

**REOLOGÍA DE MATERIALES COMPUESTOS PE/FIBRA DE MADERA:
EFECTOS DE LA COMPATIBILIZACIÓN MEDIANTE ANHÍDRIDO**

MALEICO

R. Ibarra G*, S.G. Flores G., A. E. Zaragoza C. y M. Mendoza D.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados S. C.,

Miguel de Cervantes # 120, Complejo Industrial Chihuahua 31109

rigoberto.ibarra@cimav.edu.mx

Abstract- En el presente trabajo, la reología de materiales compuestos PE/Fibra de madera, compatibilizados y sin compatibilizar, es evaluada en la región de la Ley de la Potencia a través de reometría capilar y, asimismo, su región viscoelástica lineal (LVR) determinada mediante Análisis Mecánico Dinámico (DMA). Es sabido que en reometría capilar las fibras embebidas en una matriz polimérica tienden a concentrarse en el centro del dado, resultando un valor de τ_R (esfuerzo a $r = R$) muy similar a la matriz pura. Lo anterior coincidió razonablemente con lo observado para muestras sin compatibilizar, en las cuales también se obtuvo un valor del índice de la Ley de Potencia, n , similar al del PE puro. Sin embargo, para muestras compatibilizadas con anhídrido maleico el valor de n disminuye considerablemente, reflejando un mayor carácter pseudoplástico y sugiriendo un efecto de la fibra a lo ancho del perfil de velocidad. Por otro lado, el efecto de la compatibilización es también evidente en el alargamiento de la región viscoelástica lineal, obtenida mediante un barrido dinámico de deformación. Esta influencia se acentúa en muestras con mayor contenido de fibra.

Introducción

En años recientes, los productores de composites termoplásticos reforzados con fibras inorgánicas (fibra de vidrio), han vislumbrado en las fibras naturales un campo importante para el desarrollo y diseño de nuevos composites como una respuesta a los requerimientos ambientales (reciclado) actuales. La constitución química de las biofibras varía en la proporción de sus componentes de acuerdo a su especie; sin embargo, la celulosa, la hemicelulosa y la lignina son los principales constituyentes de éstas. Algunas de las mayores ventajas que las biofibras ofrecen respecto a los materiales utilizados tradicionalmente como rellenos o reforzantes (fibra de vidrio, mica, talco) son: baja densidad, alta dureza, menor desgaste de la maquinaria y menor irritación dérmica o respiratoria del personal operador. Por otro lado, estos materiales pueden ser adquiridos a muy bajo costo, pues en muchos casos se presentan como desperdicio de un proceso principal; por ejemplo, en el caso específico de la madera, según datos proporcionados empresas madereras, en el proceso de fabricación de molduras se pierde poco más del 35 % de la madera en forma de aserrín.

Ciertamente, con el fin de aprovechar el gran volumen existente de fibra de madera en la elaboración de compuestos plásticos es necesario superar algunas desventajas para este uso tales como: su alta hidrofiliidad, que limita su compatibilidad con matrices poliméricas hidrófobas y, su relativamente baja estabilidad térmica que limita su procesabilidad solo a temperaturas menores a los 200 °C, restringiendo así su uso en conjunto con polímeros que se procesan a altas temperaturas. Debido a ello, el escenario es adecuado para el empleo frecuente de poliolefinas como matrices por su baja temperatura de procesamiento y, asimismo, para el uso de diversos agentes de acoplamiento como silanos y polímeros modificados capaces de proveer una buena adhesión entre polímero y fibra.

]

En lo relativo al procesamiento compuestos poliméricos con fibras, el aumento de viscosidad, especialmente a altas concentraciones de fibra, hace indispensable realizar

un análisis reológico que se vuelve más complejo a medida que aumenta la velocidad de corte debido a la presencia de la fase rígida. En este sentido, diferentes estudios señalan dificultades en la obtención de datos reológicos [1, 2] para este tipo de sistemas asociadas con efectos de disgregación o aglomeración de fibras según el modo de deformación a que se vean sometidos. En el caso particular de la técnica de reometría capilar, cuando se extruye un polímero fundido conteniendo fibras, éstas tiende a aglomerarse en el centro del filamento. La adición de un agente de acoplamiento podría modificar ese patrón de comportamiento al existir mayor interacción entre polímero y fibra. La confirmación de ésta hipótesis es la parte medular del objetivo de este trabajo.

Sección Experimental

Materiales

Se utilizó fibra de madera de pino obtenida de la compañía Ponderosa, ésta se molió hasta llevarla a malla ± 60 (250μ) y se secó a 110°C por 24 h antes de su incorporación a la matriz polimérica, la cual fue polietileno de alta densidad de Chevron (Marflex Hi-D94312; MI=12; $\rho=0.943 \text{ gcm}^{-3}$). Como agente de acoplamiento se empleó anhídrido maleíco de Sartomer S.A, iniciado por peróxido de dicumilo adquirido de Aldrich, Co.

Equipos

En un extrusor Brabender con tornillo de 19 mm de diámetro y L/D 25 se llevó a cabo la incorporación *in situ* de la madera, polímero y anhídrido maleíco a una concentración de 5 phr y peróxido de dicumilo en 1 % en peso. Se utilizó un cilindro y dado capilar de 4 mm de diámetro para realizar la reometría capilar a una temperatura de 160°C . Asimismo, las mediciones dinámicas de la región viscoelástica lineal (LVR) se realizaron en un Espectrómetro Dinámico Universal Paar Physica UDS 200 en modo de torsión a frecuencia fija de 1 Hz y en barrido de deformación desde 0 a 30 %, a temperatura ambiente.

Resultados y Discusión

En las Figuras 1, 2 y 3 se observan los resultados de reometría capilar para mismas razones en peso PE/madera, sin modificar y modificadas con anhídrido maleíco. Con este tipo de reometría, la evaluación de compuestos poliméricos con fibras presenta comúnmente la desventaja de tener un gradiente de concentración de fibras a lo largo del perfil de flujo, lo puede llevar a resultados absolutos poco confiables [Ayora et al., 1997]. Sin embargo, en el caso presente, este hecho favorece la evaluación de la influencia de cambios químicos, como los producidos por el proceso de compatibilización, que inciden precisamente en la modificación de dicho patrón de flujo. Considerando lo anterior, en las Figuras 1, 2 y 3 puede notarse el acentuado efecto de la compatibilización sobre de la viscosidad y la pseudoplasticidad de los materiales. En el caso del sistema sin modificar, se advierte que el comportamiento de la viscosidad, caracterizado por el valor n de la Ley de la Potencia, para las tres composiciones tiende a ser similar que la del PE puro. Por otro lado, las muestras compatibilizadas presentan un importante incremento de la viscosidad con respecto a la muestra control y una pendiente mayor, lo que indica un mayor carácter pseudoplástico de estas composiciones. Las observaciones anteriores sugieren que la mayor adhesión entre las moléculas y la fibra de madera del sistema compatibilizado no permite que las fibras emigren con facilidad hacia la parte central del extruido, favoreciéndose así una

mayor influencia de la fibra en la velocidad de flujo a radio $r = r_{\max}$ y, por lo tanto, en la viscosidad. La tabla I concentra los resultados del índice n de la ley de Potencia.

Las Figuras 4 y 5 presentan los resultados obtenidos mediante análisis dinámico de sólidos, técnica de la cual se puede encontrar literatura específica [4]. Particularmente, el análisis estuvo encaminado a observar la influencia del agente de acoplamiento en el intervalo de amplitud relacionado con la región viscoelástica lineal (LVR). La independencia del módulo de almacenamiento G' con respecto a la deformación en dicha región, refleja que la energía mecánica aplicada no es suficiente para alejar al sistema significativamente de un equilibrio asociado a las propiedades básicas inherentes al material. En el presente caso puede observarse que el intervalo de amplitud de deformación correspondiente a la LVR se incrementa cuando se ha empleado un agente compatibilizante en el sistema. Lo anterior sugiere que el proceso de compatibilización, a través del mejoramiento de la adhesión, estabiliza mecánicamente la interface fibra/polímero generando una mayor resistencia al desprendimiento de polímero desde la superficie de la fibra. Este es un modo diferente y efectivo para evidenciar la influencia del agente de acoplamiento en la resistencia del material a la cedencia o deformación plástica, que comúnmente se busca observar en pruebas estáticas de resistencia tensil [3, 5-7] donde muchas ocasiones se obtienen resultados altamente influenciados por la falta de sensibilidad de los equipos y factores de apreciación.

Conclusiones

La adición de anhídrido maleíco y peróxido como iniciador genera cambios en el patrón de flujo del fundido debido a la promoción de la adhesión entre fibra y polímero. Estos cambios se reflejan en una mayor viscosidad y mayor carácter pseudoplástico. Asimismo, el mejoramiento de la adhesión fibra/polímero, para el caso del sistema sólido, favorece una mayor resistencia a la cedencia (creep) del material, tal como lo sugiere el incremento en el intervalo de amplitud de deformación asociado a la región viscoelástica lineal (LVR).

Referencias

1. Ayora, M., Ríos, R., Quijano, J., y Márquez, A. *Polymer Composites*, 18: 549-559 (1997).
2. E. Tronc, C. A. Hernández-Escobar, R. Ibarra-Gómez, A. Estrada-Monje, J. Navarrete-Bolaños, E. A. Zaragoza-Contreras, *Carbohydrate Polym*, In press
3. Coutinho, F.M.B., Costa, T.H.S., y Carvalho, D.L.. *J Appl Polym Sci*, 65: 1227-1235 (1997).
4. Menard, K.P. *Dynamic Mechanical Analysis*, CRC Press LLC, (1999).
5. Rana, A.K., Mandal, A., y Banerjee, A.N. *J Appl Polym Sci*, 76: 684-689 (2000).
6. Ray, D., Sarkar, B.K., Das, S., y Rana, A.K. *Comp Sci and Tech*, 62: 911-917 (2002).
7. Xu, B., Simonsen, J., y Rochefort, W.E. *J Appl Polym Sci*, 79: 418-425 (2001).

Tabla I. Índice de la Ley de Potencia para compuestos sin compatibilizar y compatibilizados

Razón en peso PE/fibra (sin-compatibilizar)	Índice de la Ley de Potencia, n	Razón en peso PE/fibra (compatibilizado)	Índice de la Ley de Potencia, n
PE	0.4356	PE	0.4356
90/10	0.4343	90/10	0.1463
80/20	0.4983	80/20	0.1851
70/30	0.3312	70/30	0.0697

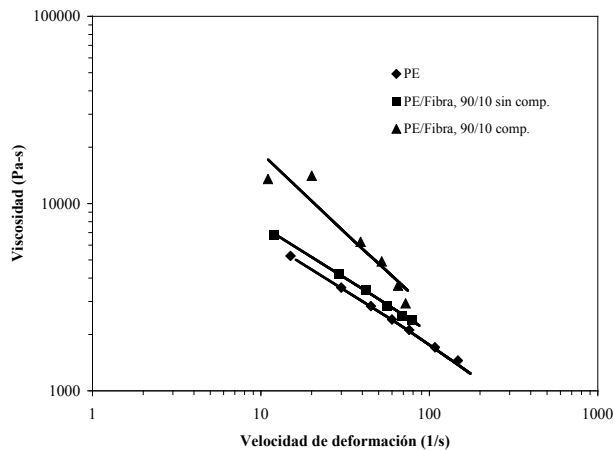


Fig. 1. Reometría capilar para PE y compuestos de razón en peso PE/Fibra, 90/10.

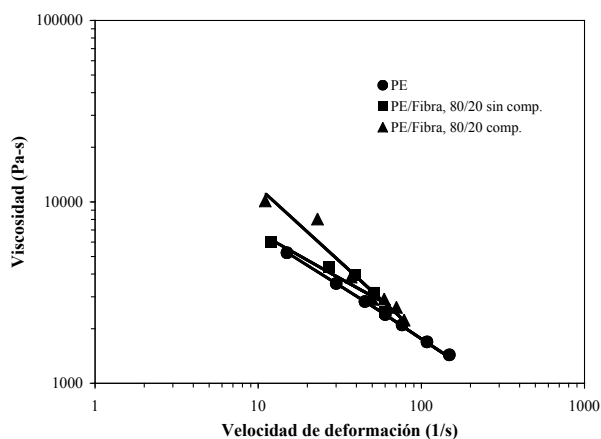


Fig. 2. Reometría capilar para PE y compuestos de razón en peso PE/Fibra, 80/20.

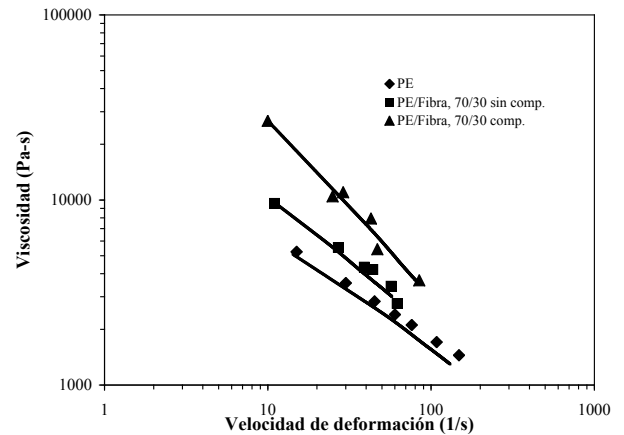


Fig. 3. Reometría capilar para PE y compuestos de razón en peso PE/Fibra, 70/30.

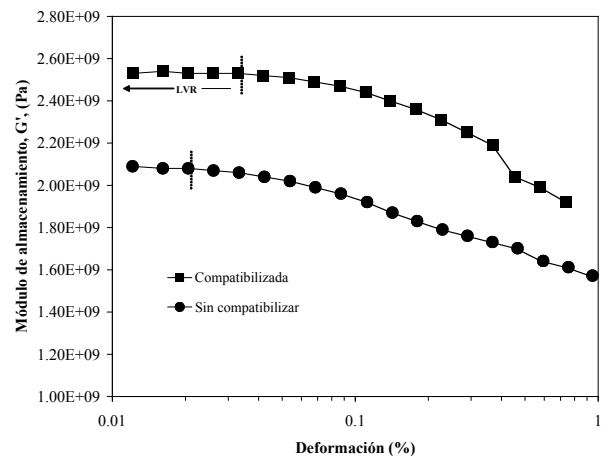


Fig. 4. Módulo de almacenamiento en función de la deformación dinámica para una muestra de razón en peso PE/Fibra, 80/20.

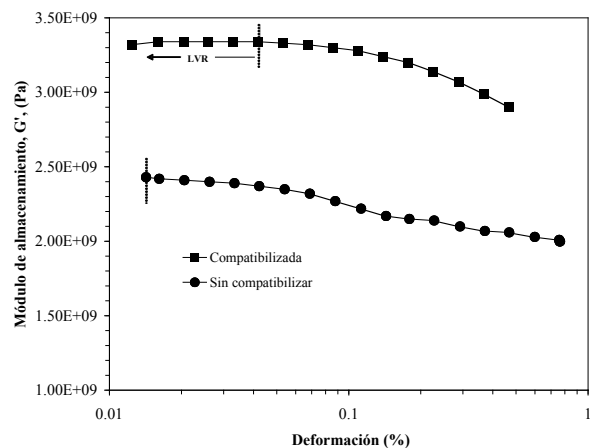


Fig. 5. Módulo de almacenamiento en función de la deformación dinámica para una muestra de razón en peso PE/Fibra, 70/30.