

Ingeniería, investigación y tecnología

ISSN: 1405-7743

Facultad de Ingeniería, UNAM

Rico-Rodríguez, Israel; Vargas-Galarza, Zully; García-Hernández, Edgar; Salgado-Delgado, René; Cárdenas-Valdez, Roberto Carlos; Olarte-Paredes, Alfredo
Evaluación térmica de material compuesto de cemento portland reforzado con agregado fino de CBC y FO tratada con Silano
Ingeniería, investigación y tecnología, vol. XXI, núm. 1, e00001, 2020, Enero-Marzo Facultad de Ingeniería, UNAM

DOI: https://doi.org/10.22201/fi.25940732e.2020.21n1.001

Disponible en: https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=40465091001



Número completo

Más información del artículo

Página de la revista en redalyc.org



Sistema de Información Científica Redalyc

Red de Revistas Científicas de América Latina y el Caribe, España y Portugal Proyecto académico sin fines de lucro, desarrollado bajo la iniciativa de acceso

abierto

Ingeniería Investigación y Tecnología volumen XXI (número 1), enero-marzo 2020 1-11 ISSN 2594-0732 FI-UNAM artículo arbitrado

Información del artículo: Recibido: 2 de mayo de 2018, reevaluado: 21 de mayo de 2018

aceptado: 17 de septiembre de 2019

Attribution-NonCommercial-NoDerivatives 4.0 International (CC BY-NC-ND 4.0) license

http://dx.doi.org/10.22201/fi.25940732e.2020.21n1.001





Evaluación térmica de material compuesto de cemento portland reforzado con agregado fino de CBC y FO tratada con Silano

Thermal evaluation of cement composite reinforced with fine aggregate of CBC and FO treated with Silane

Rico-Rodríguez Israel

Tecnológico Nacional de México/I.T. Zacatepec División de Estudios de Posgrado e Investigación

Correo: israel\_ricor@yahoo.com.mx https://orcid.org/0000-0001-6256-1741

Vargas-Galarza Zully

Tecnológico Nacional de México/I.T. Zacatepec División de Estudios de Posgrado e Investigación

Correo: zully.vg@itzacatepec.edu.mx https://orcid.org/0000-0002-5429-0897

García-Hernández Edgar

Tecnológico Nacional de México/I.T. Zacatepec División de Estudios de Posgrado e Investigación

Correo: edgar.gh@itzacatepec.edu.mx https://orcid.org/ 0000-0003-3640-1669 Salgado-Delgado René

Tecnológico Nacional de México/I.T. Zacatepec División de Estudios de Posgrado e Investigación

Correo: renesalgado@hotmail.com https://orcid.org/0000-0002-0313-6283

Cárdenas-Valdez Roberto Carlos Tecnológico Nacional de México/I.T. Zacatepec Departamento de Ingeniería Industrial

Correo: roberto.cv@itzacatepec.edu.mx https://orcid.org/0000-0003-1813-0092

Olarte-Paredes Alfredo

Tecnológico Nacional de México/I.T. Zacatepec División de Estudios de Posgrado e Investigación

Correo: olarte.paredes@gmail.com https://orcid.org/0000-0002-0959-6766

## Resumen

El uso de fibras naturales (yute, coco, caña, etcétera) y desechos agroindustriales (ceniza, cascarilla de arroz, etcétera) como materiales de refuerzo en la obtención de materiales compuestos ha ido en aumento, debido a que se consideran de bajo costo y fácil obtención. Se han estudiado las interacciones de los materiales de refuerzo, así como las propiedades físicas, químicas y mecánicas que le transfieren al material. En esta investigación se desarrolló un material con una matriz de cemento portland compuesto (CPC-30R) reforzado con agregado fino de carboncillo de bagazo de caña (CBC) y fibra de bagazo de caña de azúcar (FO). La FO fue modificada superficialmente, inicialmente se sometió a un proceso de deslignificación con NaOH a 6.0 % y blanqueo con NaClO<sub>2</sub> V/V a 0.5 % y H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> V/V a 0.34 %, para remoción de hemicelulosa y obtener una fibra con mayor exposición de celulosa, posteriormente se modificó con dos tipos de compuestos silánicos, Isooctyl-trimethoxylsilane a 97 % y Trimethoxy-methylsilane a 95 %. La FO se analizó mediante espectroscopia de infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR) y se evaluó su hidrofobicidad en un sistema Agua-Tolueno. La FO tratada se mezcló con cantidades diferentes de CPC-30R y agua. La morfología del material compuesto se observó mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), la cual mostró la interacción del agregado fino de CBC en la matriz de CPC-30R. El comportamiento térmico del material se evaluó en un equipo de placa caliente aislada, conforme a la norma ASCTM – C177, obteniendo resultados de conductividad térmica de 0.21 W/m °C.

Descriptores: FTIR, SEM, deslignificación, silano, hidrofóbica, material compuesto, fibra de bagazo de caña, carbón de bagazo de caña, conductividad térmica.

# **Abstract**

The use of natural fibers (jute, coconut, cane, etc.) and agroindustrial waste (ash, rice husk, etc.) as reinforcing materials in obtaining composite materials has been increasing, because they are considered low cost and easy obtaining. The interactions of the reinforcing materials as well as the physical, chemical and mechanical properties that transfer to the material have been studied. In this research, a material was developed with a composite portland cement matrix (CPC-30R) reinforced with fine aggregate of cane bagasse charcoal (CBC) and sugarcane bagasse fiber (FO). The FO was modified on the surface, initially went a process of delignification with NaOH to 6.0 % and blanching with NaClO $_2$  V/V to 0.5 % and H $_2$ O $_2$  V/V to 0.34 %, for removal of hemicellulose and get a fiber with greater exposure of cellulose, subsequently modified with two types of compounds of silane, Isooctyl trimethoxylsilane at 97 % and Trimethoxy methylsilane to 95 %. The FO was analyzed by infrared spectroscopy (FTIR) and its hydrophobicity was evaluated. The treated FO was mixed with different amounts of CPC-30R and water. The morphology of the composite material was observed by Scanning Electron Microscopy (SEM), which showed the interaction of the fine aggregate of CBC in the CPC-30R matrix. The thermal behavior of the material was evaluated in an isolated hot plate equipment, according to the ASCTM-C177 standard, obtaining thermal conductivity results of 0.21 W / m  $^{\circ}$ C.

**Keywords:** FTIR, SEM, delignification, silane, hydrophobic, composite material, fiber sugar cane bagasse, cane bagasse coal, thermal conductivity.

### Introducción

Hoy en día, el factor sustentable e impacto ambiental han generado conciencia en la humanidad, creando un nuevo concepto de desarrollo y crecimiento en función del bienestar humano y ambiental sin afectar futuras generaciones. Bajo este esquema, se han desarrollado innumerables estudios con el objetivo de disminuir el impacto ambiental haciendo uso de desechos agroindustriales, que pueden emplearse en combinación con otros materiales como refuerzo y generar un valor agregado. En este contexto, el empleo de fibras naturales en materiales compuestos se ha incrementado con el propósito de mejorar las propiedades mecánicas de materiales con una matriz de cemento, considerando mantener y aumentar la estabilidad química, física y mecánica dentro de la matriz. Sin embargo, se han realizado estudios en los cuales los elementos de refuerzo incrementan ciertas características específicas, con el objetivo de que las interacciones de los materiales desarrollen ciertas propiedades del material compuesto. Uno de los subproductos obtenidos en el área agroindustrial es la fibra de bagazo de caña de azúcar (FO), se tiene un registro estimado de 234 millones de toneladas anuales, de las cuales 50 % se emplea en los ingenios azucareros como combustible para el proceso de producción (López et al., 2016), generando residuos de ceniza y carboncillo de bagazo de caña (CBC) que no cuentan con un manejo adecuado y son destinados a un confinamiento. Se ha reportado en el cuarto informe de comunicación sobre el progreso 2016, del corporativo azucarero Emiliano Zapata S.A. de C.V. de Zacatepec, Morelos, un promedio de 2228 toneladas de residuos, correspondientes del año 2013 al 2016 (General et al., n.d.). Estos residuos FO y CBC, se encuentran concentrados en grandes cantidades en los ingenios azucareros, por lo que son elementos a considerarse como material de refuerzo en una matriz de cemento o polimérica. Gran parte de las investigaciones han considerado las fibras orgánicas o sintéticas como refuerzo en una matriz de cemento (CPC) con el objetivo de mejorar sus propiedades de esfuerzo a la flexión y compresión o características de aislamiento térmico o acústico, en esta investigación se analizó el comportamiento térmico del material, utilizando la FO para evitar la formación de fisuras después de la exposición a temperaturas elevadas. Muchas investigaciones de fibras orgánicas como refuerzo, están relacionadas con matrices poliméricas y su modificación superficial para lograr una interacción química en la interface de la fibra con la matriz (Faruk et al., 2012; Vega et al., 2010: Marwah et al., 2014; Zhou et al., 2014; Tonoli et al., 2013; Soltan et al., 2017, sin embargo, las fibras orgánicas utilizadas para reforzar matrices de cemento, están expuestas a un medio alcalino y a la hidratación de la matriz durante el tiempo de fraguado, lo cual afecta la estructura de la FO y debilita sus características físicas y químicas por su afinidad al agua de los componentes de celulosa presentes en la FO, dando como resultado una reducción en la resistencia mecánica (Tian & Zhang, 2016). Los estudios realizados sobre la interacción de FO y CPC, están enfocados en aumentar la resistencia mecánica del material compuesto, restándole importancia al comportamiento de sus características física, química y mecánica de la FO en un medio alcalino y su deterioro (Tian & Zhang, 2016); sin embargo, se han realizado modificaciones a la matriz cementante y elementos de refuerzo para obtener una interacción de los materiales sin ver afectadas sus características físicas, químicas y mecánicas, así mismo, las FO consideradas como refuerzo, se han modificado para evitar que sean dimensionalmente inestables con la interacción del agua en la mezcla del material (dilatación y contracción) (Vera et al., 2014a).

En este sentido, se han realizado modificaciones de las características de la FO utilizando un proceso de deslignificación, con la finalidad de remover lignina y hemicelulosa de su estructura, elementos fundamentales de la FO y así obtener micro fibrillas de celulosa, para mantener sus características en los esfuerzos mecánicos de compresión y flexión, así como prevenir la generación de fisuras atribuidas a la variación en la composición del material, hasta efectos de cambios de temperatura. La modificación superficial de la FO con agentes de acoplamiento de tipo silano, permite cambiar la característica hidrofílica de la celulosa en hidrofóbica mediante la reacción química de los grupos siloxanos con los grupos hidroxilos de las micro fibrillas de celulosa, evitando la modificación volumétrica en una matriz de cemento (Vera et al., 2014a).

Por otro lado, la influencia del CBC en los materiales compuestos está en función de su concentración y de los efectos de la carbonatación y alcalinidad en la matriz de cemento (Tonoli *et al.*, 2013), así como la interacción de los elementos de refuerzo y matriz, mediante su morfología, permitiendo una generación de encapsulamiento de aire en la parte porosa y utilizarlo como elemento de aislamiento térmico en el material. La adición del carbón de fuentes vegetales a matrices de cemento se ha realizado con el interés de observar la influencia en la resistencia mecánica del material. Un estudio realizado con carbón de bambú y cemento, ha reportado que la resistencia a la compresión disminuye antes de 7 días; posteriormente, el aumento en esta resistencia se ve influenciada por el tamaño de partícula

(Ren et al., 2019). Por otra parte, el uso de carbón de bambú con tamaños de partícula de 359, 22.7 y 8.4 µm en combinación con cemento sulfoaluminato de baja alcalininidad concluyó que los tiempos de fraguado se ven afectados con el tamaño de carbón de bambú contenido en la pasta, aumentando de forma considerable al disminuir el tamaño del carbón, también se encontró una disminución de la resistencia a la compresión al disminuir el tamaño y cantidad en las muestras de mayor tamaño de carbón de bambú (Zhongping et al., 2017). Otra investigación realizada utilizando cemento portland, cáscara de palma de aceite y carbón de leña, estos últimos como sustitutos de arena, sugiere el remplazo total de arena por carbón vegetal de baja gravedad específica en la mezcla de concreto para mejorar la resistencia sin aumentar la densidad (Huei et al., 2018). El carbón activado obtenido de fuentes agroindustriales también se ha utilizado en combinación con cemento debido a su gran área superficial que incrementa sus propiedades adsortivas, los resultados evidencian una mejora en las resistencias a la compresión y tensión hasta una composición límite de carbón activado granular (Justo et al., 2018).

También se han desarrollado trabajos de investigación relacionados al uso de ceniza, tomando en cuenta sus características puzolánicas en la mayor parte de las aplicaciones, sin embargo, el carbón de las fibras orgánicas no presenta las mismas características de las cenizas en relación con la composición química, se menciona que es una mezcla compleja de compuestos orgánicos, con 30 a 98 % de contenido de carbón en peso y cantidades variables de agua, nitrógeno y azufre (Neri et al., 2002), así mismo, se menciona que la razón del uso de cenizas volantes como sustituto de cierta cantidad de cemento en el concreto, está justificado por dos razones adicionales: el ahorro económico que supone la reducción del cemento empleado y los cambios micro estructurales motivados por la sustitución. Sobre este segundo punto existe consenso en considerar que las cenizas generan un concreto más denso y una reducción del tamaño medio del poro (López et al., 2017). Finalmente se puede generalizar el uso de carbón como elemento de refuerzo o agregado fino en la composición de un material compuesto en una matriz de cemento.

En esta investigación se realizó un proceso de modificación superficial de FO, empleando diversos tratamientos para obtener una FO con características hidrofóbicas y evitar que la FO se dilate y contraiga en un medio acuoso, generando un espacio entre la matriz y la interacción de la FO creando un factor de porosidad en la matriz que pueda afectar las propiedades térmicas del material.

### **M**ATERIALES Y MÉTODOS

#### REACTIVOS

Hidróxido de Sodio NaOH a 6.0 %, Peróxido de Hidrógeno  $(H_2O_2)$  0.34 % V/V, Ácido Acético Glacial  $(C_2H_4O_2)$ , Hipoclorito de Sodio  $(NaClO_2)$  0.5 % V/V, Etanol  $(C_2H_6O)$ , Agua  $(H_2O)$ , Isooctyl-trimethoxysilane  $(C_8H_{17}Si(OCH_3)_3)$  a 97 %, Trimethoxy-methylsilane  $(CH_3Si(OCH_3)_3)$  a 95 %, FO, CBC y CPC-30R.

## DESLIGNIFICACIÓN DE BAGAZO DE CAÑA

Inicialmente el bagazo de caña se limpió con abundante agua para remover residuos e impurezas de otros materiales, inmediatamente se dejó secar a temperatura ambiente hasta obtener FO completamente seca, la fibra se sometió a un proceso de molienda hasta obtener un tamaño homogéneo, posteriormente se pesaron 50 g de FO limpia y fue sumergida en 1 L de una solución acuosa de NaClO<sub>2</sub> a 0.5 % V/V, se mantuvo en agitación durante 2 h, se filtró y se lavó con abundante agua hasta obtener pH neutro. Posteriormente, la FO se colocó en 1 L de una solución acuosa de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a 0.34 % V/V, se mantuvo en agitación durante 2 h, se filtró y se lavó con agua hasta obtener pH neutro. A continuación la FO tratada fue sumergida en una solución alcalina de NaOH a 6.0 % (Vera et al., 2014a), se mantuvo en agitación durante 2 h, después se filtró y se lavó con abundante agua hasta obtener pH neutro y se secó a temperatura ambiente hasta obtener FO totalmente seca.

## MODIFICACIÓN SUPERFICIAL MEDIANTE SILANIZACIÓN

Una vez deslignificada la fibra, se sometió a un proceso de hidrólisis y condensación de silano, la modificación superficial de 10 g de FO se llevó a cabo en una solución de cantidades iguales, 246.25 mL, etanol y agua, posteriormente se agregaron 7.5 mL de silano Isooctyl-trimethoxysilane (ISO) o Trimethoxy-methylsilane (TRI), el pH de la disolución se ajustó a 3.5 con ácido acético en un potenciómetro Orión Star A211, el proceso transcurrió en un tiempo de 30 min con agitación constante en un equipo marca Bernant Mixer, series 10. Las fibras se secaron a temperatura ambiente durante 30 min; posteriormente se colocaron en una estufa a 60 °C durante 24 h (Rojo, 2011).

## ELABORACIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO

Se elaboró un material compuesto con una relación agua/cemento de 0.40 en peso, considerando los valores

óptimos de resistencia y durabilidad (Suiza, 1978). Para contrarrestar la porosidad de la matriz se utilizó un agregado fino de CBC con una granulometría M-100 por sus características morfológicas. Por otra parte, se agregó FO modificada superficialmente, como refuerzo del material en función de su resistencia mecánica. Los elementos de refuerzo corresponden a un 10 % del peso del CPC-30R, esta relación y la variación de las cantidades de cada uno de los elementos del material compuesto se definió experimentalmente cuidando no incrementar la porosidad del mismo, la relación de los materiales se muestran en la Tabla 1.

Las dimensiones del material compuesto obtenido fueron de 2.5 X 2.5 X 10 cm para las pruebas de conductividad térmica. El material fue desmoldado para su fraguado durante un periodo de 28 días a temperatura ambiente conforme a lo establecido en la ficha técnica del CPC 30R y la norma NMX-C-414-ONNCCE.

## CARACTERIZACIÓN DE FO Y DEL MATERIAL COMPUESTO

Espectroscopia de infrarrojo (FTIR): Se realizaron análisis por espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier mediante un espectrómetro Perkin Elmer modelo Spectrum Two con punta de diamante en intervalo de trabajo entre 4000 cm<sup>-1</sup> a 400 cm<sup>-1</sup>.

*Microscopia electrónica de barrido (SEM)*: Se obtuvieron micrografías de FO y material compuesto en un microscopio marca JEOL, modelo JSM – 6010LA con un voltaje de 1kV.

*Análisis microelemental (EDS):* Se realizó un análisis para identificar los principales elementos de la FO modificada superficialmente en un microscopio marca JEOL, modelo JSM – 6010LA con un voltaje de 1kV.

Análisis hidrofóbico de la FO en un sistema agua-tolueno: Se realizó una prueba de afinidad al agua de las muestras de FO, se colocaron 0.5 g de bagazo de caña modificada con el proceso de deslignificación y silanización, en una mezcla de agua/tolueno a 50 % V/V, observando el comportamiento de las fibras en un medio acuoso (Salgado *et al.*, 2010).

Análisis de conductividad térmica: La medición de conductividad térmica del material compuesto se llevó a cabo en un equipo de placa caliente asilada, con base en la norma ASTM-C177 (ASTM International, 1997), con un intervalo de temperatura de 100-150 °C. El material se sometió a una diferencia de temperatura, la relación del flujo de calor se basó en la exposición del material en contacto directo con las superficies en una placa caliente y placa fría, monitoreados por termopares en puntos específicos del material compuesto, las temperaturas a las que fueron sometidos los materiales obtenidos se mantuvieron en un intervalo de 80 a 150 °C en la placa caliente, mientras que la temperatura en la placa fría se mantuvo a una temperatura controlada entre 10 y 20 °C. El esquema del proceso de medición de la conductividad térmica se muestra en la Figura 1.

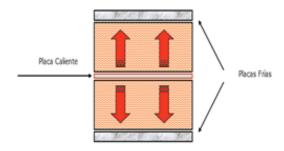


Figura 1. Esquema de equipo de placa caliente aislada, la cual consiste en hacer fluir el calor mediante la placa caliente, el material de estudio y placa fría, monitoreado en los extremos por termopares

Los datos obtenidos se sustituyeron en la fórmula de conductividad térmica de la Ley de Fourier:

$$\lambda = \frac{Q \cdot L}{2A \cdot \Delta T} \tag{1}$$

Tabla 1. Composición material compuesto

CLAVE	CPC-30R (g)	H <sub>2</sub> O (g)	CBC (g)	F.O. ISO (g)	F.O. TRI (g)
MC-I	100	40	7	3	
MC-I-I	100	40	8	2	
MC-II	100	40	7		3
MC-II-I	100	40	8		2

#### Donde:

Q = Flujo de calor

L = Espesor del espécimen

A =Área de contacto del espécimen

 $\Delta T$  = Diferencia de temperatura

Los factores constantes en el cálculo de la conductividad térmica del material compuesto son el flujo de calor, el espesor del material compuesto y el área de contacto. El material se sometió a la exposición de temperatura durante un tiempo de 4 h.

## **R**ESULTADOS Y ANÁLISIS

## DESLIGNIFICACIÓN DE BAGAZO DE CAÑA

El proceso de deslignificación y blanqueo en la FO, generó una exposición de la estructura de celulosa de la FO, lo cual permitió realizar una modificación superficial con silano, con la finalidad de modificar la propiedad hidrofílica de la FO a una propiedad hidrofóbica, creando un comportamiento estable en una matriz de cemento y agua; para ello, se analizó la modificación mediante la técnica FTIR, y los resultados se muestran en el espectro de la Figura 2.

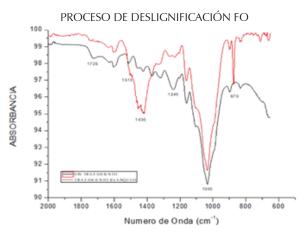


Figura 2. Espectro de FTIR de FO con un proceso de deslignificación y blanqueo para verificar la eliminación de hemicelulosa y lignina

En los resultados obtenidos, se observan señales en el intervalo de 1750 cm<sup>-1</sup> a 1700 cm<sup>-1</sup> y de 1550 cm<sup>-1</sup> a 1500 cm<sup>-1</sup>, con una disminución de intensidad de la señal en el proceso de blanqueo, indicando un estiramiento asimétrico de C-O-C, correspondiente a un desprendi-

miento de lignina y hemicelulosa en la FO (Pereira et al., 2011; Nuruddin et al., 2011); la señal presente entre 1450 cm<sup>-1</sup> y 1400 cm<sup>-1</sup>, corresponde a la deformación de CH, de la celulosa en la FO (Saelee et al., 2014; Vera et al., 2014b), la desaparición de la señal en el intervalo que va de 1250 cm<sup>-1</sup> a 1200 cm<sup>-1</sup>, también indica una separación de lignina y hemicelulosa de la FO (Saelee et al., 2014; Velez et al., 2014), la disminución de la señal entre 1100 cm<sup>-1</sup> y 1000 cm<sup>-1</sup> indica un movimiento de estiramiento de C-O y O-H de celulosa presente en la FO (Vera et al., 2014b; Marwah et al., 2014), el aumento de señal presente en el intervalo de 900 cm<sup>-1</sup> a 850 cm<sup>-1</sup>, es el correspondiente al anillo de glucosa en la celulosa de la FO tratada (Saelee et al., 2014; Vera et al., 2014b). Estos resultados muestran que gran parte de la estructura básica de la FO se modificó, particularmente la eliminación de lignina y hemicelulosa, dejando expuesta en su mayoría micro fibrillas de celulosa, por otra parte, después del proceso de deslignificación con el tratamiento de NaOH, la microfibrilla resistirá el ataque alcalino generado en la matriz por la combinación de CPC-30R y agua, con el propósito de no afectar sus propiedades destinadas a evitar la generación de fisuras en el cemento fresco o en el proceso de fraguado del material.

## MODIFICACIÓN SUPERFICIAL MEDIANTE SILANIZACIÓN

El proceso de modificación superficial mediante silanización de la FO se observa en la reacción que se muestra en la Figura 3, en ella se describe la unión del polisiloxano (silano) a lo largo de toda la estructura de celulosa de la FO mediante los grupos OH de la fibra después del proceso de deslignificación. La reacción de la FO deslignificada permitió que se llevara a cabo la modificación superficial con agente de acoplamiento de tipo silano, mediante un proceso de hidrólisis y condensación, creando un medio apropiado para la interacción química de los elementos fundamentales de los grupos funcionales de OH-Si de celulosa y silano respectivamente, generando una interacción química y creando un recubrimiento sobre la estructura de la FO con características hidrofóbicas.

Figura 3. Reacción silano y FO en el proceso de hidrólisis y condensación (Xie et al., 2010)

Posteriormente se analizaron las FO modificadas superficialmente mediante análisis de espectrofotometría de FTIR para identificar la interacción química de los enlaces Si-O-Si, así como Si-O-C, elementos fundamentales de la modificación superficial generada en la modificación entre la micro fibrilla de celulosa y silano, mediante el análisis se observaron las señales que se muestran en la Figura 4.

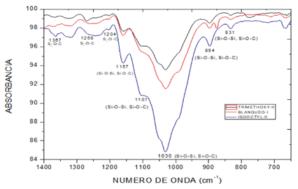


Figura 4. Espectro FTIR, interacción química de silano y FO en el proceso de hidrólisis y condensación

Las señales obtenidas mediante FTIR, indicaron la interacción química de la FO y el silano, en las señales presentes en el intervalo de 1400 cm<sup>-1</sup> a 800 cm<sup>-1</sup> están relacionadas a la interacción entre los grupos polisiloxano Si-O-Si sobre la superficie de la FO, destacadas por una señal con una mayor frecuencia correspondiente a la interacción del silano Isooctyl-trimethoxysilane en comparación con el silano Trimethoxy-methylsilane; así mismo las señales presentes entre 1400 cm<sup>-1</sup> y 1200 cm<sup>-1</sup> corresponden a la interacción química de los grupos polisiloxano con el carbono de la estructura química de celulosa presente en la FO, destacando los elementos de silano y celulosa (Si-O-C), haciéndose evidente un aumento de la intensidad de la señal y su amplitud, correspondiente a la interacción del silano Isooctyl-trimethoxysilane en comparación con el silano Trimethoxy-methylsilane (Velez et al., 2014; Zhou et al., 2014; Vega et al., 2010). Estos análisis muestran una mejor interacción con el Isooctyl-trimethoxysilane, aunque también evidencia la adhesión de Trimethoxy-methylsilane, asimismo, permite afirmar la formación de una capa de polisiloxano en toda la superficie de la FO mediante la interacción química de la micro fibrilla de celulosa y silano, este último ha sido considerado como un elemento principal de los productos de impermeabilización en el mercado. Este análisis permite considerar que la modificación superficial realizada a la FO, dará como resultado una fibra con característica hidrofóbica.

# Análisis del carácter hidrófobo de la fibra en un sistema agua-tolueno

Las FO tratadas mediante el proceso de deslignificación y modificación superficial de tipo silano (Isooctyl-trimethoxysilane y Trimethoxy-mathylsilane), se sometieron a una prueba de afinidad de agua, mediante el comportamiento de la fibra en un medio agua/tolueno (Salgado et al., 2010). Se observó que la FO tratada con un proceso de deslignificación y silanizada, tuvo mayor afinidad con el tolueno, permitiendo observar un carácter hidrofóbico en las FO tratadas, mientras que las fibras sin ningún tratamiento o únicamente blanqueadas se observó una afinidad con el medio acuoso, comprobando su carácter hidrofílico e incrementando su peso por la absorción de agua permaneciendo en el fondo del recipiente como se muestra en la Figura 5.



Figura 5. Prueba de afinidad en agua/tolueno- característica hidrofóbica de la FO, a) FO silanizada, b) FO deslignificada

CARACTERIZACIÓN POR SEM Y EDS DE FO Y MATERIAL COMPUESTO

En la Figura 6a se muestra la micrografía obtenida mediante SEM de FO natural, en ella no se observan las FO libres y limpias; en la Figura 6b se muestra la micrografía de la FO con tratamiento de deslignificación y silanización con Trimethoxy-methylsilane, mientras que en la Figura 6c, se muestra una FO con tratamiento de deslignificación y silanización con Isooctyl-trimethoxysilane, en ambas se aprecia una superficie lisa y libre de residuos, indicando un eficiente proceso de remoción de lignina y hemicelulosa, dejando expuesta una superficie de celulosa y un recubrimiento creado por la modificación superficial química de la FO y el silano, con ello se corrobora la modificación superficial sobre FO. También mediante el análisis EDS como se muestra en la Figura 7, se verificaron los elementos esenciales de la interacción química Si-O-C producida por los tratamientos realizados.

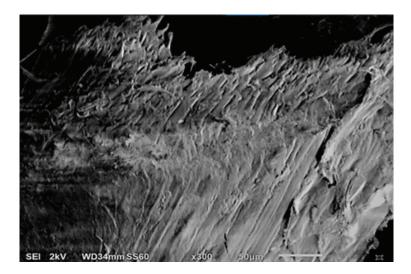


Figura 6a. SEM de FO sin tratamiento

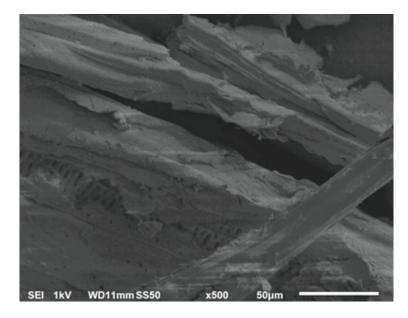


Figura 6b. SEM de FO deslignificada y silanizada con Trimethoxy-methylsilane

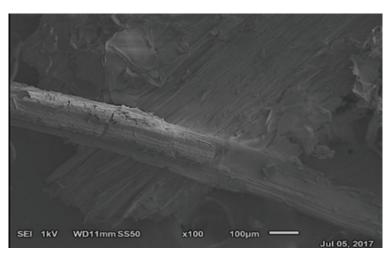


Figura 6c. SEM de FO deslignificada y silanizada con Isooctyl-trimethoxysilane

En la Figura 8, se muestra la micrografía del material compuesto de CPC-30R/CBC/FO, se observa principalmente la interacción de los materiales de refuerzo, por una parte, el agregado fino de CBC y como segundo refuerzo la FO, las características principales a resaltar es la buena adherencia de estos materiales en la matriz de CPC-30R, así como la nula porosidad generada en la interface de la FO y la matriz. Es importante destacar que no se aprecian variaciones volumétricas en la FO silanizada, evitando así la generación de espacios huecos y una superficie porosa en el material que afecte su resistencia al ser expuesto a altas temperaturas y la generación de fisuras. En la micrografía se observa que los materiales de refuerzo se encuentran embebidos en un material continuo correspondiente a la matriz de cemento, lo cual nos indica una buena interacción entre ellos debida a la unión mecánica generada en la interface de los materiales.

#### Análisis de conductividad térmica

En la Figura 9a se muestra la conductividad térmica del material compuesto MC-I de CPC-30R/CBC/FO, como referencia inicial del comportamiento de los materiales de refuerzo y la matriz de cemento, se aprecia un comportamiento de estabilidad en un escala de 0.20 a 0.21 W/°C m. En la Figura 9b, se observa una diferencia significativa en relación con el tipo de silano utilizado en la modificación superficial de la FO, el menor resultado de conductividad térmica se presenta en la FO tratada

200.0 150.0 150.0 150.0 1.50 2.00 2.50 3.00 3.50 4.00 4.50 5.00 EDS - Isooctyl-

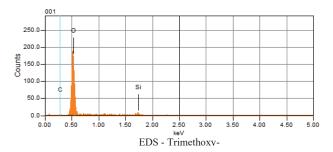


Figura 7. EDS de FO modificada superficialmente mediante un proceso de deslignificación y silanización

con isooctyl-trimethoxysilane en con un valor constante de 0.21 W/ °C m, en comparación con la FO tratada con silano de tipo Trimethoxy-methylsilane que refleja un valor promedio de 0.26 W/ °C m, sin embargo, es importante destacar que la influencia de la variación de cantidades en peso de los elementos de refuerzos no reflejaron una variación significativa en el comportamiento de la conductividad térmica del material. Los resultados reflejan las características físico-químicas de los elementos de refuerzo. El CBC representa un factor de resistencia al flujo de calor por su característica morfológica, considerando la retención de partículas de aire como elemento de aislante térmico natural en el interior y la interacción con el material de cemento.

Estos resultados muestran que existe una diferencia en la conductividad térmica del material compuesto obtenido y el CPC-30R, disminuyendo esta diferencia al aumentar la temperatura, pero no alcanzando el valor de conductividad para el material compuesto con un valor de 0.21 W/m °C. Estos resultados pueden explicarse debido a la hidrofobicidad de la FO silanizada en la mezcla de la relación agua-cemento de la matriz que permite la exposición de sílice, considerado como elemento de resistencia a temperaturas elevadas (Martínez *et al.*, 2011) en el material compuesto.

Otra propiedad a destacar de la FO modificada superficialmente con silano, es evitar la generación de grietas o fisuras (Soltan *et al.*, 2017) en una matriz de cemento y en el material compuesto al ser expuesto a temperaturas por arriba de 100 °C, como se muestra en

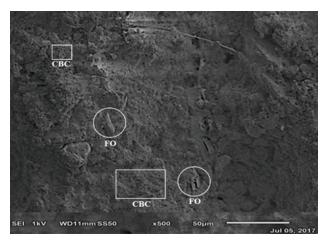


Figura 8. SEM-Material Compuesto, se observa la interacción de los materiales de refuerzo CBC y FO silanizada en la matriz de CPC

la Figura 10, donde podemos observar un material compuesto con una combinación de CPC-30R/CBC/FO sin tratamiento silánico, dando como resultado un material poroso después de un tiempo de fraguado de 28 días, esta porosidad se atribuye a la característica hidrofílica de la FO sin tratamiento silánico, la cual propicia una dimensión inestable que indica una dilatación y contracción de la FO después de un tiempo de fraguado, siendo un factor que permite la creación de grietas después de ser expuesto a temperaturas en un rango de 80-150 °C.

Por otra parte, en la Figura 11, se muestra MC-I con una combinación de FO silanizada (Isooctyl-trimethoxysilane) y con característica hidrofóbica de la FO, se observó un aislamiento de la dimensión inestable generada por la absorción de agua en la FO, atribuida a la modificación superficial de la FO reduciendo significativamente la generación de fisuras debidas a la exposición del material compuesto a temperaturas en un intervalo de 80-150 °C.

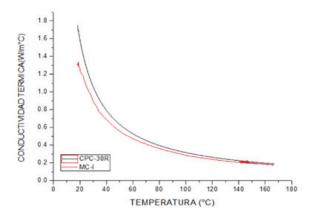


Figura 9a. Conductividad térmica del material compuesto CPC-30R/CBC/FO silanizada (isooctyl-trimethoxysilane)

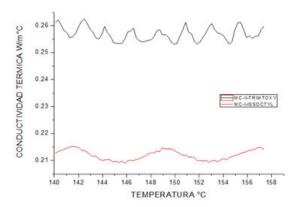


Figura 9b. Conductividad Térmica de MC-I y MC-II





Figura 10. Material Compuesto con FO sin modificación superficial y CBC después de ser sometido a medición de conductividad térmica





Figura 11. MC-I con características de baja conductividad térmica y sin generación de fisuras en la superficie

#### **CONCLUSIONES**

Los resultados obtenidos, establecen un parámetro de análisis enfocado al comportamiento mecánico y térmico de los materiales de desecho agroindustrial como refuerzos en una matriz de Cemento Portland, en una primera etapa se analizó el comportamiento de la interacción de la matriz de cemento con los elementos de refuerzo, en donde la FO se sometió a un tratamiento químico para resistir el ataque alcalino generado por la oxidación de los elementos que componen el CPC en contacto con el agua, el proceso de deslignificación se analizó mediante la técnica de análisis de FTIR evidenciando la remoción de hemicelulosa y lignina, dejando expuesta en su mayoría fibrillas de celulosa, así mismo, el agregado fino de CBC se adicionó a la mezcla también como elemento de refuerzo y aislante. La interacción de los elementos de refuerzo y la matriz fueron compatibles para el material compuesto, sin embargo, los primeros análisis en relación con la FO, muestran una inestabilidad volumétrica atribuida a la característica hidrofílica de la celulosa presente en la FO. La FO deslignificada se sometió a un proceso de modificación superficial mediante tratamiento de tipo silano, se analizaron las modificaciones de la FO mediante la técnica de análisis FTIR, los resultados obtenidos muestran una interacción química de los elementos químicos de celulosa y silano, generando una característica hidrofóbica debida a los polisiloxanos (Si-O-Si), misma que se verificó en la prueba de afinidad de la FO, la cual se colocó en un sistema agua-tolueno resultando una afinidad por el tolueno, mientras que la FO deslignificada y blanqueada se precipita, teniendo una mejor afinidad por el agua, esta característica permite preveer que la FO permanecerá con una dimensión volumétrica estable. En las micrografías obtenidas mediante SEM se observa que el material compuesto con FO deslignificada y silanizada no presenta una porosidad en la interface a causa de la inestabilidad volumétrica de la fibra y su afinidad al agua; por otra parte, el material compuesto con refuerzo de FO silanizada y CBC, se sometió a un análisis de conductividad térmica mediante el equipo de placa caliente aislada, obteniendo un valor de 0.21 W/m °C en promedio, este resultado nos permite establecer que los materiales de refuerzo utilizados en este material compuesto poseen características de baja conductividad térmica, por un lado la FO silanizada, indica que la presencia del Si permite un comportamiento de baja conductividad térmica, mientras que el CBC mantiene atrapado en su parte porosa aire, que es un elemento natural de aislamiento térmico, sin embargo es de hacer notar que la FO silanizada cumplió con la finalidad de no permitir la generación de grietas o fisuras en el material al ser expuesto en un rango de temperatura de 80-150 °C.

# REFERENCIAS

ASTM International (1997). Standard test method for steady-state heat flux measurements and thermal transmission properties by means of the guarded-Hot-Plate.

Faruk, O., Bledzki, A.K., Fink, H.P. & Sain, M. (2012). Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010. *Progress in Polymer Science*, 37(11), 1552-1596. https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003

General, G., Ambiental, J.D.M., Torres, C.P.R C., Personal, J.De., Sindicalizado, N., Campo, S.G.De., General, C. (n.d.). Comité de Responsabilidad Social Empresarial Equipo de Sostenibilidad. Retrieved from http://www.bsm.com.mx/archivos/caez/ cop\_2016.pdf

Huei, Y., Han, M., Ling, Y. & Yong, Y. (2018). Compressive strength of lightweight foamed concrete with charcoal as a sand replacement. *Indian Journal of Engineering & Materials Sciences*, 25(February), 98-108.

Justo, I., Iii, W.V.S., Caicedo, A. & Hernandez, M.T. (2018). Fine aggregate substitution by granular activated carbon can improve physical and mechanical properties of cement mortars. *Construction and Building Materials*, 164, 750-759.

López, A., Bolio, G.I., Veleva, L., Solórzano, M., Acosta, G., Hernández, M.M., Córdova, S. (2016). Obtención de celulosa a partir de

- bagazo de caña de azúcar (Saccharum Spp.). Obtaining cellulose from sugar cane (Saccharum Spp.). *Pulp.*, 9(7), 41-45. Retrieved from http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=fap&AN=117686245&site=ehost-live
- López, G. & Cadena, Z. (2017). Compuestos cementantes fibroreforzados de bajo impacto ambiental comportamiento mecánico. *Alconpat*, 7, 135-147. http://dx.doi.org/10.21041/ra.v7i2.189
- Martínez B.M. (2011). Silicio. *Materiales y materias primas* (11). Retrieved from http://www.inet.edu.ar/wp-content/uploads/2012/11/silicio.pdf
- Marwah, R., Ibrahim, N.A., Zainuddin, N., Saad, W.Z., Razak, N.I.A. & Chieng, B.W. (2014). The effect of fiber bleaching treatment on the properties of poly (lactic acid)/oil palm empty fruit bunch fiber composites. *International Journal of Molecular Sciences*, 15(8), 14728-14742. https://doi.org/10.3390/ijms1508
- Neri Segura F.J. & Collins-Martinez V. (2002). Caracterización y cinética de la pirolisis del bagazo de caña de azúcar. Retrieved from https://cimav.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1004/2303/1/Tesis M. Francisco Neri.pdf
- Nuruddin, M., Chowdhury, A., Haque, S.A., Rahman, M., Farhad, S.F., Jahan, M.S. & Quaiyyum, A. (2011). Extraction and characterization of cellulose microfibrils from agricultural wastes in an integrated biorefinery initiative. *Cellulose Chem. Technol.*, 45(5-6), 347-354.
- Pereira, P.H.F., Voorwald, H.C.J., Cioffi, M.O.H., Mulinari, D.R., da Luz, S.M. & da Silva, M.L.C.P. (2011). Sugarcane bagasse pulping and bleaching: Thermal and chemical characterization. *BioResources*, 6(3), 2471-2482.
- Ren, Q., Zeng, Z., Jiang, Z. & Chen, Q. (2019). Incorporation of bamboo charcoal for cement-based humidity adsorption material. *Construction and Building Materials*, 215(April), 244-251. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.04.173
- Salgado-Delgado R., Cortés L., García E., Vargas Z., Rubio E., C.-E. I. (2010). Elaboración de materiales reforzados con carácter biodegradable a partir de polietileno de baja densidad y bagazo de caña modificado. Revista Iberoamericana de Polímeros, 11(7), 520-531.
- Rojo-Recio, E. (2011). Formulación y caracterización de materiales compuestos de matriz fenólica reforzados con fibras celulósicas modificadas tipo viscosa. España: Universidad Complutense de Madrid. Madrid.
- Saelee, K., Yingkamhaeng, N., Nimchua, T. & Sukyai, P. (2014). Extraction and characterization of cellulose from sugarcane bagasse by using environmental friendly method. *Climate Change* 2013-The Physical Science Basis, 26, 1-30. https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004
- Soltan, D.G., das Neves, P., Olvera, A., Savastano Junior, H. & Li, V.C. (2017). Introducing a curauá fiber reinforced cement-based composite with strain-hardening behavior. *Industrial Crops and Products*. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.03.016

- Suiza, B. du C. N. 7 J. 1978 –. (1978). La relación agua cemento 1. *Mimeógrafo*, 148 (1).
- Tian, H. & Zhang, Y.X. (2016). The influence of bagasse fibre and fly ash on the long-term properties of green cementitious composites. *Construction and Building Materials*, 111, 237-250. https:// doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.103
- Tonoli, G.H.D., Belgacem, M.N., Siqueira, G., Bras, J., Savastano, H. & Rocco Lahr, F. A. (2013). Processing and dimensional changes of cement based composites reinforced with surface-treated cellulose fibres. *Cement and Concrete Composites*, 37(1), 68-75. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.12.004
- Vega-Baudrit, J., Sibaja-Ballestero, M., Martín, J.M. & Porras, M. (2010). Perspectivas y uso de materiales nanoestructurados en el mejoramiento de materiales reforzados poliméricos. Revista Iberoamericana de Polímeros, 11(7), 574-592.
- Velez, M.F.M., Salaz, M. a. H. & Hernandez, J.H.M. (2014). Fibras de fique una alternativa para el reforzamento de plásticos. *Influen*cia de la modificación superficial., 12(2), 60-70.
- Vera, F.L., Arturo, H., Cortes, M., Murcia, C.V. & Galvis, I.C. (2014a). Modificación superficial de micro fibras de celulosa obtenidas a partir de bagazo de caña de azúcar usando silanización. *Infor*mador Técnico, V78, 106-114.
- Vera, F.L., Arturo, H., Cortes, M., Murcia, C.V. & Galvis, I.C. (2014b). Modificación superficial de micro fibras de celulosa obtenidas a partir de bagazo de caña de azúcar usando silanización. *Dialnet*.
- Xie, Y., Hill, C.A. S., Xiao, Z., Militz, H. & Mai, C. (2010). Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 41(7), 806-819. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.03.005
- Zhongping, W., Haoxin, L. ., Zhengwu, J. & Qing, C. (2017). Properties of Bamboo Charcoal and Cement-based. Composite Materials and Their Microstructure, 32(6), 1374-1375. https://doi.org/10.1007/s11595-017-1755-y
- Zhou, F., Cheng, G. & Jiang, B. (2014). Effect of silane treatment on microstructure of sisal fibers. Applied Surface Science, 292, 806-812. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.12.054