 - 13
<i>Lino</i>	9 - 70	5 - 38	1750	-	-	-
<i>Yute</i>	2 - 5	10 - 25	100	-	-	-
<i>Ramio</i>	60 - 250	11 - 80	2400	-	-	-
<i>Sisal</i>	1 - 8	8 - 41	150	43 - 62	21 - 24	7 - 9
<i>Algodón</i>	10 - 40	12 - 38	900	85 - 96	1 - 3	0.7 - 1.6
<i>Trigo</i>	0.4 - 3.2	8 - 34	90	29 - 51	26 - 32	16 - 21
<i>Madera:</i>						
<i>Coníferas</i>	3.3	33	100	38 - 49	7 - 26	23 - 34
<i>Fronosas</i>	1.0	20	50			

Adaptado de: Vallejos M [4].

Las fibras naturales poseen grandes ventajas sobre los materiales de refuerzo convencionales. Las principales características de estos materiales es que poseen baja densidad, elevada rigidez, resistencias específicas permisibles, buenas propiedades térmicas y especialmente biodegradabilidad y bajo costo, lo que los hace excelentes para aplicaciones específicas y amigables con el medio ambiente. Las fibras celulósicas dan lugar a un menor efecto abrasivo del equipamiento de transformación así como una disminución de efectos adversos sobre el manipulador, tales como irritación dérmica y respiratoria [4].

1.5 Propiedades y ventajas de las fibras lignocelulósicas

El PP presenta una amplia gama de propiedades que lo hacen interesante para los usos que se requieren en la construcción, debido principalmente a su buena resistencia química a la humedad y al calor, baja densidad, buena dureza superficial y tenacidad [12].

Las fibras presentan diferentes composiciones y propiedades físicas que presentan una elevada influencia en la compatibilidad con las matrices poliméricas y por tanto en las propiedades finales del compuesto [13].

Tabla 1.2: Propiedades físicas de algunas fibras naturales

Fibra	Densidad (g/cm ³)	Celulosa (%)	Hemicelulosa (%)	Lignina (%)	Humedad (%)
<i>Cáñamo</i>	1.48	88 - 90	7 - 10	1.5 - 2.0	3.5 - 8.0
<i>Sisal</i>	1.45	65	12	9.9	10
<i>Plátano</i>	1.35	63 - 64	19	5	10 - 11
<i>Piña</i>	1.53	81	-	12.7	13.5

Adaptado de: Amigó V.; Salvador M. D.; Sahuquillo O [13].

Las propiedades mecánicas de las fibras resultan bastante diversas y dependen mucho de las condiciones en las que se encuentra la fibra, principalmente en cuanto a su grado de humedad [13]. En la siguiente tabla 1.2 se muestra las propiedades mecánicas de algunas fibras naturales [9].

Tabla 1.3: Propiedades mecánicas de las fibras blandas más conocidas

Fibra	Densidad (kg/m ³)	Diámetro (μ m)	Longitud (mm)	Elongación a la rotura (%)	Resistencia a la rotura (Mpa)	Módulo de Young (Gpa)	Modulo específico
<i>Lino</i>	1380 - 1500	40 - 600	10 - 65	1.2 - 3	343 - 1500	60 - 80	26 - 46
<i>Cáñamo</i>	1350 - 1480	10 - 51	5 - 55	1.6 - 4.5	580 - 1110	70	47
<i>Kenaf Núcleo</i>	310	0.4 - 1.1	0.4 - 1.1	-	-	-	-
<i>Kenaf Exterior</i>	1200	1.4 - 11	1.4 - 11	2.7 - 6.9	295 - 930	-	-
<i>Yute</i>	1460	0.8 - 6	0.8 - 6	1.5 - 3.1	187 - 773	10 - 30	7 - 21
<i>Ramio</i>	1440 - 1550	40 - 250	40 - 250	2 - 4	400 - 938	61.4 - 128	27 - 47

Adaptado de: Valarezo L [9].

1.5.1 Ventajas de las fibras lignocelulósicas

Las exigencias legislativas de tipo ambiental cada vez son mayores en materia de reciclabilidad, uso de recursos renovables, procesos más compatibles con el medio ambiente, ahorro energético y minimización de residuos [14]. Este fenómeno está abriendo las puertas a nuevos materiales, como los lignocelulósicos derivados de plantas anuales (lino, yute, cáñamo, kenaf...), para su aplicación como carga o refuerzo de materiales termoplásticos [15]. Las fibras vegetales, con celulosa como componente mayoritario, presentan importantes ventajas [16]:

- Son un recurso renovable y disponible mundialmente
- Son biodegradables
- No generan gases tóxicos ni dejan residuo sólido en combustión
- Su densidad es aproximadamente la mitad de la de las fibras de vidrio
- No producen abrasión en las máquinas de procesamiento
- Como monofilamentos, presentan un módulo tan alto como el de las fibras aramídicas
- Soportan las temperaturas de procesamiento del polipropileno (200 °C)
- Su aplicación en este campo puede resultar una buena oportunidad para la utilización de productos agrícolas de desecho.

En la siguiente tabla 1.4 se puede apreciar las ventajas que presentan las fibras naturales en comparación con las de vidrio.

Tabla 1.4: Ventajas de las fibras naturales en comparación con las fibras de vidrio

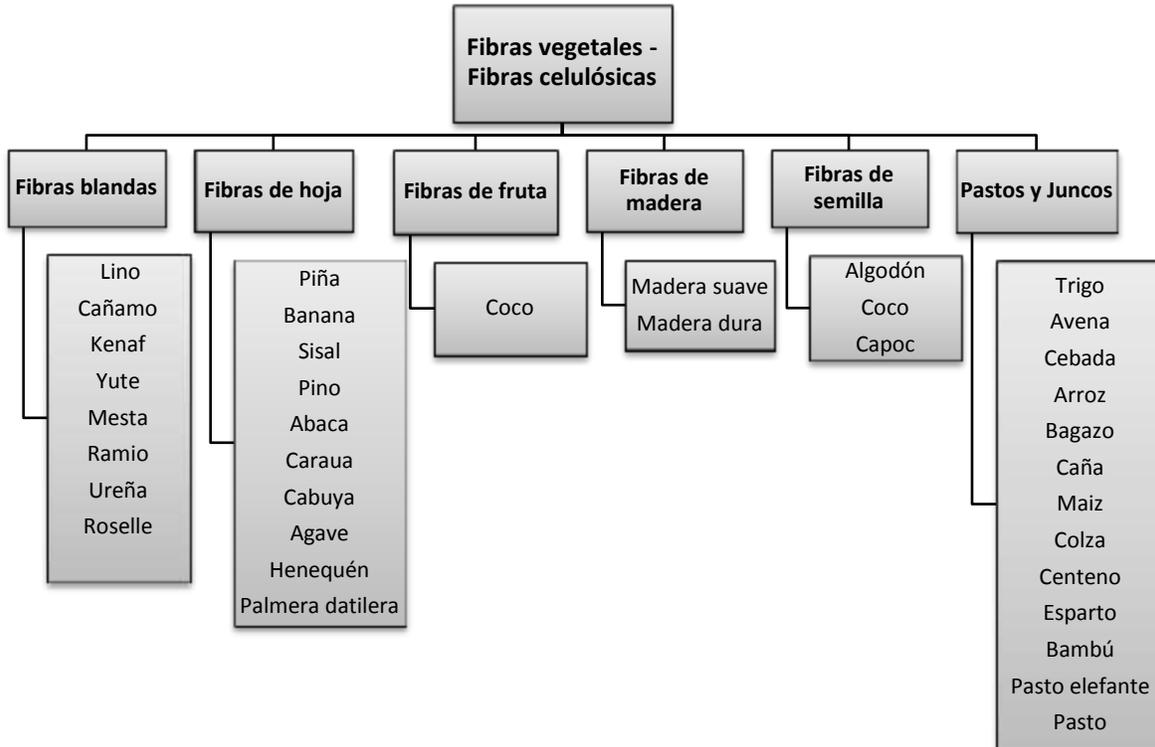
	Fibras Naturales	Fibra de vidrio
<i>Densidad</i>	Bajo	Doble que FN
<i>Costo</i>	Bajo	Bajo, mayor a FN
<i>Renovable</i>	Si	No
<i>Reciclado</i>	Si	No
<i>Consumo de energía</i>	Bajo	Alto
<i>CO₂ neutro</i>	Si	No
<i>Abrasión a máquinas</i>	No	Si
<i>Riesgo a la inhalación</i>	No	Si
<i>Eliminación</i>	Biodegradable	No biodegradable

Adaptado de: Páez J. [5].

1.6 Principales fibras naturales utilizadas como refuerzo para materiales compuestos

En la actualidad existe una tendencia importante en el uso de las fibras vegetales debido a las importantes ventajas mencionadas en comparación con las fibras tradicionales. Las principales fibras empleadas son celulósicas conocidas por su baja densidad y por ser renovables. La figura 1.6 presenta una clasificación de fibras celulósicas [9].

Figura 1.6: Principales fibras vegetales utilizadas en materiales compuestos



Adaptado de: Kozlowski, R [3].

1.6.1 Fibras blandas

Las fibras blandas se caracterizan por ser suaves y tener una densidad entre los 310 y 1500 kg/m² lo cual demuestra que son materiales ligeros. El módulo específico que estos poseen es alto, el desempeño elástico más representativo está dado por las fibras de lino, cañamo y ramio [17]. En la tabla 1.3 se muestra las propiedades mecánicas de las fibras blandas más conocidas.

De acuerdo al porcentaje de celulosa que oscila desde 44% a 91% en estas fibras, se puede deducir que contienen gran capacidad para absorber humedad, por lo tanto soporta mayores temperaturas y posee características conductoras [9].

1.6.2 Fibras de hoja

Son fibras de hojas de Monocotiledóneas. Cada fibra es un cordón fibroso o un haz vascular con las fibras asociadas. Las fibras tienen un alto contenido de lignina y son de

textura rígida [18]. Estas fibras poseen una densidad más alta por lo que son muy útiles en aplicaciones donde se requiera un mayor peso por volumen. Se destaca por su alta resistencia a la tracción que en promedio oscila entre 463 y 1560MPa. En la tabla 1.5 se muestra las propiedades mecánicas de la fibra de hoja [9].

Tabla 1.5: Propiedades mecánicas de algunas fibras de hoja

Fibra	Densidad (kg/m^3)	Diámetro (μm)	Longitud (mm)	Elongación a la rotura (%)	Resistencia a la rotura (Mpa)	Módulo de Young (Gpa)	Modulo específico
<i>Piña</i>	1500 - 1560	8 - 41	3 - 8	01 – 3	170 - 1627	6.21 - 82	4 - 53
<i>Banana</i>	1300 - 1350	50 - 280	-	03 – 8	529 - 914	7 - 32	5 - 24
<i>Sisal</i>	1300 - 1500	7 - 200	0.8 - 8	1.9 – 3	507 - 855	9.4 - 28	7 - 19
<i>Abacá</i>	1300 - 1500	17 -21	-	2.7	400 - 1289	45 - 72	35 - 50
<i>Henequén</i>	1400	8 - 33	-	3 - 4.7	430 - 580	10 - 16	7 - 11
<i>Palmera datilera</i>	463	-	-	-	125 - 200	-	-

Adaptado de: Valarezo L [9].

1.6.3 Fibras de semilla y de fruta

Estas fibras son obtenidas de la semilla de la planta, y pueden tener dos aplicaciones, las cuales son la alimentación y la utilización de la fibra en la industria textil [19]. El algodón es una fibra única en muchos aspectos: sus fibras son blandas, aislantes, resistentes a la rotura y al desgarrar por tracción. Además admiten el blanqueo y el teñido con excelentes resultados en cuanto al grado de blanco y a la intensidad del color respectivamente. La fibra del coco se extrae del cocotero, planta originaria de las regiones tropicales de oriente, y que actualmente se cultiva en el continente Asiático (India, Ceylán, Indonesia), en América central y meridional (Méjico, Brazil), en África (Mozambique, Tanzania y Ghana). Las fibras se extraen del mesocarpio de los frutos y sirven en la fabricación de cordeles, tapetes y esteras [20].

Tabla 1.6: Propiedades mecánicas de algunas fibras de semilla y fruta

Fibra	Densidad (kg/m^3)	Diámetro (μm)	Longitud (mm)	Elongación a la rotura (%)	Resistencia a la rotura (Mpa)	Módulo de Young (Gpa)	Modulo específico
<i>Coco</i>	1150 - 1460	0.3 - 3	0.3 - 3	1.5 - 25	131 - 220	4 - 6	2.58 - 4.10
<i>Algodón</i>	1210 - 1600	12 - 35	15 - 56	2 - 10	287 - 800	5.5 - 12.6	4.54 - 7.87
<i>Capoc</i>	-	10 - 30	8 - 30	-	-	-	-

Adaptado de: Valarezo L [9].

1.6.4 Pastos y juncos

Estas fibras son fuente principal de alimentación debido a que tienen un alto contenido de fibra. Las principales fibras de este grupo son el trigo, la avena, cebada, arroz, centeno. En estos materiales la celulosa tiene un porcentaje similar a las demás fibras vegetales. El porcentaje de lignina es por lo que requieren un menor proceso de eliminación; por lo tanto son materiales potenciales para refuerzo en materiales compuestos [9]. En la tabla 1.7 se recopila la composición química de las fibras de pastos y juncos [6].

Tabla 1.7: Composición química de algunas fibras de pastos y juncos

Fibra	Celulosa (%)	Hemicelulosa (%)	Lignina (%)	Pentosán (%)
<i>Trigo</i>	29 - 51	-	16 - 21	26 - 32
<i>Avena</i>	31 - 48	-	16 - 19	27 - 38
<i>Cebada</i>	31 - 45	-	14 - 15	24 - 29
<i>Arroz</i>	28 - 48	-	12 - 16	23 - 28
<i>Bagazo</i>	32 - 48	30	18 - 26	27 - 32
<i>Centeno</i>	33 - 50	-	16 - 19	27 - 30
<i>Esparto</i>	33 - 38	-	17 - 19	27 - 32
<i>Bambú</i>	26 - 43	-	21 - 31	15 - 26

Adaptado de: Brief, L. [6]

1.6.5 Fibras de madera

Las fibras de madera se clasifican en dos tipos: maderas blandas y duras. Las maderas blandas tienen un tiempo de desarrollo y madurez menor que las maderas duras, por lo que las propiedades de las maderas duras es de mayor calidad. La desventaja de estas fibras es

el tiempo de crecimiento debido a que es mayor al de las fibras vegetales, lo que se convierte en una limitación para una producción masiva [21]. La tabla 1.8 muestra las propiedades mecánicas de las fibras de madera.

Tabla 1.8: Propiedades mecánicas de las fibras de madera.

Fibra	Densidad (kg/m^3)	Diámetro (μm)	Longitud (mm)	Elongación a la rotura (%)	Resistencia a la rotura (Mpa)	Módulo de Young (Gpa)	Modulo específico
<i>Madera</i>	380 - 550	15 - 20	-	-	160	23	41 - 60

Adaptado de: Hardwood vs. Softwood [22].

La composición química de las fibras de madera es similar al de las fibras vegetales, por lo tanto estas son también adecuadas para reforzar materiales compuestos y brindar distintos usos a nivel industrial. La tabla 1.9 se muestra la composición química de las fibras de madera [3].

Tabla 1.9: Composición química de las fibras de madera

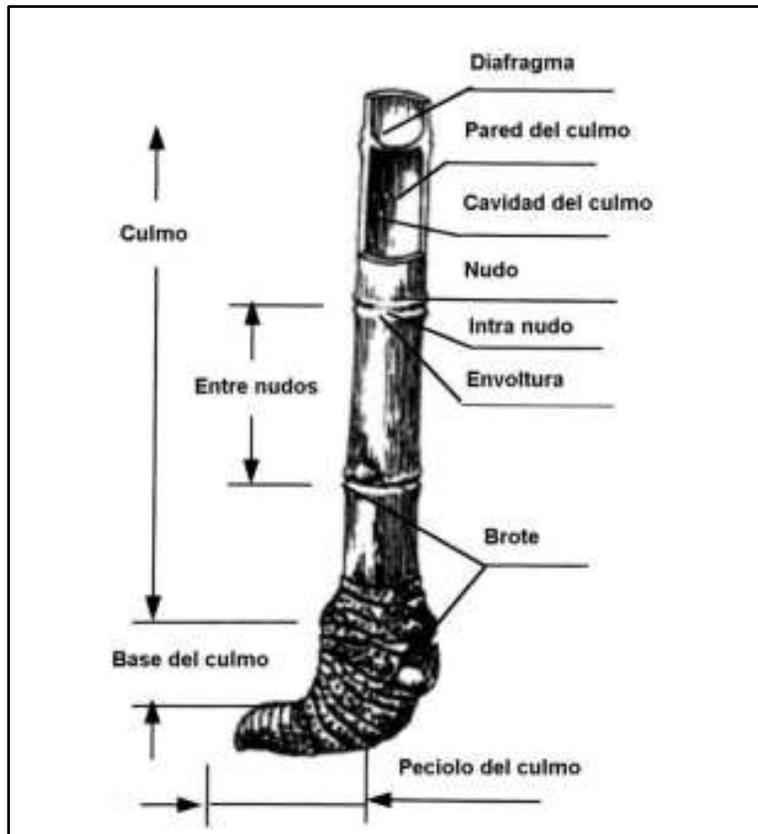
Fibra	Celulosa (%)	Hemicelulosa (%)	Lignina (%)	Pectina (%)
<i>M. blanda</i>	40 - 45	27	26 - 34	7 - 14
<i>M. dura</i>	38 - 9	35	23 - 30	19- 26

Adaptado de: Kozlowski, R [3].

1.7 Fibra de Bambú

Guadua angustifolia Kunth (GAK), es un bambú gigante que se encuentra que se encuentra naturalmente en América del sur, es un material renovable y sustentable con un crecimiento muy rápido. Las fibras GAK son potencialmente adecuadas para el refuerzo de materiales compuestos, debido a sus propiedades físicas, buena adherencia, y fuerza [23].

Figura 1.7: Partes del culmo de Bambú

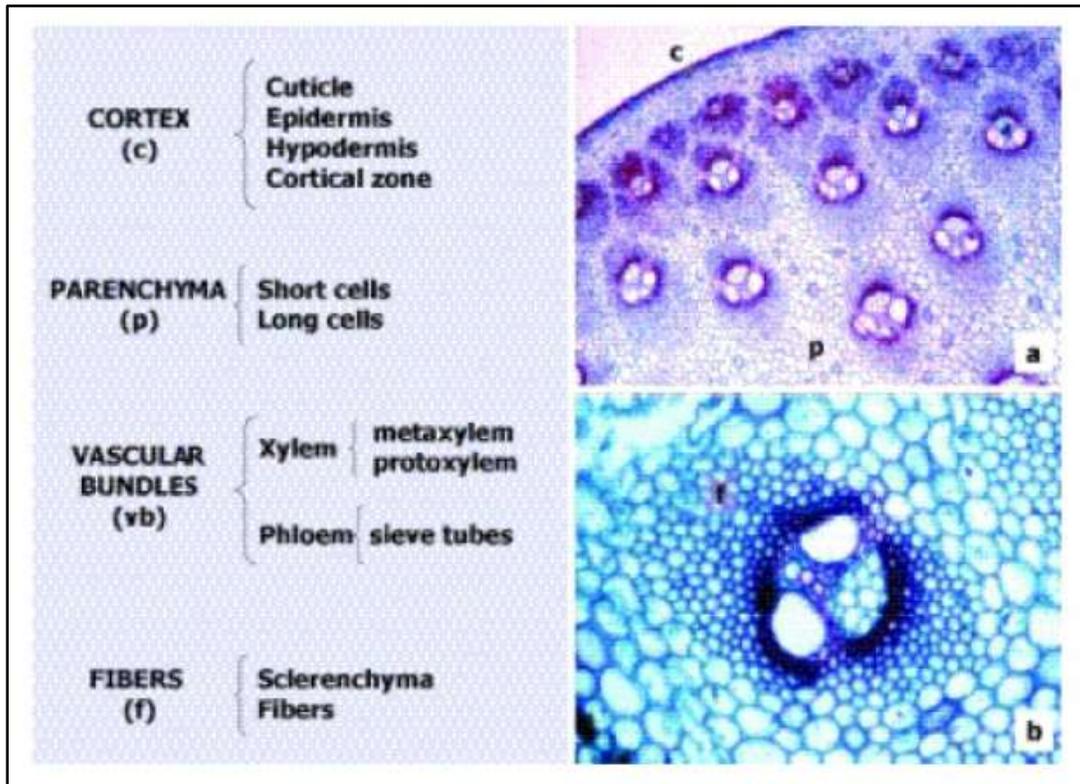


Fuente: Morales, C [24].

1.7.1 Estructura

En su hábitat natural, el bambú crece a partir de rizomas. El rizoma, según Mc Clure (1966), es un sistema subterráneo complejo que comprende la segmentación de nudos. Las características que hacen diferente al bambú de otros árboles es su forma de crecimiento vertical, el tiempo en alcanzar su altura máxima, que está entre los 4 y 6 meses, la periferia como parte más resistente en su estructura, de cosecha permanente, es decir no hay necesidad de volver a sembrar [24]. La pared del culmo está formada por células parénquima que representa el 50% de volumen de la planta, haces vasculares que también se comportan como tejidos conductores que representan un 10% de la planta y por último posee un 40% de fibras [9].

Figura 1.8: Sección de la pared del culmo



Fuente: Descripción del bambú [25].

1.7.2 Aplicaciones del bambú

La mayor aplicación está en la industria de la construcción, en viviendas como vigas y columnas, pisos y paredes entre otros etc. En la artesanía los culmos, tallos y raíces son aprovechados para elaborar productos artesanales, dependiendo de los diferentes grados de dureza, flexibilidad que el bambú vaya adquiriendo [26]. El uso de mayor importancia es en el mercado automotriz, en el Tokio Motor Show 2005 la compañía Chrysler presentó un vehículo con el interior de Bambú [9]. Existen variedad de aplicaciones adicionales sin embargo se recalcó las más conocidas. En la siguiente figura 1.9 se resume las aplicaciones del bambú.

Figura 1.9: Partes de la Guadua

PARTES DE UNA GUADUA		
DESCRIPCIÓN		UTILIZACIÓN
COPA Parte apical de la guadua con una longitud de 1,20 a 2,00 m.	20 m. 2 m.	Se repica en el suelo del guadua como aporte de materia orgánica.
VARILLON Sección de menor diámetro. Su longitud tiene aproximadamente 3 metros.	18 m. 3 m.	Se utiliza en la construcción como correa de techos con tejas de barro o de paja. Se emplea como tutor en cultivos transitorios.
SOBREBASA Es un tramo de guadua con buen comercio debido a su diámetro, que permite un uso variado. Posee una longitud aproximada de 4 metros.	15 m. 4 m.	Utilizada como elemento de soporte en estructuras de concreto de edificios en construcción. También se emplea como viguetas para formaletear planchas y como postes de espalderas en cultivos.
BASA Parte de la guadua que mayores usos tiene, debido a su diámetro intermedio. Es la sección más comercial de la guadua. La longitud es de 8 metros aproximadamente.	11 m. 8 m.	De esta sección se elabora generalmente la esterilla, la cual tiene múltiples usos: en construcción de paredes, casetones y formaletas de planchas. Esta parte se utiliza como vigas y columnas en construcciones nuevas de guadua.
CEPA Sección basal del culmo de mayor diámetro, debido a sus entrenudos más cortos proporciona una mayor resistencia y tiene una longitud de 3 metros.	3 m. 3 m.	Se utiliza como columnas en construcción y para cercos.
RIZOMA Es un tallo modificado, subterráneo, que se conoce popularmente como "caimán".	0 m. -2 m.	En decoración, muebles y juegos infantiles.

Fuente: Civigeeks.com [27].

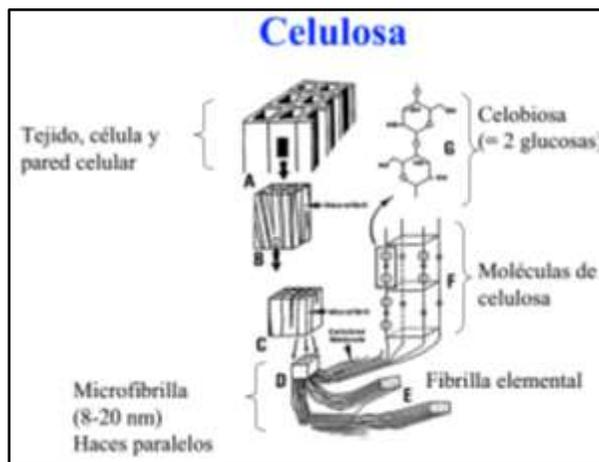
1.8 Aserrín

El aserrín está constituido por pequeñas partículas de madera, la cual es un compuesto de origen natural. “La madera puede considerarse como un material compuesto complejo reforzado con fibras y formado de celdas poliméricas largas, tubulares y alineadas unidireccionalmente dentro de una matriz polimérica” (Askeland 2004), este material es higroscópico y la variabilidad del contenido de agua depende de la humedad relativa y la temperatura de la atmósfera en la que este se encuentre [28].

1.8.1 Composición química de la madera

El aserrín de madera se compone principalmente de fibras de celulosa unidas con lignina. Según análisis, su composición media es de un 50% de carbono (C), un 42% de oxígeno (O), un 6% de hidrógeno (H) y un 2% de nitrógeno (N) asociado a otros elementos [29]. La celulosa tiene una estructura lineal o fibrosa. Los múltiples puentes de hidrógeno entre los grupos hidroxilo, que se establecen entre distintas cadenas yuxtapuestas de glucosa, originan fibras compactas de mayores dimensiones denominada microfibrillas que constituyen la pared celular de las células vegetales. La celulosa es el principal componente de las células de las plantas y representa aproximadamente el 50 por ciento del peso seco de la madera [30]. La figura 1.10 muestra la estructura de la madera.

Figura 1.10: Estructura de la celulosa en la madera



Fuente: Estructura y química de la madera [31].

La resistencia a la degradación química de la madera depende mucho de la especie a la que pertenezca. Los hongos son uno de los organismos destructores de la madera, por esta razón las condiciones normales de secado en horno y tratamientos de vapor se hacen entre 50 y 60°C que es el rango de temperatura de esterilización en el cual se mueren los hongos. Los cambios en la celulosa también se pueden producir por una larga exposición de la madera a la atmósfera [28]. La tabla 1.10 muestra las propiedades de la madera.

Tabla 1.10: Propiedades de las maderas más comunes a temperatura ambiente

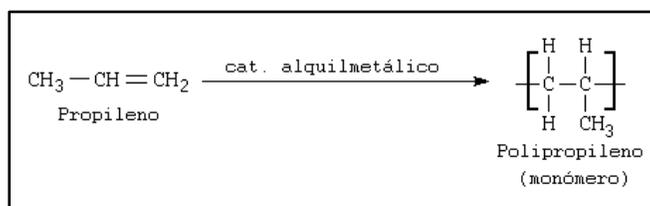
Madera		Densidad (g/cm^3)	Módulo de elasticidad (Gpa)	Resistencia a la tracción (Gpa)
Abeto Douglas (12% de humedad)	Paralelo al grano	0.46 - 0.50	10.8 - 13.6	108
	Perpendicular al grano		0.54 - 0.68	2.4
Roble colorado (12% de humedad)	Paralelo al grano	0.61 - 0.67	11.0 - 14.1	112
	Perpendicular al grano		0.55 - 0.71	7.2

Adaptado de: Londoño D [28].

1.9 Polipropileno

El polipropileno es un termoplástico semicristalino que se produce polimerizando propileno en presencia de un catalizador estéreo específico. Tiene múltiples aplicaciones, por lo que es considerado como uno de los productos termoplásticos de mayor desarrollo en el futuro. Es un producto inerte, totalmente reciclable, su incineración no tiene ningún efecto contaminante, y su producción tecnológica es la de menor impacto ambiental [32].

Figura 1.11: Polimerización del propileno en presencia de catalizadores alquilmetálicos



Fuente: Polimerización del polipropileno [33].

1.9.2 Propiedades del polipropileno

Las propiedades físicas, químicas y mecánicas del polipropileno le permiten ser aplicado en una amplia variedad de productos formados mediante procesos de extrusión o de inyección [4]. La densidad del polipropileno, está comprendida entre 0.90 y 0.93 gr/cm³. Por ser tan baja permite la fabricación de productos ligeros.

El polipropileno es el plástico más ligero y ofrece un y ofrece un buen equilibrio entre propiedades térmicas (mayores que el polietileno) y químicas. Se caracteriza principalmente por tener una excelente resistencia a la flexión, una buena resistencia a las fisuras por tensión, excelente resistencia química, buena resistencia al impacto por encima de los 0 ° C, buena estabilidad térmica, baja densidad y bajo costo de producción [4].

Las moléculas del polipropileno forman cadenas largas y estables, con altos pesos moleculares, que es aquel que le confiere sus propiedades. Entre otras propiedades importantes a mencionar es que posee una gran capacidad de recuperación elástica, un alto punto de fusión, y no funde por debajo de los 160 ° C [5].

2 Desarrollo experimental

Introducción

En el presente capítulo se describe el procedimiento experimental utilizado en el desarrollo del proyecto. Así como se detalla los materiales, equipos y métodos utilizados.

2.1 Diseño experimental

El diseño de experimentos consiste en determinar cuáles pruebas se deben realizar y de qué manera, proporcionar evidencias objetivas que permitan responder las interrogantes planteadas, y de esta manera clarificar los aspectos inciertos de un proceso para resolver un problema o lograr mejoras [34].

En general, cuando se requiere mejorar un proceso existen dos maneras básicas de obtener información necesaria para ello: una es observar o monitorear vía herramientas estadísticas, hasta obtener señales útiles que permitan mejorarlo; se dice que esta es una estrategia pasiva. La otra manera consiste en experimentar, es decir, hacer cambios estratégicos y deliberados al proceso para provocar dichas señales útiles. Al analizar los resultados del experimento se obtienen las pautas a seguir, que muchas veces se concretan en mejoras sustanciales del proceso [34].

2.2 Diseño de cuadro latino

El diseño de cuadro latino es un diseño de bloques con un factor experimental y dos variables de bloqueo. En este tipo de diseño, la muestra de sujetos se estratifica en función de dos variables de clasificación y, posteriormente, se aplican los distintos tratamientos dentro de cada bloque. En consecuencia se combinan tres dimensiones de variación: la debida a los tratamientos y las dos dimensiones de variación debidas a las dos variables de bloqueo, las cuales coinciden con las filas y columnas de una matriz cuadrada o de doble entrada. Cada una de estas dimensiones actúa en k niveles. El procedimiento de bloqueo permite obtener muestras de sujetos muy

homogéneas, con lo cual se reduce en gran medida la varianza de error asociada a las diferencias individuales y se incrementa la precisión en la estimación de los efectos de la variable en tratamiento [35].

2.2.1 Ventajas

Este diseño exige que la variación entre los niveles de la variable de bloqueo deben ser máxima (significante) [36].

- Provee una mejor estimación del error experimental
- Mejora la precisión
- Hace que el experimento sea más eficiente
- Controla dos fuentes de variación

2.3 Principio y características del diseño

Para el presente estudio experimental se empleó el diseño de cuadro latino, debido a que tres fuentes de variabilidad, un factor principal y dos factores de bloque [36]:

- Cada uno de los factores tiene el mismo número de niveles k
- Cada nivel de factor principal aparece una vez en cada fila y una vez en cada columna
- No hay interacción entre los factores

El diseño de cuadro latino se puede definir como una modalidad de diseño factorial fraccionado que tiene la misma cantidad de factores y de niveles, en el que las interacciones se consideran nulas.

En el diseño de cuadro latino las condiciones de tratamiento se reducen a 9 lo que constituye una réplica de $1/3$ del total de combinaciones que se derivan del correspondiente diseño factorial. A continuación en la siguiente figura 2.1 se muestra el diseño de cuadro latino de 3×3 mediante una matriz de doble entrada [35].

Figura 2.1: Representación del diseño de cuadro latino de 3x3 mediante una matriz de doble entrada

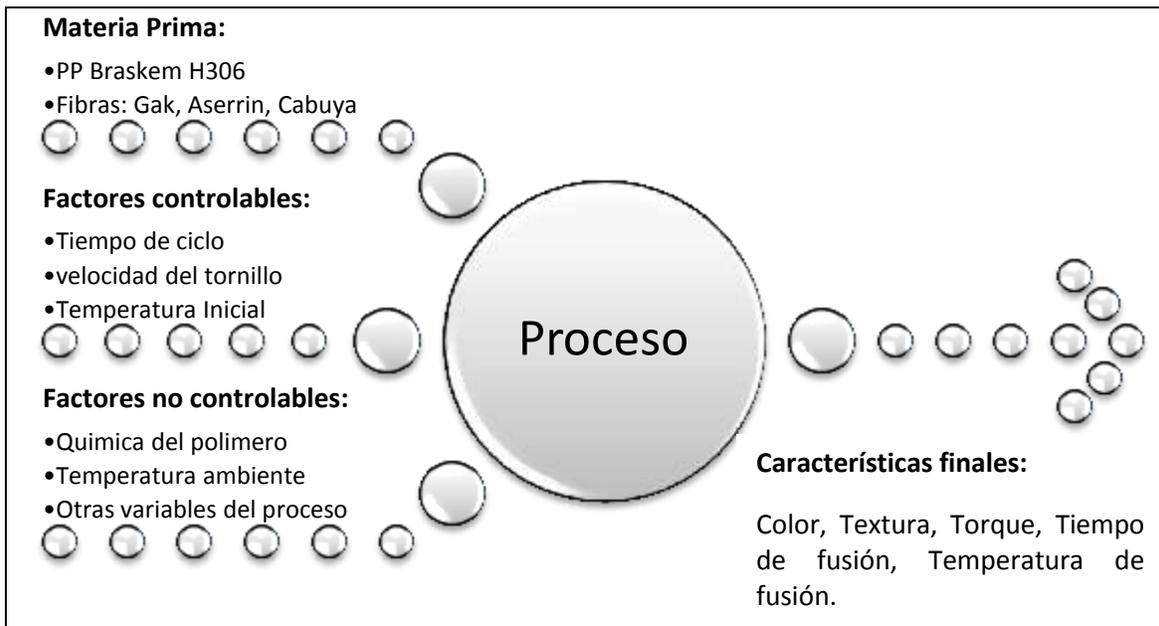
	C_1	C_2	C_3
B_1	A_1	A_2	A_3
B_2	A_2	A_3	A_1
B_3	A_3	A_1	A_2

Fuente: Balluerka N; Vergara A [35].

2.4 Descripción del desarrollo experimental

Las actividades del desarrollo experimental se realizaron en diferentes etapas. La etapa más importante y a la que se dedicó más tiempo es a la planeación, debido a que esta etapa se analiza métodos, proceso y desarrollos para que la investigación sea óptima. En esta etapa se realiza investigaciones preliminares que permiten entender y delimitar de manera clara las variables que intervienen en el desarrollo experimental. Cada una de estas variables reflejara al final un resultado eficaz de las pruebas realizadas. Con la consecución de la planeación se da inicio al presente proyecto y proceso de experimentación. La intervención directa de cada uno de los factores, controlables y no controlables en el proceso permitirán obtener resultados óptimos que mejoren las características finales. Las variables y factores de las siguientes etapas, se describen mediante la figura 2.2

Figura 2.2: Factores y variables del proceso experimental



Adaptado de: Gutiérrez H.; De la Vara R [34].

2.5 Materiales y equipos utilizados

El objetivo fundamental del presente proyecto es desarrollar de manera experimental blends (mezclas) de polipropileno con fibras vegetales lignocelulósicas, para lo cual se ha elegido experimentar según previa planificación las fibras de Bambú (GAK), Aserrín y Cabuya. A continuación se describe los materiales y equipos utilizados en la experimentación.

2.5.1 Materiales

En el presente apartado se describe las características de los materiales que se han utilizado para el desarrollo de la parte experimental del proyecto.

2.5.1.1 Polipropileno Braskem H306

El polipropileno en forma de pellets Braskem H306 fue empleado como matriz polimérica, debido a que presenta una excelente procesabilidad para la extracción de fibras, posee estabilidad de fundido e impermeabilidad al olor y sabor [37]. La tabla 2.1 muestra algunas

de sus propiedades principales. Así también la figura 2.3 muestra el polipropileno en mención.

Tabla 2.1: Propiedades del polipropileno Braskem H306

	Valor	Unidades	Norma
Propiedades Físicas			
<i>Índice de fluidez (230 °C/2.16 kg)</i>	15	<i>g/10 min</i>	ASTM D1238
<i>Densidad</i>	0.905	<i>g/cm³</i>	ASTM D792
Propiedades Mecánicas			
<i>Resistencia a la tracción</i>	33	<i>Mpa</i>	ASTM D638
<i>Elongación a la rotura</i>	13	<i>%</i>	ASTM D638
<i>Módulo de flexión</i>	1300	<i>Mpa</i>	ASTM D790
Propiedades térmicas			
<i>Temperatura de deflexión térmica a 0.45KPa</i>	94	<i>° C</i>	ASTM D648
<i>Temperatura de reblandecimiento(Punto vicat)</i>	153	<i>° C</i>	ASTM D1525

Fuente: Braskem PP H 306 [37].

Figura 2.3: Polipropileno Braskem H 306



Fuente: Autor

2.5.1.2 Fibra de Bambú (GAK)

El bambú es una planta cuyo crecimiento es muy rápido; puede alcanzar su madurez en aproximadamente cuatro años y medio a cinco [38].

La fibra GAK utilizada para los ensayos de experimentación fue proporcionada por el centro de investigación de desarrollo de nuevos materiales y procesos de transformación de la Universidad Politécnica Salesiana. Las mismas que estaban debidamente tratadas, y poseían un diámetro promedio 0.2mm y una longitud de entre 4 y 5mm. La figura 2.3 muestra la fibra utilizada.

Figura 2.4: Fibra de Bambú (GAK)



Fuente: Autor

2.5.1.3 Aserrín

En la experimentación se empleó partículas de aserrín como fibra proveniente de madera. Esta se encontraba previamente seca por lo que se procedió al tamizaje respectivo para que toda la fibra empleada en la experimentación sea homogénea. El tamizaje se realizó con una malla N° 60 la cual permitió obtener fibras semejantes para la experimentación.

Figura 2.5: Fibras de madera (aserrín)



Fuente: Autor

2.5.1.4 Cabuya

La cabuya es una planta nativa del país que tiene una densidad de 1.3 g/cm^3 y se encuentra a lo largo del callejón interandino, es una planta que crece de forma silvestre o es cultivada en los valles y laderas de los Andes, esta pertenece a la familia de las Agaváceas [39]. La fibra que es extraída de la hoja de la cabuya (*Furcraea andina*) es utilizada para diferentes aplicaciones, entre las más comunes es el uso de cordelería y fabricación de sogas.

Tabla 2.2: Características físicas de la fibra de cabuya

Características	Valor
<i>Longitud</i>	80 - 120 cm
<i>Color</i>	Habano
<i>Brillo</i>	Opaco
<i>Textura</i>	Dura
<i>Absorción color</i>	Superficial
<i>Absorción humedad</i>	Mala
<i>Punto de fusión</i>	No se funde
<i>Resistente a la luz solar</i>	Regular

Adaptado de: Tamayo N [39].

La fibra de cabuya que se ha utilizado en la experimentación proviene del mercado artesanal la Rotary, las cuales se encontraban previamente secas por lo que se procedió a cortar en longitudes promedio de 2 a 4mm, luego se procedió al tamizaje respectivo para mantener una longitud y diámetros promedio.

Figura 2.6: Fibra de cabuya



Fuente: Autor

2.5.1.5 Anhídrido maleico (MAPP)

El anhídrido maleico es un compuesto orgánico adecuada para la producción de muchas otras sustancias. Esto es debido a la reactividad del doble enlace en combinación con los dos grupos carbonilo [40].

El MAPP se encuentra en forma de granzas amarillentas. Su estructura molecular es similar a PP, pero con grupos de anhídrido maleico injertados en la cadena principal. Este permite una adhesión entre la matriz PP y el refuerzo que es la fibra, mejorando el acople de estos componentes y aumentando la resistencia de la mezcla [4].

Figura 2.7: Anhídrido maleico (MAPP)



Fuente: Autor

2.5.2 Equipos

A continuación se describe las características y funcionalidad de cada uno de los equipos que se ha utilizado para la experimentación.

2.5.2.1 Balanza analítica digital

La balanza analítica digital que se ha utilizado es de marca METTLER TOLEDO, que nos permite pesar hasta en miligramos con una precisión de 0,0001g, la misma pesa hasta una capacidad máxima de 220g. Además posee aplicaciones que le permiten realizar un recuento de piezas, pesaje en porcentaje, pesaje dinámico, estadístico y otros. El equipo se encuentra en los laboratorios de Biotecnología de la Universidad Politécnica Salesiana sede Cuenca.

Figura 2.8: Balanza analítica digital



Fuente: Balanzas analíticas ML [41].

2.5.2.2 Tijeras

Para realizar el corte de la se utilizó una tijera de marca hunter, que permitió establecer el corte de la fibra en longitudes promedio, en especial la última que fue cabuya con la cual se realizó el último ensayo.



Fuente: Autor

2.5.2.3 Tamizador

Para el proceso de tamizaje se utilizó el tamizador de marca Advantech Duratap, ubicado en los laboratorios de Biotecnología de la Universidad Politécnica Salesiana. Para la obtención de la fibra mediante el tamizador se requirió diferentes tipos de mallas hasta lograr obtener la fibra de malla 60 requerida para el desarrollo de la experimentación.

Figura 2.9: Tamizador Advantech Duratap



Fuente: Autor

2.5.2.4 Mallas de tamizaje

Para la obtención de la fibra se requirieron mallas adicionales las cuales permitieron filtrar de mejor manera. Para el desarrollo de la experimentación, las mallas que se utilizaron son: malla 8, malla 10, malla 14, malla 20, malla 40, y malla 60, donde se obtuvo la fibra requerida para la experimentación.

Figura 2.10: Mallas de tamizaje



Fuente: Autor

2.5.2.5 Horno Universal Memmert SNB – 400

El horno universal Memmert modelo SNB – 400 es apropiada para una gran cantidad de actividades posee un rango de temperatura de + 50 °C a 300 °C. La unidad de calentamiento combina avanzada tecnología, un funcionamiento perfecto y la comodidad en su uso. Posee una amplia gama de aplicaciones en la industria, la ciencia y la medicina [42]. Este está ubicado en el área de química analítica en el interior de los laboratorios de Biotecnología de la Universidad Politécnica Salesiana, construido con un alto índice de calidad por lo que es altamente resistente a la corrosión debido al acero inoxidable con el cual es construido tanto la cámara de trabajo como en la carcasa que lo recubre por lo que su limpieza es

sumamente fácil. La carga máxima de la muestra por bandeja es de 30 kg, y la carga máxima en la cámara es de 90 kg. La figura 2.10 muestra el Horno Universal Memmert.

Figura 2.11: Horno Universal Memmert



Fuente: Autor

2.5.2.6 Analizador Halógeno de Humedad HB43-S

El Analizador Halógeno de Humedad HB43-S sirve para determinar el contenido de humedad de prácticamente cualquier sustancia, así como el calentamiento uniforme de la superficie de la muestra.

El equipo trabaja según el principio termogravimétrico. Al inicio de la medición el analizador de humedad determina el peso de la muestra, donde la muestra se calienta rápidamente con la unidad de calentamiento halógeno integrado y la humedad se evapora. Durante la desecación el equipo calcula continuamente el peso de la muestra y visualiza la pérdida de humedad. Una vez concluida la desecación se visualiza, como resultado final, el

contenido de humedad de la muestra [41]. El equipo fue facilitado por el laboratorio de Biotecnología de la Universidad Politécnica Salesiana. La figura 2.11 muestra el equipo utilizado.

Figura 2.12: Analizador Halógeno de Humedad HB43-S



Fuente: Autor

2.5.2.7 Plastógrafo Brabender

El plastógrafo Brabender, es un dispositivo para la continua observación del par de torsión en el corte de un polímero con un rango de temperaturas y velocidades de corte. El dispositivo registra lubricación, plasticidad, degradación (quemadura), curado, cizallamiento y estabilidad de la temperatura [43]. Posee un motor digital de 3.8 KW con un rango de medición del par de 200 Nm, y un rango de velocidad de 0,2 a 150 min^{-1} . La aplicación práctica que se desarrolla con los extrusores Brabender son los siguientes [44]:

- Desarrollo de recetas
- Ensayo de materiales
- Control de calidad paralelo a la producción
- Optimización del proceso de producción
- Producción a escala de muestras de laboratorio para futuras investigaciones

Este es el equipo principal de la experimentación donde se realizó todos los ensayos para la obtención de blends de polipropileno y fibras naturales. Este es de procedencia alemán cuya marca es Brabender que referencia a su creador, el cual nos permite definir diferentes parámetros de procesamiento de los polímeros, entre los cuales están: Torque, tiempo de degradación a una temperatura establecida, temperatura y velocidad optima de trabajo, entre otros. El equipo fue facilitado por el laboratorio de Ensayo de polímeros de la Universidad Politécnica Salesiana sede Cuenca. La figura 2.12 muestra el equipo utilizado.

Figura 2.13: Plastografo Brabender

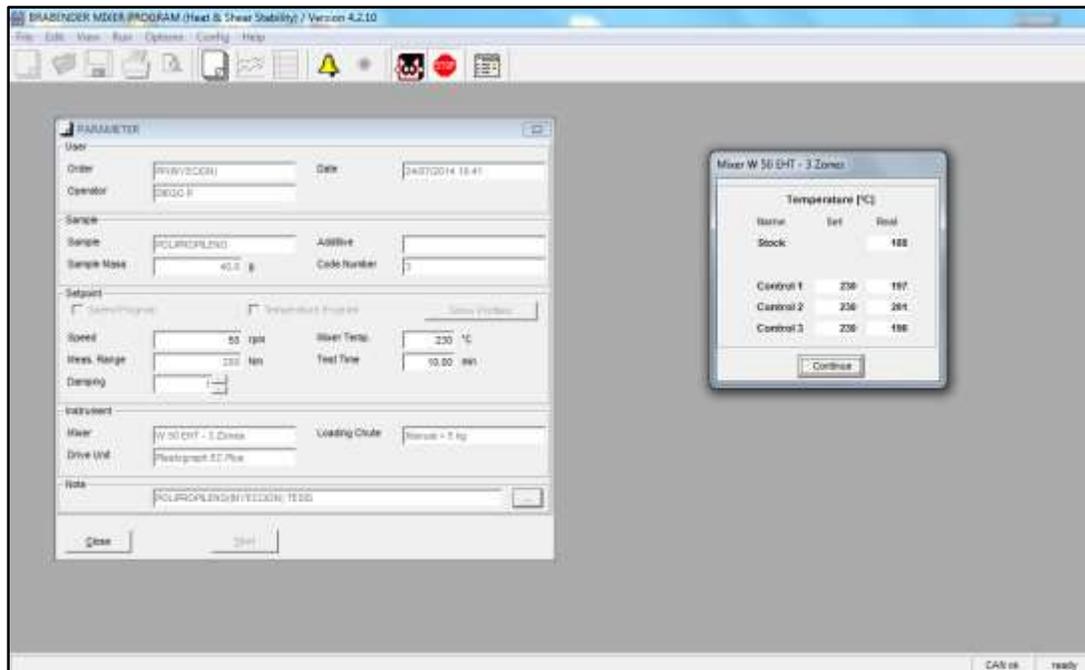


Fuente: Brabender [44].

Para la introducción de datos y parámetros de procesamiento del desarrollo experimental, se utilizó el software denominado WINMIX el cual funciona paralelamente con el plastografo. Mediante este programa se ingresaron los datos de entrada del polipropileno y

la fibra de refuerzo para la obtención del compuesto natural. La figura 2.13 muestra el entorno del programa WINMIX utilizado.

Figura 2.14: Entorno del programa WINMIX



Fuente: Autor

3 Obtención de Blends de polipropileno con fibras naturales

Para la obtención de blends (mezclas) de polipropileno con fibras naturales lignocelulósicas se utilizaron: Bambú o caña guadua (GAK), aserrín (pino y laurel), y cabuya. El homopolímero utilizado como matriz es el polipropileno Braskem H306, seleccionado por sus características de procesabilidad.

3.1 Proceso de obtención

Para la elección de los porcentajes de matriz y fibra a utilizar se realizó ensayos preliminares, que permitieron establecer un porcentaje adecuado para la experimentación, además con la base en el desarrollo de otras experimentaciones similares realizadas por otros autores como P.V. Joseph, Kuruvilla Joseph, entre otros, se establecieron los porcentajes y parámetros a utilizar en el desarrollo de la experimentación. A continuación se describe el porcentaje de utilización de la matriz polimérica y cada una de las fibras en el desarrollo de la experimentación.

Para el proceso de experimentación se estableció una masa total de 35g, donde están incluidos el PP virgen y cada una de las fibras anteriormente descritas. Para el porcentaje de utilización de cada fibra se ha determinado el 20%, 30%, y 40%, debido a que estos porcentajes se han utilizado en investigaciones similares y permiten diagnosticar de mejor manera las propiedades y resultados requeridos. En la tabla 3.1 se muestra los porcentajes de refuerzo utilizado en la mezcla PP - Fibra

Tabla 3.1: Porcentajes de refuerzo utilizado en la mezcla PP - Fibra

Matriz	Fibra de refuerzo	%
PP	Bambú(GAK)	20,30,40
	Aserrín	20,30,40
	Cabuya	20,30,40

Fuente: Autor

Para una mejor adhesión e interacción entre la matriz y la fibra de refuerzo, se ha empleado el Anhídrido maleico, conocido como MAPP para el desarrollo experimental con el polipropileno, el cual mejora el acople de la matriz y fibra a experimentar y por consiguiente en teoría aumenta las propiedades de la mezcla. A continuación en la tabla 3.2 se observa los porcentajes de fibra de refuerzo y MAPP utilizados en la experimentación.

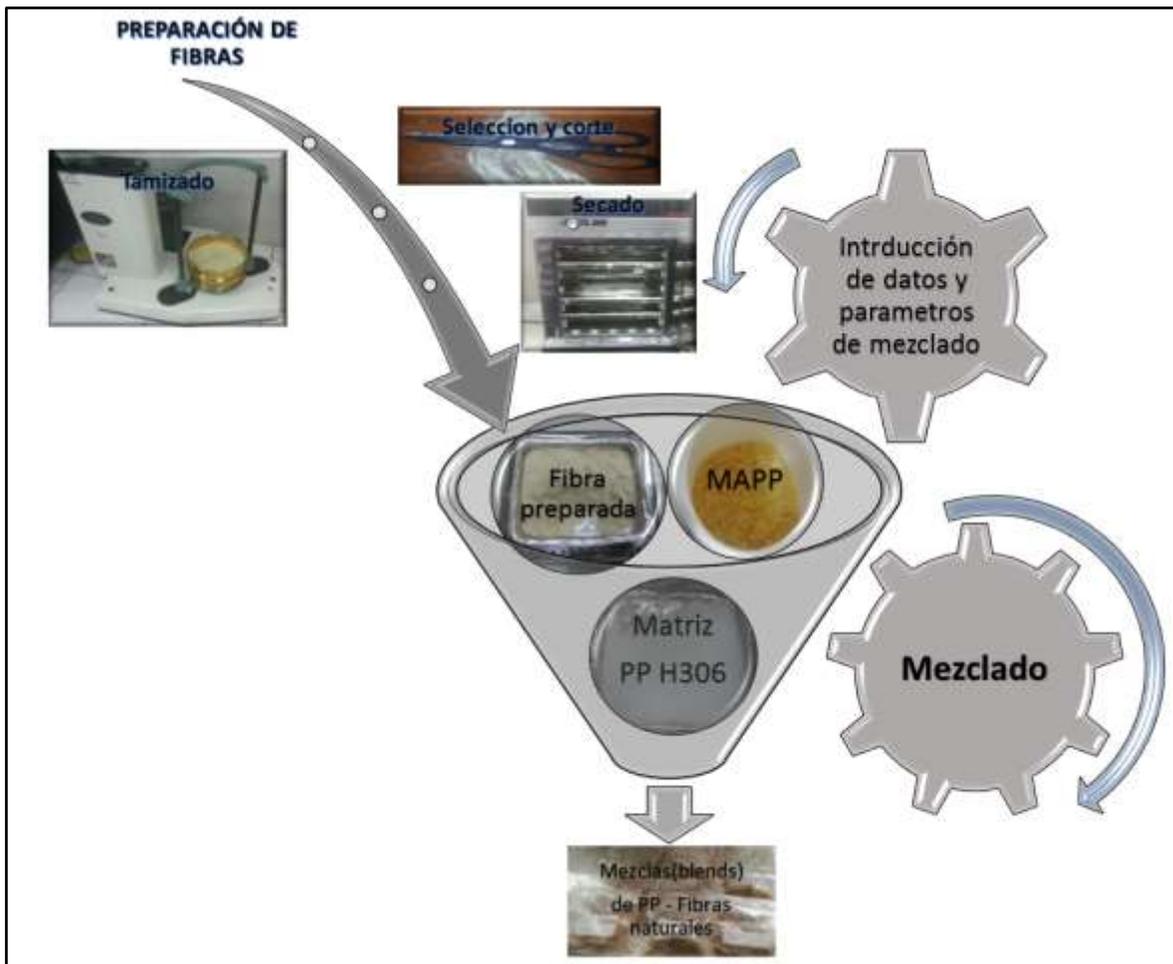
Tabla 3.2: Porcentajes de fibra de refuerzo y MAPP utilizados en la experimentación

Blends(mezclas) PP + Fibras Lignocelulósicas		
<i>Matriz</i>	<i>% Fibra de refuerzo (GAK,ASERRIN,CABUYA)</i>	<i>% MAPP en peso de refuerzo</i>
PP	20	2
	30	4
	40	6

Fuente: Autor

Con la inclusión del anhídrido maleico(MAPP) en la mezcla PP - fibra, la cantidad de masa a mezclar de cada una de los elementos a experimentar varía de acuerdo al porcentaje de la fibra y el MAPP. Para el inicio de la experimentación en primera instancia se procedió a procesar las fibras, para lo cual se realizó el corte y selección de fibras para posteriormente realizar el tamizado de acuerdo a la norma ASTM E – 11/95 y finalmente se predio al secado en el horno universal MEMMERT. Con las fibras preparadas se procedió al mezclado para la obtención de las mezclas. Dicho proceso se muestra en la figura 3.1 proceso de obtención de mezclas (blends) de PP – Fibra.

Figura 3.1: Proceso de obtención de mezclas (blends) de PP - Fibra



Fuente: Autor

3.2 Compuesto de PP - Bambú (GAK)

Para la obtención de la mezcla PP - bambú (GAK) se estableció que la fibra estaba por debajo de un 5% de humedad, debido a que fue dotada por el centro de investigación de desarrollo de nuevos materiales y procesos de transformación quienes determinaron que fue previamente tratada, además de encontrarse almacenada con un componente químico llamado silica - gel el cual permite que esta no adquiera humedad. Con este particular se estableció los siguientes datos de mezclado, los cuales se describen en la tabla 3.3

Tabla 3.3: Peso de los componentes de la mezcla en función del porcentaje de la fibra de refuerzo GAK y MAPP

Componentes	% MAPP	% Fibra de refuerzo		
		20	30	40
		Peso (g)		
<i>PP</i>	-	28	24.5	21
<i>GAK</i>		7	10.5	14
<i>PP</i>	2	27,86	24,29	20,72
<i>GAK</i>		7	10,5	14
<i>MAPP</i>		0,14	0,21	0,28
<i>PP</i>	4	27,72	24,08	20,44
<i>GAK</i>		7	10,5	14
<i>MAPP</i>		0,28	0,42	0,56
<i>PP</i>	6	27,58	23,87	20,16
<i>GAK</i>		7	10,5	14
<i>MAPP</i>		0,42	0,63	0,84

Fuente: Autor

Como se observó el peso en gramos que se utilizó para cada uno de los componentes varía de acuerdo al porcentaje de la fibra de refuerzo y al porcentaje de MAPP utilizado. Se puede apreciar que la experimentación se realiza en dos fases; la primera en la que no se utiliza agente de acople por lo tanto el peso de los componentes a utilizar solo están en función del porcentaje de la fibra de refuerzo, y en la segunda fase donde se incluye el agente de acople, por lo que el peso de los componentes están en función del porcentaje de la fibra de refuerzo y el porcentaje de MAPP, los cuales determinan que el peso de cada uno de los componentes varíe de acuerdo a estos porcentajes. El tiempo establecido para la experimentación es de 10 minutos, tiempo en el que el Plastografo determina; tiempo del torque máximo, torque máximo de la mezcla, y temperatura final de la mezcla. La tabla 3.4 muestra los resultados obtenidos.

Tabla 3.4: Resultados de la mezcla PP – GAK

Porcentajes %	Mezcla PP – GAK		
	Tiempo (min)	Torque máx. (Nm)	Temperatura (°C)
20	1,7	45,5	162
30	1,73	43,055	164,8
40	1,47	47,75	163,4

Porcentajes %	Mezcla PP - GAK - 2%MAPP		
	Tiempo (min)	Torque máx. (Nm)	Temperatura (°C)
20	1,63	46,205	160,5
30	1,37	48,905	159
40	1,83	45,745	163,5

Porcentajes %	Mezcla PP - GAK - 4%MAPP		
	Tiempo (min)	Torque máx. (Nm)	Temperatura (°C)
20	1,27	38,425	163,3
30	1,2	40,495	162,8
40	1,57	33,41	165,9

Porcentajes %	Mezcla PP - GAK - 6%MAPP		
	Tiempo (min)	Torque máx. (Nm)	Temperatura (°C)
20	1,23	39,345	163,8
30	1,3	45,155	162,8
40	1,7	34,92	164,2

Fuente: Autor

Los resultados de la mezcla PP – GAK muestran que la experimentación varía de acuerdo al porcentaje de la fibra de refuerzo y al porcentaje del MAPP empleado. Los resultados obtenidos se detallaran con más exactitud en el capítulo análisis de resultados. En la figura 3.2 se observa la mezcla obtenida.

Figura 3.2: Mezcla PP – GAK obtenida



Fuente: Autor

3.3 Compuesto de PP – Aserrín

En la obtención de la mezcla PP – Aserrín se ha procedido de manera similar al proceso de obtención de la mezcla PP – GAK, los resultados obtenidos permitieron realizar un análisis que compara propiedades y características de las mezclas en las mismas condiciones de mezclado.

En el desarrollo de la experimentación se procedió en primera instancia a medir el porcentaje de humedad de la fibra de aserrín en el analizador Halógeno de Humedad modelo HB43-S, los resultados obtenidos denotaron que este contiene un porcentaje elevado de humedad del 32% aproximadamente por lo que se procedió al secado inmediato de la fibra en el horno universal de macar MEMMERT ubicado en el laboratorio de biotecnología de la Universidad Politécnica Salesiana sede Cuenca. El secado de la fibra se realizó a una temperatura de 120 °C por un tiempo aproximado de 1h, proceso con el cual se obtuvo una humedad por debajo del 5% valido para la experimentación. En la tabla 3.5 se observa el peso de los componentes de la mezcla en función del porcentaje de la fibra de refuerzo.

Tabla 3.5: Peso de los componentes de mezcla en función del porcentaje de la fibra de refuerzo Aserrín y MAPP

Componentes	% MAPP	% Fibra de refuerzo		
		20	30	40
		Peso (g)		
<i>PP</i> <i>Aserrín</i>	-	28 7	24,5 10,5	21 14
<i>PP</i> <i>Aserrín</i> <i>MAPP</i>	2	27,86 7 0,14	24,29 10,5 0,21	20,72 14 0,28
<i>PP</i> <i>Aserrín</i> <i>MAPP</i>	4	27,72 7 0,28	24,08 10,5 0,42	20,44 14 0,56
<i>PP</i> <i>Aserrín</i> <i>MAPP</i>	6	27,58 7 0,42	23,87 10,5 0,63	20,16 14 0,84

Fuente: Autor

Como se puede apreciar en la tabla 3.5 los pesos y porcentajes utilizados para la experimentación con fibra de aserrín son similares a los utilizados en la mezcla con GAK, debido a que se realiza la comparación de propiedades, por lo cual sus porcentajes y pesos utilizados en la mezcla no deben cambiar para diferenciar sus características. De la misma manera que en la experimentación con GAK la mezcla se realiza en dos fases, en la primera fase no se utiliza ningún agente de acople por lo tanto el peso de los componentes a utilizar en la mezcla están en función del porcentaje de la fibra, mientras en la segunda fase se incluye el agente de acople MAPP, donde los componentes de la mezcla están en función del porcentaje de la fibra de refuerzo y del porcentaje de MAPP. El tiempo de mezclado es de 10 minutos, tiempo en el cual el Plastografo determina las propiedades de la mezcla PP – Aserrín. En la tabla 3.6 se muestra los resultados obtenidos de la mezcla PP – Aserrín.

Tabla 3.6: Resultados de la mezcla PP – Aserrín

Porcentajes %	Mezcla PP – Aserrín		
	Tiempo (min)	Torque máx. (Nm)	Temperatura (°C)
20	0,87	56,215	162,4
30	1,1	53,565	161,9
40	0,97	59,345	162,2

Porcentajes %	Mezcla PP - Aserrín - 2%MAPP		
	Tiempo (min)	Torque máx. (Nm)	Temperatura (°C)
20	1,27	59,98	161,1
30	1,23	43,110	163,4
40	1,07	38,685	164

Porcentajes %	Mezcla PP - Aserrín - 4%MAPP		
	Tiempo (min)	Torque máx. (Nm)	Temperatura (°C)
20	1,43	40,73	163,4
30	1,3	36,820	163,9
40	1,53	39	164,2

Porcentajes %	Mezcla PP - Aserrín - 6%MAPP		
	Tiempo (min)	Torque máx. (Nm)	Temperatura (°C)
20	1,43	41,865	162,6
30	1,47	37,040	163,6
40	1,5	34,46	164,1

Fuente: Autor

Al realizar una comparación breve de resultados obtenidos entre las mezclas de PP – GAK y PP – Aserrín, se observa que existe una considerable diferencia en el torque máximo de cada una. Esto debido a la diferencia en sus características como densidad, peso, resistencia entre otros lo cual permite la variación en sus resultados en comparación con otra fibra. En la figura 3.3 se observa la mezcla PP – Aserrín obtenida.

Figura 3.3: Mezcla PP – Aserrín obtenida



Fuente: Autor

3.4 Compuesto de PP – Cabuya

La última fibra que se experimentó en este proceso de análisis es Cabuya, o conocida como agave, el proceso de experimentación se realizó igual al de las fibras anteriormente descritas, donde se evaluó el porcentaje de humedad que contiene la fibra realizando la medición en el analizador Halógeno de Humedad modelo HB43-S. Donde se determinó un valor elevado de humedad de 21,62 % aproximadamente por lo que se procede al secado de la fibra en el horno universal de macar MEMMERT ubicado en el laboratorio de biotecnología de la Universidad Politécnica Salesiana sede Cuenca. La fibra de cabuya al igual que la fibra de aserrín se secó a una temperatura de 120 °C por un tiempo aproximado de 1h, proceso donde se obtuvo una humedad por debajo del 5% valido para la experimentación y proceso de mezclado. La tabla 3.7 muestra el peso de los componentes de la mezcla en función del porcentaje de la fibra de refuerzo y el agente de acople.

Tabla 3.7: Peso de los componentes de la mezcla en función del porcentaje de la fibra de refuerzo Cabuya y MAPP

Componentes	% MAPP	% Fibra de refuerzo		
		20	30	40
		Peso (g)		
<i>PP</i>	-	28	24.5	21
<i>Cabuya</i>		7	10.5	14
<i>PP(g)</i>	2	27,86	24,29	20,72
<i>Cabuya</i>		7	10,5	14
<i>MAPP</i>		0,14	0,21	0,28
<i>PP</i>	4	27,72	24,08	20,44
<i>Cabuya</i>		7	10,5	14
<i>MAPP</i>		0,28	0,42	0,56
<i>PP</i>	6	27,58	23,87	20,16
<i>Cabuya</i>		7	10,5	14
<i>MAPP</i>		0,42	0,63	0,84

Fuente: Autor

De manera similar a las mezclas con GAK y Aserrín, la cabuya también contiene el mismo porcentaje de fibra de refuerzo y MAPP, de igual manera los pesos de los componentes a mezclar son iguales a los de las fibras ya antes mencionadas.

Al igual que en la experimentación con GAK y Aserrín se realiza en dos fases con el objetivo de comparar las propiedades de las fibras. En la primera fase no se utiliza ningún agente de acople, por lo tanto el peso de los componentes a utilizar en la mezcla solo están en función del porcentaje de la fibra de refuerzo, mientras en la segunda fase se incluye el agente de acople MAPP, por lo que el peso de los componentes de la mezcla están en función del porcentaje de la fibra de refuerzo y del porcentaje de MAPP. El tiempo de mezclado también se realiza en 10 minutos igual que en las experimentaciones anteriores, para al final comparar y determinar sus resultados. La tabla 3.8 muestra los resultados obtenidos en la mezcla PP – Cabuya

Tabla 3.8: Resultados de la mezcla PP - Cabuya

Porcentajes %	Mezcla PP – Cabuya		
	Tiempo (min)	Torque máx. (Nm)	Temperatura (°C)
20	1,47	49,345	165,7
30	1,73	47,685	166,7
40	2,03	40,75	166,9

Porcentajes %	Mezcla PP - Cabuya - 2%MAPP		
	Tiempo (min)	Torque máx. (Nm)	Temperatura (°C)
20	1,57	45,915	165,3
30	1,53	43,950	165,4
40	1,83	43,735	166,9

Porcentajes %	Mezcla PP - Cabuya - 4%MAPP		
	Tiempo (min)	Torque máx. (Nm)	Temperatura (°C)
20	1,37	39,965	162
30	1,4	40,780	165,3
40	2,03	35,05	167,3

Porcentajes %	Mezcla PP - Cabuya - 6%MAPP		
	Tiempo (min)	Torque máx. (Nm)	Temperatura (°C)
20	1,57	39,4	163,6
30	1,9	35,380	164,6
40	1,27	37,18	166,9

Fuente: Autor

Con la experimentación de la última fibra se realiza una comparación de resultados en la cual se observa que existe una considerable diferencia en el torque máximo de las fibras experimentadas. Esta diferencia se da debido a las características únicas de cada fibra como densidad, peso, resistencia entre otros, permitiendo así una variedad aplicaciones importantes. Con el registro de resultados se puede interpretar que las características individuales de las fibras influyen directamente en la resistencia al torque de acuerdo al porcentaje de MAPP empleado. Permitiendo así ser determinantes en la elección de

aplicaciones específicas. Estas aplicaciones pueden ser muy importantes dentro del campo industrial. En la figura 3.4 se observa la mezcla PP – Cabuya.

Figura 3.4: Mezcla PP – Cabuya obtenida



Fuente: Autor

4 Análisis de resultados

En el presente capítulo se analiza los resultados obtenidos en el capítulo 3. Los cuales se determinan mediante un diseño de cuadro latino, el cual determina la influencia del porcentaje de MAPP en la resistencia al torque, tiempo y temperatura de degradación de los materiales compuestos con polipropileno y fibras naturales.

El análisis estadístico se realizó con el software SPSS, utilizado en las ciencias sociales y proyectos de investigación. Es conocido por su capacidad para trabajar con grandes bases de datos y un sencillo interface para la mayoría de los análisis [45].

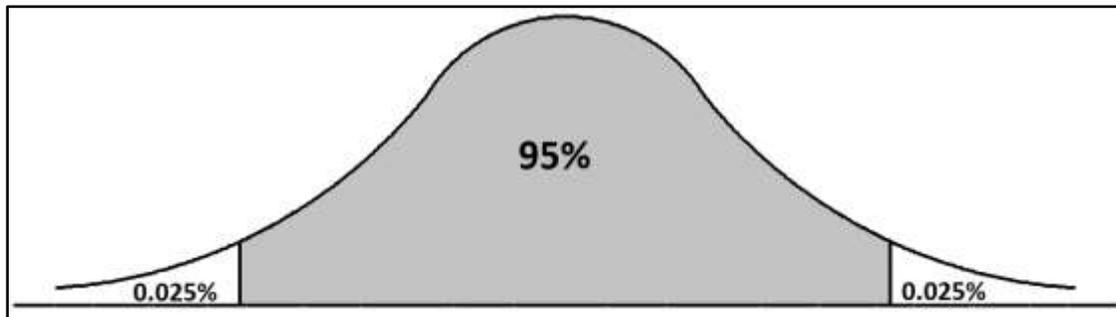
En el análisis no se consideró las variables como: temperatura ambiente, humedad del ambiente, procedencia específica de la matriz, Fibras, y otras variables presentes en el desarrollo de la experimentación.

Para el estudio se determinó un nivel de confianza que permitió aceptar o rechazar la hipótesis nula $[H_0]$ y alternativa $[H_1]$. Dicho nivel juega un valor preponderante en el análisis con un intervalo de confianza del 95% y un margen de error de 0.05%. En la figura 4.1 se muestra el nivel de confianza y el margen de error utilizado en el análisis.

Si P valor > 0.05 → Hipótesis nula = $[H_0]$

Si P valor < 0.05 → Hipótesis alternativa = $[H_1]$

Figura 4.1: Curva de nivel de confianza



Fuente: Moore, D [46].

4.1 Análisis de Torque:

Hipótesis:

Hipótesis nula = $[H_0]$

Hipótesis alternativa = $[H_1]$

$\mu_1 = \text{GAK}$

$\mu_2 = \text{Aserrín}$

$\mu_3 = \text{Cabuya}$

En el análisis de las hipótesis se consideró las medias (μ) de resistencia al torque. En la hipótesis nula $[H_0]$ se observó que el porcentaje de MAPP no influye en la resistencia al torque de las fibras debido a que el valor de las medias (μ) no son iguales, por lo tanto se rechazó la primera hipótesis y se analizó la hipótesis alternativa $[H_1]$ la cual refleja diferencia de las medias (μ) en todas las fibras, por lo que se determinó que el porcentaje de MAPP influye en la resistencia al torque. En la tabla 4.1 se muestra los valores de torque máximos obtenidos en los ensayos.

$H_0 = \mu_1 = \mu_2 = \mu_3 \rightarrow$ [El % de MAPP no influye en la resistencia al torque]

$H_1 = \mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3 \rightarrow$ [El % de MAPP influye en la resistencia al torque]

Tabla 4.1: Torque máximo de las fibras

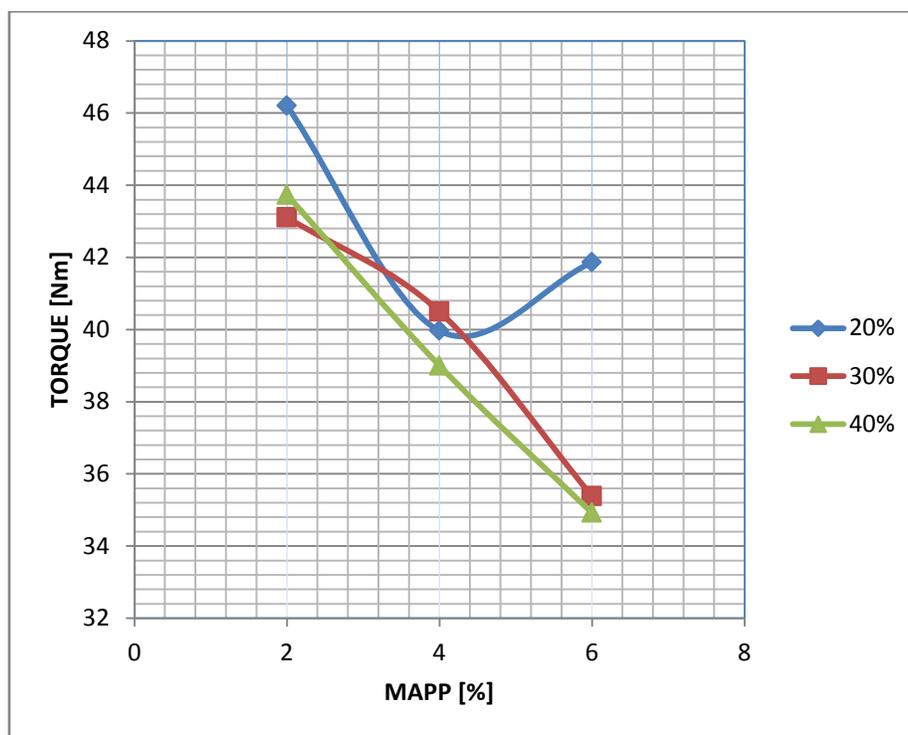
% Fibra	CUADRO LATINO			% MAPP
		1	2	
1 - 20%				
2 - 30%				
3 - 40%				
% MAPP				
1 - 2%	1	46,205 _A	39,965 _C	41,865 _B
2 - 4%	2	43,11 _B	40,495 _A	35,38 _C
3 - 6%	3	43,735 _C	39 _B	34,92 _A

A = GAK
B = Aserrín
C = Cabuya

Fuente: Autor

Como se observa en la tabla 4.1 el torque de las fibras varía de acuerdo al porcentaje de MAPP empleado. La principal característica que se aprecia es que el torque máximo se establece con un 20% de fibra y 2% de MAPP. En la figura 4.2 se observa el torque máximo de las fibras.

Figura 4.2: Curvas de resistencia al torque de las fibras



Fuente: Autor

Como se mencionó y se observa en la figura 4.2 el par máximo para las fibras experimentadas se establecieron con un 20% de fibra y 2% de MAPP. El par máximo disminuye cuando se aumenta el porcentaje de fibra y MAPP. Como se puede apreciar para los siguientes porcentajes de fibra y MAPP empleados en la experimentación, las curvas del par máximo decrecen de manera notoria. La figura 4.3 muestra los resultados estadísticos del P valor significativo, el cual ratifica que el MAPP tiene un efecto relevante en el proceso.

Figura 4.3: Resultados estadísticos del P valor significativo del Torque

Pruebas de los efectos inter-sujetos					
Variable dependiente: Torque					
Origen	Suma de cuadrados tipo III	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Modelo corregido	74,899 ^a	2	37,449	6,127	,036
Intersección	14776,428	1	14776,428	2417,575	,000
MAPP	74,899	2	37,449	6,127	,036
Error	36,673	6	6,112		
Total	14888,000	9			
Total corregida	111,571	8			

a. R cuadrado = ,671 (R cuadrado corregida = ,562)

Variable independiente →

Fuente: Autor

La figura 4.3 muestra que el torque es la variable dependiente, es decir depende de los valores del porcentaje de MAPP, dichos porcentajes afectan al torque debido a que el valor significativo o P valor es $0.036 < 0.05$ por lo tanto se rechazó la hipótesis nula y se ratificó que el porcentaje de MAPP influye en el torque de las fibras con un 95% de confianza. La figura 4.4 muestra el torque de las fibras en relación con el porcentaje de MAPP empleado. Dónde:

En la abscisa “X”

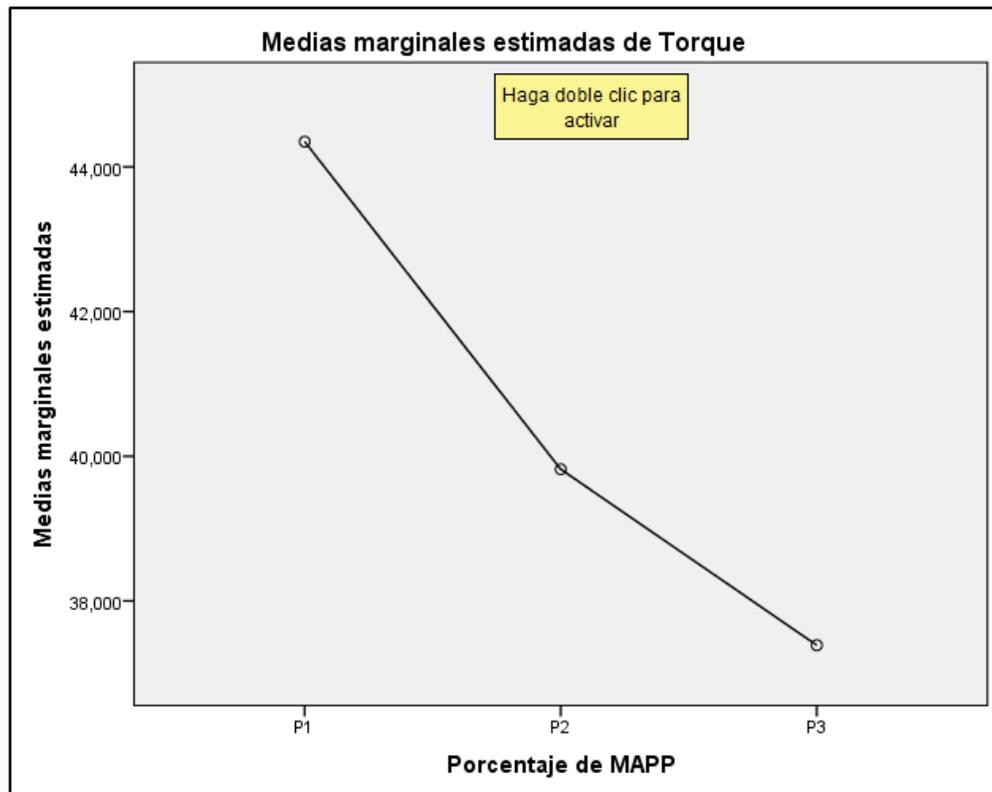
P1 = 2% MAPP

P2 = 4% MAPP

P3 = 6% MAPP

En la ordenada “Y” torque de las fibras.

Figura 4.4: Torque Vs. Porcentaje de MAPP en SPSS



Fuente: Autor

4.2 Análisis de tiempo de fusión

Hipótesis:

Hipótesis nula = $[H_0]$

Hipótesis alternativa = $[H_1]$

$\mu_1 = \text{GAK}$

$\mu_2 = \text{Aserrín}$

$\mu_3 = \text{Cabuya}$

$$H_0 = \mu_1 = \mu_2 = \mu_3 \rightarrow \text{[El \% de MAPP no influye en el tiempo de fusi3n]}$$

$$H_1 = \mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3 \rightarrow \text{[El \% de MAPP influye en el tiempo de fusi3n]}$$

En el an3lisis de las hip3tesis planteadas se consider3 las medias (μ) del tiempo de fusi3n de las fibras experimentadas. En la hip3tesis nula H_0 se observ3 que el valor de las medias (μ) del tiempo de fusi3n son iguales, por lo tanto se acept3 la primera hip3tesis y se concluy3 que el porcentaje de MAPP no influye en el tiempo de fusi3n de las fibras experimentadas. En la tabla 4.3 se muestra los valores de tiempo de fusi3n obtenidos en los ensayos.

Tabla 4.2: Tiempo de fusi3n de las fibras

% Fibra		CUADRO LATINO			% MAPP
		1	2	3	
1 - 20%					
2 - 30%					
3 - 40%					
% MAPP	1	1,63 _A	1,37 _C	1,43 _B	
1 - 2%	2	1,23 _B	1,2 _A	1,9 _C	
2 - 4%	3	1,83 _C	1,53 _B	1,7 _A	
3 - 6%					

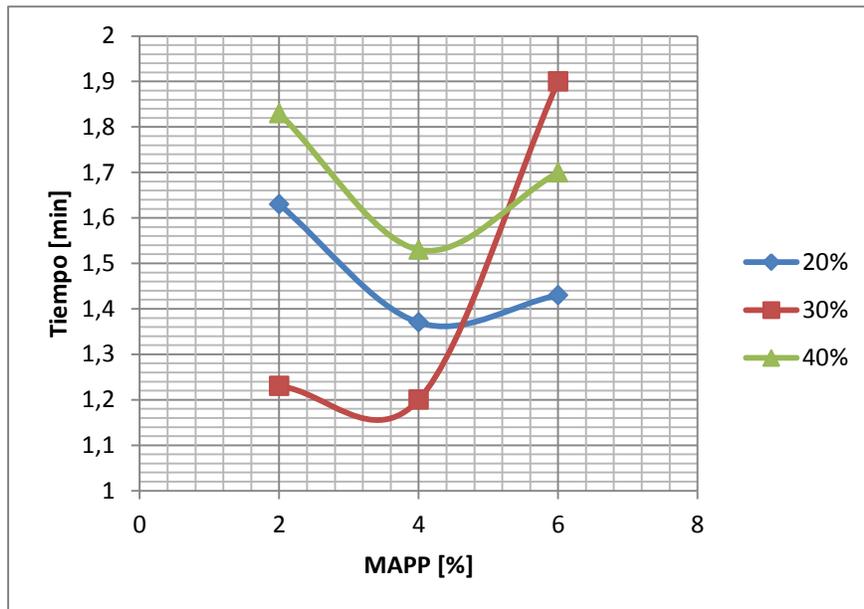
A = GAK
B = Aserr3n
C = Cabuya

Fuente: Autor

Como se observa en la tabla 4.3 el tiempo de fusi3n de las fibras varia de manera insignificante de acuerdo al porcentaje de MAPP empleado. En la figura 4.5 se muestra esta variaci3n maximizada de tiempos de fusi3n de acuerdo al porcentaje de MAPP empleado.

Los resultados obtenidos a trav3s de las pruebas estad3sticas mostrados en el cuadro de la figura 4.6, reflejan que el tiempo es la variable dependiente, es decir depende de los valores del porcentaje de MAPP, dichos valores no var3an de manera significativa por lo tanto no afecta en lo m3nimo al tiempo de fusi3n de las fibras. Estos resultados se pueden ratificar apreciando el P valor significativo que es $0.350 > 0.05$, por lo tanto se confirma la hip3tesis nula donde el porcentaje de MAPP no influye en el tiempo de fusi3n de las fibras. En la figura 4.7 se muestra el tiempo de fusi3n de las fibras en funci3n del porcentaje de MAPP empleado.

Figura 4.5: Curvas de tiempo de fusión de las fibras experimentadas



Fuente: Autor

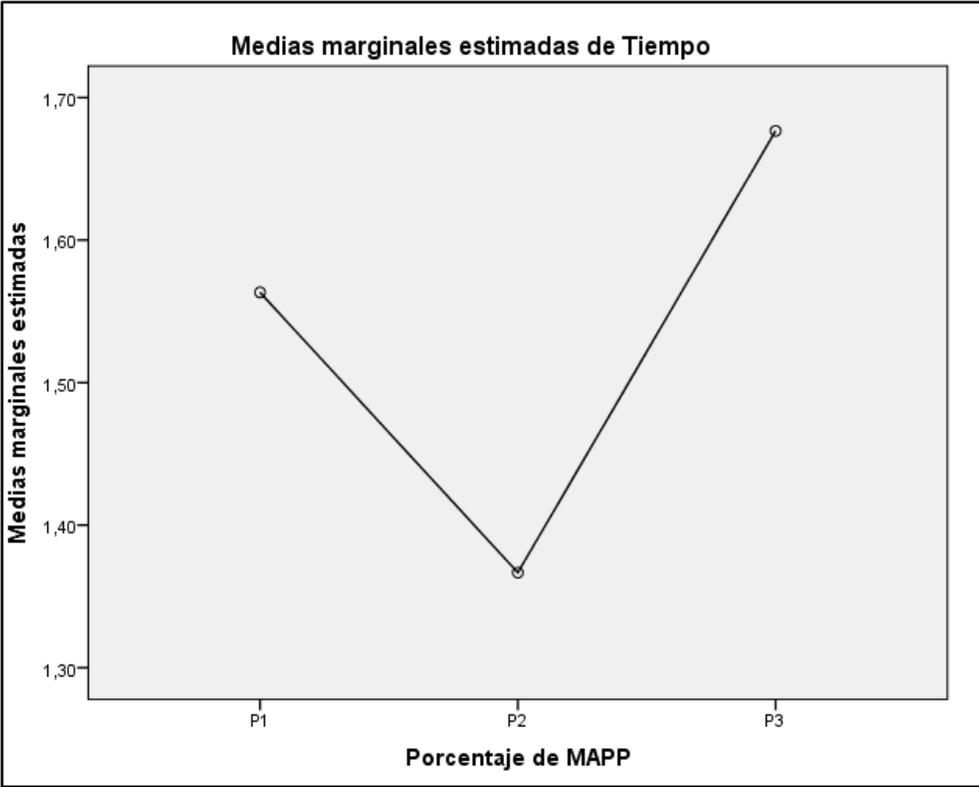
Figura 4.6: Resultados estadísticos del P valor significativo del Tiempo de Fusión

Origen	Suma de cuadrados tipo III	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Modelo corregido	,148 ^a	2	,074	1,257	,350
Intersección	21,221	1	21,221	361,317	,000
MAPP	,148	2	,074	1,257	,350
Error	,352	6	,059		
Total	21,721	9			
Total corregida	,500	8			

Variable independiente →

Fuente: Autor

Figura 4.7: Tiempo de fusión Vs. Porcentaje de MAPP en SPSS



Fuente: Autor

Abscisa “X”

P1 = 2% MAPP

P2 = 4% MAPP

P3 = 6% MAPP

Ordenada “Y” Tiempo de fusión de las fibras.

4.3 Análisis de temperatura de fusión

Hipótesis:

Hipótesis nula = [H₀]

Hipótesis alternativa = [H₁]

$$\mu_1 = \text{GAK}$$

$$\mu_2 = \text{Aserrín}$$

$$\mu_3 = \text{Cabuya}$$

$H_0 = \mu_1 = \mu_2 = \mu_3 \rightarrow$ [El % de MAPP no influye en la temperatura de fusión]

$H_1 = \mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3 \rightarrow$ [El % de MAPP influye en la temperatura de fusión]

Para el análisis de temperaturas se consideró las hipótesis planteadas, mediante los cuales se determinó los valores (μ) de temperatura fusión de las fibras experimentadas. En la tabla 4.5 se muestra los valores de temperatura de fusión obtenidos en los ensayos.

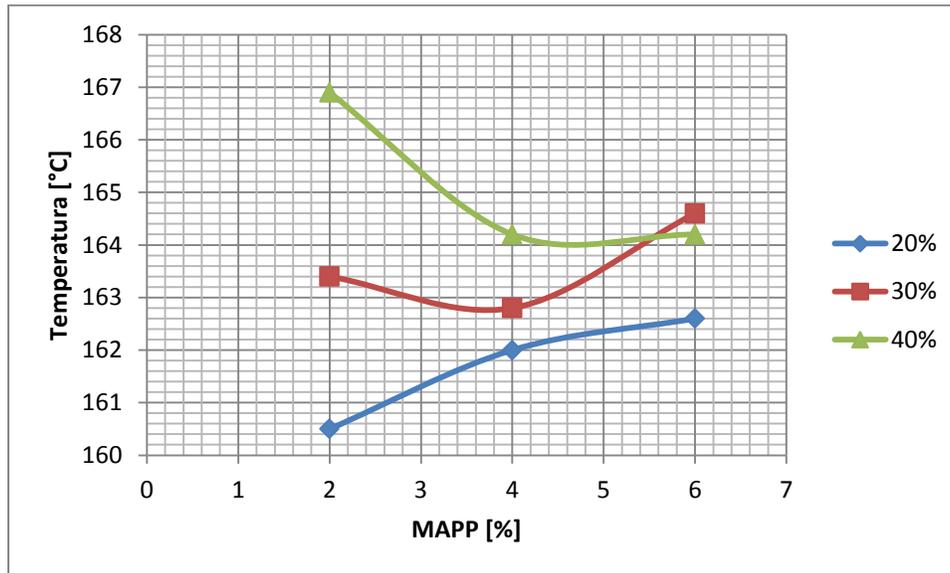
Tabla 4.3: Temperatura de fusión de las fibras

% Fibra		CUADRO LATINO			A = GAK B = Aserrín C = Cabuya
		% MAPP			
% Fibra		1	2	3	
1 - 20%					
2 - 30%					
3 - 40%					
% MAPP					
1 - 2%	1	160,5 _A	162 _C	162,6 _B	
2 - 4%	2	163,4 _B	162,8 _A	164,6 _C	
3 - 6%	3	166,9 _C	164,2 _B	164,2 _A	

Fuente: Autor

Como se aprecia en la tabla 4.5 la temperatura de fusión de las fibras varía de acuerdo al porcentaje de MAPP empleado. Esta variación es mínima de acuerdo a los valores estadísticos (μ) de temperatura de fusión. En la figura 4.8 se observa la variación de temperaturas en función del porcentaje de MAPP.

Figura 4.8: Curvas de temperatura de fusión de las fibras experimentadas



Fuente: Autor

Como se puede apreciar en la figura 4.8 con el 20% de fibra, porcentaje en el que se genera el torque máximo, se requiere una temperatura de fusión mínima, es decir que la temperatura no influye de manera significativa en la fusión PP – Fibra, al contrario mientras se incrementa el porcentaje de fibra y MAPP la temperatura de fusión aumenta y por lo tanto se requiere mayor energía de activación. Por lo que se deduce que en este caso el MAPP influye de manera negativa conforme aumenta su porcentaje. Se concluye que para que exista un torque máximo de las fibras, el porcentaje de MAPP debe ser mínimo para que no afecte significativamente en la temperatura de fusión de las fibras. Los resultados obtenidos a través de pruebas estadísticas, los cuales se aprecian en el cuadro de la figura 4.9, reflejan que la temperatura es la variable dependiente, es decir depende de los valores del porcentaje de MAPP, dichos valores (μ) no varían de manera significativa por lo tanto no afecta en lo mínimo a la temperatura de fusión de las fibras. Estos resultados se pueden ratificar apreciando el P valor significativo que es $0.880 > 0.05$, por lo tanto se confirma la hipótesis nula que manifiesta que el porcentaje de MAPP no influye en la temperatura de fusión de las fibras con el 95% de confianza. En la figura 4.10 se muestra el tiempo de fusión de las fibras en función del porcentaje de MAPP empleado.

Figura 4.9: Resultados estadísticos del P valor significativo de la temperatura de Fusión

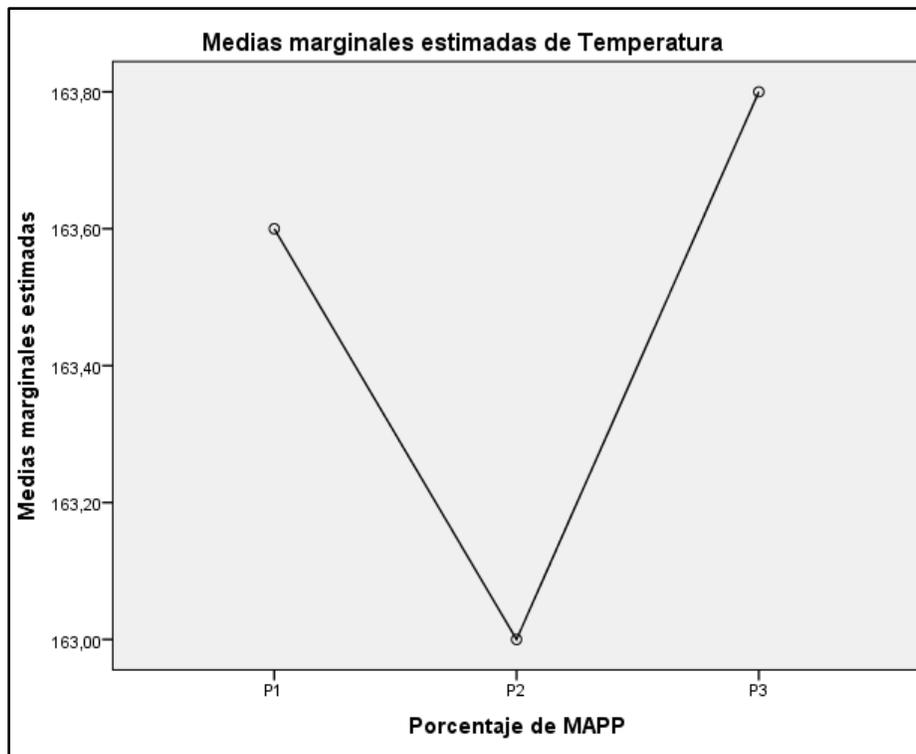
Pruebas de los efectos inter-sujetos					
Variable dependiente: Temperatura					
Origen	Suma de cuadrados tipo III	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Modelo corregido	1,040 ^a	2	,520	,124	,886
Intersección	240492,160	1	240492,160	57124,029	,000
MAPP	1,040	2	,520	,124	,886
Error	25,260	6	4,210		
Total	240518,460	9			
Total corregida	26,300	8			

a. R cuadrado = ,040 (R cuadrado corregida = -,281)

Variable independiente →

Fuente: Autor

Figura 4.10: Temperatura de fusión Vs. Porcentaje de MAPP en SPSS



Fuente: Autor

Abscisa “X”

P1 = 2% MAPP

P2 = 4% MAPP

P3 = 6% MAPP

Ordenada “Y” Temperatura de fusión de las fibras

4.4 Conclusiones

- El desarrollo experimental realizado con el agente de acople MAPP, permitió una mejora en la adhesión entre la fibra de refuerzo y el polipropileno, consiguiendo así un incremento en sus propiedades reológicas, las cuales proporcionan una mejor procesabilidad de los materiales compuestos naturales. Estas propiedades se midieron por medio del par de torsión, tiempo de fusión y temperatura de fusión.
- Los resultados reflejados en la experimentación revelan que el MAPP tiene un efecto relevante en el desarrollo de materiales compuestos con fibra natural y matriz polimérica. La principal referencia o característica es que el par de torsión o torque del compuesto aumenta en presencia del 20 % de fibra y 2% de MAPP, en relación al polipropileno puro. El par de torsión se reduce al incrementar el porcentaje de fibra y MAPP, esto debido al efecto de acoplamiento entre la fibra y el polipropileno. Por lo tanto se argumenta que la inclusión de MAPP reduce la energía necesaria para obtención del compuesto con fibra natural, y por consiguiente reduce costos de procesamiento y producción.
- El análisis realizado mediante el reómetro de torsión o Plastografo, permitió conocer el comportamiento del compuesto PP – Fibra antes de destinar el compuesto a diferentes aplicaciones y procesarlas mediante extrusión o inyección.

- El enorme desarrollo de la industria plástica ha permitido la evolución de procesos que permiten disminuir el daño ambiental al planeta, estos procesos se presentan a través de experimentaciones con matrices poliméricas y fibras naturales buscando así compuestos que puedan reemplazar a los materiales sintéticos que causan un grave deterioro ambiental.

4.5 Recomendaciones

- Durante el procesamiento de fibras impedir la incursión de humedad en las fibras con el fin de evitar resultados confusos en el proceso.
- Seleccionar el proceso apropiado que permita lograr una adecuada adhesión entre el polipropileno y la fibra de refuerzo con la finalidad de obtener las mejores propiedades del compuesto.
- En el proceso de mezclado del compuesto natural tener en cuenta los parámetros a controlar con el fin de evitar errores y daños en la obtención final del compuesto.

5 Referencias Bibliográficas

- [1] VILLAMAR, D.;GALEAS, S.;GUERRERO, V., «Materiales compuestos Lignocelulósicos,» *Revista Politécnica*, vol. 32, nº 1, p. 2, 2013.
- [2] MUTJÉ, P.;VILASECA, F.;VALLEJOS, M.E;LOPEZ, A.;PELACH, M.A, «Caracterización De Materiales Lignocelulósicos Como Carga/Refuerzos en Plasticos,» *Universidad Nacional de Misiones,Facultad de Ciencias Exactas, Quimicas y Naturales*, p. 7.
- [3] KOZLOWSKI, R.; WLADYKA-PRZYBYLAK, M., «Natural fibers, Plastics and Composites. Frederick t. Wallenberger, Norman Weston.,» *Kluwer Academic*, pp. 249 - 257, 2004.
- [4] M. E. VALLEJOS, «Aprovechamiento integral del cannabis sativa como material de refuerzo/carga del polipropileno. Tesis doctoral,» *Universidad de Girona* , 2006.
- [5] J. Páez Moscoso, «Obtencion de compuestos de polipropileno reforzado con fibras de abaca mediante moldeo por compresion». Ecuador junio 2007.
- [6] BRIEF, L., «Opportunities in Natural Fiber Composites,» Marzo 2011. Disponible en: <http://www.lucintel.com/LucintelBrief/PotentialofNaturalfibercomposites-Final.pdf>.
- [7] ALVAREZ, A.; SALGADO, R.; GARCÍA, E.; DOMÍNGUEZ, M.; GRANADOS, J.; AGUIRRE, A.; CARMONA, R.; MORALES, A.; HERRERA, P.; LICEA, A.; MENDOZA, A., «APROVECHAMIENTO INTEGRAL DE LOS MATERIALES LIGNOCELULÓSICOS,» *Revista Iberoamericana de Polimeros*, nº 2, p. 11, 2012.

- [8] R. Silva, S. K. Haraguchi, E. C. Muniz y A. F. Rubira, «Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e em compósitos,» 2009. Disponible en: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0100-40422009000300010. [Último acceso: 26 Mayo 2014].
- [9] L. Valarezo, «Obtención experimental de un material biocompuesto a base de una matriz polimérica y reforzada con fibras naturales de guadúa angustifolia proveniente del Ecuador». Ecuador junio 2013.
- [10] MIRAVETE, A.; CUARTERO, J., *Materiales compuestos*, Barcelona: Reverté, S.A, 2003.
- [11] CORRALES, F., «Modificacio de Fibras de Jute per L`elaboracio de Plàstics Reforcats.,» *Universidad Politècnica de Catalunya*, 2002.
- [12] G. MABE y M. MANDOLESI, «Propiedades Mecánicas De Mezclas De Polipropileno Y Poliestireno». San Rafael, Mendoza Patente 950-42-0056-7, 11,12 abril 2006.
- [13] AMIGÓ, V.;SALVADOR, M.;SAHUQUILLO, O., «Aprovechamiento de residuos de fibras naturales como elementos de refuerzo de materiales poliméricos,» *QUINTO CONGRESO INTERNACIONAL DE FIBRAS NATURALES*.
- [14] GOU, M., «Superficial chemical modification of natural fibres for use in reinforced plastic composites in order to improve the material recyclability,» *Chemical Industry and Environment*, vol. III, pp. 207-213, 1999.
- [15] P. Mutjé, M. Llop, F. Vilaseca, E. Busquets, M. Pèlach y A. Gandini, «DESARROLLO DE MATERIALES PLÁSTICOS REFORZADOS CON FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS,» *Congreso Iberomareicano De Investigacion En Celulosa y Papel*, pp. 2-8, 2002.

- [16] KRAUSE, E.; LUCAS, J., «Producción de materiales compuestos basados en polipropileno y fibras naturales,» *Centro de Investigación y desarrollo tecnologico para la industriaplástica(CITIP)*.
- [17] MOHANTY, A.; MISRA, M.; DRAZAL, L., «Natural fibers,» *Biopolymers and biocomposites*, 2005.
- [18] N/D, «Morfología de las plantas vasculares,» 2002. Disponible en: <http://agr.unne.edu.ar/botanica/tema12/12-5uso.htm>.
- [19] «Fibras textiles vegetales y minerales,» Disponible en: <http://www.edyn.com/CD-tex/2p/matprim/cap06/cap 06.htm>.
- [20] «Fibras Vegetales,» Disponible en: <http://www.redtextilargentina.com.ar/index.php/fibras/f-diseno/fibras-vegetales>.
- [21] «LA MADERA II. Clasificación de la madera,» Disponible en: <http://javigarciatec2eso.wordpress.com/2009/12/13/la-madera-ii-clasificacion-de-la-madera/>.
- [22] «Hardwood vs. Softwood,» Disponible en: http://www.diffen.com/difference/Hardwood_vs_Softwood.
- [23] RAMIREZ, F.; GONZALEZ, M.; MALDONADO, A.; NIVIA, J., «BAMBOO-GUADUA FIBERS FOR COMPOSITES,» *EUROPEAN CONFERENCE ON COMPOSITE MATERIALS*, p. 5, 2012.
- [24] MORALES, C., «"Validación de Parámetros para la Fabricación de Productos Derivados del Bambú, Especie Guadua Angustifolia Kunth, como Elementos Estructurales, Mediante la Aplicación de Diseño de Experimentos",» *Tesis*, p. 317, 2010.
- [25] «Género, Descripción del Bambú,» Disponible en: <http://web.catie.ac.cr/guadua/bambu.htm>.

- [26] VERDEZOTO, G., «La guadua como material alternativo de la madera estudio tecnico,» *Tesis*, 2006.
- [27] Civilgeeks.com, «La Guadua, Acero Vegetal Y Prodigio de la Naturaleza Disponible en: <http://civilgeeks.com/2011/12/07/la-guadua-acero-vegetal-y-prodigio-de-la-naturaleza/>.
- [28] LONDOÑO, D., «CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE UN COMPUESTO POLIMÉRICO REFORZADO CON FIBRAS NATURALES CORTAS DE GUADUA ANGUSTIFOLIA KUNTH (GAK),» *Tesis*, nº 7, p. 59.
- [29] BASAURE, P., «ASERRIN DE MADERA/COMPOSTA,» Disponible en: <http://www.manualdelombricultura.com/foro/dat.pl?cl=c&n=16676&>.
- [30] GRACIA, C., «La madera: estructura, función, formación y mantenimiento,» Disponible en: http://www.ub.edu/ecologia/Carlos.Gracia/PublicacionesPDF/La_madera.pdf.
- [31] «Estructura y química de la madera,» Disponible en: http://www.fing.edu.uy/iq/maestrias/icp/materiales/2010/01_Quimica_y_Estructura_de_la_madera/qyedlm4.pdf.
- [32] «POLIPROPILENO,» Disponible en: <http://www.textoscientificos.com/polimeros/polipropileno>.
- [33] «Polimerización del propileno en presencia de catalizadores alquilmetálicos,» Disponible en: <http://www.telecable.es/personales/albatros1/quimica/industria/polipropileno.htm>.
- [34] GUTIÉRREZ PULIDO, H.; DE LA VARA SALAZAR, R., *Análisis y diseño de experimentos*, Guadalajara - Mexico: McGrawHill, 2008.
- [35] BALLUERKA, N.; VERGARA, A., *Diseños de investigación experimental en psicología*, Madrid: Pearson, 2002.

- [36] U. n. d. Colombia, «Diseño experimental,» Disponible en: http://www.virtual.unal.edu.co/cursos/ciencias/2000352/html/un7/cont_703-100.html.
- [37] «Braskem PP H 306,» Disponible en: <http://catalog.ides.com/Datasheet.aspx?I=79718&E=78126>.
- [38] BOTERO, L., «REPRODUCCIÓN DE LA GUADUA ANGUSTIFOLIA POR EL METODO DE CHUSQUINES,» Disponible en: http://www.inbar.int/wp-content/uploads/downloads/2013/07/TOTEM_Propagation-of-Guadua-Angustifolia-using-the-Chusquines-method.pdf.
- [39] TAMAYO Duque, N. A., «OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ POLIÉSTER REFORZADOS CON FIBRA DE CABUYA MEDIANTE ESTRATIFICACIÓN,» *Tesis Politécnica Nacional*, p. 275, 2012.
- [40] «Anhídrido maleico,» Disponible en: http://es.wikipedia.org/wiki/Anh%C3%ADrido_maleico.
- [41] M. Toledo, «Analizador de humedad HB43 - S,» Disponible en: http://ec.mt.com/dam/product_organizations/laboratory_weighing/moisture/products/hb43_s/documentation/es/HB43-S-OI-es-11780963A.pdf.
- [42] Tecnigen, «Estufa Universal Basic Memmert UNB 400,» Disponible en: <http://www.tecnigen.cl/wp-content/uploads/2012/03/UNB-400-Memmert-Estufa-Universal-Basic-53L.pdf>.
- [43] Wikipedia, «Brabender plastograph,» Disponible en: http://en.wikipedia.org/wiki/Brabender_plastograph.

- [44] Brabender, «Plastograph® EC plus and EC,» Disponible en: <http://www.brabender.com/english/plastics/products/rheometerdrive-units/plastographr-ec-plus.html>.
- [45] Wikipedia, «SPSS,» Disponible en: <http://es.wikipedia.org/wiki/SPSS>.
- [46] MOORE, D., Estadística aplicada básica, Barcelona - España: Antoni Bosch.
- [47] W. COCHRAN y G. COX, Diseños Experimentales, Mexico: Trillas, 2008.
- [48] «Brabender,» Disponible en: <http://www.brabender.com/english/plastics/applications/profile-extrusion/extruder/plastographr-ec.html>.
- [49] FAJARDO, J., «Experiencias in the obtaining of polymeric composites reinforced with natural fiber from Ecuador,» *Ingenius: Revista de Ciencia y Tecnología*, nº 9, pp. 28 - 35, 2013.

ANEXOS

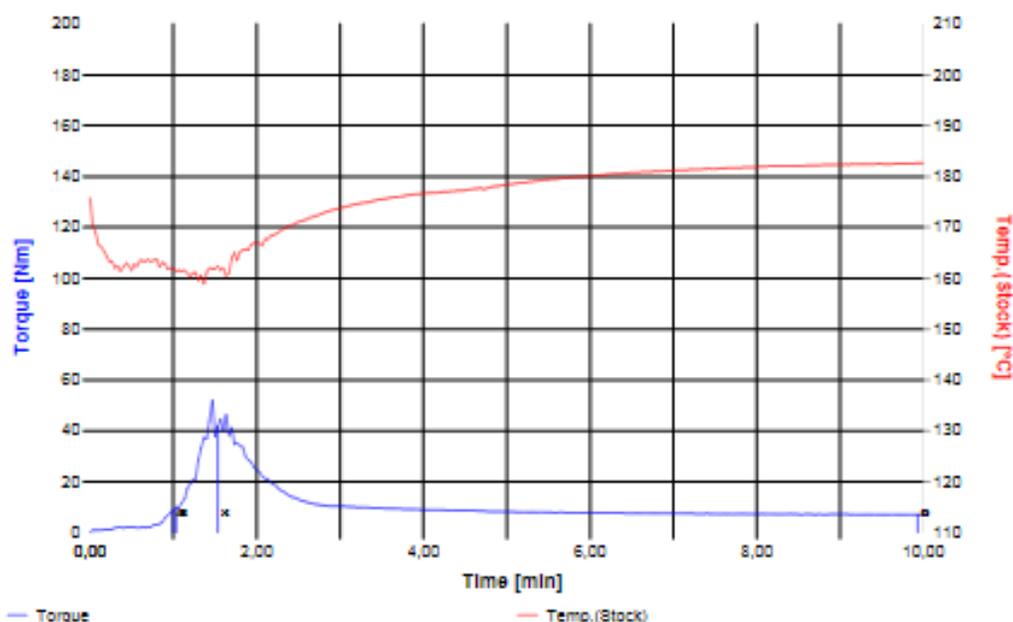
Anexo 1

Resultados obtenidos en el Plastografo

BRABENDER® Plastogram PLASTI-CORDER and Mixer Measuring Head Heat & Shear Stability / Version 4.2.10

Test Conditions

Order	: PP(FIBRA GAK+2%MAPP)	Speed	: 50 rpm
Operator	: DIEGO P.	Mixer Temp.	: 180 °C
Date	: 08/08/2014 17:19	Start Temp.	: 176 °C
Drive Unit	: Plastograph EC Plus	Meas. Range	: 200 Nm
Mixer	: W 50 EHT - 3 Zones	Damping	: 1
Loading Chute	: Manual + 5 kg	Test Time	: 10,00 min
Sample	: PP+20%GAK+2%MAPP	Sample Mass	: 35,0 g
Additive	: 2% MAPP	Code Number	: 1



Note

ENSAYO POLIPROPILENO(INYECCION)+FIBRA GAK 20% + 2% MAPP(CON RESPECTO A LA FIBRA) ----
 TESIS
 mPP=27.86g
 m20%GAK=7g
 m2%MAPP=0.14g

Name		Time [min]	Torque [Nm]	Stock Temp. [°C]
Loading Peak	A	1,00	8,5	182
Minimum	B	1,03	10,0	181
Maximum	X	1,53	41,7	182
Decomposition	D	9,93	7,0	183

Integration / Energy

Loading Peak	to	Minimum	A - B	0,1 [kJNm]
Minimum	to	Maximum	B - X	4,4 [kJNm]
Maximum	to	Decomposition	X - D	26,7 [kJNm]
Loading Peak	to	Maximum	A - X	4,5 [kJNm]
Loading Peak	to	Decomposition (W)	A - D	31,2 [kJNm]
Specific Energy (W/Sample Mass)				892,8 [kJNm/kg]

Results

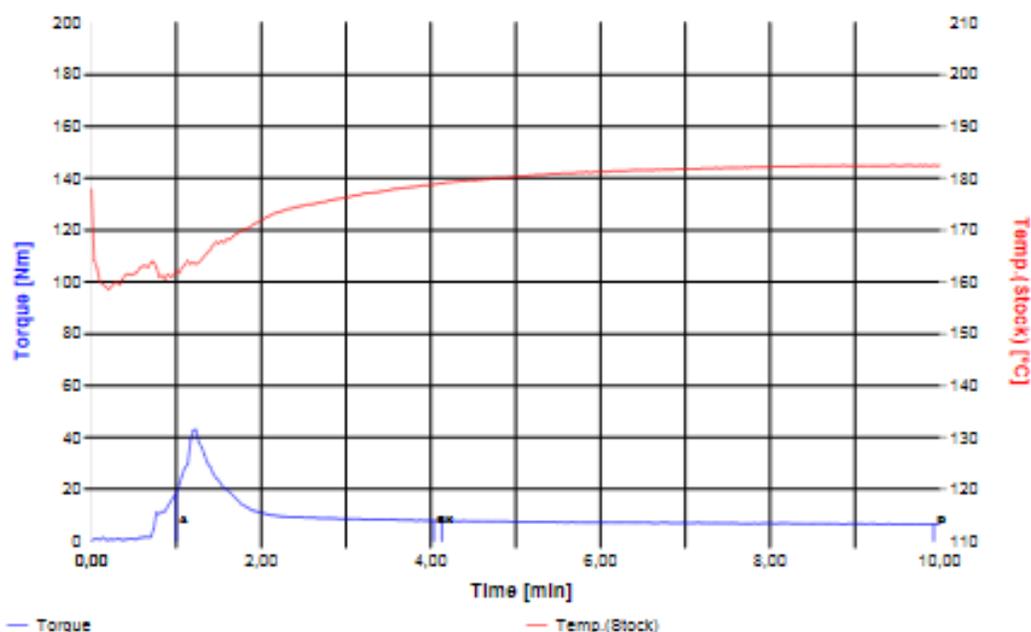
Fusion Time t	A - X	0,53 [min]
Decomposition Time tD	A - D	8,93 [min]

Anexo 2

BRABENDER™ Plastogram PLASTI-CORDER and Mixer Measuring Head Heat & Shear Stability / Version 4.2.10

Test Conditions

Order	: PP+30%ASERRIN+2%MAPP	Speed	: 50 rpm
Operator	: DIEGO P.	Mixer Temp.	: 180 °C
Date	: 02/10/2014 11:08	Start Temp.	: 178 °C
Drive Unit	: Plastograph EC Plus	Meas. Range	: 200 Nm
Mixer	: W 50 EHT - 3 Zones	Damping	: 1
Loading Chute	: Manual + 5 kg	Test Time	: 10,00 min
Sample	: E1 PP+30%ASERRIN+2%MAPP	Sample Mass	: 35,0 g
Additive	: 2% MAPP	Code Number	: 1



Note

ENSAYO 1 POLIPROPILENO(INYECCION)+30%ASERRIN+2%MAPP ---- TESIS

mPP=24.29g

m30%ASERRIN(M60)=10.5g

m2%MAPP=0.21g

Name		Time [min]	Torque [Nm]	Stock Temp. [°C]
Loading Peak	A	1,00	17,7	182
Minimum	B	4,03	7,8	179
Maximum	X	4,13	7,9	179
Decomposition	D	9,93	6,4	183

Integration / Energy

Loading Peak	to	Minimum	A - B	12,9 [kJNm]
Minimum	to	Maximum	B - X	0,2 [kJNm]
Maximum	to	Decomposition	X - D	12,8 [kJNm]
Loading Peak	to	Maximum	A - X	13,1 [kJNm]
Loading Peak	to	Decomposition (W)	A - D	25,9 [kJNm]
Specific Energy (W/Sample Mass)				740,0 [kJNm/kg]

Results

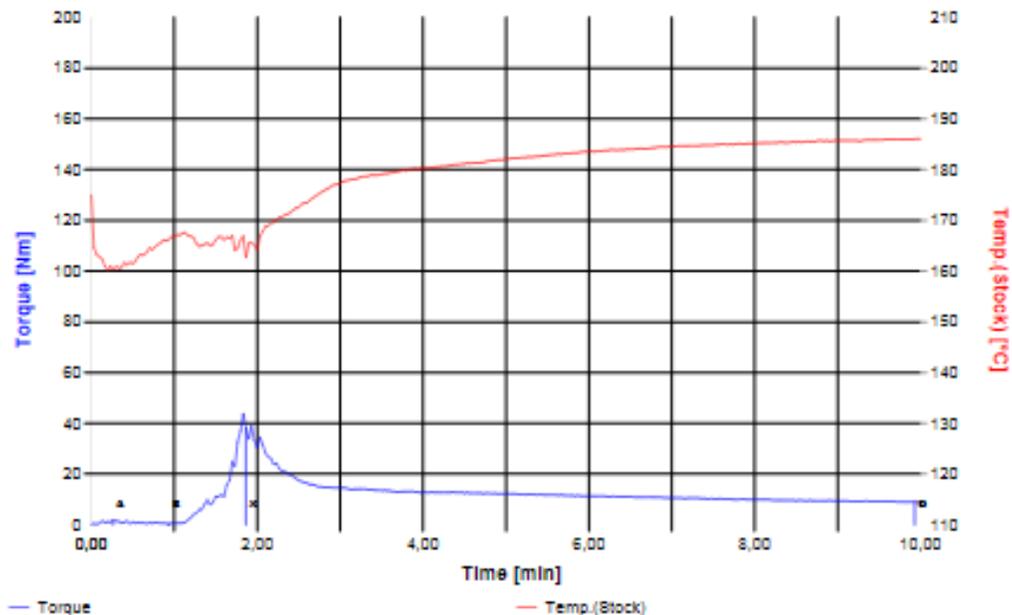
Fusion Time t	A - X	3,13 [min]
Decomposition Time tD	A - D	8,93 [min]

Anexo 3

BRABENDER[®] Plastogram PLASTI-CORDER and Mixer Measuring Head Heat & Shear Stability / Version 4.2.10

Test Conditions

Order	: PP+40% CABUYA+2% MAPP	Speed	: 50 rpm
Operator	: DIEGO P.	Mixer Temp.	: 180 °C
Date	: 31/10/2014 11:34	Start Temp.	: 177 °C
Drive Unit	: Plastograph EC Plus	Meas. Range	: 200 Nm
Mixer	: W 50 EHT - 3 Zones	Damping	: 1
Loading Chute	: Manual + 5 kg	Test Time	: 10,00 min
Sample	: E1 PP+40% CABUYA+2% MAPP	Sample Mass	: 35,0 g
Additive	: 2% MAPP	Code Number	: 1



Note

ENSAYO 1 POLIPROPILENO+40% CABUYA+2% MAPP ---- TESIS
 mPP=20.72g
 m20% CABUYA(M60)=14g
 m2% MAPP=0.28g

Name		Time [min]	Torque [Nm]	Stock Temp. [°C]
Loading Peak	A	0,27	1,7	160
Minimum	B	0,93	0,4	166
Maximum	X	1,87	36,1	163
Decomposition	D	9,93	9,0	186

Integration / Energy

Loading Peak	to Minimum	A - B	0,2 [kJNm]
Minimum	to Maximum	B - X	3,6 [kJNm]
Maximum	to Decomposition	X - D	31,9 [kJNm]
Loading Peak	to Maximum	A - X	3,8 [kJNm]
Loading Peak	to Decomposition (W)	A - D	35,7 [kJNm]
Specific Energy (W/Sample Mass)			1019,8 [kJNm/kg]

Results

Fusion Time t	A - X	1,60 [min]
Decomposition Time tD	A - D	9,67 [min]

Anexo 4

Manejo y operación del Plastografo

10 SETUP AND OPERATION

10.1 Target group



For a definition of the target group for setup and operation of the Brabender® measuring mixer, please refer to chapter 4.2.



For setup and operation of the entire measuring system, it is imperative to observe the separate instruction manuals of all other system modules* and of the mixer program WinMix.

10.2 Daily work before start of operation



If not yet done, switch on the drive unit* and the Universal Docking Station*, if applicable, by turning the isolator switch to position "I".



Check the function of the safety devices acc. to chapter 9.2.



Make sure that the interior of the mixer bowl is perfectly clean.



Make sure that the mixer blades* are locked properly.



Make sure that all control thermocouples have been mounted properly in the respective heating zones.



The feather of the control thermocouple must have a slight tension when locked.



Make sure that all control thermocouples have been connected properly to the temperature controller of the respective zone.



Make sure that all heater cables have been connected properly.



Prepare the loading chute*:

- ◆ Quick loading chute*:
 - Take the piston out of the quick loading chute* and put it beside the measuring mixer.
 - Put the quick loading chute* beside the measuring mixer.
- ◆ Pressure ram*:
 - Tilt open the pressure ram* at the conical handle.
- ◆ Pneumatic loading chute*:
 - Put the loading chute of the pneumatic loading chute* beside the mixer.



Start the mixer program WinMix at the computer*.

Anexo 5

10.3 Running a measurement

10.3.1 General remarks

	WARNING
	<p>Some Brabender[®] software programs offer the possibility of programming speed profiles. In this context, the machine system, controlled by the program, may start automatically from standstill position.</p> <p>Danger of injury, danger of damage to the machine system!</p> <ul style="list-style-type: none">➤ Never put your hands into the open measuring mixer or insert any tools into the measuring mixer when the drive unit* is connected to the mains!➤ Always disconnect the mains plug from the mains before reaching or inserting any tools into the open measuring mixer!

	CAUTION
	<p>Operation of the Brabender[®] drive unit* in "Local" mode may cause operating troubles due to wrong parameter setting.</p> <p>Danger of injury, danger of damage to the machine system!</p> <ul style="list-style-type: none">➤ In normal operation, always control the Brabender[®] drive unit* through the software (i.e. in "Remote" mode)!➤ Measurements must not be run in "Local" mode!➤ Use the "Local" mode only for short terms and only for cleaning purposes!



As many settings in the WinMix software* depend on the material to be processed and on the entire system configuration (measuring mixer, blades*, type of loading chute*), only some general instructions concerning the test procedure are given in the following.

For this reason, the program windows shown are just examples and the entries in the individual fields may vary.

If you have any questions concerning the test procedure, please do not hesitate to ask the experts of the Brabender[®] laboratory.



For running a test with the Brabender[®] measuring mixer, it is imperative to read the corresponding chapters of the separate instruction manual of the drive unit* used, of the Universal Docking Station* (if any), of the WinMix program*, and, if applicable, of the additional equipment* used as well.

Anexo 6

10.3.2 Reference test

- Before using the Brabender® measuring mixer in daily operation, it is recommended to run and record a reference curve with a stable, moisture-resistant reference material (e.g. a high-molecular polyethylene) under normal and reproducible conditions according to the instructions for running a measurement.



The first measurement run with the new instrument must be rejected.

Subsequently, run several measurements under reproducible conditions and average the results.

- Keep the reference material and the resulting diagram for the annual abrasion check!
- In order to get familiar with the instrument, it is recommended first to run tests with low viscosity, non-curing compounds and to observe the torque and the temperature development very carefully.

10.3.3 Preparations prior to test start



In case of unknown materials, determine the optimum test parameters in a preliminary test.



On the basis of the documentation of the raw material supplier, determine:

- ◆ type
- ◆ density
- ◆ softening and melting temperatures of the sample material



Determine the sample weight as follows:

$$m = V(\text{cm}^3) \cdot \rho_M(\text{g/cm}^3) \cdot K$$

with:

m = mass of the sample material

V = mixer volume: 55 cm³ with roller blades*
80 cm³ with cam blades*
70 cm³ with Banbury blades*
85 cm³ with Sigma blades*
53 cm³ with MB blades*

ρ_M = density of the sample material at ambient temperature

K = constant 0.7...0.8



The constant K is a non-dimensional coefficient which considers the optimum filling level for different dynamic loads. Usually, this factor is < 1.

For initial tests, we recommend to use K = 0.7.

Anexo 7

3

Make sure that the mixer bowl is perfectly clean and dry.

NOTICE

In case of excessive torque values due to wrong test parameters, the motor of the drive unit* is stopped automatically by the torque limitation.

- In case of unknown sample material, always first set a low speed (e.g. 20 - 30 min^{-1}).
- Select the mixer temperature so that the sample material completely melts in the measuring mixer.

4

In the WinMix program*, click the button  or select the menu "File" - "New".

⇒ The parameter window appears:

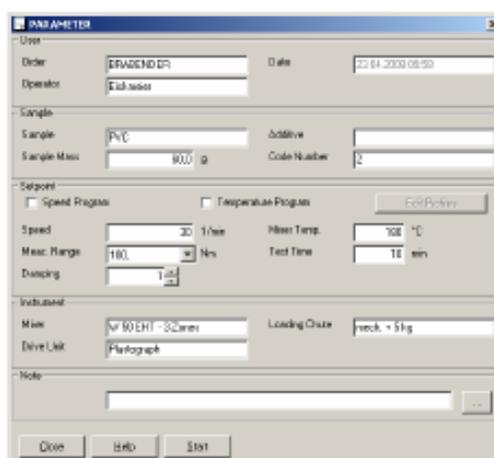


Fig. 10-1

5

Set the desired test parameters in the parameter window.



Please refer to the separate instruction of the WinMix program* concerning entry of test parameters.



In order to prevent switching-off of the drive unit* due to excessive torque, start with a low speed (20 - 30 min^{-1}).
In order to make sure that the measuring curve is recorded completely, first set a large measuring range.

Anexo 8

10.3.4 Measurement

	WARNING
	<p>When the feed opening is open and the motor drive is running, the rotating blades are accessible.</p> <p>Danger of serious injuries, entanglement hazard by mixer blades!</p> <ul style="list-style-type: none">➤ NEVER grasp into the open measuring mixer when the drive unit* is on!➤ NEVER work at the measuring mixer with open long hair or with garments hanging down (tie, scarf, shawl or the like)!

	WARNING
	<p>The hot surfaces of the measuring mixer, of the loading chute*, and of the cover of the gear unit* may reach temperatures of up to approx. 500°C.</p> <p>Even after switching off of the system, these surfaces may still be very hot for a long time.</p> <p>Risk of severe burning!</p> <ul style="list-style-type: none">➤ Always wear suitable protective gloves!➤ Always take care to keep a sufficient distance of unprotected parts of your body to the hot mixer surfaces!

1

For starting the measurement:

- ◆ Click the button  at the bottom of the parameter window or
- ◆ Click the button  in the toolbar of the program or
- ◆ Select the menu "Run" - "Start Test".

⇒ The measuring mixer is heated up now. The following window is shown in the program:



Temperature [°C]		
Name	Set	Real
Steck		178.0
Control 1	180.0	178.0
Control 2	180.0	178.0
Control 3	180.0	178.0

Fig. 10-2

2

Wait until all actual values ("Real") have reached the set values and all temperatures are constant.

Anexo 9

- 3 Make sure that the drive unit* and the Universal Docking Station* (if applicable) have been switched on.



Otherwise, system calibration is not possible.

- 4 When constant temperatures have been reached, click the field **Continue** in the window with actual and set values (see Fig. 10-2).

- ⇒ The speed is now automatically set to the nominal value set in the parameter window and the program shows a message window that the system is now being calibrated.
- ⇒ Upon calibration, the following window appears on the monitor*:



Fig. 10-3



Upon clicking the button **Start** recording of the measuring values starts immediately, otherwise, recording of the measuring values starts automatically when the torque limit shown in this window is exceeded (in the above fig.: 1 Nm).

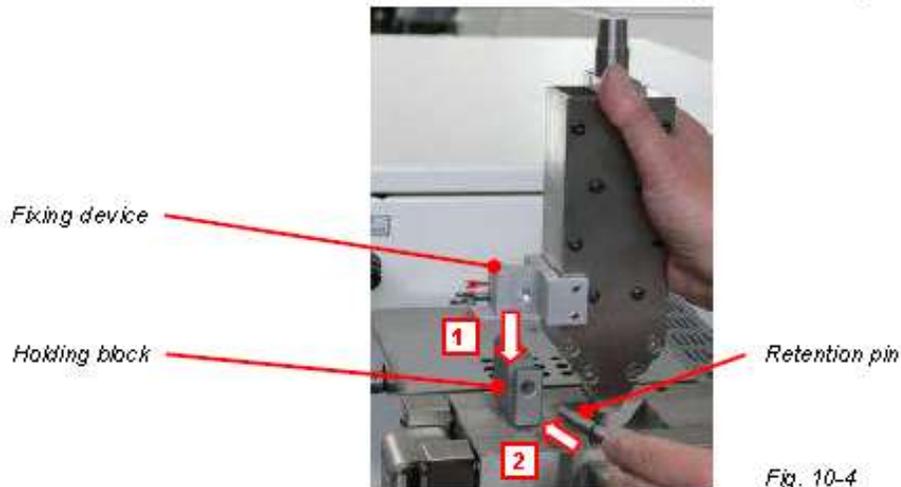
	WARNING
	<p>Risk of serious injury, entanglement hazard when feeding the sample material into the mixer with a loading device* not properly mounted or without any loading device*!</p> <ul style="list-style-type: none">➤ Only use original Brabender® loading devices*!➤ ALWAYS load the sample material with the help of a loading device* designed and permitted for this measuring mixer!➤ NEVER load any sample material directly into the Brabender® measuring mixer without any loading device*! <p>When loading the sample material with the pressure ram*, the feed opening of the measuring mixer is opened again and again.</p> <p>Risk of serious injury!</p> <ul style="list-style-type: none">➤ Take care to keep a sufficient distance of your hands to the feed opening of the measuring mixer!➤ NEVER work at the measuring mixer with open long hair or with garments hanging down (tie, scarf, shawl or the like)!

Anexo 10

5

Depending on the loading device* used, proceed as follows:

- ◆ **Quick loading chute*** (see fig. below):
 - Mount the quick loading chute* (without piston) onto the feed opening of the measuring mixer so that the fixing device of the quick loading chute* embraces the holding block on the rear wall of the measuring mixer.
 - Push the retention pin from the front side of the measuring mixer through the bores of the holding block and of the fixing device up to the limit stop.



- ◆ **Pressure ram***:
 - If the lever of the pressure ram* has not yet been lifted, tilt it open at the conical handle towards the top so as to open the feed opening of the measuring mixer.
- ◆ **Pneumatic loading chute***:
 - Mount the loading chute of the pneumatic loading chute*.



For details concerning the pneumatic loading chute*, please refer to the separate instruction manual of the pneumatic loading chute*.

Anexo 11

NOTICE	
	<p>In case of excessive torque values during material feeding, the motor of the drive unit* can be stopped automatically by the torque limitation.</p> <ul style="list-style-type: none">➤ Crush coarse and/or tenacious fractions of the sample material before loading them into the measuring mixer!➤ Screen coarse bulk material before loading it into the measuring mixer!➤ Make sure that the Brabender^o measuring mixer has completely reached full operating temperature!➤ Always carefully observe the torque signal during material feeding.➤ In case of torque values exceeding 180 Nm, slightly lift the piston of the loading chute* and the pressure ram*, respectively, until the torque has slightly lowered again.

6

Depending on the loading device* used, load the sample material as follows into the measuring mixer:

◆ **Loading with the quick loading chute*:**

- Fill the sample material into the chute of the quick loading chute* while the blades* are running.
- Insert the piston from the top into the chute of the quick loading chute*.
- Put the loading weight* onto the top of the piston of the quick loading chute*.
- Press the loading weight* down quickly and evenly with your hands.

◆ **Loading with the Brabender^o pressure ram*:**



When feeding strips into the measuring mixer, take care to always load same number and size of strips in order to obtain reproducibility.

- Fill the sample material into the feed opening of the measuring mixer while the blades* are running.
- Tilt the lever of the pressure ram* down so that the hinged piston forces the material into the measuring mixer and closes the feed opening of the measuring mixer.
- Put the loading weight* onto the supporting bolt on top of the lever of the pressure ram*.

Anexo 12

◆ Loading with the pneumatic loading chute*:



Make sure that the required pressure (max. 2.5 bars) and the piston speed have been set correctly (please refer to the separate instruction manual of the pneumatic loading chute*).

- Fill the material into the feed hopper of the pneumatic loading chute* while the blades* are running.
- Press the two buttons of the two-hand control device of the pneumatic loading chute*.
 - ⇒ The piston of the pneumatic loading chute* runs downwards.

7

Wait until the torque and the stock temperature have reached a constant level.

8

For checking the filling level of the measuring mixer, remove the loading chute* or lift the pressure ram* as follows:

WARNING	
	<p>When the feed opening is open and the motor drive is running, the rotating blades* are accessible.</p> <p>Danger of serious injuries, entanglement hazard by mixer blades*!</p> <ul style="list-style-type: none">➤ NEVER grasp into the open measuring mixer when the drive unit* is on!➤ NEVER work at the measuring mixer with open long hair or with garments hanging down (tie, scarf, shawl or the like)! <p>Danger of damage to the measuring mixer!</p> <ul style="list-style-type: none">➤ NEVER insert any objects into the running measuring mixer!

CAUTION	
	<p>Risk of injury by material that may spout out of the mixer bowl when removing the loading chute* and lifting the pressure ram*, respectively*.</p> <ul style="list-style-type: none">➤ Never look directly into the feed opening of the measuring mixer!➤ Always put on safety glasses!

Anexo 13



As soon as the loading chute* has been removed or the pressure ram* has been lifted, the torque signal must decrease by 1 - 2 %.

- ◆ If there is no decrease of the torque signal
 - ⇒ The measuring mixer is **underfilled**
- ◆ If the torque decreases by more than 2 %
 - ⇒ The measuring mixer is **overfilled**



For comparative tests with different materials, this torque decrease must always be the same!

- ◆ **Disassembly of the quick loading chute*:**
 - Take off the loading weight* towards the top and put it beside the measuring mixer.
 - Completely tear out the retention pin fixing the quick loading chute* at the holding block towards the front.
 - Lift the quick loading chute* out of the holding block and put it beside the measuring mixer.
 - ⇒ The torque signal shown on the monitor* of the computer* must immediately decrease by 1 - 2 %.
 - Take the piston out of the chute of the quick loading chute* towards the top.
 - Immediately clean the piston and the chute of the quick loading chute* with the brass brush from the accessory kit.
 - Place the piston and the chute of the quick loading chute* separately from each other (i.e. do not insert the piston into the chute) in order to accelerate cooling down of these parts.

- ◆ **Lifting the pressure ram*:**
 - Take off the loading weight* from the lever of the pressure ram* towards the top and put it beside the measuring mixer.
 - Tilt open the lever of the pressure ram* towards the top.
 - ⇒ The torque signal shown on the monitor* of the computer* must immediately decrease by 1 - 2 %.

Anexo 14

- ◆ **Disassembly of the chute of the pneumatic loading chute*:**
 - Press the two buttons of the two-hand control device of the pneumatic loading chute* in order to lift the piston.
 - ⇒ The piston is lifted.
 - ⇒ The torque signal shown on the monitor* of the computer* must immediately decrease by 1 - 2 %.
 - Unscrew and remove the two fixing screws of the chute at the front side of the pneumatic loading chute*.
 - Lift the chute the pneumatic loading chute* and take it out towards the front side.
 - Immediately clean the chute with the with the brass brush.
 - Place the chute beside the measuring mixer.



Usually, the chute is not reinserted into the pneumatic loading chute* in order to prevent excessive heating up of the chute.

9

Check the filling level of the measuring mixer visually, observing the following points:

- ◆ The blades must be completely covered by the material.
- ◆ The material layers must be compounded and shifted continuously from one blade to the other.
- ◆ However, no material may emerge through the feed opening of the mixer.

	WARNING
	<p>Danger of serious injuries, entanglement hazard <u>when reloading sample material</u> into the measuring mixer with a loading device* not properly mounted or without any loading device*!</p> <ul style="list-style-type: none">➤ ALWAYS load the sample material with the help of a loading device* designed and permitted for this measuring mixer!➤ NEVER load any sample material directly into the Brabender[®] measuring mixer without any loading device*! <p>Danger of serious injuries, entanglement hazard, and risk of damage to the measuring mixer <u>when removing sample material</u> from the measuring mixer!</p> <p>For removing sample material from the measuring mixer:</p> <ul style="list-style-type: none">➤ ALWAYS switch off the drive unit* at the isolator switch!➤ NEVER take out any material when the drive unit* is still on!➤ NEVER work at the measuring mixer with open long hair or with garments hanging down (tie, scarf, shawl or the like)!!➤ NEVER insert any objects into the running measuring mixer!

Anexo 15

10

Upon verification of the filling level, proceed as follows:

- ◆ **With an optimum filling level:** continue with step no. 11.
- ◆ **In case of underfilling:**
 - Reload sample material into the measuring mixer using the loading device* until the optimum filling level is reached.
 - Have the test continue for some more minutes.
 - Click the button  in the WinMix program*.
 - ⇒ The drive unit* is stopped automatically.
 - Press the "Stop" key  at the temperature control and display unit of the drive unit*.
 - Clean the measuring mixer.
 -  For this purpose, follow the safety instructions and the instructions in chapter 11 "Cleaning".
 - Press the "Start" key  at the temperature control and display unit of the drive unit*.
 - Start a new test with the correct amount of sample material.
- ◆ **In case of overfilling:**
 - Click the button  in the WinMix program*.
 - ⇒ The drive unit* is stopped automatically.
 - Press the "Stop" key  at the temperature control and display unit of the drive unit*.
 - Clean the measuring mixer.
 -  For this purpose, follow the safety instructions and the instructions in chapter 11 "Cleaning".
 - Press the "Start" key  at the temperature control and display unit of the drive unit*.
 - Start a new test with a reduced amount of sample material.

NOTICE

Risk of high wear of the blades* and of stoppage of the drive motor due to excessive torque!

For tests with cross-linking (curing) materials:

- **Manually stop the test shortly after the second torque maximum has been passed!**
- **Immediately remove the sample material from the mixer!**
- **Do not have the material cool down in the mixer bowl!**

Anexo 16

11

Have tests with non cross-linking materials continue until the test time preset in the parameter window has expired.



The loading chute* usually is not remounted.

⇒ Upon expiry of the preset test time, the test is stopped automatically.

⇒ The speed of the drive unit* is set to zero automatically.



Heating continues until it is switched off manually.



Cleaning of the measuring mixer must be done immediately

in order to prevent cooling down of the sample material in the measuring mixer.

Cleaning should be done as quickly as possible in order to prevent excessive cooling of the mixer bowl and of the blades*.

The longer the time needed for cleaning, the longer the time needed for reaching the previous starting conditions again.



For cleaning, please follow the instructions in chapter 11 "Cleaning".

For test evaluation, please refer to chapter 12 "Evaluation of the test" and to the separate instruction manual of the WinMix program*.