

Evolución del proceso de mercerización en un compuesto de resina poliéster y fibras de queratina

Evaluation mercerization process in a compound of polyester resin and keratin fiber

Alexander Vega Anticona¹ | Renee Caballero García² | Ricardo Neyra Casana³

RESUMEN

En este estudio, se investigó el efecto de la mercerización y el porcentaje en peso de fibra de queratina (cabello humano), sobre la resistencia a la tracción en laminados de matriz poliéster, la mercerización se realizó utilizando hidróxido de sodio a concentraciones de 0, 2.5, 5 y 10 p/v, los porcentajes en peso de fibra fueron de 2.5, 5, 10 y 15%, estos laminados se obtuvieron por el proceso manual (HLU), las dimensiones de las placas obtenidos fueron de 20 * 2.5 cm de largo y ancho, el espesor fue determinado por la cantidad de fibra utilizada, las probetas ensayadas fueron con forma de hueso, ello según la norma ASTM D638-01. De los resultados obtenidos se determinó que el tratamiento de mercerización no mejoro la resistencia a la tracción del laminado, pero el incremento del porcentaje en peso de queratina si incremento dicha propiedad. Los mayores valores de resistencia a la tracción se obtuvieron con los compuestos reforzados con 15% de fibra y sin modificación química logrando así valores promedio de 112.44 MPa de resistencia a la tracción, en cambio la matriz poliéster sin reforzar nos arrojó un valor promedio de 39.01 MPa de resistencia a la tracción. Mientras que los compuestos reforzados con fibra de queratina y con tratamiento químico de mercerización, reportaron valores muy bajos de 30.28 MPa de resistencia a la tracción, en el peor de los casos (10% de NaOH y 2.5 % en peso de fibra); este resultado refleja una disminución del 22.37% con relación a la matriz de poliéster sin reforzar.

Palabras Clave: Mercerización, Resistencia a la tracción, Porcentaje en peso de fibra

ABSTRACT

In this study, the effect of mercerising investigated and the percentage by weight of keratin fiber (human hair) on the tensile strength in laminated polyester matrix, the mercerization is performed using sodium hydroxide at concentrations of 0, 2.5, 5 and 10 w / v, the weight percentages were 2.5, 5, 10 fiber and 15%, these laminates were obtained by a manual process (HLU), the dimensions of the plates obtained were 20 * 2.5 cm length and width, the thickness determined by the amount of fiber used, the specimens tested were bone-shaped, according to this ASTM standard D638-01.

From the results it was determined that the mercerizing treatment did not improve the tensile strength of the laminate, but the increase of the weight percent increase keratin if that property. The highest values of tensile strength were obtained with the composites reinforced with 15% fiber without chemical modification achieving mean values of 112.44 MPa of tensile strength, however the matrix polyester unreinforced yielded us an average value of 3901 MPa of tensile strength. Whereas fiber reinforced composites of keratin and chemical treatment mercerizing, reported very low values of 30.28 MPa tensile strength, in the worst case (10% NaOH and 2.5% by weight of fiber); This reflects a decrease of 22.37% compared to the unreinforced polyester matrix.

Key words: Mercerising, Tensile strength, Weight percent of fiber.

I. INTRODUCCIÓN

En la actualidad, la mayoría de las tecnologías modernas requiere materiales con una combinación inusual de propiedades imposible de conseguir con los metales, las cerámicas y los polímeros convencionales. Las combinaciones de propiedades de los materiales y la gran variedad de sus valores se han ampliado, mediante el desarrollo de los llamados materiales compuestos (en la mayoría de aplicaciones industriales, plásticos reforzados). Una forma de mejorar notablemente el comportamiento mecánico de estos materiales poliméricos es el de reforzarlos con fibras ya sean estas sintéticas o naturales, constituyéndose en una variedad de los llamados: compuestos de ingeniería y compuestos ecológicos respectivamente¹. Una de las fibras de mayor usos a nivel mundial es la fibra de vidrio, está junto a la resina poliéster constituyen más del 80% del total de materiales compuestos utilizados en Latinoamérica, sin embargo, la producción de estos materiales genera un gran impacto ambiental a nuestro ecosistema, pues el consumo de energía para la fabricación de estas fibras puede llegar a ser superior al de la obtención de los metales, lo mismo pasaría en el caso de la producción de CO₂ y gases de efecto invernadero, sumado a ello está el costo relativamente alto, la poca posibilidad y disponibilidad de reciclaje que estos materiales requieren². Hoy en día la creciente sensibilidad ambiental se ha puesto de manifiesto en todas las áreas de producción, para ello existe la búsqueda de procedimientos que hagan posible el uso de las llamadas fibras naturales como el cabello (celulosa y queratina), pues éstas son biodegradables, de bajo costo, de fácil adquisición y mecánicamente viables en algunas aplicaciones industriales (donde la respuesta mecánica sea de valor medio y/o bajo) ya que se generan una enorme cantidad de residuos sólidos de cabello humano, los cuales son simplemente desechados, no teniendo en la actualidad ningún uso, lo que incrementa el problema de contaminación del planeta, sumado a lo mencionado está la creciente tendencia al uso de materiales amigables al medio ambiente de fácil degradación y/o reciclaje de estos, pues entonces vale la pena la investigación de la posible aplicación de este residuo sólido⁷. Debido a la descripción de la realidad ligada a nuestra área de interés, el presente trabajo pretende el uso de la fibra de queratina (cabello humano) como refuerzo para mejorar el comportamiento mecánico del compuesto de matriz poliéster, para lograr tal objetivo, proponemos la modificación química en su superficie mediante el uso del tratamiento de mercerización, así obtendremos un compuesto de media resistencia, durable, accesible a su uso, con expectativas de aplicación en nuestro medio y amigable con el medio ambiente lo que traería como consecuencia una importante disminución de los costos de materia prima y el uso de productos degradables,

además de ser en la actualidad el cabello un residuo sin aplicación ni uso en particular³.

I.1. Modificación química de fibras naturales

La producción de materiales compuestos poliméricos reforzados con fibras vegetales se ve limitada debido a que las fibras no tienen una buena adherencia a las resinas poliméricas, esto se debe a la naturaleza hidrofílica de las fibras, que no compatibiliza con el carácter hidrofóbico de las resinas poliméricas. Del mismo la alta capacidad de absorción de agua y de humedad, que caracteriza a las fibras vegetales, causan en ellas un hinchamiento y efectos plastificantes, dando por resultado inestabilidad dimensional y características mecánicas pobres. Otro de los inconvenientes es la presencia de sustancias cerosas y otras impurezas en la superficie de la fibra, que contribuyen a una adherencia superficial pobre⁴.

Para mejorar la adhesión de las fibras vegetales con las resinas poliméricas, surge la necesidad de realizar a la fibra tratamientos con diferentes agentes químicos para que produzcan cambios físicos y químicos de la superficie de la misma. Esta modificación puede tener como objetivos específicos de crear una superficie rugosa en la fibra, disminuir la capacidad hidrofílica de la fibra, o de injertar un radical que haga de puente de unión entre la fibra y la matriz⁵.

Un tratamiento con hidróxido de sodio para eliminar la lignina, ceras y grasas superficiales, permite la obtención de una superficie rugosa en la fibra y mejora el mojado de esta, lo cual contribuye a que aumente el número de puntos de adhesión, ofreciendo así una buena interacción mecánica fibra-resina, donde la presencia de grupos reactivos en éstas, es esencial para una alta energía interfacial^{4,6}.

Los agentes que hacen de puente de unión fibra-resina, son compuestos químicos altamente reactivos, llamados comúnmente agentes de acoplamiento; los cuales para ser usados, deben ir acompañados con disolventes orgánicos volátiles que requieren un riguroso control ambiental⁷.

I.2 Mercerización alcalina

El tratamiento alcalino modifica las características superficiales de las fibras naturales, mediante la eliminación de cierta cantidad de lignina, ceras e impurezas de la pared celular de la fibra despolimerizando la estructura celulósica inicial, y de este modo produciendo una topografía rugosa que da lugar a un mejor mecanismo de adhesión por anclaje mecánico fibra-matriz. Uno de los métodos más comunes de alcalinización, consiste en el tratamiento de las fibras con hidróxido de sodio. El hidróxido de sodio reacciona con las fibras según la siguiente reacción^{6,8}:



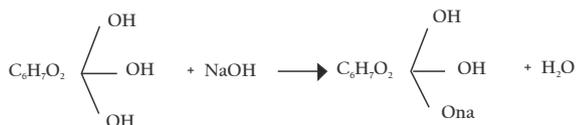


Figura N°1. Reacción de la fibra con hidróxido de sodio.

Fuente: Kurubilla y Thomas (2002)

El tratamiento con NaOH conduce a una disminución del ángulo fibrilar y a un aumento en la orientación molecular, lo cual incrementa el módulo de Young de la fibra. La concentración de la solución de NaOH, el tiempo de tratamiento y la temperatura son parámetros esenciales. Una alta concentración de NaOH puede despolimerizar la celulosa y deslignizar la fibra excesivamente lo cual puede afectar adversamente la resistencia de la fibra.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Mercerización con sosa (NaOH)

Primeramente las fibras se acondicionaron mediante dos procesos de lavado, el primero con agua destilada a 90 °C durante un tiempo de 30 minutos, y a continuación con etanol al 50 % V/V a 80 °C durante 30 minutos, con una relación de fibra – solución de 50 g/L.

Las fibras son sumergidas en soluciones al 2.5, 5, 10 % p/v de hidróxido de sodio en agua destilada, durante un tiempo de inmersión de 30 min y a una temperatura de 5 °C, manteniendo una relación fibra – solución: 50 g/L. La baja temperatura necesaria para este tratamiento se hace posible con la utilización de hielo alrededor de la cuba que contiene la solución preparada, a su vez, la cuba está contenida en una caja de teknopor que es propicia para albergar al hielo y mantenerlo por buen tiempo antes de su dilución. Posteriormente las fibras se neutralizan con un lavado en una solución al 5 % v/v de ácido acético a temperatura ambiente, esto con el fin de remover el exceso de NaOH adherido en la superficie de la fibra. Finalmente las muestras son lavadas en agua destilada hasta que las fibras muestren un pH neutro (PH=7).

Para este tratamiento se empleó 100 g de fibra, la solución que fue preparada consistió en 100 g de hidróxido de sodio disueltos en 2 L de agua destilada. Posterior al tratamiento químico de las fibras, estas son llevadas a un proceso de secado en el caso de la fibra mercerizada sus parámetros de secado son a una temperatura de 50 °C durante un tiempo de 6 horas. La dosificación de mezcla para cada probeta de tracción consistió en 20 g de resina, 2 g de estireno, 2 gotas de octoato de cobalto, y 2 gotas de peróxido metil etil cetona (el cobalto y el peróxido son dosificados usando una pipeta plástica de 3 mL). El proceso de preparación consistió en agregar el estireno y el cobalto a la resina y mezclarla homogéneamente por un

minuto, luego se le agrega el peróxido y se continúa mezclándolo homogéneamente por unos 15 segundos, seguidamente se le añade la fibra a la cual previamente se le ha impregnado con unas gotas de estireno para humectar la fibra y lograr una buena impregnación de la resina en su superficie.

2.2 Efecto de la fracción volumétrica de la fibra

La influencia de las fibras lleva consigo la definición de la fracción de volumen crítico necesario para comenzar a mejorar la resistencia del material. El volumen crítico está directamente relacionado con la regla de las mezclas, y define el mínimo volumen de fibras que tiene que haber en el compuesto para que su efecto empiece a ser eficaz⁹.

$$V_{CR} = \frac{(\sigma_{mu} - \sigma_{mf})}{(\sigma_{fu} - \sigma_{mf})} \quad \text{Ecuación 1}$$

Se puede decir, simplificado, que cuánto más alta es la fracción volumétrica de fibras en el material compuesto, mayor es el módulo de elasticidad y la resistencia y por lo tanto mejor será el desempeño del compuesto, una vez que el número de microfisuras interceptadas por las fibras será mayor, retardando la propagación de las mismas y propiciando un aumento en la tensión máxima debido al aumento de contribución de resistencia mecánica de las fibras en las propiedades mecánicas del compuesto. Esto ocurre porque el estado de esfuerzos que es impuesto a la matriz es parcialmente transferido a las fibras, que pasan a absorber parte de las tensiones internas.

$$\sigma_{cu} = \sigma_{fu} V_f + \sigma_{mu} (1 - V_f) \quad \text{Ecuación 2}$$

2.3. Moldeado de las probetas

A continuación se procede a verter la mezcla en los moldes que han sido dispuestos para ello, una vez terminada la operación de moldeado de las probetas, estas se dejan a un proceso de curado inicial a temperatura ambiente durante un periodo de 72 horas.

Sin alterar la separación grupal de las probetas realizadas después del desmolde, se realiza una operación de lijado sobre las probetas, proceso que cumple con dos objetivos: el primero es estandarizar todas las probetas a una dimensión uniforme, tanto para la longitud, como para el ancho y el espesor de las probetas; el segundo fin es alisar uniformemente las superficies exteriores de las probetas, eliminando todo tipo de muesca o cualquier tipo de rugosidad que presentan las probetas debido a las contracciones del proceso de curado, y, que de no ser eliminadas actuaran como concentradores de esfuerzos al momento de realizar el ensayo, disminuyendo los valores de resistencia de las muestras.

Para la operación de pulido se utilizó papel abrasivo de

SiC N° 100 hasta N° 400, dependiendo del grado de rugosidad que presenten las probetas, y para la calibración de dimensiones se usó Vernier.

Una vez que las probetas han sido estandarizadas dimensionalmente, estas se codifican y se agrupan según cada patrón de ensayo a realizar.

2.4. Ensayo de tracción

Las probetas que son ensayadas a tracción se acondicionan según lo establece la norma de ensayo ASTM D-638-01, esto consiste en realizar una señalización de las probetas que permiten identificar la longitud de calibración, y la distancia de separación entre las mordazas de la maquina universal de ensayos mecánicos. El ensayo de tracción se realizó en el ambiente del Laboratorio de Ensayos Mecánicos de la escuela de Ingeniería Mecánica de la UNT.

3.- RESULTADOS

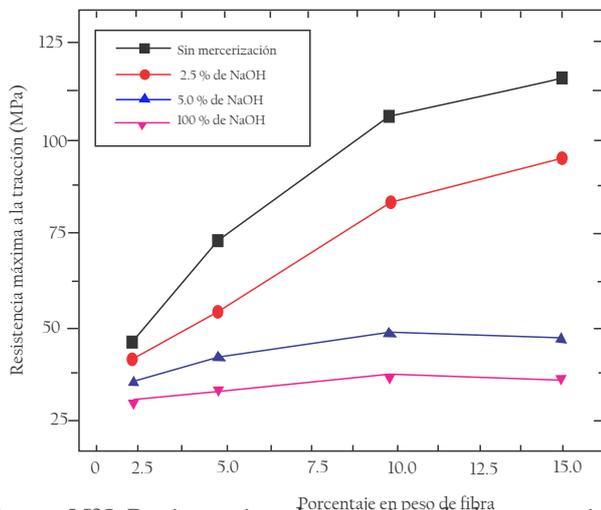


Figura N°2 Resistencia a la tracción de los materiales compuestos de matriz poliéster, reforzados con fibra de queratina.

Fuente: Elaboración Propia.

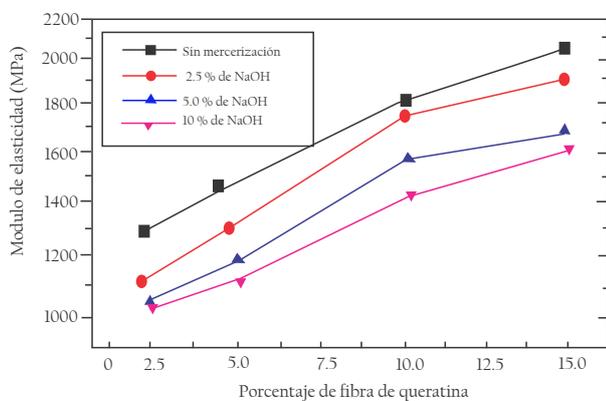


Figura N°3 Módulo de elasticidad en tracción de los materiales compuestos de matriz poliéster, reforzados con fibra de queratina.

Fuente: Elaboración Propia.

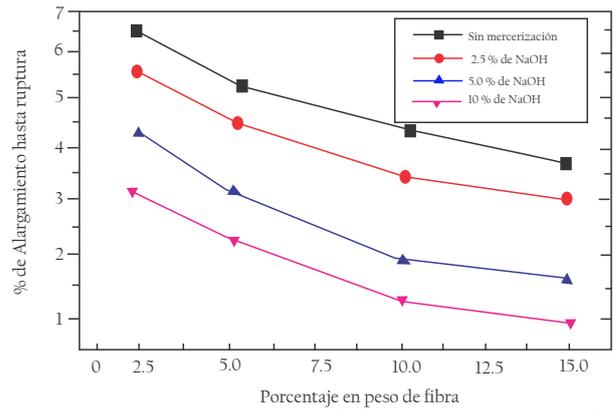


Figura N°4. Alargamiento a la rotura en tracción de los materiales compuestos de matriz poliéster, reforzados con fibra de queratina.

Fuentes: Elaboración Propia.

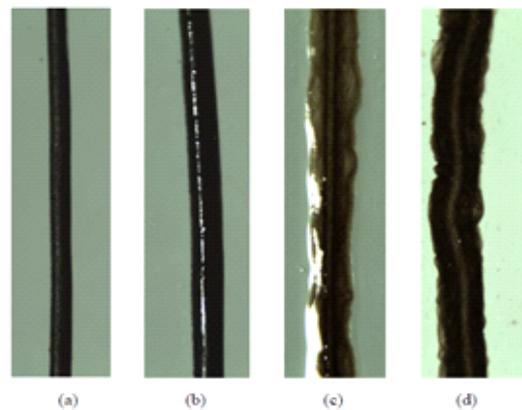


Figura N° 5. Efecto de la concentración de hidróxido de sodio del proceso de mercerización de las fibras de queratina. De izquierda a derecha (de a hasta d); 0, 2.5, 5.0 y 10% p/v .40X. Tiempo de mercerizado: 30 min.

Fuente: Elaboración Propia.

De las fotomicrografías de la figura 5 podemos apreciar el efecto del incremento de la concentración de hidróxido de sodio, sobre las fibras de queratina (cabello humano), se aprecia el notable incremento del diámetro promedio en todos los casos, para las concentraciones de 5.0 y 10 % p/v se aprecia la destrucción de la fibra de queratina, para el caso b) se aprecia el ligero incremento del diámetro de la fibra de queratina, siendo probablemente el ataque del hidróxido de sodio solo a nivel de la cutícula de las fibras.

4.- DISCUSIÓN

Según lo observado en la figura 2 podemos notar que los mayores valores de resistencia a la tracción se obtuvieron con los compuestos reforzados con 15% de fibra. Los compuestos reforzados con fibra de queratina sin modificación química, mediante el tratamiento de mercerización lograron obtener un valor promedio de 112.44 MPa de resistencia a la tracción, en el mejor de los casos, valor que representa un aumento del 188.23% con relación a la matriz de poliéster sin reforzar, la cual solo

alcanzó un valor promedio de 39.01 MPa de resistencia a la tracción. Mientras que los compuestos reforzados con fibra de queratina modificada químicamente mediante el tratamiento químico de mercerización, reportaron los valores más bajos de la resistencia a la tracción, el cual fue de 30.28 MPa, en el peor de los casos (10% de NaOH y 2.5 % en peso de fibra); este resultado refleja una disminución del 22.37% con relación a la matriz de poliéster sin reforzar.

De acuerdo a estos resultados mostrados en la figura 3. el máximo valor de la resistencia a la tracción logrado al 15 % de refuerzo, sin tratamiento de mercerización, ello es concordante a lo manifestado por Pan N. y Plueddemann E., quienes exponen que existe un máximo nivel de reforzamiento de fibra en el cual el compuesto alcanza su mejor desempeño mecánico, más allá de este contenido, se produciría aglomeraciones de la fibra en la matriz polimérica, generando un efecto película de fibra sobre fibra, trayendo consigo una inadecuada humectación de las fibras, produciendo una disminución de las propiedades mecánicas del material compuesto⁷.

Del mismo modo la disminución de la resistencia a la tracción obtenido en los compuestos de matriz poliéster, reforzados con fibra de queratina modificada químicamente, mediante el tratamiento de mercerización, se deba a lo expuesto por Berivan Erikl, Hasan Havitcioglu, Jingyu Chen, Kylie Vongsanga, Xungai Wang, quienes refieren que el tratamiento de mercerización de la fibra reduce el material cementante como lignina en el caso de fibras vegetales y desintegran los puentes de azufre en la caso de algunas fibras animales, debilitando de esta manera la resistencia y capacidad de alargamiento de dichas fibras, y de manera las pronunciada, si el ataque llega al córtex de la fibra, aunque si bien este ataque expone las microfibrillas de queratina, estas pierden el orden de las mismas, perdiendo cohesión entre ellas debido al incremento de las distancia intermoleculares, generando una súbita caída en las propiedades mecánicas de resistencia y rigidez de las mismas, aunque, Nolene y Byrne, mencionan que la mercerización es un mecanismo de lixiviación de la capa cerosa fuera de la cutícula de las fibras animales, produciendo en la fibra una topografía rugosa, lo cual permite una mejor penetración de las cadenas poliméricas en las microcavidades de la superficie de la fibra, propiciando de esta manera un mecanismo de adhesión mecánica entre la fibra y la matriz de poliéster; lo que podría entonces suponer que a la concentración adecuada, tiempo adecuado y temperatura adecuada la mercerización podría mejorar de adherencia interfacial entre resina y matriz por el incremento de la rugosidad espontánea de las fibras de queratina, lo cual en la presente investigación no fue

evidenciado, dejando la posibilidad de incrementar los niveles de estudio de la concentración de hidróxido de sodio y las condiciones de la mercerización, además del uso de agentes de acople.

En la Figura 3, en ella podemos observar que los valores del módulo de elasticidad en tracción, se elevan conforme se incrementa el contenido de fibra en el material compuesto. Los incrementos más elevados se consiguieron cuando los compuestos fueron reforzados con 15% de fibra y sin tratamiento de mercerización. El valor promedio del módulo de elasticidad en tracción de los compuestos reforzados con fibra de queratina sin modificación química de mercerización fue de 2053.26 MPa, que representa un incremento del 123.68% respecto a la matriz de poliéster sin reforzar, la cual alcanzó solamente un valor promedio de 917.92 Mpa.

Según estos resultados obtenidos y mostrados en la Figura 3.4, podemos notar que el incremento del módulo de elasticidad, esta ínfimamente ligado con el contenido de fibra en el compuesto, mientras que la modificación química de la fibra fue menos influyente en la mejora del módulo de elasticidad de los compuestos elaborados.

En la figura 4, en ella se puede distinguir que conforme se incrementa el contenido de fibra, disminuye el alargamiento a rotura del material compuesto. Según lo observado en la figura podemos notar que el descenso pronunciado del alargamiento a rotura en tracción se presenta para un contenido de fibra del 15 % en peso, en todos los casos de estudio, tendencia que se incrementa con la concentración de hidróxido de sodio utilizada en la etapa de mercerización de las fibras, evidenciando el incremento de fragilidad de las fibras sobre atacadas, como se muestra en las Figuras 5 (c y d).

5.- CONCLUSIONES

La modificación química de superficie de la fibra de queratina, realizada mediante tratamientos químicos de mercerización, modificaron sus características superficiales disminuyendo notablemente diámetro, resistencia y rigidez de las mismas, favoreciendo la disminución de la resistencia a la tracción de los materiales compuestos de matriz poliéster, reforzados con dichas fibras.

Los mayores valores de resistencia a la tracción de los materiales compuestos de matriz de poliéster, reforzados con fibra de queratina, se obtuvieron cuando los compuestos fueron reforzados con un contenido de fibra de 15% en peso y sin tratamiento de mercerización; siendo el incremento en peso de fibra presente directamente proporcional al incremento de resistencia a la tracción.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] Klason, C. (1986). Cellulose in Polymer Composites. Composites Systems from Natural and Synthetic Polymers. Elsevier Science. Amsterdam – Holanda.
- [2] Bigg, D. M. (1988). Journal Thermoplastic Composites. Material, 1, (146).
- [3] Doménech, X. (1995). Química Ambiental el Impacto de los Residuos Sólidos. (3ª ed.). Ediciones Miraguano. Madrid – España.
- [4] Mwaikambo, L. Y.; Ansell, M. P. (2002). Chemical Modification of Hemp, Sisal, Jute, and Kapok fibers by Alkalization. Journal of Applied Polymer Science. Bath. Vol. 84, (Nº 12), pp. 2225.
- [5] P. V. Joseph, Kuruvilla Joseph and Sabu Thomas. (2002). Short sisal fiber reinforces polypropylene composites: the role of the interface modification on ultimate properties. Composite Interfaces, Vol. 9, (Nº 2). USA.
- [6] Plueddemann, E.P. (1974). Composites Materials. Vol.6. E.P. Plueddeman, Nueva York: Ed. Academic Press. <http://tdx.cat/bitstream/handle/10803/7759/tals2de7.pdf?sequence=2> Consultado 21 de Julio, 2011, Trujillo – Perú.
- [7] Riquelme Sánchez, Manuel. (1983). Química aplicada a la industria textil, Tomo II: Blanqueamiento de fibras textiles. 3ª ed., (pp. 10).
- [8] Miller, J.D.; Ishida, H. (1986). Chimically Modified Surfaces. Vol.1. Silane. Surfaces and Interfases. Ed. K. Leyden. Gordon and Breach. Nueva York. (pp. 525).
- [9] Dereck, H. (1998). Materiales Compuestos. [Versión española: Rogelio Areal Guerra y Antonio Areal Calama]. Edit. Reverté. Barcelona - España.