



EPS

Escola Politècnica
Superior

Projecte/Treball Fi de Carrera

Estudi: Enginyeria Industrial. Pla 2002

Títol: Caracterització de la fibra Henequén per ser utilitzada com a reforç en materials compostos

Document: Memòria

Alumne: Ana Juárez Muñoz

Director/Tutor: Josep M^a Güell Ordis
Departament: Física
Àrea: Ciència de materials i enginyeria

Convocatòria (mes/any): Setembre 2012

AGRAÏMENTS

L'elaboració d'aquest treball de final de carrera ha estat possible gràcies al Departament de Física adscrit a l'EPS de la Universitat de Girona, i més concretament al professor Josep Maria Güell, el meu tutor del treball.

El meu agraïment a Jirleska Flandez, per compartir els seus coneixements d'assajos químics i guiar-me durant tota la pràctica dels mateixos. Alhora vull agrair a en Joan Pere i la Carme Carulla la seva dedicació i coneixements.

Evidentment, a tots els professors i professores que des de la Universitat m'han ajudat a formar-me professionalment i personalment.

Finalment, no voldria acabar sense agrair el suport incondicional rebut per part de la meva família i amics al llarg de tota la carrera.

INDEX DE LA MEMÒRIA

1	INTRODUCCIÓ	5
1.1	ANTECEDENTS	5
1.2	OBJECTE	6
1.3	ABAST	6
2	ASSAJOS QUÍMICS	8
2.1	CAPACITAT D'ABSORCIÓ D'HUMITAT	8
2.2	ASSAIG DE DENSITAT	8
2.3	ASSAJOS DE COMBUSTIÓ	9
2.3.1	Assaig de combustió a 525°C	9
2.3.2	Assaig de combustió a 900°C	9
2.3.3	Conclusions de l'assaig de combustió	9
2.4	CARACTERITZACIÓ QUÍMICA DE RESIDUS	11
2.4.1	Extracció en etanol benzè	11
2.4.2	Extracció en aigua calenta	12
2.4.3	Determinació de lignina	12
2.4.4	Determinació d'holocel·lulosa	13
2.4.5	Determinació d'alfacel·lulosa	13
3	ASSAJOS FÍSIC MECÀNICS	14
3.1	ASSAIG DE TRACCIÓ	14
3.2	DETERMINACIÓ DE LA RESISTÈNCIA	20
4	ASSAJOS TERMOCALORIMÈTRICS	21
4.1	ASSAIG TERMOGRAVIMÈTRIC, TGA	21
4.2	CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE RASTREIG, DSC	26
4.3	ANÀLISI TERMOMECÀNIC, TMA	31
4.4	ANÀLISI MECÀNIC DINÀMIC, DMA	40
5	ASSAJOS ÒPTICS	46
5.1	MICROSCOPI ELECTRÒNIC DE RASTREIG, SEM I ANÀLISI DE RAJOS X PER SEPARACIÓ D'ENERGIA, EDX	46
5.2	MICROSCOPI ÒPTIC	58
6	ASSAIG INFRAROIG	68
7	ASSAIG DIFRACCIÓ DE RAIG X	69
8	CROMATOGRAFIA LÍQUIDA	70
9	TERMINIS D'EXECUCIÓ	71
10	PRESSUPOST	72
11	COMPARATIVA AMB ALTRES FIBRES	73
12	CONCLUSIONS	74
13	PRESPECTIVES DE FUTUR	75
13.1	PRETRACTAMENT	75
13.1.1	Hidròlisi selectiva	75
13.1.2	Mètode tradicional de pretractament	75
13.1.3	Mètode oxidatiu en una sola etapa	75

13.2	PREPARACIÓ DE LES MOSTRES EN COMPOSTOS.....	76
14	RELACIÓ DE DOCUMENTS.....	77
15	BIBLIOGRAFIA.....	78

1 INTRODUCCIÓ

1.1 Antecedents

En aquest treball es fan servir fibres provinents de la pinya de Henequén. Aquestes fibres són un subproducte del procés per a l'obtenció del licor de Henequén i es volen fer servir com a reforç en materials compostos.

La producció mundial es calcula en 200.000 tones de fibra per any. L'únic país que produeix Henequén a gran escala és Mèxic. La seva producció anual és de unes 175.000 tones. El segon país productor és Cuba, amb 10.000 tones, seguit per El Salvador amb 2.000 tones.

Tot i que la planta de Henequén creix més lentament que la de sisal, té més longevitat. A Mèxic pot viure de 20 a 30 anys. Aquesta planta produeix al voltant de 230 fulles durant la seva vida.

El Henequén té un color des de casi blanc fins groguenc vermellós, es considera inferior a la fibra de *Agave Sisal* en resistència, neteja, textura i longitud. Un típic anàlisi de la fibra de Henequén es el següent:

Humitat	4,6 %
Cendres	1,1 %
Substàncies solubles en alcohol y benzè	3,6 %
Lignina	13,1 %
Cel·lulosa	77,6 %

Taula 1: Anàlisi típic de fibra Henequén

Les fibres de plantes naturals o biofibres s'han fet servir en el passat com un material de reforç de diferents tipus de matrius. Recentment s'ha parat especial atenció al seu ús com a material de reforç de termoplàstics. Particularment, la indústria automotriu ha mostrat interès en els avantatges que aquest tipus de fibra, com a reforç, pot presentar.

Els avantatges de les biofibres sobre les fibres reforçants tradicionals com la fibra de vidre són: baix cost, baixa densitat, per tant, bones propietats específiques, menys equip de processament, alta suavitat, biodegradabilitat i ecològicament sostenibles, ja que es produeixen a partir de recursos naturals. Les fibres naturals més utilitzades en la obtenció de materials reforçats són: El sisal, el jute, el lli i les fibres de fusta.

Ja s'han fet estudis sobre diferents fibres en aquest mateix àmbit i sobre la fibra de Henequén que creix a Mèxic.

Aquestes fibres s'han emprat en l'obtenció de materials compostos amb matriu de polipropilè. Es va fer servir fibres, moltes i passades pel tamís de malles de 30 i 100, de la base de fulla i del tronc de la planta. S'ha observat un augment en el mòdul del material al incrementar el contingut de fibres en la matriu, mentre que la resistència a tensió disminueix al augmentar el contingut de les fibres. Les millors propietats mecàniques s'obtenen amb les fibres de menor grandària, malla 100, independentment del tipus de fibra, el que s'atribueix a una millor dispersió de les fibres en la matriu.

Aquest projecte s'emmarca dins una col·laboració entre la Universitat de Girona i la Universitat Cubana de Holguin, per tal d'estudiar la fibra de Henequén que creix a Cuba.

Donat el fet que l'alt contingut de lignina condueix a l'absorció d'humitat i, per tant, a una menor adhesió amb els materials termoplàstics hidrofòbics o termostables, és necessari fer un tractament previ a la fibra. És per aquest motiu que s'estudiarà la caracterització de la fibra de Henequén sense tractar i tractada amb concentracions del 2%, 5% i 10% d'hidròxid sòdic, durant dos hores i a temperatura ambient.

1.2 Objecte

La generació massiva de residus plàstics constitueix actualment un gravíssim problema mediambiental. Una de les estratègies desenvolupades per pal·liar-ho consisteix en el reciclatge dels residus plàstics i la seva posterior utilització per diferents aplicacions en sectors com la construcció.

La incorporació de reforços en el material reciclat millora les propietats mecàniques del mateix. Un possible reforç són les fibres d'origen vegetal o biofibres, que, a més de millorar tècnicament el producte, presenten avantatges econòmics i ambientals.

L'objectiu d'aquest treball és l'estudi de les fibres d'origen vegetal Henequén sense tractar i tractades amb diferents concentracions d'hidròxid sòdic, per tal de conèixer les seves propietats i, d'aquesta manera, poder tenir els coneixements necessaris per, posteriorment a aquest projecte, fer compostos en les millors condicions materials.

1.3 Abast

Es farà una primera fase de recerca de bibliografia i informació. Posteriorment es faran diferents assajos per tal de poder caracteritzar la fibra de Henequén.

Es faran assajos químics per tal de determinar la composició química i conèixer d'aquesta manera la quantitat d'extraïbles de la fibra, cendres, cel·lulosa i lignina, entre altres. També es realitzaran assajos de tracció per determinar la resistència, assajos termogravimètrics per conèixer la temperatura de degradació, anàlisi termomecànic per determinar el coeficient de dilatació i anàlisi mecànic dinàmic per obtenir el mòdul elàstic de la fibra a diferents temperatures. De la mateixa manera es farà servir el microscopi electrònic de rastreig amb anàlisi de rajos X per separació d'energia per tal d'observar l'estat de la fibra i conèixer els elements químics que la formen, així com una observació transversal per poder determinar la seva secció.

2 ASSAJOS QUÍMICS

Es pot considerar que la composició química de les fibres està formada per: Cel·luloses, hemicel·luloses, pectines, mucíl·lags, gomes, polisacàrids i lignina.

Amb els assajos químics es pretén conèixer la concentració de lignina, alfacel·lulosa (coneguda com cel·lulosa) i hemicel·lulosa. Seguint el normes TAPPI es troba la concentració d'holocel·lulosa, que és la suma d'hemicel·lulosa i alfacel·lulosa.

2.1 Capacitat d'absorció d'humitat

La capacitat d'absorció d'humitat es pot obtenir a partir de la sequedat de la fibra, aquesta actualment s'obté amb l'ajuda d'un aparell analitzador d'humitat amb assecador d'infrarojos. A la taula següent es poden veure els valors per a cada mostra de fibra.

	Sense tractar	Tractada al 2 %	Tractada al 5 %	Tractada al 10 %
Capacitat d'absorció d'humitat	6,67 %	5,51 %	6,04 %	2,86 %

Taula 2: Capacitat d'absorció d'humitat

Com és d'esperar la tendència és a tenir menys capacitat d'absorció d'humitat quan la fibra pateix tractaments previs amb concentracions més elevades, ja que amb el tractament d'àcid la fibra s'asseca.

2.2 Assaig de densitat

Es segueix un mètode basat en el principi d'Arquímedes per tal de determinar la densitat de cada mostra de fibra. És necessari conèixer el pes de la fibra seca, el pes submergint-la en aigua i la densitat de l'aigua. D'aquesta manera s'obtenen el valors següents:

	Sense tractar	Tractada al 2 %	Tractada al 5 %	Tractada al 10 %
Densitat	1,147 g/ cm ³	1,109 g/ cm ³	1,052 g/ cm ³	1,066 g/ cm ³

Taula 3: Densitat per pes

Es pot observar com la fibra perd densitat en ser tractada amb majors concentracions d'hidròxid sòdic. Amb aquest pretractament es pretén perdre lignina, però també s'afecta sobre els carbohidrats i, per tant, es perd rendiment i resistència. Degut a aquesta pèrdua de rendiment, es redueix la densitat lineal de la fibra. D'aquesta manera hi ha més fibres per unitat de pes en mostres tractades.

2.3 Assajos de combustió

2.3.1 Assaig de combustió a 525°C

Es fa servir 1,5 grams aproximadament de fibra que es cremen dins d'una mufla durant una hora i mitja a temperatura constant per tal de determinar el tant per cent de pes en cendres quan es fa una combustió a 525°C. A continuació es poden observar els resultats obtinguts en mitjana:

	% Cendres a 525°C
Mostra sense tractar	1,613
Mostra tractada al 2%	1,097
Mostra tractada al 5%	2,027
Mostra tractada al 10%	2,499

Taula 4: Tant per cent de cendres a 525°C

2.3.2 Assaig de combustió a 900°C

En aquest cas es manté la combustió durant tres hores fins assolir una temperatura de 300°C, moment en que es programa a 600°C i posteriorment a 900°C. Es manté aquesta temperatura constant durant una hora. Els resultats obtinguts fent la mitjana dels valors duplicats són:

	% Cendres a 900°C
Mostra sense tractar	1,663
Mostra tractada al 2%	1,677
Mostra tractada al 5%	2,006
Mostra tractada al 10%	1,287

Taula 5: Tant per cent de cendres a 900°C

2.3.3 Conclusions de l'assaig de combustió

El valor esperat del tant per cent de cendres de fibres és inferior al 5 %, així es pot considerar aquests valors correctes. Fent la mitjana aritmètica de les dos mostres preses per cada tipus de tractament de la fibra s'obté el valor del tant per cent de cendres final.

El contingut de cendres de la mostra pot ser:

- Residus dels químics emprats en el tractament previ.
- Metalls de les màquines.

- Matèries inorgàniques minerals.
- Carregues, pigments i/o altres materials.

La quantitat i composició de les cendres és funció de la presència o absència de qualsevol d'aquests materials o altres, sols o en combinació.

La combustió de la cel·lulosa es produeix a 300°C. Per papers o polpes que no continguin càrregues, la calcinació pot realitzar-se a 525°C o 900°C; el mateix que amb mostres que continguin càrregues o pigments que no desenvolupin canvis de pes a aquestes temperatures, tals com òxid de silici o titani.

Per fibres que només continguin cel·lulosa i carbonat càlcic, la calcinació a 525°C eliminarà la cel·lulosa i la humitat però deixarà la cendra de carbonat càlcic essencialment intacta. D'altra banda la calcinació a 900°C converteix el carbonat càlcic en òxid de calci. Tots dos mètodes poden donar-se complementàriament per donar una bona estimació del carbonat càlcic afegit.

	% Cendres a 525°C	% Cendres a 900°C
Mostra sense tractar	1,613	1,663
Mostra tractada al 2%	1,097	1,677
Mostra tractada al 5%	2,027	2,006
Mostra tractada al 10%	2,499	1,287

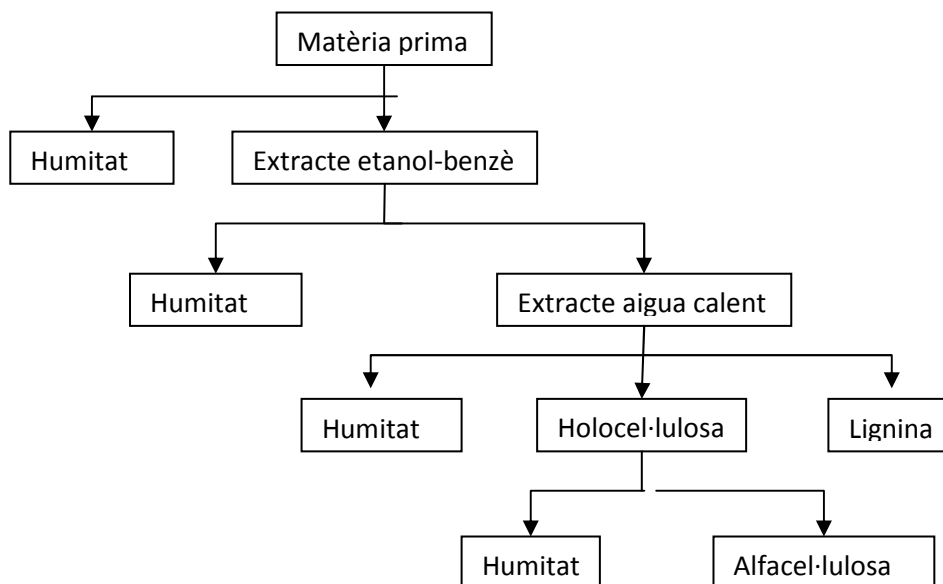
Taula 6: Taula comparativa de cendres a 525 i 900°C

Com es pot observar les quatre mostres tenen un baix contingut en cendres, per tant, no s'esperen acumulacions importants, és a dir, esperem propietats semblants al llarg de les fibres.

El percentatge de carbonat de calci, associat a la diferència entre les cendres determinades a 525°C i 900°C, és gairebé menyspreable.

2.4 Caracterització química de residus

Per tal de determinar la composició química de la fibra de Henequén es segueix el següent esquema de treball:



2.4.1 Extracció en etanol benzè

Amb una solució d'Etanol-Benzè 1:2 es neteja la fibra de Henequén que es troba dins uns cartutxos de paper de filtre, col·locat dins del seu Soxhlet corresponent. L'extracció es realitza a 75°C per no evaporar cap dels dos components de la solució.

Un cop transcorregudes 6 hores s'evapora la solució i s'assequen els balons amb el residu, així es pot obtenir el tant per cent en pes d'extraïbles en etanol benzè:

	% Extraïble en etanol benzè
Mostra sense tractar	3,870
Mostra tractada al 2%	2,724
Mostra tractada al 5%	2,571
Mostra tractada al 10%	2,739

Taula 7: Tant per cent d'extraïbles en etanol-benzè

Com és d'esperar la fibra verge, que no ha patit cap pretractament amb hidròxid sòdic té una quantitat més elevada d'extraïbles en etanol benzè, ja que segurament, conté més brutícia que les fibres que han estat atacades.

2.4.2 Extracció en aigua calenta

L'extracció en aigua calenta neteja la fibra després de ser tractada amb etanol-benzè. Amb el mateix procediment, fent servir aigua destil·lada a una temperatura de 100°C durant quatre hores s'obtenen els resultats següents:

	% Extraïble en aigua calenta
Mostra sense tractar	7,369
Mostra tractada al 2%	3,472
Mostra tractada al 5%	2,840
Mostra tractada al 10%	3,207

Taula 8: Tant per cent d'extraïbles en aigua destil·lada

De la mateixa manera que en l'extracció en etanol benzè l'alt valor d'extraïbles en aigua de la fibra sense tractar contra els valors de les fibres tractades es d'esperar.

2.4.3 Determinació de lignina

Per determinar el contingut de lignina es fan servir les mostres de fibra Henequén que han estat netejades amb etanol-benzè i aigua destil·lada calenta. Es fa un primer tractament amb àcid sulfúric al 72% a una temperatura entre 12 i 15°C i posteriorment un altre amb una autoclau a 118°C durant 1 hora. Es filtra la solució resultat i s'obté el tant per cent en pes de lignina de cada mostra.

	% Lignina
Mostra sense tractar	13,90
Mostra tractada al 2%	15,12
Mostra tractada al 5%	15,28
Mostra tractada al 10%	14,37

Taula 9: Tant per cent de lignina

És important conèixer el contingut de lignina ja que, juntament amb la holocel·lulosa, ofereix una dada interessant en el moment d'establir el tractament adequat de deslignificació en la cocció.

Els resultats que obtenim no són el esperats. El motiu del tractament previ de les fibres amb hidròxid sòdic és atacar a la lignina i, per tant, reduir el seu contingut. Aquests valors indiquen que no s'ha extret lignina com s'esperava i que pot ser el tractament previ amb hidròxid sòdic no ha estat suficientment agressiu per eliminar-la.

2.4.4 Determinació d'holocel·lulosa

L'assaig per determinar la quantitat d'holocel·lulosa es fa amb 3 grams de la fibra netejada amb etanol-benzé i aigua destil·lada calenta, col·locada al bany maria a una temperatura de 80°C. Es fan reaccionar les mostres amb àcid acètic glacial i clorit sòdic i es filtra la solució per tal d'obtenir el pes d'holocel·lulosa.

Donat el fet que l'assaig per determinar la quantitat d'holocel·lulosa està pensat per materials pastosos i no fibres, es calcula el tant per cent d'holocel·lulosa mitjançant una equació sumatòria. En conèixer els extraïbles en etanol-benzè, el tant per cent de cendres i de lignina, es pot calcular el tant per cent d'holocel·lulosa sumant els valors anteriors i calculant el valor que falta per arribar al cent per cent.

D'aquesta manera s'obtenen els següents resultats:

	% Holocel·lulosa
Mostra sense tractar	80,61
Mostra tractada al 2%	81,06
Mostra tractada al 5%	80,13
Mostra tractada al 10%	80,39

Taula 10: Tant per cent d'holocel·lulosa

Els valors resultants no indiquen cap tendència, és a dir, no es pot assegurar que el tractament amb hidròxid sòdic hagi afectat a la holocel·lulosa.

2.4.5 Determinació d'alfacel·lulosa

Per determinar el contingut l'alfacel·lulosa es fan reaccionar 3 grams de la fibra tractada prèviament per determinar el tant per cent d'holocel·lulosa amb hidròxid sòdic al 17,5% a 20°C i es filtra amb l'ajuda de hidròxid sòdic al 8,3% i àcid acètic 2N.

D'aquesta manera s'obté el tant per cent en pes d'alfacel·lulosa de cada mostra.

	% Alfacel·lulosa
Mostra sense tractar	65,36
Mostra tractada al 2%	59,11
Mostra tractada al 5%	62,69
Mostra tractada al 10%	55,27

Taula 11: Tant per cent d'alfacel·lulosa

3 ASSAJOS FÍSIC MECÀNICS

3.1 Assaig de tracció

Per fer l'assaig a tracció es fa servir la norma UNE-EN ISO 5079 "Determinació de la força de ruptura i de l'allargament en la ruptura de fibres individuals". Amb una velocitat de 15mm/min s'obtenen els següents valors d'allargament:

	Lo (mm)	Allargament (mm)	Allargament (%)
1	25	2	8
2	25	2	8
3	25	1,5	6
4	25	2	8
5	25	1	4
6	25	2	8
7	25	1,5	6
8	25	2	8
9	25	1,5	6
10	25	2,5	10

Taula 12: Allargament de mostres sense tractar

	Lo (mm)	Allargament (mm)	Allargament (%)
1	25	2	8
2	25	2	8
3	25	2	8
4	25	1,5	6
5	25	2	8
6	25	2,5	10
7	25	1	4
8	25	2	8
9	25	1,5	6
10	25	1,5	6

Taula 13: Allargament de mostres tractades al 2% de NaOH

	Lo (mm)	Allargament (mm)	Allargament (%)
1	25	2	8
2	25	2	8
3	25	2	8
4	25	2,5	10
5	25	3,5	14
6	25	1,5	6
7	25	2	8
8	25	3	12
9	25	2	8
10	25	2	8
11	25	3	12
12	25	2,5	10
13	25	1,5	6
14	25	2,5	10
15	25	2	8
16	25	1,5	6
17	25	3,5	14
18	25	2,5	10

Taula 14: Allargament de mostres tractades al 5% de NaOH

	Lo (mm)	Allargament (mm)	Allargament (%)
1	25	2,5	10
2	25	1,5	6
3	25	2	8
4	25	1	4
5	25	2	8
6	25	1,5	6
7	25	1	4
8	25	2	8
9	25	2	8
10	25	2	8

11	25	1,5	6
12	25	3	12
13	25	2	8
14	25	2	8
15	25	2	8
16	25	1,5	6
17	25	2,5	10
18	25	2	8

Taula 15: Allargament de mostres tractades al 10% de NaOH

En ser l'allargament mig en la ruptura superior al 8%, segons la norma UNE-EN ISO 5079, la velocitat de la pinça mòbil serà el 100% de l'allargament en mil·límetres per minut. La màquina de la que es disposa no treballa bé a velocitats molts petites ja que no manté una velocitat constant sinó que va a batzegades. La velocitat més baixa a la que es pot anar és a 22mm/min.

Fent els assajos a aquesta velocitat s'obtenen les següents taules de resultats de la força de trencament:

	Força de trencament (kg)	Zona de trencament
1	1,49	Centre
2	1,26	Extrem
3	1,37	Centre
4	1,26	Centre
5	1,14	Centre
6	1,26	Centre
7	0,9	Extrem
8	1,4	Centre
9	1,46	Centre
10	2,52	Extrem
11	1,38	Centre
12	1,99	Centre
13	1	Centre
14	1,7	Centre
15	1,56	Centre
16	1,47	Centre

17	0,78	Extrem
18	1,19	Centre
19	1,38	Centre
20	1,17	Centre
21	0,88	Centre
22	0,41	Extrem
23	0,92	Centre
24	0,45	Extrem
25	0,68	Centre
26	1,16	Centre
27	1,57	Centre

Taula 16: Força de trencament de mostres sense tractar

	Força de trencament (kg)	Zona de trencament
1	0,56	Centre
2	0,55	Centre
3	0,89	Centre
4	0,75	Centre
5	0,82	Centre
6	0,75	Extrem
7	0,97	Centre
8	0,82	Centre
9	0,84	Centre
10	0,77	Centre
11	0,71	Centre
12	0,73	Centre
13	0,66	Centre
14	0,78	Centre
15	1,14	Centre
16	0,73	Centre
17	0,45	Extrem
18	0,72	Centre

19	0,91	Centre
20	1	Extrem
21	0,97	Extrem
22	1,14	Centre
23	0,46	Extrem
24	0,85	Extrem
25	0,39	Centre
26	0,62	Centre
27	0,43	Centre
28	0,58	Centre
29	0,46	Centre

Taula 17: Força de trencament de mostres tractades al 2% de NaOH

	Força de trencament (kg)	Zona de trencament
1	0,49	Centre
2	1,21	Centre
3	0,44	Extrem
4	0,45	Centre
5	0,46	Extrem
6	0,69	Centre
7	0,81	Centre
8	0,91	Centre
9	0,79	Centre
10	1,02	Extrem
11	1,43	Centre
12	1,51	Centre
13	0,89	Centre
14	1,01	Centre
15	0,86	Centre
16	0,8	Centre
17	0,96	Centre
18	1,09	Centre

Taula 18: Força de trencament de mostres tractades al 5% de NaOH

	Força de trencament (kg)	Zona de trencament
1	0,77	Centre
2	0,9	Centre
3	0,28	Extrem
4	0,35	Extrem
5	0,26	Centre
6	0,68	Centre
7	0,26	Centre
8	0,34	Centre
9	0,57	Centre
10	0,64	Extrem
11	0,3	Centre
12	0,24	Centre
13	0,59	Centre
14	0,69	Centre
15	0,48	Centre
16	0,63	Centre
17	0,45	Centre
18	0,75	Centre

Taula 19: Força de trencament de mostres tractades al 10% de NaOH

Durant l'assaig de tracció hi ha mostres que no han arribat a trencar possiblement degut a una mala fixació de la mostra fent que aquesta llisqui.

	Força de trencament (kg)
Mostra sense tractar	1,25
Mostra tractada al 2%	0,74
Mostra tractada al 5%	0,88
Mostra tractada al 10%	0,51

Taula 20: Valors en mitjana de la força de trencament

En observar els resultats és estrany que les fibres tractades al 5% d'hidròxid sòdic suportin forces més grans que les tractades al 2%, aquest fet es podria explicar amb que diferents feixos d'un mateix grup de fibres poden haver patit un atac més important que un altre feix d'un grup de fibres tractades amb una concentració més gran d'hidròxid sòdic.

El que si que es pot veure clarament en els resultats és que el tractament amb hidròxid sòdic afecta considerablement a la força de trencament que pot suportar la fibra. Tractant la fibra amb un 10 per cent d'hidròxid sòdic durant dues hores a temperatura ambient, la força de trencament disminueix més de la meitat de la que és capaç de suportar la mateixa fibra sense cap tractament.

3.2 Determinació de la resistència

Coneixent la secció de cada fibra obtinguda amb el microscopi òptic, els valors de la força de trencament es poden expressar com resistència de trencament. Aquesta resistència és el resultat de dividir la força de trencament entre la secció.

	Força de trencament (kg)	Àrea promig (mm²)	Resistència (MPa)
Mostra sense tractar	1,25	0,02458	498,88120
Mostra tractada al 2%	0,74	0,02542	285,57828
Mostra tractada al 5%	0,88	0,01851	466,38574
Mostra tractada al 10%	0,51	0,01404	356,34615

Taula 21: Resistència de trencament

Com és d'esperar, la resistència promig té tendència a disminuir quan augmenta la concentració del pretractament amb d'hidròxid sòdic.

El cas de la fibra tractada al 2% de NaOH no segueix el mateix comportament, ja que la força de trencament és inferior a l'esperada comparant els valors obtinguts per les mostres sense tractar i tractada al 5% i l'àrea promig, tot i estar entre els dos valors inferior i superior, es pot considerar força elevat. En ser la força inferior a la esperada i l'àrea superior, la resistència calculada és encara més petita del que s'espera.

4 ASSAJOS TERMOCALORIMÈTRICS

La definició generalment acceptada d'anàlisi tèrmic és: Un grup de tècniques en les que es mesuren unes propietats físiques d'una substància i/o productes de reacció en funció de la temperatura mentre la substància es sotmet a un programa de temperatura controlat.

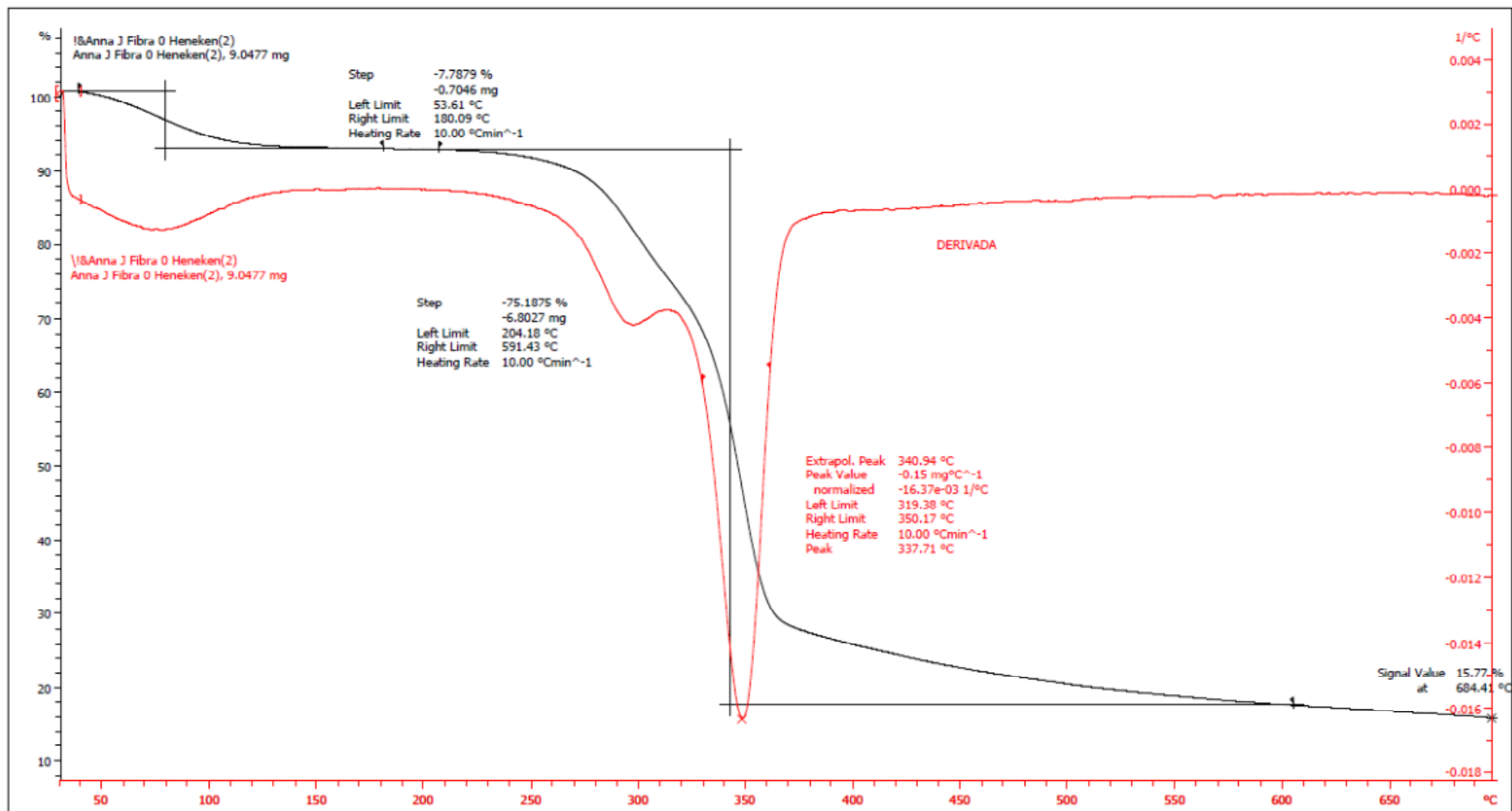
Es poden distingir més d'una dotzena de mètodes tèrmics, que difereixen en les propietats mesurades i en el programes de temperatura. Aquests mètodes troben una ampla aplicació tant en el control de qualitat com en investigació de productes industrials, tals com polímers, productes farmacèutics, argiles i minerals, metalls i aliatges. Aquests mètodes inclouen la termogravimetria (TG), l'anàlisi tèrmic diferencial (DTA) i la calorimetria diferencial de rastreig (DSC), entre altres.

Els efectes de la calor sobre els materials poden ser diversos i produir canvis en moltes de les seves propietats. En l'anàlisi tèrmic, els canvis de pes configuren la base de la termogravimetria (TG), mentre que la mesura dels canvis d'energia constitueix la base de l'anàlisi tèrmic diferencial (DTA) i la calorimetria diferencial de rastreigs (DSC).

Existeixen altres sèries de propietats que també poden ser mesurades tot i que les tècniques aplicades són més limitades. Per exemple, l'anàlisi termomecànic (TMA), mesura els canvis en les dimensions d'un material en funció de la temperatura.

4.1 Assaig termogravimètric, TGA

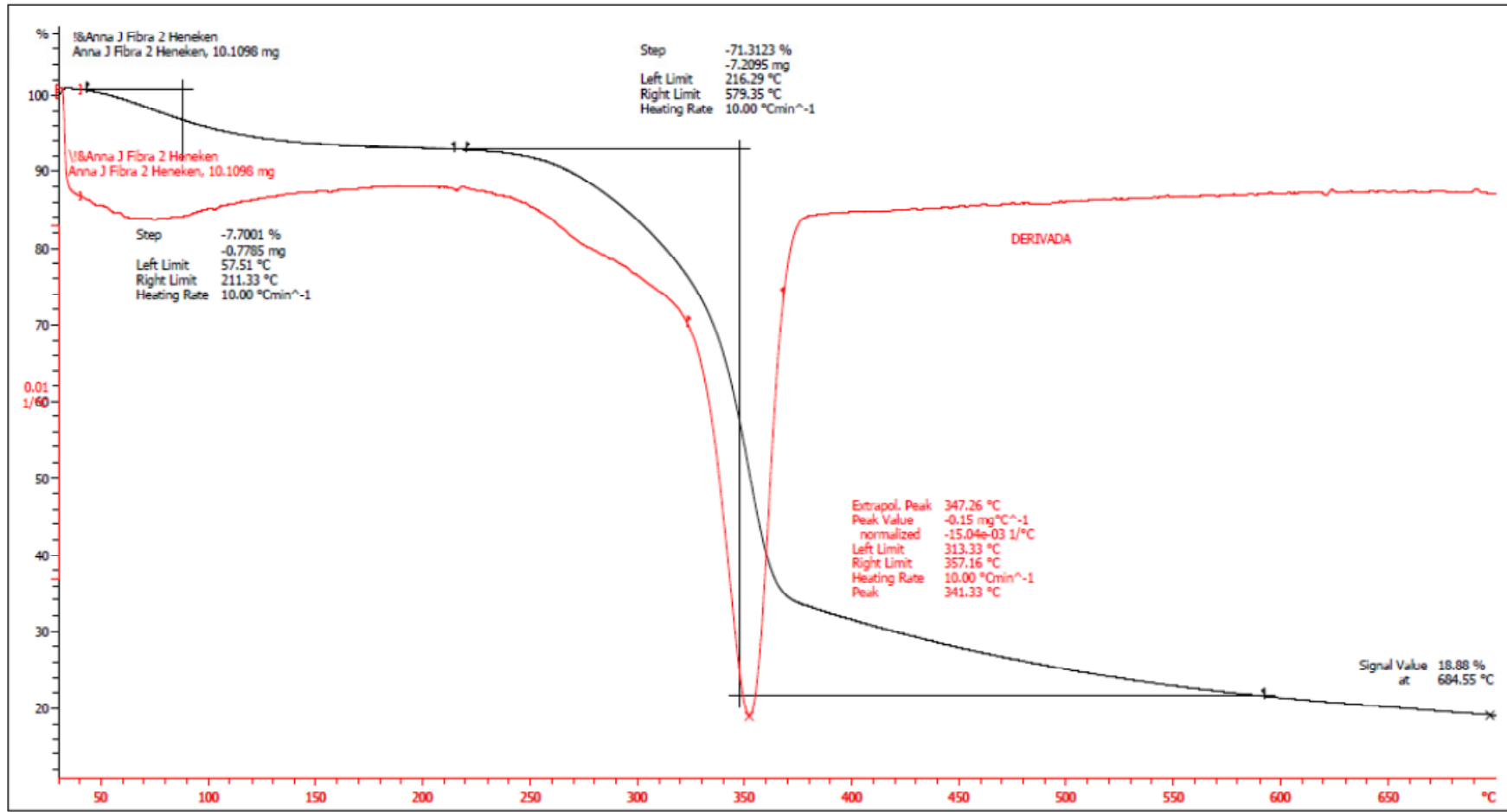
Amb aquest assaig es registra de manera continua la massa de la mostra en funció de la temperatura o el temps al augmentar la temperatura de la mostra. D'aquesta manera es determina la temperatura de degradació de les mostres.



Lab: GRM

STAR® SW 9.20

Figura 1: Assaig TGA fibra Henequén sense tractar



Lab: GRM

STAR® SW 9.20

Figura 2: Assaig TGA fibra Henequén 2% NaOH

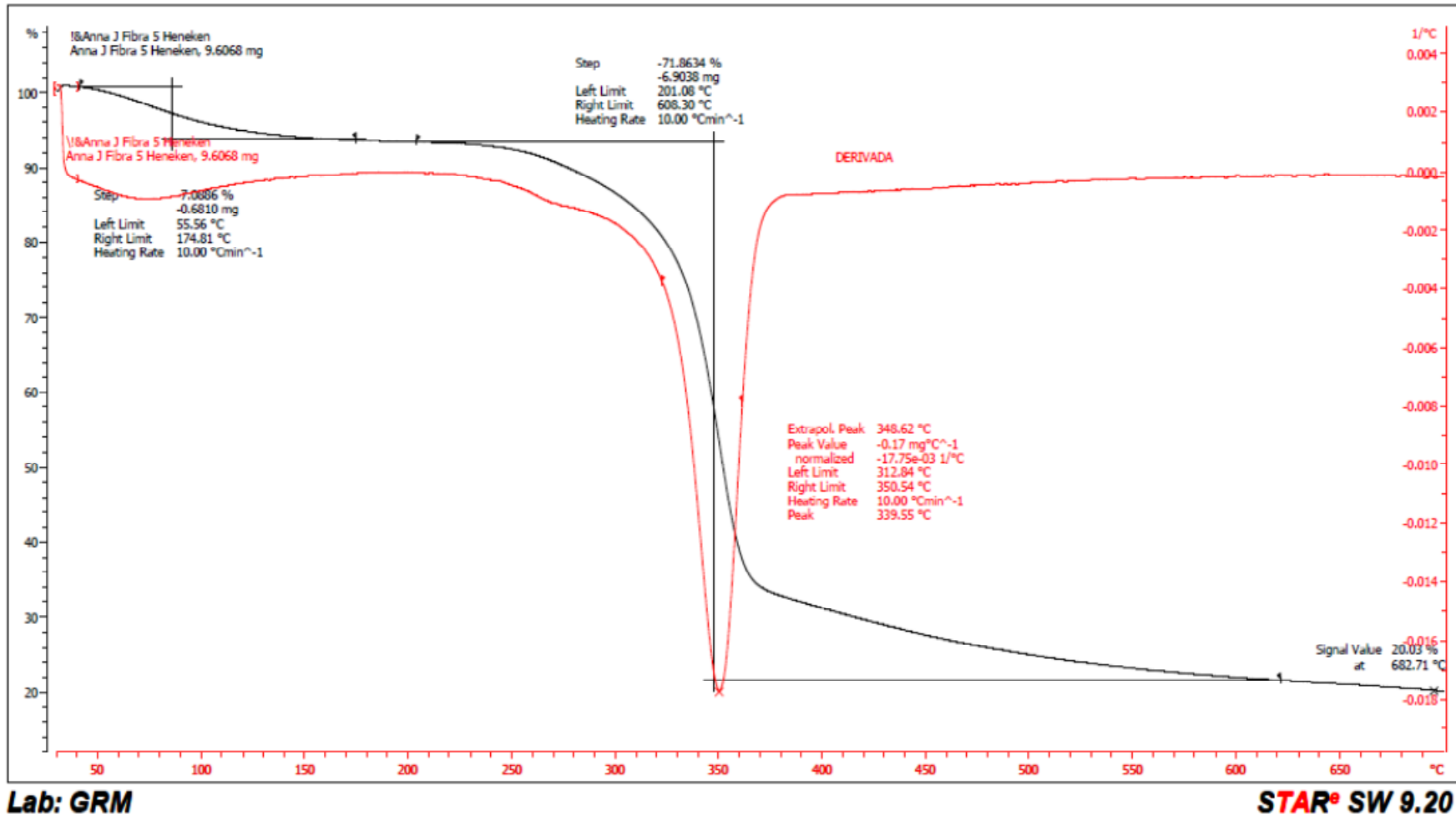


Figura 3: Assaig TGA fibra Henequén 5% NaOH

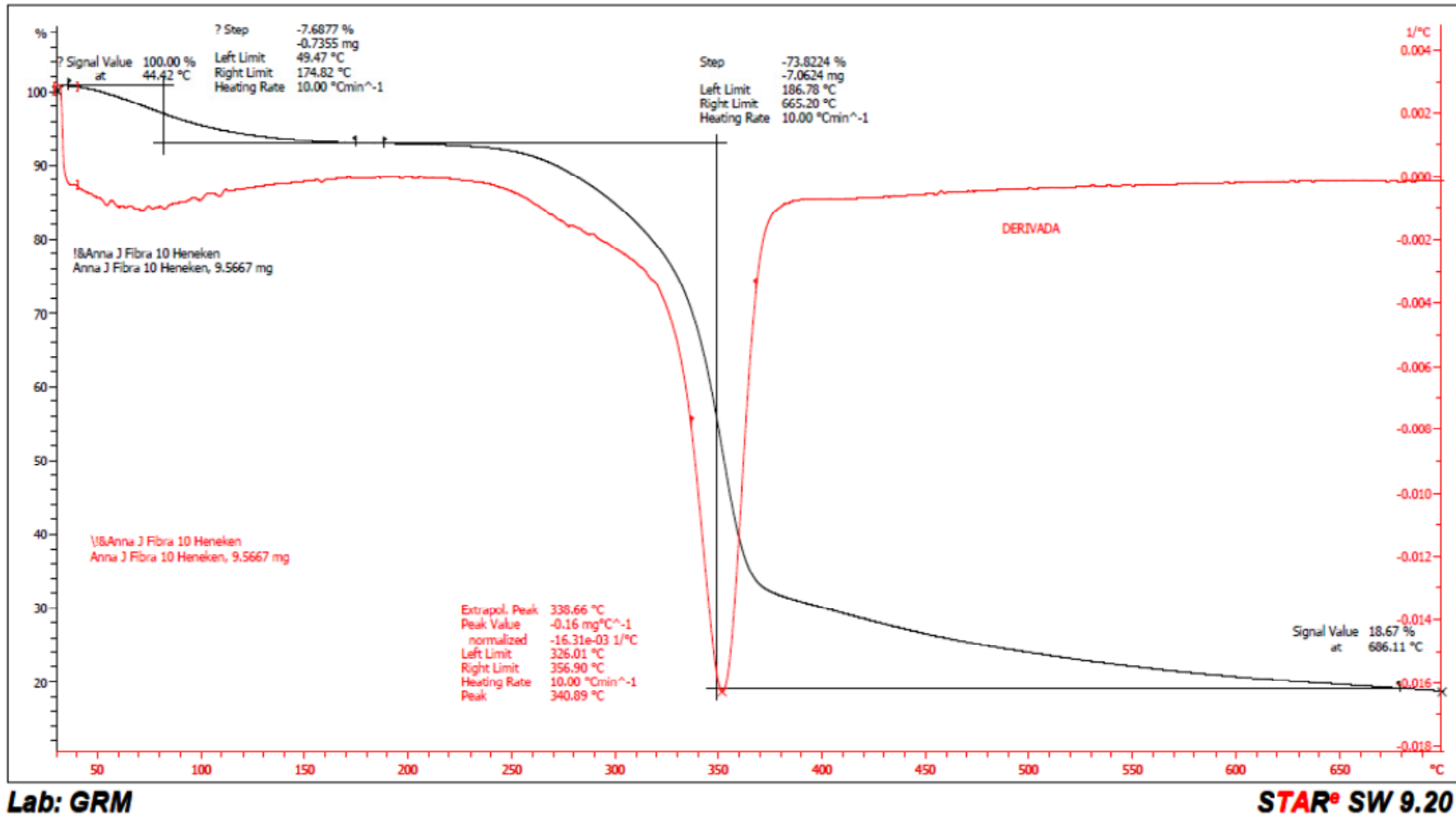


Figura 4: Assaig TGA fibra Henequén 10% NaOH

Amb la derivada de cada gràfica es pot observar millor el punt a on es trobaria la temperatura de degradació ja que indica el punt d'inflexió de la gràfica, d'aquesta manera es pot considerar que les temperatures de degradació per cada tipus de mostra es:

	Temperatura de degradació (°C)
Mostra sense tractar	337,71
Mostra tractada al 2%	341,33
Mostra tractada al 5%	339,55
Mostra tractada al 10%	340,89

Taula 22: Temperatura de degradació

De l'assaig termogravimètric es pot concloure que el tractament previ de la fibra amb hidròxid sòdic fa que aquesta tingui un comportament més estable ja que arriba a temperatures més elevades.

El tret més rellevant que s'extreu d'observar les corbes obtingudes de massa de mostra en funció de la temperatura, és una primera pèrdua de massa que s'observa en la primera gràfica. Aquesta pèrdua es redueix considerablement en la gràfica de mostra tractada al 2% de NaOH i encara més en les mostres tractades al 5 i al 10%.

Aquesta pèrdua de massa es produeix abans de la degradació total de la mostra, per tant, es pot dir que el component que s'extreu amb el tractament amb hidròxid sòdic és menys estable que la mostra en si ja que es degrada abans. Així doncs, en fer el tractament amb hidròxid sòdic s'està estabilitzant la fibra.

Per una altra banda es pot observar com la pèrdua d'aigua suposa entre un 7% i un 8% de la massa total, ja que es la pèrdua que s'observa en arribar als 100°C de temperatura. El residu és, aproximadament, un 20% de la massa total de la fibra, el percentatge que roman al final de l'assaig.

Si l'atmosfera de l'assaig fos aire, es formaria CO₂ i només quedaria càrrega mineral, al fer l'assaig amb una atmosfera de N₂ queda com a residu tot el carbó mineral.

4.2 Calorimetria diferencial de rastreig, DSC

La calorimetria diferencial de rastreig permet l'estudi dels processos en els que es produeix una variació entàlpica, com pot ser la determinació de calors específics, punts d'ebullició i cristal·lització, entalpies de reacció i determinació d'altres transicions de primer i segon ordre.

La finalitat de la calorimetria diferencial de rastreig és registrar la diferència en el canvi d'entalpia que té lloc entre la mostra i un material inert de referència en funció de la temperatura o del temps, quan ambdós estan sotmesos a un programa controlat de temperatures.

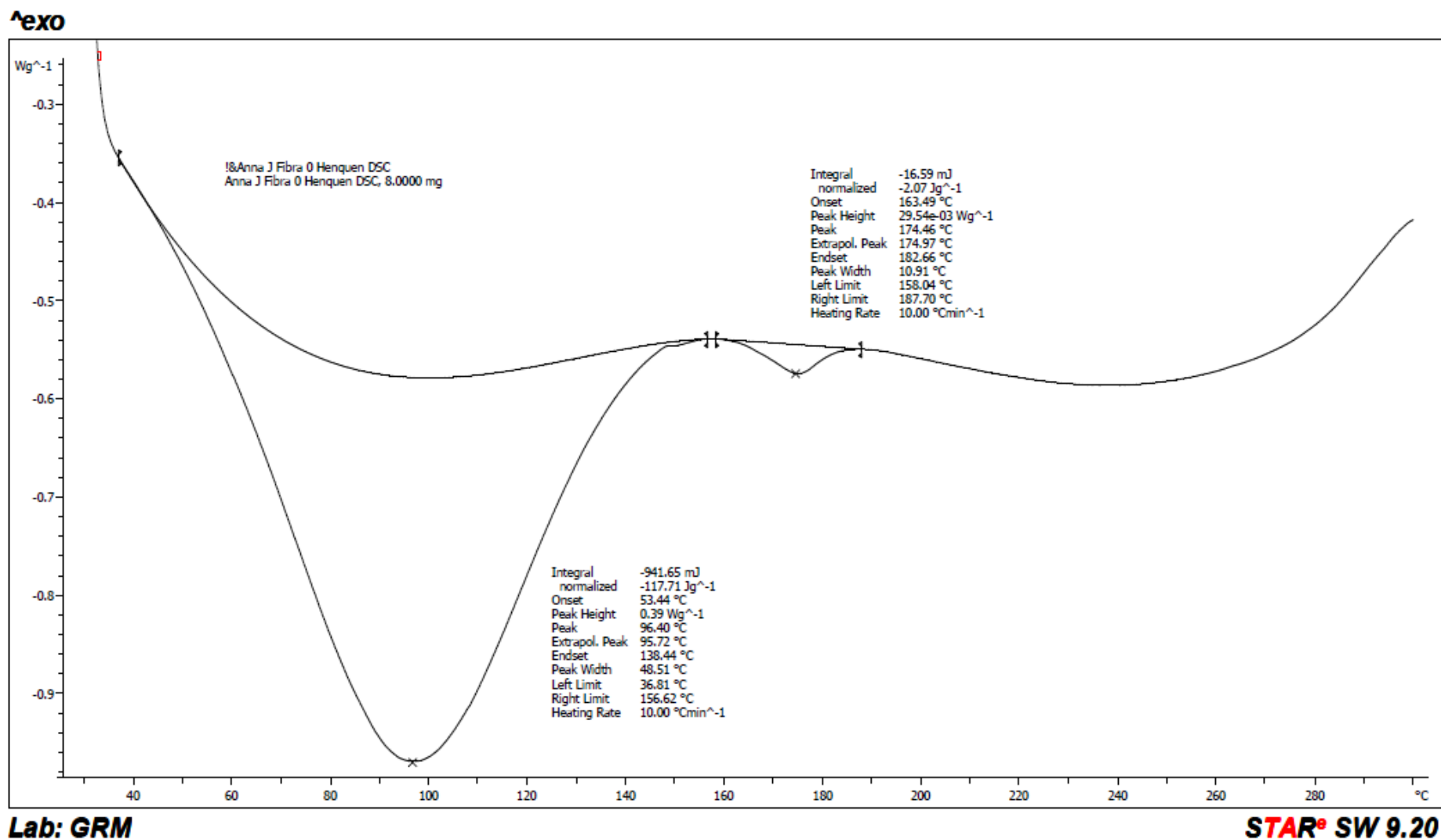


Figura 5: Assaig DSC fibra Henequén sense tractar

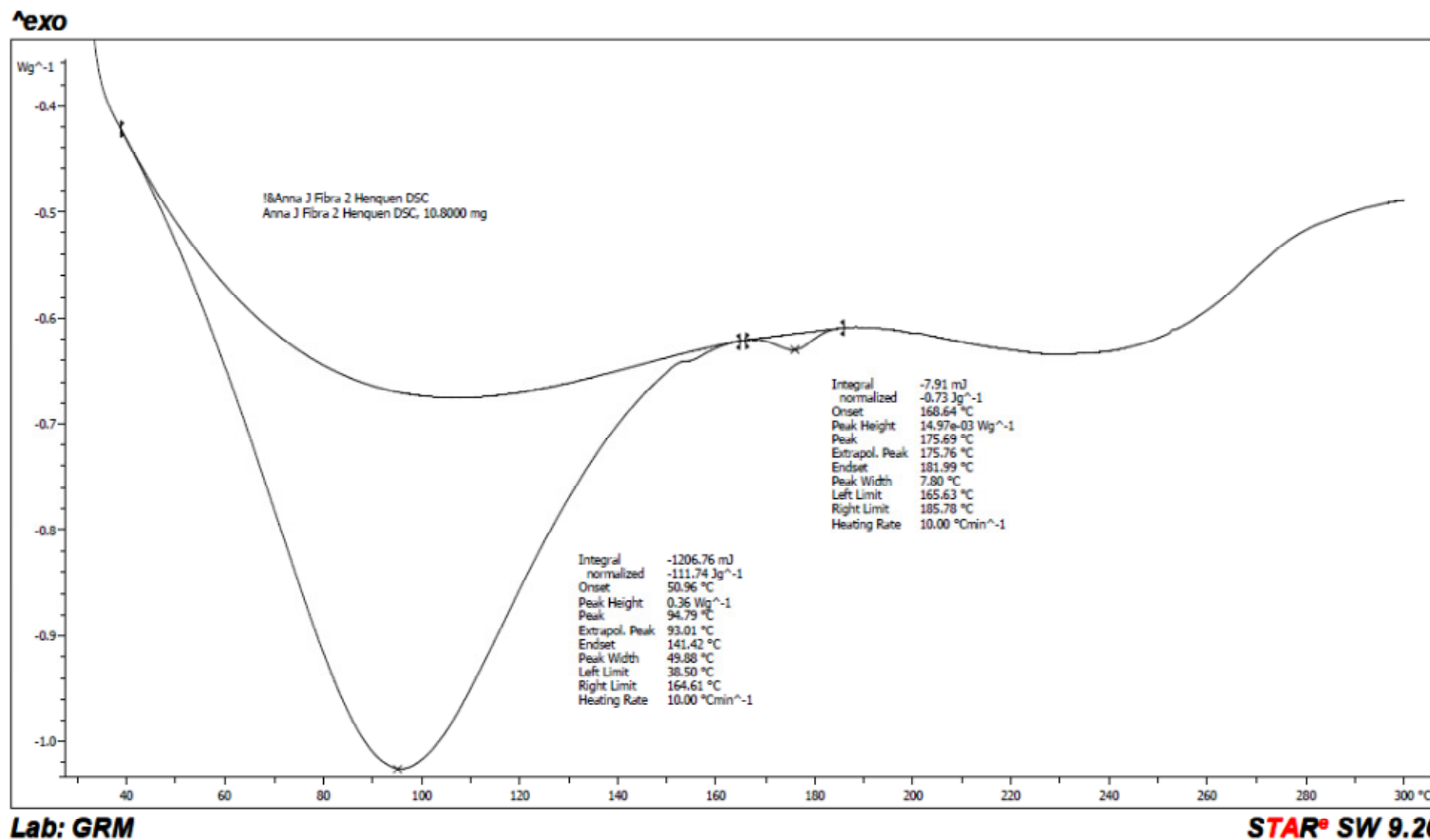


Figura 6: Assaig DSC fibra Henequén 2% NaOH

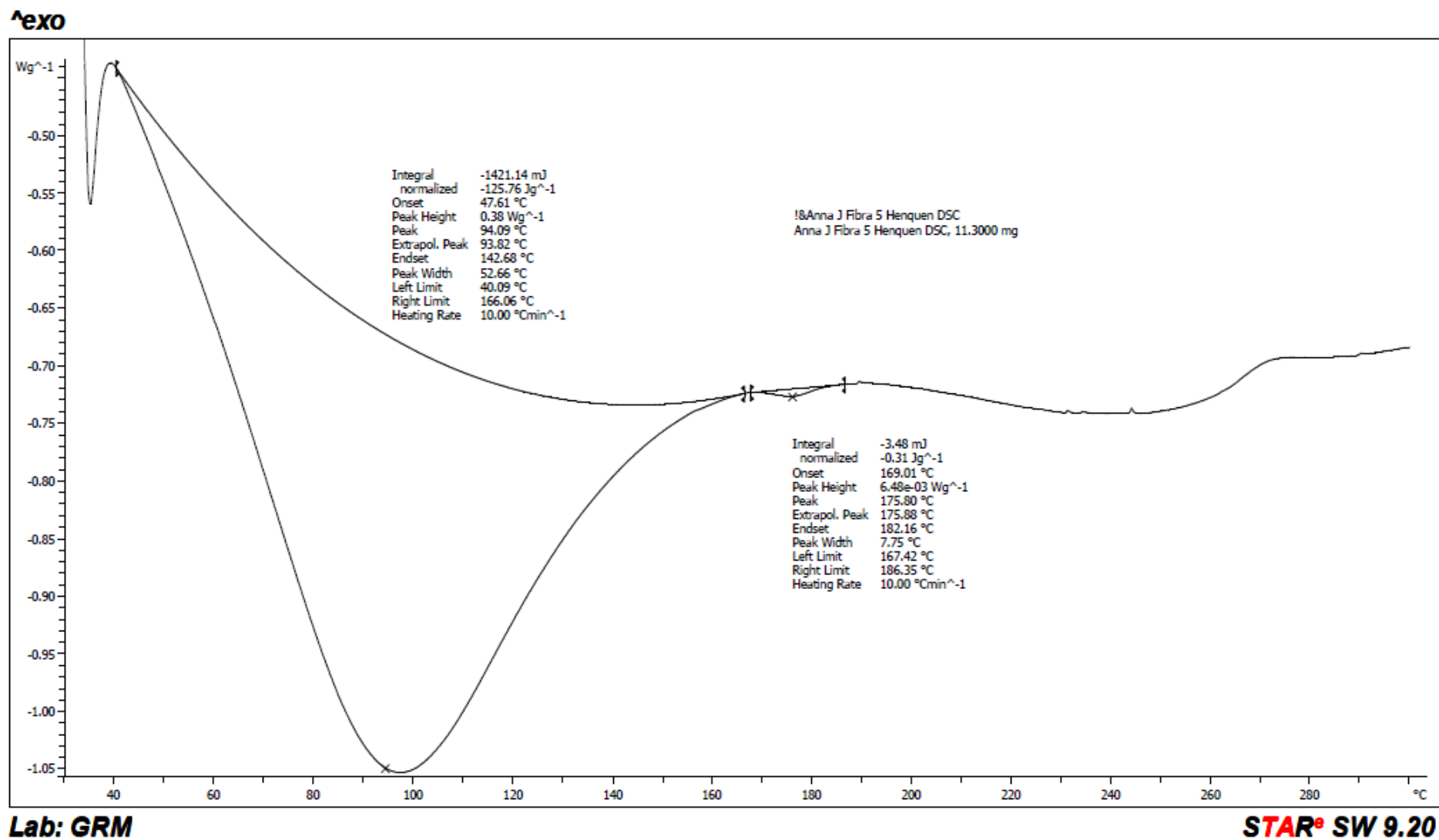


Figura 7: Assaig DSC fibra Henequén 5% NaOH

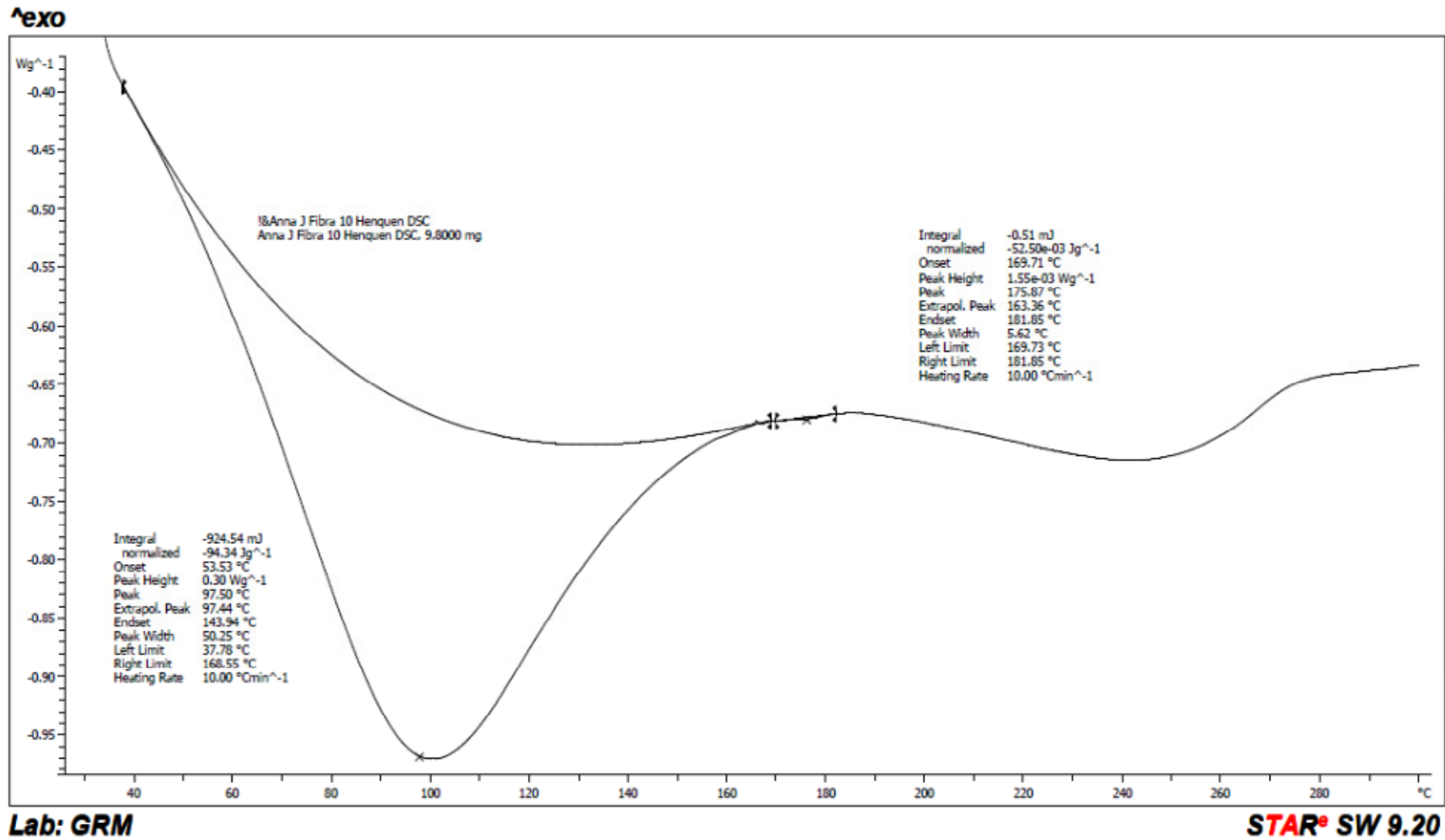


Figura 8: Assaig DSC fibra Henequén 10% NaOH

No s'observa cap canvi que indiqui la fusió de l'estructura cristallina, per tant, es pot deduir que no hi ha estructura cristallina.

Es pot veure clarament com als, aproximadament, 100°C hi ha una pèrdua molt important d'entalpia, aquesta és deguda al contingut d'aigua que s'evapora de la mostra.

Al voltant dels 170°C es pot observar un altre pic, clarament visible a la mostra sense tractar i cada cop més atenuat en augmentar la concentració d'hidròxid sòdic del pretractament realitzat. La qual cosa indica que amb el tractament previ s'està eliminant algun component, ja que el seu efecte en el canvi d'entalpia no apareix a la gràfica de fibra de Henequén tractada al 10%.

Aquest component pot ser ceres, extractius o altres components superficials.

4.3 Anàlisi termomecànic, TMA

En l'anàlisi termomecànic es mesura el canvi en les dimensions d'una proveta en funció de la temperatura, estant sotmesa a una força, extensió o compressió constant.

A continuació es mostren les gràfiques obtingudes per cada mostra de fibra i seguidament les gràfiques representatives de l'expansió en funció de la temperatura i del coeficient de dilatació en funció de la temperatura.

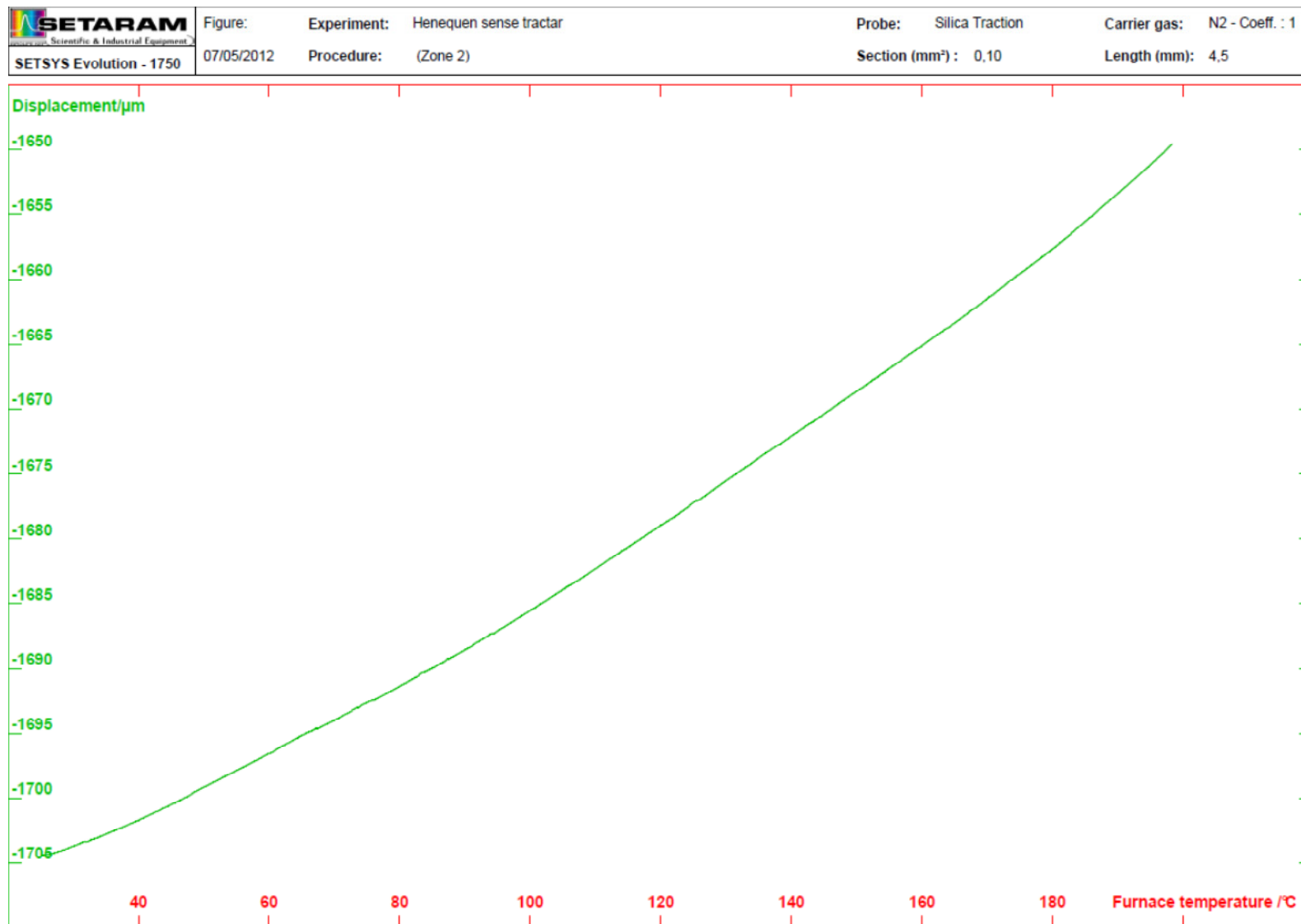


Figura 9: Assaig TMA fibra Henequén sense tractar

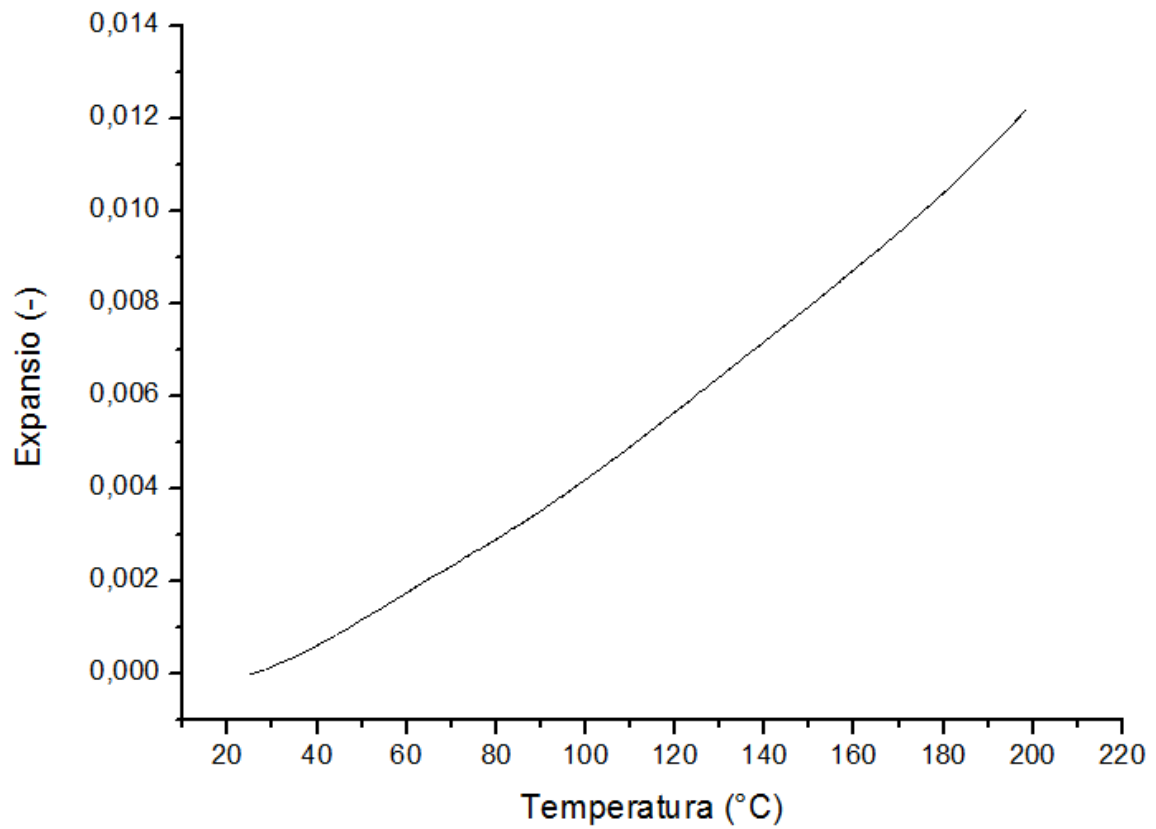


Figura 10: Expansió fibra Henequén sense tractar

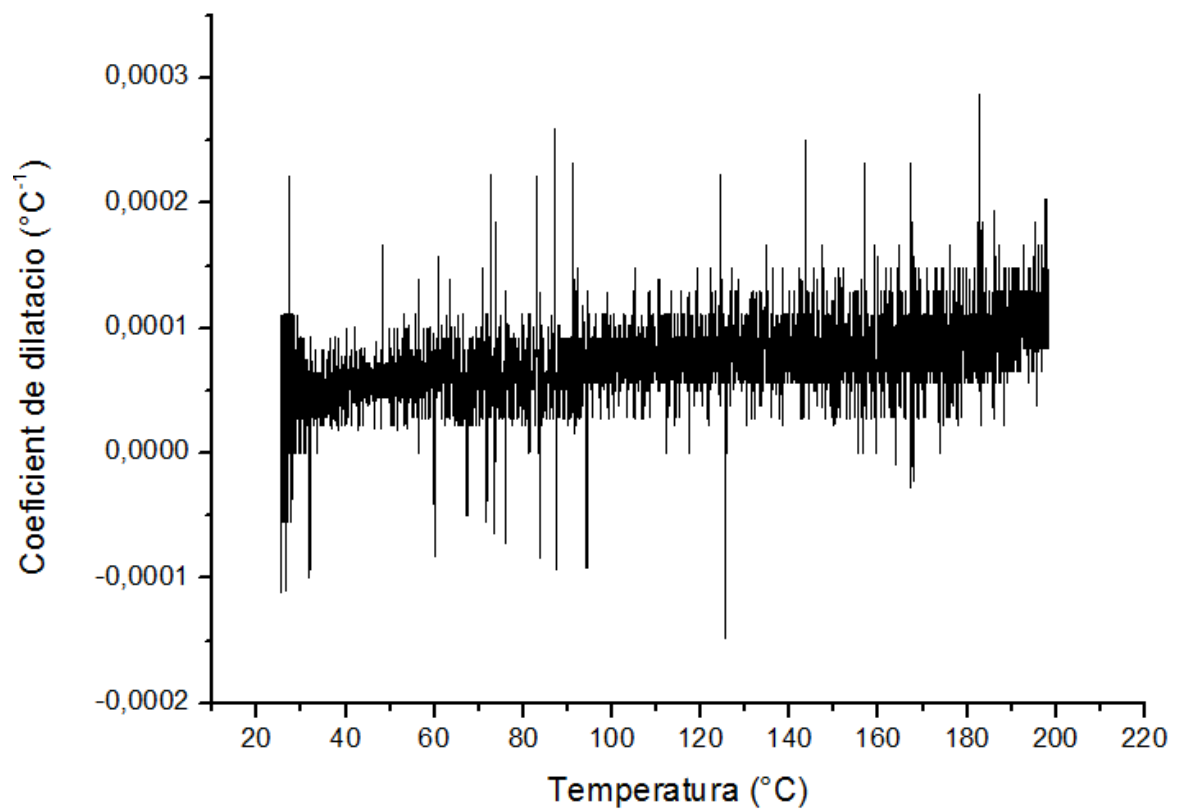


Figura 11: Coeficient de dilatació fibra Henequén sense tractar

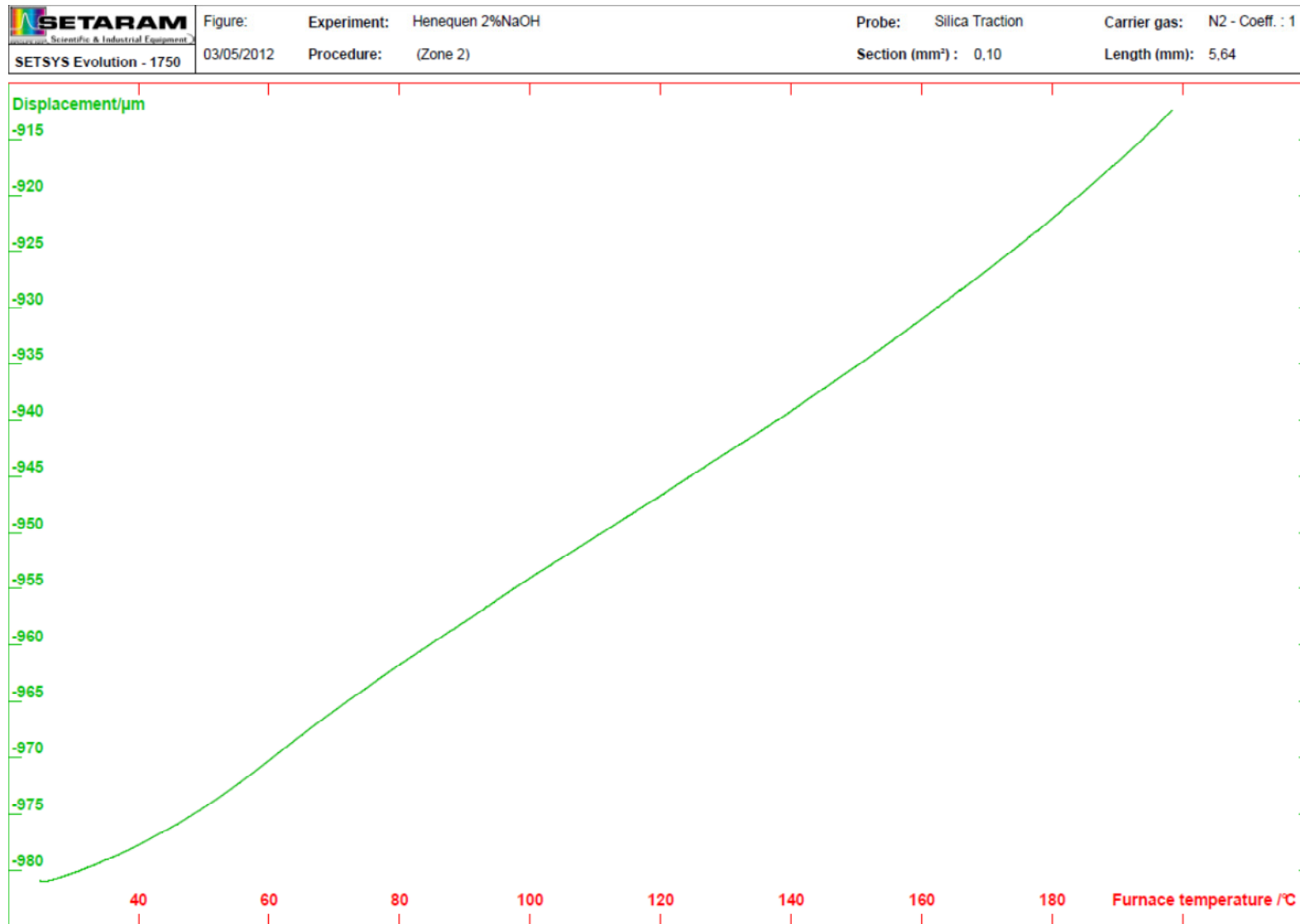


Figura 12: Assaig TMA fibra Henequén 2% NaOH

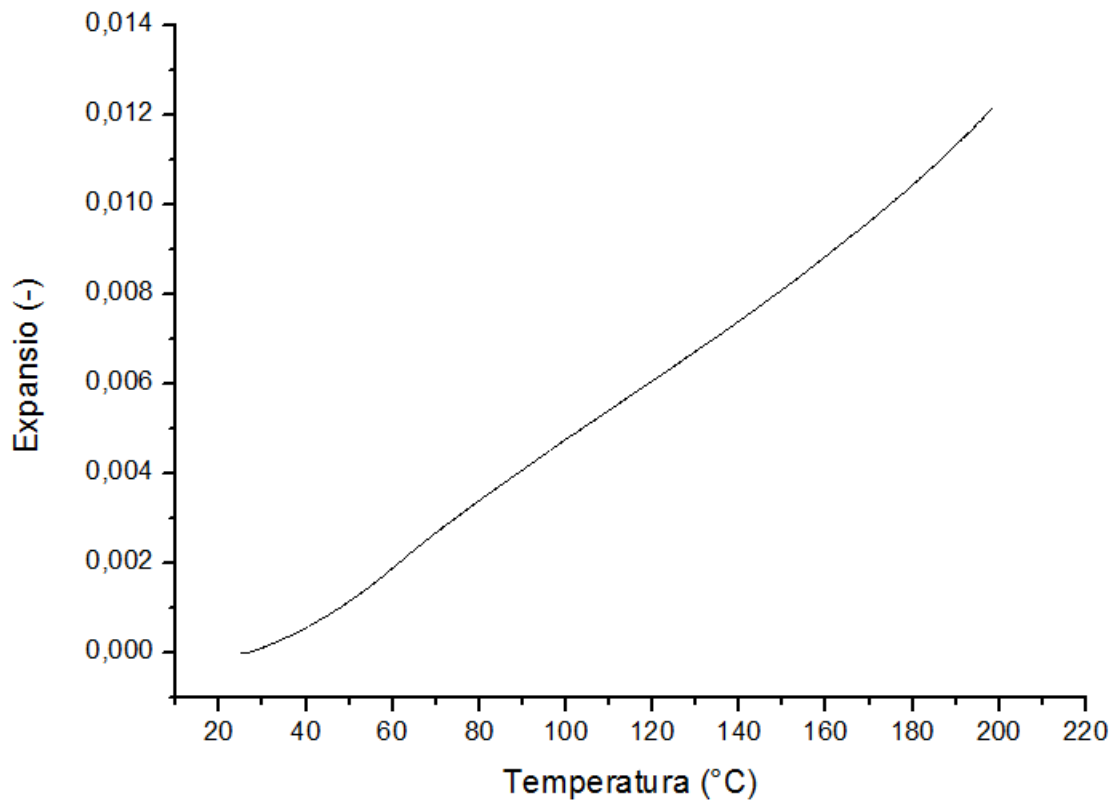


Figura 13: Expansió fibra Henequén 2% NaOH

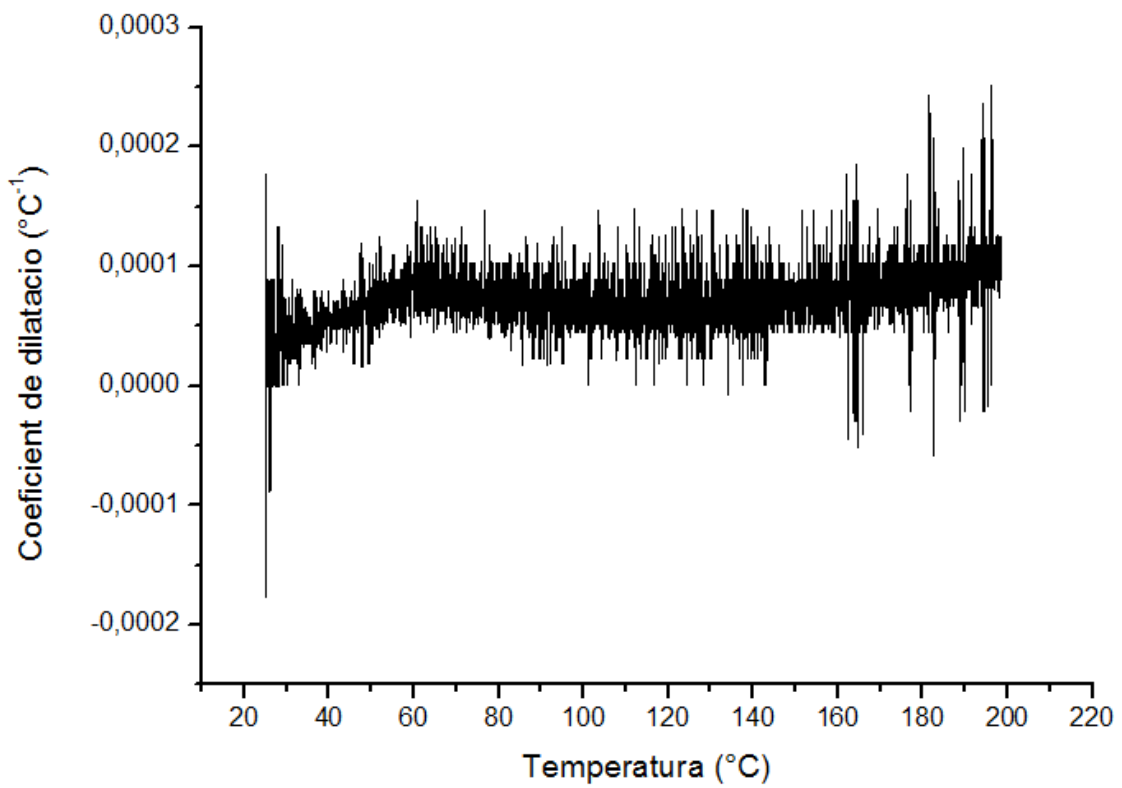


Figura 14: Coeficient de dilatació fibra Henequén 2% NaOH

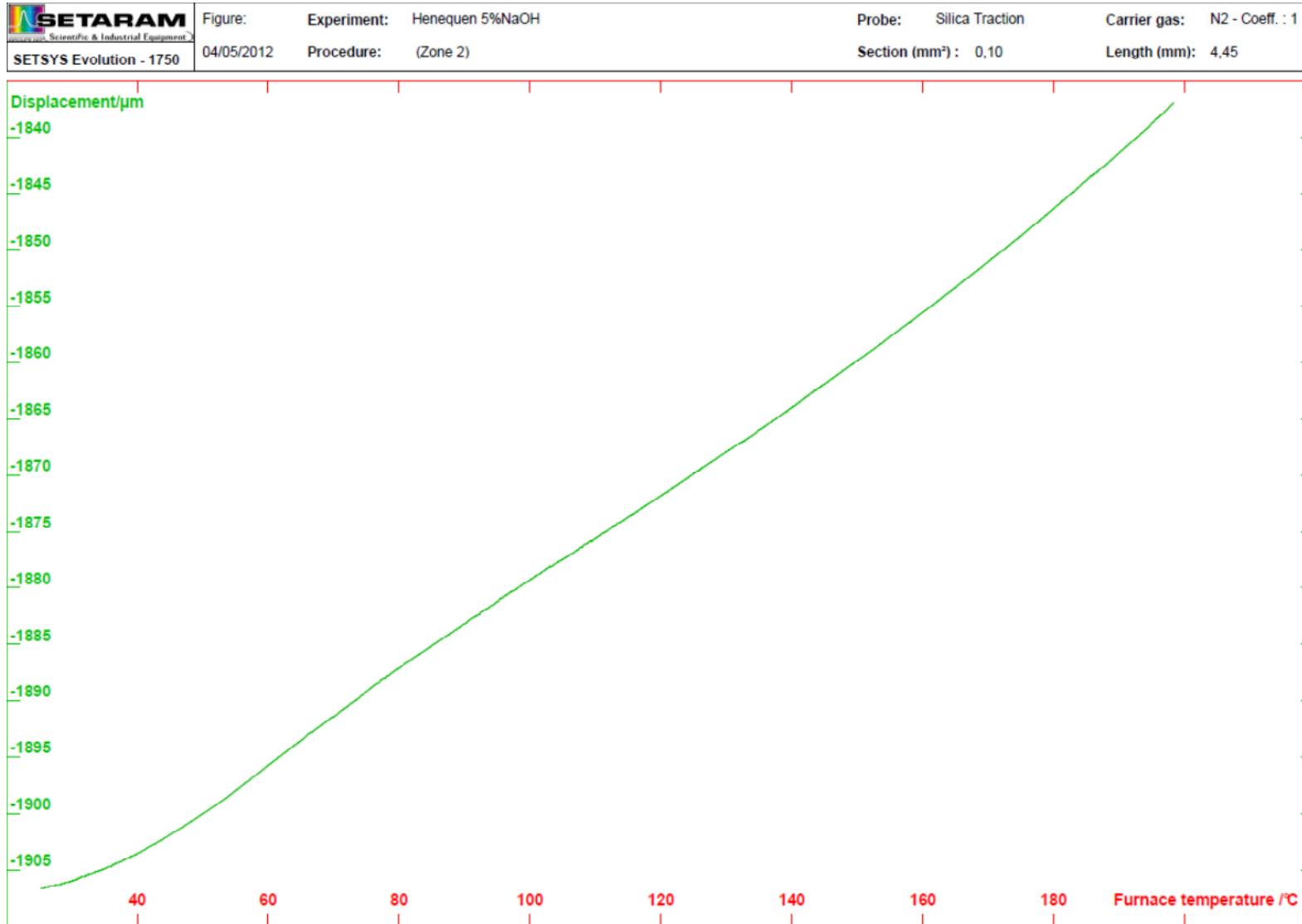


Figura 15: Assaig TMA fibra Henequén 5% NaOH

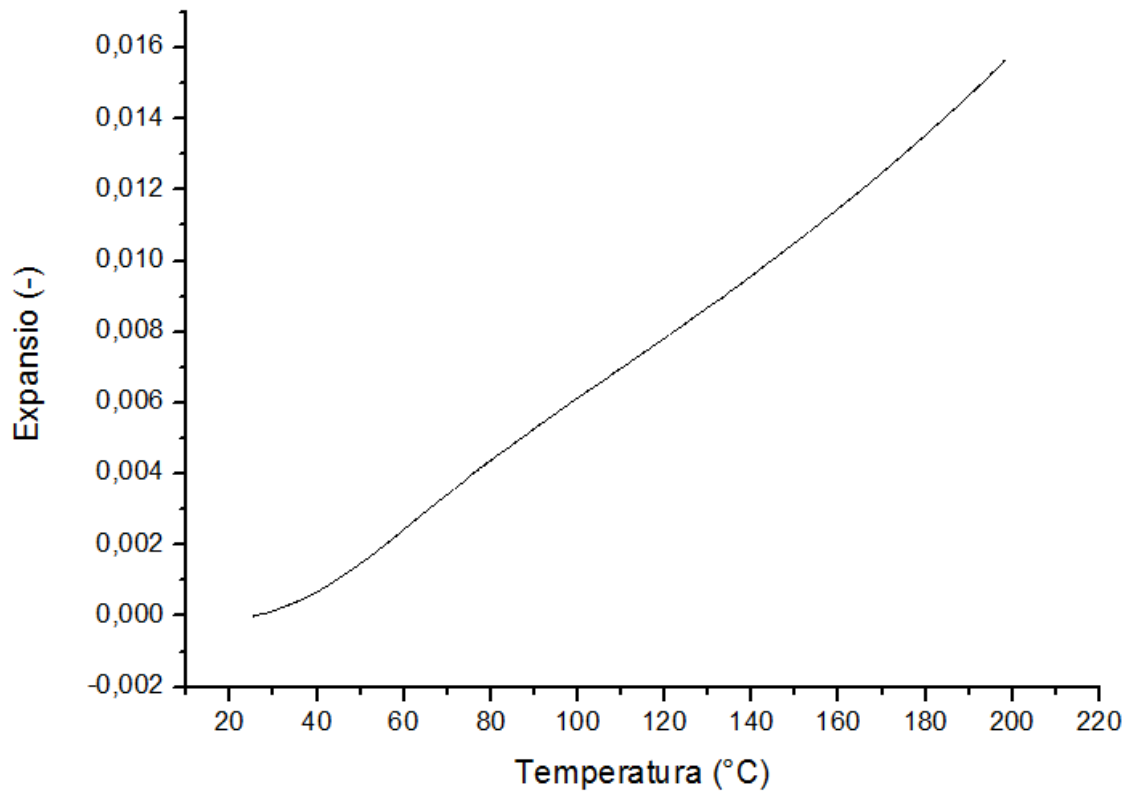


Figura 16: Expansió fibra Henequén 5% NaOH

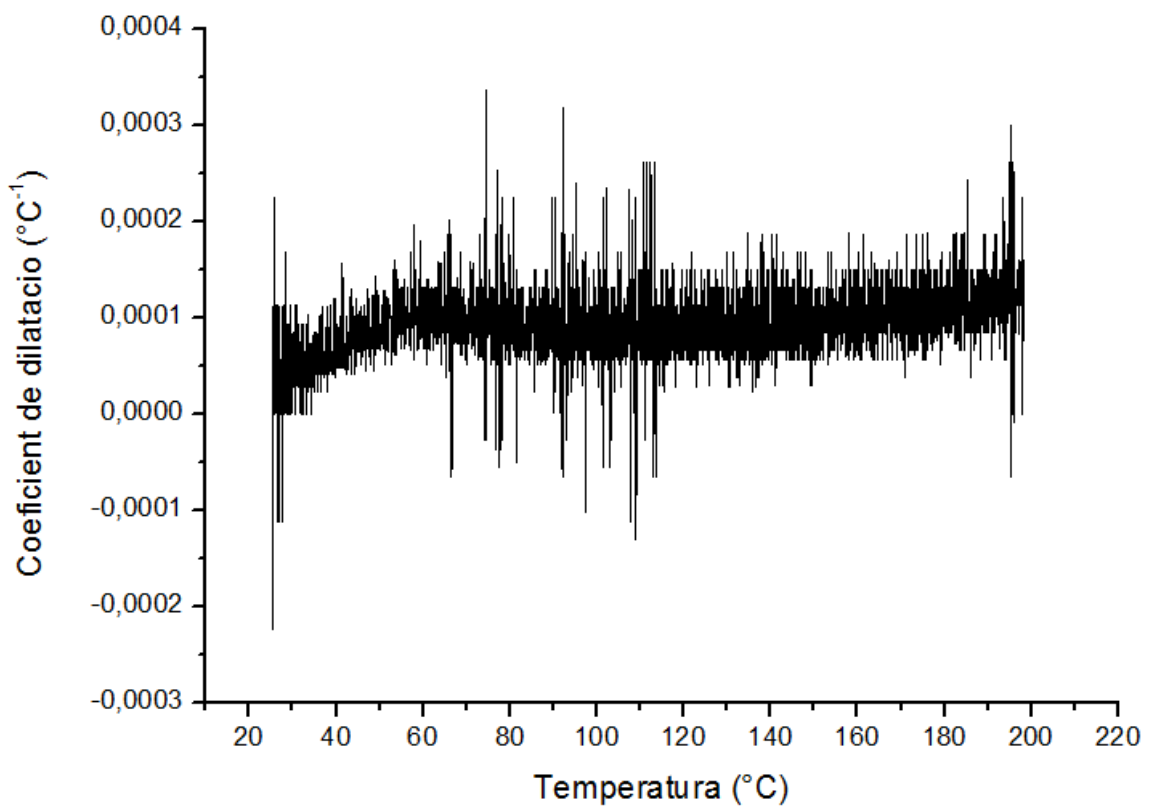


Figura 17: Coeficient de dilatació fibra Henequén 5% NaOH

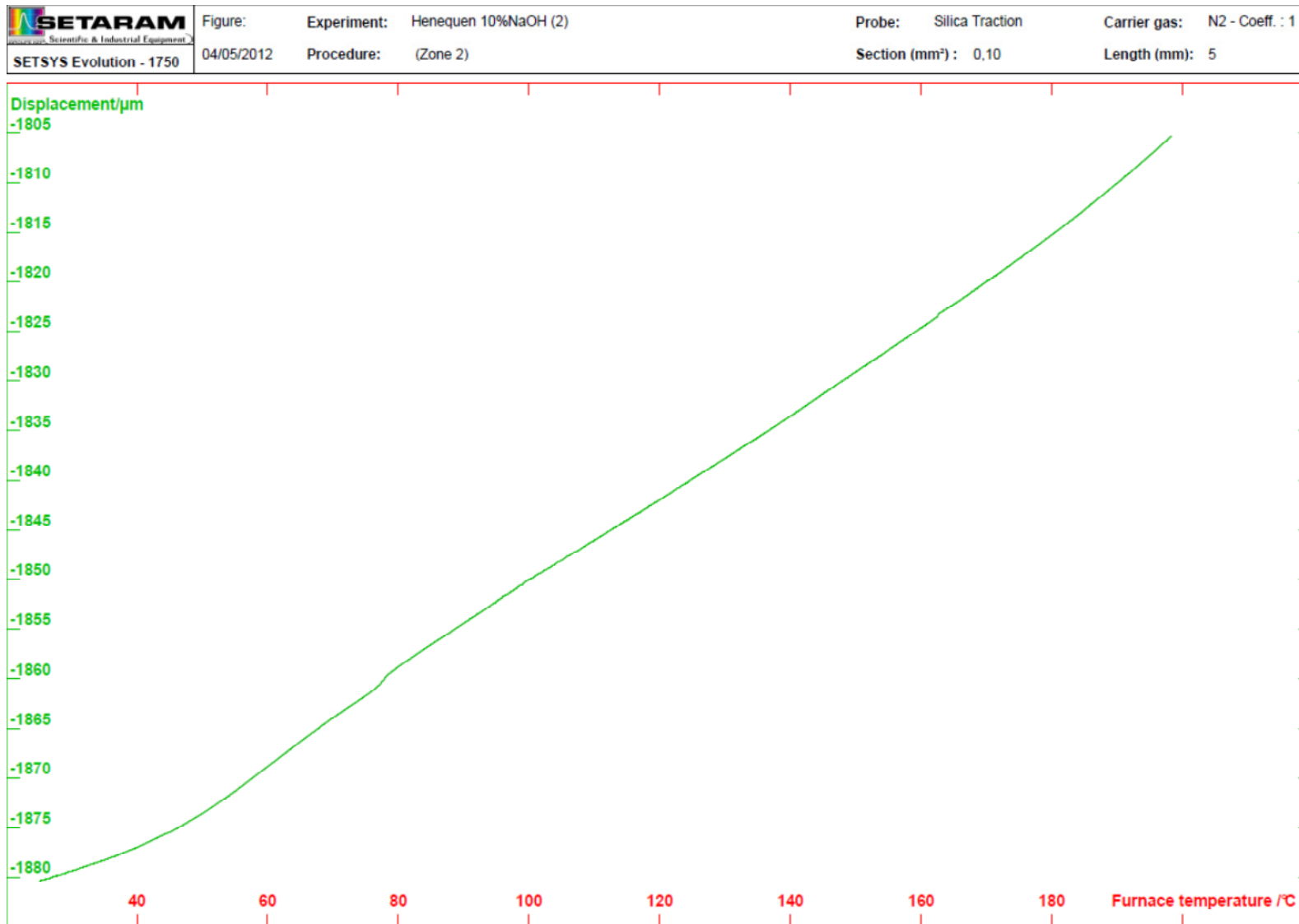


Figura 18: Assaig TMA fibra Henequén 10% NaOH

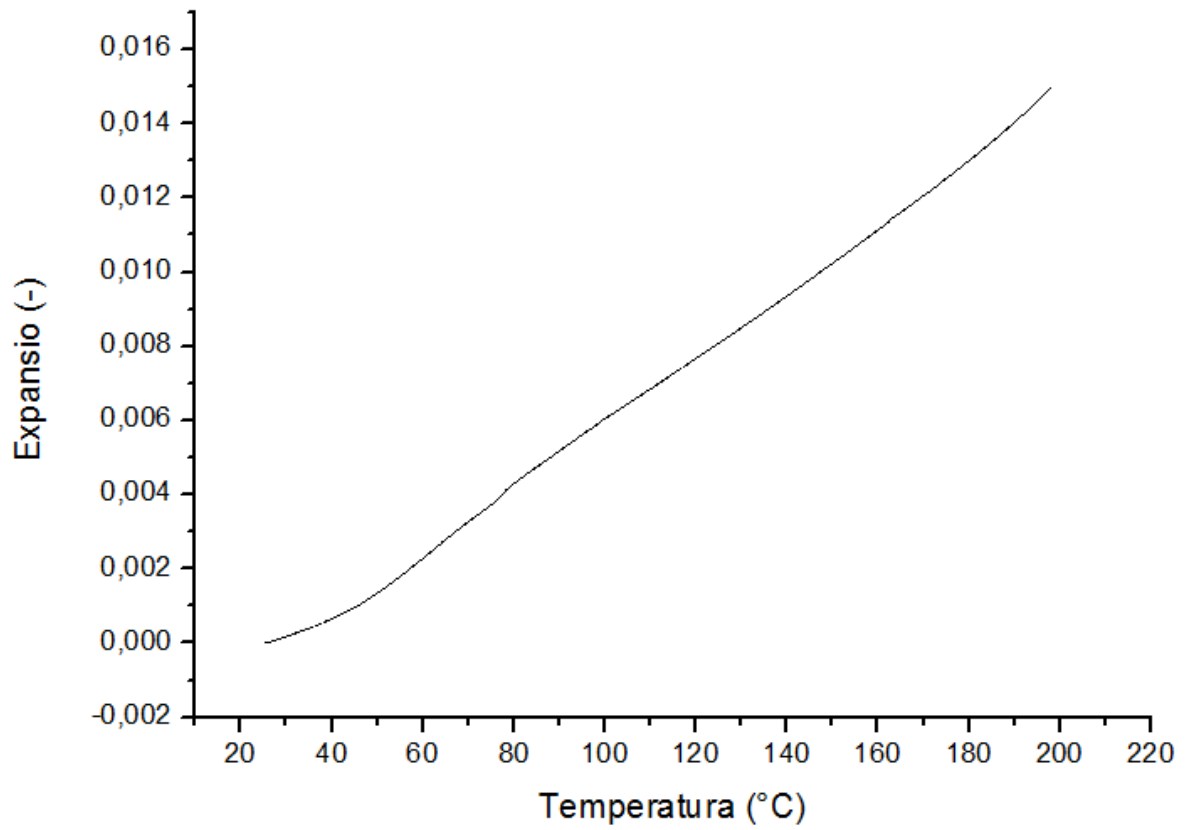


Figura 19: Expansió fibra Henequén 10% NaOH

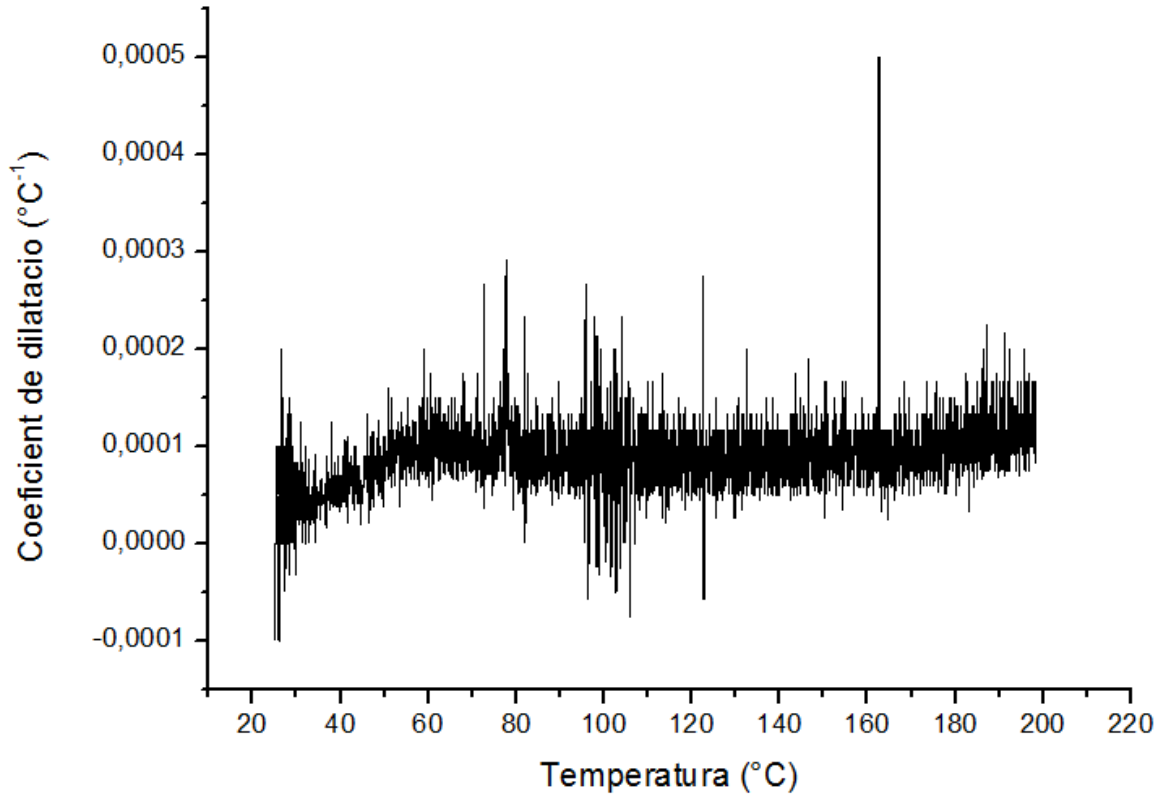


Figura 20: Coeficient de dilatació fibra Henequén 10% NaOH

En les gràfiques obtingudes directament de l'anàlisi termomecànic, ja es pot observar una evolució força lineal del desplaçament respecte l'augment de la temperatura, el que indica que el coeficient de dilatació, és a dir, la derivada, es manté casi constant.

No hi ha cap procés de canvi sobtat del coeficient de dilatació com es podria donar en una transformació cristal·lina.

En les gràfiques obtingudes amb el programa Origin del coeficient de dilatació en front la temperatura, es pot observar com aquest augmenta poc fins a una temperatura de 60°C i després es manté casi constant.

Per trobar el valor del coeficient de dilatació mig es fa servir la gràfica obtinguda del TMA i un rang de temperatures on el coeficient es mantingui el més lineal possible, evitant, per tant, el començament de la gràfica. D'aquesta manera s'obté:

	Coeficient de dilatació mig ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)
Mostra sense tractar	7,2074E-05
Mostra tractada al 2%	7,1262E-05
Mostra tractada al 5%	9,2528E-05
Mostra tractada al 10%	8,93E-05

Taula 23: Coeficient de dilatació mig

Els valors del coeficient de dilatació són molt baixos, així doncs, la fibra dilatarà poc. Amb els resultats obtinguts es pot dir que el coeficient de dilatació és més gran quan la fibra es tracta amb hidròxid sòdic.

4.4 Anàlisi mecànic dinàmic, DMA

Es fa servir l'anàlisi mecànic dinàmic per estudiar i caracteritzar el comportament de materials i les seves respostes davant impulsos, estrés i deformació en temps i freqüència. L'assaig DMA utilitza el principi d'estimul-resposta, d'aquesta manera, per mitjà de la medicció del lapse entre el desplaçament i la força aplicada, és possible determinar les propietats de deformació del material.

A continuació es mostren les gràfiques obtingudes que indiquen el mòdul elàstic de les diferents mostres a diferents temperatures.

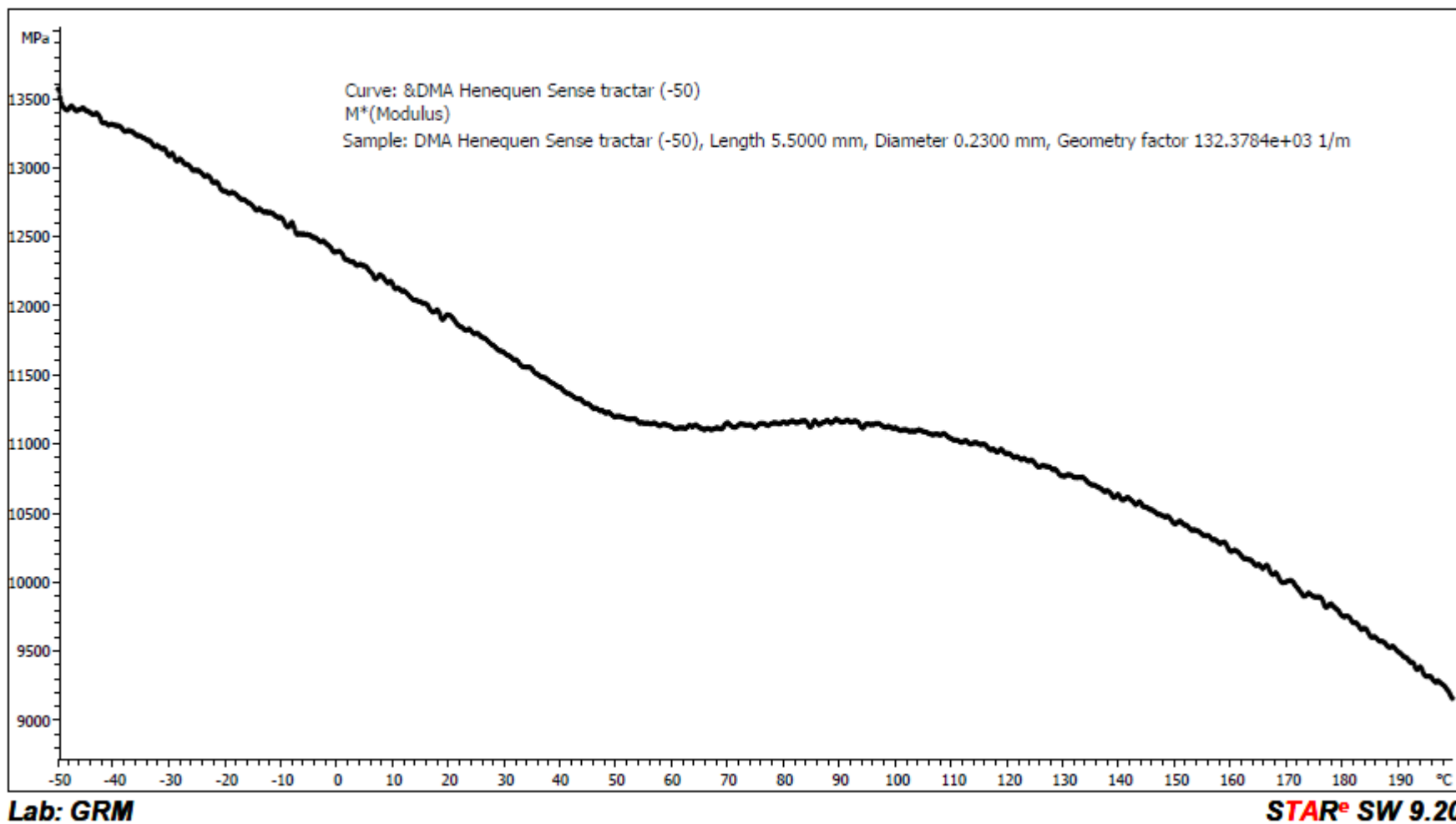


Figura 21: Assaig DMA fibra Henequén sense tractar

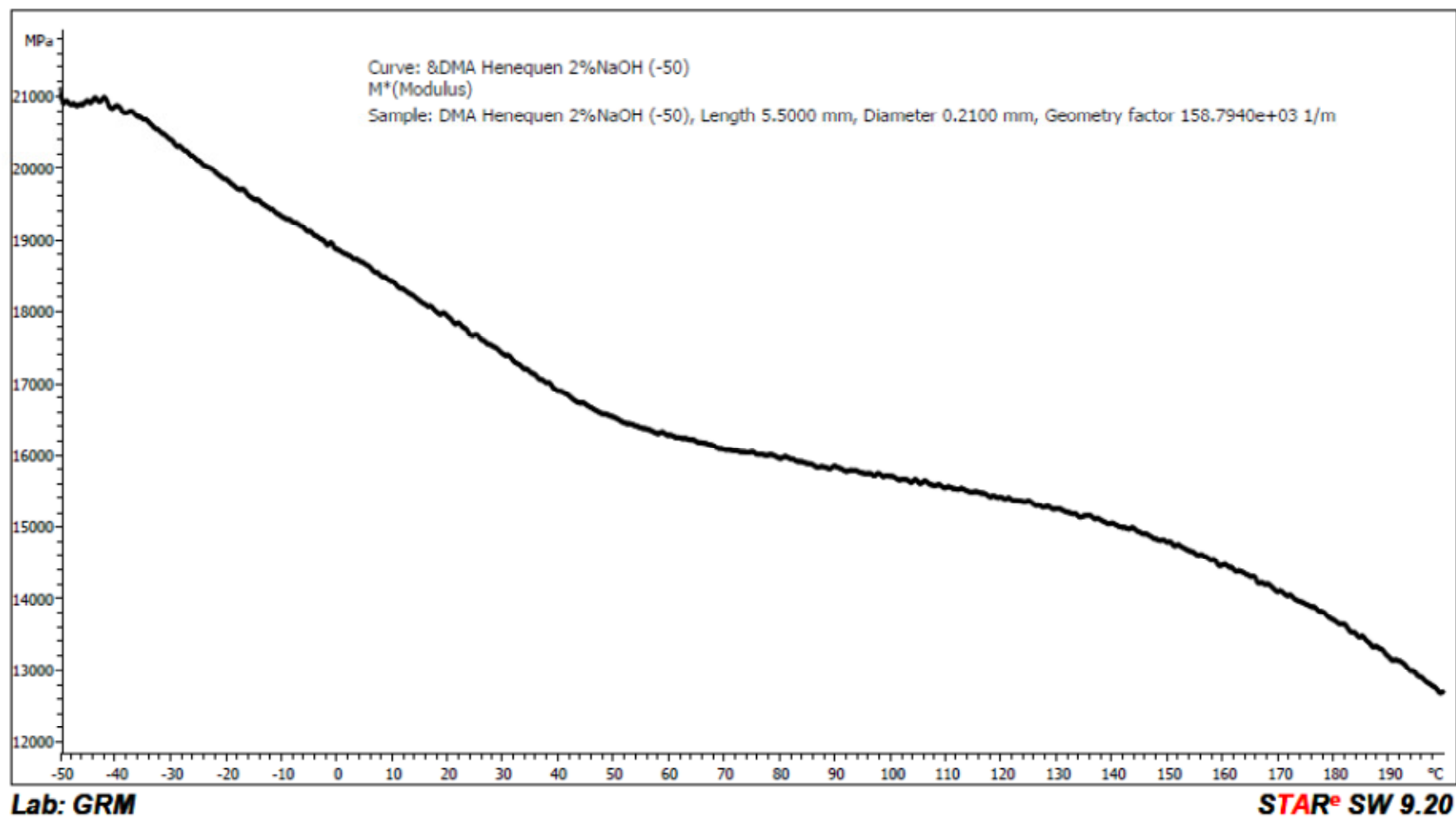


Figura 22: Assaig DMA fibra Henequén 2% NaOH

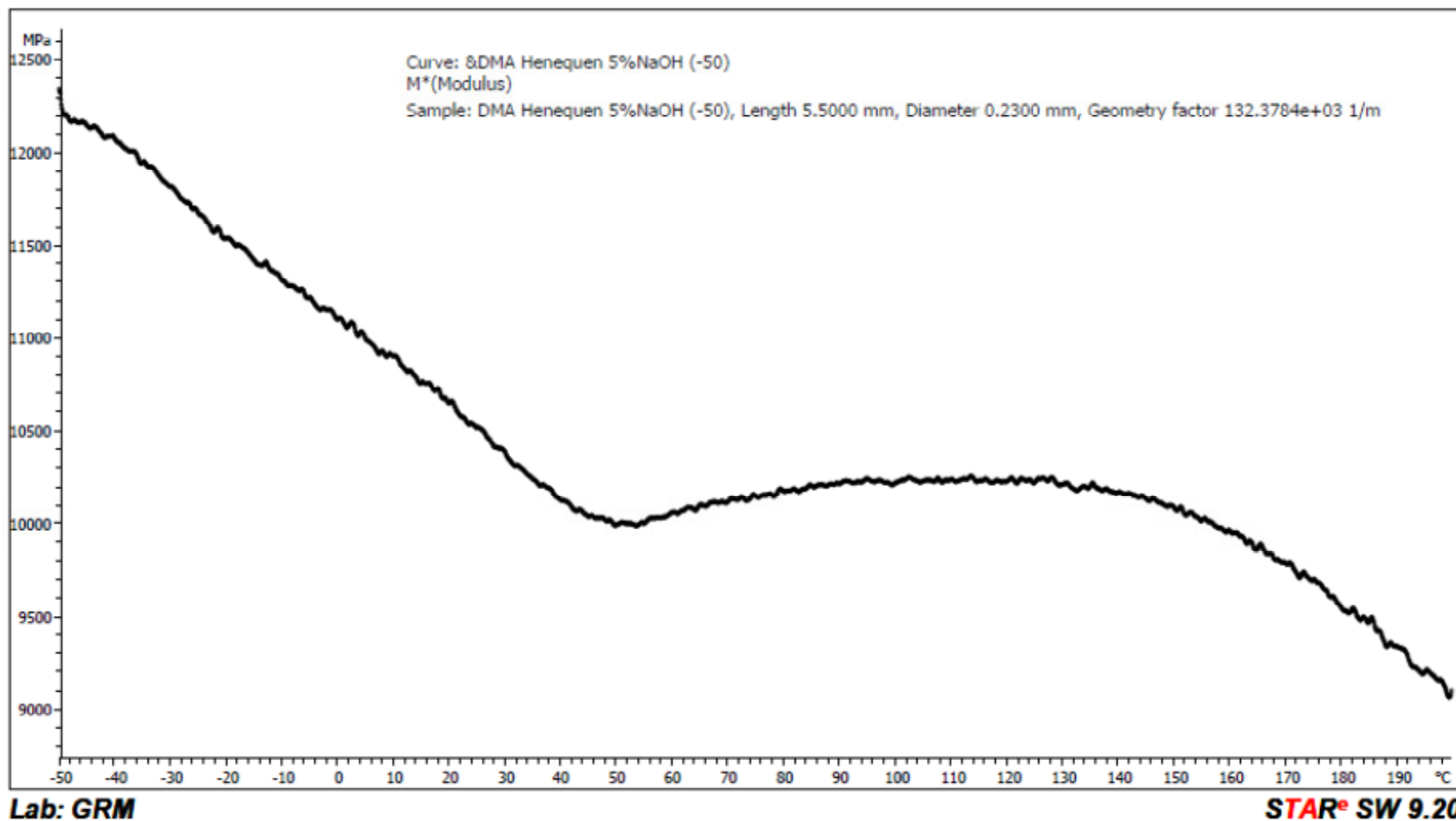


Figura 23: Assaig DMA fibra Henequén 5% NaOH

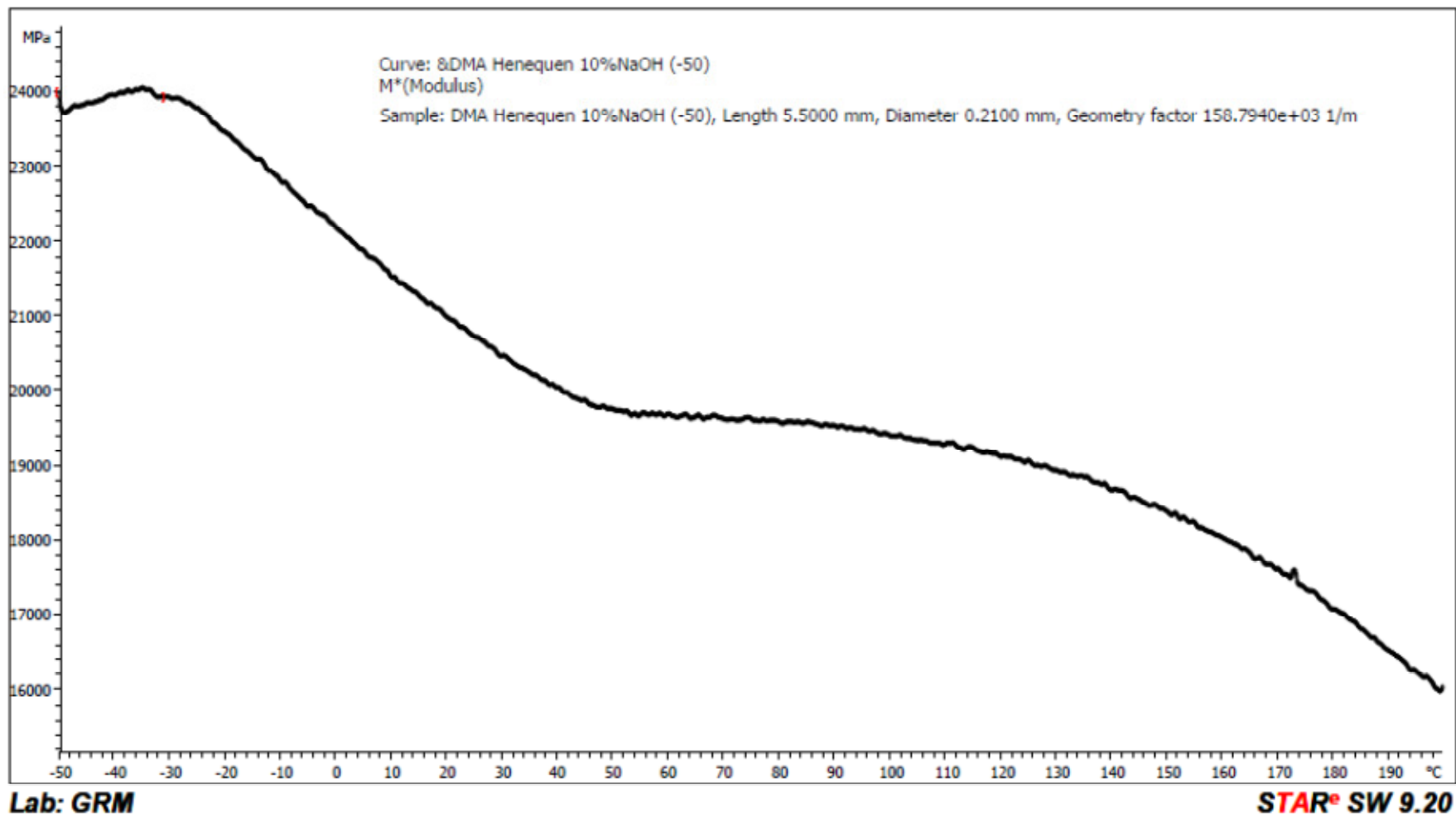


Figura 24: Assaig DMA fibra Henequén 10% NaOH

No s'observa una clara relació amb els valors del mòdul del Young i el tractament fet a les fibres. Prenent com a referència el inici de la gràfica, els valors màxims que assoleixen les mostres estudiades són els següents:

	Mòdul de Young (GPa)
Mostra sense tractar	13,5
Mostra tractada al 2%	21
Mostra tractada al 5%	12,5
Mostra tractada al 10%	24

Taula 24: Mòdul de Young

Cal recordar que el càlcul del mòdul del Young és el resultat de dividir l'esforç entre l'allargament. Per la seva part l'esforç es calcula com la força dividida per la secció i l'allargament és el increment de longitud dividit per la longitud inicial. De tots aquests paràmetres la màquina obté els valors de la força i el increment de longitud, mentre que la longitud inicial la introduïm nosaltres i té un valor de 5,5mm. La secció es calcula a partir del diàmetre que introduïm nosaltres mesurant-lo amb un micròmetre.

La precisió obtinguda de mesurar el diàmetre amb un micròmetre no és la desitjada. També s'ha de tenir en compte que la forma de la fibra no és completament circular i en mesurar el diàmetre, depèn de la posició de la fibra, es pot agafar un diàmetre més gran o petit que el promig. Amb aquest diàmetre mesurat el programa calcula la superfície suposant que es tracta d'una circumferència perfecte.

Petits error en el diàmetre donen errors grans en la superfície real i per tant, en el valor obtingut del mòdul de Young. Tot i així no es pot afirmar que hi hagi una relació entre la rigidesa de la fibra i el tractament d'hidròxid sòdic.

Si estudiem el comportament de la rigidesa a diferents temperatures es pot observar en totes les gràfiques com al principi es perd algun element fins arribar a una temperatura aproximada de 40°C. És en aquest moment que el mòdul de Young sembla estabilitzar-se. A partir dels 130 – 140°C es torna a perdre algun component o es comença a degradar la fibra ja que es torna a observar una pèrdua de rigidesa.

5 ASSAJOS ÒPTICS

5.1 Microscopi electrònic de rastreig, SEM i anàlisi de rajos X per separació d'energia, EDX

El Microscopi electrònic de rastreig fa servir un feix d'electrons per formar una imatge i, per la seva part, l'anàlisi de rajos X per separació d'energia permet reconèixer un gran nombre d'elements químics, no compostos químics, d'una manera versàtil, ràpida, no destructiva i relativament nova, ho fa en temps real, permetent decidir la necessitat de mostreig adicional davant resultats analítics no concloents.

La concentració de cada element es detecta mesurant la intensitat de l'energia associada a cada transició d'electrons. És a dir, la sortida d'una anàlisi EDX és un espectre que mostra la intensitat de radiació en funció de l'energia.

Per fer l'anàlisi de rajos X per separació d'energia es recobreix la fibra amb una capa de carboni i s'obtenen uns valors en promig del tant per cent en contingut mostrats en la taula següent:

	Carboni (%)	Oxigen (%)	Magnesi (%)	Calci (%)	Sodi (%)	Fluor (%)
Mostra sense tractar	47,14	48,36	0,15	4,31	0,04	0,00
Mostra tractada al 2%	50,01	49,13	0,38	0,49	0,00	0,00
Mostra tractada al 5%	48,45	50,53	0,38	0,65	0,00	0,00
Mostra tractada al 10%	48,93	50,10	0,40	0,44	0,00	0,15

Figura 25: Elements químics en les fibres de Henequén

Els elements principals de la fibra són el Carboni i l'Oxigen, gairebé amb un 50% de presència cadascú. També apareix el magnesi, cada cop més present quan la fibra es tracta amb concentracions superiors d'hidròxid sòdic. El Calci, pel contrari, disminueix la seva presència quan la fibra és tractada amb NaOH, també apareix Sodi en una mostra no tractada i Fluor en una mostra tractada al 10%, tots dos últims elements amb uns valors molts baixos.

Posteriorment s'afegeix una capa d'or per fer les imatges amb més qualitat:

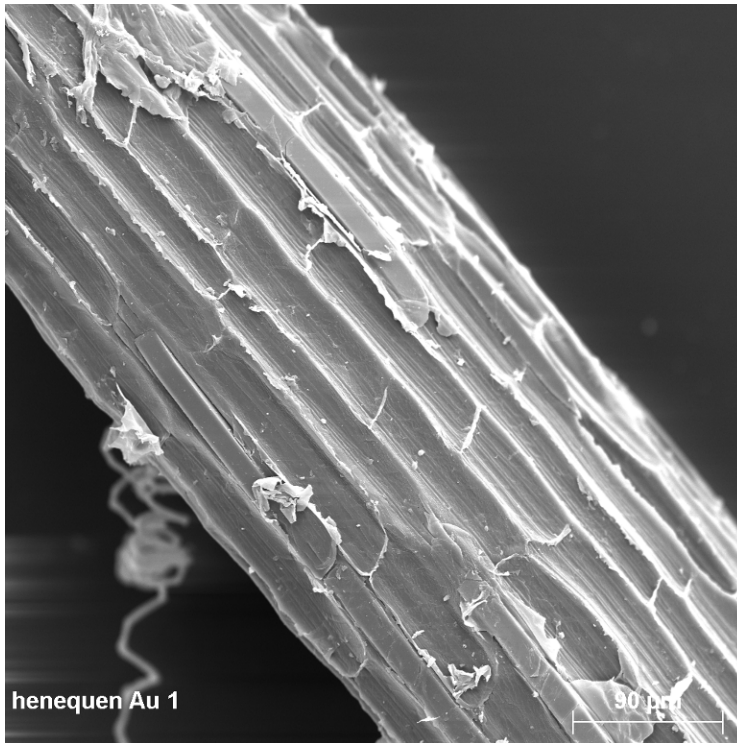


Figura 26: Henequén sense tractar, resolució de 200

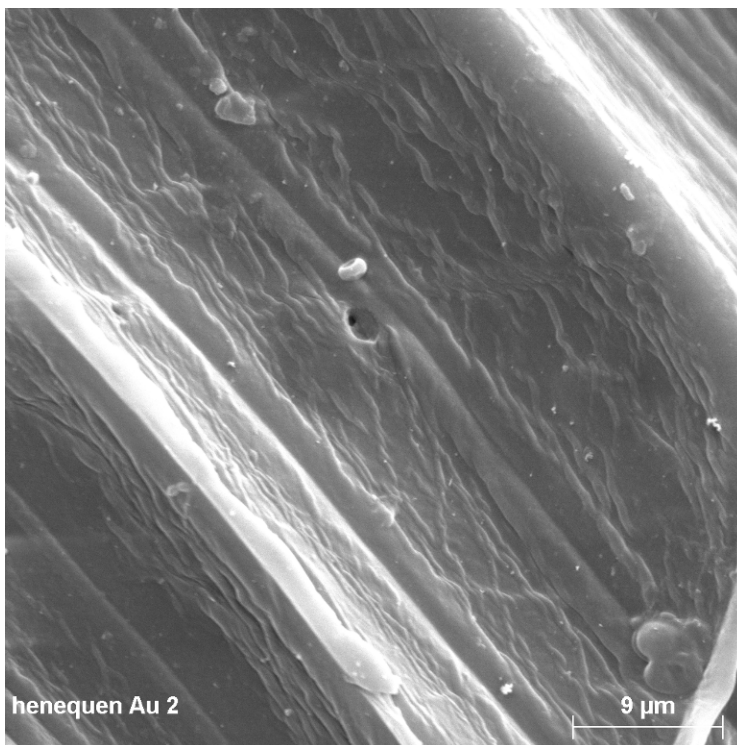


Figura 27: Henequén sense tractar, resolució de 2.000

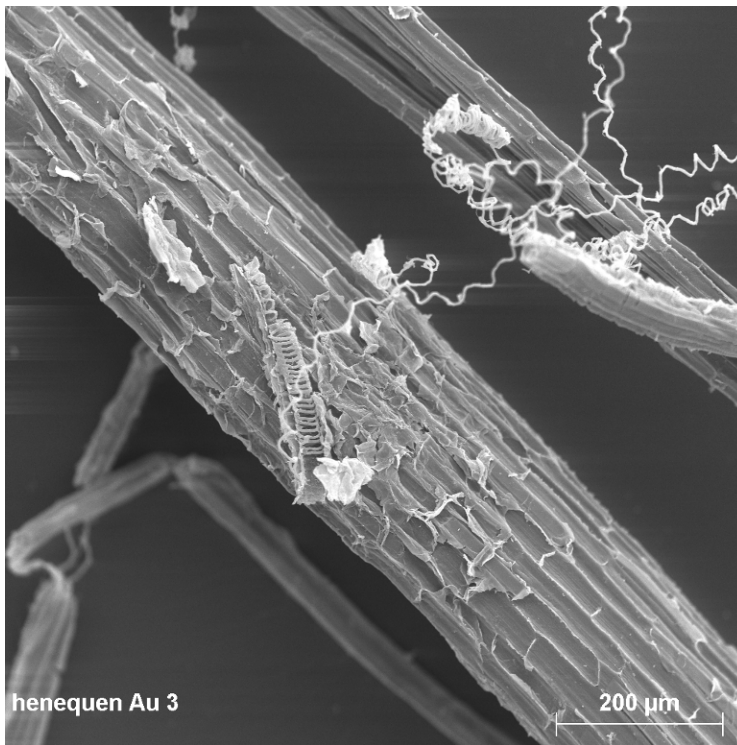


Figura 28: Henequén sense tractar, resolució de 100

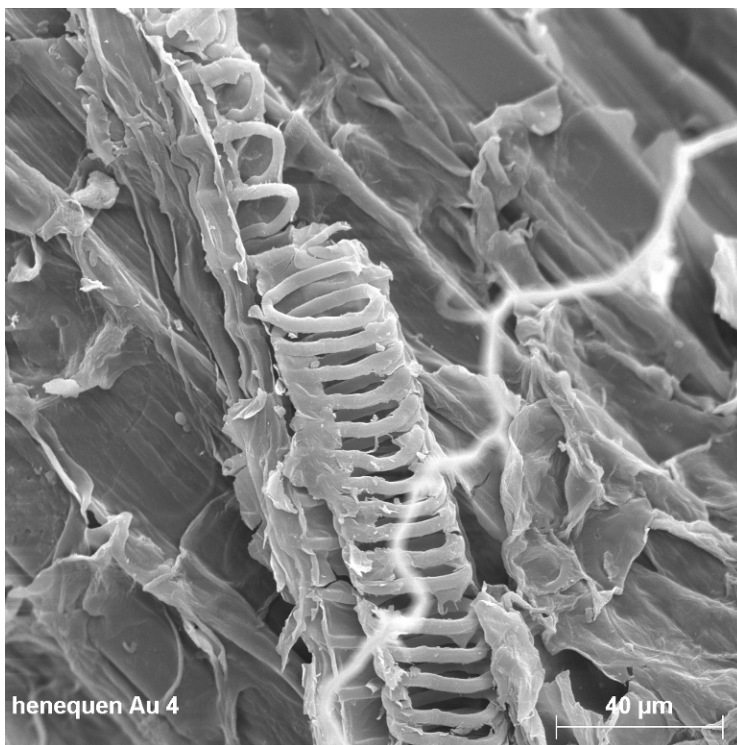


Figura 29: Henequén sense tractar, resolució de 500

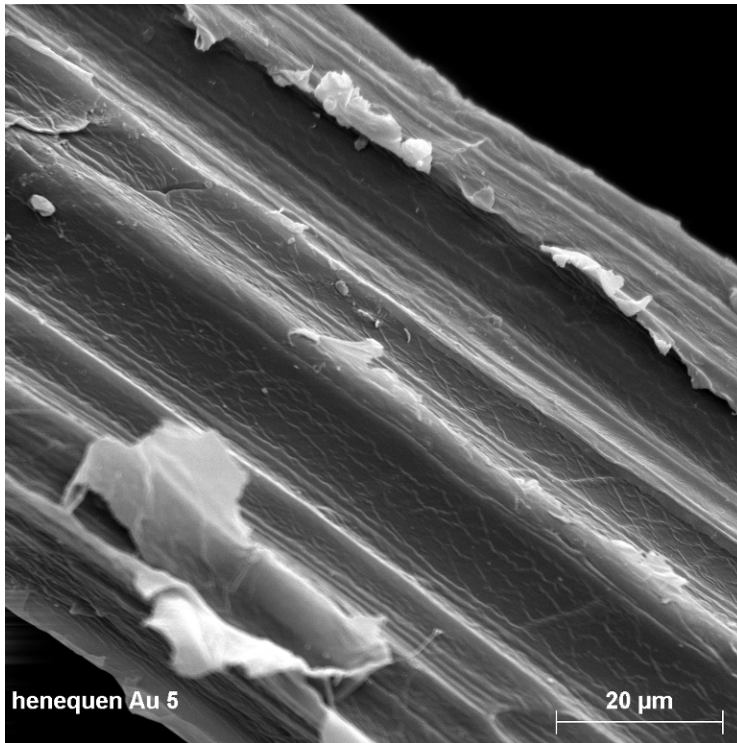


Figura 30: Henequén sense tractar, resolució de 1.000

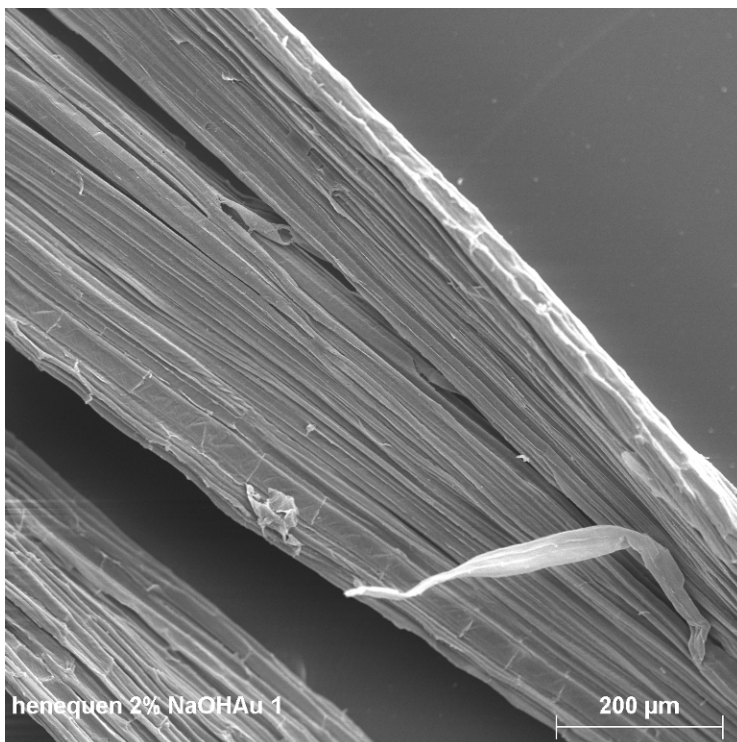


Figura 31: Henequén al 2% de NaOH, resolució de 100

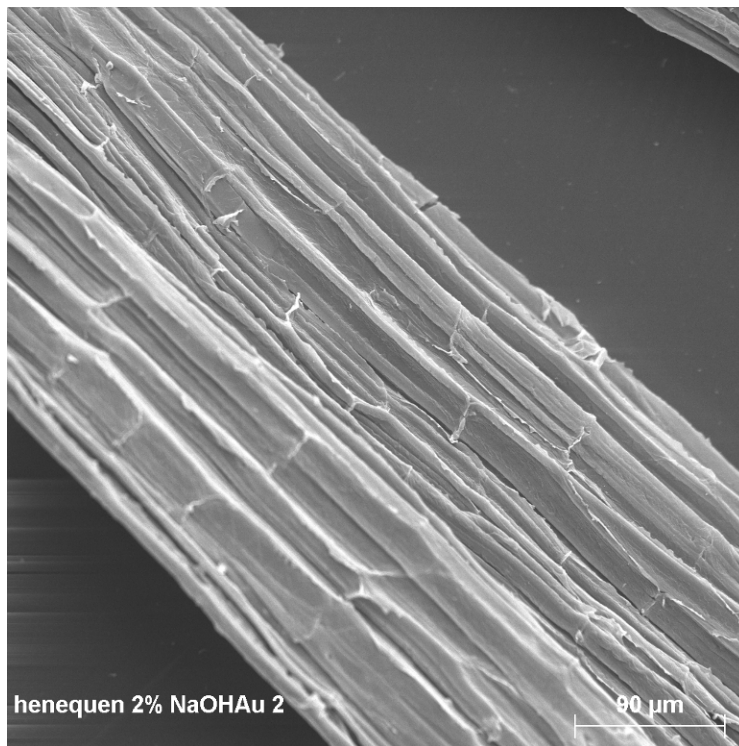


Figura 32: Henequén al 2% de NaOH, resolució de 200

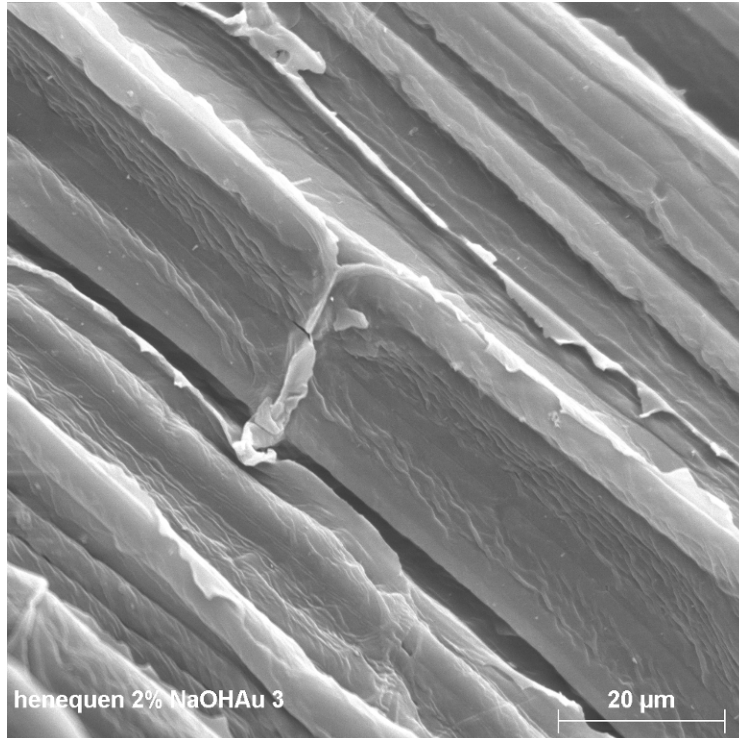


Figura 33: Henequén al 2% de NaOH, resolució de 1.000

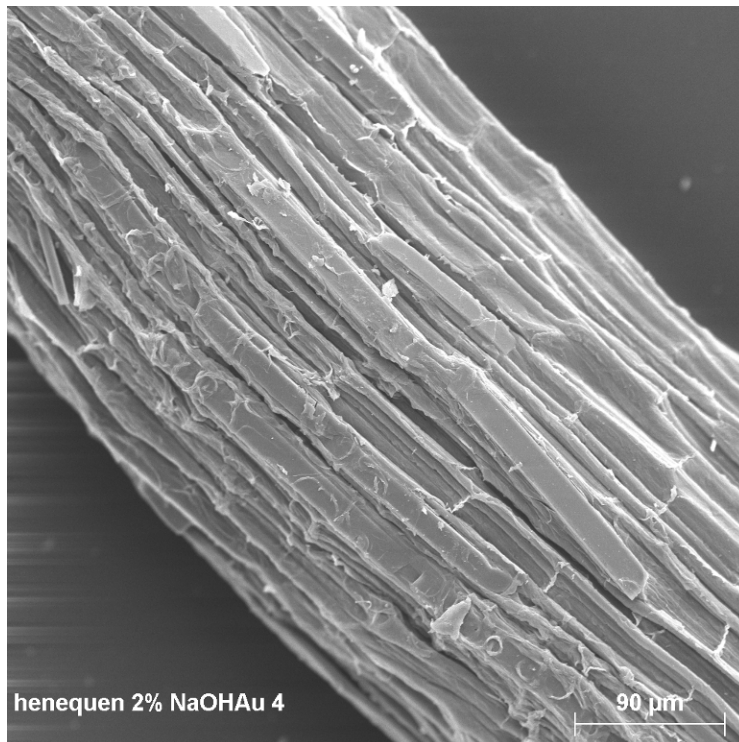


Figura 34: Henequén al 2% de NaOH, resolució de 200

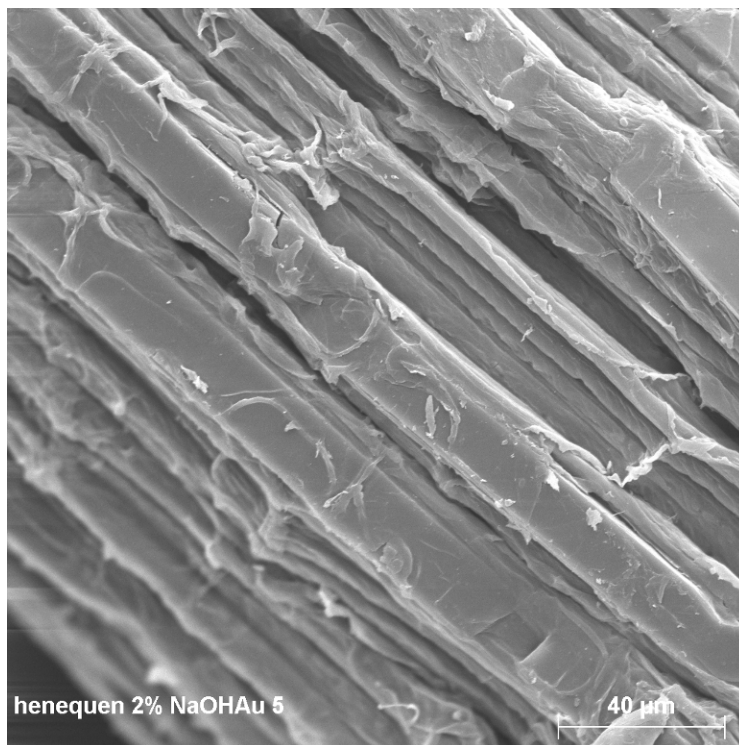


Figura 35: Henequén al 2% de NaOH, resolució de 500

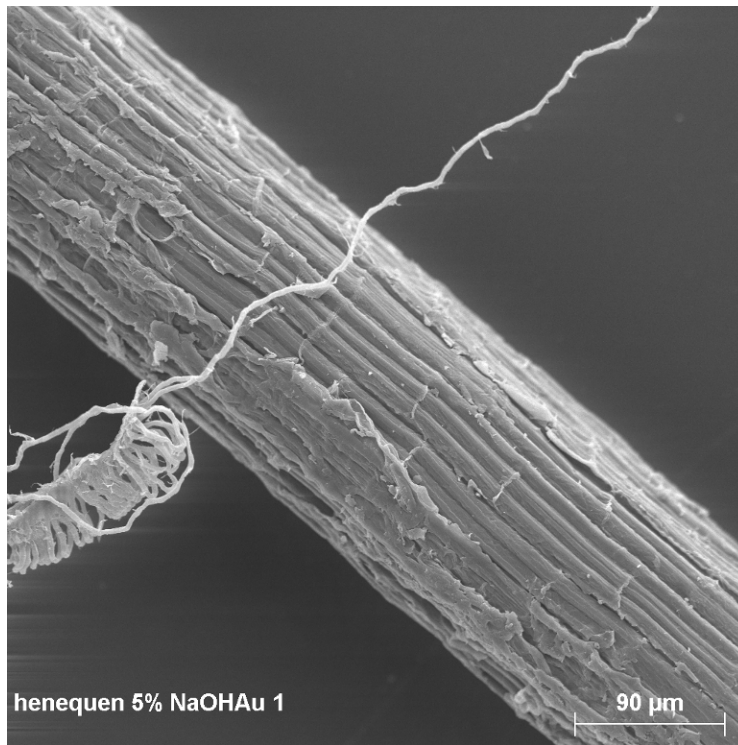


Figura 36: Henequén al 5% de NaOH, resolució de 200

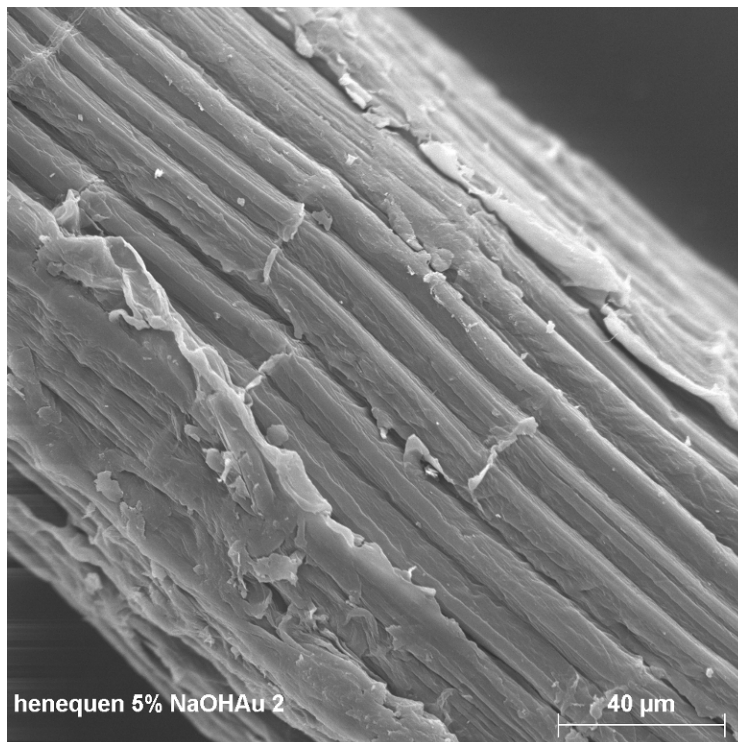


Figura 37: Henequén al 5% de NaOH, resolució de 500

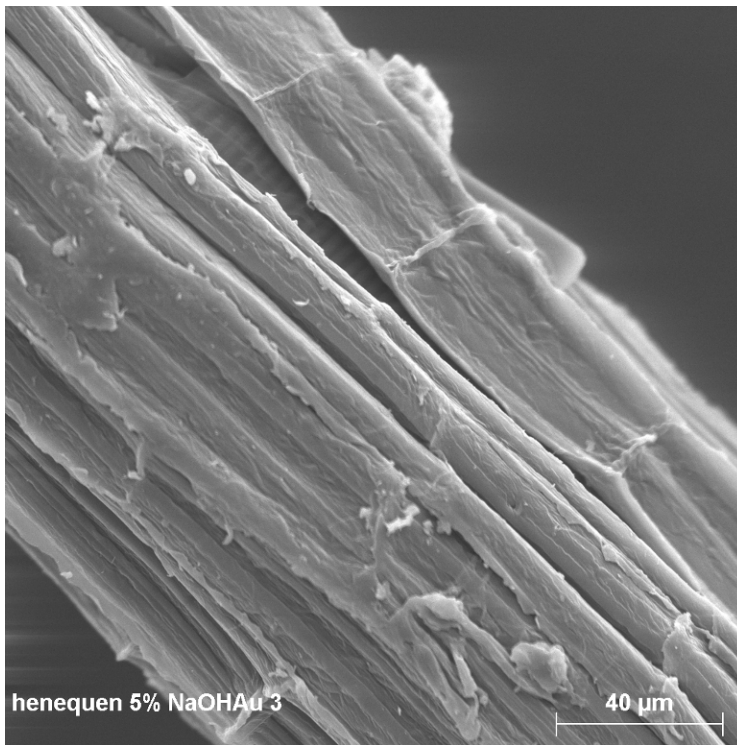


Figura 38: Henequén al 5% de NaOH, resolució de 500

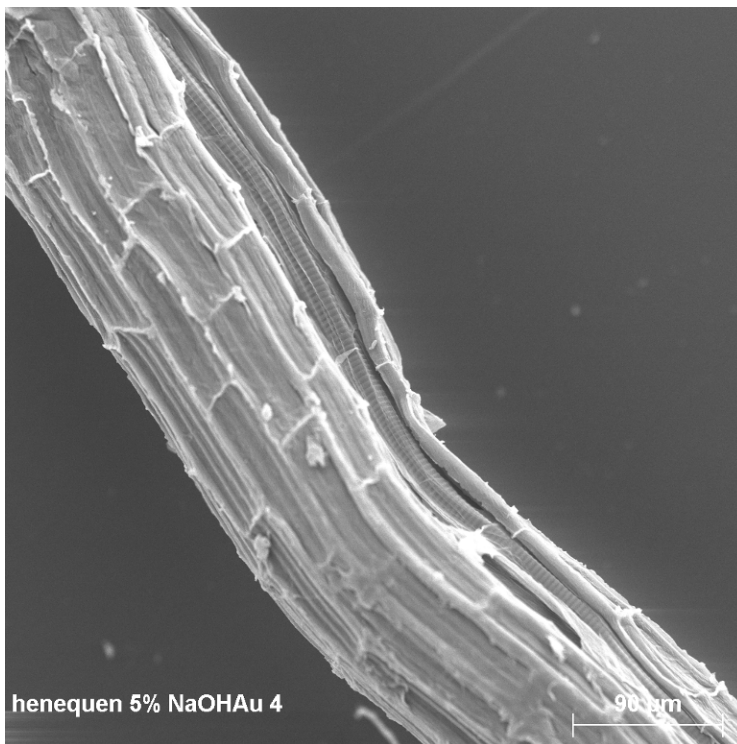


Figura 39: Henequén al 5% de NaOH, resolució de 200

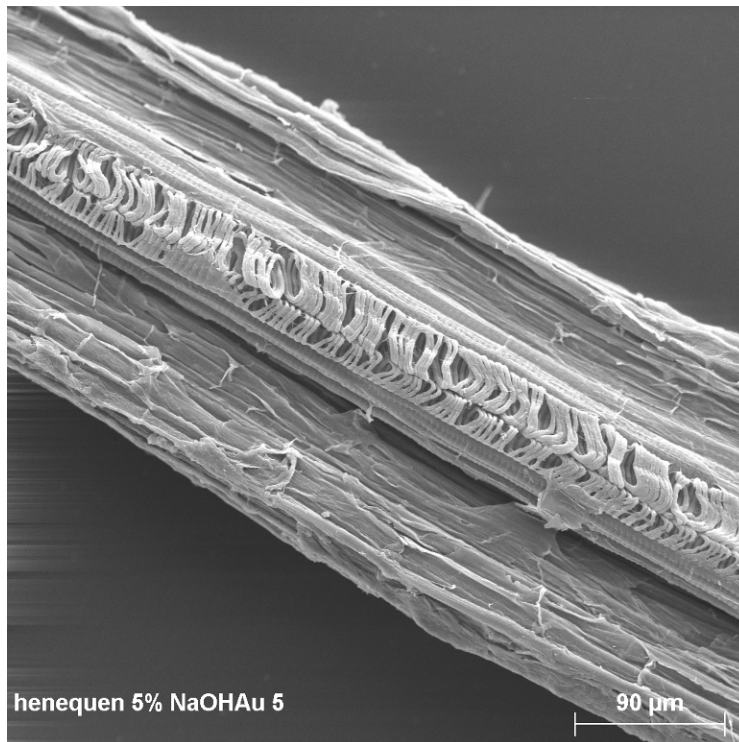


Figura 40: Henequén al 5% de NaOH, resolució de 200

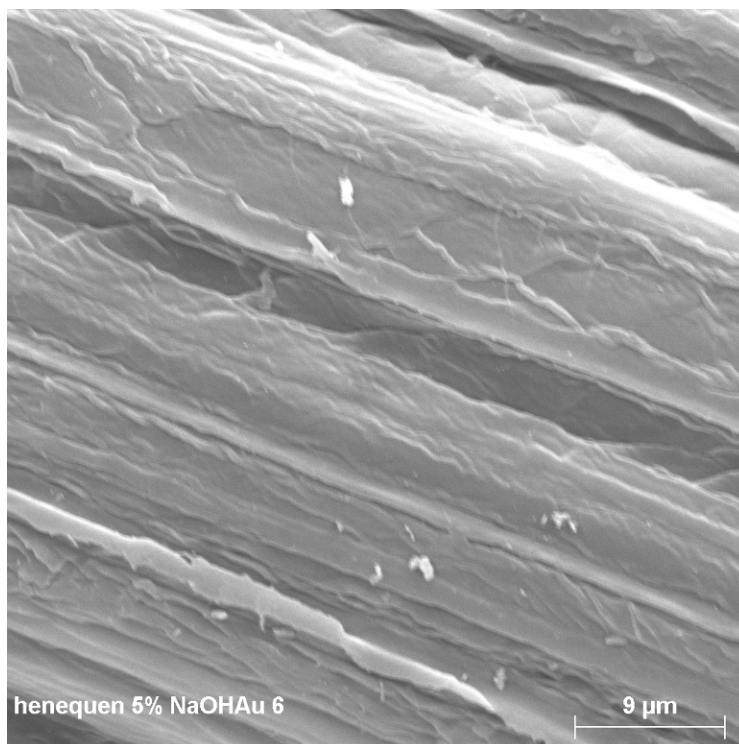


Figura 41: Henequén al 5% de NaOH, resolució de 2.000

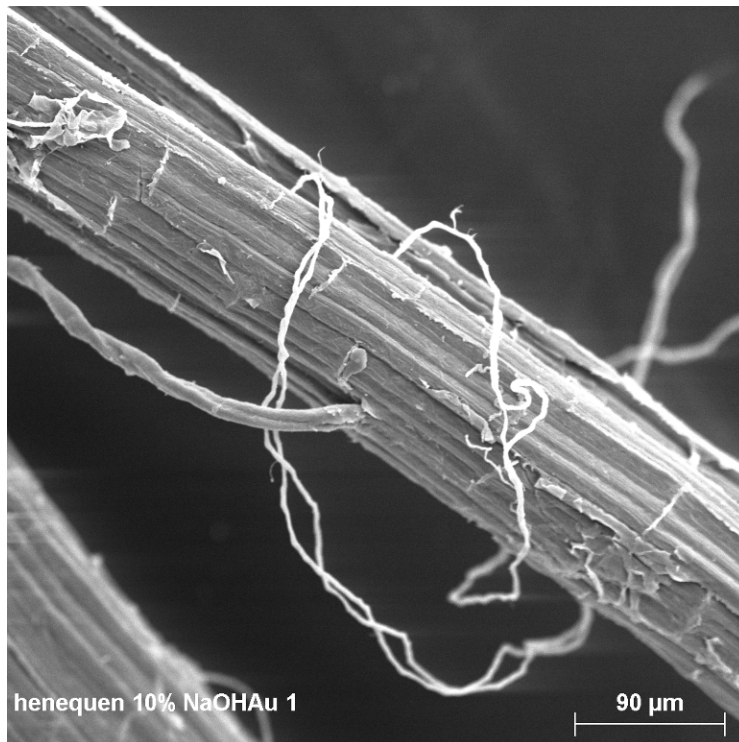


Figura 42: Henequén al 10% de NaOH, resolució de 200

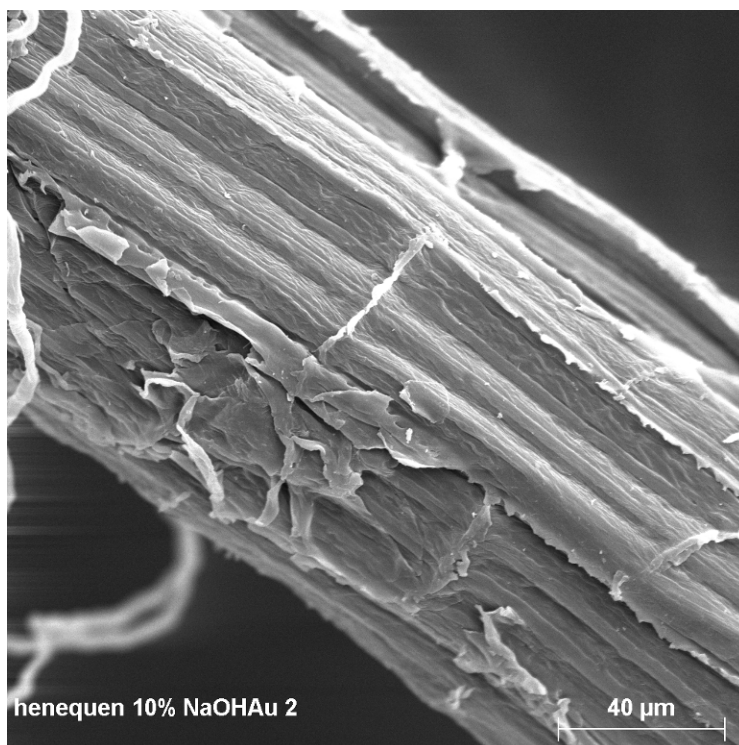


Figura 43: Henequén al 10% de NaOH, resolució de 500

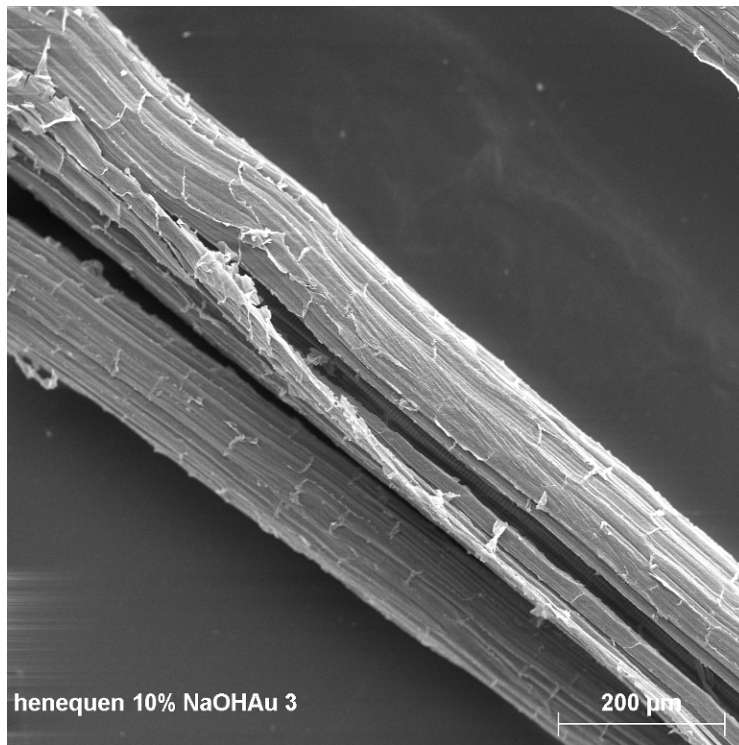


Figura 44: Henequén al 10% de NaOH, resolució de 100

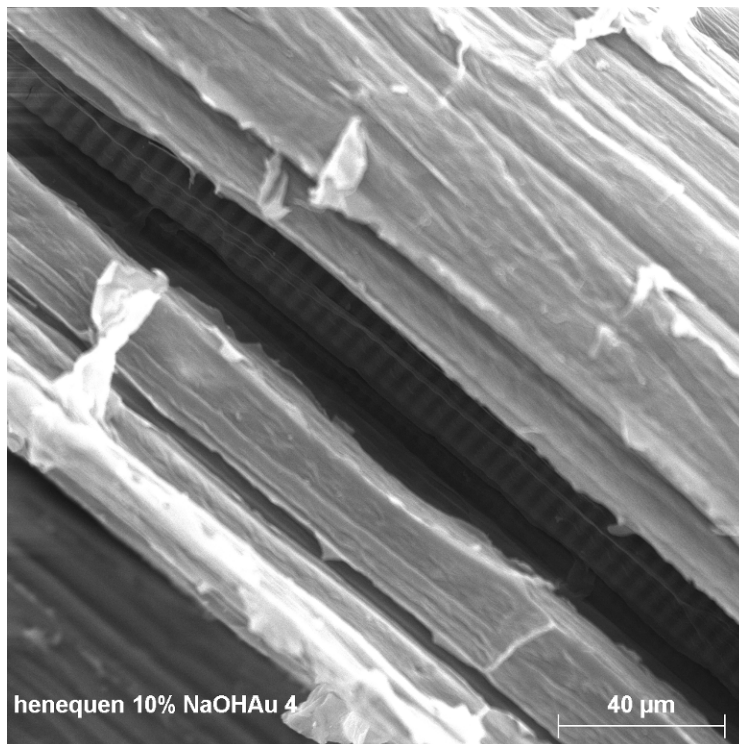


Figura 45: Henequén al 10% de NaOH, resolució de 500

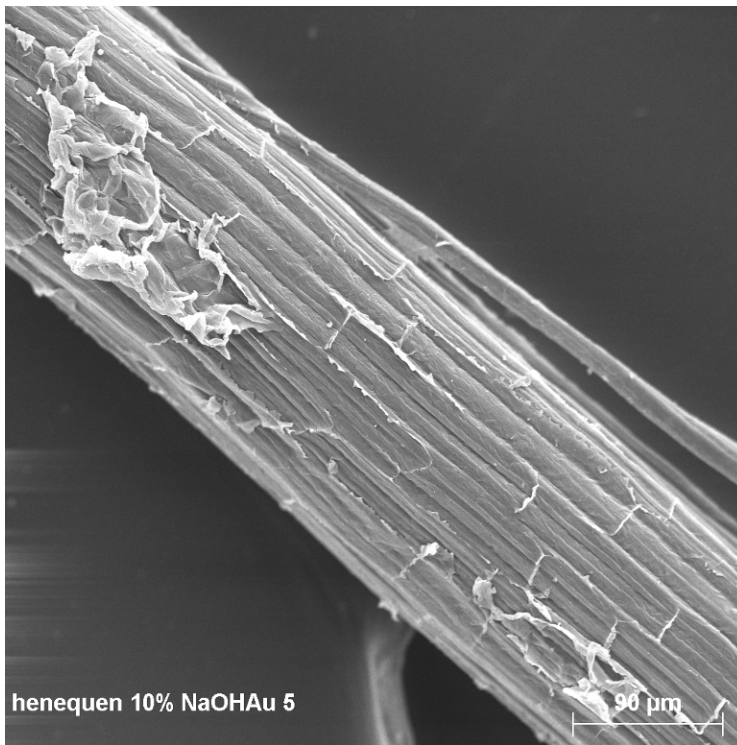


Figura 46: Henequén al 10% de NaOH, resolució de 200

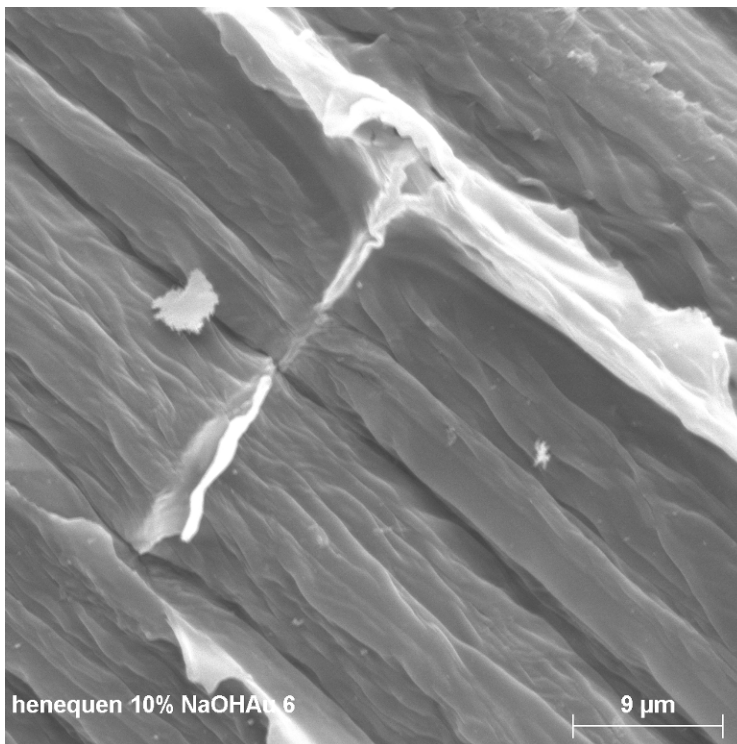


Figura 47: Henequén al 10% de NaOH, resolució de 2.000

En les imatges obtingudes pel microscopi electrònic de rastreig es pot observar com les fibres tractades al 5% estan més atacades ja que es veu part del reforç dels vasos de la fibra. També s'observa que la fibra tractada al 10% està més deteriorada i esfilagarsada que la fibra de Henequen sense tractar.

D'altra banda es poden fer servir aquestes imatges per obtenir una primera aproximació del diàmetre de les fibres. Suposant que les fibres tenen secció circular, el diàmetre mig mesurat en les fotos en μm és de:

	Diàmetre mig (μm)
Mostra sense tractar	223,50
Mostra tractada al 2%	252,50
Mostra tractada al 5%	173,80
Mostra tractada al 10%	172,92

Taula 25: Diàmetre mig de les fibres

Es pot observar que el diàmetre de les fibres tractades al 5% i 10% de hidròxid sòdic és inferior. Això pot ser degut a que, com s'ha vist en les imatges, hi ha fibres que tendeixen a dividir-se i, en considerar l'efecte del tractament amb hidròxid sòdic, que fa que estiguin més deteriorades, es poden haver separat amb més facilitat. Per tant, a les mostres de fibra menys tractades amb hidròxid sòdic hi ha més fibres "senceres" sent el diàmetre mig més gran que a les mostres que han estat tractades amb concentracions més grans, on s'espera que hi hagi més fibres dividides i per tant un diàmetre inferior.

5.2 Microscopi òptic

Amb el microscopi òptic, basat en lents òptiques, i després de fer un tractament a les diferents mostres de fibres, s'observen les mostres de fibra de Henequén a fi de conèixer la seva secció.

El tractament realitzat es basa en una deshidratació, infiltració, inclusió, tall i per últim una coloració, és per aquest motiu que a les imatges obtingudes, la fibra Henequén es veu de color blavós.

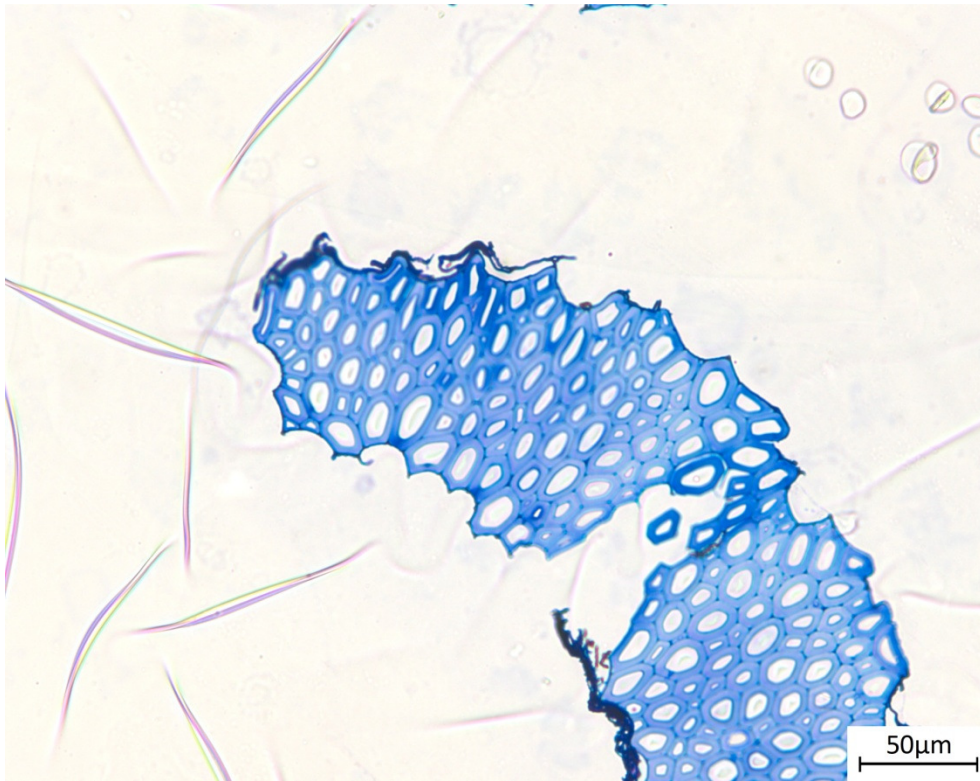


Figura 48: Observació transversal fibra Henequén sense tractar

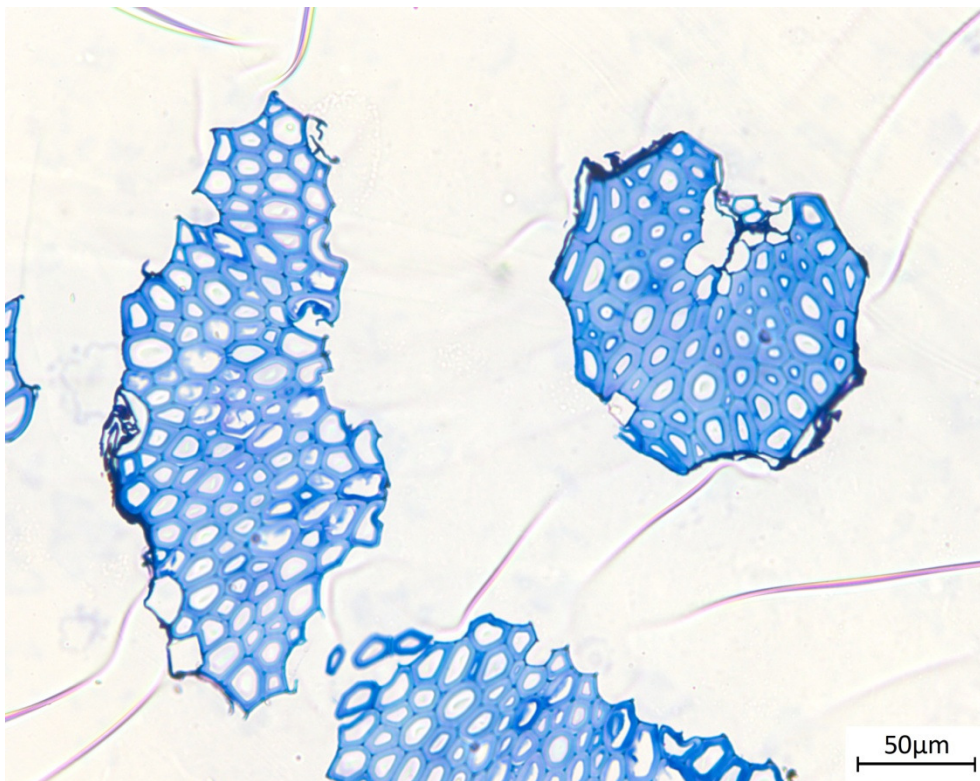


Figura 49: Observació transversal fibra Henequén sense tractar

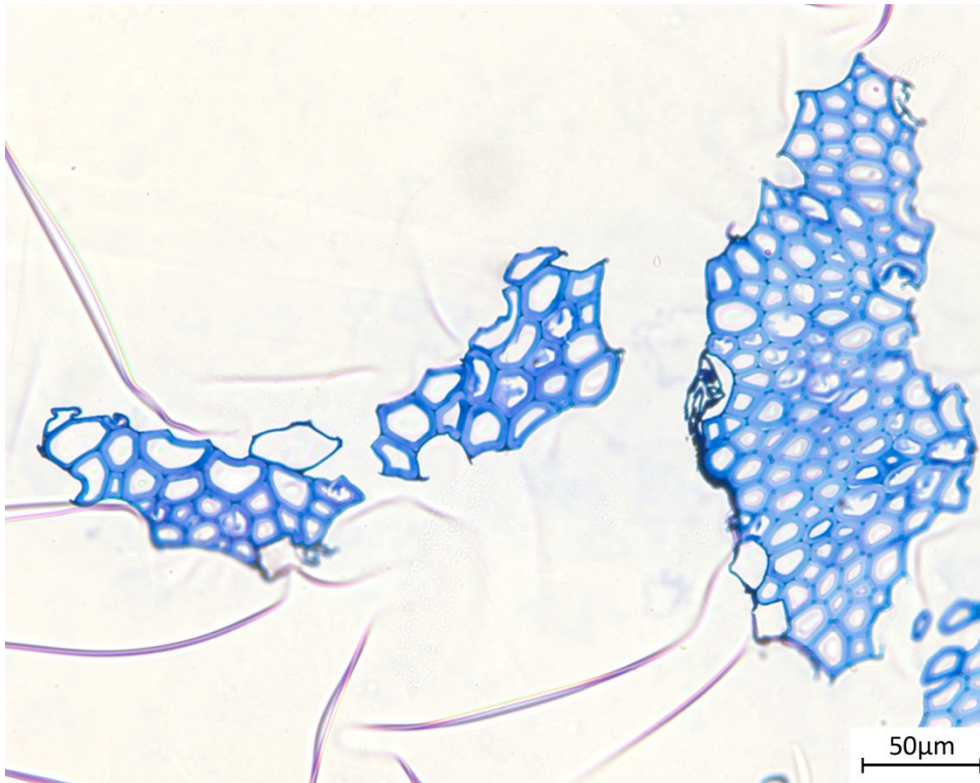


Figura 50: Observació transversal fibra Henequén sense tractar

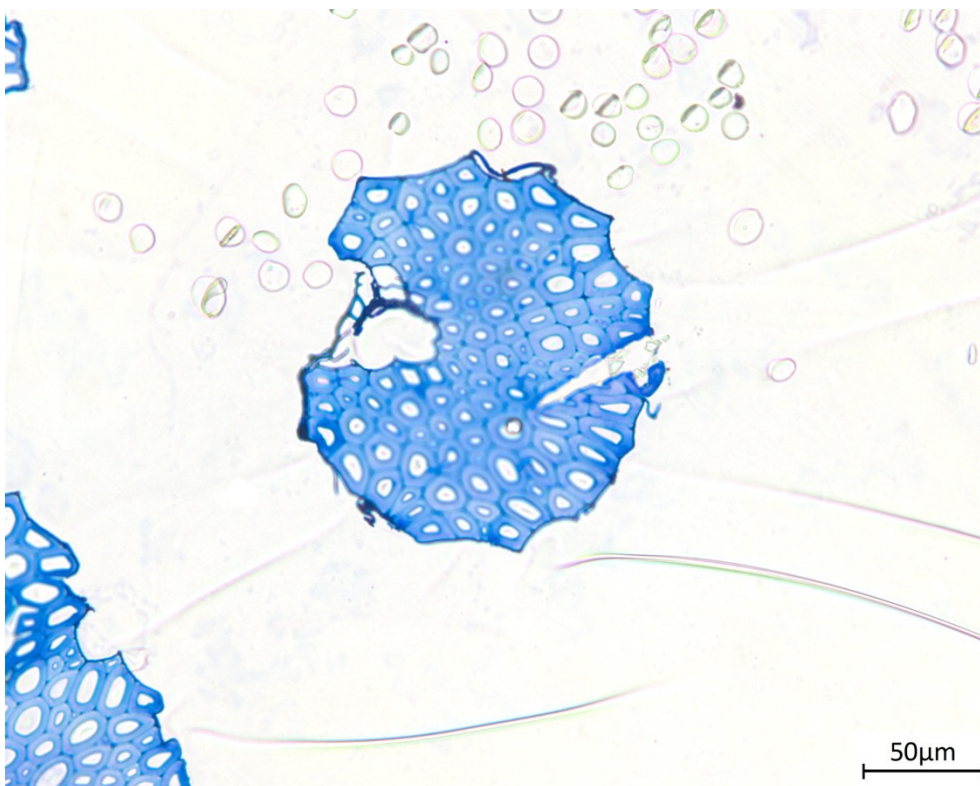


Figura 51: Observació transversal fibra Henequén sense tractar

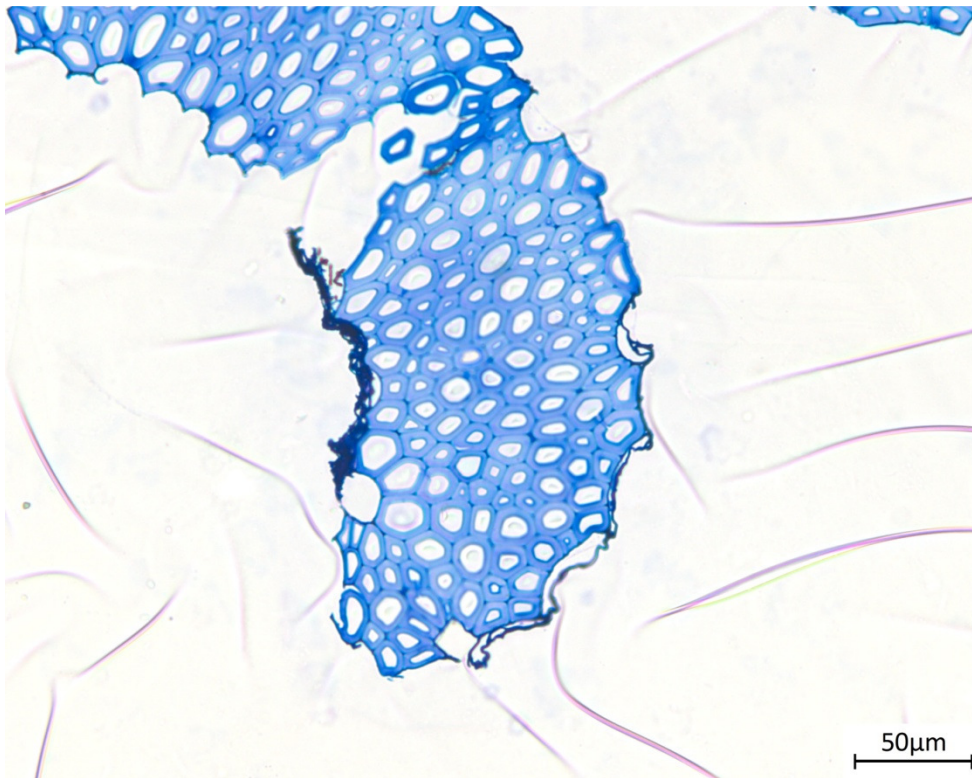


Figura 52: Observació transversal fibra Henequén sense tractar

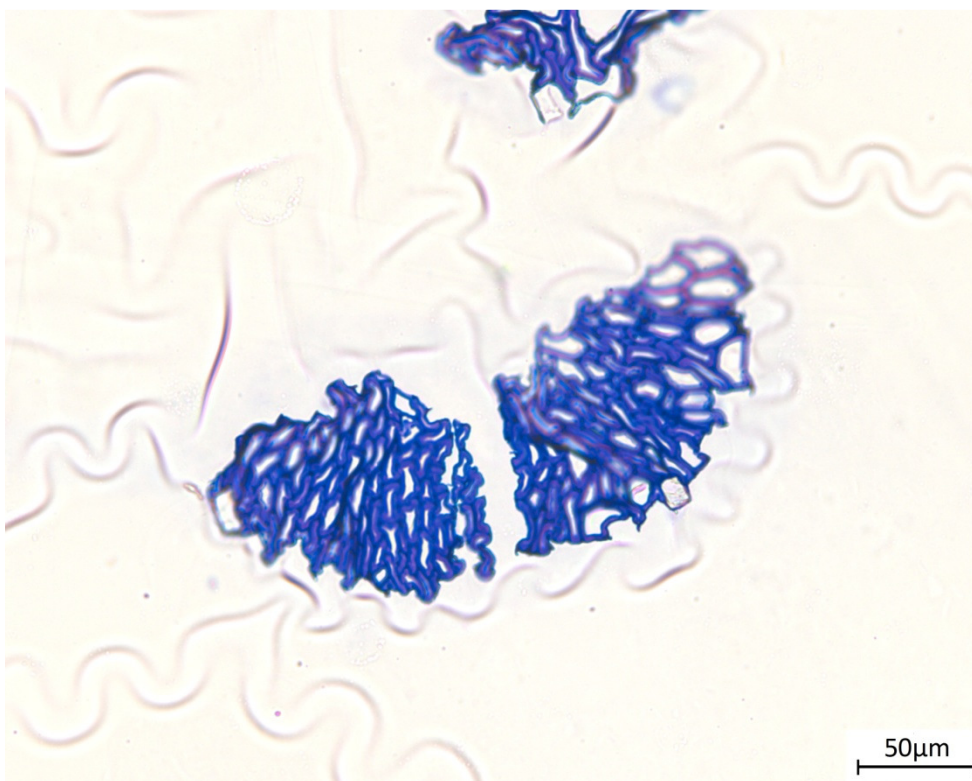


Figura 53: Observació transversal fibra Henequén 2% NaOH

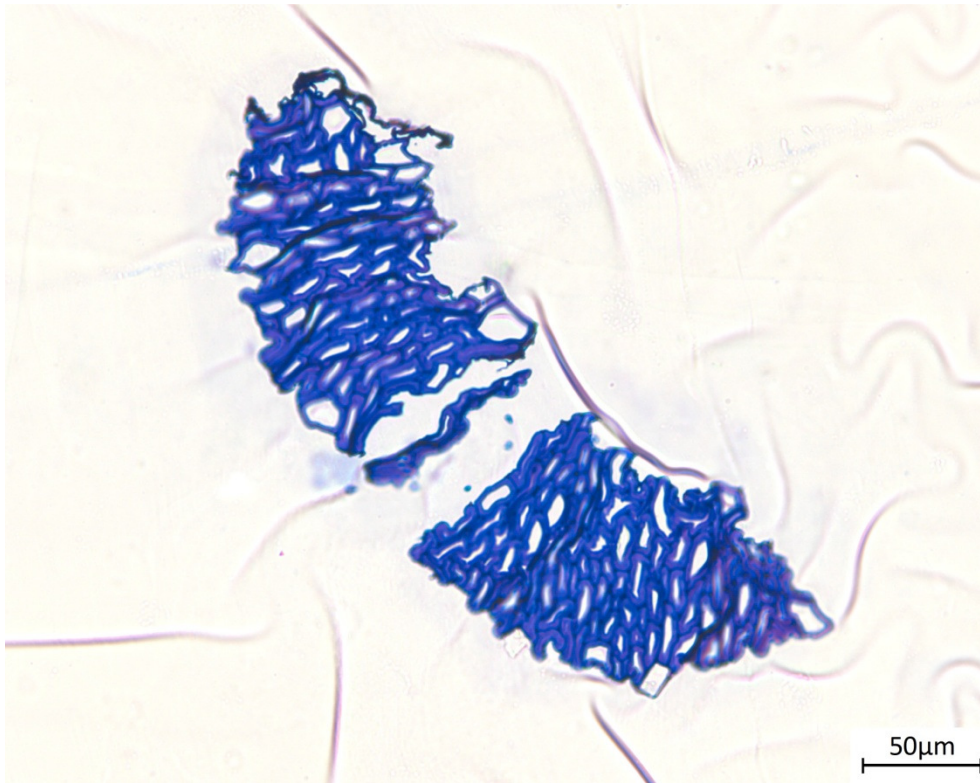


Figura 54: Observació transversal fibra Henequén 2% NaOH

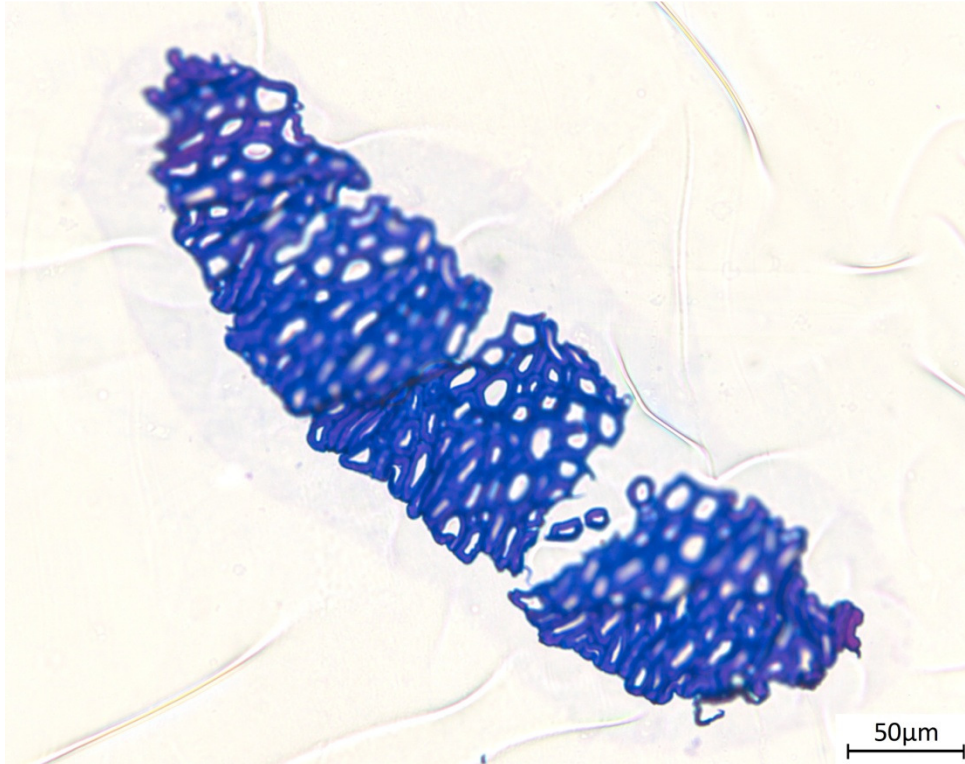


Figura 55: Observació transversal fibra Henequén 2% NaOH

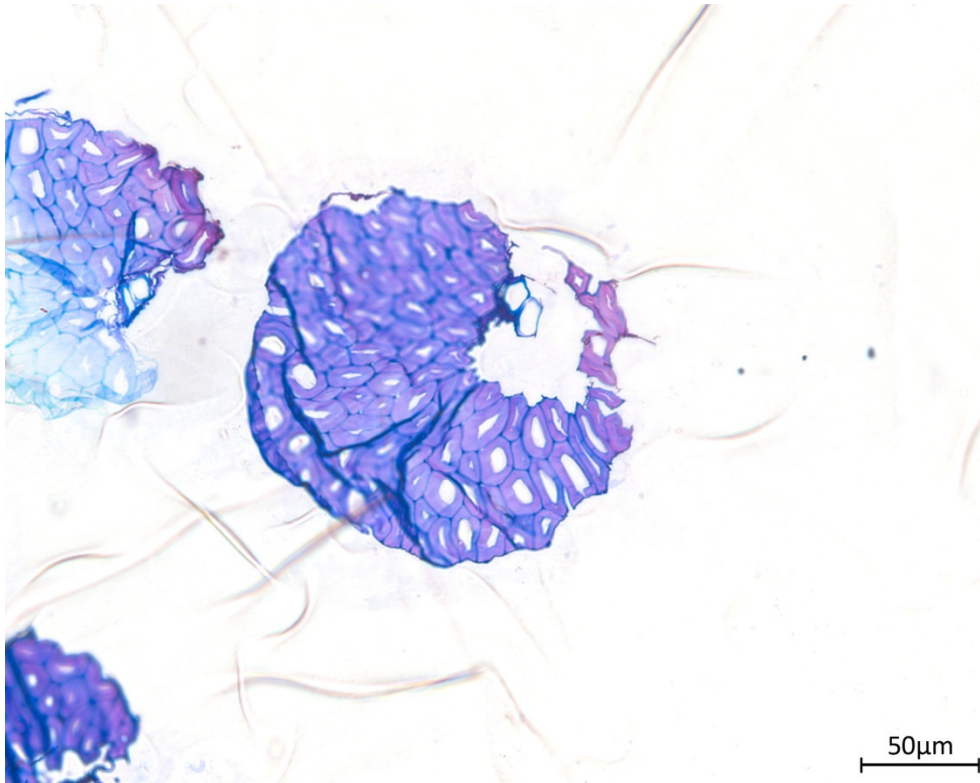


Figura 56: Observació transversal fibra Henequén 5% NaOH

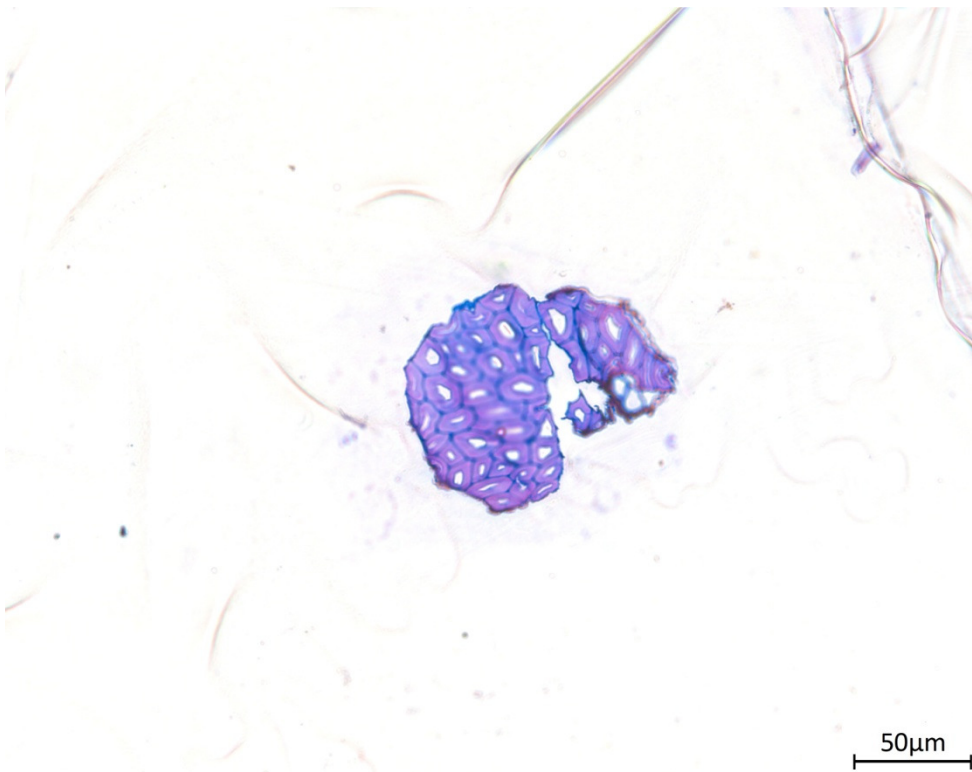


Figura 57: Observació transversal fibra Henequén 5% NaOH

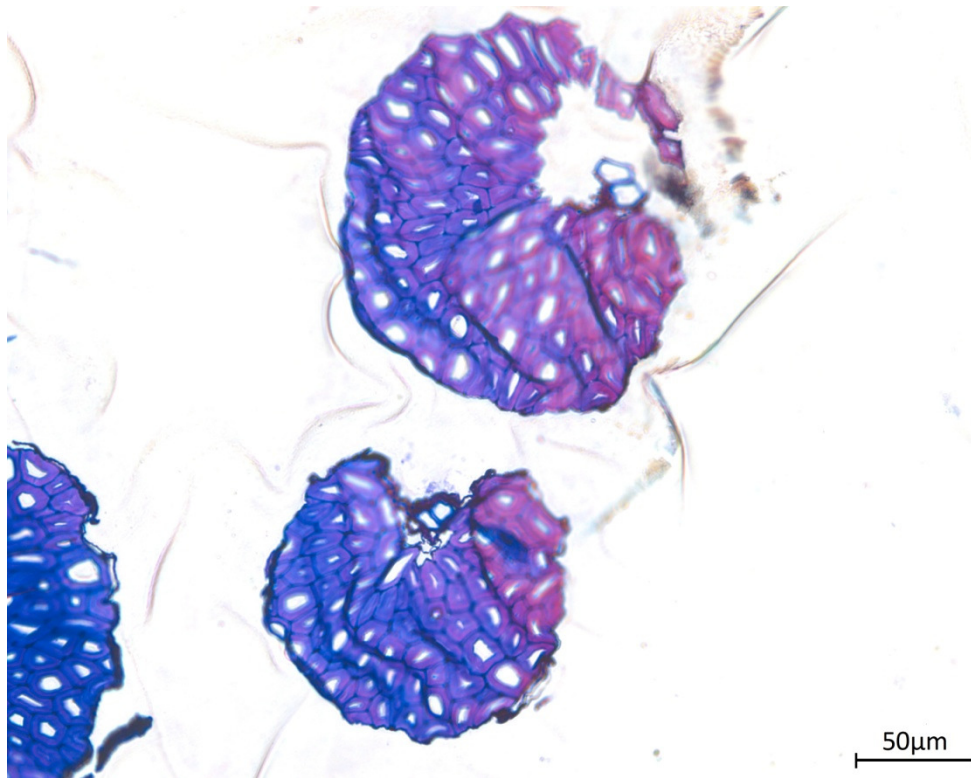


Figura 58: Observació transversal fibra Henequén 5% NaOH

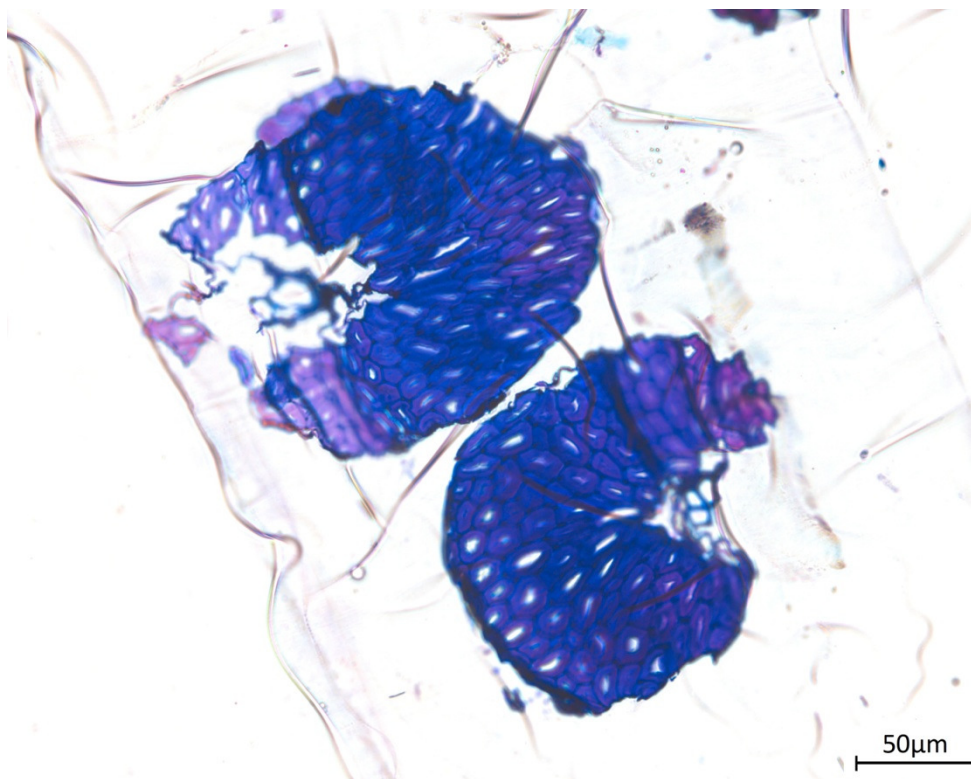


Figura 59: Observació transversal fibra Henequén 5% NaOH

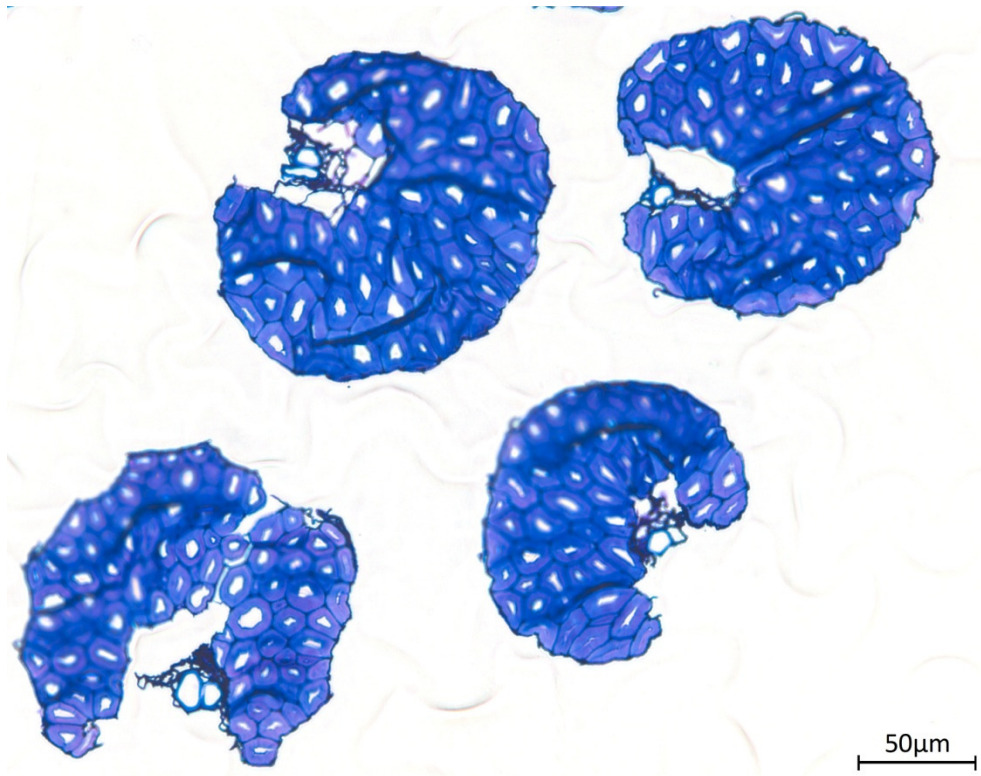


Figura 60: Observació transversal fibra Henequén 10% NaOH

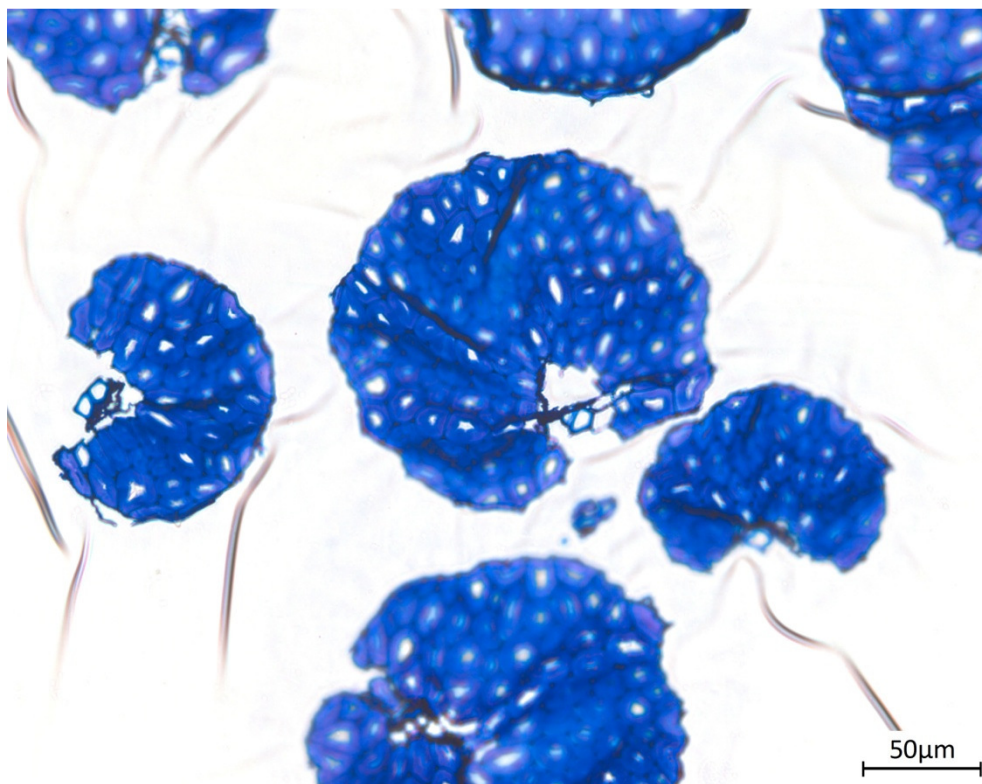


Figura 61: Observació transversal fibra Henequén 10% NaOH

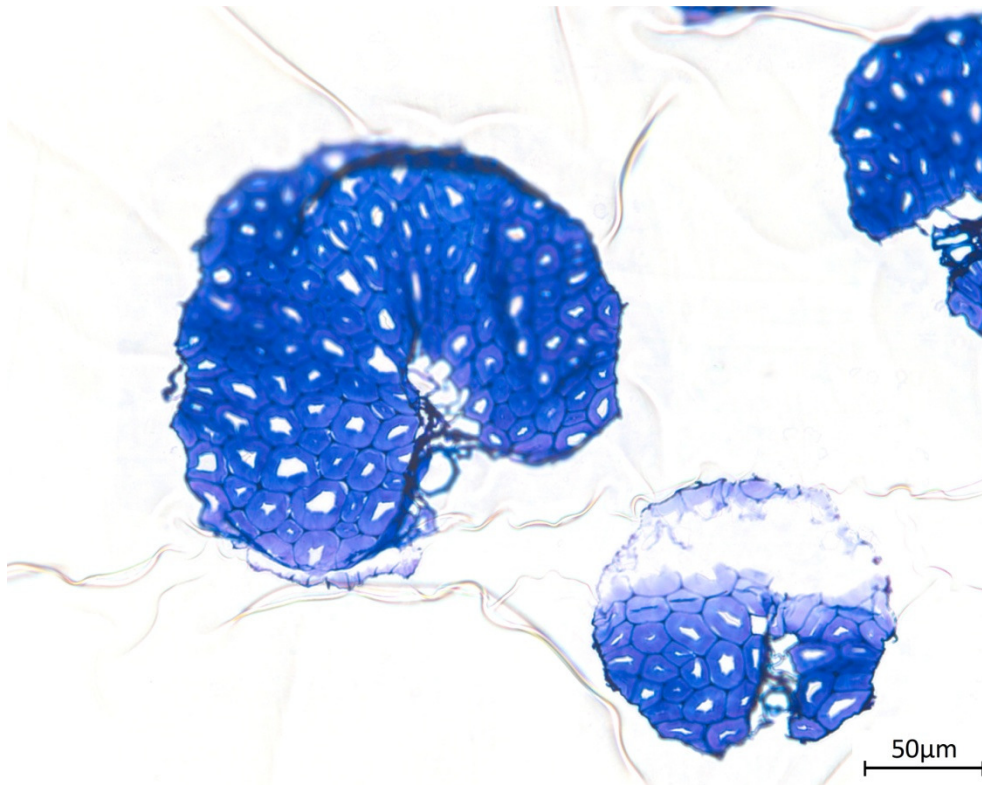


Figura 62: Observació transversal fibra Henequén 10% NaOH

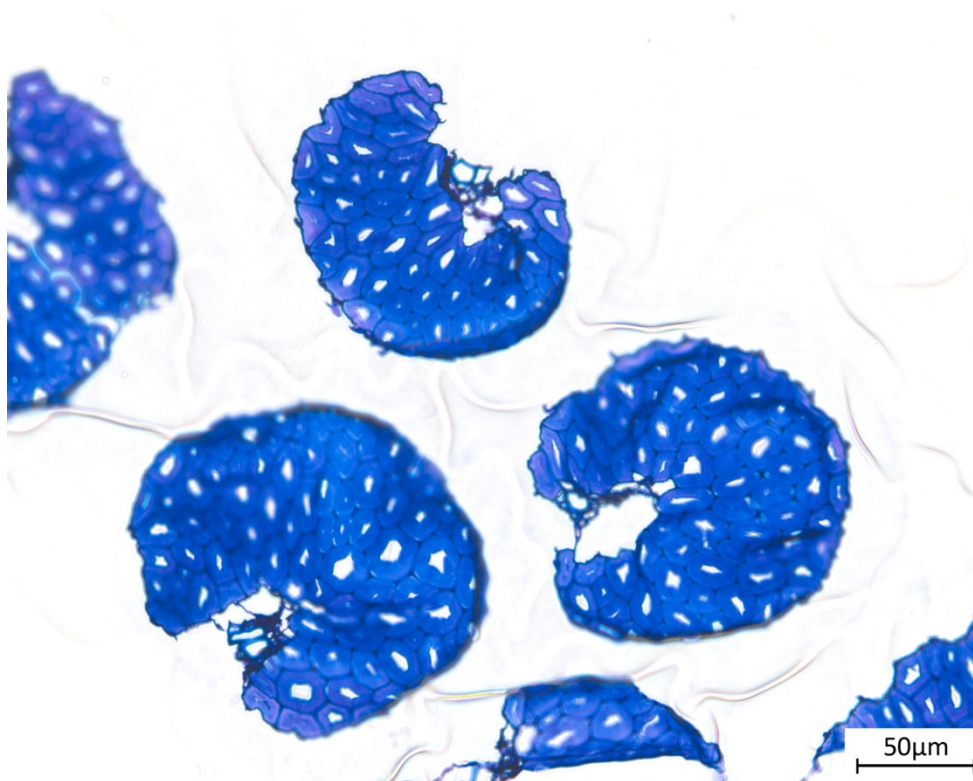


Figura 63: Observació transversal fibra Henequén 10% NaOH

En les imatges anteriors s'observa com, al tractar les mostres amb hidròxid sòdic, les fibres agafen formes més arrodonides. Val a destacar que les mostres tenen molts vasos que fan que pugui tenir capacitat d'absorció de líquids, és per aquest motiu que, a l'hora d'utilitzar-les amb matrius tipus termostables, seria convenient utilitzar resines molt fluides i que tinguin un temps de polimerització llarg per tal de millorar la impregnació de les fibres amb la resina.

	Àrea promig (mm²)
Mostra sense tractar	0,02458
Mostra tractada al 2%	0,02542
Mostra tractada al 5%	0,01851
Mostra tractada al 10%	0,01404

Taula 26: Àrea promig fibra de Henequén

Es pot observar com la secció de la fibra disminueix quan augmenta la concentració d'hidròxid sòdic en el pretractament. Aquest resultat fa evident el desgast que pateix la fibra quan es blanqueja.

6 ASSAIG INFRAROIG

Després de posar-se en contacte amb el tècnic experimentat en aquest tipus d'assaig, es decideix no fer-lo degut a que la seva execució no aportaria cap informació rellevant.

7 ASSAIG DIFRACCIÓ DE RAIG X

Es fa un primer assaig de difracció de raig X amb una mostra de fibra Henequén sense tractar i el resultat obtingut és el següent:

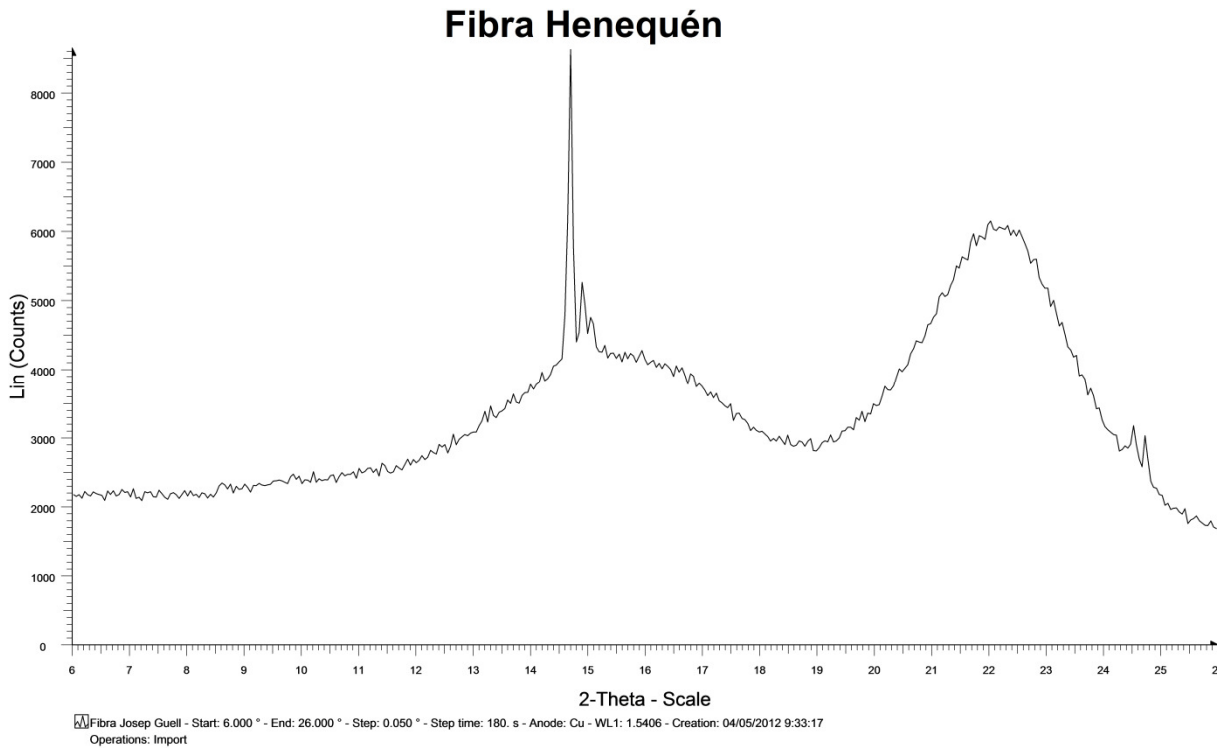


Figura 64: Resultat assaig difracció de raig X

Amb aquesta imatge només es dedueix que hi ha molta part amorfa i traces de cristal·linitat, on les molècules estan disposades d'una manera regular i periòdica.

En fer la difracció de raig X de la mostra de fibra de Henequén sense tractar s'ha arribat a la conclusió que no s'extreuen dades rellevants d'aquest assaig i s'ha decidit no repetir-lo per la resta de mostres tractades amb hidròxid sòdic.

8 CROMATOGRAFIA LÍQUIDA

Després de posar-se en contacte amb el tècnic experimentat en aquest tipus d'assaig, es decideix no fer-lo ja que la seva execució no aportaria cap informació rellevant.

9 TERMINIS D'EXECUCIÓ

El termini previst per a l'execució de les obres objecte del present projecte és de NOURANTA SIS (96) dies.

10 PRESSUPOST

Puja el Pressupost d'Execució per Contracta a falta d'iva la quantitat de CINC MIL CINC-CENTS SEIXANTA VUIT EUROS AMB CINQUANTA VUIT CÈNTIMS (5.568,58 €)

11 COMPARATIVA AMB ALTRES FIBRES

Per tal de poder valorar les propietats de la fibra de Henequén cal conèixer les propietats d'altres fibres d'origen vegetal i la molt utilitzada fibra de vidre per poder comparar-les.

Fibra	Densitat (g/cm ³)	Cel·lulosa (%)	Hemicel·lulosa (%)	Lignina (%)	Mòdul elàstic (GPa)	Resistència a tracció (MPa)
Cànem	1,48	88 - 90	7 - 10	1,5 - 2,0		285
Cotó					4,98- 10,92	264 - 654
Henequén	1,15	65,36	15,25	13,9	13,50	498,9
Jute					43,80	342 - 672
Lli				13,27	24,00	300 - 900
Pinya	1,53	81		12,7	4,20	413
Plàtan	1,35	63 - 64	19	5	20,00	550
Sisal	1,45	65	12	9,9	10,40	444 - 552
Vidre	2,54				56 - 72	2500

Taula 27: Característiques de diferents fibres.

D'aquesta manera, es pot observar com la fibra de Henequén que s'ha portat a estudi en aquest projecte té una densitat inferior a les altres fibres més comunes.

Pel que fa a la composició química la quantitat de cel·lulosa, en tant per cent, es pot considerar baix i l'hemicel·lulosa alta. La suma d'aquestes dues dóna el valor de l'holocel·lulosa que conté la fibra, aquest valor es manté dins dels valors de les diferents fibres més comunes.

Els resultats obtinguts mostren una elevada quantitat de lignina, per tant, és important fer un pretractament de blanqueig de la fibra per treure aquesta lignina i, d'aquesta manera, millorar l'adhesió de la fibra amb materials termoplàstics hidrofòbics o termostables.

El mòdul elàstic de la fibra de Henequén assajada es pot considerar baix, per tant, presenta poca oposició a la seva deformació.

Un altre valor molt important és la resistència, aquesta es pot considerar com un valor alt si es compara amb la resta de fibres d'origen vegetal. La fibra de vidre és la que presenta millors resultats en resistència a tracció, però no aporta la característica biodegradable i sostenible que es busca.

Si es considera l'objectiu d'aquest projecte, disminuir la concentració de lignina, la fibra de Cànem presenta el valor més baix però té una resistència a tracció inferior a la del Henequén. Aquesta relació es millora en el cas de la fibra de Sisal, que amb valors inferiors de lignina, aporta alts valors de resistència a tracció.

12 CONCLUSIONS

Amb aquest estudi es pretenia conèixer les propietats que presenten les diferents mostres de fibra Henequén, que creix a Cuba, en ser tractades amb hidròxid sòdic amb diferents concentracions.

Per dur a terme l'estudi, paral·lelament a la recerca d'informació s'ha realitzat assajos químics i físics que permeten conèixer les principals propietats de les diferents mostres per tenir una primera orientació de com afecta el pretractament amb hidròxid sòdic. Amb els assajos termocalorimètrics i òptics s'ha pogut conèixer més a fons el comportament i els elements que formen les diferents mostres estudiades.

Algunes de les propietats més interessants obtingudes de les mostres estudiades es mostren en la taula següent:

	Densitat (g/cm ³)	Cel·lulosa (%)	Hemicel·lulosa (%)	Lignina (%)	Mòdul elàstic (GPa)	Resistència a tracció (MPa)
Mostra sense tractar	1,15	65,36	15,25	13,9	13,50	498,88
Mostra tractada al 2%	1,11	59,11	21,95	15,12	21,00	285,58
Mostra tractada al 5%	1,05	62,69	17,44	15,28	12,50	466,39
Mostra tractada al 10%	1,07	55,27	25,12	14,37	24,00	356,35

Taula 28: Taula resum de propietats

El motiu pel qual s'ha fet el pretractament amb hidròxid sòdic és per disminuir la concentració de lignina a la fibra i, d'aquesta manera, millorar la seva adhesió. Com a conclusió general es pot observar com el tractament previ fet a la fibra no ha donat els resultats que s'esperava, no només no contribueix a l'eliminació de lignina sinó que debilita la fibra, tal i com es pot comprovar amb els valors obtinguts de la resistència a tracció i la observació òptica.

És per aquest motiu que no es proposa fer servir la fibra tractada amb NaOH com a reforç en materials termoplàstics o termoestables.

De les quatre fibres sotmeses a assaig, és la mostra sense tractar la que presenta millors propietats i, per tant, és la candidata per utilitzar en la continuïtat del projecte amb la Universitat Cubana de Holguín.

Com en principi es vol utilitzar la fibra de Henequén com a reforç a un compost amb matriu termostable tipus Epoxy, les fibres seran llargues i, tot i que la lignina fa disminuir l'adherència de la fibra amb la resina, al ser la fibra llarga, té molta superfície de contacte i es podran absorbir els esforços tallants entre la resina i la fibra.

13 PRESPECTIVES DE FUTUR

13.1 Pretractament

Atès que els valors obtinguts de les mostres pretractades amb hidròxid sòdic no són els esperats, es considera adient un estudi exhaustiu dels diferents mètodes de blanqueig que es podrien realitzar a la fibra de Henequén per tal de disminuir la concentració de lignina afectant mínimament la resistència de la fibra.

Tradicionalment el pretractament o blanqueig de fibres es feia amb hidròxid sòdic combinat amb agents oxidants com peròxid de sodi o hipoclorit de sodi. El principal inconvenient és que el hidròxid de sodi destrueix la lignina i la pectina. Aquests dos elements són els constituents principals de la capa que s'adhereix a les cèl·lules de diferents fibres dins les parets d'aquesta. Per tal de blanquejar y mantenir les propietats de tenacitat cal eliminar la lignina i preservar la pectina per mantenir la cohesió de la paret cel·lular.

13.1.1 Hidròlisi selectiva

La solució al problema prèviament esmentat apareix pel costat de la biotecnologia mitjançant una hidròlisi selectiva de lignina mitjançant enzims que es troben dins dels millors agents biodegradants de la lignina. No obstant això, aquesta tècnica no ha estat desenvolupada massivament.

13.1.2 Mètode tradicional de pretractament

El mètode tradicional de pretractament es realitza en un bany que conté hipoclorit de sodi, agent oxidant, seguit d'un bany amb àcid sulfúric diluït, agent de neutralització. Normalment es realitza un procés de blanqueig complementari amb peròxid d'hidrogen, agent oxidant, amb el que s'incrementa el grau de blanqueig i s'elimina el clor residual en la fibra.

13.1.3 Mètode oxidatiu en una sola etapa

Aquest mètode es fa servir quan el grau de blanqueig requerit no és tan alt. Consisteix en utilitzar peròxid d'hidrogen en una sola etapa amb la següent fórmula orientativa:

- 1-2 gr/l Detergent - humectant concentrat
- 2-3 gr/l Estabilitzador de peròxid
- 3-4 gr/l Peròxid d'hidrògent 250V
- 2-3 gr/l Soda càustica al 50% P/P

Es treballa durant 30 - 45 minuts a 85°C.

13.2 Preparació de les mostres en compostos

En triar la mostra de fibra Henequen sense tractar com a millor candidata, el pas següent és preparar les fibres de forma adient per formar compostos.

La fibra pot estar orientada de manera aleatòria, unidireccional, bidireccional o tridireccional, també pot estar teixida o feltrada, el que es coneix com a teixit no teixit. Un cop triada la distribució més adient es faran plaques patró de compost de les fibres amb resina i es sotmetrà a assaig per determinar les característiques del compost.

14 RELACIÓ DE DOCUMENTS

Document N°1: Memòria

Document N°2: Annexos

Document N°3: Resum

15 BIBLIOGRAFIA

AENOR. *Determinación de la fuerza de rotura y del alargamiento en la rotura de fibras individuales.* UNE-EN ISO 5079. Madrid: AENOR. 1996

ARRAIZA, N., VIGURIA, P.M., NAVARRO, J., AINCIBURU, A., *Manual de microscopía.* (<http://pagina.jccm.es/museociencias/otras%20actividades%20web/material%20cnr%20web/manua%20de%20microscopia.pdf> , 19 de Juliol de 2012)

BALAM-COCOM, R.J., DUARTE-ARANDA, S., CANCHÉ-ESCAMILLA, G. *Obention and characterization of composites of Henequen "Pineapple" fibres and polypropylene.* Vol. 5, Supl. 1, 39-44. 2006

CANCHÉ-ESCAMILLA, G., RODRÍQUEZ-TRUJILLO, G., HERRERA-GRANCO, P.J., MENDIZÁBAL, E., PUIG, J.E. *Preparation and charicterization of Henequen cellulose grafted with methyl methacrylate and its application in composites.* 1997

CAR, E. OLLER, S., OÑATE, E., *Tratamiento numérico de los materiales compuestos.* Monografía CIMNE Nº57, 2000.

D.A. SKOOG ET. *Principios de Análisis Instrumental.* Mc Graw Hill, Madrid (2002)

GONZALEZ, A. M., *El uso de la histologia en los sistemas de Cultivo in Vitro de tejidos.* (http://www.knowpulp.com/spanish/demo/spanish/pulping/bleaching/1_general/fr_text.htm , 19 de Juliol de 2012)

GONZÁLEZ BENITO, F.J., *Análisis térmico.* 2006

HERRERA-FRANCO, P.J., AQUILAR-VEGA, M. *Effect of fiber treatment on the mechanical properties of LDPE-Henequen cellulosic fiber composites.* 1996

INSTRON, *Dynamic mechanical analysis (DMA).* (<http://www.instron.com.es/wa/glossary/DMA-Dynamic-Mechanical-Analysis-.aspx?ref=http://www.google.es/url> , 27 d'Abril de 2012)

KNOWPULP, *Blanqueo de fibras.* (http://www.knowpulp.com/spanish/demo/spanish/pulping/bleaching/1_general/fr_text.htm , 14 de Juliol de 2012)

LINDLE, *Deslingnificación con oxígeno.* (http://www.aga.cl/international/web/lg/cl/likelgagacl.nsf/docbyalias/ind_chem_o2delignification , 19 de Juliol de 2012)

OCW UNIVERSIA, *Métodos de análisis térmicos*. (http://ocw.uc3m.es/ciencia-e-oin/caracterizacion-de-materiales/material-de-clase-1/Apuntes_MeTODOS_DE_ANALISIS_TERMICO.pdf , 27 d'Abril de 2012)

RED CREATIVA DE CIENCIAS, *Masas y densidades*. 2006

RED TEXTIL ARGENTINA, *Métodos de pretratamiento de fibras vegetales*. (<http://www.redtextilargentina.com.ar/index.php/home/145.html> , 19 de Juliol de 2012)

SALVADOR, M.D., AMIGÓ, V., NUEZ, A., SAHUQUILLO, O., LLORENS, R., MARTÍ, F. *Caracterización de fibras vegetales utilizadas como refuerzo en matrices termoplásticas*.

STUPENENGO, F. *Materiales compuesto* .Instituto Nacional de Educación Tecnológica

TAPPI. *Preparation of wood for chemical analysis*. T 264 cm-97. 1997

TAPPI. *Sampling and preparing wood for analysis*. T 257 cm-02. 1997

TAPPI. *Ash in wood, pulp, paper and paperboard: combustion at 525°C*. T 211 om-93. 1993

TAPPI. *Ash in wood, pulp, paper and paperboard: combustion at 900°C*. T 413 om-93. 1993

TAPPI. *Solvent extractives of wood and pulp*. T 204 cm-97. 1997

TAPPI. *Alpha-cellulose in paper*. T 429 cm-84. 1984

TAPPI. *Solvent extractives of wood and pulp*. T 204 cm-97. 2007

TAPPI. *Acid-insoluble lignin in wood and pulp*. T 222 om-06. 2011

WIKIPEDIA, *Análisis mecánico diferencial*. (http://es.wikipedia.org/wiki/An%C3%A1lisis_mec%C3%A1nico_diferencial , 27 d'Abril de 2012)

Ana Juárez Muñoz

Girona, 3 de Setembre de 2012