



# **Impacto del tratamiento químico alcalino en el cisco del café para su uso como bioenfuerzo**

**Jorge Alexander Rojas Vargas**

Universidad de Manizales  
Facultad de Ciencias Contables Económicas y Administrativas  
Maestría en Desarrollo Sostenible y Medio Ambiente  
Manizales, Colombia  
Año 2017



# **Impacto del tratamiento químico alcalino en el cisco del café para su uso como bioenfuerzo**

**Jorge Alexander Rojas Vargas**

Tesis o trabajo de investigación presentada(o) como requisito parcial para optar al título  
de:

**Magister en Desarrollo Sostenible y Medio Ambiente**

Director:

Ph.D. Yasel José Costa Salas

Codirector:

Ph.D. Daniel Roberto Hernández Ochoa

Línea de Investigación:

Biosistemas Integrados

Universidad de Manizales

Facultad de Ciencias Contables Económicas y Administrativas

Maestría en Desarrollo Sostenible y Medio Ambiente

Manizales, Colombia

Año 2017



*Dedicatoria*

*A Dios, por el don de la Vida y su capacidad  
de sorprenderme,  
y a mi Familia por estar siempre presente*



Este trabajo presenta las opiniones personales del autor, por lo que los posibles errores y conceptos emitidos son de responsabilidad exclusiva de éste y no comprometen a la Universidad de Manizales ni a sus directores, asesores y jurados.



## Resumen

Esta investigación estudia el efecto del tratamiento alcalino con NaOH (5, 10 y 15%) en las propiedades mecánicas a tracción/flexión de la fibra cisco de café, variedad Colombia, en biocompuestos de cisco/poliéster. El cisco fue tratado con NaOH por 30 min, luego secado a 50°C por 5 h. Los laminados con 35.1% en volumen de fibra fueron preparados con la técnica de moldeo por colocación manual. Se usó Microscopía Electrónica de Barrido para estudiar la morfología de la fibra. Los resultados revelaron que los esfuerzos específicos máximos incrementaron un 16.5/42.6%, los módulos específicos un 31.6/147.0% y la tenacidad a tracción un 67.9%, comparado con el cisco no tratado. La tenacidad a flexión disminuyó un 62.0%. Los resultados sugieren que el tratamiento alcalino es un método efectivo para aplicar en biocompuestos cisco/poliéster.

**Palabras clave:** tratamiento alcalino; cisco de café; poliéster; biocompuesto; tracción; flexión.

## Abstract

This study examines the effect of alkali treatment with NaOH (5, 10 y 15%) on the tensile/flexural mechanical properties of coffee silver skin fiber, variety Colombia, (CSSCF)/polyester (P) biocomposites. The CSSCF was treated with NaOH for 30 min, then was dried at 50°C for 5 h. Laminates with 35.1% volume fraction of fiber were prepared using hand layout manufacturing technique. Scanning electron microscopy (SEM) was used to study the fiber morphology. The results revealed that the specific max strength increased a 16.5/42.6%, the specific modulus a 31.6/147.0% and the tensile toughness a 67.9%, compared with non-treatment. The flexural toughness decrease a 62.0%. The results suggested mercerization is an effective method to apply with CSSCF/P biocomposites.

**Keywords:** alkali treatment; coffee silver skin; polyester; biocomposite; tensile; flexural

# Contenido

	Pág.
<b>Resumen</b> .....	<b>IX</b>
<b>Lista de figuras</b> .....	<b>XIII</b>
<b>Lista de tablas</b> .....	<b>XV</b>
<b>Introducción</b> .....	<b>17</b>
<b>1. Justificación</b> .....	<b>19</b>
<b>2. Problema de Investigación</b> .....	<b>21</b>
2.1 Pregunta de la investigación .....	21
<b>3. Objetivos</b> .....	<b>22</b>
3.1 Objetivo General.....	22
3.2 Objetivos Específicos.....	22
<b>4. Marco Teórico</b> .....	<b>23</b>
4.1 Marco Contextual.....	23
4.1.1 Investigaciones en el ámbito internacional .....	23
4.1.2 Principales contribuciones científicas en Colombia .....	26
4.2 Marco Conceptual.....	28
4.2.1 Generalidades de los materiales compuestos .....	28
4.2.2 Matrices para materiales compuestos .....	30
4.2.3 Fibras naturales como biorefuerzo .....	31
4.2.4 Técnicas de procesamiento de materiales compuestos .....	40
4.2.5 Propiedades de los materiales compuestos .....	40
4.2.6 Regla de las Mezclas .....	42
4.2.7 Residuos del café.....	43
<b>5. Metodología</b> .....	<b>51</b>
5.1 Zona de evaluación .....	51
5.2 Instrumentos.....	51
<b>6. Fases de la Investigación</b> .....	<b>53</b>
6.1 Fase Documental.....	53
6.2 Fase Experimental.....	53
6.2.1 Materiales .....	53
6.2.2 Análisis químico .....	59
6.2.3 Pruebas de tracción .....	59

---

6.2.4	Pruebas de flexión .....	62
6.2.5	Análisis morfológico .....	65
6.3	Fase Analítica .....	65
<b>7.</b>	<b>Resultados y Análisis .....</b>	<b>67</b>
7.1	Composición del cisco de café .....	67
7.2	Efecto del tratamiento alcalino sobre las propiedades mecánicas .....	68
7.2.1	Esfuerzo específico máximo .....	69
7.2.2	Módulo específico .....	74
7.2.3	Tenacidad específica .....	76
7.2.4	Deformación máxima .....	79
7.3	Análisis morfológico .....	80
7.3.1	Superficie del cisco .....	81
7.3.2	Fracturas a tracción .....	83
<b>8.</b>	<b>Conclusiones y recomendaciones .....</b>	<b>86</b>
8.1	Conclusiones.....	86
8.2	Recomendaciones.....	87
<b>A.</b>	<b>Anexo: Cronograma de actividades .....</b>	<b>88</b>
<b>B.</b>	<b>Anexo: Presupuesto global del proyecto .....</b>	<b>89</b>
<b>C.</b>	<b>Anexo: Detalle de resultados de propiedades mecánicas .....</b>	<b>90</b>
<b>D.</b>	<b>Anexo: Informe técnico del Laboratorio Nutriánálisis .....</b>	<b>94</b>
	<b>Bibliografía .....</b>	<b>96</b>

## Lista de figuras

	<b>Pág.</b>
<b>Figura 4-1:</b> Tipos y parte del fruto de palma de aceite. ....	29
<b>Figura 4-2:</b> Tipos de fibras naturales usados en materiales compuestos. ....	34
<b>Figura 4-3:</b> Estructura de los componentes principales de las fibras. ....	36
<b>Figura 4-4:</b> Estructura de la celulosa I y la celulosa II. ....	39
<b>Figura 4-5:</b> Esquema del fruto del café. ....	44
<b>Figura 4-6:</b> Proceso de descerezado. ....	45
<b>Figura 4-7:</b> Pulpa del café. ....	46
<b>Figura 4-8:</b> Secado de café al sol. ....	47
<b>Figura 4-9:</b> Reducción en el contenido de humedad de la pulpa de café durante el secado al sol. ....	47
<b>Figura 4-10:</b> Mucílago obtenido. ....	48
<b>Figura 4-11:</b> Película plateada y pergamino. ....	49
<b>Figura 6-1:</b> Esquema general de la obtención del cisco de café. ....	54
<b>Figura 6-2:</b> Muestras del tamaño del cisco usado en la investigación. ....	55
<b>Figura 6-3:</b> Muestras del cisco seco utilizado para elaborar los biocompuestos. ....	55
<b>Figura 6-4:</b> Muestras del cisco seco en bolsas selladas. ....	56
<b>Figura 6-5:</b> Flujo de proceso para la elaboración del biocompuesto cisco-resina de poliéster. ....	57
<b>Figura 6-6:</b> Muestra de laminados obtenidos. ....	58
<b>Figura 6-7:</b> Dimensiones promedio de las probetas para los ensayos de tracción. ...	60
<b>Figura 6-8:</b> Corte de probetas a partir de las láminas fabricadas. ....	60
<b>Figura 6-9:</b> Montaje del ensayo de tracción de la probeta 00-2-3T. ....	61
<b>Figura 6-10:</b> Dimensiones promedio de las probetas para los ensayos de flexión. ....	63
<b>Figura 6-11:</b> Montaje del ensayo de flexión de la probeta 00-1-1F. ....	63
<b>Figura 6-12:</b> Muestra de los microscopios usados para obtener las imágenes para el análisis morfológico. ....	65
<b>Figura 7-1:</b> Curvas típicas de Esfuerzo a tracción-deformación obtenidas del material compuesto cisco de café – resina de poliéster. ....	70
<b>Figura 7-2:</b> Esfuerzo específico máximo a tracción en función de la concentración de NaOH. ....	71
<b>Figura 7-3:</b> Curvas típicas de Esfuerzo a flexión-deformación obtenidas del material compuesto cisco de café – resina de poliéster. ....	72
<b>Figura 7-4:</b> Esfuerzo específico máximo a flexión en función de la concentración de NaOH. ....	73
<b>Figura 7-5:</b> Módulo específico a tracción en función de la concentración de NaOH. ....	74

- Figura 7-6:** Módulo específico a flexión en función de la concentración de NaOH.... 76
- Figura 7-7:** Tenacidad específica a tracción en función de la concentración de NaOH.  
77
- Figura 7-8:** Tenacidad específica a tracción en función de la concentración de NaOH.  
78
- Figura 7-9:** Deformación máxima en función de la concentración de tratamiento. .... 80
- Figura 7-10:** Efecto del NaOH en la morfología de la superficie del cisco de café. .... 82
- Figura 7-11:** Daño a tracción del biocompuesto cisco de café – resina de poliéster. .. 84

---

## Lista de tablas

	<b>Pág.</b>
<b>Tabla 4-1:</b> Comparación entre fibras naturales y fibra de vidrio.....	31
<b>Tabla 4-2:</b> Residuos obtenidos en el proceso de beneficio e industrialización de 1.000 g de café cereza.....	44
<b>Tabla 6-1:</b> Masa y fracciones másicas de los laminados de biocompuesto preparados	
58	
<b>Tabla 7-1:</b> Análisis químico del cisco de café.....	67
<b>Tabla 7-2:</b> Esfuerzo específico máximo a tracción de los biocompuestos .....	70
<b>Tabla 7-3:</b> Esfuerzo específico máximo a flexión de los biocompuestos .....	73
<b>Tabla 7-4:</b> Módulo específico a tracción de los biocompuestos.....	74
<b>Tabla 7-5:</b> Módulo específico a flexión de los biocompuestos .....	75
<b>Tabla 7-6:</b> Tenacidad específica a tracción de los biocompuestos .....	77
<b>Tabla 7-7:</b> Tenacidad específica a flexión de los biocompuestos .....	78
<b>Tabla 7-8:</b> Deformación máxima de los biocompuestos .....	79



## Introducción

En respuesta a la creciente sensibilidad mundial por el medio ambiente, en los últimos años ha surgido un interés por reducir el impacto sobre los ecosistemas. Es así como la ONU hace un llamado por una economía ecológica que logre revertir la pobreza (ONU, 2012), promueve la producción sostenible y la reducción de residuos en su objetivo 12 de desarrollo sostenible (ONU, 2017). También la Unión Europea, con el Reglamento 2016/2281, se une al esfuerzo por reducir el impacto ambiental de productos que consumen energía.

En el campo de los materiales, se busca disminuir el uso de materiales sintéticos para combinarlos o sustituirlos por elementos naturales o reciclables. Esto permitirá el cumplimiento de los requerimientos técnicos utilizando elementos renovables, económicos, no contaminantes al final de la vida útil, y limpios en su manufactura, entre otras características ambientalmente amigables.

En la campaña por reducir el impacto de los materiales sintéticos, se ha optado por combinarlos con fibras naturales, las cuales aportan características únicas que encuentran aplicaciones en diversos campos de la industria. El resultado de esta combinación son los llamados biocompuestos, los cuales vienen siendo estudiados en sus propiedades mecánicas, su morfología, su comportamiento frente a la humedad, etc. en diversos lugares del mundo. Esta alternativa tecnológica representa oportunidades de sostenibilidad económica, ambiental y social. También proporciona nuevos bienes con una producción más limpia y sencilla, dando valor agregado a materiales considerados como desecho por los agricultores.

A nivel mundial la investigación en este campo ha considerado fibras naturales (abaca, yute, cascarilla de arroz, hoja de piña, bambú, etc.) como materiales de biorefuerzo en los materiales compuestos. En Colombia se han adelantado estudios con fibra de plátano, cáñamo o guadua, obteniendo resultados satisfactorios y comparables con otros

empleados internacionalmente. En la presente investigación se estudia por primera vez el efecto de un tratamiento químico en las propiedades mecánicas y en la microestructura de biocompuestos con cisco de café, variedad Colombia, y resina de poliéster. El cisco es considerado un desecho agrícola, y de llegarse a usar como materia prima en algún proceso se ayudaría, entre otras cosas, a mejorar los ingresos de los agricultores, a diversificar los bienes producidos a partir del café, a introducir nueva tecnología al sector, y a desacoplar el crecimiento económico con la degradación de la tierra.

Con el estudio se determina la mejora en algunas de las propiedades mecánicas de los biocompuestos elaborados. Estos resultados se relacionan estrechamente con los cambios en la morfología del cisco ocasionados por el álcali, el cual hidroliza componentes de la estructura de la fibra y mejora el acoplamiento cisco-resina.

En la primera parte del documento se presentan los antecedentes de la investigación a partir de publicaciones similares en revistas internacionales, señalando los principales resultados obtenidos. Luego se expone la teoría básica sobre los materiales compuestos y las fibras naturales, sobre la sinergia esperada entre ellos, los métodos de fabricación y de modificación – en particular el tratamiento alcalino, objeto de estudio del presente trabajo – y una descripción general del café y sus desechos. Posteriormente se describe la metodología de la investigación, los resultados y el análisis del efecto del tratamiento en las propiedades mecánicas de los biocompuestos fabricados. Finalmente se exponen las conclusiones y algunas recomendaciones para futuros estudios sobre el tema.

# 1. Justificación

Aunque el trabajo tendrá un enfoque más técnico que teórico, son varios los tópicos que se deben tener en cuenta en la justificación de la presente investigación:

*A nivel tecnológico:* en la búsqueda de información sobre investigaciones similares, no se ha encontrado registro en artículos de revistas científicas donde se haga alusión a estudios que hayan experimentado con el cisco de café como biorefuerzo. Por tanto, se obtendrán resultados que se podrán comparar con otros a nivel internacional, y servirán de referencia para trabajos posteriores. Además, se conoce que los materiales compuestos que utilizan fibras naturales presentan enormes beneficios como aislamiento acústico y térmico, son más livianos que los que usan fibras sintéticas y presentan aplicaciones industriales, como por ejemplo materiales con fibra de abacá usado en automóviles (Cai, *et al.*, 2016). Además, el tratamiento alcalino sigue un procedimiento sin mayores dificultades para su aplicación.

*A nivel ambiental:* Colombia, y en particular el departamento del Huila, se destacan por la producción de café de calidad suave del mundo. Colombia ocupa el segundo lugar en el mundo, y el Huila el primer lugar del país con un 18% de la producción total nacional. En el departamento se produjo más de 2.5 millones de sacos de 60 kg de café en 2016, lo que representa una enorme generación de residuos, sabiendo que de la cereza fresca de café, el 90% en peso son residuos. Actualmente el desecho del café es arrojado a la tierra sin ser aprovechado. Algunos caficultores, después de la recolección, procesan el café y remueven mecánicamente el mucílago y demás desechos, los cuales son dispuestos en la tierra y fuentes hídricas, y por el contenido de azúcares, levaduras y bacterias contaminan el ambiente. Con la propuesta de investigación se pretende disminuir esta carga al ecosistema, contribuyendo a atenuar la huella de carbono y a reducir la contaminación. De igual forma, se reduciría la cantidad de material sintético, sustituyendo una proporción de este por desecho de café en un material compuesto, y obteniendo diseños más limpios.

*A nivel económico:* El trabajo también responde al objetivo de la línea de investigación en la que está asignado, el cual consiste en viabilizar un modelo de desarrollo regional. Con el estudio se pretende sustituir el desaprovechamiento y la carga ambiental de los desechos del producto agrícola más importante del departamento, y usarlo para generar otros productos de valor agregado, convirtiéndose en una opción económica innovadora en Colombia. También se desacoplaría el crecimiento económico de un sector con la explotación de mayores cantidades de tierra.

## **2. Problema de Investigación**

El café constituye el producto agrícola de mayor importancia en Colombia, y en particular del departamento de Huila. Pero más allá de alcanzar los más altos estándares internacionales de calidad que lo acreditan como el mejor café suave del mundo, también genera una cantidad considerable de desechos agrícolas que se arrojan a los suelos y recursos hídricos, sin ser aprovechados en su totalidad.

Se estima que los desechos del café constituyen cerca del 90% en peso del grano fresco. En el país la producción para 2016 fue de 14.2 millones de sacos de 60 kg (Diario del Huila, 2017), dando una generación de 766 mil ton de residuos totales. Considerando que en el Huila la producción del año 2016 fue de 2.58 millones de sacos de 60 kg, el potencial de residuos del año en mención fue de casi 139.3 mil ton anuales. Esta cantidad no despreciable de residuos podría ser susceptible para usarse como materia prima para otro tipo de productos con valor agregado que presenten interés desde diferentes frentes económicos.

Por otro lado, los materiales sintéticos representan problemas ambientales en su producción y tardan cientos de años en degradarse. Además, algunos presentan limitadas propiedades mecánicas como es el caso de los materiales frágiles. Cuando se combinan con otros componentes como las fibras naturales, no sólo se reduce la cantidad de sintético usado, y por ende el negativo impacto ambiental asociado, sino que se mejoran sus propiedades físicas y mecánicas.

### **2.1 Pregunta de la investigación**

¿Cómo impacta el tratamiento alcalino en el cisco de café para su uso como biorefuerzo?

## **3. Objetivos**

### **3.1 Objetivo General**

Caracterizar parámetros de procesamiento del cisco del café a través del lavado con hidróxido de sodio para obtener las mejores características mecánicas en materiales biocompuestos.

### **3.2 Objetivos Específicos**

- Caracterizar el cisco del café.
- Caracterizar el proceso de tratamiento químico con hidróxido de sodio a diferentes concentraciones.
- Caracterizar las propiedades mecánicas de materiales biocompuestos obtenidos a partir de cisco de café tratado con diferentes concentraciones de hidróxido de sodio.

## 4. Marco Teórico

### 4.1 Marco Contextual

Como referencias de investigación, en el presente trabajo se revisaron algunos estudios publicados en revistas especializadas referentes al tema de materiales compuestos y del tratamiento alcalino (también conocido como mercerización o alquilación) en los últimos 17 años. Los antecedentes se presentan en dos grandes grupos: a nivel internacional y luego a nivel de país. La mayoría de estas investigaciones se concentran en el estudio de las propiedades mecánicas de los materiales fabricados, en la influencia del tamaño, en la distribución de la fibra, y en los cambios producidos por el tratamiento químico del componente biodegradable. Dado que el material de refuerzo es de origen natural, los resultados pueden variar de un autor a otro, y aunque a veces parezcan contradictorios, se puede describir una tendencia general como lo señalan los artículos de revisión.

#### 4.1.1 Investigaciones en el ámbito internacional

Dentro de las investigaciones sobre el efecto del tratamiento alcalino (o mercerización) en los biocompuestos se encuentra el tratamiento de fibras de sisal por Rong *et al.* (2001). El biorefuerzo fue sometido a distintos procedimientos para mejorar las propiedades mecánicas del compuesto en una matriz epóxica. Uno de los tratamientos evaluados fue la mercerización. Las fibras fueron sumergidas en una solución de NaOH al 2% durante 4 h a 60 °C, con una relación de 1:25 en peso fibra-solución. Luego se prepararon las láminas con fibra al 35 y 70% en peso y se observó una mejoría en la adhesión fibra-matriz por el ingreso de la resina a la fibra, lo que a su vez evitó el deshilachado del sisal.

Ray *et al.* (2001) sumergieron fibras de yute en una solución al 5% de NaOH durante diferentes períodos de tiempo (2, 4, 6 y 8 h a 30°C) en una relación 1:15 en peso fibra-solución. Con la fibra secada a temperatura ambiente por 48 h y luego en un horno a 100°C por 6 h, prepararon laminados con resina de vinil éster. Determinaron un aumento de las propiedades mecánicas de flexión a las 4 h, pero que disminuían a un mayor tiempo de

exposición, indicando un óptimo de tiempo para esta concentración. También observaron que luego de 2 h de exposición, el porcentaje de hemicelulosa se mantuvo constante, no sin antes perder un 30% del valor inicial. Sin embargo, los porcentajes de lignina y celulosa permanecieron iguales. En este caso, la mercerización sólo removió parcialmente parte de la hemicelulosa, y no la lignina como se señala en otras investigaciones.

Goda *et al.* (2006) estudiaron el efecto de la mercerización sobre fibras de ramina lavadas con una solución 15% de NaOH durante 2 horas. Sin preparar ningún material compuesto, evaluaron las propiedades mecánicas a tracción de los filamentos, encontrando una mejoría en el esfuerzo y en la deformación del material hasta en un 18% comparado con la fibra sin tratar. No obstante, el álcali redujo el módulo de elasticidad.

Mansikkamäki *et al.* (2007) evaluaron el efecto de la mercerización en cristales de celulosa bajo unas condiciones específicas de mezclado en alcohol. Una de las cosas interesantes de la investigación fue la observación de la conversión de celulosa I a celulosa II por efecto del tratamiento alcalino. Para esta investigación, determinaron que la mercerización tiene un máximo de concentración de álcali en la conversión de celulosa. Para las condiciones de estudio se determinó que una concentración de 12% w/w era la óptima, sin embargo, los autores señalan que ésta dependerá de la fibra y de las condiciones del tratamiento. También estudiaron el efecto de la temperatura en el proceso, el cual era más favorable al aumentar dado que se incrementa la dureza de las fibras (Rong *et al.*, 2001).

Pietak *et al.* (2007) estudiaron la humectabilidad de fibras de cáñamo luego del tratamiento químico, lo cual es relevante para la compatibilidad con una matriz polimérica. Para el caso de la mercerización, el cáñamo fue secado a 60°C durante una noche y sumergido por 30 min en NaOH al 18% y 40°C. La humectabilidad aumentó comparando con la fibra sin tratar, lo cual afectaría de forma negativa la adherencia con resinas sintéticas en caso de usarse como biorefuerzo. Para el presente trabajo, el cisco tratado se almacenará en bolsas plásticas para evitar la humidificación con el medio ambiente.

Gomes *et al.* (2007) trataron con álcali fibra natural de curaua y elaboraron un material compuesto con resina biodegradable a base de maicena, haciendo del biocompuesto un

---

elemento completamente biodegradable. La fibra fue tratada con NaOH al 10% por 2 h a temperatura ambiente previamente a la fabricación del compuesto, dando como resultado un aumento en la deformación a tracción, pero disminuyendo levemente el esfuerzo del material.

Qin *et al.* (2008) experimentaron con otro material compuesto 100% biodegradable. Una solución de celulosa, a diferentes concentraciones, se utilizó para impregnar fibras de ramina. La ramina fue previamente tratada con una solución al 9% de NaOH durante 1 h a temperatura ambiente. Con la mercerización, el esfuerzo a tracción aumentó en casi un 22% comparado con la fibra sin tratar, y se confirmó por difracción de rayos x la conversión de la celulosa I a celulosa II.

Kim y Netravali (2010) estudiaron el efecto de la mercerización en fibras de sisal, pero en este caso combinado con resina de soya. El tratamiento, con solución 2 M de NaOH a condiciones ambientales por 2 h, aumentó el esfuerzo a tracción y, contrario al trabajo de Rong *et al.* (2001), también se incrementó el módulo de Young, la deformación de fractura y la dureza. Kim y Netravali observaron cambios en la superficie de la fibra luego del tratamiento. Un aumento en la rugosidad permitió una mejor adhesión fibra-matriz, lo que evidentemente mejoró las propiedades mecánicas a tracción.

Rodrigues *et al.* (2014) desarrollaron un biocompuesto con polvo de carnauba (una palma brasilera) en una matriz de quitosán al 10 y 50% en peso de carnauba. Para obtener el polvo, la paja de la palma se lavó con detergente neutro y secada a 60°C por 6 h, luego triturada hasta malla 20-30 y tratada con NaOH 0.1 N a 40°C por 30 min. Como resultado se obtuvieron menores propiedades a tensión con los tratamientos que sin ellos, atribuyéndose a la disolución de algunos componentes en el álcali, y creando espacios vacíos en la estructura de la carnauba.

Manalo *et al.* (2015) caracterizaron el efecto del tratamiento alcalino con fibras de bambú y resina de poliéster, siendo esta investigación una de la más cercana al presente trabajo. Las fibras fueron sumergidas en soluciones de NaOH a diferentes concentraciones (4, 6 y 8% m/m) por 3 h y temperaturas (40, 80 y 120°C). Luego fueron secadas a 50°C por 6 h y las láminas se elaboraron al 20% en peso de bamboo. Como resultado se alcanzaron las

propiedades mecánicas más altas con el 6% NaOH. Manalo *et al.* atribuyeron la mejora a la remoción de componentes de la fibra con el tratamiento, lo cual generó rugosidad en la superficie y favoreció el anclaje de la resina con el bambú. Un aumento en la concentración debilitó la estructura natural de la fibra, y por lo tanto, al transferirse la carga del poliéster al refuerzo, se quebró más rápido el biocompuesto.

Cai *et al.* (2016) evaluaron el efecto de la alquilación en la adherencia abaca – resina epóxica. Trataron la fibra con 5%, 10% y 15% en peso de NaOH por 2 h, y evaluaron las propiedades mecánicas a tracción de la fibra. Determinaron que el tratamiento con 5% fue el que mejor propiedades exhibió, mientras que con las otras decrecieron debido al retiro excesivo de los materiales que mantenían a la fibra unida. Este trabajo, junto con el de Manolo *et al.* (2015), dieron una indicación sobre la mejora en las propiedades mecánicas de los biocompuestos con tratamientos alcalinos no tan agresivos de la fibra.

#### **4.1.2 Principales contribuciones científicas en Colombia**

En Colombia, las investigaciones sobre el tema de biocompuestos se han enfocado hacia el aprovechamiento de las fibras obtenidas de los residuos agrícolas del país. La búsqueda de nuevas fibras constituye un reto de investigación a nivel mundial (Porrás *et al.*, 2015), y en Colombia se ha investigado en el uso de nuevos materiales de refuerzo como la palma *manicaria saccifera* o la guadua. También, y en apoyo con otras universidades internacionales, se han obtenido materiales compuestos semiconductores a partir de celulosa bacteriana.

Gañán *et al.* (2008) estudiaron la resistencia de las fibras del plátano extraídas del pseudotallo, de la vaina foliar y del raquis residual para usarse como biorefuerzo. La fibra con mejor desempeño mecánico fue la obtenida del pseudotallo, la cual fue comparable en resultados con el yute, el cáñamo, la ramina y el lino. No sometieron ninguna fibra al tratamiento alcalino, pero el trabajo demuestra el potencial del país en suministrar y producir materiales aprovechables a partir de desechos agrícolas.

---

Zuluaga *et al.* (2009) evaluaron el efecto de cuatro (4) tratamientos alcalinos con reactivos diferentes (con peróxido de hidrógeno, hidróxido de sodio e hidróxido de potasio) en la morfología y estructura de microfibras del raquis, trabajo interesante para comprender el efecto de estos químicos sobre la celulosa, la hemicelulosa, la lignina y la pectina. Con el tratamiento se removió parcialmente la hemicelulosa y se reorganizaron las cadenas de celulosa.

Además de trabajos relacionados con la fibra de fique, como el efecto de su hidratación cuando se usa como biorefuerzo en tejas de cemento (Tonoli *et al.*, 2011) o la deposición de nanopartículas de plata (Ovalle *et al.*, 2013), Hidalgo-Salazar *et al.* (2013) experimentaron con un material compuesto con fibra de fique en polietileno de baja densidad-aluminio reciclado de las cajas de Tetra Pak, cuya fuerza de adhesión entre la fibra y la matriz aumentó con el tratamiento químico debido al aumento en la rugosidad de la superficie. La fibra fue tratada con NaOH al 2% w/v por una hora a 25°C, secada al ambiente por 12 h y en un horno a 60°C por 24 h, y luego sumergida en una solución de silano. Los investigadores realizaron pruebas con diferentes porcentajes de fibra incorporada, al 10%, 20% y 30%, observando que la deformación del material disminuyó a mayor contenido de fibra debido a la sinergia entre los componentes.

Ramón-Valencia *et al.* (2014) caracterizaron el efecto de sumergir laminados de bioepoxi-fibra de cáñamo en agua de mar. Al cáñamo no se le realizó ningún tratamiento químico previo. Concluyeron que la pérdida de rigidez del material compuesto fue debido a la degradación de la matriz. Luego, Ramón-Valencia *et al.* (2015) realizaron el mismo estudio con laminados bioresina-fibra de fique.

Porras *et al.* (2015) estudiaron por primera vez fibras de la palmera *Manicaria saccifera* como posible refuerzo en materiales compuestos, haciendo estudios de composición, morfológico, físico-mecánico, entre otros. Luego, Porras *et al.* (2016a) usaron fibras de *Manicaria* procedentes de Chocó para reforzar una matriz de ácido poliláctico, con resultados muy competitivos de resistencia a la tensión frente a materiales similares (Porras *et al.*, 2016a) (Porras *et al.*, 2016b). Estudiando seis variables en el proceso y realizando un análisis de varianzas, determinaron que para el tratamiento químico alcalino

necesitaban usar una solución de baja concentración y un largo período de remojo, pero no especificaron los valores de ambas variables en la publicación.

Luna *et al.* (2016) estudiaron el uso de guadua como refuerzo en matriz polimérica, sometiendo la fibra a dos tratamientos: uno alcalino (con NaOH al 2 y 10% durante 10 y 60 min respectivamente) y otro con plasma (usando gas Argón). Las fibras se extrajeron inicialmente de la planta y se limpiaron con una solución de hidróxido al 10% durante 96 h. Luego de la extracción se sometieron a los tratamientos con los siguientes resultados: con el hidróxido, se obtuvo una superficie limpia de la fibra, pero disminuyó su resistencia mecánica. Con el plasma se mantuvo la resistencia de la fibra sin presentar grandes variaciones.

## **4.2 Marco Conceptual**

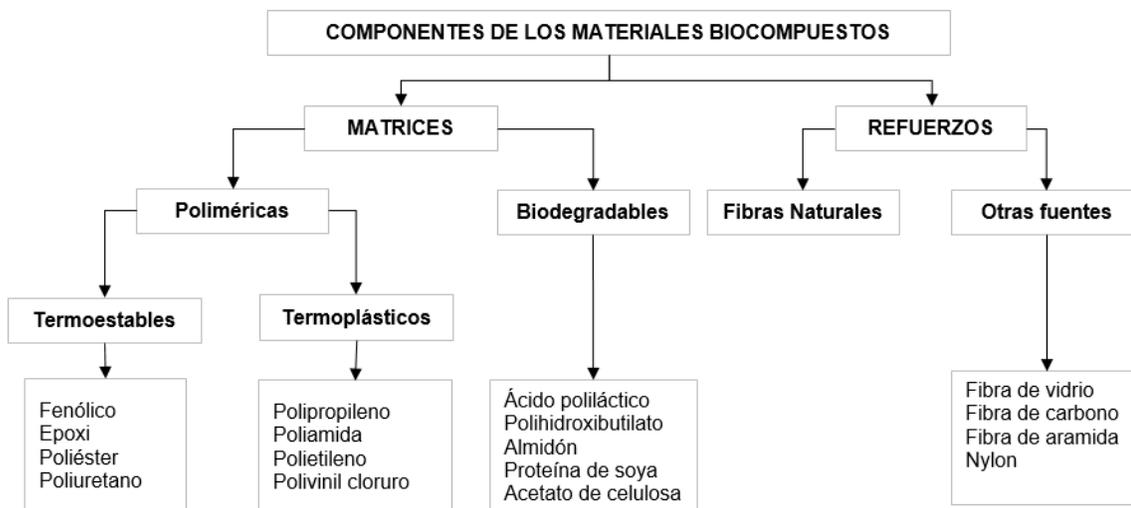
La búsqueda de materiales que produzcan un menor impacto en el medio ambiente ha llevado a investigadores a desarrollar los llamados materiales compuestos u otros elementos que sustituyan o reduzcan el uso de materiales derivados del petróleo, como son los poliméricos. Dicha reducción permitirá combinarlos con materiales biodegradables que además mejoran sus propiedades mecánicas, químicas, entre otras. En el presente apartado se introducen algunas bases teóricas y características de los materiales compuestos, eje temático de la investigación.

### **4.2.1 Generalidades de los materiales compuestos**

Un material compuesto está conformado por dos o más elementos insolubles entre sí (Ovalle *et al.*, 2013), que al mezclarse dan lugar a un material mejorado. Uno de los componentes se conoce como matriz o fase continua, en el cual va incrustada la fase discontinua llamada refuerzo que puede tener forma de fibras cortas o largas, partículas u hojuelas (Sanjay *et al.*, 2015). Las matrices que se han utilizado para biocompuestos pueden ser de base polimérica (derivado del petróleo) o biodegradables. El refuerzo puede ser natural y estar combinado con otro tipo. Cuando un material compuesto tiene más de

un refuerzo se conoce como híbrido. En la Figura 4-1 se muestra un esquema general de los elementos que conforman los materiales biocompuestos.

**Figura 4-1:** Tipos y parte del fruto de palma de aceite.



Fuente: Elaboración propia.

El uso de los materiales compuestos no es una novedad. Se sabe que desde hace muchos siglos ya se empleaban fibras vegetales para reforzar materiales cementicios en la construcción (Tonoli *et al.*, 2011) (Shackelford, 2005), sin embargo se ha extendido la aplicación a muchos campos como el deporte, la medicina, los automóviles y la ingeniería. Dentro del interés que han generado estos materiales se destacan los biocompuestos, los cuales contienen en una de sus fases un material orgánico biodegradable y renovable. La actual crisis del petróleo, la creciente preocupación por el cambio climático y los efectos de la contaminación han respaldado la búsqueda de nuevos materiales y biorefuerzos, entre los que se incluyen las fibras naturales, los cuales apuntan a un desarrollo sustentable debido a las ventajas que representan frente a los refuerzos sintéticos (Faruk *et al.*, 2012).

## 4.2.2 Matrices para materiales compuestos

La matriz o fase continua aporta la durabilidad, la forma, la resistencia térmica, el acabado superficial y la tolerancia al ambiente del biocompuesto (Faruk *et al.*, 2012). Además, protege a la fibra de las condiciones del ambiente y de la abrasión (Pickering *et al.*, 2016), y sirve como medio para transmitirle la carga a la que sea sometido el material. Existen varios tipos de matrices, y se clasifican según su origen. La elección dependerá de varios factores como la aplicación, la disponibilidad tecnológica para la fabricación y del interés por impactar de la menor forma el medio ambiente.

### 4.2.2.1. Base petroquímica

Las matrices más comunes para usar con fibras naturales son de base petroquímica, como los polímeros termoplásticos y los termoestables, por lo que se han adelantado numerosos estudios sobre sus propiedades. Faruk *et al.* (2012) hacen una revisión general a sus aplicaciones y características, entre las que se destacan las resinas epoxídicas y la de poliéster, las cuales han mostrado tener buena adhesión, propiedades mecánicas aceptables, bajo contenido de humedad y de fácil procesamiento. El uso de este tipo de matrices ocasiona en algunas ocasiones grietas interlaminares durante su fabricación o por impactos, dada su frágil naturaleza, lo cual disminuye hasta en un 50% la resistencia a compresión (Shackelford, 2005). Dentro de las aplicaciones está la elaboración de bañeras, de laminados para automóviles, etc.

### 4.2.2.2. Base biológica

Las matrices biodegradables han recibido interés en la investigación en las últimas décadas, debido a su disposición final amigable con el medio ambiente, sin embargo no son tan numerosos los estudios encontrados en comparación con las de base petroquímica. El desempeño de las matrices biodegradables puede ser comparable con las poliméricas, y son producidas a partir de desechos agrícolas como la soya o la papa. El estudio de este tipo de matrices es un campo en cual hay bastante que aportar. Estudios

como los de Porras *et al.* (2016a) en Colombia, o el de Kim y Netravali (2010) y el de Rodrigues *et al.* (2014) a nivel internacional, alientan para futuras investigaciones

### 4.2.3 Fibras naturales como biorefuerzo

Las fibras naturales son consideradas como una alternativa para resolver actuales problemas ecológicos y ambientales (Goda *et al.*, 2006), reemplazando las fibras de vidrio, de aramida, de carbono o de *nylon* como refuerzo en una matriz polimérica y mejorando las propiedades mecánicas de la matriz (Sanjay *et al.*, 2015) (Luna *et al.*, 2016) (Kim y Netravali, 2010) (França Marinho *et al.*, 2015). Las fibras por sí solas sólo tienen la capacidad de resistir a la tracción (Shackelford, 2005), pero en la matriz incrementan la resistencia a la tensión y a la flexión del material, aunque pudiendo reducir muchas veces la resistencia al impacto (Albano *et al.*, 2016). Otras diferencias generales entre las fibras naturales y, por ejemplo, la de vidrio, se muestra en la Tabla 4-1. Además de lo económico, permiten obtener materiales compuestos más livianos, son reciclables y biodegradables.

**Tabla 4-1:** Comparación entre fibras naturales y fibra de vidrio.

	<b>Fibras naturales</b>	<b>Fibra de vidrio</b>
<b>Densidad</b>	Baja	El doble de las fibras naturales
<b>Costo</b>	Bajo	Bajo, pero más alto que las FN
<b>Renovable</b>	Sí	No
<b>Reciclable</b>	Sí	No
<b>Consumo energético</b>	Bajo	Alto
<b>Distribución</b>	Buena	Buena
<b>Abrasión</b>	No	Sí
<b>Riesgo a la salud por inhalación</b>	No	Sí
<b>Disposición</b>	Biodegradable	No biodegradable

Fuente: Adaptado de (Sanjay *et al.*, 2015)

La fibra, inmersa en la matriz, es la fase discontinua que asume la carga del biocompuesto, mientras que la matriz es la fase continua que une y transmite la carga a la fibra (Jauharia *et al.*, 2015). A la fecha se han empleado y estudiado la influencia de fibras como yute, sisal, coco, plátano, ramina, palma aceitera, bamboo, piña, cáñamo, lino, abacá, algodón, cascarilla de arroz, curaua, agave y kenaf, entre otras, las cuales, tienen origen en

numerosos países y se producen de forma considerable en Colombia, China e India (Gañán *et al.*, 2008). Comparando con las fibras sintéticas, las fibras naturales tienen las siguientes ventajas:

- Reducción de costos en materiales.
- Tienen baja densidad.
- Presentan alta dureza específica.
- Son renovables (Rong *et al.*, 2001) (Ray *et al.*, 2001).
- Son biodegradables.
- Requieren un menor uso de máquinas en la manufactura del biocompuesto.
- Son menos abrasivos con los equipos que las fibras sintéticas (Sanjay *et al.*, 2015).
- Tienen bajo riesgo en su manipulación, (Goda *et al.*, 2006).
- Reducen directamente el monto de desechos orgánicos arrojados al ambiente natural y que podrían ser tóxicos por la presencia de lignina y otros componentes.

No obstante algunas fibras tienen dificultades cuando se exigen altas propiedades mecánicas u otras características específicas (Hidalgo-Salazar *et al.*, 2013) debido a la poca adhesión entre ellas, a la falta de adhesión con la matriz polimérica y a su baja estabilidad térmica (Jauharía *et al.*, 2015). Otra desventaja es la posible absorción de humedad del material compuesto, lo cual va degradando las fibras, y en cuanto a su durabilidad, la literatura es contradictoria frente al asunto (Jauharía *et al.*, 2015) (Pickering *et al.*, 2016). También presentan baja resistencia a los ataques microbiológicos (Pietak *et al.*, 2007).

Las propiedades de las fibras dependen de su composición química, su origen y condiciones de crecimiento (Rodrigues *et al.*, 2014), de la madurez de la planta, del método de obtención de la fibra y de su almacenamiento (Porrás *et al.*, 2015). Específicamente, las propiedades físicas de las fibras naturales depende de (Jauharía *et al.*, 2015):

- El contenido de celulosa, lignina, hemicelulosa, pectina, ceras y agua

- La geometría de las células de la fibra.
- El ángulo de la hélice de las fibras con su eje.

Por su parte, las propiedades mecánicas de los materiales compuestos con estos refuerzos dependen de:

- La resistencia de la fibra.
- Su módulo de Young (referente a la elasticidad).
- La longitud y orientación de la fibra (soportan cargas mayores cuando son largas y se orientan de forma paralela al esfuerzo).
- La fuerza de enlace entre la fibra y la matriz (Jauharai *et al.*, 2015).
- La dispersión de la fibra (a mayor dispersión, mejor distribución de la carga).
- El proceso de manufactura del biocompuesto.
- La porosidad (Pickering *et al.*, 2016).

Varias publicaciones en revistas científicas han descrito las investigaciones que se han llevado a cabo en el tema en artículos de revisión. Faruk *et al.* (2012) y Pickering *et al.* (2016) destacan los factores que influyen en el desempeño mecánico de los compuestos, describiendo cada uno de ellos, y presentan un resumen de los resultados obtenidos en investigaciones previas con fibras. Por su parte, Jauharai *et al.* (2015) hacen una revisión de las fibras naturales usadas como refuerzo, sus propiedades físicas, métodos de fabricación, criterios de falla, etc. Sanjay *et al.* (2015) presentan los adelantos en materiales compuestos híbridos, reforzados con fibra natural y de vidrio simultáneamente, cuyo estudio ha tenido un menor interés que los de fibra natural. También se han hecho investigaciones con compuestos que contienen dos fibras naturales de refuerzo como plátano-sisal o piña-kenaf, los cuales han presentado buenos desempeños mecánicos (Pickering *et al.*, 2016).

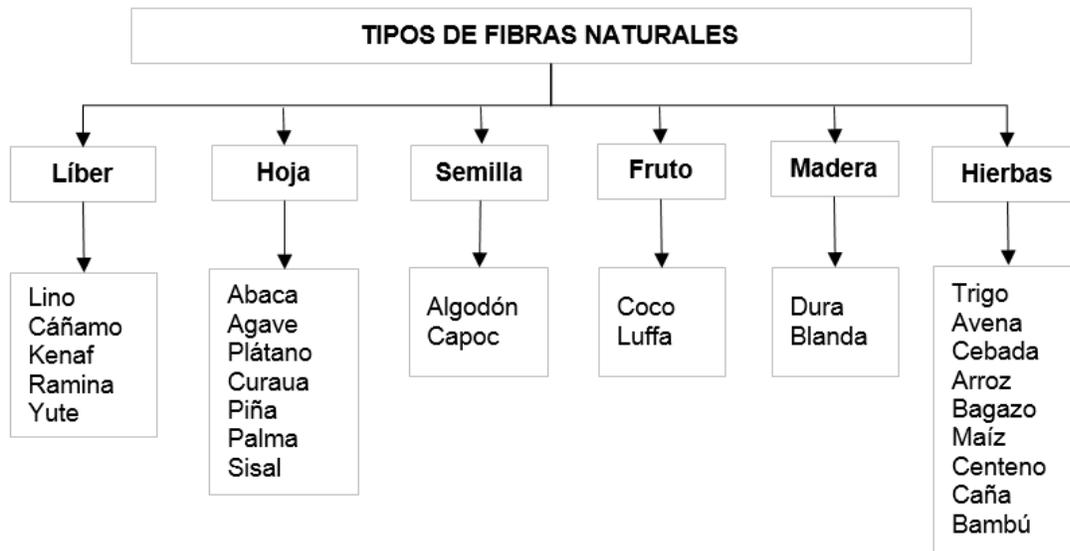
Complementando las propiedades mecánicas, algunos investigadores han estudiado las propiedades dieléctricas de polímeros conductivos reforzados con fibras para su posible uso en antenas, sensores químicos, biosensores, bioactuadores, transporte de medicamentos, entre otros, ampliando el campo de aplicación de los materiales compuestos. Al-Oqla *et al.* (2015) hacen una revisión general de las investigaciones

llevadas a cabo y el efecto del contenido de fibra, de tratamiento químico, temperatura y contenido de humedad en la conductividad.

#### 4.2.3.1. Clasificación

Una forma de clasificar las fibras naturales vegetales es por su tipo u origen. Existen 6 tipos principales, los cuales se resumen en forma de árbol en la Figura 4-2. El líber o floema es la forma más común encontrada en los artículos de investigación, a la cual pertenecen el cáñamo o el yute. Otra forma típica son las extraídas de las hojas como la abaca, usada por Mercedes Benz, el plátano o el sisal.

**Figura 4-2:** Tipos de fibras naturales usados en materiales compuestos.



Fuente: Adaptado de Sanjay *et al.* (2015)

En el presente estudio se usó una fibra perteneciente al fruto del cafeto, el cisco, el cual tiene forma de hojuelas. En la revisión de antecedentes no se encontró ninguna referencia de investigación de esta fibra como material de refuerzo.

#### 4.2.3.2. Composición de las fibras naturales

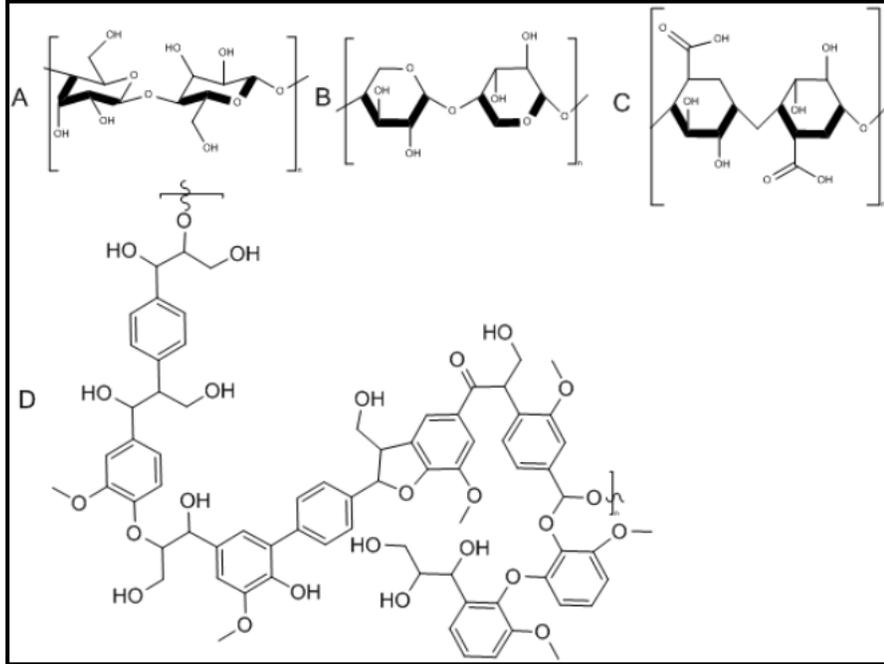
Obtenidas de las hojas, tallos o frutos de las plantas, y conocidas por usarse en tejidos, artesanías y fabricar cuerdas, el mayor componente estructural de las fibras vegetales<sup>1</sup> es la celulosa, la cual confiere resistencia y estabilidad a las paredes celulares (Zuluaga, *et al.*, 2009). Estas paredes celulares están constituidas a su vez por microfibrillas de hemicelulosa insertadas en una matriz no celulósica de lignina (Rong *et al.*, 2001).

En la superficie, las fibras naturales tienen variaciones en composición y morfología, por lo que su caracterización es compleja (Pietak *et al.*, 2007). Bastidas *et al.* (2005) observaron que las fuerzas de adhesión entre las cadenas de celulosas en la superficie son afectadas por el pH del medio en las terminales -COOH: al aumentar el pH a 7 las fuerzas son casi nulas, y a medida que el pH aumenta, el COOH se desprotoniza finalmente y la carga negativa se extiende al grupo carboxilo, haciendo que disminuyan los puentes de hidrógeno y las fuerzas de adhesión entre ellas. El efecto de un medio básico sobre la superficie de las fibras hace por tanto que se reorganicen las cadenas de celulosa, aumentando la rugosidad. Este fenómeno es aprovechado para el procesamiento de los biocompuestos, como se explicará más adelante. En la Figura 4-3 se muestran los componentes principales de las fibras.

Uno de los mayores inconvenientes que se presentan a la hora de combinar las fibras con matrices poliméricas es la insuficiente adherencia entre la fibra y la resina, lo cual es determinante para la resistencia del material compuesto (Pietak *et al.*, 2007) (Pickering *et al.*, 2016). Esto se debe a la incompatibilidad fisicoquímica entre las fibras y la matriz: las fibras son hidrofílicas (la polaridad se da por la presencia de los grupos hidroxilos), mientras que las matrices son normalmente hidrofóbicas. Para aliviar este problema se ha procedido a modificar la superficie de las fibras y su humectabilidad por medio de tratamientos físico o químicos.

---

<sup>1</sup> Las fibras pueden tener origen animal, vegetal y mineral (Jauharía *et al.*, 2015). Las más conocidas son de origen vegetal, cuyo componente principal es la celulosa. Por su parte, el componente principal de las fibras animales es la proteína, y el de las minerales contienen grupo de asbestos, los cuales son cancerígenos (Pickering *et al.*, 2016)

**Figura 4-3:** Estructura de los componentes principales de las fibras<sup>2</sup>.

Fuente: Westman *et al.* (2010)

Son varios los mecanismos que intervienen en la adherencia entre la fibra y la matriz (Pickering *et al.*, 2016):

- El enclavamiento mecánico: es la forma más común de adherencia y se presenta cuando la superficie de la fibra es rugosa. La matriz ingresa a los espacios tortuosos de la fibra, permitiendo un mayor contacto entre ambos elementos.
- El enlace químico: se presenta cuando grupos químicos de la fibra crean enlaces con grupos de la matriz.
- La unión interdifusión: cuando átomos y moléculas de la fibra y la matriz interactúan entre sí.

<sup>2</sup> A. Celulosa. B. Hemicelulosa. C. Pectina. D. Lignina.

Cuando se usan fibras como material particulado, el efecto del refuerzo se alcanza con cantidades muy pequeñas de material, entre un 1% y un 5% en peso (Rodrigues *et al.*, 2014). Aunque a menor tamaño de fibra, se obtienen mejores propiedades mecánicas porque hay mayor contacto con la matriz y por ende mejor transmisión de carga (Jauharia *et al.*, 2015), y a mayores cantidades de biorefuerzo, menores fuerzas de adhesión entre las partículas y la matriz, por tanto disminuye la resistencia a la tracción.

#### **4.2.3.3. Modificación de las fibras naturales**

Para resolver el principal factor que afecta las propiedades mecánicas, se han adelantado avances en los últimos años, proporcionando a las fibras las características de mejoramiento en su superficie. La modificación se ha hecho mediante distintos tratamientos, los cuales son evaluados de acuerdo a las propiedades finales del material compuesto. En el presente documento se hace una revisión a los avances en el tema, pero con énfasis en el tratamiento alcalino dados los objetivos del trabajo:

- **Métodos físicos**

Estos métodos incluyen estiramiento, tratamiento térmico, entre otros, sin cambiar la composición de la fibra. Entre los métodos físicos está el tratamiento Corona, el cual cambia la energía superficial de la celulosa, haciendo que se mejore la compatibilidad en la fibra y la matriz (Faruk *et al.*, 2012). También se ha empleado el tratamiento con plasma, el cual consiste en bombardear la superficie del refuerzo con gases como el helio o el argón para aumentar o disminuir la energía superficial.

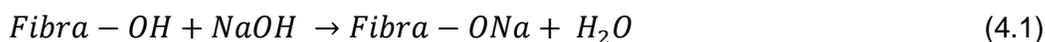
- **Métodos químicos**

Se han empleado hidróxidos, anhídrido acético, silano y anhídrido maléico como tratamiento. El lavado del biorefuerzo en estos reactivos ha demostrado cambios en la composición de la superficie por reacciones ácido-base, en la energía superficial entre la fibra-matriz y en la humectabilidad (Faruk *et al.*, 2012). En algunas investigaciones se ha empleado un solo reactivo, o la combinación en serie

de ellos. También se ha optado por estudiar el impacto de los métodos químicos seguido de algún físico. A continuación se describirán solamente la alquilación y la acetilación, presentando con más detalle el primero.

### *Alquilación*

También conocida como mercerización, se ha empleado básicamente para mejorar la adherencia de la tinta a las fibras de algodón (Ray *et al.*, 2001). Consiste en remojar la fibra con una solución de hidróxido de sodio y luego lavarla para retirar el álcali. Se ha determinado que los hidróxidos remueven parcialmente la hemicelulosa, la lignina, la pectina, las ceras y la grasa de la fibra (Qin *et al.*, 2008) (Pickering *et al.*, 2016). Por su parte, la hemicelulosa y la pectina se hidrolizan con el álcali, lo cual se refleja en pérdida de peso de la fase insoluble luego del tratamiento (Zuluaga *et al.*, 2009). Esto permite un deslizamiento y reordenamiento de las microfibras y cristales de celulosa, y el rompiendo algunas cadenas, teniendo como efecto la obtención de una superficie más rugosa, la reducción en la densidad lineal de la fibra y una mejor adherencia con matrices poliméricas por el aumento en el área de contacto. La reacción general del tratamiento alcalino se presenta a continuación:



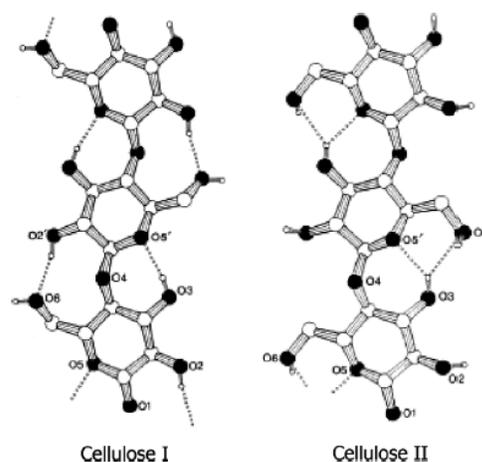
La alquilación ha sido extensamente estudiada, y depende de las condiciones experimentales como la concentración de álcali y el tiempo de remojo, al igual que de la naturaleza de la fibra (Qin *et al.*, 2008). En el tratamiento se reducen los grupos hidroxilos amorfos de la fibra, reduciendo su naturaleza hidrofílica (Kabir *et al.*, 2013). Además, las investigaciones han determinado que a mayores concentraciones de álcali se degradan más los azúcares constituyentes de la hemicelulosa (Zuluaga *et al.*, 2009).

Con la mercerización, el reordenamiento cristalino hace que las cadenas de celulosa de conformación lineal (Celulosa I) se reordenen a una conformación no

paralela (Celulosa II), como se muestra en la Figura 4-4. Y aunque la celulosa II tiene propiedades mecánicas inferiores a la celulosa I, debido al rompimiento de la hemicelulosa, la superficie de la fibra se hace más rugosa y permite un mejor anclaje con la matriz polimérica, lo cual es uno de los factores que aumentan las propiedades mecánicas del material compuesto (Qin *et al.*, 2008). No obstante, la literatura muestra resultados contradictorios sobre el efecto de este tratamiento químico en la propiedades de tracción (Rodrigues *et al.*, 2014).

Para propósitos de este trabajo, se evaluó el efecto de la modificación de la fibra con tratamiento químico alcalino, sobre las propiedades mecánicas del material biocompuesto obtenido con el cisco de café. Se estudió el cambio en la composición de la fibra luego del lavado con hidróxido de sodio y se observaron las modificaciones en su superficie.

**Figura 4-4:** Estructura de la celulosa I y la celulosa II.



Fuente: Northolt *et al.* (2001)

### *Alquilación*

Otro tratamiento es la acetilación, el cual consiste en lavar las fibras con anhídrido acético para obtener una superficie de la fibra hidrofóbica, y mejorar su adherencia con la matriz que la contiene. Sin embargo, si no se controlan las concentraciones o los tiempos de reacción, el anhídrido puede degradar la celulosa, empeorando las

propiedades mecánicas del compuesto (Pickering, Aruan Efendy, & Le, 2016). En algunas investigaciones la acetilación se ha realizado luego de la mercerización demostrando mejorar las propiedades mecánicas. En el presente trabajo no se tuvo en cuenta este procedimiento, pero abriría la puerta para más investigaciones en Colombia.

#### **4.2.4 Técnicas de procesamiento de materiales compuestos**

Las técnicas para la fabricación de materiales compuestos varían según el tipo de matriz. Los métodos más comunes son la extrusión, el moldeo por inyección y el moldeo por compresión (Pickering *et al.*, 2016) (Stupenengo, 2012), en los cuales los factores que influyen son la temperatura, presión y velocidad del proceso. De forma particular, el moldeo por compresión es usado cuando la fibra está cortada a granel, como es el caso de estudio, o cuando se dispone de un tejido de la fibra (Pickering *et al.*, 2016). La fibra se puede ir apilando alternadamente con capas de matriz antes de aplicar la presión, o ser mezclada con ella y colocada en el molde. El límite de temperatura en todas las técnicas será el permitido por la fibra antes de su degradación, el cual, según la literatura, puede ser entre 150 y 200°C (Pickering *et al.*, 2016). El procedimiento se puede hacer de forma manual (conocido como *hand-layout*), y la uniformidad del biocompuesto dependerá de las habilidades de mezclado de cada persona (Kabir *et al.*, 2012).

La técnica más económica y usada es el moldeo por colocación manual, también conocido como moldeo por contacto, debido a las bajas o nulas presiones que se necesitan. Fue la técnica usada en este trabajo, y se explicará con más detalle en la sección de la Metodología. Se puede usar en producciones en serie o en piezas de grande superficie (Stupenengo, 2012).

#### **4.2.5 Propiedades de los materiales compuestos**

Las propiedades mecánicas de las resinas no son muy altas cuando se cristalizan, mientras que las fibras presentan una alta tracción. Cuando ambos componentes se

mezclan, la mayoría de los materiales compuestos tienen excelentes propiedades, con alta resistencia mecánica y baja densidad, resultando en propiedades intermedias entre la matriz y la fibra. Existe un límite para la cantidad de cada componente. Además los materiales compuestos con fibras naturales son menos resistentes que los reforzados con fibras sintéticas, pero son competitivos por sus bajas densidades y bajos costos (Jauharia *et al.*, 2015).

En general, los materiales compuestos presentan el fenómeno único de *anisotropía*, o cambio en el valor de sus propiedades mecánicas, térmicas o eléctricas, según la dirección escogida para ensayarlo, lo cual permite diseñar el material junto con la estructura según las aplicaciones necesarias (Shackelford, 2005). Esta característica particular hace que se estandaricen pruebas mecánicas y físicas para poder compararlos. La presencia de la anisotropía hace complejo el daño mecánico y las interacciones microscópicas entre los componentes (Trias *et al.*, 2006).

Cuando se usan materiales con fibras naturales, la teoría sugiere que existe una fracción volumétrica de fibra para la cual las propiedades mecánicas del compuesto son menores a las de la matriz pura. En este caso la fibra se comportaría como poros dentro de la matriz (Pickering *et al.*, 2016).

#### **4.2.5.1. Propiedades a tracción**

La tracción es una propiedad que se mide a los biocompuestos y se determina por medio de una máquina de ensayos mecánicos. Del ensayo de tracción se obtienen diferentes resultados como el módulo elástico o de Young, el cual representa la rigidez del material o resistencia a la deformación elástica, el esfuerzo máximo, la deformación máxima del material y la tenacidad. Se miden mediante pruebas de tensión estática tomando como referencia lo estipulado por la norma ASTM D3039. Especímenes o probetas del material, con dimensiones estandarizadas y área transversal constante, son tensionadas a una velocidad de 2 mm/min.

Las mayores fuerzas de tracción y módulo de elasticidad se alcanzan cuando las fibras están alineadas con la matriz (Mallick, 2007). Sin embargo se pueden obtener laminados

de material compuesto con fibras alineadas en diferentes direcciones, con lo cual se obtienen curvas esfuerzo vs deformación generalmente no lineales.

#### 4.2.5.2. Propiedades a flexión

Las propiedades de flexión también se obtienen en la máquina de ensayos mecánicos y son llevadas a cabo según la norma ASTM D790. Durante las pruebas no se genera un esfuerzo uniforme a lo largo de la probeta, y se obtienen el esfuerzo, la deformación, el módulo de elasticidad y la tenacidad a flexión del material. En la sección de Metodología se explicarán con mayor detalle las ecuaciones y procedimientos de estos ensayos mecánicos.

#### 4.2.6 Regla de las Mezclas

Las propiedades mecánicas del biocompuesto son un promedio entre las propiedades de la fibra y la de la matriz, y dependen del volumen y masa de la fibra presente. A partir de un modelo matemático, conocido como Regla de las Mezclas, se pueden predecir las propiedades de cualquier material compuesto. Para realizar las predicciones se disponen de softwares de simulación de materiales que hacen estos cálculos, como Abaqus y Ansys, entre otros, cuyas bases de datos contienen las propiedades de materiales básicos como fibra de vidrio, de carbono, resinas y otros polímeros, pero también permiten incorporar las propiedades de nuevos materiales.

Los cálculos parten de usar las fracciones volumétricas de sus componentes. Por ejemplo, para un compuesto con dos componentes se tiene que:

$$V_F + V_M = 1 \tag{4.2}$$

Donde  $V_F$  y  $V_M$  son las fracciones volumétricas de la fibra y la matriz, de tal forma que la propiedad del compuesto,  $P_C$ , se calcula a partir de la propiedad de la fibra,  $P_F$ , y de la propiedad de la matriz,  $P_M$ , así:

$$P_C = P_F V_F + P_M V_M = P_F V_F + P_M (1 - V_F) \quad (4.3)$$

Con la Ecuación (4.3) se podrían calcular propiedades como el módulo de Young, la densidad del compuesto, entre otros.

### 4.2.7 Residuos del café

En el mundo, el café es la segunda mercancía más comercializada luego del crudo de petróleo (Pérez-Sariñana *et al.*, 2014). La producción mundial es de 10 millones de toneladas de café anuales (Heeger *et al.*, 2017), de los cuales cerca del 9.6% se produjeron en Colombia en 2016 (Internacional Coffee Organization, 2016). El país sudamericano es reconocido a nivel mundial por ser uno de los productores de café suave de mejor calidad, y su precio por libra es uno de los indicadores mundiales de precios.

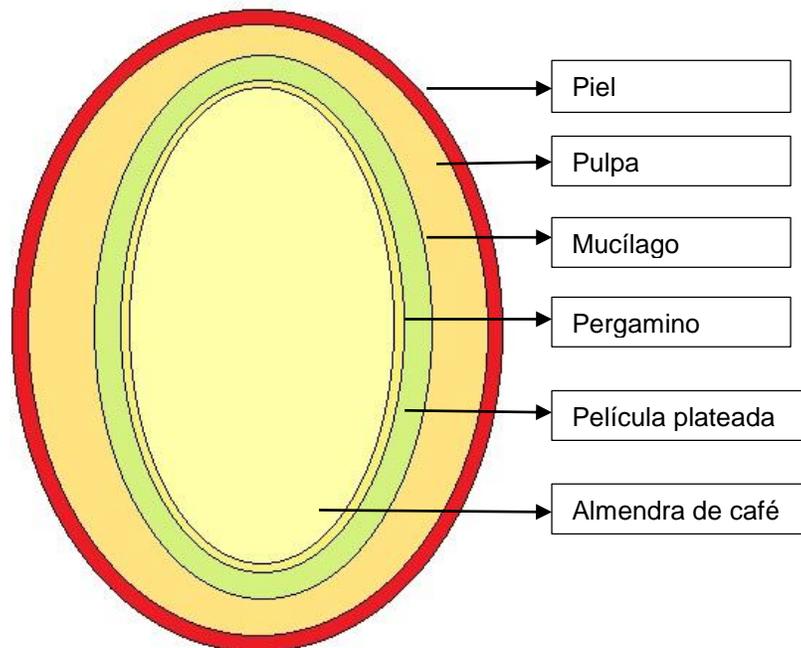
La especie que se cultiva en el país es el arábico, en sus variedades Típica, Maragogipe, Borbón, Tabí, Castillo, Caturra y Colombia. Anualmente se producen 852 mil ton, de las cuales el 7.6 % en peso es la almendra. Durante la actividad del beneficio del café y luego del procesamiento, las otras partes se convierten en residuo agrícola lignocelulósico con alto potencial contaminante por sus propiedades químicas y biológicas si no son tratadas apropiadamente o si son arrojadas a la tierra o a las fuentes hídricas (Sarasty, 2012) (Pérez-Sariñana *et al.*, 2014) (Neu *et al.*, 2016). En la Tabla 4-2 se describe la cantidad de residuos obtenidos por cada 1000 g de café cereza. El cisco de café corresponde al 4.2% en peso del café, habiéndose producido cerca de 35 mil ton en el año 2016.

Un esquema de cómo se conforma un grano de café se muestra en la Figura 4-5. El grano se puede dividir en tres partes: la externa o exocarpio, constituida por la cáscara y la pulpa; la media donde se encuentra el mucílago; y el centro donde está la almendra recubierta por la película plateada y el pergamino (cisco). Aunque se han adelantado propuestas para el uso de los desechos del café, no hay registro de un trabajo que analice el uso de alguno de estos residuos como biorefuerzo. Para efectos del trabajo, se describen a continuación los desechos del café que se obtienen durante su procesamiento.

**Tabla 4-2:** Residuos obtenidos en el proceso de beneficio e industrialización de 1.000 g de café cereza

Proceso	Residuo obtenido	Pérdida (en gramos)
Despulpado	Pulpa fresca	436
Desmucilaginado	Mucílago	149
Secado	Agua	171
Trilla	Pergamino	42
	Película plateada	
Torrefacción	Volátiles	22
Preparación de bebida	Borra	104
Pérdida acumulada		924

Fuente: Rodríguez &amp; Zambrano, 2010

**Figura 4-5:** Esquema del fruto del café.

Fuente: Elaboración propia.

#### 4.2.7.1. Exocarpio y mesocarpio

El exocarpio es la cubierta roja o piel del fruto del café. El mesocarpio es la envoltura resbalosa que sigue a la piel. Ambos, el exocarpio y el mesocarpio, se conocen como pulpa o cereza del café. Representan el 43.58% en peso del fruto fresco (Rodríguez & Zambrano, 2010) y contiene cerca del 80% en humedad y 3% de fibra cruda (Institution of Nutrition of Central America and Panama, 1997). Es obtenido en el proceso de descerezado (ver Figura 4-6), el cual se debe realizar dentro de las 6 h luego de la recolección de los frutos maduros para evitar la fermentación de los azúcares. Por cada millón de sacos de 60 kg, se generan cerca de 162.900 ton de pulpa. Consume en el secado mecánico 36,92 MJ/kg. Se reportan usos de la pulpa como combustible directo, para la producción de biogás y de bioetanol (Rodríguez & Zambrano, 2010). También se utiliza como alimento para ganados y cerdos, y como combustible, para la producción de bebidas alcohólicas y refrescantes (Sarasty, 2012) (Organización Internacional del Café, 2005). A partir del exocarpio seco se podría obtener una infusión que se conoce como té de café, dado que la composición es similar al grano de café (Heeger *et al.*, 2017). La pulpa seca está compuesta por 50% de carbohidratos, 20% de fibra, 10% de proteína, 2.5% de grasa y 1.3% de cafeína (Heeger *et al.*, 2017).

**Figura 4-6:** Proceso de descerezado.



Fuente: Tomada de infocafes.com

Se obtiene durante el proceso de despulpado o descerezado, el cual debe ocurrir dentro de las 6 horas siguientes de la recolección (Federación Nacional de Cafeteros, s.f.). Existen dos maneras de procesarlo: el método húmedo, donde los granos se sumergen en agua para evitar la abrasión posterior en la máquina; y el método seco, donde los granos se secan primero y luego se descascarillan. En el segundo método se obtienen la pulpa, el mucílago y el endocarpio simultáneamente (Heeger *et al.*, 2017). La apariencia de la pulpa luego del despulpado y luego de secada se observa en la Figura 4-7.

**Figura 4-7:** Pulpa del café.



a) Obtenida luego del despulpado.

b) Seca

Fuente: La imagen b) fue tomada de Heeger *et al.* (2017)

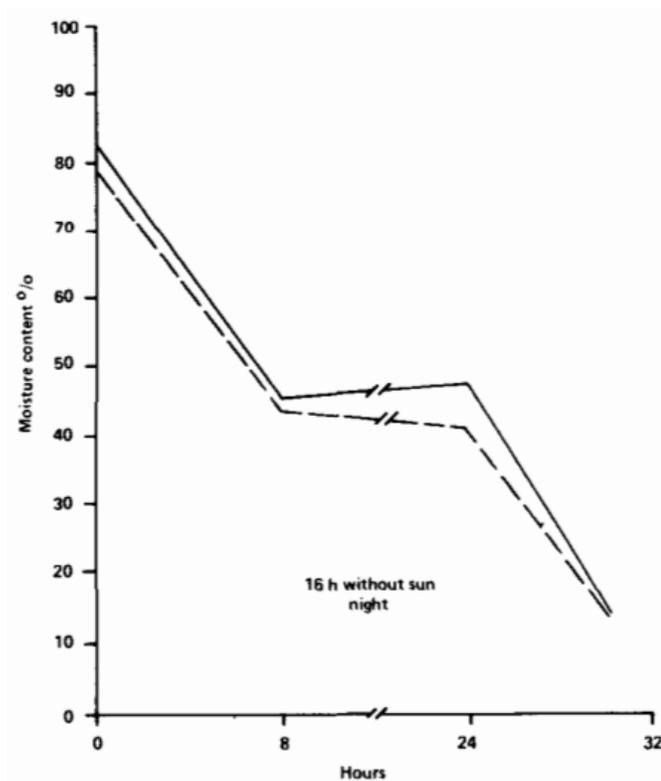
Se reportan tres formas de secado: con aire, al sol y con aire caliente. Existen secadores de túnel a contracorriente, de tambor rotatorio, de bandas, etc. que usan aire entre 75 y 150°C. Otra tecnología es la solar, la cual es de bajo costo y consume la mínima energía de las tres (Tenorio & Moya, 2012). Se ha reportado que luego de 16 horas de exposición al sol (Ver Figura 4-8), en patios de 1 m<sup>2</sup> para secar hasta 22 kg de pulpa, y en un ambiente con 50-65% de humedad relativa, la pulpa estará prácticamente seca con humedad entre 10 y 15%, valores comunes en fibras usadas como biofuerzo. El comportamiento de la humedad en este tipo de secado se describe en la Figura 4-9. El Instituto de Nutrición de Centro América y Panamá afirma que un período de 8 días en un patio de secado es realista, pero depende de las fluctuaciones y condiciones climáticas.

**Figura 4-8:** Secado de café al sol.



Fuente: Tomada de [cafedecolombia.com](http://cafedecolombia.com)

**Figura 4-9:** Reducción en el contenido de humedad de la pulpa de café durante el secado al sol.



Fuente: (Institution of Nutrition of Central America and Panama, 1997)

Se ha registrado el efecto del hidróxido de calcio sobre la pulpa de café. El álcali se adiciona para reducir la humedad de la pulpa, ya que absorbe parte de ella, y así se disminuye el tiempo de secado. Además, sirve como fuente de calcio cuando se usa la pulpa como alimento para cerdos (Institution of Nutrition of Central America and Panama, 1997). El hidróxido no afecta el contenido de cafeína, pero existe una relación inversa con la fibra cruda y la proteína (Institution of Nutrition of Central America and Panama, 1997). En su texto sobre pulpa de café, el INCAP reporta una pérdida de hasta el 24% en fibra luego de tratar la pulpa con  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  al 3% en 16 horas en remojo y luego secada al sol.

#### 4.2.7.2. Mucílago

Rico en carbohidratos y nitrógeno, el mucílago se ubica entre la pulpa y el pergamino, y representa alrededor del 15% en peso del fruto fresco y del 5% en base seca. Es obtenido luego del proceso de fermentación y posterior al desmucilaginado (ver Figura 4-10), quedando como un líquido en suspensión con el 85% de agua (Neu *et al.*, 2016). Está compuesto en cerca de un 64% en peso seco de azúcares reductores (como glucosa, galactosa, fructosa, xilosa, sucrosa) (Rodríguez & Zambrano, 2010) y menos del 1% en fibra (Puerta-Quintero & Ríos-Arias, 2011).

**Figura 4-10:** Mucílago obtenido.



Fuente: Tomado de buencafe.com

La producción media en Colombia es de 768 kg/ha-año y por cada millón de sacos de 60 kg se generan 55.500 toneladas de mucílago fresco. Investigaciones en Colombia y en el mundo han propuesto utilizar este desecho para la producción de biogás, bioetanol, pectinas y ácido láctico (Pérez-Sariñana *et al.*, 2014) (Neu *et al.*, 2016) (Manalo *et al.* 2015), y como alimento para cerdos o fuente de abono (Sarasty, 2012).

#### 4.2.7.3. Endocarpio

Constituido por la película plateada y el pergamino, representa el 4,2% en peso de fruto fresco (Rodríguez & Zambrano, 2010). Actualmente se usa como abono o como combustible directo, con una capacidad calórica de 17,9 MJ/kg (Rodríguez & Zambrano, 2010), y se podría usar como contenido de fibra en alimentos, dado que el 70% es fibra dietaria (Behrouzian *et al.*, 2016), un valor muy superior comparado con otros alimentos como el salvado de trigo (42,35%) o las semillas de linaza (38,6%) (Sánchez & Anzola, 2012). Sus mayores componentes son la celulosa y la hemicelulosa, y sólo contiene un 6% de humedad, convirtiéndose en una potencial materia prima para usarse como biorefuerzo (ver Figura 4-11). El endocarpio, o cisco de café, es el residuo seleccionado para el presente estudio, y se obtiene luego de la trilla.

**Figura 4-11:** Película plateada y pergamino.



Fuente: Elaboración propia.

#### **4.2.7.4. Borra**

Es la fracción insoluble del café tostado y se genera en las fábricas de café soluble. Representa cerca del 10% en peso de fruto fresco (Rodríguez & Zambrano, 2010) y es rica en celulosa. García y Riaño (1999) reportan un contenido cercano al 38% en peso de  $\alpha$ -celulosa, y afirman que se podría usar en la fabricación de papel u otras industrias.

## 5. Metodología

La investigación tiene un enfoque de corte experimental y cuantitativo, que implica el diseño del tratamiento alcalino del cisco de café y de las propiedades mecánicas de los biocompuestos generados. Desde un primer momento se caracterizó el cisco, se clasificó cada laminado según el tratamiento y se obtuvo su comportamiento frente a la tracción y la flexión. Luego se hizo el análisis de la información numérica obtenida y se evaluaron a nivel morfológico las imágenes obtenidas con microscopía, las cuales reafirman los resultados obtenidos con los ensayos mecánicos de los laminados

### 5.1 Zona de evaluación

El tratamiento alcalino y la elaboración de las probetas del material compuesto se realizaron en los Laboratorios de Mecánica de la Universidad Antonio Nariño, sede Neiva, con cisco enviado por la compañía exportadora de café Carcafé Ltda. del municipio de Pitalito, al sur del departamento de Huila. La caracterización química de la fibra tratada fue evaluada por el Laboratorio de Nutriánálisis en Bogotá. La evaluación de las propiedades mecánicas y las imágenes para el análisis morfológico se tomaron en las instalaciones del Sena de Neiva.

### 5.2 Instrumentos

Se usaron unidades de trabajo básicas para la medición de volúmenes, masas y temperaturas, y también otros más especializados para las mediciones mecánicas. Los instrumentos usados se relacionan a continuación:

- Beaker y probetas para la medición de volumen.
- Termómetro de mercurio para la medición de temperatura.
- Balanza analítica para medir los pesos del hidróxido de sodio, la resina y el cisco de café.
- Horno para el secado de la fibra tratada.

- Máquina universal de ensayos mecánicos para realizar las pruebas a tracción y a flexión de las probetas obtenidas.
- Microscopio SEM para morfología de superficies tratadas
- Microscopio para fracturas de tracción.

Los instrumentos para la caracterización del cisco del café luego del tratamiento alcalino estuvieron por cuenta del laboratorio de Nutriánálisis. El autor no tuvo acceso a imágenes del laboratorio ni del proceso de determinación de la composición química de la fibra.

## **6. Fases de la Investigación**

Para la evaluación del impacto del tratamiento alcalino en el cisco del café para su uso como biorefuerzo en biocompuestos con resina de poliéster, se plantearon tres fases consecutivas:

- Fase 1. Documental
  
- Fase 2. Experimental
  
- Fase 3. Analítica

### **6.1 Fase Documental**

Comprende la búsqueda de información de la teoría base y de los antecedentes de la investigación con el fin de determinar las variables de estudio, los resultados obtenidos para otras fibras en estudios similares y las ventajas del estudio para el desarrollo sostenible en la región. En esta fase se identifica el conocimiento necesario para la elaboración del presente trabajo sobre biocompuestos.

### **6.2 Fase Experimental**

En esta fase se realizaron los ensayos para obtener los resultados de la investigación. Está conformada por la obtención de los materiales, el tratamiento alcalino del cisco a diferentes concentraciones, la elaboración de los materiales biocompuestos y la ejecución de los ensayos de propiedades mecánicas.

#### **6.2.1 Materiales**

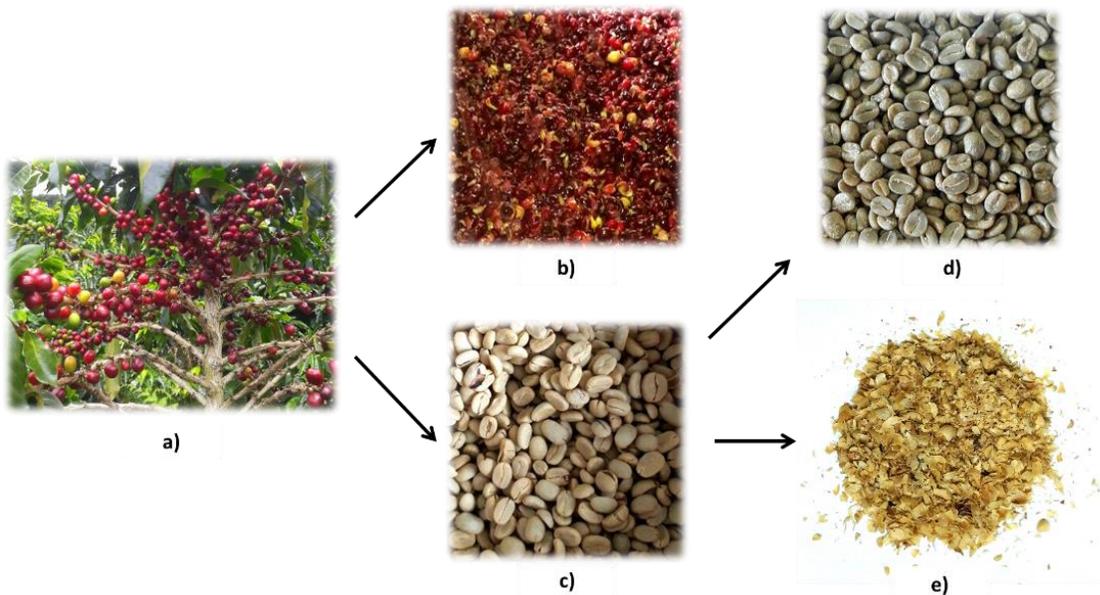
A continuación se relacionan los materiales necesarios para la investigación:

### 6.2.1.1. Cisco

El cisco de café utilizado en esta investigación es de la variedad Colombia, y fue suministrado por la empresa exportadora de café Carcafé Ltda, ubicada en el municipio de Pitalito (Huila). El cisco se originó en diferentes fincas cafeteras de la región, y no tuvo ninguna discriminación en su tamaño.

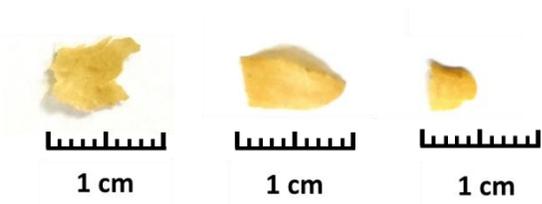
En la Figura 6-1 se aprecia el proceso de obtención del cisco en una de las fincas cafeteras. Inicia con la recolección del fruto (imagen 6-1a), seguido por la descereza donde se retira la cáscara-pulpa (6-1b) del grano cubierto por el pergamino y la película plateada (6-1c). Finalmente se retiran estas coberturas y se obtienen la cereza limpia (6-1d) y el cisco (6-1e). El tamaño promedio del cisco variaba entre 4 y 8 mm de longitud como se registra en la Figura 6-2. Para la investigación no se hizo discriminación en el tamaño de la fibra.

**Figura 6-1:** Esquema general de la obtención del cisco de café.



Fuente: Elaboración propia.

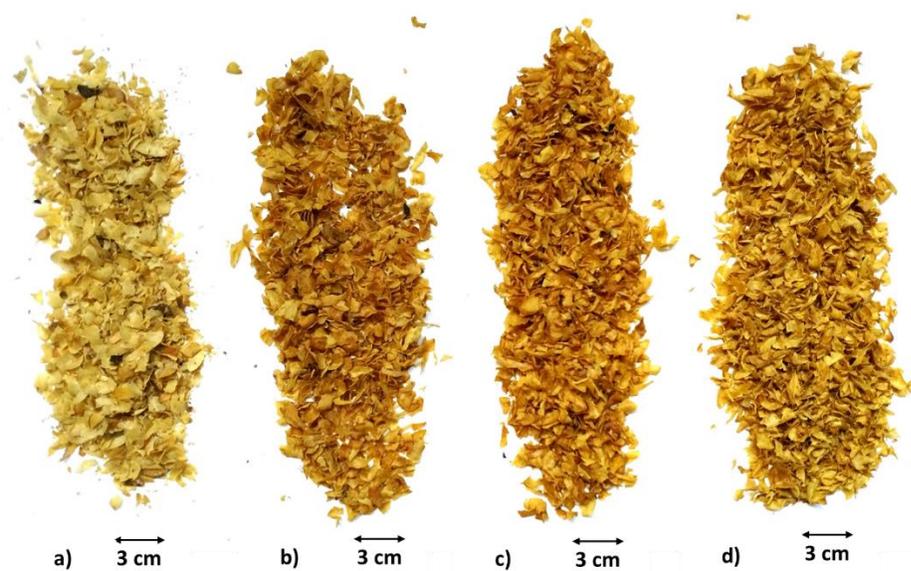
**Figura 6-2:** Muestras del tamaño del cisco usado en la investigación.



Fuente: Elaboración propia

El cisco fue tratado con hidróxido de sodio al 5%, 10% y 15% masa/volumen durante 30 minutos a temperatura ambiente en una razón 1:10 en peso de fibra-solución. Para esto se prepararon primero las soluciones alcalinas (10 kg de cada una) y luego se sumergió 1 kg de fibra en cada una, agitando inicialmente para garantizar el remojo de todo el cisco, y luego dejando la mezcla en reposo. Al cabo de la media hora se retiraron las muestras de cisco y se lavaron con agua destilada para remover el exceso de álcali hasta que el pH se regulara en 7, y se secaron en un horno a 50°C durante 5 h. Una muestra de cisco sin tratar también se sometió al secado en el horno.

**Figura 6-3:** Muestras del cisco seco utilizado para elaborar los biocompuestos.



Fuente: Elaboración propia.

La apariencia del cisco obtenido se ilustra en la Figura 6-3: la imagen a) es el cisco sin tratar, la b) es con 5% NaOH, la c) con 10% y la d) con 15%. Nótese la diferencia de colores, producto del efecto del hidróxido en la composición y la estructura de la fibra, las cuales son analizadas en el siguiente capítulo. Una vez seco, el cisco se almacenó en bolsas plásticas selladas para evitar la contaminación con la humedad del ambiente, la cual afectaría la adherencia con la resina, como se observa en la Figura 6-4.

**Figura 6-4:** Muestras del cisco seco en bolsas selladas.



Fuente: Elaboración propia.

#### 6.2.1.2. Matriz polimérica

Como matriz que soportó el cisco, se seleccionó la resina de poliéster Cristalán 856, suministrada por Químicos S.A.S. de la ciudad de Neiva. Para acelerar su curado se empleó el catalizador MEK peróxido, adicionado en una cantidad de 1.2% en peso de la resina. Se usó esta resina termoplástica por su fácil manipulación y porque su curado no necesita altas temperaturas. Se emplean principalmente para la elaboración de bañeras y toboganes luego de mezclarlo con fibra de vidrio.

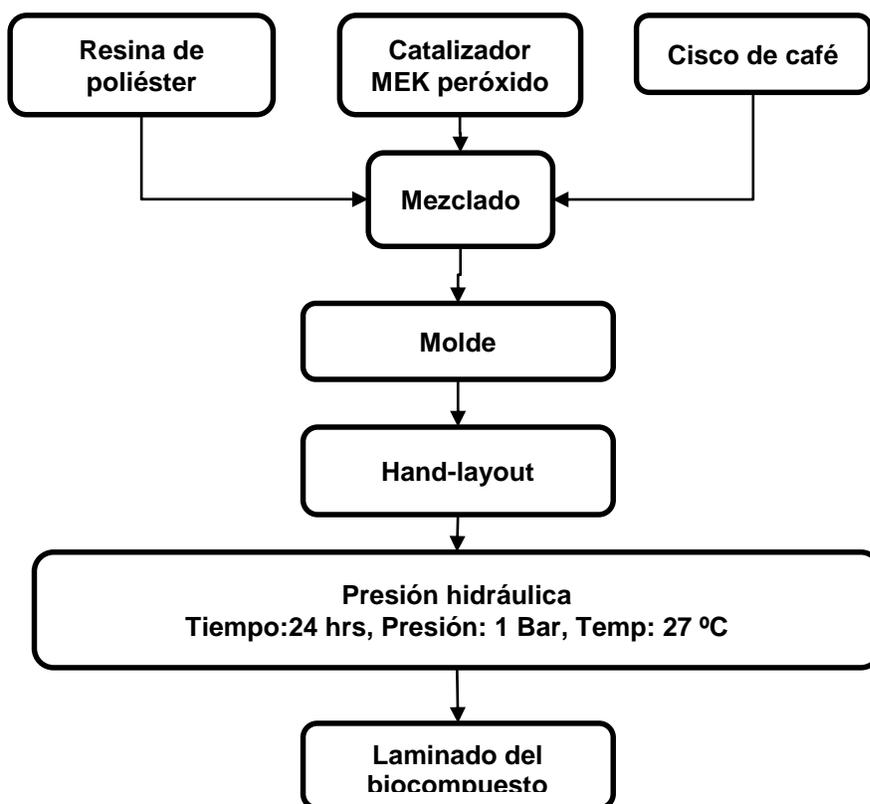
#### 6.2.1.3. Elaboración de laminados

Los laminados del biocompuesto, de 520 mm x 140 mm, se prepararon con la técnica de *hand-layout* o moldeo por contacto, como se describe en la Figura 6-5. En un primer momento se mezclaron la resina junto con el catalizador. Luego se adicionaron 300 g de cisco de café hasta homogenizar la mezcla y se colocó dentro del molde. Se acomodó la

mezcla de manera uniforme con la mano y se comprimió con una prensa hidráulica por 24 h, 1 bar y a temperatura ambiente de 27°C.

En total se prepararon 8 láminas como las que se observan en la Figura 6-6, de a dos (2) láminas para cada concentración. Se identificaron de acuerdo al código numérico: XX-X. Los primeros dos números indican la concentración de NaOH usado en el tratamiento, y el siguiente número indica la muestra de la lámina. Por ejemplo, el laminado 1 con cisco tratado al 5% de NaOH se llamará 05-1; o el laminado 2 con cisco tratado al 15% NaOH será 15-2. Luego de la preparación se pesó cada lámina y se determinaron las fracciones másicas de fibra y de resina en cada una, dado que se conocía el peso de cisco, tal como se observa en la Tabla 6-1.

**Figura 6-5:** Flujo de proceso para la elaboración del biocompuesto cisco-resina de poliéster.

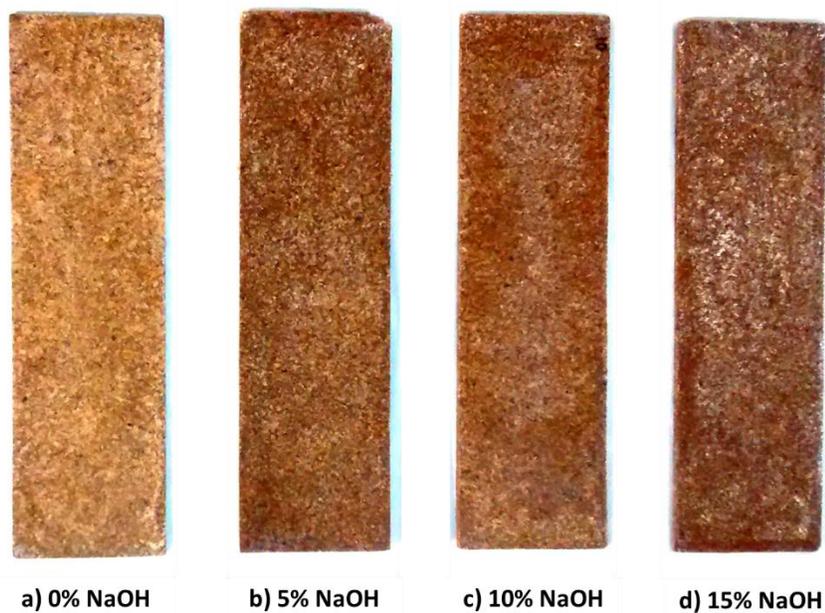


Fuente: Elaboración propia.

**Tabla 6-1:** Masa y fracciones másicas de los laminados de biocompuesto preparados

Lámina	Masa (g)	Masa (g)		Fracción másica	
		Fibra	Resina	Fibra	Resina
00-1	852	300	552	0,35	0,65
00-2	779	300	479	0,39	0,61
05-1	1077	300	777	0,28	0,72
05-2	937	300	637	0,32	0,68
10-1	1071	300	771	0,28	0,72
10-2	936	300	636	0,32	0,68
15-1	1007	300	707	0,30	0,70
15-2	961	300	661	0,31	0,69

Fuente: Elaboración propia.

**Figura 6-6:** Muestra de laminados obtenidos.

Fuente: Elaboración propia.

El promedio del porcentaje másico de fibra en los biocompuestos fabricados fue del 32%. Por su parte, la fracción volumétrica de la fibra se calculó usando la Ecuación 6.1.

$$V_f = 1 - \frac{M \times W_m}{\rho_m V} \quad (6.1)$$

Donde  $M$  y  $V$  son el peso y el volumen de la lámina,  $W_m$  es la fracción másica de la matriz y  $\rho_m$  es la densidad de la resina. La fracción volumétrica promedio de fibra fue 0.35 para los laminados.

### 6.2.2 Análisis químico

Algunas muestras de las fibras tratadas fueron enviadas al Laboratorio de Nutriánálisis en Bogotá para determinar el porcentaje de humedad, usando el método 930.15 de la AOAC Internacional (Asociation of Official Analytical Chemists), y los porcentajes de celulosa, hemicelulosa y lignina con la secuencia Van Soest del Agriculture Handbook No. 379. La cantidad de humedad presente en la fibra es importante dado que la resina de poliéster es hidrofóbica, y por ende se debe evitar la presencia de agua porque influye de forma negativa en la adherencia fibra-matriz. Con los porcentajes de polisacáridos se observa la efectividad de la mercerización en la degradación y retiro parcial de la hemicelulosa y de la lignina en la estructura de la fibra.

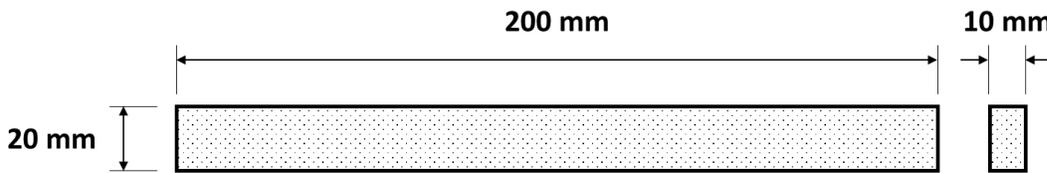
### 6.2.3 Pruebas de tracción

Las propiedades de tracción de los biocompuestos se evaluaron usando la máquina universal para ensayos mecánicos TINIUS OLSEN 50ST disponible en el Centro de Servicios Tecnológicos del SENA en Neiva. Las pruebas se realizaron bajo la guía de la norma ASTM D3039 de 2014, con una capacidad de carga de 50 kN y una velocidad de la cruceta de 2 mm/min.

Dado que los materiales compuestos no son siempre uniformes, la norma recomienda repetir los ensayos mínimo cinco (5) veces y promediar los resultados. Siguiendo la

recomendación, se utilizaron cinco (5) probetas de cada tratamiento (en total 20: 5 sin NaOH, y 5 para 5%, 10% y 15%). Se identificaron de acuerdo al código alfa-numérico: XX-X-XX. Los primeros dos números indican la concentración de NaOH usado en el tratamiento, el siguiente número indica la muestra de la lámina y los otros términos son el número del espécimen junto con la letra T o F, significando tracción o flexión respectivamente. Así, la probeta 2, del laminado 1, con cisco tratado al 5% de NaOH y destinado al ensayo de tracción se llamará 05-1-1F; la probeta 5, del laminado 2 con cisco tratado al 15% NaOH y destinado al ensayo de flexión será 15-2-5F, y así sucesivamente. Las medidas promedio de las probetas para este ensayo se muestran en la Figura 6-7 y el corte en la Figura 6-8.

**Figura 6-7:** Dimensiones promedio de las probetas para los ensayos de tracción.



Fuente: Elaboración propia.

**Figura 6-8:** Corte de probetas a partir de las láminas fabricadas.



Fuente: Elaboración propia.

Una imagen de las pruebas se puede observar en la Figura 6-9. Cada probeta se ajustó en los dientes de la máquina (los cuales sostienen la probeta en los extremos y la estiran) y se le colocó un extensómetro, el cual registraba la deformación sufrida por el material compuesto mientras la duración del ensayo. Los datos registrados en los ensayos fueron el tiempo, la deformación (en mm/mm) y la fuerza axial (en N) ejercida sobre el material.

**Figura 6-9:** Montaje del ensayo de tracción de la probeta 00-2-3T.



Fuente: Elaboración propia.

La máquina universal para ensayos mecánicos registró la información de las pruebas en función del tiempo (en intervalos  $i$ ), los cuales fueron utilizados para calcular las propiedades de tracción de acuerdo a lo consignado en la norma ASTM D3039. Las ecuaciones principales son:

- *Esfuerzo a tracción:*

$$\sigma_i = P_i/A \quad (6.2)$$

Donde  $\sigma$  es el esfuerzo de tracción en el momento  $i$  en MPa,  $P_i$  es la fuerza en el momento  $i$  en Newton, y  $A$  es el área promedio de la sección transversal de la probeta en  $\text{mm}^2$ . Para poder comparar con otros materiales compuestos, esta propiedad se evalúa de forma específica. Esta propiedad específica se define como la propiedad extensiva sobre la densidad del material, y su unidad es  $\text{MPa} / \text{g cm}^{-3}$ .

- *Deformación a tracción:*

$$\varepsilon_i = \delta_i / L_g \quad (6.3)$$

Donde  $\varepsilon_i$  es la deformación por tracción en  $\mu\varepsilon$ ,  $\delta_i$  es el desplazamiento del extensómetro en el momento  $i$  en mm y  $L_g$  es la longitud del calibre del extensómetro en mm. Esta microdeformación también se puede registrar en mm/mm.

- *Módulo de elasticidad a tracción:*

$$E = \Delta\sigma / \Delta\varepsilon \quad (6.4)$$

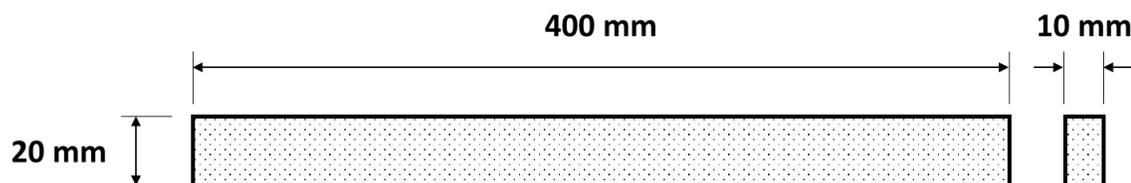
Donde  $E$  es el módulo de elasticidad en GPa,  $\Delta\sigma$  es la diferencia en la tensión de tracción aplicada entre los dos puntos de deformación en MPa y  $\Delta\varepsilon$  es la diferencia entre los dos puntos de deformación. También se puede evaluar de forma específica para comparar con otros biocompuestos. Esta propiedad específica se define como la propiedad extensiva sobre la densidad del material, y su unidad es  $\text{GPa} / \text{g cm}^{-3}$ .

## 6.2.4 Pruebas de flexión

Las pruebas de flexión se llevaron a cabo en un arreglo de tres (3) puntos usando la misma máquina de ensayos mecánicos bajo la norma ASTM D790 de 2015 con una celda de carga de 250 kN y manteniendo un span de 40:1. De igual manera se cortaron cinco (5) probetas para cada tratamiento y se siguió el mismo protocolo para identificarlos que las

pruebas de tracción. La diferencia es la letra final, usando F en lugar de T. Las medidas promedio de las probetas fueron:

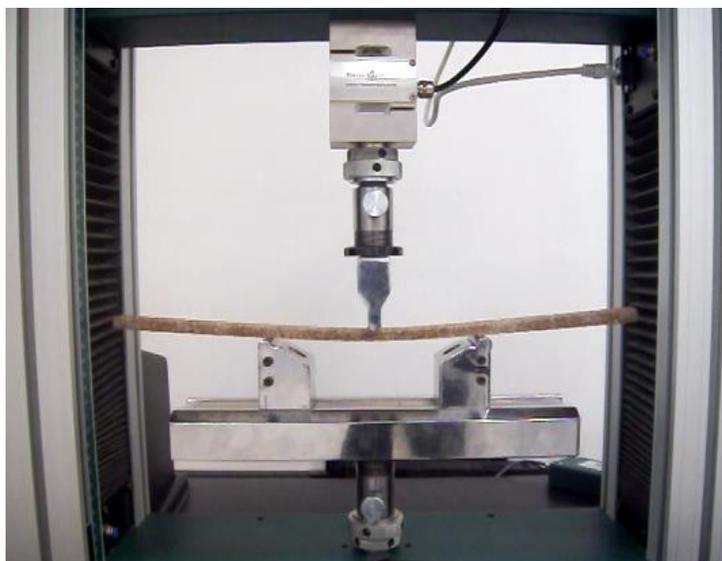
**Figura 6-10:** Dimensiones promedio de las probetas para los ensayos de flexión.



Fuente: Elaboración propia.

En la Figura 6-11 se observa el ejemplo de un montaje para la prueba de flexión. La probeta descansa sobre un soporte de dos puntos, mientras una tercera superficie presiona en el centro del espécimen hacia abajo. Los datos registrados en los ensayos eran el tiempo en s, la fuerza en N y el desplazamiento axial en mm.

**Figura 6-11:** Montaje del ensayo de flexión de la probeta 00-1-1F.



Fuente: Elaboración propia.

Los datos quedaron registrados y con ellos se calcularon las propiedades de flexión consignadas en la norma ASTM D790 utilizando las siguientes ecuaciones:

- *Esfuerzo a flexión:*

$$\sigma_f = 3PL/2bd^2 \quad (6.5)$$

Donde  $\sigma_f$  es el esfuerzo en las fibras más externas en el punto medio en MPa,  $P$  es la carga en un punto determinado de la curva en N,  $L$  es la extensión del soporte en mm,  $b$  el ancho de la probeta en mm, y  $d$  la altura de la probeta en mm. Para poder comparar con otros materiales compuestos esta propiedad se expresa de forma específica, es decir, en MPa/g cm<sup>-3</sup>.

- *Deformación a flexión:*

$$\varepsilon_f = 6Dd/L^2 \quad (6.6)$$

Donde  $\varepsilon_f$  es la deformación en la superficie más externa en mm/mm,  $D$  es la deflexión máxima en el centro de la probeta en mm,  $d$  y  $L$  son las mismas de la ecuación anterior.

- *Módulo de elasticidad a flexión:*

$$E_B = L^3m/4bd^3 \quad (6.7)$$

Donde  $E_B$  es el módulo de elasticidad en MPa,  $m$  es la pendiente de la tangente a la porción de línea recta inicial de la curva de carga-deformación en N/mm,  $L$ ,  $b$  y  $d$  son las mismas antes descritas. También se expresa de forma específica como MPa/g cm<sup>-3</sup>.

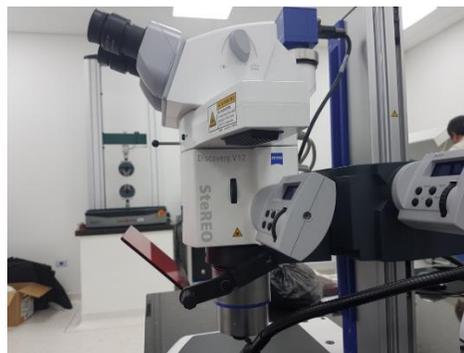
## 6.2.5 Análisis morfológico

Para comprender mejor el efecto del tratamiento alcalino sobre el cisco, las superficies de las fibras, sin tratamiento y con 15% de NaOH, se observaron en el microscopio de escaneo electrónico NeoScope JCM 5000 marca JEOL de las instalaciones de Tecnoacademia del SENA en Neiva a 10 kV. Para la toma de imágenes se recubrieron previamente las fibras con una capa de oro por 180 segundos en la máquina Cressington Sputter Coater 108auto. Además, la morfología del daño por tracción fue evaluada usando el microscopio Zeiss SteREO Discovery.V12 del Centro de Servicios Tecnológicos del SENA en una escala de 2 mm.

**Figura 6-12:** Muestra de los microscopios usados para obtener las imágenes para el análisis morfológico.



a) SEM NeoScope JCM 5000 marca JEOL



b) microscopio Zeiss SteREO Discovery.V12

Fuente: Tomado de ryfag.ch

## 6.3 Fase Analítica

A partir de los resultados obtenidos en la fase anterior, en esta última fase se organizó la información según los siguientes tres (3) grupos:

- Composición del cisco de café
- Efecto del tratamiento alcalino en las propiedades mecánicas
- Análisis morfológico

La información se organizó en gráficos y tablas que permitieron comparar el comportamiento de las propiedades mecánicas frente al tratamiento alcalino, obtener ecuaciones de tendencia de estas propiedades y señalar los beneficios del tratamiento del cisco de café con NaOH para ser usado como biofuerzo en materiales susceptibles de mejorar la calidad de vida de los productores y reducir la carga ambiental en la región. Las imágenes se presentan de forma lógica para comprender mejor el efecto de la mercerización.

## 7. Resultados y Análisis

En el siguiente segmento se presentan los resultados obtenidos simultáneamente con el análisis de la información, comparando con investigaciones previas y generando nuevo conocimiento frente al manejo de una fibra que no reporta usos como biorefuerzo en materiales compuestos.

### 7.1 Composición del cisco de café

Con los ensayos realizados en el Laboratorio de Nutriánálisis, se obtuvieron los siguientes resultados de porcentajes en peso para cada muestra de cisco utilizado:

**Tabla 7-1:** Análisis químico del cisco de café

Tratamiento	% Humedad	% Celulosa	% Hemicelulosa	% Lignina
0 %	1.18	58.00	14.15	21.02
5 %	3.03	57.26	12.10	23.58
10 %	2.76	60.42	11.45	23.33
15 %	2.36	59.88	11.33	22.94

Fuente: Elaboración propia.

De acuerdo a la composición tabulada en la Tabla 7-1, la alquilación removió parcialmente el contenido de hemicelulosa hasta un 20% en su contenido, sin cambiar significativamente entre el tratamiento al 10% y al 15% de álcali. Por el contrario, el contenido de lignina casi no varió, como lo reportan algunos trabajos de investigación previos (Faruk *et al.*, 2012) (Pickering *et al.*, 2016) (Cai *et al.*, 2016). Sin embargo otros trabajos que estudiaron fibras diferentes, reportan resultados con la misma tendencia obtenida en la presente investigación. Por ejemplo, Ray *et al.* (2001) sometieron fibras de yute a una solución de NaOH al 5% a diferentes tiempos de inmersión: 0, 2, 4, 6 8 horas. Al aumentar el tiempo de inmersión se prolongó la exposición de la fibra al hidróxido y por tanto se presentaría una mayor degradación en sus componentes, como si hubiese estado expuesto a una mayor concentración de NaOH. Ray *et al.* (2001) reportan una reducción de hemicelulosa

hasta las 2 h, luego del cual su contenido permaneció constante, mientras que la celulosa y la lignina nunca variaron. En la misma tendencia, Qin *et al.* (2008) reportan en su estudio solamente la reducción en el contenido de hemicelulosa en soluciones alcalinas y no la remoción de los otros polisacáridos.

Además, se puede observar que el contenido de celulosa cambió ligeramente debido a que la mercerización solamente reordenaba las largas cadenas de celulosa I (de conformación paralela) a celulosa II (de conformación no paralela) (Qin *et al.*, 2008). La secuencia Van Soest utilizada en el laboratorio para determinar el contenido de los polisacáridos no permite discriminar entre estos dos tipos de celulosa, por tanto se podrá inferir el reordenamiento a partir de la evaluación de las propiedades mecánicas de los biocompuestos, dado que ambas celulosas presentan comportamientos diferentes

## **7.2 Efecto del tratamiento alcalino sobre las propiedades mecánicas**

Como se mencionó en el marco teórico, el tratamiento alcalino puede mejorar las propiedades mecánicas de los biocompuestos modificando principalmente la superficie de las fibras (Pickering *et al.*, 2016). Esto se puede evidenciar en el mejoramiento del esfuerzo específico o en la tenacidad, tal como se referencia en numerosas investigaciones. Todos estos trabajos previos han demostrado que existen concentraciones óptimas de hidróxido para alcanzar las propiedades más altas, las cuales dependen de la fibra y sus condiciones de manufactura (Manalo *et al.*, 2015). Por ejemplo, Manalo *et al.* (2015) reportan 6% en volumen para bambú (3 h de tratamiento, lavado con agua destilada, resina de poliéster), Misra *et al.* (2002) reportan 10% para sisal, Lopattananon *et al.* (2008) reportan 7% para hojas de piña, Li *et al.* (citados por Kabir *et al.*, 2012) reportan 4% para sisal, Gomes *et al.* (2007) reportan 10% en peso para fibras de curaua, Saha *et al.* (2010) un 0.5% para yute, Hossain *et al.* (2014) reportan 5% para fibras de caña de azúcar y Cai *et al.* (2015) un 5% para fibras de abacá, entre otros. Con el cisco del café no se encuentran datos de este estilo, pero con la presente investigación se podría dar una idea de la concentración óptima del tratamiento.

La porosidad presente de forma inherente en la estructura de las fibras naturales también juega un papel importante en los biocompuestos. Al degradar una parte de la estructura fibrosa, la alquilación genera más espacios vacíos que podrían ser penetrados por la resina y mejorar el desempeño mecánico (Rong *et al.*, 2001), dado que habrá una mayor sinergia entre los dos componentes, y las cargas tendrán una mejor distribución.

A continuación se describe el comportamiento obtenido de cada una de las propiedades que se pueden calcular con los ensayos realizados. La tabla general con los resultados detallados se puede leer en el Anexo C.

### 7.2.1 Esfuerzo específico máximo

- *Esfuerzo máximo a tracción*

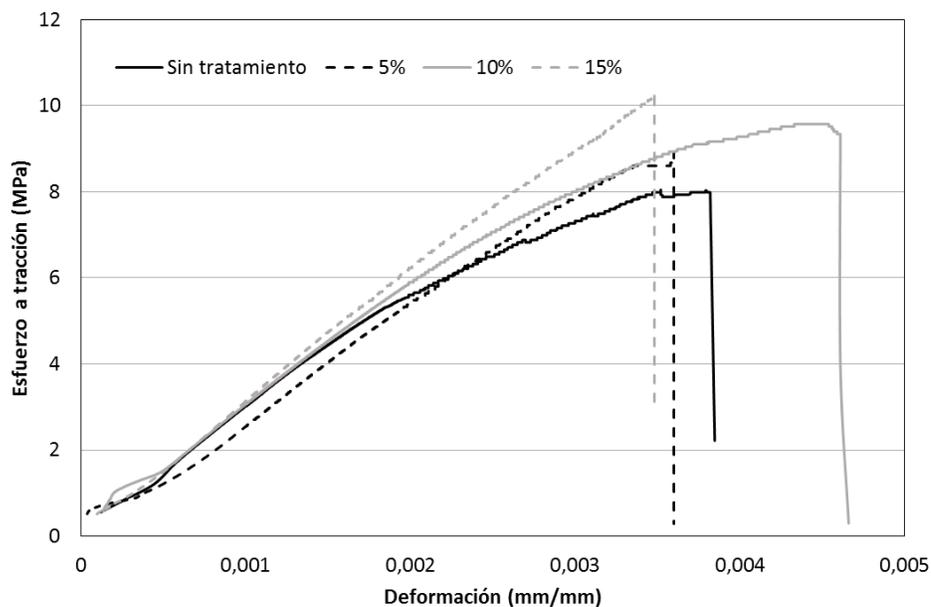
Aplicando la Ecuación 6.2 con los datos obtenidos para cada probeta, se calcularon los valores del esfuerzo vs. deformación. Llevando esta información a gráficas, se obtienen las curvas típicas que se observan en la Figura 7-1 para las tres concentraciones estudiadas (5%, 10% 15% NaOH) y la fibra sin tratar. Las probetas con cisco sin tratar presentaron como máximo esfuerzo un promedio de 8.00 MPa, con 5% NaOH fue 8.93 MPa, con 10% fue 9.77 MPa y con 15% de 10.71 MPa.

Las curvas sin tratamiento se caracterizaron por tener un comportamiento cóncavo, propio de materiales que presentan ductilidad. A medida que aumenta la concentración de álcali, las curvas tienden a ser más lineales, perdiendo esta ductilidad y adquiriendo un carácter elástico, propio de los materiales frágiles. Este cambio en el perfil es un indicio del cambio en la superficie de la fibra que permitió la penetración de la resina en los poros de la fibra, de tal forma que el biocompuesto comenzó a comportarse como si fuese resina, la cual es un material quebradizo y frágil.

Dividiendo los valores en las densidades correspondientes a cada probeta se obtienen los valores específicos que se pueden leer en la Tabla 7-2 y su gráfica de tendencia creciente en la Figura 7-2 (b). Este comportamiento fue el esperado, debido al incremento en la rugosidad de la superficie de la fibra por la mercerización lo que mejora la adherencia entre

los dos componentes, y por tanto las propiedades a tracción. Por ejemplo a una concentración de 15% de NaOH, el esfuerzo específico máximo aumentó un 36.3% con respecto al biocompuesto con fibra sin tratar, siendo esta la mayor diferencia positiva.

**Figura 7-1:** Curvas típicas de Esfuerzo a tracción-deformación obtenidas del material compuesto cisco de café – resina de poliéster



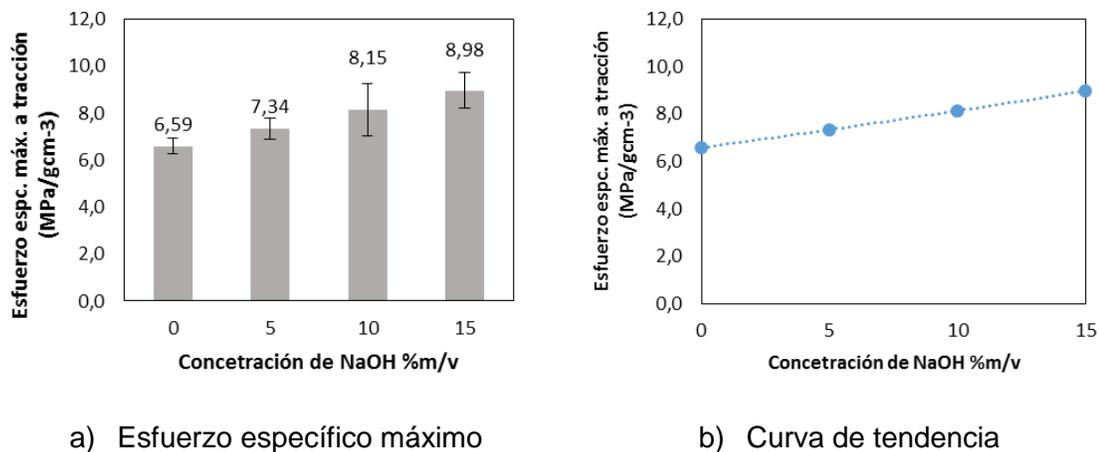
Fuente: Elaboración propia

**Tabla 7-2:** Esfuerzo específico máximo a tracción de los biocompuestos

Concentración de NaOH	Esfuerzo espec. máx (Mpa/g cm <sup>-3</sup> )		
	Valor	% dif	Desv Est
0	6,59	0,00	0,33
5	7,34	11,39	0,45
10	8,15	23,70	1,11
15	8,98	36,30	0,75

Fuente: Elaboración propia.

**Figura 7-2:** Esfuerzo específico máximo a tracción en función de la concentración de NaOH.



a) Esfuerzo específico máximo

b) Curva de tendencia

Fuente: Elaboración propia

Una ecuación empírica que relacione el esfuerzo específico máximo a tracción (EEMT) con la concentración de NaOH se puede obtener usando la mejor curva de ajuste, prefiriendo una ecuación polinómica a una lineal, dado que la concentración de tratamiento debe tener un máximo como lo indica la literatura. La relación polinómica se puede escribir como:

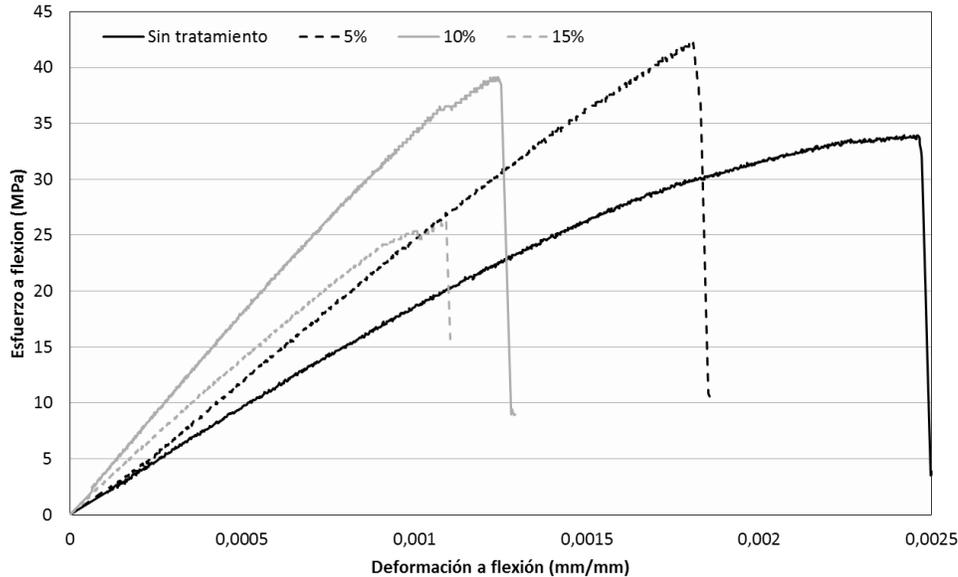
$$EEMT = 0.0008 X^2 + 0.1478 X + 6.5836 \quad (7.1)$$

▪ *Esfuerzo máximo a flexión*

Aplicando la ecuación 6.5 con los datos obtenidos para cada probeta, se obtuvieron los valores del esfuerzo vs. deformación. Llevando esta información a gráficas, se obtienen las curvas típicas que se observan en la Figura 7-3 para las tres concentraciones estudiadas (5%, 10% 15% NaOH) y la fibra sin tratar. Las probetas con cisco sin tratar presentaron como máximo esfuerzo un promedio de 33.63 MPa, con 5% NaOH fue 42.60 MPa, con 10% fue 39.94 MPa y con 15% de 28.10 MPa.

Las curvas a flexión presentan un comportamiento similar a las obtenidas a tracción. La curva sin tratamiento presenta una tendencia cóncava, y presentan un perfil lineal con la fibra tratada propio de materiales frágiles e indicando la sinergia entre los dos componentes del biocompuesto y el efecto de la alquilación en la adherencia.

**Figura 7-3:** Curvas típicas de Esfuerzo a flexión-deformación obtenidas del material compuesto cisco de café – resina de poliéster



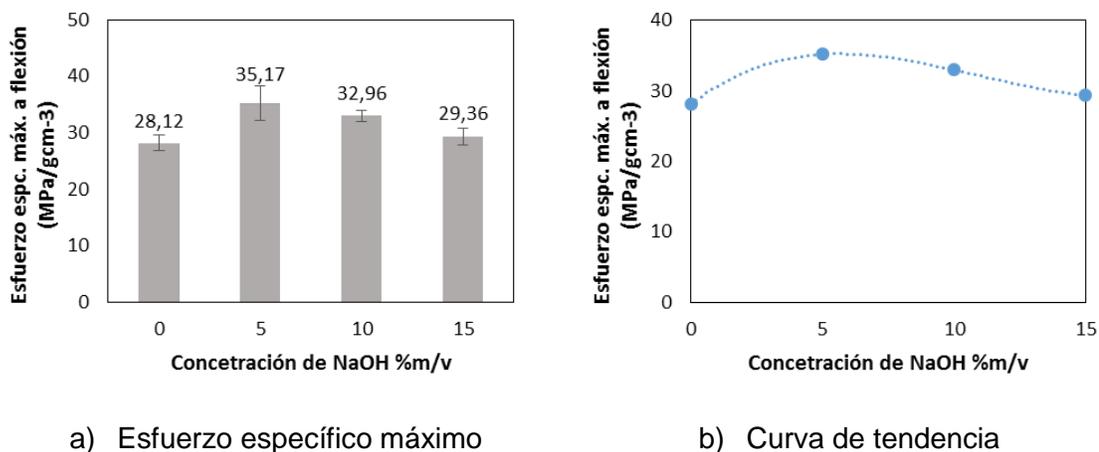
Fuente: Elaboración propia.

Dividiendo los valores de esfuerzo máximo en las densidades de cada probeta, se obtienen los valores promedio de la Tabla 7-3 y su gráfica de tendencia en la Figura 7-4 (b). Para el rango de concentración manejada, esta propiedad presenta un valor máximo de 35.17 MPa a 5% NaOH, lo que representa un incremento de 25.10% comparado con el biocompuesto sin tratamiento. Con 10% y 15% NaOH el esfuerzo específico sigue siendo superior al material sin tratar, sin embargo exhibe una tendencia decreciente que indica una disminución en la transferencia de carga de la matriz a la fibra debido a la degradación de las largas cadenas de celulosa por la mercerización (Manalo *et al.*, 2015). Esta degradación hace referencia a la conversión en la conformación de celulosa I a celulosa II. Pero a pesar de la disminución en el esfuerzo, el valor de esta propiedad mejoró por el tratamiento. La literatura indica que las propiedades mecánicas dependen principalmente de la adhesión fibra-matriz, por tanto se puede concluir que el tratamiento reformó el enlace del cisco y la resina de poliéster.

**Tabla 7-3:** Esfuerzo específico máximo a flexión de los biocompuestos

Concentrac. NaOH	Esfuerzo espec. máx (Mpa/g cm <sup>-3</sup> )		
	Valor	% dif	Desv Est
0	28.12	0.00	1.39
5	35.17	25.10	3.09
10	32.96	17.24	1.03
15	29.36	4.44	1.46

Fuente: Elaboración propia.

**Figura 7-4:** Esfuerzo específico máximo a flexión en función de la concentración de NaOH.

Fuente: Elaboración propia

Una ecuación empírica que relacione el esfuerzo específico máximo a flexión (EEMF) con la concentración de NaOH se puede obtener usando la mejor curva de ajuste. La relación polinómica se puede escribir como:

$$EEMF = 0.0105 X^3 - 0.343 X^2 - 2.8634 X + 28.115 \quad (7.2)$$

## 7.2.2 Módulo específico

### ▪ Módulo específico a tracción

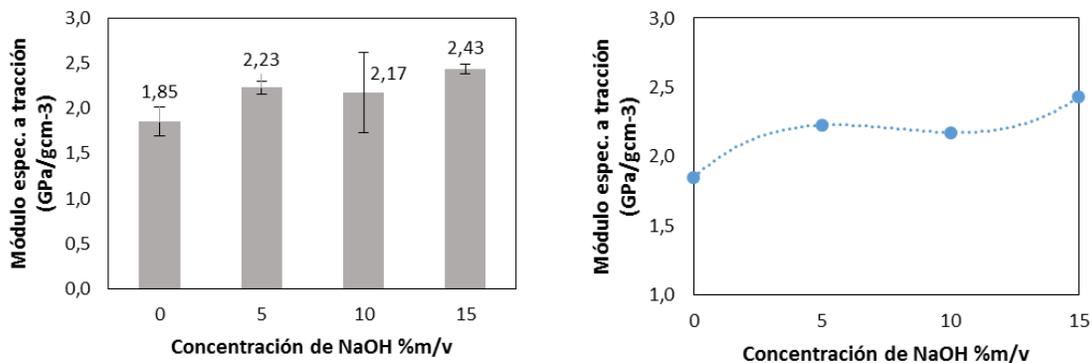
Los valores promedios obtenidos de los ensayos se muestran en la Tabla 7-4 y la Figura 7-5 muestra el comportamiento del módulo específico a tracción. La literatura reporta que el módulo de Young de la celulosa II es inferior a la celulosa I (Gomes *et al.*, 2007). Sin embargo, con el tratamiento alcalino el módulo se incrementó hasta un 31.55% con 15% de NaOH comparando con el biocompuesto sin tratamiento. Este fenómeno indica una mejora en la rigidez del material (Rong *et al.*, 2001) con la mercerización, sugiriendo un mayor enlace entre la fibra y la matriz.

**Tabla 7-4:** Módulo específico a tracción de los biocompuestos

Concentración de NaOH	Módulo espec. (GPa/g cm <sup>-3</sup> )		
	Valor	% dif	Desv Est
0	1.85	0.00	0.16
5	2.23	20.38	0.07
10	2.17	17.57	0.44
15	2.43	31.55	0.06

Fuente: Elaboración propia.

**Figura 7-5:** Módulo específico a tracción en función de la concentración de NaOH.



a) Módulo específico

b) Curva de tendencia

Fuente: Elaboración propia

Una ecuación empírica que relacione el módulo específico a tracción (MET) con la concentración de NaOH se puede obtener usando la mejor curva de ajuste. La relación polinómica se puede escribir como:

$$MET = 0.001 X^3 - 0.0234 X^2 + 0.1676 X + 1.8493 \quad (7.3)$$

▪ *Módulo específico a flexión*

Los valores promedios obtenidos de los ensayos se muestran en la Tabla 7-5 y la Figura 7-6 muestra el comportamiento del módulo específico a flexión. Al igual que en la tracción, esta propiedad presenta un comportamiento ascendente con la concentración del tratamiento, indicando una mejora en la adherencia fibra-matriz y un aumento en la rigidez del biocompuesto. El máximo valor se obtuvo con 15% NaOH, incrementando en un 146.96% de diferencia con las muestras sin tratamiento.

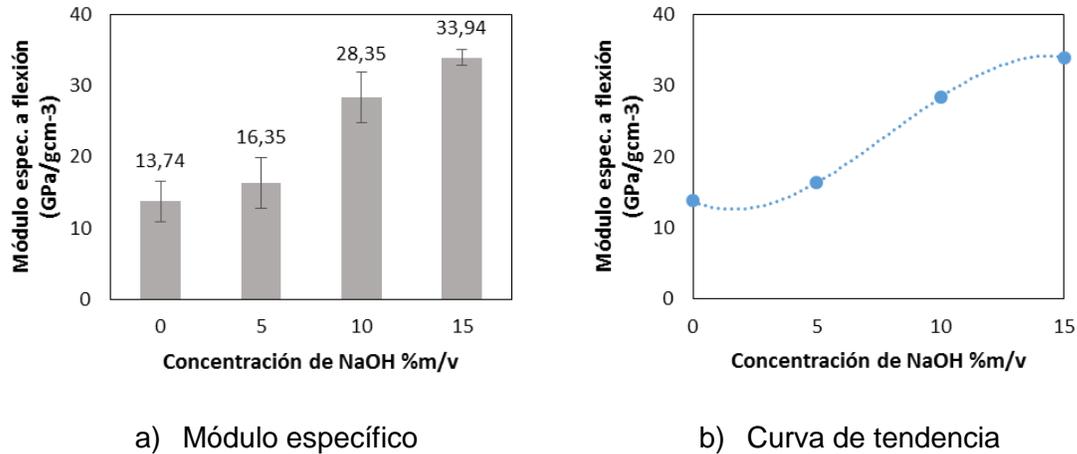
**Tabla 7-5:** Módulo específico a flexión de los biocompuestos

Concentración de NaOH	Módulo espec. (GPa/g cm <sup>-3</sup> )		
	Valor	% dif	Desv Est
0	13.74	0.00	2.83
5	16.35	18.96	3.56
10	28.35	106.27	3.51
15	33.94	146.96	1.14

Fuente: Elaboración propia.

Una ecuación empírica que relacione el módulo específico a flexión (MEF) con la concentración de NaOH se puede obtener usando la mejor curva de ajuste. La relación polinómica se puede escribir como:

$$MEF = -0.0211 X^3 + 0.5039 X^2 - 1.4719 X + 13.743 \quad (7.4)$$

**Figura 7-6:** Módulo específico a flexión en función de la concentración de NaOH.

a) Módulo específico

b) Curva de tendencia

Fuente: Elaboración propia

### 7.2.3 Tenacidad específica

Esta propiedad se define como la energía específica consumida por el biocompuesto antes de presentar fractura por tracción o flexión. Se determina calculando el área bajo la curva de esfuerzo vs. deformación y dividiendo en la densidad del material. Para la presente investigación se ajustan todas las curvas a una relación polinómica de tercer orden, y se integran de forma definida. La unidad resultante será J/g.

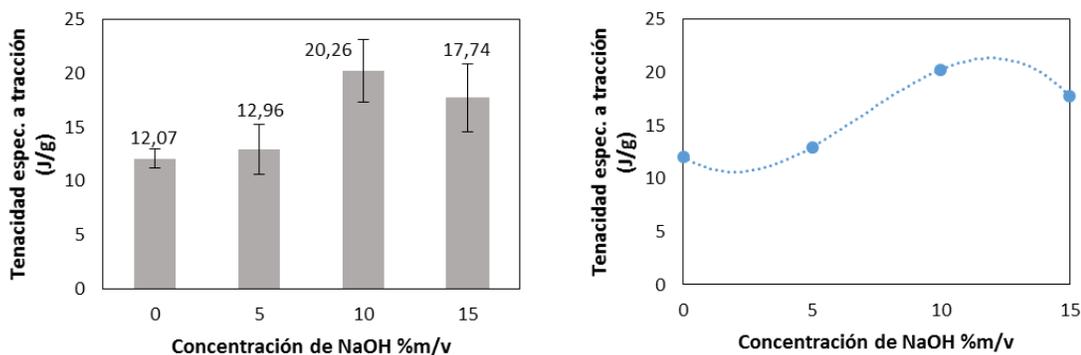
- *Tenacidad específica a tracción*

Los valores promedio obtenidos de los ensayos se muestran en la Tabla 7-6 y la Figura 7-7 muestra el comportamiento de la tenacidad específica a tracción. El valor más alto de tenacidad se alcanza con el tratamiento 10% NaOH, incrementándose un 67.85% con respecto al biocompuesto sin tratar. Luego, a 15% NaOH, la tenacidad específica decreció, aunque seguía siendo mayor en un 47.02%. Estos resultados superiores al biocompuesto con fibra no mercerizada indican que el tratamiento incrementó la estabilidad estructural a la tracción, haciendo que el nuevo material se comportara como una fase homogénea, coincidiendo con la mejora en el acople fibra-matriz.

**Tabla 7-6:** Tenacidad específica a tracción de los biocompuestos

Concentración de NaOH	Tenacidad específica (J/g)		
	Valor	% dif	Desv Est
0	12.07	0.00	0.89
5	12.96	7.41	2.33
10	20.26	67.85	2.89
15	17.74	47.02	3.18

Fuente: Elaboración propia.

**Figura 7-7:** Tenacidad específica a tracción en función de la concentración de NaOH.

a) Tenacidad específica

b) Curva de tendencia

Fuente: Elaboración propia

Una ecuación empírica que relacione la tenacidad específica a tracción (TET) con la concentración de NaOH se puede obtener usando la mejor curva de ajuste. La relación polinómica se puede escribir como:

$$TET = -0.0216 X^3 + 0.4522 X^2 - 1.5419 X + 12.07 \quad (7.5)$$

- *Tenacidad específica a flexión*

Los valores promedios obtenidos de los ensayos se muestran en la Tabla 7-7 y la Figura 7-8 muestra el comportamiento de la tenacidad específica a flexión. Contrario a lo sucedido en la tracción, en este caso la tenacidad presenta una tendencia decreciente, teniendo su

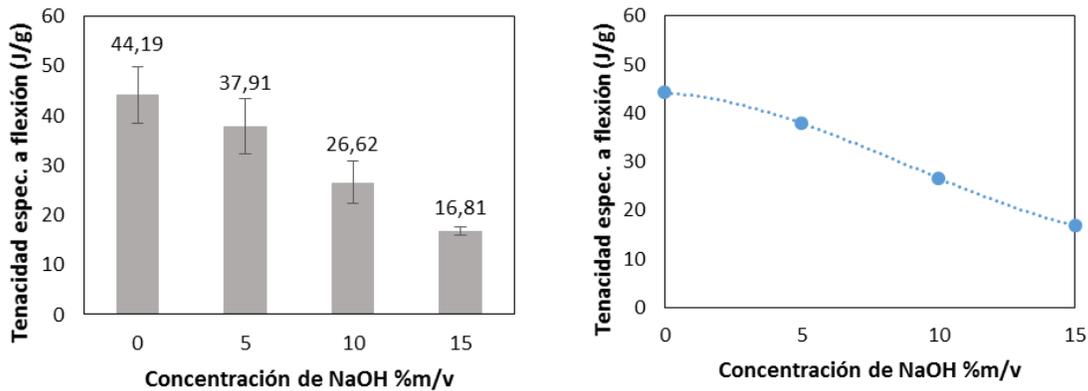
menor valor a 15% NaOH, siendo solamente 61.95% del valor sin tratamiento. Esto se puede explicar con la naturaleza frágil que va adquiriendo el material a medida que aumenta la concentración de álcali. Al ser un material más homogéneo, dado que la resina penetra el cisco, la respuesta a la flexión es la de un material frágil y quebradizo, el cual necesita menos energía para sufrir una fractura.

**Tabla 7-7:** Tenacidad específica a flexión de los biocompuestos

Concentración de NaOH	Tenacidad específica (J/g)		
	Valor	% dif	Desv Est
0	44.19	0.00	5.71
5	37.91	-14.21	5.59
10	26.62	-39.77	4.18
15	16.81	-61.95	0.94

Fuente: Elaboración propia.

**Figura 7-8:** Tenacidad específica a tracción en función de la concentración de NaOH.



a) Tenacidad específica

b) Curva de tendencia

Fuente: Elaboración propia

Una ecuación empírica que relacione la tenacidad específica a flexión (TEF) con la concentración de NaOH se puede obtener usando la mejor curva de ajuste. La relación polinómica se puede escribir como:

$$TEF = 0.0087 X^3 - 0.2303 X^2 - 0.3215 X + 44.192 \quad (7.6)$$

## 7.2.4 Deformación máxima

Esta propiedad corresponde a la deformación sufrida por el material justo antes de la fractura, y es la deformación cuando se alcanza el esfuerzo máximo. En ambos casos, a tracción y a flexión, presenta el mismo comportamiento que la tenacidad específica. Para tracción se alcanza la máxima deformación a 10% NaOH, siendo 25.54% superior al valor sin tratamiento, y luego disminuye con 15% de álcali. Para flexión el comportamiento es decreciente debido al tratamiento, siendo a 15% NaOH el 61.21% de la deformación sin hidróxido. En la Tabla 7-8 se enlistan los valores promedios de esta propiedad y en la Figura 7-9 el comportamiento general.

**Tabla 7-8:** Deformación máxima de los biocompuestos

Concentrac. NaOH	Deformación máx. a tracción x 10 <sup>-3</sup> (mm/mm)			Deformación máx. a flexión x 10 <sup>-3</sup> (mm/mm)		
	Valor	% dif	Desv Est	Valor	% dif	Desv Est
0	3.26	0.00	0.23	2.32	0.00	0.24
5	3.15	-3.37	0.37	1.76	-24.08	0.19
10	4.10	25.54	0.46	1.25	-46.40	0.15
15	3.59	10.11	0.30	0.90	-61.21	0.10

Fuente: Elaboración propia.

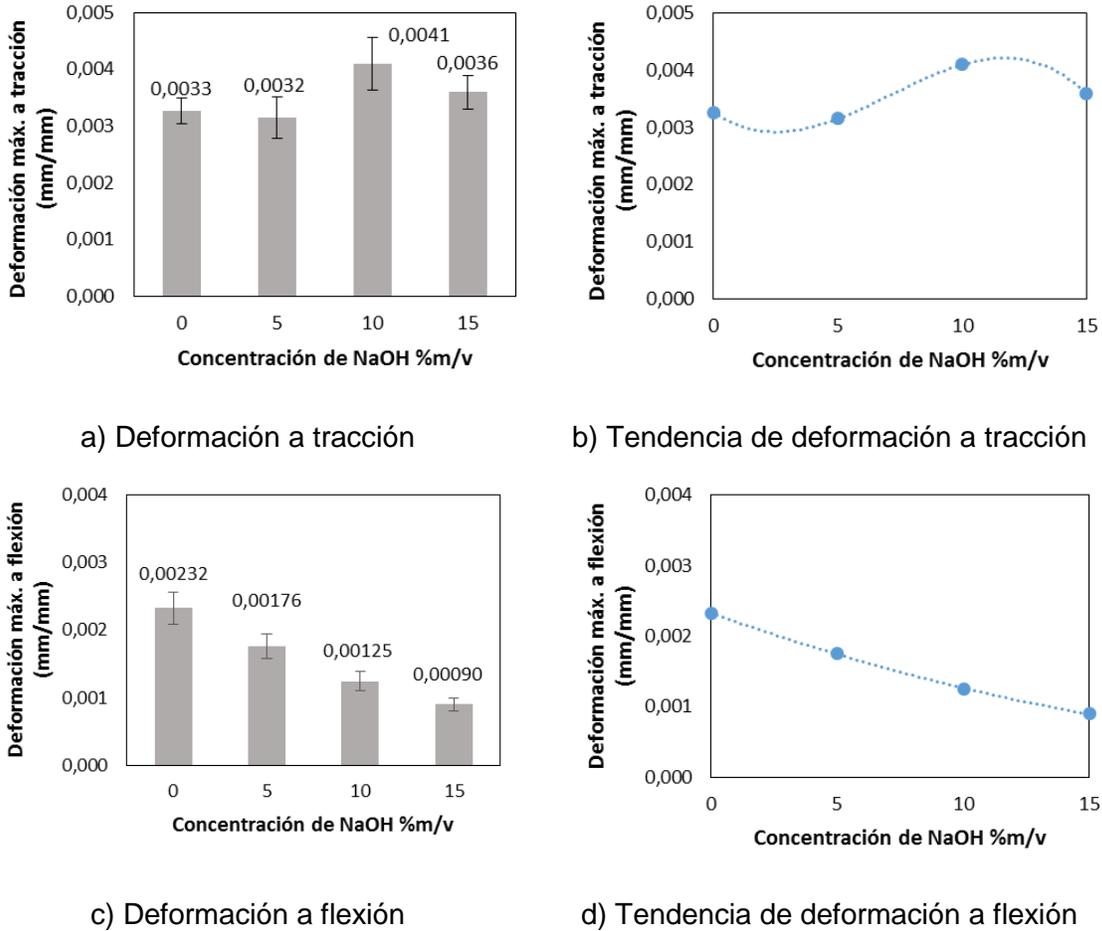
Una ecuación empírica que relacione la deformación máxima a tracción (DMT) con la concentración de NaOH se puede obtener usando la mejor curva de ajuste. La relación polinómica se puede escribir como:

$$DMT = -3 \times 10^{-6} X^3 + 7 \times 10^{-5} X^2 - 0.0003 X + 0.0033 \quad (7.7)$$

Adicionalmente, una relación polinómica que relaciona la deformación máxima a flexión (DMF) con la concentración de NaOH se puede escribir como:

$$DMF = 2 \times 10^{-6} X^2 - 0.0001 X + 0.0023 \quad (7.8)$$

**Figura 7-9:** Deformación máxima en función de la concentración de tratamiento.



Fuente: Elaboración propia

### 7.3 Análisis morfológico

Con el análisis morfológico se adquiere una mayor claridad del efecto de la mercerización sobre el cisco de café y las razones por las cuales se mejoraron las propiedades mecánicas de los biocompuestos cisco – resina de poliéster. Para el análisis se tuvieron en cuenta en un primer momento las imágenes obtenidas en un SEM a tres (3) escalas diferentes de fibra sin tratar y de cisco inmerso en 15% de NaOH, comparando las superficies en sus

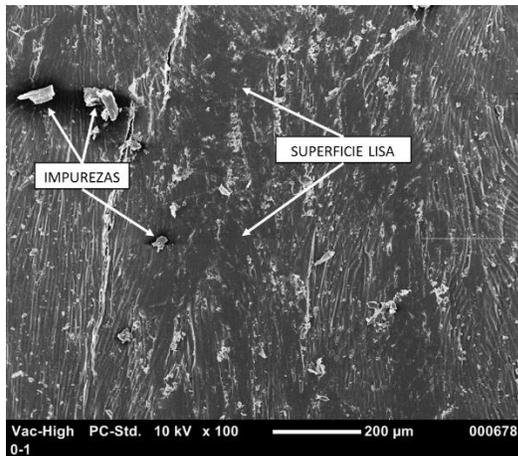
características más significativas. Luego se realiza un análisis de las superficies de fractura de los ensayos de tracción, señalando fenómenos comunes en el daño de compuestos con fibras naturales.

### 7.3.1 Superficie del cisco

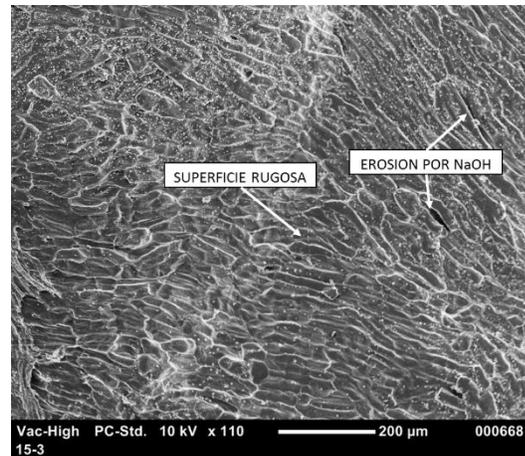
En la Figura 7-10 se muestran seis (6) imágenes que enseñan el efecto de la mercerización en la superficie del cisco a diferentes escalas. La Figura 7-10 (a) muestra la superficie del cisco sin tratar a 200  $\mu\text{m}$ . En esta imagen se distinguen unas líneas o conductos conocidos como fibrillas, propias de las fibras naturales, dentro de las cuales circulan los fluidos de la planta. Además, se muestra una superficie casi lisa debido a la presencia de hemicelulosa y lignina, los cuales se conocen como los materiales cementicios de las fibras (Ray *et al.*, 2001), junto con ciertas impurezas. En la Figura 7-10 (b), y a la misma escala, se muestra la superficie del cisco tratado con hidróxido al 15%, la máxima concentración de tratamiento utilizada. Las diferencias son notorias frente a la otra imagen. Se distingue una exposición de las fibrillas antes protegidas por la hemicelulosa, aumentando la rugosidad de la superficie, lo que mejora el anclaje entre el cisco y la resina en el biocompuesto. También se alcanzan a observar zonas erosionadas por el álcali.

Aumentando la escala de la imagen hasta 50  $\mu\text{m}$ , en la Figura 7-10 (c) se presenta la superficie con fibrillas del cisco sin tratar, con impurezas y zonas planas y continuas. En la Figura 7-10 (d) se detalla la superficie con el tratamiento con evidentes signos del efecto del álcali, el cual hace del cisco un material más rugoso. Aún se muestran algunas zonas planas, indicando la presencia de la hemicelulosa y la lignina, pero es mayor la exposición de la celulosa.

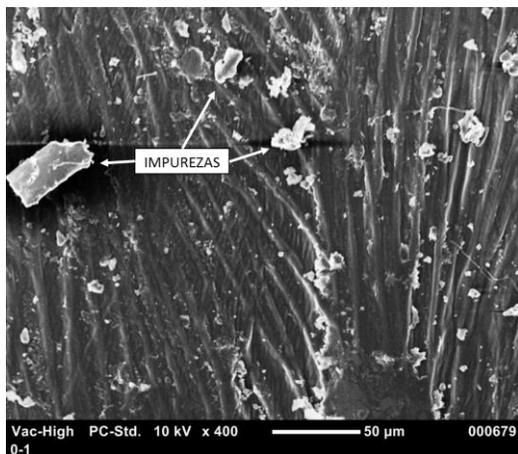
En las imágenes más próximas alcanzadas en la presente investigación, se muestran las Figuras 7-10 (e) y (f) a una escala de 10  $\mu\text{m}$ . El cisco sin tratar confirma la superficie lisa que se había evidenciado en las imágenes anteriores. Presenta canales por donde ingresará la resina cuando se prepare el biocompuesto.

**Figura 7-10:** Efecto del NaOH en la morfología de la superficie del cisco de café.

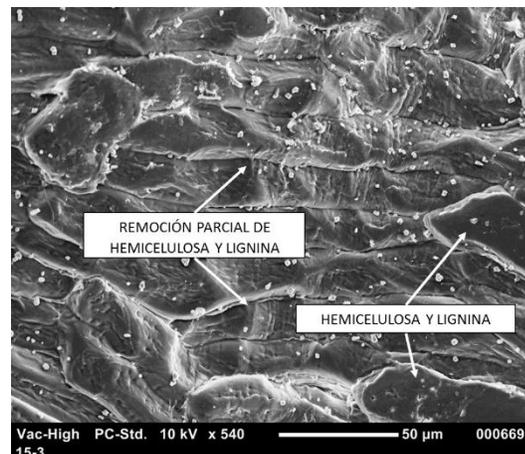
a) Fibra sin tratar a 200µm



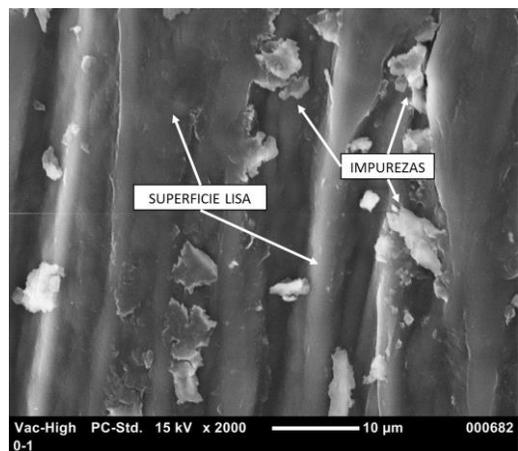
b) Fibra tratada al 15% NaOH a 200µm



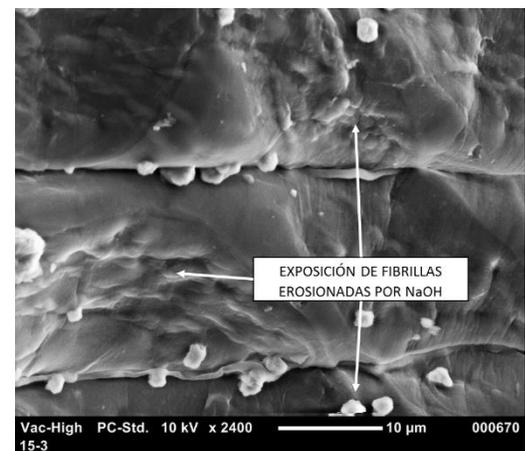
c) Fibra sin tratar a 50µm



d) Fibra tratada al 15% NaOH a 50µm



e) Fibra sin tratar a 10µm



f) Fibra tratada al 15% NaOH a 10µm

Sin embargo la adherencia es menor en proporción a una superficie rugosa, obteniendo menores propiedades mecánicas tal como lo demostraron los resultados de los ensayos analizados en el apartado 7.2. Por otro lado, el cisco con tratamiento presenta señales de degradación y erosión en la superficie. Se comprueba que la mercerización aumentó el área superficial de la fibra por la rugosidad que genera la remoción de la hemicelulosa, y expuso las largas cadenas de celulosa al efecto del hidróxido que cambia su conformación lineal a una no-lineal. Con la alquilación se mejoró entonces el anclaje entre el cisco y la resina de poliéster.

### 7.3.2 Fracturas a tracción

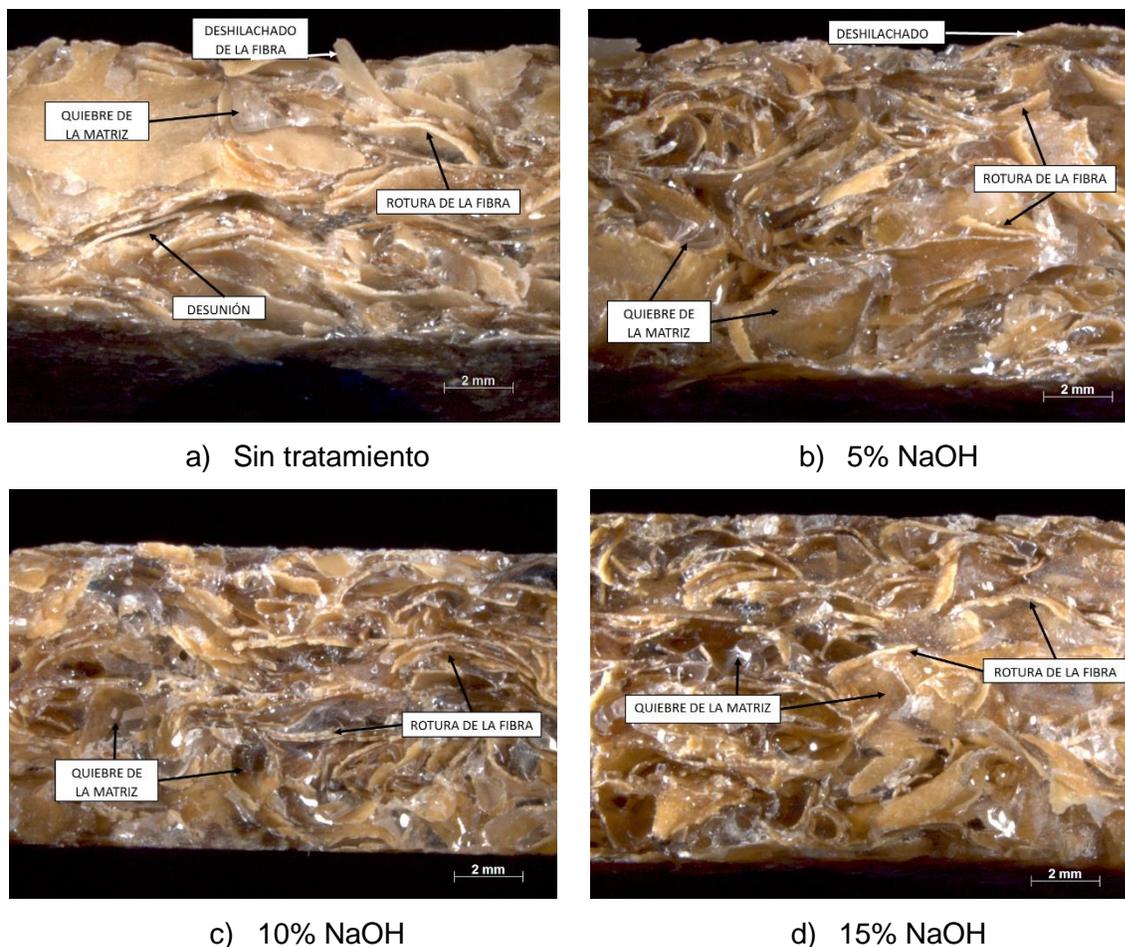
Para uso como biorefuerzo, otra forma complementaria de evaluar el efecto del tratamiento alcalino en el cisco de café es realizar el análisis morfológico a las fracturas obtenidas en los ensayos mecánicos. En la presente investigación se estudian las fracturas de las pruebas de tracción resumidas en la Figura 7-11.

La Figura 7-11 (a) muestra la fractura a la tracción del biocompuesto de resina de poliéster reforzada con cisco sin tratar en una escala de 2  $\mu\text{m}$ . En la imagen se presentan los siguientes fenómenos: rotura y deshilachado de la fibra, desunión fibra-matriz y quiebre de la resina. Al no haber suficiente adherencia entre la fibra y la matriz, por la nula remoción de hemicelulosa, la sinergia entre ambos componentes hace que se comporten como si estuviesen separados. La rotura y el deshilachado de la fibra corresponden a la naturaleza dúctil del cisco, quedando superficies de la fibra expuestas luego de la fractura del material. Adicional a esto, la desunión fibra-matriz redujo la capacidad de transferir la carga en el compuesto, y por tanto éste exhibió las menores propiedades de tracción de la investigación. Se observan también pequeños grupos de resina quebrados, lo cual es otro indicio de la poca interacción entre ambos componentes,

Para el tratamiento con 5% de NaOH, en la Figura 7-11 (b) se presentan casi los mismos fenómenos anteriores, pero en menor proporción. El único que no se detalló fue la desunión fibra-matriz, lo cual permitió una mejor distribución de la carga en el compuesto, y por ende exhibió mejores propiedades a tracción. Es de notar además que la continuidad

de la fase de la resina es mayor que la anterior, confirmando una mejor interacción cisco-resina. Nótese además el aumento en la fase continua de la resina: el corte exhibe una superficie más lisa, propia de los materiales frágiles.

**Figura 7-11:** Daño a tracción del biocompuesto cisco de café – resina de poliéster.



Fuente: Elaboración propia.

En la Figura 7-11 (c) se expone un panorama diferente. Ya no se presenta el deshilachado de la fibra ni la desunión fibra-matriz, debido a la mejora en la adherencia entre estos dos materiales. La rugosidad promocionada por la mercerización generó el enclavamiento de la resina, aumentando la sinergia del biocompuesto e impidiendo el desgarre y desprendimiento del cisco. En la última imagen del conjunto, la Figura 7-11 (d), muestra una fractura similar a la del tratamiento con 10% de NaOH. El corte exhibe una superficie

más lisa, y la rotura de la fibra es más definida. Esto se puede explicar con el ingreso de resina al cisco, debido al aumento en la rugosidad y erosión de la superficie, haciendo que la fibra adquiriera la característica frágil de la resina, confirmado en la sección 7.2.1 con la tendencia lineal de la curva esfuerzo vs deformación. Lo anterior también se evidencia en el vértice horizontal del corte, el cual es irregular en el compuesto sin tratamiento, y va presentando un comportamiento lineal a medida que aumenta la concentración de la alquilación.

## 8. Conclusiones y recomendaciones

### 8.1 Conclusiones

En el presente trabajo se llegó a las siguientes conclusiones:

- A pesar de las investigaciones realizadas por diversos autores sobre el aprovechamiento de residuos vegetales como biorefuerzos en materiales compuestos, en la revisión de la literatura no se encontraron estudios sobre el cisco o demás residuos del café con este enfoque tecnológico. Por tanto, el presente trabajo se convierte en un aporte para completar un vacío en el conocimiento del uso de fibras naturales en biocompuestos.
- La mercerización con hidróxido de sodio, durante 30 min y a temperatura ambiente, removió parte de la hemicelulosa de la estructura del cisco de café, variedad Colombia, sin alterar los contenidos de lignina ni de celulosa, según la caracterización química obtenida con la secuencia Van Soest. El efecto de esta remoción fue el aumento en la rugosidad de la superficie de la fibra, evidenciado en las imágenes obtenidas por la microscopía SEM.
- Se llevó a cabo la caracterización mecánica por ensayo de tracción y flexión de los biocompuestos obtenidos, bajo la guía de las normas ASTM D3039 y D790. El mejor esfuerzo específico a tracción se obtuvo con el tratamiento al 15% de NaOH, incrementándose en un 33.90% comparado con el cisco sin tratar; y a flexión con 5% de NaOH, siendo 26.68% superior. Para ambas pruebas, el módulo de elasticidad específico más alto fue con 15% de NaOH, siendo 31.55% y 146.96% superiores a tracción y a flexión respectivamente frente al compuesto sin tratamiento. La tenacidad específica y deformación del material mejoró con 10% NaOH en tracción, pero presentaron tendencia decreciente a flexión por efecto de la anisotropía.

- La morfología de las fracturas a tracción indicaron que el tratamiento alcalino mejoró el anclaje cisco-resina, reduciendo gradualmente el deshilachado de la fibra y la desunión entre ambos componentes.
- Las sociedades están en la búsqueda de ideas innovadoras y sostenibles en todos los campos, aprovechando las potencialidades de cada individuo y región. Conforme a lo anterior, la presente investigación presenta una alternativa para mitigar el impacto negativo del uso de materiales con base petroquímica, reemplazando una parte de su fracción volumétrica por un material biodegradable, y dando un uso alternativo a un desecho agrícola que se está desaprovechando en el país. Un biocompuesto que emplee cisco de café podría resultar en un material compuesto competitivo con otros que se presentan a nivel internacional. Además, con los ensayos realizados, se demostró que el tratamiento alcalino es un método efectivo para mejorar sus propiedades mecánicas, y se abren las puertas para seguir profundizando en esta idea.

## 8.2 Recomendaciones

- Con la premisa de reducir el uso de materiales con base petroquímica, se podría investigar el uso de matrices biodegradables combinadas con el cisco de café.
- Se podrían usar otros desechos del café para evaluar su aplicación como biorefuerzo. Es el caso del endocarpio del café o de la borra, que representan cerca del 50% del peso de la cereza. Solamente la borra contiene cerca del 38% en celulosa, y con un proceso de secado podría aumentar el contenido de fibra.
- Además de seguir ampliando la comprensión del efecto del tratamiento alcalino en las propiedades de un biocompuesto a partir del cisco, se recomienda realizar un estudio socioeconómico sobre las posibilidades reales de la puesta en marcha de un proyecto de esta naturaleza en las regiones cafeteras del país

## A. Anexo: Cronograma de actividades

ACTIVIDADES	MESES						
	1	2	3	4	5	6	7
<b>1. Caracterizar el cisco del café</b>							
1.1 Recolección del cisco							
1.2 Pruebas de laboratorio para determinar la composición del cisco							
<b>2. Caracterizar el proceso de tratamiento químico con hidróxido de sodio a diferentes concentraciones</b>							
2.1 Tratamiento alcalino del desecho							
2.2 Pruebas de laboratorio para determinar la composición del desecho tratado							
<b>3. Caracterizar las propiedades mecánicas de materiales biocompuestos obtenidos a partir del cisco de café tratado con diferentes concentraciones de hidróxido de sodio</b>							
3.1 Preparación de las probetas del material biocompuesto							
3.2 Ensayos de laboratorio para determinar las propiedades mecánicas del biocompuesto							
3.3 Toma de imágenes SEM							
3.4 Análisis de la información							
3.5. Redacción del artículo científico							
3.4 Elaboración y entrega del documento final							

Fuente: Elaboración propia.

## B. Anexo: Presupuesto global del proyecto

RUBRO	FUENTE		TOTAL
	PROPIA	EXTERNA <sup>a</sup>	
<b>Materiales y reactivos</b>			
Desecho de café <sup>b</sup>			\$ 0
Hidróxido de sodio analítico (en hojuelas)	\$ 30.000		\$ 30.000
Resina de poliéster	\$ 100.000		\$ 100.000
Catalizador	\$ 10.000		\$ 10.000
Agua destilada	\$ 350.000		\$ 350.000
Otros <sup>c</sup>	\$ 140.000		\$ 140.000
<b>Ensayos</b>			
Caracterización química del cisco	\$ 1.210.000		\$ 1.210.000
Pruebas mecánicas	\$ 1.162.000	\$ 1.162.000	\$ 2.324.000
Microscopía SEM			\$ 0
<b>Gastos generales</b>			
Transporte	\$ 100.000		\$ 100.000
Material de papelería y oficina	\$ 300.000		\$ 300.000
<b>Total Proyecto</b>			<b>\$ 4.564.000</b>

<sup>a</sup> Corresponde a lo aportado por el Codirector, Ph D. Daniel Hernández Ochoa.

<sup>b</sup> Donado por Carcafé Ltda.

<sup>c</sup> Otros incluye cera desmoldeante, lentes de seguridad, guantes de nitrilo, balde para mezclar, papel indicador de pH y colador.

Fuente: Elaboración propia.

## C. Anexo: Detalle de resultados de propiedades mecánicas

### C1. Propiedades a tracción

Probeta	Densidad (g cm <sup>-3</sup> )	Fracción volumétrica de fibra	Esfuerzo máx (MPa)		Esfuerzo espec. máx (Mpa/g cm <sup>-3</sup> )	
			Promedio	Desv Est	Promedio	Desv Est
00-2-1T	1,23	0,39	8,00	0,44	6,59	0,33
00-2-2T	1,20	0,40				
00-2-3T	1,23	0,40				
00-2-4T	1,20	0,40				
00-2-5T	1,21	0,39				
05-2-1T	1,23	0,32	8,93	0,52	7,34	0,45
05-2-2T	1,20	0,34				
05-2-3T	1,23	0,33				
05-2-4T	1,23	0,32				
05-2-5T	1,20	0,34				
10-2-1T	1,20	0,34	9,77	1,28	8,15	1,11
10-2-2T	1,19	0,35				
10-2-3T	1,21	0,34				
10-2-4T	1,21	0,34				
10-2-5T	1,19	0,35				
15-2-1T	1,19	0,34	10,71	1,00	8,98	0,75
15-2-2T	1,19	0,34				
15-2-3T	1,21	0,33				
15-2-4T	1,20	0,33				
15-2-5T	1,18	0,34				

Fuente: Elaboración propia.

(Continuación)

Probeta	Deformación máxima x 10 <sup>-3</sup> (mm)		Módulo de elasticidad específico (Gpa/gcm <sup>-3</sup> )		Tenacidad específica de tracción (J/g)		Tipo de fractura
	Promedio	Desv Est	Promedio	Desv Est	Promedio	Desv Est	
00-2-1T	3,26	0,23	1,85	0,16	12,96	2,33	LGM
00-2-2T							LGM
00-2-3T							LIB
00-2-4T							LGM
00-2-5T							LGM
05-2-1T	3,15	0,37	2,23	0,07	12,07	0,89	LGM
05-2-2T							LGM
05-2-3T							LGM
05-2-4T							LGM
05-2-5T							LGM
10-2-1T	4,10	0,46	2,17	0,44	20,26	2,89	LGM
10-2-2T							LAT
10-2-3T							LGM
10-2-4T							LGM
10-2-5T							LGM
15-2-1T	3,59	0,30	2,43	0,06	17,74	3,18	LAB
15-2-2T							LAT
15-2-3T							LGM
15-2-4T							LGM
15-2-5T							LGM

Fuente: Elaboración propia.

**C2. Propiedades a flexión**

Probeta	Densidad (g cm <sup>-3</sup> )	Fracción volumétrica de fibra	Esfuerzo máx (MPa)		Esfuerzo espec. máx (MPa/g cm <sup>-3</sup> )	
			Promedio	Desv Est	Promedio	Desv Est
00-1-1F	1,20	0,39	33,63	1,76	28,12	1,39
00-1-2F	1,19	0,40				
00-1-3F	1,19	0,40				
00-1-4F	1,20	0,39				
00-1-5F	1,19	0,40				
05-1-1F	1,23	0,34	42,60	4,88	35,17	3,09
05-1-2F	1,22	0,35				
05-1-3F	1,23	0,34				
05-1-4F	1,20	0,34				
05-1-5F	1,22	0,35				
10-1-1F	1,19	0,34	39,94	1,76	32,96	1,03
10-1-2F	1,22	0,34				
10-1-3F	1,22	0,33				
10-1-4F	1,19	0,34				
10-1-5F	1,22	0,33				
15-1-1F	1,20	0,32	28,10	1,62	29,36	1,46
15-1-2F	1,23	0,34				
15-1-3F	1,21	0,33				
15-1-4F	1,22	0,33				
15-1-5F	1,22	0,33				

Fuente: Elaboración propia.

(Continuación)

Probeta	Deformación máxima x 10 <sup>-3</sup> (mm)		Módulo de elasticidad específico (GPa/gcm <sup>-3</sup> )		Tenacidad específica de tracción (J/g)	
	Promedio	Desv Est	Promedio	Desv Est	Promedio	Desv Est
00-1-1F 00-1-2F 00-1-3F 00-1-4F 00-1-5F	2,32	0,24	13,74	2,83	44,19	5,71
05-1-1F 05-1-2F 05-1-3F 05-1-4F 05-1-5F	1,76	0,19	16,35	3,56	37,91	5,59
10-1-1F 10-1-2F 10-1-3F 10-1-4F 10-1-5F	1,25	0,15	28,35	3,51	26,62	4,18
15-1-1F 15-1-2F 15-1-3F 15-1-4F 15-1-5F	0,90	0,10	33,94	1,14	16,81	0,94

Fuente: Elaboración propia.

## D. Anexo: Informe técnico del Laboratorio Nutriánalisis

 <b>INFORME TÉCNICO</b>			
Código: FO-MC-234	Versión: 01	Página 1 de 2	Fecha: 07-06-12

IT-0026-2017

Bogotá, 24 de Abril de 2017

Señores;

**UNIVERSIDAD ANTONIO NARIÑO**  
Atn. Jorge Alexander Rojas  
La Ciudad

Cordial saludo,

Para atender a su solicitud del día 17 de Abril del presente año, nos permitimos informar que se reviso la trazabilidad de las muestras:

- Informe de ensayos No 85451: CISCO SECO DE CAFE 0%
- Informe de ensayos No 85452: CISCO SECO DE CAFE 5%
- Informe de ensayos No 85453: CISCO SECO DE CAFE 10%
- Informe de ensayos No 85454: CISCO DE CAFE SECO 15%

Al realizar ésta revisión no se encontró ningún error, adicionalmente nos permitimos aclarar que para estos análisis no se realiza réplica y el resultado reportado en el informe de ensayos corresponde a una única determinación según procedimientos internos del laboratorio.

Por otra parte, el laboratorio no tiene datos del valor de incertidumbre para estos análisis, sin embargo, la literatura<sup>1,2</sup> reporta valores de desviación estándar de la reproducibilidad (RSD<sub>R</sub>) entre 2,08 y 4,72% para la fibra en detergente neutro (FDN) en muestras con bajo contenido de grasa (<10%) y 1,14% para la fibra en detergente ácido (FDA).

Por último, al comparar las características de las muestras en esteroscopio con aumento 10X, no se observan diferencias significativas entre ellas, lo que es coherente con el bajo porcentaje de variación de los resultados entre muestras.

<sup>1</sup>AOAC Official Method 2002.04  
<sup>2</sup>AOAC Official Method 989.03

 <b>INFORME TÉCNICO</b>			
Código: FO-MC-234	Versión: 01	Página 2 de 2	Fecha: 07-06-12

Quedamos atentos a cualquier duda o comentario adicional, el laboratorio pondrá a su disposición todos sus recursos técnicos y de infraestructura para solucionar sus inquietudes.

Elaboró,  
**Qca. Laura Marcela Camargo**  
Coordinadora I&D

Revisó,  
**IQ. Sandra Patricia Díaz**  
Jefe de Laboratorio

## Bibliografía

ALBANO, J., GADIOLI, R., & DE PAOLI, M. Curaua fiber reinforced high-density polyethylene composites: effect of impact modifier and fiber loading. En: *Polímeros*. Abril-junio, 2016, vol. 26, no.2, p. 115-122.

AL-OQLA, F., SAPUAN, S., ANWER, T., JAWAID, M., & HOQUE, M. Natural fiber reinforced conductive polymer composites as functional materials: A review. En: *Synthetic Metals*. Agosto, 2015, vol. 206, p. 42–54.

BASTIDAS, J., VENDITTI, R., PAWLAK, J., GILBERT, R., ZAUSCHER, S., & KADLA, J. Chemical force microscopy of cellulosic fibers. En: *Carbohydrate Polymers*. Diciembre, 2005, vol. 62, p. 369-378.

BEHROUZIAN, F., AMINI, A., ALGHOONEH, A., & RAZAVI, S. Characterization of dietary fiber from coffee silverskin: An optimization study using response surface methodology. En: *Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre*. Octubre, 2016, vol. 8, p. 58–64.

CAI, M., TAKAGI, H., NAKAGAITO, A., KATOH, M., UEKI, T., WATERHOUSE, G., & LI, Y. (2015). Influence of alkali treatment on internal microstructure and tensile properties of abaca fibers. En: *Industrial Crops and Products*. Marzo, 2015, vol. 65, p. 27–35.

CAI, M., TAKAGI, H., NAKAGAITO, A., LI, Y., & WATERHOUSE, G. Effect of alkali treatment on interfacial bonding in abaca fiber-reinforced composites. En: *Composites: Part A*. Noviembre, 2016, vol. 90, p. 589–597.

DIARIO DEL HUILA. Producción de café del 2016 fue la mayor de los últimos 23 años. En: *Diario del Huila*. Neiva. 3, enero, 2017. Recuperado el 1 de Junio de 2017, de <https://www.diariodelhuila.com/economia/produccion-de-cafe-del-2016-fue-la-mayor-de-los-ultimos-23-anos-cdgint20170104001316123>

---

FARUK, O., BLEDZKI, A., FINK, H., & SAIN, M. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010. En: Progress in Polymer Science. Noviembre, 2012, vol. 37, p. 1552–1596.

FEDERACIÓN NACIONAL DE CAFETEROS. Manual del Cafetero Colombiano. Bogotá: Litografía Colombia, s.f. p. 245-287.

FRANÇA MARINHO, J., FERREIRA BRAGA, N., KROHN, A., SALVIANO, F., SILVEIRA, L., CABRAL, A., & MACEDO, G. Melt processing of polymer biocomposites. En: Polímeros: Ciência e Tecnologia. Marzo-abril, 2015, vol. 25, no. 2, p. 133-136.

GAÑÁN, P., ZULUAGA, R., RESTREPO, A., LABIDI, J., & MONDRAGÓN, I. Plantain fibre bundles isolated from Colombian agro-industrial residues. En: Bioresource Technology. Febrero, 2008, Vol. 99, p. 486–491.

GARCÍA-MUÑOZ, A., & RIAÑO-LUNA, C. (1999). Extracción de celulosa a partir de la borra de café. En: Cenicafé. 1999, vol. 50, no. 3, p. 205-214.

GODA, K., SREEKALA, M., GOMES, A., KAJI, T., & OHGI, J. Improvement of plant based natural fibers for toughening green composites—Effect of load application during mercerization of ramie fibers. En: Composites: Part A. Diciembre, 2006, vol. 37, p. 2213-2220.

GOMES, A., MATSUO, T., GODA, K., & OHGI, J. Development and effect of alkali treatment on tensile properties of curaua fiber green composites. En: Composites: Part A. Agosto, 2007, vol. 38, p. 1811–1820.

HEEGER, A., KOSIŃSKA-CAGNAZZO, A., CANTERGIANI, E., & ANDLAUER, W. (2017). Bioactives of coffee cherry pulp and its utilisation for production of Cascara beverage. En: Food Chemistry. Abril, 2017, 221, p. 969–975.

HIDALGO-SALAZAR, D., MINA, J., & HERRERA-FRANCO, P. The effect of interfacial adhesion on the creep behaviour of LDPE–Al–Fique composite materials. En: Composites: Part B. Diciembre, 2013, vol. 55, p. 345–351.

HOSSAIN, M., KARIM, M., CHOWDHURY, M., IMAM, M., HOSUR, M., JEELANI, S., & FARAG, R. Comparative mechanical and thermal study of chemically treated and untreated single sugarcane fiber bundle. En: Industrial Crops and Products. Julio, 2014, vol. 58, p. 78–90.

INSTITUTION OF NUTRITION OF CENTRAL AMERICA AND PANAMA. Drying of Coffee Pulp. En: Coffee Pulp: Composition, Technology and Utilization. Panamá. 1997, p. 63-70.

INTERNACIONAL COFFEE ORGANIZATION. Total production by all exporting countries. Diciembre, 2016. Recuperado el 26 de Enero de 2017, de <http://www.ico.org/historical/1990%20onwards/PDF/1a-total-production.pdf>

JAUHARIA, N., MISHRAB, R., & THAKUR, H. Natural Fibre Reinforced Composite Laminates – A Review. En: Materials Today: Proceedings. 2015, vol. 2, p. 2868 – 2877.

KABIR, M., WANG, H., LAU, K., & CARDONA, F. Chemical treatments on plant-based natural fiber reinforced polymer composites: An overview. En: Composites Part B: Engineering. Octubre, 2012, vol. 43, no. 7, p. 2883-2892.

KABIR, M., WANG, H., LAU, K., & CARDONA, F. Effects of chemical treatments on hemp fibre structure. En: Applied Surface Science. Julio, 2013, vol. 276, p. 13-23.

KIM, J., & NETRAVALI, A. Mercerization of sisal fibers: Effect of tension on mechanical properties of sisal fiber and fiber-reinforced composites. En: Composites: Part A. Septiembre, 2010, vol. 41, no. 9, p. 1245–1252.

---

LOPATTANANON, N., PAYAE, Y., & SEADAN, M. Influence of fibre modification on interfacial adhesion and mechanical properties of pineapple leaf fibre-epoxy composites. En: Journal of Applied Polymer Science. Julio, 2008, vol. 110, no. 1, p. 433-443.

LUNA, P., LIZARAZO-MARRIAGA, J., & MARIÑO, A. Guadua angustifolia bamboo fibers as reinforcement of polymeric matrices: An exploratory study. En: Construction and Building Materials. Julio, 2016, vol. 116, p. 93–97.

MALLICK, P. Fiber-Reinforced Composites. Materials, Manufacturing and Design. 3ra edición. Boca Ratón: CRC Press, 2007. 616 p.

MANALO, A., WANI, E., ZUKARNAIN, N., & KARUNASENA, W. Effects of alkali treatment and elevated temperature on the mechanical properties. En: Composites Part B. Octubre, 2015, vol. 80, p. 73-83.

MANSIKKAMÄKI, P., LAHTINEN, M., & RISSANEN, K. The conversion from cellulose I to cellulose II in NaOH mercerization performed in alcohol–water systems An X-ray powder diffraction study. En: Carbohydrate Polymers. Marzo, 2007, vol. 68, no. 1, p. 35–43.

MISRA, S., MISRA, M., TRIPATHY, S., NAYAK, S., & MOHANTY, A. The influence of chemical surface modification on the performance of sisal-polyester biocomposites. En: Polymer Composites. Abril, 2002, vol. 23, no. 2, p. 164-170.

NEU, A., PLEISSNER, D., MEHLMANN, K., SCHNEIDER, R., PUERTA-QUINTERO, G., & VENUS, J. Fermentative utilization of coffee mucilage using Bacillus coagulans and investigation of down-stream processing of fermentation broth for optically pure L(+)-lactic acid production. En: Bioresource Technology. Julio, 2016, vol. 211, p. 398–405.

NORTHOLT, M., BOERSTOEL, H., MAATMAN, H., HUISMAN, R., VEURINK, J., & ELZERMAN, H. The structure and properties of cellulose fibres spun from an anisotropy phosphoric acid solution. En: Polymer. Septiembre, 2001, vol. 42, no. 19, p. 8249–8264.

ONU. Rio +20 Conferencia de las Naciones Unidas sobre el Desarrollo Sostenible. Junio, 2012. Recuperado el 14 de 07 de 2017, de El futuro que queremos: [http://www.un.org/es/sustainablefuture/pdf/spanish\\_riomas20.pdf](http://www.un.org/es/sustainablefuture/pdf/spanish_riomas20.pdf)

ONU. Objetivo 12: Garantizar modalidades de consumo y producción sostenibles. Febrero, 2017. Recuperado el 14 de Julio de 2017, de <http://www.un.org/sustainabledevelopment/es/sustainable-consumption-production/>

ORGANIZACIÓN INTERNACIONAL DEL CAFÉ. Posibles usos alternativos de los residuos y subproductos del café. Agosto, 2015, 4 p. Recuperado el 17 de enero de 2017 de: <http://www.ico.org/documents/ed1967c.pdf>

OVALLE, S., BLANCO-TIRADO, C., & COMBARIZA, M. Síntesis in situ de nanopartículas de plata sobre fibras de fique. En: Revista Colombiana de Química. Abril, 2013, vol. 42, no. 1, p. 1-27.

PEÑUELA-MARTÍNEZ, A., OLIVEROS-TASCÓN, C., & SANZ-URIBE, J. Remoción del mucílago del café a través de fermentación natural. En: Cenicafé. 2010, vol. 62, no. 2, p. 159-173.

PÉREZ-SARIÑANA, B., SALDAÑA-TRINIDAD, S., FERNANDO, S., SEBASTIÁN, P., & EAPEN, D. Bioethanol Production from Coffee Mucilage. En: Energy Procedia. 2014, vol. 57, p. 950 – 956.

PICKERING, K., ARUAN EFENDY, M., & LE, T. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. En: Composites: Part A. Abril, 2016, vol. 83, p. 98–112.

PIETAK, A., KORTE, S., TAN, E., DOWNARD, A., & STAIGER, M. Atomic force microscopy characterization of the surface wettability of natural fibres. En: Applied Surface Science. Enero, 2007, vol. 253, no. 7, p. 3627–3635.

---

PORRAS, A., MARANON, A., & ASHCROFT, I. Characterization of a novel natural cellulose fabric from *Manicaria saccifera* palm as possible reinforcement of composite materials. En: Composites Part B. Junio, 2015, vol. 74, p. 66-73.

PORRAS, A., MARANON, A., & ASHCROFT, I. Optimal tensile properties of a Manicaria-based biocomposite by the Taguchi method. En: Composite Structures. Abril, 2016, vol. 140, p. 692–701.

PORRAS, A., MARANON, A., & ASHCROFT, I. Thermo-mechanical characterization of *Manicaria Saccifera* natural fabric reinforced poly-lactic acid composite lamina. En: Composites: Part A. Febrero, 2016, vol. 81, p. 105–110.

PUERTA-QUINTERO, G., & RÍOS-ARIAS, S. Composición química del mucílago del café, según el tiempo de fermentación y refrigeración. En: Cenicafé. 2011, vol. 62, no. 2, p. 23-40.

QIN, C., SOYKEABKAEW, N., XIUYUAN, N., & PEIJS, T. The effect of fibre volume fraction and mercerization on the properties of all-cellulose composites. En: Carbohydrate Polymers. 2008, vol. 71, p. 458–467.

RAMÓN-VALENCIA, F., LOPEZ-ARRAIZA, A., MÚGICA, J., AURREKOETXEA, J., SUAREZ, J., & RAMÓN-VALENCIA, B. Influence of seawater immersion in low energy impact behavior of a novel colombian fique fiber reinforced bio-resin laminate. En: Dyna. 2015, vol. 82, no. 194, p. 170-177.

RAMÓN-VALENCIA, F., RAMÓN-VALENCIA, B., LOPEZ-ARRAIZA, A., RAMÓN-VALENCIA, J., & IBLA-GORDILLO, J. Impacto de baja energía y resistencia a tracción de laminados bioepoxi-fibra de cáñamo, antes y después de su inmersión en agua de mar. En: Iteckne. 2014, vol. 11, no. 2, p. 190-195.

RAY, D., SARKAR, B., RANA, A., & BOSE, N. The mechanical properties of vinylester resin matrix composites reinforced with alkali-treated jute fibres. En: Composites: Part A. Enero, 2001, vol. 32, no. 1, p. 119-127.

RODRIGUES, M., SOUZA, J., & CARDOZO, J. Biocomposites Based on Chitosan and Carnauba straw powder. En: Polímeros: Ciência e Tecnologia. Julio-agosto, 2014, vol. 24, no. 4, p. 446-452.

RODRÍGUEZ, N., & ZAMBRANO, D. Los subproductos del café: fuente de energía renovable. En: Avances Técnicos Cenicafé. Marzo, 2010, vol. 393, p. 1-8.

RONG, M., ZHANG, M., LIU, Y., YANG, G., & ZENG, H. The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites. En: Composites Science and Technology. Agosto, 2001, vol. 61, no. 10, p. 1437-1447.

SAHA, P., MANNA, S., CHOWDHURY, S., SEN, R., ROY, D., & ADHIKARI, B. Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment. En: Bioresource Technology. Mayo, vol. 101, no. 9, p. 3182–3187.

SÁNCHEZ, D., & ANZOLA, C. Caracterización química de la película plateada del café (coffea arábica) en variedades Colombia y Caturra. En: Revista Colombiana de Química. 2012, vol. 41, no. 2, p. 211-226.

SANJAY, M., ARPITHA, G., & YOGESHA, B. Study on Mechanical Properties of Natural - Glass Fibre Reinforced Polymer Hybrid Composites: A Review. En: Materials Today: Proceedings. 2015, vol. 2, no. 4-5, p. 2959 – 2967.

SARASTY, Dan. Alternativas de tratamiento del mucílago residual producto del beneficiadero del café. Monografía de grado Especialización en Química Ambiental. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Química, 2012. 99 p.

SHACKELFORD, J. Propiedades mecánicas. En: Introducción a la ciencia de materiales para ingenieros. Sexta edición. Madrid: Pearson Prentice Hall, 2005. P. 177-228.

---

STUPENENGO, F. Guía didáctica. Capítulo 10. Materiales compuestos. 2012. Recuperado el 20 de enero de 2017, de <http://www.inet.edu.ar/wp-content/uploads/2012/11/materiales-compuestos.pdf>

TENORIO, C., & MOYA, R. Evaluation of different approaches for the drying of lignocellulose residues. En: Bioresources. 2012, vol. 7, no. 3, p. 2033-2046.

TONOLI, G., SANTOS, S., SAVASTANO JR., H., DELVASTO, S., MEJÍA DE GUTIÉRREZ, R., & LÓPEZ DE MURPHY, M. Effects of natural weathering on microstructure and mineral composition of cementitious roofing tiles reinforced with fique fibre. En: Cement & Concrete Composites. Febrero, 2011, vol. 33, p. 225–232.

TRIAS, D., COSTA, J., FIEDLER, B., HOBBIEBRUNKEN, T., & HURTADO, J. A two-scale method for matrix cracking probability in fibre-reinforced composites based on a statistical representative volume element. En: Composites Science and Technology. Septiembre, 2006, vol. 66, no. 11-12, p. 1766-1777.

WESTMAN, M., FIFIELD, L., SIMMONS, K., LADDAH, S., & KAFENTZIS, T. Natural Fiber Composites: A Review. Informe para el U.S. Department of Energy. Washington: Pacific Northwest National Laboratory, marzo, 2010. Recuperado de: [http://www.pnl.gov/Main/Publications/External/Technical\\_Reports/Pnnl-19220.Pdf](http://www.pnl.gov/Main/Publications/External/Technical_Reports/Pnnl-19220.Pdf).

ZULUAGA, R., PUTAUX, J., CRUZ, J., VÉLEZ, J., MONDRAGÓN, I., & GAÑÁN, P. Cellulose microfibrils from banana rachis Effect of alkaline treatments on structural and morphological features. En: Carbohydrate Polymers. Marzo, 2009, vol. 76, no. 1-2, p. 51–59