

Mejora de la adhesión polímero–fibra en compuestos de HDPE reciclado mediante modificación superficial de fibras de maple con MAPE

Roberto Carlos Vázquez Fletes^{a*}, Denis Rodrigue^b

^{a)} Universidad de Guadalajara, Blvd. Gral. Marcelino García Barragán 1421, Olímpica, 44430 Guadalajara, Jal. ^{b)} Université Laval, Chemical Engineering, 2325 Rue de l'Université, Québec, QC G1V 0A6, Canadá.
roberto.vfletes@academicos.udg.mx

Resumen: En este trabajo se desarrollaron compuestos de polietileno de alta densidad reciclado (R-HDPE) reforzados con fibras de maple. Para mejorar la interacción en la interfase polímero–fibra, las fibras fueron modificadas superficialmente mediante un tratamiento en solución con polietileno modificado con anhídrido maleico (MAPE). Los compuestos se obtuvieron por mezclado en seco seguido de moldeo por compresión. La caracterización mediante FTIR, y microscopía SEM confirmó cambios químicos y morfológicos en la superficie de las fibras tratadas.

Los compuestos con fibras modificadas presentaron mejoras significativas en comparación con aquellos con fibras sin tratamiento. Se observaron incrementos de aproximadamente 23% en el módulo a tensión, 54% en el módulo a flexión, 26% en la resistencia a tensión y 46% en la resistencia a flexión, respecto a la matriz de R-HDPE. La resistencia al impacto se incrementó hasta en 87% en relación con los compuestos con fibras sin tratamiento. Adicionalmente, el contenido máximo de fibra que permitió obtener piezas con buen desempeño aumentó de 15 a 75 % en peso cuando se utilizaron fibras modificadas. Estos compuestos pueden considerarse materiales sustentables y alternativas viables para el desarrollo de aplicaciones de bajo costo en construcción, mobiliario y otros sectores relacionados.

Introducción

La generación de residuos plásticos continúa incrementándose a nivel mundial, superando actualmente los 300 millones de toneladas anuales, de los cuales una proporción significativa corresponde a plásticos de un solo uso [1]. Estos residuos, en gran parte, terminan acumulándose en rellenos sanitarios o ecosistemas, lo que subraya la necesidad urgente de fortalecer estrategias de reciclaje y valorización [2].

El reciclaje de plásticos permite disminuir la dependencia de polímeros vírgenes y contribuir a una mejor gestión de los desechos. Sin embargo, su aprovechamiento presenta retos debido a la variabilidad en composición, propiedades térmicas, índice de fluidez y posibles contaminantes asociados a los materiales posconsumo [3]. En este contexto, la producción de compuestos reforzados con fibras naturales (NFPC) surge como una alternativa atractiva para incorporar tanto polímeros reciclados como fibras

lignocelulósicas, favoreciendo soluciones más sustentables [4].

Las fibras naturales como agave, kenaf, jute, pino o maple se distinguen por su disponibilidad, bajo costo, baja densidad y menor impacto ambiental en comparación con fibras sintéticas, lo que ha impulsado su uso en sectores como la construcción, la industria automotriz y la fabricación de mobiliario [5]. Sin embargo, su naturaleza hidrofílica limita la compatibilidad con matrices poliméricas hidrofóbicas, lo que se traduce en baja adhesión interfacial y propiedades mecánicas reducidas [6].

Para mejorar esta compatibilidad se emplean tratamientos superficiales y agentes acoplantes que fortalecen la adhesión fibra–matriz y favorecen una mejor dispersión. Entre ellos, el polietileno injertado con anhídrido maleico (MAPE) ha demostrado ser uno de los más efectivos en compuestos poliméricos reforzados con fibras naturales [7].

A pesar del creciente interés en los NFPC, aún existe poca información sobre el uso de polímeros reciclados como matrices combinadas con residuos de madera [8]. Por ello, el objetivo de este trabajo es desarrollar y caracterizar compuestos de polietileno de alta densidad reciclado (R-HDPE) reforzados con fibras de maple, empleando contenidos de fibra entre 0 y 75% en peso, con y sin tratamiento superficial mediante MAPE aplicado en solución. Los compuestos fueron obtenidos mediante mezclado en seco y moldeo por compresión, con el fin de producir materiales de bajo costo y mayor sustentabilidad. Además, se evaluó un material con 100% de fibra tratada para ampliar el análisis comparativo y establecer el potencial de mejora del sistema.

Parte experimental

Materiales

Se utilizó polietileno de alta densidad reciclado (R-HDPE), proveniente de botellas posconsumo. El material fue pulverizado y tamizado para obtener partículas entre 1 y 3 mm. Se determinaron su índice de fluidez (6.7 g/10 min a 190 °C) y su temperatura de fusión (123 °C). Como refuerzo se utilizaron fibras de maple previamente tamizadas para obtener fracciones entre 355 y 500 µm, rango reportado como adecuado para favorecer su dispersión y desempeño mecánico. Para el tratamiento superficial de las fibras se utilizó polietileno injertado con anhídrido maleico (MAPE), disuelto en xileno de grado analítico.

Tratamiento superficial de las fibras y preparación de los compuestos

El tratamiento superficial consistió en disolver 1% en peso de MAPE en xileno a 90 °C y posteriormente incorporar 10% en peso de fibras de maple, manteniendo la mezcla bajo agitación durante 30 min. Las fibras tratadas se recuperaron por filtración y se secaron a 80 °C.

Los compuestos se prepararon mediante mezclado en seco entre R-HDPE y fibras tratadas (TF) o sin tratar (UF), utilizando diferentes contenidos de fibra entre 0 y 75% en peso. Todas las formulaciones fueron

mezcladas por 3 min y luego moldeadas por compresión a 150 °C siguiendo una secuencia de precalentamiento, prensado y enfriamiento bajo presión. A partir de las placas obtenidas se cortaron los especímenes para ensayos mecánicos.

Caracterización

Espectroscopía FTIR

Los espectros FTIR se obtuvieron mediante un accesorio ATR para identificar cambios en los grupos funcionales de la superficie de las fibras como resultado del tratamiento con MAPE.

Morfología (SEM)

Las muestras fueron criotratadas y observadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) para evaluar la dispersión de las fibras y el grado de adhesión fibra-matriz en los compuestos con fibras tratadas y sin tratar.

Propiedades mecánicas

Las pruebas de tensión se realizaron según ASTM D638 (tipo V), mientras que las propiedades a flexión se evaluaron mediante ensayo de tres puntos conforme a ASTM D790. La resistencia al impacto se midió mediante el método Charpy, de acuerdo con ASTM D6110. En todos los casos se emplearon varias repeticiones por muestra y se reportaron valores promedio.

Resultados y discusión

Espectroscopía Infrarroja (FTIR)

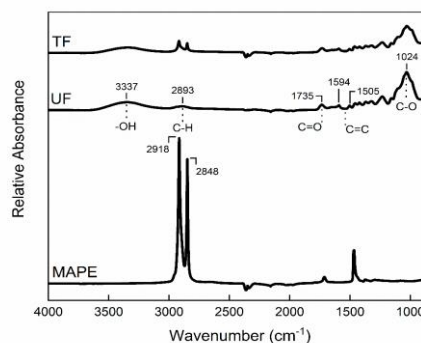


Figura 1. Espectros FTIR del MAPE y de las fibras de maple sin tratar (UF) y tratadas (TF).

La Figura 1 muestra los espectros FTIR de las fibras sin tratar (UF), tratadas (TF) y del agente acoplante MAPE. Las fibras UF presentan las bandas características de materiales lignocelulósicos, incluyendo el estiramiento OH ($\sim 3337 \text{ cm}^{-1}$), vibraciones C-H ($\sim 2893 \text{ cm}^{-1}$) y el pico asociado a grupos carbonilo ($\sim 1735 \text{ cm}^{-1}$). También se observan señales típicas de la estructura aromática de la lignina (~ 1594 y 1505 cm^{-1}) y grupos C-O alrededor de 1024 cm^{-1} [9].

Tras el tratamiento, las fibras TF muestran una disminución en la intensidad de las bandas asociadas al OH y a los enlaces C-O , sugiriendo la remoción parcial de componentes amorfos como ceras y pectinas. Adicionalmente, aparecen incrementadas las bandas entre 2918 y 2848 cm^{-1} , estas se atribuyen a las cadenas de polietileno de MAPE.

Estos resultados confirman la presencia del agente acoplante sobre la superficie de las fibras, lo que anticipa una mejor compatibilización con la matriz de R-HDPE y, por ende, un desempeño mecánico superior en los compuestos tratados.

Morfología (SEM)

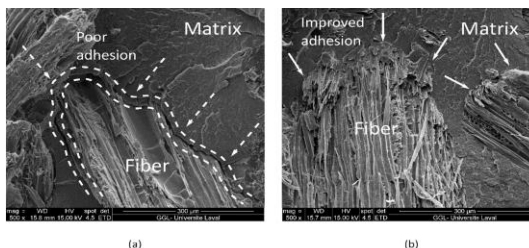


Figura 2. Interacción interfacial en compuestos con 30% de fibra: (a) fibras sin tratar y (b) tratadas.

El análisis morfológico (Figura 2) revela diferencias significativas entre los compuestos elaborados con fibras sin tratar (UC) y con fibras tratadas (TC). En UC se observan vacíos y zonas de pobre adherencia en la interfaz fibra-matriz, lo que indica incompatibilidad y limitada transferencia de esfuerzos [10].

Por el contrario, en TC las fibras se encuentran mejor embebidas en la matriz de

R-HDPE y con menor presencia de defectos interfaciales. Esta mejora se atribuye al recubrimiento generado por MAPE, que promueve interacciones más efectivas entre ambas fases.

El tratamiento también favorece una distribución más uniforme de las fibras y reduce fenómenos como el “pull-out”, lo que contribuye directamente al incremento de propiedades mecánicas observado en las siguientes secciones.

Propiedades Mecánicas

Tensión

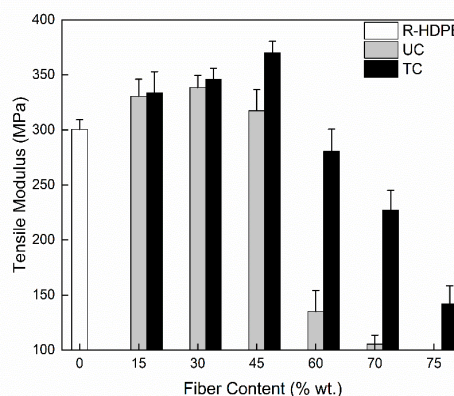


Figura 3. Módulo a tensión del R-HDPE y de los compuestos UC y TC según el contenido de fibra.

La Figura 3 muestra que la incorporación de fibras sin tratar (UC) produce solo un incremento moderado en el módulo a tracción, aunque la resistencia disminuye considerablemente. Esto se relaciona con la baja adhesión interfacial observada morfológicamente, que genera discontinuidades y limita la transferencia de esfuerzo [11]. En contraste, los compuestos con fibras tratadas (TC) presentan incrementos notables tanto en módulo como en resistencia. El máximo refuerzo se obtiene a 45 wt% de fibra, alcanzando aumentos de aproximadamente 23% en módulo y 26% en resistencia respecto al R-HDPE.

Flexión

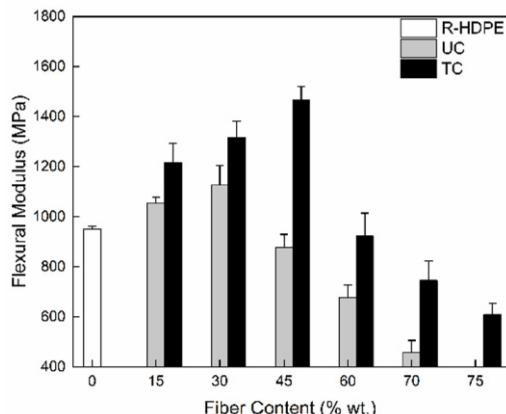


Figura 4. Módulo de flexión del R-HDPE, UC y TC en función del contenido de fibra.

Los resultados de módulo (Figura 4) y resistencia a flexión muestran tendencias similares a las observadas en tracción. En UC, el módulo aumenta con el contenido de fibra, pero la resistencia disminuye debido a problemas interfaciales [12].

Por otra parte, en TC se observa una mejora significativa en ambas propiedades, especialmente a 45 wt% de fibra, donde el módulo incrementa hasta 54% respecto a la matriz y la resistencia aumenta alrededor de 46%.

La superioridad de TC se asocia a una mayor rigidez de las fibras lignocelulósicas combinada con una interfaz más eficiente que distribuye mejor el esfuerzo aplicado y reduce los mecanismos de falla prematura.

Impacto Charpy

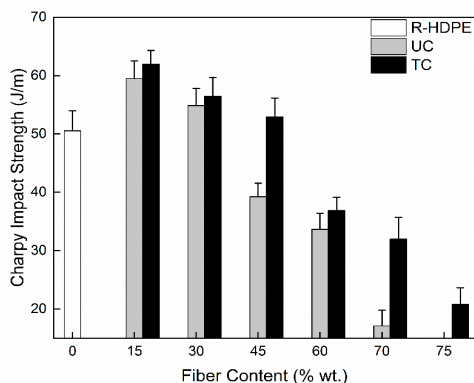


Figura 5. Resistencia al impacto Charpy del R-HDPE y de los compuestos UC y TC a diferentes contenidos de fibra.

La Figura 5 muestra que, para UC, la resistencia al impacto sólo mejora ligeramente a bajos contenidos de fibra (15–30 wt%), pero luego disminuye cuando aumenta la concentración de refuerzo [13]. Esta caída se atribuye a la presencia de vacíos y puntos de concentración de esfuerzos que facilitan la iniciación y propagación de grietas.

En TC, el tratamiento incrementa la energía requerida para la separación fibra–matriz, resultando en mayores valores de impacto en todo el intervalo estudiado. Los incrementos alcanzan hasta 23%, 12% y 5% para 15, 30 y 45 wt%, respectivamente, respecto al R-HDPE. Además, comparado con UC, el tratamiento permite obtener mejoras de hasta 87% en la resistencia al impacto, confirmando el efecto positivo del agente acoplante.

Muestras 100% fibra tratada (TC-100%)

Tabla 1. Propiedades mecánicas de la muestra con 100 % de fibra tratada.

Modulus (MPa)	Tensile		Flexural		Charpy Impact
	Strength (MPa)	Elongation at Break (%)	Modulus (MPa)	Strength (MPa)	Strength (J/m)
506 ± 26	5.7 ± 0.2	1.4 ± 0.2	1168 ± 75	9.4 ± 0.9	16.8 ± 1.5

También se logró procesar muestras formadas exclusivamente por fibras tratadas, lo cual es notable considerando las limitaciones habituales de procesabilidad en compuestos con contenidos extremadamente altos de refuerzo. Los valores mecánicos obtenidos para estas formulaciones (Tabla 1) muestran un comportamiento estable, confirmando que el tratamiento con MAPE mantiene su efectividad incluso bajo estas condiciones.

La posibilidad de fabricar materiales basados casi por completo en fibras lignocelulósicas amplía significativamente el potencial de aplicación de estos compuestos. En particular, este tipo de formulaciones puede ser de interés en productos que requieran alta rigidez, baja deformación y estabilidad dimensional, como paneles, recubrimientos,

componentes de mobiliario, separadores u otros elementos de bajo costo enfocados en la economía circular. En conjunto, estos resultados resaltan la viabilidad de desarrollar materiales altamente sustentables con un aprovechamiento máximo de residuos naturales tratados.

Conclusiones

En este trabajo se desarrollaron y caracterizaron compuestos de polietileno de alta densidad reciclado reforzados con fibras de maple, evaluando el efecto de un tratamiento superficial mediante MAPE. Los análisis FTIR confirmaron modificaciones químicas en la superficie de las fibras tratadas, mientras que las micrografías SEM evidenciaron una mejora notable en la adhesión fibra-matriz en los compuestos tratados.

Los resultados mecánicos mostraron que el tratamiento superficial incrementó de manera significativa el desempeño de los compuestos, con aumentos de aproximadamente 23% en el módulo a tensión, 54% en el módulo a flexión, 26% en la resistencia a tensión y 46% en la resistencia a flexión respecto a la matriz de R-HDPE. La resistencia al impacto también mejoró considerablemente, alcanzando valores hasta 87% mayores en comparación con los compuestos sin tratamiento.

Además, el tratamiento permitió incrementar el contenido máximo de fibra procesable desde 15 hasta 75% en peso, e incluso fue posible obtener formulaciones basadas casi por completo en fibras tratadas, mostrando la estabilidad del sistema. En conjunto, estos resultados demuestran que la modificación superficial con MAPE es una estrategia efectiva para optimizar la interacción fibra-matriz y ampliar el rango de formulaciones viables.

Finalmente, los compuestos desarrollados pueden considerarse materiales sustentables con potencial para su uso en aplicaciones de bajo costo en sectores como construcción, mobiliario y productos asociados a la economía circular, contribuyendo al aprovechamiento de residuos plásticos y lignocelulósicos.

Referencias

- [1] Geyer, R.; Jambeck, J. R.; Law, K. L. Production, Use, and Fate of All Plastics Ever Made. *Sci. Adv.* **2017**, *3*, e1700782.
- [2] Jambeck, J. R.; Geyer, R.; Wilcox, C.; et al. Plastic Waste Inputs from Land into the Ocean. *Science* **2015**, *347*, 768–771.
- [3] Hopewell, J.; Dvorak, R.; Kosior, E. Plastics Recycling: Challenges and Opportunities. *Philos. Trans. R. Soc. London, Ser. B* **2009**, *364*, 2115–2126.
- [4] Al-Salem, S. M.; Lettieri, P.; Baeyens, J. Recycling and Recovery Routes of Plastic Solid Waste (PSW): A Review. *Waste Manag.* **2009**, *29*, 2625–2643.
- [5] Favaro, S. L.; Ganzerli, T. A.; et al. Chemical, Morphological, and Mechanical Analyses of Sisal Fiber–HDPE Composites. *Compos. Part A* **2010**, *41*, 1446–1453.
- [6] Sood, M.; Dwivedi, G. Effect of Fiber Treatment on Flexural Properties of Sisal Fiber–Reinforced HDPE Composites. *Mater. Today Proc.* **2018**, *5*, 5926–5931.
- [7] Lei, Y.; Wu, Q.; Yao, F.; Xu, Y. Morphology and Mechanical Properties of Composites Based on Recycled High-Density Polyethylene and Natural Fibers. *Compos. Part A* **2007**, *38*, 1664–1674.
- [8] Migneault, S.; Koubaa, A.; Perre, P.; et al. Effects of Processing Methods and Fiber Size on the Structure and Properties of Wood–Plastic Composites. *Compos. Part A* **2014**, *51*, 31–38.
- [9] Poletto, M.; Zattera, A. J.; Santana, R. M. C.; WYPYCH, F. Thermal Decomposition of Wood: Influence of Wood Components and Cellulose Crystallite Size. *Bioresour. Technol.* **2012**, *109*, 148–153.
- [10] De Rosa, I. M.; Kenny, J. M.; et al. Effect of Fiber Surface Treatment on the Mechanical Behavior of Natural Fiber Composites. *Compos. Sci. Technol.* **2010**, *70*, 231–239.
- [11] Cisneros-López, E. O.; Robledo-Ortíz, J. R.; et al. Development of LLDPE/Agave Fiber Composites Using MAPE in Solution: Effects on Mechanical and Thermal Properties. *Polym. Compos.* **2016**, *37*, 2927–2936.

- [12] Bledzki, A. K.; Faruk, O.; Huque, M. Properties of Wood-Fibre Reinforced Polypropylene Composites: Effect of Fibre Geometry and Coupling Agent. *Compos. Sci. Technol.* **2002**, 62, 1197–1207.
- [13] Samariha, A.; Sefidkon, F.; et al. Impact Strength and Mechanical Behavior of Bagasse Flour/Polypropylene Composites with and without MAPE. *BioResources* **2013**, 8, 285–294.