

B. Enciso, S. López de Armentia, J. Abenojar, M.A. Martínez

Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería química, IAAB, Universidad Carlos III de Madrid. Avenida de la Universidad, 30, 28911, Leganés, España

## Influencia del tratamiento superficial en la resistencia y adhesión entre fibras naturales de lino y una matriz termoplástica

### RESUMEN

#### Historia del artículo:

Recibido 5 de Mayo 2017  
En la versión revisada 5 de Mayo 2017  
Aceptado 31 de Mayo 2017  
Accesible online 21 de Junio 2017

#### Palabras clave:

Materiales compuestos  
Fibras naturales  
Adhesión

El empleo de fibras naturales como refuerzo de materiales compuestos poliméricos se ha convertido en una alternativa a las fibras convencionales debido a su bajo coste, baja densidad, elevada disponibilidad, excelentes propiedades mecánicas, elevada resistencia específica, biodegradabilidad y ser respetuosas con el medio ambiente. No obstante, es necesario mejorar la interacción entre fibras y matriz ya que la calidad de la interfase fibra-matriz es decisiva en las futuras propiedades del material compuesto. Por este motivo es habitual realizar diferentes tratamientos superficiales sobre las fibras naturales para mejorar su resistencia al agua, aumentar su mojabilidad y energía superficial y así promover una buena adhesión interfacial.

En este trabajo se plantea como objetivo estudiar la adhesión entre las fibras de lino, sometidas a diferentes tratamientos superficiales, y una matriz de LDPE. Para ello se han realizado ensayos de pull-out con hebras de lino tratadas con plasma de baja presión, plasma atmosférico, recubrimiento silano y diferentes tratamientos alcalinos, así como sobre las fibras sin tratar. Posteriormente se fabricaron los materiales compuestos empleando tejido de lino unidireccional y LDPE en una prensa de platos calientes. Por último se evaluaron las propiedades mecánicas finales de cada material compuesto mediante ensayos de tracción utilizando una máquina universal de ensayos. De esta forma se puede correlacionar una mayor interacción entre el LDPE y las fibras con las propiedades finales.

## Influence of surface treatment on strength and adhesion between flax natural fibres and a thermoplastic matrix

### ABSTRACT

#### Keywords:

Composites  
Natural fibres  
Adhesion

Composites of thermoplastics reinforced with natural fibres have been widely used in recent years. Natural fibres are considered as a greener substitute due to their advantages over conventional fibres such as low cost, low density, high availability, excellent mechanical properties, biodegradability and to be environmentally friendly. However, they present an important limitation, the weak interaction between fibres and matrix. Therefore, surface treatments on natural fibres are very common in order to increase wettability and surface energy and thus to promote good fibre-matrix adhesion.

The objective of this work is to study adhesion between flax fibres, under different surface treatments, and LDPE matrix. Pull-out tests were carried out with flax fibres yarns treated with low pressure plasma, atmospheric pressure plasma torch, silane coating and different alkaline treatments as well as with untreated fibres. Afterwards, composites materials were manufactured using unidirectional flax fabric and LDPE in a hot plate press. Finally, mechanical properties of each composite material were evaluated by tensile tests using an universal test machine. In this way, a greater interaction between LDPE and flax fibres can be compared with the final properties.

## 1 Introducción

Las fibras naturales se han convertido en una excelente alternativa como refuerzo de materiales compuestos desde el punto de vista de la fabricación de composites biodegradables o provenientes de fuentes renovables. Las fibras naturales obtenidas a partir del líber de las plantas, como el lino, el yute o el cáñamo tienen baja densidad, bajo coste, gran disponibilidad y además sus propiedades mecánicas son tales que pueden competir con la fibra de vidrio en cuanto a resistencia específica se refiere [1].

Los componentes principales de las fibras naturales son celulosa, hemicelulosa y lignina y en menor medida, pectinas, ceras y sustancias solubles en agua. En la tabla 1, se encuentra la composición principal de la fibra de lino empleada en este estudio.

**Tabla 1.** Composición de la fibra de lino

Celulosa (%)	Hemicelulosa (%)	Lignina (%)
71-81	18.6-20.6	2.2-3

La gran cantidad de grupos hidroxilo presentes en la celulosa, componente mayoritario de las fibras naturales, confiere a éstas un carácter hidrofílico que en contraposición a la condición hidrofóbica de matrices termoplásticas da lugar a interfases fibra-matriz de muy débil cohesión [2]. Por este motivo es necesario recurrir a diferentes tratamientos superficiales sobre las fibras que mejoren la adhesión y mojabilidad entre la fibra y la matriz y por consiguiente las propiedades finales del material compuesto.

Los tratamientos químicos son los más empleados sobre las fibras naturales tales como tratamientos alcalinos o con silanos [3].

Pero dado que el fin último de los materiales compuestos reforzados con fibras naturales es obtener un material respetuoso con el medio ambiente, en este trabajo se han comparado los tratamientos alcalinos y con recubrimiento silano con dos tratamientos de plasma, plasma atmosférico y plasma de baja presión en cámara de vacío. Los tratamientos de plasma representan una alternativa rápida, seca, sin residuos tóxicos y respetuosa con el medio ambiente que actúa únicamente en la superficie del material sin afectar a las propiedades intrínsecas del material [4].

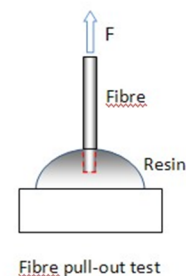
## 2 Procedimiento experimental

La matriz empleada en los materiales compuestos es granza de polietileno de baja densidad (LDPE), DOW 780E, suministrada por The Dow Chemical Company (Madrid, España). Como refuerzo se empleó tejido unidireccional de lino de 275g/m<sup>2</sup> Biotex, proporcionado por Easy Composites (Staffordshire, UK).

Las fibras fueron tratadas con cada uno de los cinco tratamientos y se realizaron los ensayos de pull out tal y como se muestra en la Figura 1.

Después se fabricaron los materiales compuestos en una prensa de platos calientes para finalmente someter a los mismos a ensayos de tracción en una máquina universal de

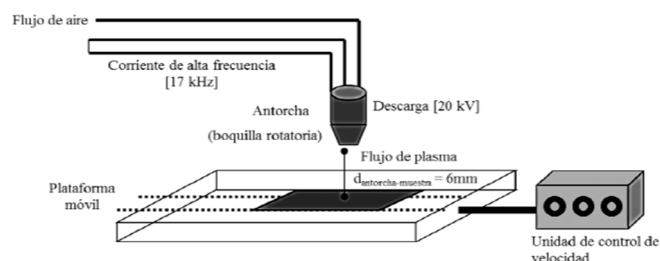
ensayos y calcular la resistencia a tracción y el módulo de Young en cada uno de los casos.



**Figura 1.** Esquema de los ensayos de pull out para una fibra

El tratamiento de plasma de baja presión (LPP) se realizó en una cámara Plasma Cleaner de Harrick Plasma (Ithaca, NY, USA), utilizando aire como gas para producir el plasma a una presión de 300 mtorr. El tiempo de permanencia de las fibras en la cámara fue de 60 s a una potencia de 30 W.

El tratamiento de plasma atmosférico con antorcha (APPT) se llevó a cabo con un equipo Plasma Treat GmbH (Steinhagen, Germany) a una distancia entre tobera y fibras de 20mm y a una velocidad de plataforma de 2.5m/min siguiendo el esquema de la Figura 2.



**Figura 2.** Esquema de los ensayos de pull out para una fibra

Los dos tratamientos alcalinos se realizaron sumergiendo las fibras durante una hora en una disolución de NaOH al 5% [5] en peso a temperatura ambiente y en estufa a 80°C, respectivamente.

El tratamiento con silanos tiene el objeto de reducir la cantidad de grupos hidroxilo presentes en la celulosa de las fibras [6]. La silanización de las fibras se hizo mediante una disolución acuosa ajustando su pH con ácido acético y un 1% de TEOS que se dejó hidrolizar durante 2h. La inmersión de las fibras se tuvo lugar durante una hora y posteriormente se lavaron y secaron en estufa a 60°C durante 24 horas [7].

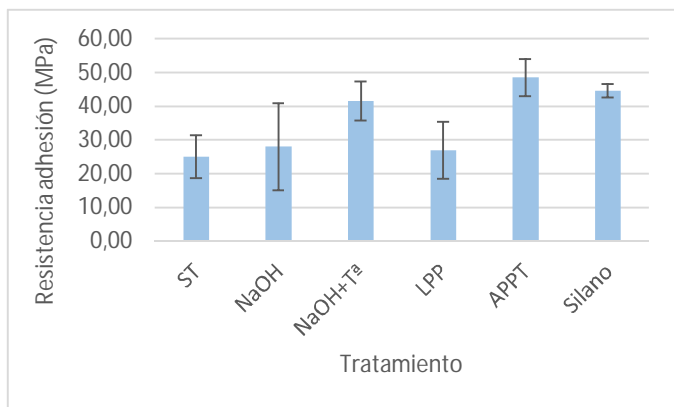
## 3 Resultados y discusión

### 3.1 Resistencia de la unión fibra-matriz

Para cuantificar la fuerza de unión entre las fibras de lino tratadas y sin tratar y la matriz de polietileno se realizaron

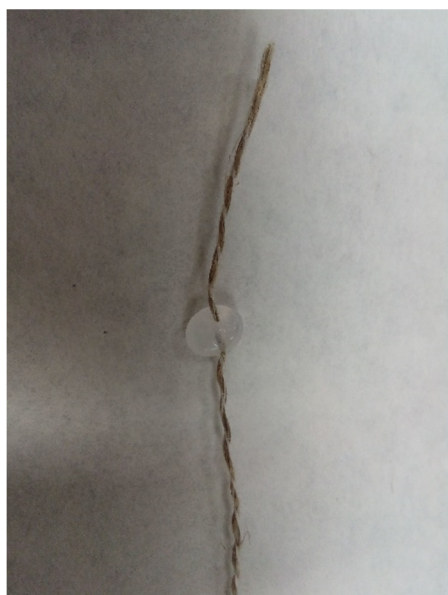


ensayos de pull out extrayendo una hebra de lino de una gota de polietileno (Figura 4). Los resultados obtenidos para cada tratamiento se pueden observar en la Figura 3.



**Figura 3.** Resistencia de pull out en función del tratamiento de la fibra

Todos los tratamientos mejoraron la adhesión respecto a las fibras sin tratar, si bien el tratamiento con hidróxido sódico presenta mucha dispersión en los resultados, lo que hace concluir que no es un tratamiento homogéneo. Los mejores resultados se obtuvieron para el tratamiento de plasma atmosférico y el recubrimiento con silano presentando este último muy poca dispersión. Por lo tanto, teniendo en cuenta que la mayor adhesión fibra-matriz se consiguió para el tratamiento de plasma atmosférico y que además es un tratamiento rápido, seco, sin residuos tóxicos y fácilmente automatizable se presenta como la opción adecuada para el tratamiento de las fibras naturales.



**Figura 4.** Hebra de lino a través de polietileno para ensayo de pull out

En la Figura 5 se puede ver una imagen de la superficie de fractura de una probeta ensayada a tracción en la que las fibras fueron tratadas con APPT. Claramente se observa que las fibras de lino están totalmente ancladas a la matriz de polietileno.

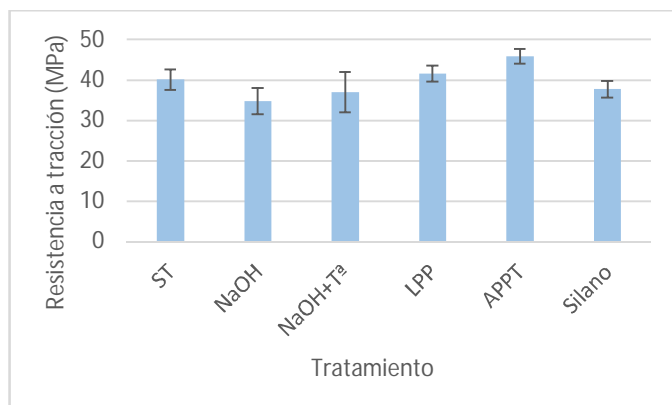


**Figura 5.** Imagen del anclaje lino-LDPE de la superficie de fractura

### 3.2 Propiedades mecánicas de los composites

Es necesario correlacionar si una buena interacción entre fibra y matriz repercute en una mejora de las propiedades mecánicas finales de los materiales compuestos. Para ello se realizaron ensayos de tracción de todos los materiales.

En la Figura 6 se puede observar que el tratamiento que mejor resultados arroja es el plasma atmosférico, seguido del plasma de baja presión, obteniendo una mejora para el primer caso del 14% en resistencia a tracción como se observa en la Tabla 2.



**Figura 6.** Resistencia a tracción en función del tratamiento superficial

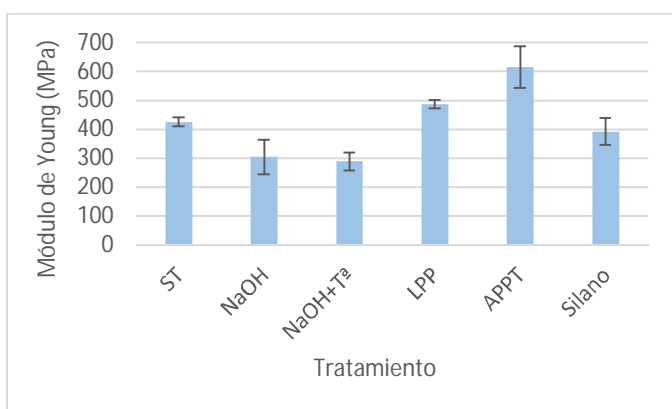
El resto de tratamientos prácticamente mantienen los mismos valores que los obtenidos cuando las fibras no fueron tratadas o incluso los disminuyen. En el caso de los tratamientos alcalinos puede deberse a una deslignificación de las fibras por haber estado un tiempo excesivo en la disolución o por ser una concentración demasiado elevada, dando lugar a fibras dañadas y debilitadas que se traduce en un descenso de las propiedades mecánicas del material compuesto [3].



**Tabla 2.** Resistencia a tracción en función del tratamiento superficial (MPa)

Tratamiento	$\sigma$ (MPa)	Error
ST	40.13	2.51
NaOH	34.8	3.3
NaOH + T <sup>a</sup>	37	5
LPP	41.6	1.92
APPT	45.82	1.83
Silano	37.74	2.08

En cuanto al módulo de Young se observa la misma tendencia, Figura 7. Los tratamientos de plasma son los que confieren mayor rigidez al material obteniendo de nuevo los peores resultados para los tratamientos alcalinos.

**Figura 7.** Módulo de Young en función del tratamiento superficial

## 4 Conclusiones

Es necesario realizar un tratamiento sobre las fibras de lino para mejorar la interfase fibra-matriz y obtener materiales compuestos con mejores propiedades mecánicas.

El tratamiento con el que se han obtenido mejores resultados tanto en fuerza de adhesión entre fibra y matriz como en propiedades mecánicas de los materiales compuestos ha sido el tratamiento de plasma atmosférico con antorcha que además de ser el tratamiento más rápido y efectivo es el más respetuoso con el medio ambiente, lo que lo convierte en el tratamiento idóneo para este tipo de materiales.

## Agradecimientos

Los autores agradecen al MEC la financiación de estos trabajos a través del proyecto TRA2014-56471-C4-2-R.

## Referencias

- [1] TW. Frederick, W. Norman. *Natural fibers plastics and composites*. Kluwer Academic Publishers, NY, (2004).
- [2] VA. Alvarez, RA, Ruscekaite, A. Vazquez. *J Compos Mater*, **37** (17):1575 (2003).

- [3] X. Li, LG:Tabil, S. Panigrahi. Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: a review. *J Polym Environ* **15**:25-33 (2007).
- [4] H. Conrads, M. Schmidt. *Plasma Sources Sci. Technol.* **9**, 441-454 (2000).
- [5] S. Mishra, AK.Mohanty, LT. Drzal, M. misra, S. Parija, SK.Nayak, SS.Tipathy. *Compos Sci Technol* **63**:1377 (2003).
- [6] R. Agrawal, NS. Saxena, KB. Sharma, S.Thomas, MS. Sreekala. *Mater Sci Eng:A*, 277-77 (2000).
- [7] A. Valadez-Gonzalez, JM Cervantes-Uc, R. Olayo, PJ. Herrera-Franco. Effect of fiber Surface treatment on the fiber-matrix bond strength of natural fiber reinforced composites. *Composites Part B: engineering*, **30**: 309-320 (1999).

