

## Desarrollo de materiales compuestos híbridos basados en fibras precursoras estabilizadas y fibras de carbono recicladas

Juan-Sebastian Chaves-Salazar\*, Daniel Alcalá-Sánchez, José de Jesús Serralta-Macías,  
Juan-Carlos Tapia-Picazo

Tecnológico Nacional de México Instituto Tecnológico de Aguascalientes, Av. Adolfo López Mateos #1801 Ote., Fracc. Bona Gens, C.P. 20255, Aguascalientes, Ags., México.  
j.chaves.11-3@hotmail.com

**Resumen:** Los materiales compuestos de resina epóxica reforzados con fibras de carbono destacan por su alta resistencia y bajo peso, lo que los hace útiles en aplicaciones estructurales. Sin embargo, el costo de las fibras de carbono sigue siendo elevado debido a los procesos necesarios para alcanzar altos niveles de pureza. Aunque la pureza influye en las propiedades mecánicas, el comportamiento final del compuesto depende principalmente de la calidad de la interfaz entre fibra y matriz. Por ello, investigaciones recientes se enfocan en modificar la superficie de las fibras para mejorar la adhesión, así como en incorporar aditivos como refuerzos carbonosos en la matriz, aunque estos suelen incrementar los costos. En este estudio se elaboraron compuestos híbridos utilizando fibras de carbono de baja pureza, partículas provenientes de residuos textiles y fibras de carbono de preimpregnados desechados. Además, se evaluó un tratamiento superficial aplicado a las fibras para mejorar su compatibilidad con la matriz. Se implementó un diseño experimental con arreglo ortogonal considerando la composición de fibra, el tipo de aditivo, la proporción resina-endurecedor y el tratamiento superficial. Las variables de respuesta fueron la resistencia a la tracción y la deformación. Los resultados mostraron que los aditivos carbonosos incrementaron la resistencia a la tracción hasta en un 36%. Las fibras tratadas químicamente presentaron mayor rugosidad y mejor adherencia, favoreciendo la resistencia del compuesto. Este enfoque demuestra que es posible desarrollar materiales de buen desempeño empleando fibras de carbono de menor pureza y refuerzos provenientes de residuos industriales.

### Introducción

Los materiales compuestos con matrices poliméricas han sido utilizados en diferentes campos de la industria automotriz, aviación y espacial, esto se debe a su alta relación de resistencia por masa. Por otra parte, la fibra de carbono es uno de los refuerzos más utilizados a nivel mundial debido a su alto módulo elástico y la capacidad de resistir esfuerzos considerables, y aunque estos materiales presentan propiedades sobresalientes, la pureza del elemento carbono se encuentra relacionado con dichas características, lo que hace que el valor comercial de esta fibra aun sea relativamente elevado. Existen otros factores que influyen en el costo de la fibra de carbono, como son las materias primas precursoras, los procesos térmicos necesarios para alcanzar la pureza, la resistencia y durabilidad que alcanzan estos filamentos<sup>1</sup>. La producción de fibras de carbono tiene un crecimiento anual

aproximado del 10%, lo que refleja un aumento en la generación de residuos a base de estos materiales. En este contexto, la recuperación de fibras de carbono de materiales compuestos residuales, ha sido foco de investigación de profesionales a nivel mundial. La reutilización de esta fibra ofrece beneficios económicos considerables, pero en ciertos casos es necesario realizar modificaciones superficiales a las fibras para mejorar la unión con la matriz y evitar fallas por delaminación. En este trabajo se realizó el estudio sobre un sistema para obtener materiales compuestos reforzados con fibras de carbono de baja pureza (fibras precursoras estabilizadas térmicamente), las cuales se sometieron a un tratamiento superficial con la finalidad de mejorar las propiedades de adherencia con la matriz. Fibras de carbono provenientes de residuos industriales se incorporaron como aditivos a los materiales convirtiéndose en un factor

relevante para la economía circular y favorecer la interfaz fibra y matriz. De esta forma es posible obtener como resultado un material compuesto híbrido con propiedades competitivas y más asequible al mercado actual<sup>2</sup>.

### Parte experimental.

**Materiales.** Se utilizó una resina epóxica comercial RE-41 y el endurecedor EP-05 de la marca EPSA®. Fibras precursoras estabilizadas (L15) y fibras acrílicas estabilizadas de grado textil (RA), desarrolladas en trabajos previos, fueron utilizadas como refuerzo y se sometieron a un tratamiento superficial de sol-gel con dióxido de silicio y un tratamiento oxidativo con ácido nítrico<sup>3</sup>. Microfibras de carbono obtenidas de residuos de láminas preimpregnadas (PP) provenientes de una industria automotriz de la ciudad de Aguascalientes y microfibras estabilizadas a base de residuos textiles (PO) fueron utilizadas como aditivos. Se prepararon probetas en moldes de silicona donde se extendieron las fibras de carbono continuas con una proporción de 10% en peso de resina. Los aditivos fueron dispersados en la resina en un equipo de ultrasonido en concentraciones de 0.25 a 1.00% en peso de resina. Mediante el método de vaciado se agregó la resina con aditivos sobre el molde con fibra de carbono. Las probetas se desmoldaron después de 24 horas para ser evaluadas y caracterizadas.

**Caracterización.** Un espectrómetro infrarrojo FTIR Thermo Scientific Nicolet iS10 y un microscopio electrónico de barrido SEM (FEI Quanta 250) fueron utilizados para la caracterización de los materiales. Se realizaron ensayos de tracción bajo los estándares ASTM D3822 para las fibras y ASTM D3039 para materiales compuestos.

**Diseño de experimentos.** Se definió e implementó un diseño de experimentos de tipo ortogonal Taguchi L8 con seis variables a dos niveles cada una. Mediante un análisis estadístico se identificaron los factores que afectan la resistencia y la capacidad de deformación de los materiales compuestos, en la Tabla 1 se muestra el diseño de experimentos utilizado en este trabajo.

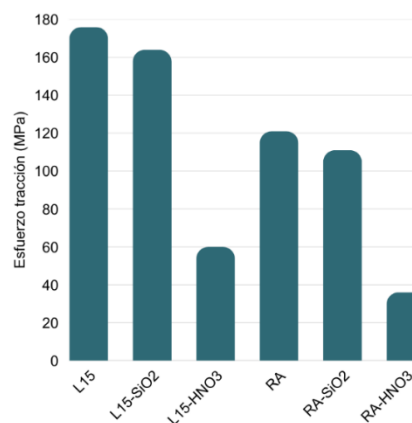
**Tabla 1.** Diseño de experimentos para materiales compuestos

| N° | R/C (v/v) | A  | T (min) | Fibra | A (%) | Trat             |
|----|-----------|----|---------|-------|-------|------------------|
| L1 | 1:1       | PO | 2       | L15   | 1.00  | HNO <sub>3</sub> |
| L2 | 1:1       | PO | 2       | RA    | 0.25  | SiO <sub>2</sub> |
| L3 | 1:1       | PP | 5       | L15   | 1.00  | SiO <sub>2</sub> |
| L4 | 1:1       | PP | 5       | RA    | 0.25  | HNO <sub>3</sub> |
| L5 | 2:1       | PO | 5       | L15   | 0.25  | HNO <sub>3</sub> |
| L6 | 2:1       | PO | 5       | RA    | 1.00  | SiO <sub>2</sub> |
| L7 | 2:1       | PP | 2       | L15   | 0.25  | SiO <sub>2</sub> |
| L8 | 2:1       | PP | 2       | RA    | 1.00  | HNO <sub>3</sub> |

PP: Fibra de carbono reciclada; PO: Fibra acrílica residuo; L15: Fibra precursora estabilizada; RA: Fibra textil estabilizada; A: Tipo de Aditivo; A(%): porcentaje de aditivo; T(min): tiempo de dispersión de aditivo y Trat: Tratamiento superficial.

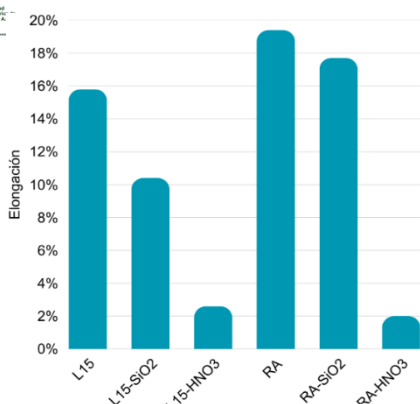
### Resultados.

**Acondicionamiento y caracterización de fibras de carbono.** Las fibras de carbono L15 y RA fueron ensayadas mecánicamente para conocer el efecto del tratamiento superficial sobre la resistencia y deformación. En la Figura 3 se observa que la fibra L15 presenta una mayor resistencia de tracción, en comparación con la fibra RA. El tratamiento con HNO<sub>3</sub> y SiO<sub>2</sub> evidenció una reducción en la resistencia a la tracción en ambas fibras, lo cual está relacionado con la modificación de la estructura molecular.



**Figura 1.** Resistencia a la tracción de fibras de carbono con y sin tratamiento superficial

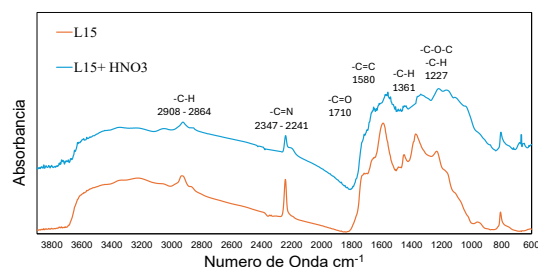
La Figura 4 muestra que la fibra RA presenta un comportamiento más dúctil lo cual está relacionado con la estructura molecular interna, al no ser fibras precursoras, el proceso de estabilización u oxidación no genera estructuras rígidas de carbono al tener una ciclización parcial del poliacrilonitrilo<sup>4</sup>.



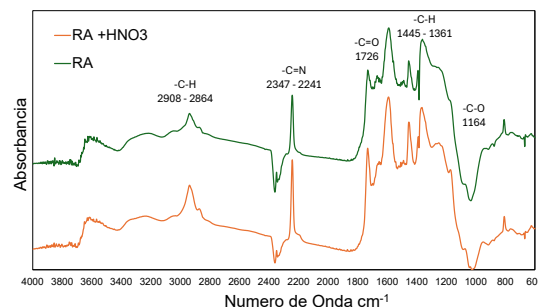
**Figura 2.** Deformación de fibras de carbono con y sin tratamiento superficial

Las fibras L15 y RA se caracterizaron mediante FTIR con el fin de identificar cambios en la estructura química después del tratamiento superficial. En la Figura 5, correspondiente al espectro IR de la fibra L15, se observaron cambios en la reducción de intensidad de los picos 2908 y 2864  $\text{cm}^{-1}$  correspondientes al estiramiento de los grupos C-H, además del pico 1361  $\text{cm}^{-1}$  característico de la deformación del grupo metilo C-H; se observa la aparición de picos a 2441  $\text{cm}^{-1}$  presentes en el grupo nitrilo C=N y a 1710  $\text{cm}^{-1}$  del grupo carboxilo C=O<sup>5</sup>. Adicionalmente, un cambio en la intensidad de los picos correspondientes a los grupos hidroxilo -OH y carboxilo -COOH, es observado, lo cual se relaciona a la disminución en la tensión superficial de las fibras, aumentando la humectabilidad y repercutiendo en un mejor anclaje entre la superficie de la fibra y la matriz de resina epóxica <sup>6</sup>.

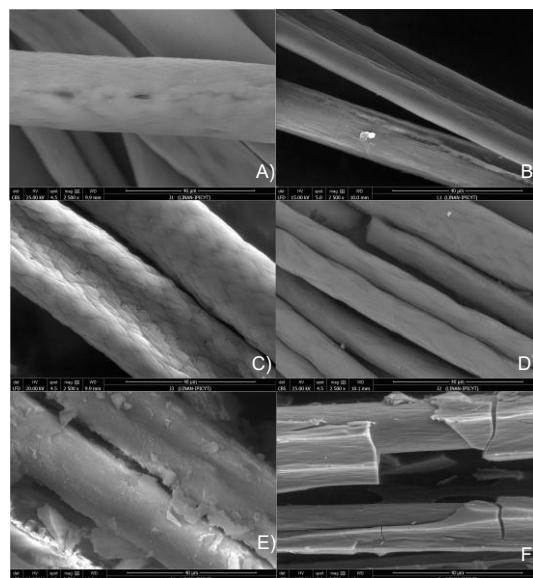
En la Figura 6, para la fibra RA, se observa que el tratamiento ácido, no realizó cambios significativos en los grupos funcionales, es posible identificar un incremento en la intensidad a 1726  $\text{cm}^{-1}$  y a 1164  $\text{cm}^{-1}$ , lo que indica la formación de grupos oxigenados. Además, es posible identificar la señal a 2241  $\text{cm}^{-1}$  asignada a los grupos nitrilo de las fibras L15 y RA y que corresponden a las estructuras lineales de poliacrilonitrilo (PAN) que no se han sido transformadas a estructuras en escalera, esto confirma la baja pureza de las fibras de carbono y que es característico de las fibras estabilizadas.



**Figura 3.** Espectro FT-IR de fibra de carbono L15 con tratamiento superficial



**Figura 4.** Espectro FT-IR de fibra de carbono RA con tratamiento superficial

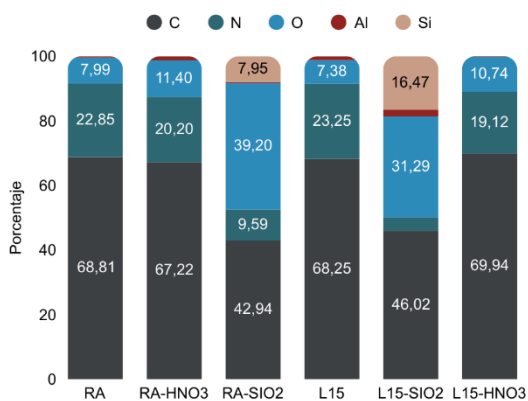


**Figura 5.** Análisis SEM de fibras de carbono. A) RA sin tratamiento; B) L15 sin tratamiento; C) RA tratada con HNO<sub>3</sub>; D) L15 tratada con HNO<sub>3</sub>; E) RA tratada con SiO<sub>2</sub> y F) L15 tratada con SiO<sub>2</sub>.

Se realizó microscopia SEM con espectroscopia de rayos X por dispersión de energía (EDS) a las fibras L15 y RA para conocer su morfología y los cambios tras los tratamientos superficiales. En la Figura 7 se

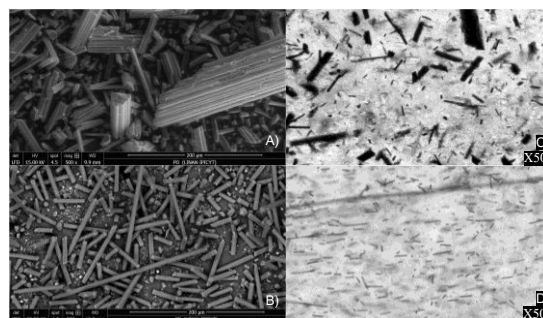
se observa la diferencia superficial entre las fibras RA y L15, con una ligera rugosidad en la fibra RA. Posterior al tratamiento con  $\text{HNO}_3$  ambas fibras presentaron una superficie textural más pronunciada, similar a las escamas de una serpiente, esta morfología es más evidente en las fibras RA- $\text{HNO}_3$ . Por otra parte, las fibras tratadas con  $\text{SiO}_2$  muestran una capa de cristales de silicio, dicha capa es más abundante y uniforme en las fibras L15- $\text{SiO}_2$  en comparación con RA- $\text{SiO}_2$  <sup>7</sup>.

La Figura 8 muestra la cuantificación semicuantitativa de elementos identificados por EDS, se observó que el tratamiento con  $\text{SiO}_2$  recubrió significativamente la fibra L15. Además, se observa un incremento de 42% en el elemento oxígeno de la fibra RA- $\text{HNO}_3$  comparado con la RA sin tratamiento y un incremento de 45% de oxígeno de la fibra L15- $\text{HNO}_3$  en relación con la L15 sin tratamiento, lo que indican que el tratamiento ácido causó un incremento de los grupos oxigenados de la fibra <sup>8</sup>.



**Figura 6.** Composición elemental de las fibras L15 y RA con y sin tratamiento superficial.

**Caracterización de aditivos.** En la Figura 9 se observa las diferencias en tamaño y distribución de las microfibras PP y PO, indicando un diámetro más uniforme para las fibras PP con longitudes entre 20 y 250 micrómetros. Las fibras PO presentan microfibras unidas con longitudes y diámetros variables, se observa además una buena distribución de estas fibras en la resina, ya que no hay acumulaciones excesivas en la matriz <sup>9</sup>.



**Figura 7.** Microscopía de aditivos de microfibras de carbono. A) PO; B) PP; C) Distribución de aditivo PO en resina y D) Distribución de aditivo PP en resina.

### Diseño de experimentos.

Se realizaron 6 probetas (especímenes) por cada prueba del diseño de experimento. Las probetas se ensayaron mecánicamente para conocer la resistencia a la tracción y porcentaje de deformación. Los resultados reportados corresponden a los valores promedio de las seis probetas. En la Tabla 2, se observa una gran diferencia entre aquellos experimentos con una relación de resina/catalizador 1:1 (L1, L2, L3 y L4) y 2:1 (L5, L6, L7 y L8), tanto en la resistencia como en deformación.

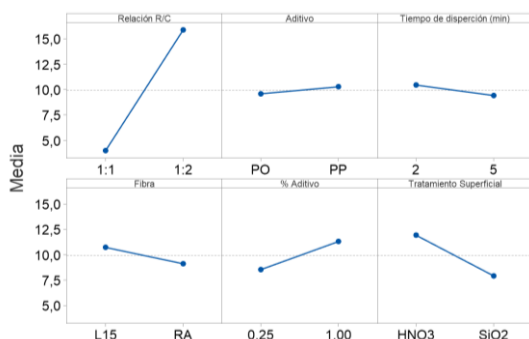
**Tabla 2.** Propiedades mecánicas de materiales compuestos del diseño de experimentos.

| N° | Resistencia máxima (Mpa) | Deformación (%) |
|----|--------------------------|-----------------|
| L1 | 7.24                     | 9.33            |
| L2 | 1.05                     | 14.17           |
| L3 | 5.08                     | 17.58           |
| L4 | 2.53                     | 12.31           |
| L5 | 17.50                    | 5.12            |
| L6 | 12.48                    | 8.02            |
| L7 | 13.04                    | 6.64            |
| L8 | 20.37                    | 4.72            |

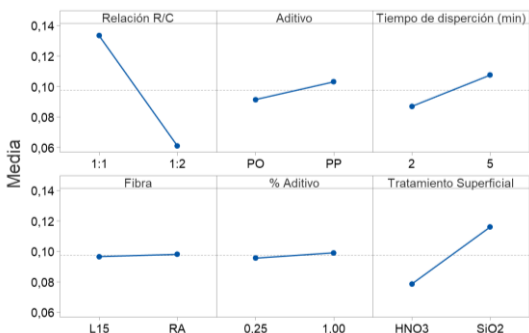
Con el fin de conocer que variables y niveles afectan dichas variables de respuesta se realizan las gráficas de efectos principales. En la Figura 10 y Figura 11 se puede observar principalmente que el tipo de aditivo no es un factor representativo tanto visual como estadístico, al igual que el tipo de fibra, lo que considera que el aporte mecánico de una fibra precursora estabilizada (L15) y una de grado textil (RA) son similares en cuanto a las propiedades resultantes del material compuesto y bajo el rango de operación de este trabajo. Por otra parte, en el tratamiento superficial realizado con ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) muestra una mejor resistencia mecánica, lo

opuesto ocurre con el tratamiento con sol-gel de dióxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ) que presenta una mejor capacidad de deformación.

El tratamiento superficial mediante sol-gel con  $\text{SiO}_2$  no resultó favorable, posiblemente debido a una deficiente adherencia entre el recubrimiento y la fibra, lo que limita su efectividad en el refuerzo del material compuesto. La oxidación de las fibras con ácido generó un aumento en la rugosidad superficial, lo que favorece la formación de sitios de anclaje y mejora la adhesión fibra-matriz, contribuyendo a una interfaz más resistente.



**Figura 80.** Gráficos de efectos principales en resistencia tracción de materiales compuestos.



**Figura 11.** Gráfico de efectos principales en deformación de materiales compuestos.

## Conclusiones.

La incorporación de aditivos provenientes de residuos industriales demostró ser una estrategia efectiva para incrementar la resistencia a la tracción de materiales compuestos reforzados con fibras de carbono de baja pureza, ofreciendo una alternativa económica y funcional para optimizar el rendimiento mecánico y el diseño de nuevos materiales compuestos con aplicaciones en

ingeniería sustentable que contribuyen a la economía circular.

## Agradecimientos.

Proyecto TecNM M00-PR-03-R01 (23230) Convocatoria: Proyectos de investigación científica, desarrollo tecnológico e innovación.

Proyecto TecNM Fomento a la investigación y desarrollo tecnológico 2025.

M.C. Ana Iris Peña Maldonado, Laboratorio nacional de investigación en nanociencias y nanotecnología (LINAM) IPICYT.

Programa de becas nacionales de posgrado de la SECIHTI.

## Referencias.

[1] Li, J.; Lu, X.; Zhang, H.; He, H.; Zhou, M.; Yang, X.; & Sui, G. Supramolecular network-modified pyrolytically recycled carbon fiber composites with recyclability, shape-memory effects, and flame retardation. *Composites Science and Technology*, **2026**, 274, 111450. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2025.111450>

[2] Xing, M.; Fu, S.; Shembekar, A. P.; & Ray, D. Recycling of carbon fibre/PEKK laminates via glass transition assisted mechanical delamination. *Composites Part B: Engineering*, **2026**, 310, 113155. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2025.113155>

[3]. Akpınar, I. A.; Koçyiğit, Ö. F.; & Atasoy, S. Effect of Oxidation and Silane Modifications Applied to the Bonded Material and Fibers in Carbon-Fiber-Reinforced Composite Adhesive Joints. In *Polymers*. **2025**, 17(14), 1893. <https://doi.org/10.3390/polym17141893>.

[4]. Zoli, L.; Servadei, F.; Cicogna, F.; Coiai, S.; Calucci, L.; Forte, C.; Sciti, D.; & Passaglia, E. Enhancing PANox fiber properties through controlled oxidation and tensioning: A study on shrinkage inhibition and structural analysis. *Polymer Degradation and Stability*, **2023**, 218, 110551. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2023.110551>

[5]. Roseno, S.; Ammarullah, M. I.; Rohman, S.; Kurniawati, F.; Wahyudi, T.; Wargadipura, A. H. S.; Masmui, M.; Budiyanto, D.; Effendi, M. D.; Wahyudin, W.; KalemBang, E.; Hernawan, H.; Subari, S.; Habibie, S.; Simanjuntak, T. P. H.; Santoso, H.; Ahmad, A.; & Juwono, A. L. The effects of carbon fiber surface treatment by oxidation process for enhanced mechanical properties of carbon fiber/epoxy composites for biomedical application. *AIP Advances*, **2024**, 14(1), 15044. <https://doi.org/10.1063/5.0183153>

[6]. Leistenschneider, D.; Zuo, P.; Kim, Y.; Abedi, Z.; Ivey, D. G.; de Klerk, A.; Zhang, X.; & Chen, W. A mechanism study of acid-assisted oxidative stabilization of asphaltene-derived carbon fibers. *Carbon Trends*, **2021**, 5, 100090. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.cartre.2021.100090>

[7]. Yang, M.; Liu, Q.; Deng, Y.; Liu, C.; Xu, J.; Jian, X.; & Chen, Y. Effect of acid soak treatment of the precursor on the structure and properties of polypropylene-based carbon fibers. *Inorganic Chemistry Communications*, **2024**, 169, 113024. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.inoche.2024.113024>

[8]. Amin, M. M.; Sharma, A.; Hossain, M. M.; & Siddiquee, M. N. Role of oxidative pretreatment on asphaltenes enhancement for carbon fiber precursor production from vacuum residue (VR). *Next Materials*, **2026**, 10, 101413. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.nxmat.2025.101413>

[9]. Mei, T.; Gao, M.; Wang, Y.; Huang, Y.; & Chu, P. K. Effects of acid treatment and plasma micromachining on the surface properties of carbon fibers. *Applied Surface Science*, **2022**, 592, 153261. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2022.153261>