# **ARTÍCULO ORIGINAL**

# Caracterización de nanocompuestos de resina de poliéster con fibras de curauá y óxido de grafeno

# Characterization of Polyester Resin Nanocomposite with Curauá Fibers and Graphene Oxide



http://opn.to/a/CVXic

Arthur Monteiro de lima <sup>1\*</sup>, Gilberto García del Pino <sup>1</sup>, Jose Luis Valin Rivera <sup>II</sup>, Kon Bin Chong <sup>III</sup>, Abderrezak Bezazi <sup>IV</sup>, José Costa de Macêdo Neto <sup>1</sup>, Maria de las Graças da Silva Valenzuela <sup>III</sup>, Jamile Dehaini <sup>1</sup>, Francisco Valenzuela Díaz <sup>III</sup>

<sup>I</sup>Universidade Estatal de Amazonas, Manaos-AM / Brasil.

<sup>II</sup>Pontificia Universidad Católica de Valparaíso, Escuela de Ingeniería Mecánica, Quilpué, Valparaíso, Chile.

<sup>III</sup>Universidade de São Paulo São Paulo, Brasil.

<sup>IV</sup>Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux (LMANM), Guelma, Algeria.

**RESUMEN:** Las fibras naturales hoy en día juegan un papel importante como refuerzo en materiales compuestos. El objetivo de este trabajo fue obtener los parámetros adecuados para la fabricación de compuestos híbridos con fibras de curauá y partículas manométricas de óxido de grafeno en matriz de Poliéster buscando la variante óptima de mayor resistencia a tracción e flexión. Las fibras de curauá se trataron con diferentes disoluciones de NaOH y diferentes tiempos de inmersión, fueron utilizados diferentes contenidos de fibra y diferentes contenidos de óxido de grafeno. En el trabajo fue utilizado o método Taguchi para determinar los experimentos necesarios e para evaluar los resultados. Se realizaron micrografías utilizando o Microscopio Electrónico de Barredura y Difractometria de rayos X para determinar la efectividad de los tratamientos realizados. Fueron realizados ensayos mecánicos de tracción y flexión y los resultados mostraron un incremento de la resistencia a tracción media de 156% en relación al Poliéster puro y un 186 % de la resistencia a flexión.

Palabras clave: Materiales compuestos, fibras vegetales, oxido de grafeno.

**ABSTRACT:** Natural fibers today play an important role as reinforcement in composite materials. The objective of this work was to obtain the adequate parameters for the manufacture of hybrid composites with curauá fibers and graphene oxide nanometric particles in the Polyester matrix, looking for the optimal variant of greater resistance to traction and flexion. The curauá fibers were treated with different NaOH solutions and different immersion times, different fiber contents and different graphene oxide contents were used. In the work Taguchi method was used to determine the quantity of necessary experiments and to evaluate the results. Micrographs were made using the Electronic Scanning Microscope and X-ray diffraction to determine the effectiveness of the treatments performed. Mechanical tests of traction and flexion were carried out and the results showed an increase of the resistance to average traction of 156% in relation to pure Polyester and a 186% of the resistance to flexion.

Keywords: Composite materials, vegetable fibers, graphene oxide.

# INTRODUCCIÓN

Actualmente existe una busqueda creciente por los materiales ecológicamente más alineados con el modelo de sustentabilidad ambiental, de la misma forma como creció la conciencia ambiental frente a la destrucción del medio ambiente provocada por el hombre. Por ese motivo las fibras vegetales están siendo muy utilizadas por tener buenas propiedades mecánicas, tienen bajo costo, es un material biodegradable con amplia disponibilidad según <u>Marinelli *et al.* (2008</u>), todos estos aspectos han tornado las fibras vegetales un potencial sustituto de las fibras sintéticas.

\*Autor para correspondencia: *Arthur Monteiro de Lima*, E-mail: <u>arthurlima.mec@gmail.com</u> Recibido: 18/06/2018 Aceptado: 25/02/2019 En este trabajo fue realizado el estudio sobre la resistencia mecánica de materiales compuestos híbridos en matriz de poliéster con nanopartículas de grafeno e utilizando la fibra de curauá, la cual es la fibra vegetal de mayores propiedades mecánicas y menor densidad entre todas las fibras vegetales. (Chegdani *et al.*, 2017). En el trabajo fue utilizada como matriz la resina poliéster insaturada ortoftálica. Este tipo de resina ha sido muy utilizada para la producción de compuestos debido a sus propiedades mecánicas y versatilidad en sus aplicaciones, tiene baja absorción de agua y capacidad de cura a la temperatura ambiente y transparencia (Sanchez *et al.*, 2010).

Se conoce de estudios anteriores reportados en la bibliografía, que con la adición de partículas de elevada rigidez en el polímero mejoran las propiedades del compuesto como la resistencia mecánica, y el módulo de elasticidad/rigidez evitando fallas de las fibras en el sentido transversal del laminado, por la colocación de partículas de refuerzo en la región interlaminar dificultando la propagación de las grietas, de tal forma que su desempeño es visiblemente mejorado (Abot et al., 2007, 2008). Recientemente, se ha verificado que el óxido de grafeno puede ser considerado más apropiado que el propio grafeno para ser utilizado como cargas en nanocompuestos poliméricos, la principal razón de eso consiste en la presencia de grupos oxigenados vinculados en la superficie, como hidroxilo, epoxi, carbonilla y carboxilo y posible funcionalización química del óxido de grafeno en la dirección de proporcionar más afinidad con la matriz, resultando de este modo un compuesto con mayor desempeño termomecánico (Jajam y Tippur, 2012).

De acuerdo con Pathak et al. (2016), en un estudio reciente sobre el efecto proveniente de la adición de óxido de grafeno en el compuesto a base de resina epoxi con fibra de carbono reveló claramente la mejoría de propiedades mecánicas, sobretodo en la resistencia a flexión, la cual tuvo un aumento de 66% y el módulo de elasticidad de 70% con la adición de 0,3% p de óxido de grafeno. Esta mejoría al producir un nanocompuesto híbrido, está basado en una interacción sólida tanto física como química de la fase dispersa con la matriz y que las partículas de refuerzo en compuestos deben poseer características peculiares, como por ejemplo los grupos funcionales con afinidad química, que incrementen esa aproximación entre la matriz y la carga (Kumar et al., 2014; Kumari et al., 2016).

En común con todas las fibras naturales la celulosa es uno de los principales componentes y su importancia consiste en proporcionar la resistencia mecánica a la fibra. La celulosa es un polisacárido que tiene en su composición los elementos carbono, oxigeno e hidrogeno. La celulosa presenta dos formas polimorfas tipo I y II en el cual la primera corresponde a la ordenación de la cadena celulósica como encontrada en la naturaleza, con mayor resistencia que la forma polimórfica II la cual se obtiene por medio del proceso de mercerización o regeneración de la celulosa nativa (Zuber et al., 2012). En la Figura 1 se muestra la transformación polimorfa de la celulosa de tipo I en II.



FIGURA 1. Transformación polimorfa de la celulosa de tipo I en II (Zuber et al., 2012).

Tratamientos químicos de modificación de la superficie de la fibra son ampliamente usados para optimizar la unión fibra/matriz. Parámetros como tipo de tratamiento, concentración de la solución y tiempo de inmersión de las fibras en las disoluciones son elementos muy importantes para alcanzar el comportamiento mecánico óptimo de los compuestos según Yu et al. (2010) y Porras et al. (2016), por ese motivo en este trabajo fue estudiado el tratamiento con hidróxido de sodio con diferentes concentraciones У diferentes tiempos de inmersión.

En el trabajo fueron estudiados varios parámetros como el contenido de fibra y contenido de óxido de grafeno además de los parámetros del tratamiento químico como concentración de las disoluciones de hidróxido de sodio y el tiempo de inmersión de las fibras en esas disoluciones fue utilizado el método Taguchi para integrar el estudio de todos los parámetros y maximizar el desempeño del material compuesto. El método Taguchi se ha utilizado en varios trabajos con muy buenos resultados de confiabilidad, optimización en el análisis de los resultados y economía en el diseño de experimento integrando los parámetros de procesamiento (Kumar et al., 2014; Kumari et al., 2016). Este método permite la optimización del desempeño de los materiales ajustando los parámetros de procesamiento a través de un robusto diseño experimental, que tiene la capacidad de analizar muchos parámetros con menos experimentos que en experimentos tradicionales. De hecho, esta técnica. ampliamente utilizada para mejorar la cualidad de artículos o productos fabricados, fue recientemente implementada en la fabricación de compuestos verdes, como estudiar y mejorar el comportamiento a desgaste de compuestos de fibras naturales y optimizar las propiedades mecánicas (Biswas y Satapathy, 2010; Raghavendra et al., 2012). El método Taguchi es una poderosa herramienta de análisis para conducir trabajos experimentales abarcando el estudio de múltiples parámetros, el método usa matrices ortogonales en la determinación del mínimo número de experimentos necesarios para obtener las informaciones suficientes para determinar valores óptimos de los factores evaluados (<u>Patnaik et al., 2010;</u> <u>Hussain et al.,</u> 2011; <u>Pathak et al., 2016</u>).

El objetivo del trabajo fue determinar la influencia de estos factores en la resistencia mecánica del compuesto dada por el esfuerzo de tracción y de flexión.

### **MATERIALES Y MÉTODOS**

El material utilizado para la matriz fue la resina poliéster insaturada ortoftálica producida a partir del ácido ortoftálico fornecido por la Empresa Redilease en la ciudad de São Paulo, Brasil, las fibras de Curauá fueron suministradas por SENAI de la ciudad de Santarém, Estado del Para, Brasil y el óxido de grafeno fue obtenido en el Laboratorio de Semi-Industrial de la Facultad de Química de la Universidad de São Paulo.

Los factores que se estudiaron en este trabajo fueron: el contenido de fibra de curauá en peso, la concentración de la disolución de hidróxido de sodio para el tratamiento de la fibra, el tiempo de exposición de las fibras en cada disolución y el contenido de partículas nanométricas de óxido de grafeno (Tabla 1). Los contenidos de fibras utilizados fueron: 10, 20 y 30% en peso, las concentraciones de hidróxido de sodio utilizadas fueron de 2,5; 5 y 10% en peso, los tiempos de permanencia de las fibras en las disoluciones correspondientes fueron de 2, 4 y 8 horas y las cantidades de óxido de grafeno utilizadas fueron de 0,1; 0,5 y 1% en peso.

Primeramente fue realizado un diseño de experimentos utilizando el método Taguchi según el software MINITAB17, con el cuál se disminuyó considerablemente el número de probetas de los cuerpos de pruebas. La Tabla 1 muestra el diseño de Taguchi L9  $(3^4)$ (ordenamiento ortogonal) determinado en el Software MINITAB 17. L9 significa 9 corridas del 9 cuerpos de prueba. El término 3<sup>4</sup> significa 4 factores con 3 niveles cada uno. Si se utilizara el diseño factorial completo, éste tendría 81 corridas. El arreglo L9 (34) es una fracción del diseño factorial completo que corresponde a solo 9 corridas. En este ordenamiento ortogonal; los niveles de los factores se ponderan de igual manera a lo largo de todo el diseño (Yu et al., 2010). Las columnas de la tabla representan los factores de control, las filas de la tabla representan las corridas (combinación de niveles

Factor	Nivel 1	Nivel 2	Nivel 3
A: Contenido de fibra (p%)	10	20	30
B: Concentración de la disolución de hidróxido de sodio (p%)	2.5	5	10
C: Tiempo de exposición de las fibras (h)	2	4	8
D: Contenido de partículas nanométricas de óxido de grafeno (p%)	0.1	0.5	1

TABLA 1. Factores	y niveles de los e	xperimentos según el	l diseño de Taguchi	(3 <sup>4</sup> ), MINITAB 17
	1			

de factores) y cada celda de la tabla representa el nivel del factor para esa corrida como se muestra en la Tabla 2.

<b>TABLA 2.</b> Representación de la matriz de	
Taguchi (L9)	

			`	/
Ν	A	B	С	D
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	2	1	2	3
5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3	1	3	2
8	3	2	1	3
9	3	3	2	1

La parte experimental comenzó con la preparación de las disoluciones de hidróxido de sodio y la colocación de las fibras en las disoluciones correspondientes, las cuales fueron retiradas de las disoluciones según los tiempos planificados. Después de retiradas, las fibras fueron bien enjuagadas en agua destilada hasta obtener un PH 7 y después fueron secadas en una estufa a 60°C por 24 horas y a 90°C por 2 horas. Posteriormente para conocer la efectividad de los tratamientos químicos realizados, fibras de cada grupo fueron observadas a través del microscopio electrónico de barredura. La utilización de la microscopía electrónica de barredura fue ejecutada con el objetivo de observar la magnitud del efecto del tratamiento alcalino realizado sobre las fibras naturales, dado por la separación de las fibrillas de celulosa y la rugosidad superficial de la fibra lo que debe permitir una mayor adhesión entre la fibra y la matriz (Satyanarayana et al., 2007). Fue utilizado un microscopio electrónico de barredura Philips XL-30 con detector de secundarios adecuado electrones en el Laboratorio del Departamento de Ingeniería Metalúrgica y de Materiales de la Universidad de São Paulo.

Posteriormente fueron realizadas difracciones de rayos Х en cada grupo de fibra correspondiente, el objetivo del análisis con difracción de rayos X fue la determinación de las fases presentes en las muestras de fibras de curauá tratadas con diferentes condiciones de tratamiento y determinar la cristalinidad en cada tipo de fibra. Los análisis fueron realizados en un difractómetro de rayos X de marca Rigaku disponible en el Laboratorio del Departamento de Ingeniería Metalúrgica y de Materiales de la Universidad de São Paulo, con fuente de radiación CuKa. Las condiciones de difracción fueron de paso igual a 0,04°, tiempo por paso de 4 segundos en el intervalo de  $2\theta$  entre 0 y  $40^{\circ}$ .

Para realizar los ensayos mecánicos se fabricaron probetas por delaminación en un molde abierto con las dimensiones según la norma <u>ASTM. ASTM D638 (2004)</u> con composiciones que variaron en función de los experimentos planificados en la matriz de Taguchi. Los ensayos mecánicos de tracción y de flexión fueron realizados en la máquina de tracción KRATOS® 5002 disponible en el Laboratorio del Departamento de Ingeniería Metalúrgica y de Materiales de la Universidad de São Paulo.

### **RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

En la <u>Figura 2</u> se pueden observar las micrografías de las fibras de curauá tratadas y no tratadas donde se puede observar el efecto del tratamiento con NaOH en la morfología de las fibras (<u>Figuras 2b</u> y <u>2c</u>) en coMParación con las fibras no tratadas (<u>Figura 2a</u>).

Estudios con materiales lignocelulósicos entre ellos sobre la propia fibra de curauá apuntan para una reflexión en el plano cristalográfico (002) con mayor intensidad, que corresponde a los planos de rede de los anillos glicosidicos que son la estructura más densa de la celulosa del tipo I correspondiente al ángulo  $2\theta = 22^{\circ}$ . Junto a ella también son observados otros dos picos de menor intensidad en 16° y 35° los cuales tienen por sus planos respectivos (101) y (040). Con os resultados obtenidos en el difractômetro fueron calculados los índices de cristalinidad de las fibras de curauá utilizándose el método empírico de Segal que fornece un valor aproximado de cristalinidad (<u>Lengowski *et al.*, 2013</u>). Los resultados de cristalinidad obtenidos se encuentran en la <u>Tabla 3</u>.

En la <u>Figura 2</u> se pueden observar las micrografías de las fibras tratadas y no tratadas.

En la <u>Figura 3</u>: se muestran los difratogramas de las fibras sin tratamiento y con tratamiento de NaOH de 5% y 10% con tiempo sometido a la disolución de 4 horas y en la <u>Tabla 3</u>, se pueden

observar los valores de cristalinidad obtenidos en cada fibra correspondiente.

El ensayo de tracción fue realizado con una célula de carga inicial de 2 000 kgf con una velocidad de 5 mm/min. El ensayo de flexión transcurrió con una carga inicial de 2 500 kgf con una velocidad de 3 mm/min. Los parámetros de la fuerza y de la velocidad fueron registrados mediante la transmisión al computador vía sistema de datos LYNX® ADS 2000. Los valores obtenidos de resistencia máxima a tracción y flexión para la resina de poliéster pura se encuentran en la Tabla 4 y los valores obtenidos de resistencia máxima a tracción y flexión para los diferentes materiales fabricados según el



FIGURA 2. Micrografías de las fibras: a) Sin tratamiento, b) con tratamiento de 5% de NaOH y tiempo de inmersión de 4 horas c) con tratamiento de 10% de NaOH y tiempo de inmersión de 4 horas.



FIGURA 3. Difractogramas de las fibras sin tratamiento y con tratamiento de 5% y 10% por 4 horas.

<b>TABLA 3.</b> Resultado del Indice de	cristalinidad (%) en	función de la conc	entración de	hidróxido de
sodio y del tiempo	de exposición de las	fibras en las disolu	uciones	

Concentración de NaOH / Tiempo de inmersión	2 horas	4 horas	8 horas
0	32	32	32
2,5	35	36	38
5,0	38	48	46
10,0	42	47	46

Diseño de experimento de Taguchi se encuentran en la Tabla 5.

Para determinar la configuración óptima de los parámetros para maximizar las propiedades de tracción y flexión, los datos experimentales se transformaron en una relación señal/ruido (S/R) para el análisis. Como el objetivo del análisis de Taguchi es maximizar la resistencia a tracción y la resistencia la flexión, la relación S/R fue seleccionada en el software MINITAB 17 como "Mejor es mayor" (MEM), que se calcula como una transformación logarítmica de la función de pérdida, como se muestra en la <u>ecuación 1</u>, cuyos valores obtenidos a través del software MINITAB 17 para cada caso se encuentran en la <u>Tabla 5</u>.

$$\eta = -10\log_{10}\left[\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}\frac{1}{Y_{i}^{2}}\right] \quad (1)$$

donde:

 $\eta$  - Relación señal ruido (dB)

n - Es el número de observaciones,

Y - Son los valores de respuesta obtenidos en los ensayos (salida).

# Resultados de los ensayos de resistencia a tracción y a flexión

La <u>Tabla 5</u> muestra los resultados del diseño experimental de Taguchi, presentando los valores medios de resistencia a tracción y flexión obtenidos en los ensayos experimentales y sus valores de S/Rs respectivos para cada ensayo. La resistencia media a tracción de los 9 ensayos fue de 40,69 MPa con una relación media de Señal/ Ruido de 32,08 dB y la resistencia media a flexión fue de 35,42 MPa, con una relación media de Señal/Ruido de 30,84 dB. El mejor comportamiento de tracción fue encontrado para el ensayo No. 8 y el más bajo para el ensayo N.1, que también coincide con el mejor y peor resultado de flexión.

### Resultados del análisis de los valores medios de resistencia e de relación Señal/ Ruido (S/R)

Para analizar el efecto de cada factor en las propiedades de tracción y flexión, se realizó el análisis de las medias (ANOM), a través del Software MINITAB 17. Este análisis implica calcular el promedio de los criterios de respuesta para cada nivel de factor. El promedio más alto de respuesta se selecciona para determinar el nivel óptimo para cada factor. Las Figuras 4 y 5 resumen los resultados de análisis ANOM para la resistencia a tracción y a flexión respectivamente.

El análisis de las medias ANOM se realizó también para la relación Señal/Ruido (S/R). Las Tablas 6 y 7 muestran los resultados del análisis ANOM para S/R correspondiente a la resistencia a tracción y a flexión, respectivamente. Los puntos de ajuste de nivel de factor óptimo fueron aquellos con la relación S/R más alta. Este análisis muestra la mejor respuesta con el menor se experimentales para la resina de Poliéster pura

Fibra (%)	NaOH (%)	Tiempo (H)	Oxido de Grafeno (%)	Esfuerzo de tensión (MPa)	Módulo de elasticidad (MPa)	Elongación (%)	Esfuerzo de flexión (MPa)
0	0	0	0	$25.95 \pm 0.43$	293.78	20.90	19±0.23

TABLA 4. Resultados obtenidos en los ensayos experimentales para la resina de Poliéster pura

**TABLA 5.** Resultados obtenidos en los ensayos experimentales y análisis correspondiente de laRelación Señal/Ruido obtenida por el Software MINITAB 17

N	A	В	С	D	Esfuerzo de tensión (MPa)	Relación S/R (dB)	Esfuerzo de flexión (MPa)	Relación S/R (dB)
1	10	2,5	2	0,1	30,53±0,33	29,69	24,32±0,28	27,71
2	10	5,0	4	0,5	36,32±1,47	31,20	32,98±0,24	30,36
3	10	10,0	8	1,0	33,34±2,4	30,45	28,89±0,65	29,21
4	20	2,5	4	1,0	37,12±1,44	31,39	30,08±0,56	29,56
5	20	5,0	8	0,1	44,56±0,87	32,97	39,13±1,41	31,85
6	20	10,0	2	0,5	43,45±0,98	32,75	37,32±2,52	31,43
7	30	2,5	8	0,5	45,32±0,56	33,12	40,24±0,64	32,09
8	30	5,0	2	1,0	48,76±0,79	33,76	43,54±1,13	32,77
9	30	10,0	4	0,1	46,86±1,56	33,41	42,36±2,12	32,53



FIGURA 4. Resultados de análisis ANOM para el esfuerzo a tracción (MINITAB 17).



FIGURA 5. Resultados de análisis ANOM para el esfuerzo a flexión (MINITAB 17). TABLA 6. Valores medios de la relación S/R (dB) de cada factor correspondiente a los resultados de resistencia a tracción

Nivel	A: Contenido de fibra (% en peso)	B: Concentración de NaOH (% en peso)	C:Tiempo de exposición (horas)	D: Contenido de óxido de grafeno (% en peso)
1	30,44	31,4	32,06	32,02
2	32,37	32,64	32	32,35
3	33,43	32,20	32,18	31,86

**TABLA 7.** Valores medios de la relación S/R (dB) de cada factor correspondiente a los resultados de resistencia a flexión

Nivel	A: Contenido de fibra (% en peso)	B: Concentración de NaOH (% en peso)	C:Tiempo de exposición (horas)	D: Contenido de óxido de grafeno (% en peso)
1	29,09	29,78	30,63	30,69
2	30,94	31,66	30,81	31,29
3	32,61	31,05	31,05	30,51

efecto debido al ruido. La combinación óptima de los parámetros de proceso para las propiedades de tracción y flexión máxima fue de A3, B2, C3, D2. Este resultado coincide con el análisis de las medias ANOM realizado para las medias de la resistencia a tracción y a flexión.

### DISCUSIÓN

A partir de las micrografías obtenidas se pudo observar el efecto del tratamiento con NaOH donde se nota la extracción de hemicelulosa y lignina y modificaciones en la composición química de las fibras, inclusive su aspecto morfológico en el cuál se puede observar claramente diversas fibrillas de celulosa. Los cambios estructurales comienzan a ser más expresivos en la misma proporción en que el tiempo de tratamiento es prolongado. Estos cambios son de importancia fundamental sobretodo en compuestos poliméricos reforzados con fibras vegetales, pues ejercen influencia sobre el desempeño mecánico ya que las alteraciones estructurales son ventajosas en el sentido de facilitar el interpenetramiento de la matriz polimérica en partes internas de las fibras, mejorando de esta manera, la adhesión y por tanto la resistencia mecánica del compuesto.

Sobre el difractograma realizado como se puede observar en la Figura 3 y la Tabla 3 se puede constatar la eficiencia del tratamiento de 5% en relación a las fibras sin tratamiento e inclusive la de 10%. Se puede observar que el segundo pico de la curva correspondiente a la concentración de 5% es mucho más intenso del que las otras curvas anunciando que existe mayor concentración de fase celulósica del tipo I que en las otras muestras. Se puede observar que en el pico del tratamiento de 10% hay un cambio con el surgimiento de dos picos, según la literatura, esto es consecuencia de la transformación de la fase celulósica del tipo I para tipo II lo que hace disminuir la resistencia mecánica de los materialess (Lengowski et al., 2013). Por tanto, el exceso de deslignificación puede dañarr la propia fibra porque pasa a destruir una parte de la estructura cristalina, en consecuencia una reducción de la capacidad de refuerzo a la matriz.

De acuerdo con los resultados el aumento del contenido de fibra de curauá hasta un 30% en peso aumentó los valores de resistencia a tracción y a flexión debido a mayor interacción entre la matriz y la fibra, habiendo de esta manera, una distribución más uniforme de tensiones a través del cuerpo del compuesto. De trabajos anteriores se sabe que aumentos del contenido de fibra mayor del 30% no introduce aumentos en la resistencia mecánica de los compuestos debido a la baja impregnación de la interface de fibra/ matriz, que causan la deslaminación del compuesto (Mohanty et al., 2000). El tratamiento químico aplicado a las fibras fue más efectivo cuando se utilizaron soluciones de media concentración y largos tiempos de tratamiento. Este resultado de tratamiento químico es consistente con las recomendaciones de la literatura Yu et al. 2010), ya que muestran altas concentraciones químicas v reducen las propiedades mecánicas debido а la despolimerización de la celulosa y un excesivo proceso de deslignificación de la fibra (Mishra et al., 2003). Sin embargo, son necesarios largos tiempos de tratamiento para eliminar las impurezas y ceras. De acuerdo con los gráficos de efectos principales medios (ANOM), el tiempo de tratamiento tiene un mayor efecto sobre el rendimiento mecánico del compuesto, mientras que concentraciones altas de hidróxido de sodio disminuye la resistencia a tracción y a flexión. A través del gráfico de análisis de las medias (ANOM) se puede observar que la concentración de la carga sintética más adecuada en el experimento fue de 0,5% en peso y que para aumentos mayores de óxido de grafeno el compuesto presenta perdidas de desempeño mecánico lo que puede ser justificado por la aglutinación entre las cargas pasando a perjudicar una buena homogeneización, originando como puntos fragilizadores.

### CONCLUSIONES

A través de los resultados del trabajo se muestra que la utilización de dos tipos de refuerzo en una misma matriz polimérica resultó en un aumento considerable de la resistencia del compuesto en relación a la matriz pura de poliéster. Se obtuvo una resistencia a tracción media de 40,69 MPa lo que representa un 156% en relación al poliéster puro y una resistencia a flexión media de 35,42 MPa, que representa un 186% en relación a la resistencia a flexión del Poliéster puro.

A través de los resultados obtenidos fue posible verificar el efecto positivo del incremento de la fibra de curauá hasta un 30 p%, también el tratamiento alcalino de la fibra tuvo un incremento en la resistencia mecánica de compuestos en matriz de resina poliéster para concentraciones medias y tiempos de inmersión prolongados. Además disto, la adición del óxido de grafeno en concentraciones hasta 0,5%p contribuyó con el aumento del límite de resistencia a tracción y a flexión del compuesto.

# AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la colaboración de la Universidad del Estado de Amazonas (UEA) y de la Universidad del Estado de São Paulo (USP).

# **REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- ABOT, J.L.; SONG, Y.; SCHULZ, J.M.; SHANOV, V.N.: "Novel carbon nanotube array-reinforced laminated composite materials with higher interlaminar elastic properties", *Composites Science and Technology*, 68(13): 2755-2760, 2008, ISSN: 0266-3538.
- ABOT, J.L.; SONG, Y.; SCHULZ, M.J.; SHANOV, V.: "Novel carbon nanotube arrayreinforced laminated composite material", En: *Proceeedings of the SAMPE Fall Technical Conference*, 2007.
- ASTM. ASTM D638: *Standard test method for tensile properties of plastics*, Ed. ASTM Standard International, 1-15 p., 2004.
- BISWAS, S.; SATAPATHY, A.: "A comparative study on erosion characteristics of red mud filled bamboo-epoxy and glass-epoxy composites", *Materials & Design*, 31(4): 1752-1767, 2010, ISSN: 0261-3069.
- CHEGDANI, F.; EL MANSORI, M.; MEZGHANI, S.; MONTAGNE, A.: "Scale effect on tribo-mechanical behavior of vegetal fibers in reinforced bio-composite materials", *Composites Science and Technology*, 150: 87-94, 2017, ISSN: 0266-3538.
- HUSSAIN, S.A.; PANDURANGADU, V.; PALANIKUAMR, K.: "Mechanical properties of green coconut fiber reinforced HDPE polymer composite", *International Journal of Engineering Science and Technology*, 3(11): 7942-7952, 2011, ISSN: 0975-5462.
- JAJAM, K.C.; TIPPUR, H.V.: "Quasi-static and dynamic fracture behavior of particulate polymer composites: a study of nano-vs. micro-size filler and loading-rate effects",

*Composites Part B: Engineering*, 43(8): 3467-3481, 2012, ISSN: 1359-8368.

- KUMAR, R.; KUMAR, K.; BHOWMIK, S.: "Optimization of mechanical properties of epoxy based wood dust reinforced green composite using Taguchi method", *Procedia Materials Science*, 5: 688-696, 2014, ISSN: 2211-8128.
- KUMARI, S.; SHEKHAR, A.; PATHAK, D.D.: "Synthesis and characterization of a Cu (II) Schiff base complex immobilized on graphene oxide and its catalytic application in the green synthesis of propargylamines", *RSC Advances*, 6(19): 15340-15344, 2016, ISSN: 2046-2069.
- LENGOWSKI, E.C.; MUNIZ, G.B.; NISGOSK, S.D.; MAGALHÃES, W.L.E.: "Avaliação de métodos de obtenção de celulose com diferentes graus de cristalinidade.", *Forest Sciences/Scientia Forestalis*, 41(98): 185-194, 2013, ISSN: 0015-749X.
- MARINELLI, L.A.; MONTEIRO, R.M.; AMBRÓSIO, D.J.; BRANCIFORTI, C.M.; KOBAYASHI, M.; NOBRE, D.A.: "Desenvolvimento de compósitos poliméricos fibras vegetais naturais com da biodiversidade: uma contribuição para a sustentabilidade amazônica", Polímeros: Ciência e Tecnologia, 18(2): 92-99, 2008, ISSN: 0104-1428, DOI: 10.1590/ S0104-14282008000200005.
- MISHRA, S.; MOHANTY, A.K.; DRZAL, L.T.; MISRA, M.; PARIJA, S.; NAYAK, S.K.; TRIPATHY, S.S.: "Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites", *Composites Science and Technology*, 63(10): 1377-1385, 2003, ISSN: 0266-3538.
- MOHANTY, A.K.; KHAN, M.A.; HINRICHSEN, G.: "Surface modification of jute and its influence on performance of biodegradable jute-fabric/Biopol composites", *Composites Science and Technology*, 60(7): 1115-1124, 2000, ISSN: 0266-3538.
- PATHAK, A.K.; ACAROĞLU, M.; GUPTA, A.; YOKOZEKI, T.; DHAKATE, S.R.: "Improved mechanical properties of carbon fiber/graphene oxide-epoxy hybrid composites", *Composites Science and*

*Technology*, 135: 28-38, 2016, ISSN: 0266-3538.

- PATNAIK, A.; SATAPATHY, A.; DWIVEDY, M.; BISWAS, S.: "Wear behavior of plant fiber (pine-bark) and cement kiln dustreinforced polyester composites using Taguchi experimental model", *Journal of composite materials*, 44(5): 559-574, 2010, ISSN: 0021-9983.
- PORRAS, A.; MARANON, A.; ASHCROFT, I.A.: "Optimal tensile properties of a Manicaria-based biocomposite by the Taguchi method", *Composite Structures*, 140: 692-701, 2016, ISSN: 0263-8223.
- RAGHAVENDRA, G.; ACHARYA, K.S.; DEO, R.C.; MISHRA, P.: "Fabrication-modelling and analysis on tribological performance of natural composites using taguchi approach", *Procedia engineering*, 38: 2635-2644, 2012, ISSN: 1877-7058.
- SANCHEZ, E.; CAVANI, C.S.; LEAL, C.V.; SANCHEZ, C.G.: "Unsaturated polyester resin composite with sugar cane bagasse: influence of treatment on the fibers properties", *Polimeros*, 20(3): 194-200, 2010, ISSN: 0104-1428.
- SATYANARAYANA, K.G.; GUIMARÃES, J.L.; WYPYCH, F.: "Studies on lignocellulosic

fibers of Brazil. Part I: Source, production, morphology, properties and applications", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(7): 1694-1709, 2007, ISSN: 1359-835X.

- YU, T.; REN, J.; LI, S.; YUAN, H.; LI, Y.: "Effect of fiber surface-treatments on the properties of poly (lactic acid)/ramie composites", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(4): 499-505, 2010, ISSN: 1359-835X.
- ZUBER, M.; KHALID, Z.M.; IJAZ B. A.; ZOBIA, A..; UMAIR, A.M.; JAWWAD, S.M.: "Modification of cellulosic fibers by UVirradiation. Part II: After treatments effects", *International journal of biological macromolecules*, 51(5): 743-748, 2012, ISSN: 0141-8130.

*Arthur Monteiro de Lima*, Prof. Inv., Departamento de Ingeniería de Materiales, Universidade Estatal de Amazonas, Manaos-AM / Brasil, e-mail: <u>arthurlima.mec@gmail.com</u>

*Gilberto García del Pino*, Prof. Inv., Departamento de Ingeniería Mecánica, Universidade Estatal de Amazonas, Manaos-AM / Brasil, e-mail: ggdelpin@usp.br

*Jose Luis Valin Rivera*, Prof. Inv., Pontificia Universidad Católica de Valparaíso, Escuela de Ingeniería Mecánica, Chile. Avenida Los Carrera 01567, Quilpué, Valparaíso, Chile,e-mail: jose.valin@pucv.cl

*Kon Bin Chong*, Prof. Inv., Departamento de Ingeniería de Materiales y Metalurgia, Universidad de São Paulo São Paulo, Brasil, e-mail: <u>konbin22@gmail.com</u>

*Abderrezak Bezazi*, Prof. Inv., Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux (LMANM), B.P. 431, Université 08 Mai 1945 Guelma, Algeria, e-mail: <u>ar\_bezazi@yahoo.com</u>

*José Costa de Macêdo Neto*, Prof. Inv., Departamento de Ingeniería de Materiales, Universidad Estatal de Amazonas, Manaos-AM / Brasil, e-mail: jotacostaneto@gmail.com

*Maria de las Graças da Silva Valenzuela*, Prof. Inv., Departamento de Ingeniería de Materiales y Metalurgia, Universidad de São Paulo São Paulo, Brasil, e-mail: <u>racavalenzuela@usp.br</u>

Jamile Dehaini, Prof. Inv., Departamento de Meteorología, Universidad Estatal de Amazonas, Manaos-AM / Brasil, e-mail: jdehaini@uea.edu.br

*Francisco Valenzuela Díaz*, Prof.. Inv., Departamento de Ingeniería de Materiales y Metalurgia, Universidad de São Paulo, Brasil, e-mail: <u>frrvdiaz@usp.br</u>

Los autores de este trabajo declaran no presentar conflicto de intereses.

Este artículo se encuentra bajo licencia <u>Creative Commons Reconocimiento-NoComercial 4.0 Internacional</u> (<u>CC BY-NC 4.0</u>)

La mención de marcas comerciales de equipos, instrumentos o materiales específicos obedece a propósitos de identificación, no existiendo ningún compromiso promocional con relación a los mismos, ni por los autores ni por el editor.