



**UNIVERSIDAD MICHOACANA
DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO**



FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

**ANÁLISIS MORFOLÓGICO Y
ESTRUCTURAL DE LA FIBRA
CEIBA *AESCULIFOLIA***

TESIS

PRESENTADA POR:

ULISES CARRANZA NUÑEZ

TESIS QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA

ASESOR: DR. SALOMÓN RAMIRO VASQUÉZ GARCÍA

Morelia, Mich.

Enero 2018

ÍNDICE

ÍNDICE.....	1
GLOSARIO.....	4
LISTA DE FIGURAS	5
LISTA DE TABLAS	7
RESUMEN.....	8
ABSTRACT	9
NOMENCLATURA.....	10
CAPITULO I.....	12
1.1 INTRODUCCIÓN	12
1.2 JUSTIFICACIÓN	13
1.3 HIPÓTESIS	13
1.4 OBJETIVOS	14
1.4.1 Objetivo general	14
1.4.2 Objetivos específicos.....	14
CAPITULO II. MARCO TEÓRICO.....	15
2.1 POLÍMEROS.....	15
2.2 POLÍMEROS NATURALES	15
2.3 CARACTERÍSTICAS DE LAS FIBRAS	16
2.4 FIBRAS SINTÉTICAS Y NATURALES.....	17
2.5 FAMILIA MALVACEAE.....	17
2.5.1 Fibras principales	18
2.5.2 Características de la fibra <i>Aesculifolia</i>	19
2.5.3 Características de la fibra <i>Pentandra</i>	20
2.5.4 Germinación de la Ceiba <i>Aesculifolia</i> y <i>Pentandra</i>	21

CAPITULO III. DESARROLLO DEL TRABAJO	22
3.1 FIBRA CEIBA <i>AESCULIFOLIA</i>	22
3.1.1 Origen de la fibra ceiba <i>aesculifolia</i>	22
3.1.2 Toma de la muestra de fibra ceiba <i>aesculifolia</i>	22
3.1.3 Lavado de la fibra.....	23
3.2 SOLVENTES.....	23
3.3 CARACTERIZACIÓN A NIVEL LABORATORIO	24
3.3.1 Comportamiento al medio ambiente	24
3.3.2 Pruebas de solubilidad.....	24
3.4 CARACTERIZACIÓN INSTRUMENTAL.....	24
3.4.1 Microscopio Electrónico de Barrido (MEB).....	24
3.4.2 Espectroscopia de Energía Dispersiva (EDS)	24
3.4.3 Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR).....	25
3.4.4 Análisis Termogravimétrico (TGA).....	25
3.4.5 Análisis de la resistividad eléctrica	25
3.4.6 Cálculo de la densidad.....	26
CAPITULO IV. RESULTADOS Y DICUSIONES	27
4.1 APARIENCIA FÍSICA.....	27
4.2 COMPORTAMIENTO DE LA FIBRA EN EL MEDIO AMBIENTE	27
4.3 TIEMPO DE LAVADO VS PERDIDA EN PESO VS APARIENCIA	28
4.4 PRUEBAS DE SOLUBILIDAD	29
4.4.1 Efecto del solvente, para valorar la polaridad	29
4.5 DETERMINACIÓN MORFOLOGÍA Y DIMENSIONAL DE LAS FIBRAS (MEB).....	32
4.6 DETERMINACIÓN DE LA ESTRUCTURA QUÍMICA DE LA FIBRA (FTIR).....	38
4.7 COMPORTAMIENTO TÉRMICO (TGA).....	41

4.8 ANÁLISIS DE LA RESISTIVIDAD ELÉCTRICA	42
4.9 CÁLCULO DE LA DENSIDAD	43
CAPITULO V. CONCLUSIONES	44
SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS	46
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	47
APÉNDICES	49

GLOSARIO

Morfología: Disciplina que estudia y describe de las formas externas de un material.

Polímero: Macromoléculas formadas por la unión de unidades moleculares llamadas monómeros.

Monómero: Moléculas pequeñas que se enlazan a otra para formar un polímero.

Fibra: Filamento que constituye los tejidos orgánicos de animales o vegetales, la cual es una estructura o filamento longitudinal que al agruparse alcanza altas propiedades mecánicas [1].

Obovoide: De forma ovoide, pero con la parte más ancha en los extremos superiores.

Tallos glabros: Libre de asperezas o pelos

Folíolos: Cada uno de los segmentos en los que se divide una hoja compuesta.

Taxonomía: Tiene su origen en un vocablo griego que significa “ordenación”. Se trata de la ciencia de la clasificación que se aplica en la biología para la ordenación sistemática y jerarquizada de los grupos de animales y de vegetales.

Solvatación: Proceso de atracción y agrupación de las moléculas hacia un disolvente, o en el caso del soluto, sus iones[2].

Solubilidad: Capacidad que tiene una sustancia para poder disolverse en otra[2].

Ánodo: Polo positivo del tránsito de la corriente eléctrica.

Cátodo: Polo negativo del tránsito de la corriente eléctrica.

Resistividad eléctrica: Cuantifica la fuerza con la que se opone un material dado al flujo de corriente eléctrica.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Ubicación del árbol Pochote ceiba <i>aesculifolia</i> .	22
Figura 2. Muestreo en dos puntos del fruto de la fibra ceiba <i>aesculifolia</i> .	23
Figura 3. Proceso de la medición de resistividad eléctrica.	26
Figura 4. Método teórico para la obtención de la densidad.	26
Figura 5. Fotografía del fruto de pochote ceiba <i>aesculifolia</i> a) no maduro y b) maduro/ fibra.	27
Figura 6. Color de la fibra ceiba <i>aesculifolia</i> a diversas horas a) 0, b) 1, c) 2, d) 3, e) 4, f) 5, g) 6, h) 12, i) 18, j) 24, k) 48, l) 72.	27
Figura 7. Lavado soxhlet de la fibra ceiba <i>aesculifolia</i> , lavado de 3 horas (a) y lavado de 2 horas (b).	28
Figura 8. Fibra Ceiba <i>aesculifolia</i> antes del lavado (a) y después de los dos lavados de 3 y 2 horas (b).	28
Figura 9. Fibras de ceiba <i>aesculifolia</i> (a) natural y tratadas con disolventes polares: (b) agua, (c) etanol, (d) acetona, (e) metanol y (f) ácido acético.	29
Figura 10. Fibras (a) y (b) de ceiba <i>aesculifolia</i> naturales tratadas con disolventes no polares: (c) hexano, (d) etanol y (e) cloroformo.	30
Figura 11. Fibras (a) de ceiba <i>aesculifolia</i> naturales y después de ser tratadas con un (b) disolvente polar aprótico, THF.	31
Figura 12. Micrografías MEB de fibra ceiba <i>aesculifolia</i> a 250 X por incremento en su temperatura.	32
Figura 13. Micrografías MEB de fibra ceiba <i>aesculifolia</i> a 500 X por incremento en su temperatura.	33
Figura 14. Micrografías MEB de fibra ceiba <i>aesculifolia</i> a 1000 X por incremento en su temperatura.	34
Figura 15. Incremento de la concentración del carbono atómico en función de la temperatura en la fibra ceiba <i>aesculifolia</i> .	36
Figura 16. Gráficos EDS, fibra a 25°C (a), 350°C (b), 400°C (c).	37

Figura 17. FTIR de (a) ceiba de la corteza, (b) ceiba del centro, (c) ceiba lavada.	38
Figura 18. Espectro FTIR de la fibra ceiba tratada térmicamente.	39
Figura 19. Espectro FTIR de la fibra ceiba tratada térmicamente, a) Área del OH y CH, b) Área del C=O.	40
Figura 20. TGA de la fibra ceiba <i>aesculifolia</i> natural.	41
Figura 21. Comportamiento de la resistividad en: (a) Fibra natural y (b) Fibra tratada con NaOH.	42
Figura 22. Fibra ceiba <i>aesculifolia</i> natural prensada en forma cilíndrica.	43
Figura 23. Equipo de Espectroscopia Electrónica de Barrido (MEB).	49
Figura 24. Equipo de Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR).	49
Figura 25 Equipo de Análisis Termogravimétrico (TGA).	49
Figura 26. Equipo de tratamiento térmico a vacío.	49
Figura 27. Megohmetro Fluke 1520, medidor de resistividad eléctrica.	49
Figura 28. Máquina de prensado Carver.	49

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Identificación de las especies de ceiba <i>aesculifolia</i> y ceiba <i>pentandra</i> .	19
Tabla 2. Producción de flor y fruto del árbol pochote ceiba <i>aesculifolia</i> durante el ciclo anual.	20
Tabla 3. Taxonomía ceiba <i>aesculifolia</i> .	20
Tabla 4. Producción de flor y fruto del árbol pochote ceiba <i>pentandra</i> durante el ciclo anual.	21
Tabla 5. Números (#) y porcentajes (%) de semillas sembradas y germinadas.	21
Tabla 6. Comportamiento relativo de la fibra de ceiba <i>aesculifolia</i> ante solventes polares y apolares.	31
Tabla 7. Comportamiento dimensional de la fibra ceiba en función de un cambio de temperatura.	35
Tabla 8. Variación del Carbono y Oxígeno en porcentaje en átomo (at. %) por incremento en la temperatura.	35
Tabla. 9 Señales FTIR de los grupos funcionales presentes en la fibra ceiba <i>Aesculifolia</i> .	39
Tabla 10. Relación de áreas entre los grupos hidroxilo y carbonilo con respecto al metilo.	40
Tabla 11. Resistividad promedio ($M\Omega$, megaohms) de las fibras a diversos voltajes aplicados.	42

**ANÁLISIS MORFOLOGÍCO Y ESTRUCTURAL DE LA
FIBRA CEIBA *AESCUlifolia***

RESUMEN

La fibra ceiba *aesculifolia* se encuentra de manera abundante en el estado de Michoacán, México, debido a su adaptación a climas cálidos y subhúmedos que el estado presenta. Este recurso natural tiene una destacada importancia debido a su mayor área superficial respecto a las fibras convencionales. Esta propiedad es particularmente útil en áreas donde su capacidad de aislamiento acústico, eléctrico y térmico es requerida. Dado este aspecto, la presente investigación tiene como objetivo caracterizar esta fibra en base a su estructura química, a su área superficial y propiedades físicas. De esta manera en éste documento se presentan la caracterización de la fibra por medio de Microscopia Electrónica de Barrido (MEB), Espectrometría de Dispersión de Energía de rayos X (EDS), Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), Análisis Termogravimétrico (TGA), pruebas de solubilidad, pruebas eléctricas y un cálculo de la densidad aparente. Como resultado de lo anterior se determinó que las fibras de ceiba *aesculifolia* poseen una estabilidad química superior a los 150 °C, con una estructura química funcional altamente próxima a la que presenta la celulosa, hemicelulosa y lignina comercial a través de las señales de -OH, CH, CH₂, C=O, C-O-C, con valores promedio de diámetro la fibra de 24-29 μm, espesor de la pared de 250 nm y una resistividad promedio de 360 mega óhmetros. Con estas características, es posible establecer que la fibra ceiba *aesculifolia* puede ser empleada en las áreas de la electrónica, medicina, aeronáutica y de construcción; así como en todas aquellas en donde se requiere una barrera aislante.

Palabras clave: *Aesculifolia*, SEM, FTIR, TGA y Degradación térmica.

ABSTRACT

The ceiba *aesculifolia* fiber is found abundantly in the state of Michoacán, Mexico, due to its adaptation to the hot and sub-humid climates that the state presents. This natural resource has outstanding importance due to its greater surface area compared to other conventional fibers. This property is particularly useful in areas where its acoustic, electrical and thermal insulation capacity is required. As a result of this aspect, the present investigation aims to characterize this fiber based on its chemical structure, its surface area and physical properties. In this document, the characterization of the fiber was carried out by means of Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersion Spectrometry X-rays (EDS), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Thermogravimetric Analysis (TGA), solubility, electrical tests, and apparent density. As a result of the above, it was determined that *ceiba aesculifolia* fibers have a chemical stability higher than 150°C, with a functional chemical structure highly similar to that of commercial cellulose, hemicellulose and lignin through -OH signals, CH, CH₂, C=O, C-O-C, with average fiber diameter values of 24-29 μm, wall thickness of 250 nm and an average resistivity of 360 mega ohms. With these characteristics, it is possible to establish that the ceiba *aesculifolia* fiber can be used in the areas of electronics, medicine, aeronautics and construction; as well as in all those areas where an insulating barrier is required.

NOMENCLATURA

MEB:	Microscopia Electrónica de Barrido
EDS:	Energía Dispersiva
CD⁺⁺	Constante Dieléctrica
nm:	Nanómetros
µm:	Micrómetros
FTIR:	Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier
IR:	Infrarrojo
TGA:	Análisis Termogravimétrico
°C:	Grados Centígrados
V	Volts
Aw₀	Clima cálido el más seco de los subhúmedo con lluvias en verano y porcentaje regular a bajo de lluvias invernales.
Aw₀(X')	Clima cálido el más seco de los subhúmedos, con lluvias en verano, así como alto porcentaje de lluvias invernales.
Aw₁	Clima cálido subhúmedo con lluvias en verano y bajo porcentaje de lluvias invernales.
Aw₁(X')	Clima cálido subhúmedo con lluvias en verano, pero alto porcentaje de lluvias invernales.
# Sem.:	Número de Semillas Sembradas
# Sem. Germ.:	Número de Semillas Germinadas

% Germ.	Porcentaje de Germinación
Sobr.:	Sobrevivencia
gr:	Gramos
mg:	Miligramos
cm:	Centímetros
cm³:	Centímetros Cúbicos
ml:	Militros
ρ:	Densidad (gr/cm ³)
m:	Masa (gr)
V:	Volumen (cm ³)
π:	Constante 3.1416
r:	Radio del cilindro (cm)
h:	Altura del cilinfro (cm)
D:	Diametro del cilindro (cm)
MΩ :	Megaohmetros
THF:	Tetrahidrofurano
OH:	Hidroxilo
F₀:	Fibra natural
F_T:	Fibra tratada con NaOH

CAPITULO I

1.1 INTRODUCCIÓN

Una fibra es un sólido relativamente flexible, con una pequeña sección transversal y una elevada relación longitud-anchura. Se clasifican en tres grupos: las fibras naturales, artificiales y sintéticas. Las fibras naturales han existido desde hace miles de años, mientras que las fibras sintéticas se han desarrollado en los últimos 60 años [11]. Estas últimas se desarrollaron como una manera de compensar algunas de las "deficiencias" que presentan las fibras naturales, como las polillas, las arrugas, y el desgaste. A pesar de lo anterior, las fibras naturales han adquirido cada vez más importancia.

Las fibras naturales pueden ser usadas como refuerzo para la generación de compuestos poliméricos debido a su alto rendimiento, sustentabilidad ambiental, biodegradabilidad, peso ligero y bajo costo. El impacto de diversas técnicas de funcionalización de fibras naturales sobre las características de los polímeros resultantes ha sido discutido en diversos aspectos relacionados al grado de adhesión, resistencia al cizallamiento interfacial, humectación, resistencia mecánica, estabilidad térmica, características mecánicas-dinámicas, propiedades termo-mecánicas, eléctricas, absorción de agua entre otras [9].

La ceiba es una fibra de origen natural que se obtiene del interior del fruto del árbol pochote ceiba, cuya especie se encuentra en los alrededores de la ciudad de Morelia, Michoacán; aunque también se encuentra en otras zonas de México, como en los estados de Sinaloa, Nayarit, Jalisco, Colima, Michoacán, Guerrero, Oaxaca, Chiapas, Puebla, Estado de México, Morelos, Veracruz, y hasta el norte de la península de Yucatán, Quintana Roo y en el este de Campeche. La ceiba pertenece a la familia de las Malvaceae, una familia formada por plantas herbáceas, subarbustos o incluso pequeños árboles, con hojas alternas pecioladas, simples, enteras, lobuladas o digitadas, más raramente palmatisectas y con estípulas de la cual derivan varios tipos de ceibas como la ceiba *Aesculifolia* y la ceiba *Pentandra*, ambas se obtienen del interior del fruto del árbol pochote ceiba y tienen gran similitud [23].

Sin embargo, la fibra ceiba *aesculifolia* ha sido escasamente estudiada a pesar de que brinda un alto nivel de oportunidades en el área del aislamiento termo-acústico. En base a lo anterior, la

presente investigación se realizó para conocer las características estructurales químicas y morfológicas de la fibra ceiba *aesculifolia* debido a que esta fibra es muy abundante en estado de Michoacán por su capacidad de adaptación a los climas cálidos, subhúmedos y semihúmedos. El anterior interés se enfatiza debido a que es una fibra de poco o escaso aprovechamiento; lo cual resta importancia a los esfuerzos por conservar y proteger a los arboles de la especie del que se obtiene la fibra, mismos que se ha reducido en los últimos años [3].

1.2 JUSTIFICACIÓN

La fibra ceiba *aesculifolia* ha sido escasamente estudiada a pesar de contar con características estructurales y físicas que le confieren un alto nivel de oportunidades en el área de la electrónica. Esto debido a que la fibra presenta una estructura tubular de longitud medible en metros y con diámetros de 10-30 μm . Con ello es posible predecir que su capacidad de retención/absorción de aire puede generar un aislamiento térmico, acústico y eléctrico. En donde el aire por su bajo coeficiente de absorción impide el paso del calor por conducción. Adicionalmente, esta es una fibra natural de bajo costo que se produce en el estado de Michoacán, lo cual es suficiente para garantizar su suministro y calidad.

1.3 HIPÓTESIS

La fibra de ceiba *aesculifolia* tiene una estructura tubular, en el interior de la cual se encuentra el aire en un porcentaje superior al 99.5 % en volumen. Este aire con bajo coeficiente de absorción de calor, ondas sonoras y electricidad permitiría que la fibra sea un material aislante. Por lo tanto, es importante valorar su estructura tubular y con ello se podría determinar la viabilidad de su uso en el área de la electrónica donde se requieren nuevos y mejores aislantes que reduzcan las emisiones de calor, ruido y electricidad.

1.4 OBJETIVOS

1.4.1 Objetivo general

Caracterizar la fibra Ceiba *Aesculifolia*, a través de equipos de análisis morfológico, estructural y eléctrico, con el fin de evaluar aquellas características que lo habiliten como aislante.

1.4.2 Objetivos específicos

1. Determinar la polaridad de la fibra Ceiba *Aesculifolia*, mediante solventes selectivos para determinar el grado de solubilidad y polaridad.
2. Determinar la morfología y dimensiones de las fibras con y sin tratamiento térmico, a través de un equipo de microscopia electrónica de barrido (MEB), y con ello conocer su resistencia a la apertura y volumen libre.
3. Analizar la composición porcentual atómica de la fibra por medio de la Energía Dispersiva (EDS) de las fibras con y sin tratamiento térmico para conocer el grado de degradación alcanzada.
4. Conocer la estructura química de la fibra a través de los grupos funcionales que la integran. Mediante el uso de la Espectroscopia Infrarroja (FTIR), para determinar su afinidad funcional.
5. Establecer el cambio funcional que la fibra presenta debido a incrementos de temperatura, en base a un análisis espectroscópico.
6. Valorar el comportamiento térmico de la fibra en base a su pérdida de peso (TGA), para establecer el grado máximo de resistencia térmica, degradación y tipo de uso de la misma.
7. Evaluar la resistividad eléctrica de la fibra natural solubilizada en medio neutro y básico, empleando un megaohmetro para conocer la resistencia al paso de corriente.

CAPITULO II. MARCO TÉORICO

2.1 POLÍMEROS

Los polímeros (griego poli', muchos; meros, parte) son macromoléculas o grandes moléculas, formadas por muchas pequeñas unidades simples que se repiten unidas por enlaces covalentes, llamadas monómeros. Los monómeros se unen entre si formando polímeros de variado peso molecular. Los polímeros con un alto grado de polimerización o unión de muchos monómeros se denominan altos polímeros y los de bajo grado de polimerización se denominan oligómeros (oligo' que significa pocos)[4].

La unión de monómeros de igual naturaleza a lo largo de la cadena origina polímeros que se designan como homopolímeros (homo' significa igual o idéntico); ejemplo de ellos es el polietileno, poliestireno o polipropileno. Por otro lado, los copolímeros se forman por la unión de monómeros de distinta naturaleza (co' dos o más); por ejemplo, el poli(acrilonitrilo-co-butadieno) y el poli(estireno-co-butadieno)[5].

La mayoría de las sustancias orgánicas presentes en la materia viva, como las proteínas, la madera la quitina, el caucho, las resinas, son polímeros, también lo son muchos materiales sintéticos como los plásticos, las fibras (Nylon, Rayón), los adhesivos, el vidrio, la porcelana. El termino resina es frecuentemente usado para referirse a cualquier material en estado polimérico; originalmente se refería a productos naturales sin embargo, se ha vuelto común el uso de este término para referirse a polímeros sintéticos, particularmente a los precursores de polímeros, tales como resinas epoxy y fenólicas[6].

2.2 POLÍMEROS NATURALES

Durante la última década, los polímeros naturales (polisacáridos y proteínas) han sido ampliamente estudiados y desarrollados como dosificadores para el suministro de medicamentos como la insulina y otros de consumo oral. Los polímeros naturales normalmente se consideran inocuos a ser aplicados *in vivo*, y la mayoría de ellos ya están en uso como excipientes en la industria farmacéutica. Particularmente los polisacáridos muestran una buena biocompatibilidad y características de degradación enzimática. Estos polímeros se pueden

alterar química y bioquímicamente, para ser empleados en propósitos donde se requiere un recubrimiento no tóxico, inofensivo, altamente estable, biocompatible, y capacidad de gelación, lo cual representa una oportunidad para incorporarle fármacos de administración oral, como las proteínas [7].

Los polímeros naturales están hechos por organismos vivos como las plantas y animales, lo cual permite que posean una notable biocompatibilidad. En general, los biomateriales que comprenden polímeros naturales son biocompatibles con las células y los tejidos circundantes; tienen excelente biodegradabilidad y provocan poca respuesta inflamatoria. Por lo tanto, los polímeros naturales se han estudiado como candidatos para biomateriales porque tienen factores esenciales como biodegradabilidad, biocompatibilidad y no citotoxicidad[8].

2.3 CARACTERÍSTICAS DE LAS FIBRAS

Los polímeros algunas veces están ordenados de manera regular y empaquetados, dispuestos en cristales en un arreglo que le permite la formación de una fibra. Esta estructura es un sólido relativamente flexible, con una pequeña sección transversal y una elevada relación longitud-anchura, para ser clasificados en tres grandes grupos de fibras: las naturales, artificiales y sintéticas.

A pesar de que las fibras naturales han existido desde hace miles de años, el descubrimiento de las fibras sintéticas es un fenómeno relativamente nuevo. Estas últimas se desarrollaron como una manera de compensar algunas de las "deficiencias" que presentan las fibras naturales, como las polillas, las arrugas, y el desgaste. Por ejemplo, fibras sintéticas como el rayón y el nylon se produjeron aproximadamente hace 100 años para aliviar tales deficiencias.

Las fibras vegetales son estructuras alargadas de sección redonda, que se pueden clasificar según su origen en: fibras de la semilla, tallo fibras, fibras de las hojas, y fibras de frutas. En comparación con las fibras naturales tradicionales, las fibras vegetales presentan como principales ventajas: abundancia, bajo costo, baja densidad, absorción de dióxido de carbono (del medio ambiente), biodegradabilidad y regenerabilidad. Sin embargo, sus principales desventajas son: una alta absorción de humedad, baja resistencia a los microorganismos, baja estabilidad térmica y propiedades mecánicas inferiores a las fibras sintéticas [9].

2.4 FIBRAS SINTÉTICAS Y NATURALES

En la actualidad las fibras sintéticas se emplean entre otras áreas en diseños de moda, accesorios para el hogar, medicina, aeronáutica e industria. Así, existen fibras ingenieriles que pueden emplearse en aplicaciones no consideradas hace algunos años, las cuales conllevan la desventaja de su lenta degradación en el medio ambiente, lo cual representa un alto riesgo al frágil equilibrio de la vida en el planeta [10, 11].

Las fibras naturales representan una alternativa en el aspecto ambiental y han estado adquiriendo gran interés en la investigación como refuerzo para la generación de compuestos poliméricos debido a su alto rendimiento, sostenibilidad ambiental, biodegradabilidad, peso ligero y bajo costo. El impacto de diversas técnicas de funcionalización de fibras naturales sobre las características de los compuestos poliméricos resultante; ya que, mediante su funcionalización por medios químicos, se puede mejorar entre otras, el grado de adhesión, resistencia al cizallamiento interfacial, humectación, rendimientos mecánicos, estabilidad térmica, características mecánicas dinámicas, propiedades termo mecánicas, eléctricas, absorción de agua entre otras [10].

Existe una gran variedad de fibras naturales, entre las más importantes están aquellas que se obtienen de los árboles, arbustos y plantas. Estas son consideradas de gran interés debido a su facilidad de obtención y costo.

Muchas de las fibras naturales son producidas por familias de árboles como lo son la familia Malvaceae, las cuales están ampliamente utilizadas para realizar preparados medicinales, tanto de hojas como flores y frutos. Algunas también se cultivan en jardines como ornamentales [24].

2.5 FAMILIA MALVACEAE

Familia formada por plantas herbáceas, subarbustos o incluso pequeños árboles, con hojas alternas pecioladas, simples, enteras, lobuladas o digitadas, más raramente palmatisectas y con estípulas.

Las flores de las malváceas son pedunculadas, hermafroditas por lo general; aparecen solitarias en las axilas de las hojas, en fascículos cimosos o axilares, más raramente en racimos terminales,

ocasionalmente en espigas o umbelas. Tienen un epicáliz formado por piezas libres o soldadas, que regularmente aparecen. El cáliz es 5 - lobado o 5 - 10 dentado, mientras que la corola consta de 5 pétalos libres entre ellos, pero adnados a la base del tubo estaminal. Los estambres son numerosos, monadelfos, con los filamentos soldados en un tubo por cuyo interior pasa el estilo. El gineceo tiene un ovario súpero con estilos libres o más frecuentemente soldados y estigmas terminales y capitados o discoideos, decurrentes y alargados. El fruto es una cápsula loculicida o un esquizocarpo[12].

2.5.1 Fibras principales

a). *Ceiba Aesculifolia*

La ceiba aesculifolia es una fibra de origen natural que se obtiene del interior del fruto del árbol pochote ceiba aesculifolia, cuya especie se encuentra en las proximidades de la ciudad de Morelia, Michoacán; aunque también se encuentra en otras zonas de México, como en los estados de Sinaloa, Nayarit, Jalisco, Colima, Michoacán Guerrero, Oaxaca, Chiapas, Puebla, Estado de México, Morelos, Veracruz, y en el norte de la península de Yucatán, Quintana Roo y en el este de Campeche[3, 13].

b). *Ceiba Pentandra*

En la Tabla 1 se identifica las especie de la ceiba *pentandra*, la cual pertenece a la familia de la ceiba *aesculifolia* ya que ambas son del mismo grupo de las malvaceae, de igual forma es una fibra de origen natural que se obtiene del interior del fruto del árbol pochote ceiba *pentandra*, cuya especie se encuentra en Chiapas, Colima, Guerrero, Jalisco, Nayarit, Oaxaca, Puebla, S.L.P., Sonora, Tabasco, Tamaulipas, Veracruz, Yucatán, Quintana Roo, Campeche, así como en parte de los países centroamericanos [14].

Tabla 1. Identificación de las especies de ceiba *aesculifolia* y ceiba *pentandra*.

Especies Ceiba	Características	Subespecie Ceiba	Características
<i>C. Pentandra</i>	Flores con pétalos de 1 a 2.5 cm de largo.	- - -	- - -
<i>C. Aesculifolia</i>	Flores con pétalos de 6 a 15 cm de largo.	<i>C. aesculifolia</i> subsp. <i>aesculifolia</i>	Folíolos de 5 a 15 cm largo, ápice agudo o acuminado; frutos de 10.5 a 19.5 cm de largo.
		<i>C. aesculifolia</i> subsp. <i>parvifolia</i>	Folíolos de 2.8 a 4.5 cm largo, ápice redondeado o ligeramente emarginado, mucronado; frutos de 3.5 a 8 cm de largo

2.5.2 Características de la fibra *Aesculifolia*

Los árboles que dan origen a la fibra *aesculifolia*, se caracterizan por poseer una altura de 4 a 14 m y arbustos de 1 a 3 m de diámetro. Tallos glabros o con pubescencia gris, tronco con acúleos cónicos, de 2.5 a 6.5 cm de largo, hojas con 5 a 8 folíolos, frutos pardos o verdes con manchas rojizas, elipsoidales a obovoides, de 10.5 a 19.5 cm de largo, 3.5 a 8 cm de ancho, leñosos, glabros, con la cubierta ampollosa; este árbol puede coexistir en climas cálidos, subhúmedos y menos húmedos (Aw_0 , $Aw_0(X')$) así como en bosque tropical caducifolio, bosque tropical subcaducifolio, bosque de *Quercus*, bosque de galería y palmar a una altitud de 20 a 2100 m.

La fibra *aesculifolia* (que proviene de los frutos) es sedosa y ha sido usada en el pasado para tejer mantas o rellenar cojines o almohadas. También es usado frecuentemente como árbol de sombra u ornamental.[13, 15].

Su producción fenológica se muestra en la Tabla 2 y su taxonomía en la Tabla 3. En ellas se puede establecer que existe una generación del fruto de por lo menos 8 meses al mes, lo que permite advertir que la fibra puede tener una producción muy constante en gran parte del año y con ello disponer de materia prima para diversos fines.

Tabla 2. Producción de flor y fruto del árbol pochote ceiba *aesculifolia* durante el ciclo anual.

	Enero	Feb.	Mar.	Abril	Mayo	Junio	Julio	Ago.	Sep.	Oct.	Nov.	Dic.
Flor	*	*	*	*	*						*	*
Fruto					*	*	*	*	*	*	*	*

*Disposición efectiva mensual

La Taxonomía de la fibra *ceiba aesculifolia* indica su clasificación e identificación de acuerdo a sus principios, métodos y fines.

Tabla 3. Taxonomía ceiba *aesculifolia*.

Clasificación	Identificación
Reino	Plantae
Subreino	Tracheobionta
División	Magnoliophyta
Clase	Magnoliopsida
Orden	Malvales
Familia	Malvaceae
Subfamilia	Bombacoideae
Género	Ceiba
Especie	Ceiba <i>Aesculifolia</i>

2.5.3 Características de la fibra *Pentandra*

Los árboles que dan origen a la fibra *Pentandra*, son de 20 a 25 m de alto. Los tallos y ramas del árbol muestran una corteza lisa y fisurada, agujones y contrafuertes en la base, hojas con 7 a 8 folíolos, frutos pardos, obovoides, de 8 a 12 cm de largo, 4 a 6.8 cm de ancho, glabros; el cual, puede coexistir en climas cálidos, subhúmedos, menos húmedos, y con humedad media (w_0 , $Aw_0(X')$, Aw_1 , $Aw_1(X')$) así como en bosque tropical caducifolio perturbado y cultivada a una altitud de 0 a 1450 m. Este árbol se utiliza en la carpintería y la fibra sedosa igual que en ceiba *aesculifolia*, también es usado como árbol ornamental[14, 15].

Su producción fenológica se ha indicado en la Tabla 4. A partir de esta tabla se establece que la fibra *pentandra* presenta una producción de solo 4 meses, lo cual es inferior a los 8 meses que presenta la fibra ceiba *aesculifolia*. Esta situación hace altamente ventajoso el uso preferente de la fibra *aesculifolia*, que tiene un doble de tiempo de producción y con ello se puede diversificar el empleo de la misma.

Tabla 4. Producción de flor y fruto del árbol pochote ceiba *pentandra* durante el ciclo anual.

	Enero	Feb.	Mar.	Abril	Mayo	Junio	Julio	Ago.	Sep.	Oct.	Nov.	Dic.
Flor	*	*	*							*	*	*
Fruto				*	*	*	*					

*Disposición efectiva mensual

2.5.4 Germinación de la Ceiba *Aesculifolia* y *Pentandra*

Los resultados de la Tabla 5 muestran que la especie con mayor porcentaje de germinación de semillas fue ceiba *aesculifolia*. La velocidad de germinación en estas dos especies fue simultánea, así las especies ceiba *aesculifolia* y Ceiba *pentandra* alcanzaron más del 50% de germinación en un tiempo menor de 3 semanas. Adicionalmente, se muestra el porcentaje de germinación y sobrevivencia de plántulas de las especies tratadas, la cual es superior al desempeño de la ceiba *aesculifolia* con respecto a la ceiba *pentandra* [16].

El tiempo de germinación de la ceiba *aesculifolia* y la ceiba *pentandra* fue corto debido a que su germinación termina en un periodo de 30 a 40 días. Sin embargo, hubo algunas diferencias entre ellas, la ceiba *aesculifolia* inicia su germinación a los siete días, mientras que la ceiba *pentandra* inicia de su germinación a los diez días.

Tabla 5. Números (#) y porcentajes (%) de semillas sembradas y germinadas.

Ceiba	# Sem. Sembradas	# Sem. Germinadas	% Germinación	Sobrev-2m
<i>C. aesculifolia</i>	120	106	88	100
<i>C. pentandra</i>	120	97	80	100

Sobrev-2m= Sobrevivencia de las plántulas a los dos meses

CAPITULO III. DESARROLLO DEL TRABAJO

3.1 FIBRA CEIBA *AESCULIFOLIA*

3.1.1 Origen de la fibra ceiba *aesculifolia*

Las muestras empleadas para los análisis de esta investigación fueron obtenidas de un árbol pochote ceiba *aesculifolia* (Figura 1) joven ubicado dentro de la zona de Morelia. De este árbol se recolectaron muestras en el mes de junio del 2017 (presión atmosférica es de 0.81 atm. y la temperatura promedio en el mes de recolección fue de 25.1°C). Las coordenadas del árbol son 19°44'04.0"N 101°13'42.6"W o 19.734443, -101.228506.

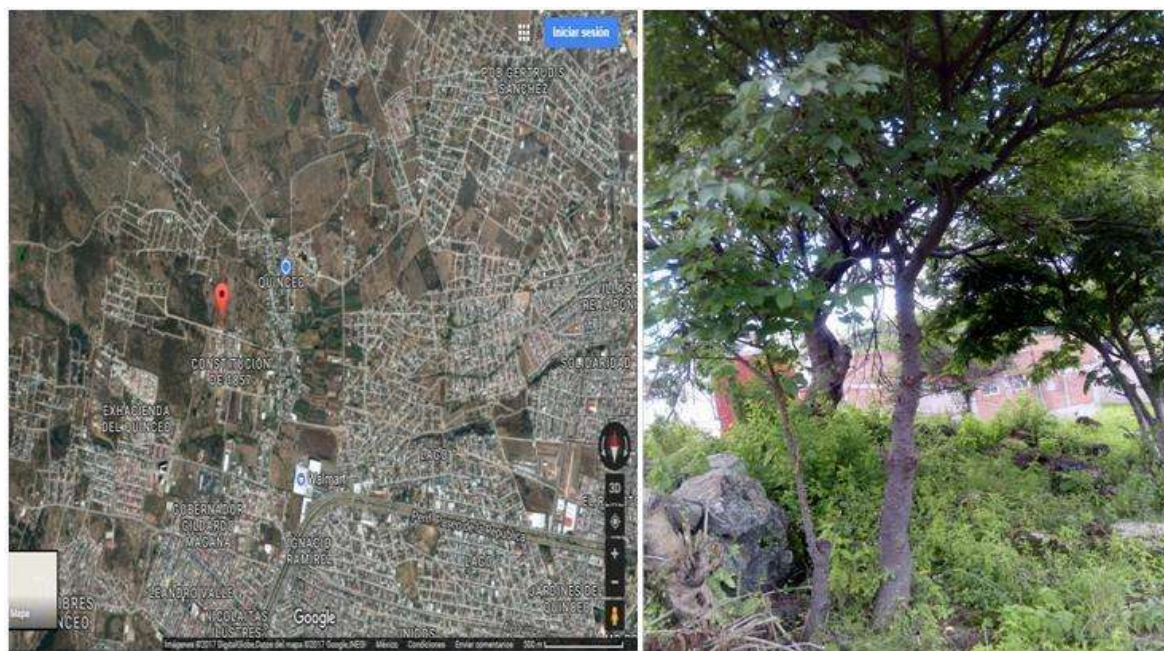


Fig. 1 Ubicación del árbol Pochote ceiba *aesculifolia*.

Previo a los análisis, la fibra ceiba *aesculifolia*, fue lavada con agua destilada a 100 °C en un equipo soxhlet hasta no observar un cambio significativo en el color del disolvente.

3.1.2 Toma de la muestra de fibra ceiba *aesculifolia*

Para obtener la fibra se llevaron a cabo los siguientes procedimientos, a) separación de la fibra de la parte central del fruto y b) separación de la fibra cercana a la corteza interna del fruto.

3.1.3 Lavado de la fibra

Se tomó fibra de dos puntos distintos en el fruto, el primero de la parte media o centro del fruto por presentar una coloración opaca y amarillezca. Así, con el fin de retirar en el lavado cualquier sal o suciedad por estar totalmente expuesta al medio ambiente. La segunda fibra fue tomada de la corteza del fruto ya que en ese punto la fibra estaba totalmente limpia y blanca (véase en la Figura 2).



Fig. 2 Muestreo en dos puntos del fruto de la fibra ceiba *aesculifolia*.

Se pesó 2.1593 gr de fibra de la parte central del fruto para darle un lavado soxhlet únicamente con agua destilada (Figura 7).

3.2 SOLVENTES

Los solventes en la presente investigación fueron de tres clases (ver Tabla 6):

- Solventes polares: Agua, metanol, etanol, acetona, y ácido acético.
- Solventes no polares: Hexano, cloroformo, y tolueno.
- Solventes neutros o apróticos: Tetrahidrofurano (THF).
- Solvente básico: soluciones de hidróxido de sodio al 5% en peso, esto para determinar cómo influye en las propiedades eléctricas, por el uso de este solvente. Así, se llevaron a cabo pruebas de resistividad eléctrica ya que en un estudio previo de SEM a la fibra, se estableció que la fibra *pentandra* pierda su forma tubular generando una película[17].

3.3 CARACTERIZACIÓN A NIVEL LABORATORIO

3.3.1 Comportamiento al medio ambiente

Todas las fibras separadas del fruto fueron expuestas al medio ambiente con el propósito de observar algún posible cambio en la muestra. Así 0.660 gramos la fibra ceiba *aesculifolia* fueron colocados en una caja Petri a temperatura de 25 °C en ausencia de luz, para seguir su cambio de color en un intervalo de 1 a 72 horas. De 1 a 6 horas, se realizaron lecturas cada hora; y posteriormente, se realizaron lecturas a las 12, 18, 24, 48 y 72 horas; esto con el fin de determinar el comportamiento de la fibra al medio ambiente (Figura 6).

3.3.2 Pruebas de solubilidad

Estas pruebas se realizaron en vasos de precipitado con soluciones 1:10 soluto/solvente (1 mg de fibra por 10 ml de solvente) a temperatura ambiente con agitación moderada (Tabla 6). Se evaluó el comportamiento de la fibra antes y después de su contacto con el solvente durante 2 horas, observando la variación de color y contracción de la fibra.

3.4 CARACTERIZACIÓN INSTRUMENTAL

3.4.1 Microscopio Electrónico de Barrido (MEB)

El Microscopio Electrónico de Barrido o SEM (Scanning Electron Microscopy) empleado fue un equipo marca JEOL, modelo JSM-7600F el cual utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz a alta presión para formar una imagen ampliada de la superficie de un objeto bajo una presión de vacío de 1×10^{-5} Pa. Éste instrumento permite la observación y caracterización superficial de sólidos inorgánicos e orgánicos.

3.4.2 Espectroscopia de Energía Dispersiva (EDS)

Se tomará un análisis de Energía Dispersiva (EDS) para conocer las composiciones químicas de las partículas que componen la fibra ceiba.

3.4.3 Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

Esta caracterización se llevó a cabo a diferentes temperaturas y presión atmosférica; se utilizó el equipo Perkin Elmer Spectrum 400 con un rango de onda de 650 a 4000 cm^{-1} por medio de reflectancia total atenuada (ATR). La muestra analizada fue la fibra producida por el árbol Pochote Ceiba *aesculifolia*.

3.4.4 Análisis Termogravimétrico (TGA)

El análisis para TGA se llevó a cabo en un equipo STA 449 F3 Júpiter en un rango de temperaturas de 50 a $600\text{ }^{\circ}\text{C}$. Se utilizó un peso aproximado de 5.793 mg de fibra colocada en un crisol de aluminio con tapa perforada para la obtención de los termogramas. Se utilizó una atmosfera inerte de nitrógeno con una velocidad o rampa de calentamiento de $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

3.4.5 Análisis de la resistividad eléctrica

Las mediciones de este tipo se desarrollaron en un MegOhmMeter 1520 de Fluke. Este instrumento mide la resistencia de aislamiento, capaz también de medir la tensión y de comprobar conexiones con su función Lo-Ohms el cual cuenta con tres tensiones de salida para la comprobación de la resistencia de aislamiento: 250 , 500 y 1000 V .

Se emplearon dos placas de baquelita (ánodo y cátodo) con un diámetro de 1.3 cm , colocando las pastillas de fibra entre ellas para hacer fluir la corriente eléctrica del cátodo al ánodo como se muestra en la Figura 3.

Para las mediciones se realizó un ajuste a la fibra como se muestra en la Figura 22 tomando un peso, diámetro y 2 alturas como mediciones, las cuales fueron 0.0718 gr , 1.3 cm , 1 mm y 0.5 mm para F_0 y F_T respectivamente.

Se usaron dos pastillas conformadas por fibra, una constituida de fibra natural (F_0) y la otra de fibra tratada con una solución de NaOH al 5% en peso el cual se dio con agitación vigorosa, lavado hasta pH neutro y secado a vacío hasta peso constante (F_T). Ambas a temperatura de 25°C . Dado este tratamiento se sometieron al proceso de prensado para obtener las pastillas con el mismo peso y diámetro, pero alturas diferentes.

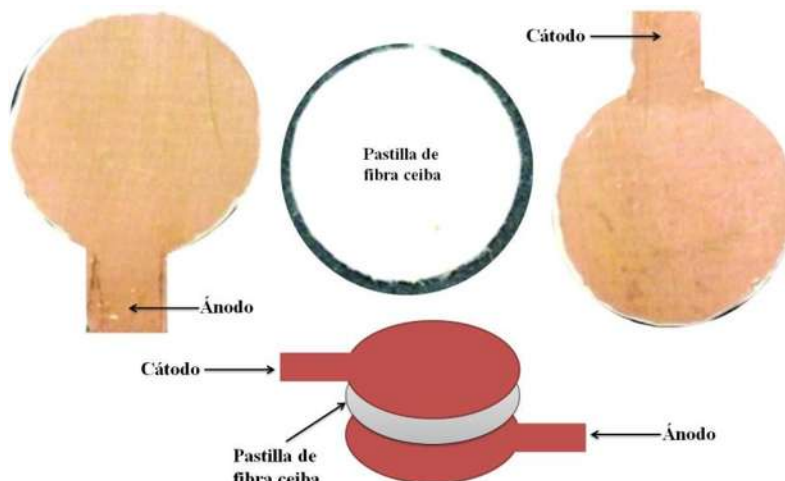
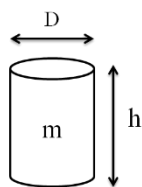


Fig.3 Proceso de la medición de resistividad eléctrica.

Para cada voltaje aplicado a las pastillas se hicieron 3 mediciones, de estos valores se calculó el promedio dando como resultado los valores de la tabla 11.

3.4.6 Cálculo de la densidad

Para éste cálculo se utilizó un método teórico mostrado en la Figura 4 enfocado en un cuerpo solido cilíndrico; para darle forma cilíndrica a la fibra (Figura 22) se tuvo que someter a un prensado en un equipo CARVER modelo: 9350-L a una presión de 3.5 psi con un tiempo de prensado de 3 minutos.



$$\rho = \frac{m}{V} \quad [1] \quad r = \frac{D}{2} \quad [2]$$

$$V = \pi * r^2 * h \quad [3]$$

Fig. 4 Método teórico para la obtención de la densidad.

Donde, $\rho \rightarrow (\text{gr}/\text{cm}^3)$, $m \rightarrow (\text{gr})$, $V \rightarrow (\text{cm}^3)$, $\pi \rightarrow \text{Constante}$, $r \rightarrow (\text{cm})$, $h \rightarrow (\text{cm})$, $D \rightarrow (\text{cm})$.

Donde:

ρ (densidad de la fibra), m (masa de la fibra), V (volumen de la fibra), π (3.1416), r (radio del cilindro), h (altura del cilindro), D (diámetro del cilindro).

CAPITULO IV. RESULTADOS Y DICUSIONES

4.1 APARIENCIA FÍSICA

El fruto verde o no maduro del árbol pochote ceiba *aesculifolia* es un obovoide cerrado cuya imagen se muestra en la Figura 5a, una vez maduro el fruto es de color café obscuro, el cual de manera natural se abre para mostrar en su interior la fibra de color blanca (Figura 5b).

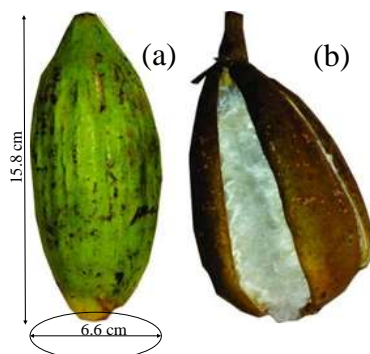


Fig. 5 Fotografía del fruto de pochote ceiba *aesculifolia* a) no maduro y b) maduro/ fibra.

4.2 COMPORTAMIENTO DE LA FIBRA EN EL MEDIO AMBIENTE

Como se puede observar en la Figura 6, en las primeras horas, es imperceptible el cambio de color que presenta la fibra en función del tiempo al medio ambiente, pero a las 72 horas se distingue una coloración tipo amarillenta por una posible oxidación de los compuestos de bajo peso molecular.

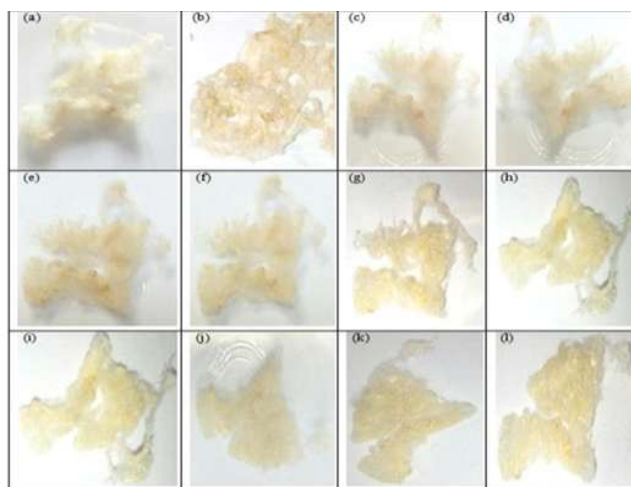


Fig. 6 Color de la fibra ceiba *aesculifolia* a diversas horas a) 0, b) 1, c) 2, d) 3, e) 4, f) 5, g) 6, h) 12, i) 18, j) 24, k) 48, l) 72.

4.3 TIEMPO DE LAVADO VS PERDIDA EN PESO VS APARIENCIA

Se realizaron dos lavados a la fibra mediante el empleo de un equipo soxhlet tomando 2.1593 gramos de fibra iniciales previos al lavado (Figura 8a).

Primer lavado de 3 horas. En la Figura 7a, se indica el lavado obteniendo como resultado un peso de la muestra de 1.7507 gr de fibra después del secado a vacío hasta peso constante, la pérdida en peso de 0.4086 gr pudo ser debido a varias partículas contenidas en la fibra al estar expuesta en su totalidad en el medio ambiente además de algunas trazas de fibra que se hayan impregnado en el dedillo o capuchón de celulosa.

Segundo lavado de 2 horas. Se realizó un segundo (adicional a las 3 horas anteriores) en el mismo equipo soxhlet con un peso de 1.7507 gr de fibra y un secado a vacío y medio ambiente (Figura 8b), para ver si podíamos retirar un poco más de sales o suciedad; después de ver tenido un reflujo con coloración constante en el dedillo (Figura 7b), el peso final de la muestra lavada, fue de 1.7001 con una pérdida de peso de 0.0506 gr.

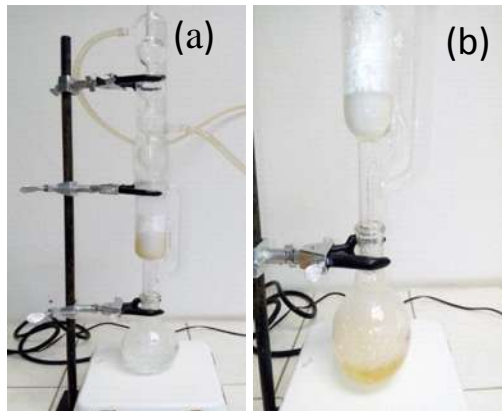


Fig. 7 Lavado soxhlet de la fibra ceiba *aesculifolia*, lavado de 3 horas (a) y lavado de 2 horas (b).

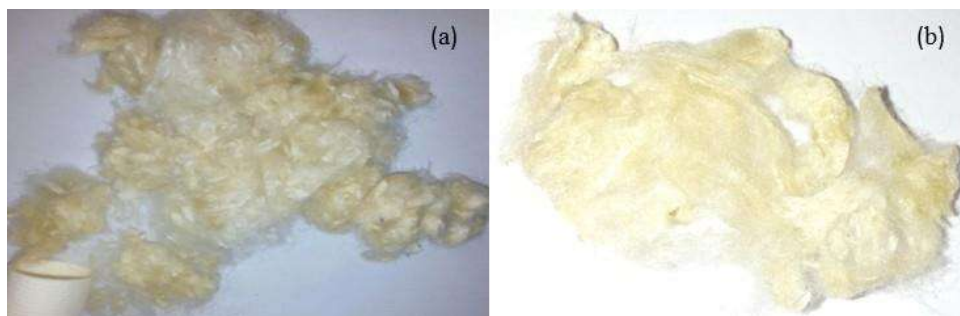


Fig. 8 Fibra Ceiba *aesculifolia* antes del lavado (a) y después de los dos lavados de 3 y 2 horas (b).

4.4 PRUEBAS DE SOLUBILIDAD

4.4.1 Efecto del solvente, para valorar la polaridad

La Figura 9a muestra el aspecto de la fibra ceiba *aesculifolia* natural (sin contacto con solventes polares), y al final de su estancia de 2 horas a temperatura ambiente en contacto con solventes polares. Las Figuras 9b, 9c, 9d, 9e y 9f, muestran el contacto de la fibra con agua, etanol, acetona, metanol y ácido acético respectivamente; en ese orden, sus constantes dieléctricas son 82, 24, 21, 33 y 6.2.

La fibra natural presenta un color blanco marfil brillante con aspecto de fibras entre tejidas. Para las fibras tratadas el agua (Figura 9b), se observó un ligero a blanco marfil claro sin generar contracción de la fibra. Las Fibras tratadas con etanol (Figura 9c) presentaron un color blanco marfil oscuro con una contracción muy significativa de la fibra. Las fibras tratadas con acetona (Figura 9d) exhibieron un color blanco marfil oscuro, pero más claro que el anterior. Las fibras en contacto con el metanol (Figura 9e) no modificaron el color respecto a la fibra natural. Finalmente, la fibra con AcOH (Figura 9f) tuvo un color blanco marfil muy suave. Con lo anterior, se puede establecer que las fibras tienen una afinidad química en el siguiente orden; etanol, acetona, AcOH, metanol, y agua. Adicionalmente, el mayor cambio de color que genera el etanol.

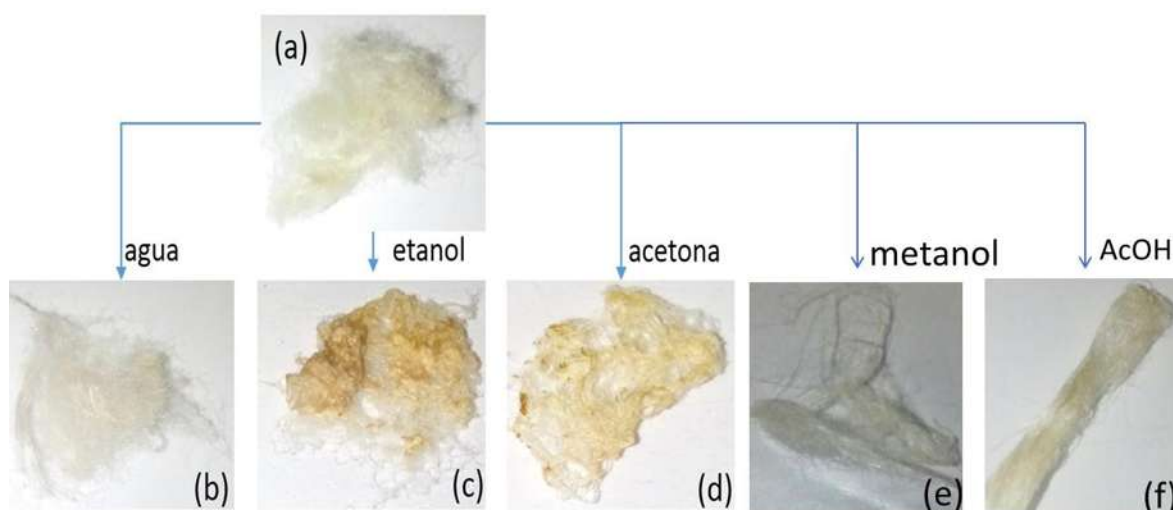


Fig. 9 Fibras de ceiba *aesculifolia* (a) natural y tratadas con disolventes polares: (b) agua, (c) etanol, (d) acetona, (e) metanol y (f) ácido acético.

Las Figuras 10a y 10b muestran las fibras de ceiba *aesculifolia* naturales, y las Figuras 10c, 10d, y 10e muestran las fibras tratadas durante 2 horas a temperatura ambiente con solventes no polares como el hexano, tolueno y cloroformo respectivamente, en ese orden, sus constantes dieléctricas son 2.0, 2.4 y 4.8.

Las fibras de ceiba tratadas con hexano y tolueno presentaron ligeros cambios en su coloración, siendo en ambos casos ligeramente más oscuras. Las fibras tratadas con cloroformo presentan un cambio de color y modificación de la textura muy ligero. Sin embargo, no se presentaron cambios muy significativos en la contracción (fusión o plastificación) de las fibras. Esto indica que las fibras presentan una mayor energía de asociación con solventes polares que con los no polares.

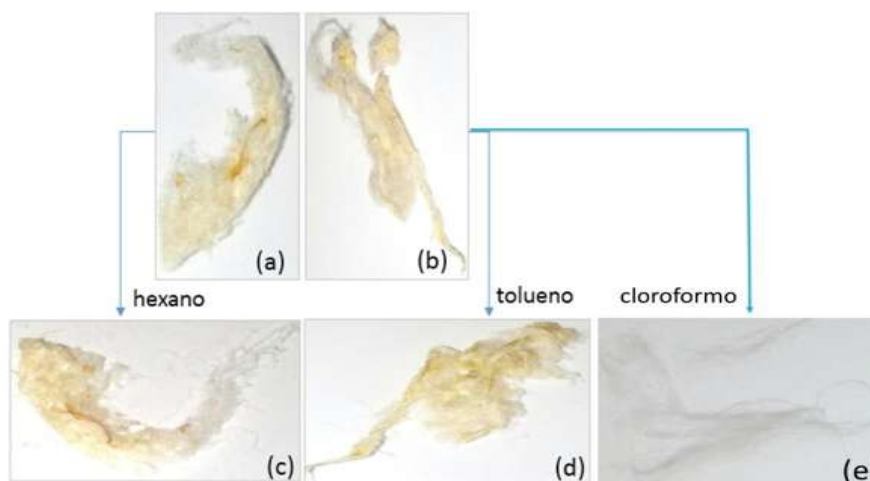


Fig. 10 Fibras (a) y (b) de ceiba *aesculifolia* naturales tratadas con disolventes no polares: (c) hexano, (d) tolueno y (e) cloroformo.

Las fibras que fueron tratadas con un solvente de polaridad intermedia como el Tetrahidrofurano (THF). Así, en la Figura 11a y 11b, se presenta la fibra en estado natural y después de ser tratada con THF respectivamente cuya constante dieléctrica es 7.5.

El color de la fibra después del tratamiento con THF no se modifica significativamente; sin embargo, se observa una importante aglomeración o contracción (fusión o plastificación) de las fibras.

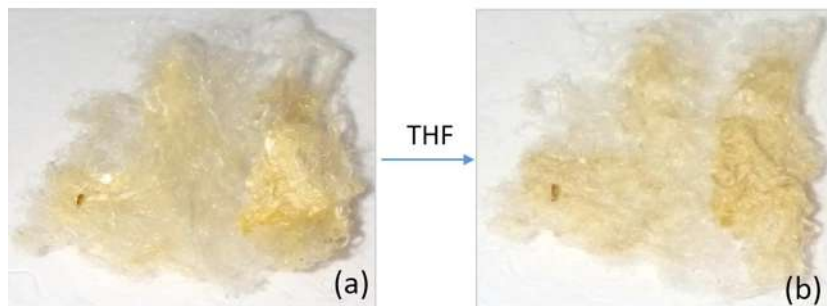


Fig. 11 Fibras (a) de ceiba *aesculifolia* naturales y después de ser tratadas con un (b) disolvente polar aprótico, THF.

En la Tabla 6 se resumen el cambio de color y la solubilidad por aplicación de solventes. Ahí se indica que las cadenas poliméricas que componen a la fibra de ceiba son ligeramente polares y por lo tanto se asocian más a las moléculas de etanol, el cual puede ser usado con su disolvente a temperaturas ambiente.

Tabla 6. Comportamiento relativo de la fibra de ceiba *aesculifolia* ante solventes polares y apolares.

Disolvente	Constante Dieléctrica (adimensional)	Análisis cualitativo*	
		Color	Aspecto físico
Agua	82	2	2
Metanol	33	2	2
Etanol	24	10	10
Acetona	21	7	7
Cloroformo	4.8	3	3
AcOH	6.2	4	3
THF	7.5	6	6
Tolueno	2.4	4	4
Hexano	2.0	4	4

*Cambios: rango 0 (más bajo) a 10 (más alto).

4.5 DETERMINACIÓN MORFOLOGÍA Y DIMENSIONAL DE LAS FIBRAS (MEB)

En la Figura 12 se muestra el análisis por MEB de la fibra ceiba *aesculifolia* a 250X, con diferentes tratamientos térmicos en los cuales se observa una expansión, un colapso y una degradación de la fibra al incrementarse su temperatura.

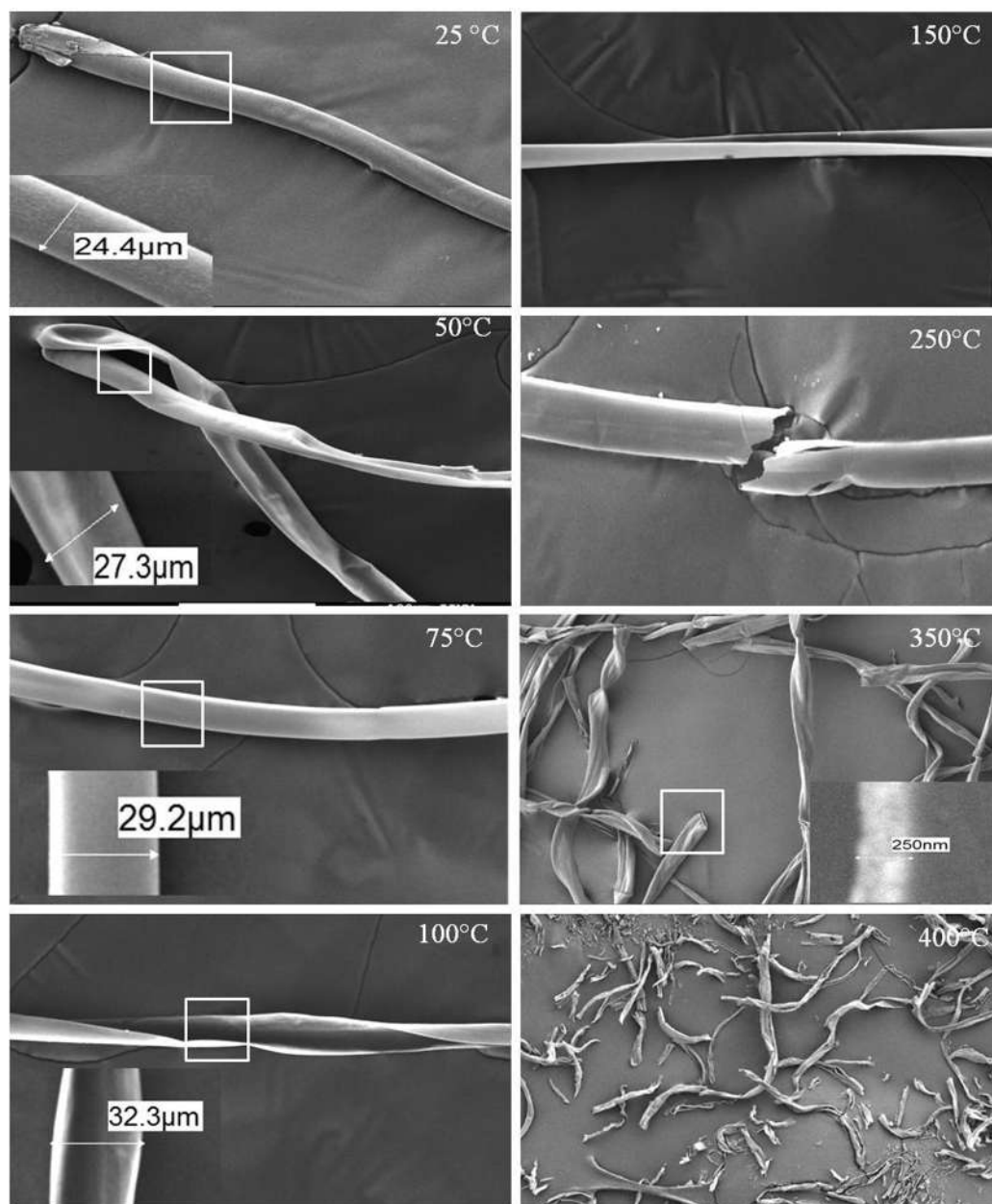


Fig. 12 Micrografías MEB de fibra ceiba *aesculifolia* a 250 X por incremento en su temperatura.

El comportamiento de la fibra ceiba *aesculifolia* por un incremento en su temperatura se aprecia mejor a una magnificación de 500X (Figura 13). Entre las temperaturas de 50 y 75 °C hay un ligero colapso por la presión del equipo ejercida en la fibra, a partir de 100 °C se aprecia la apertura de la fibra y a 250 °C se muestra su fractura.

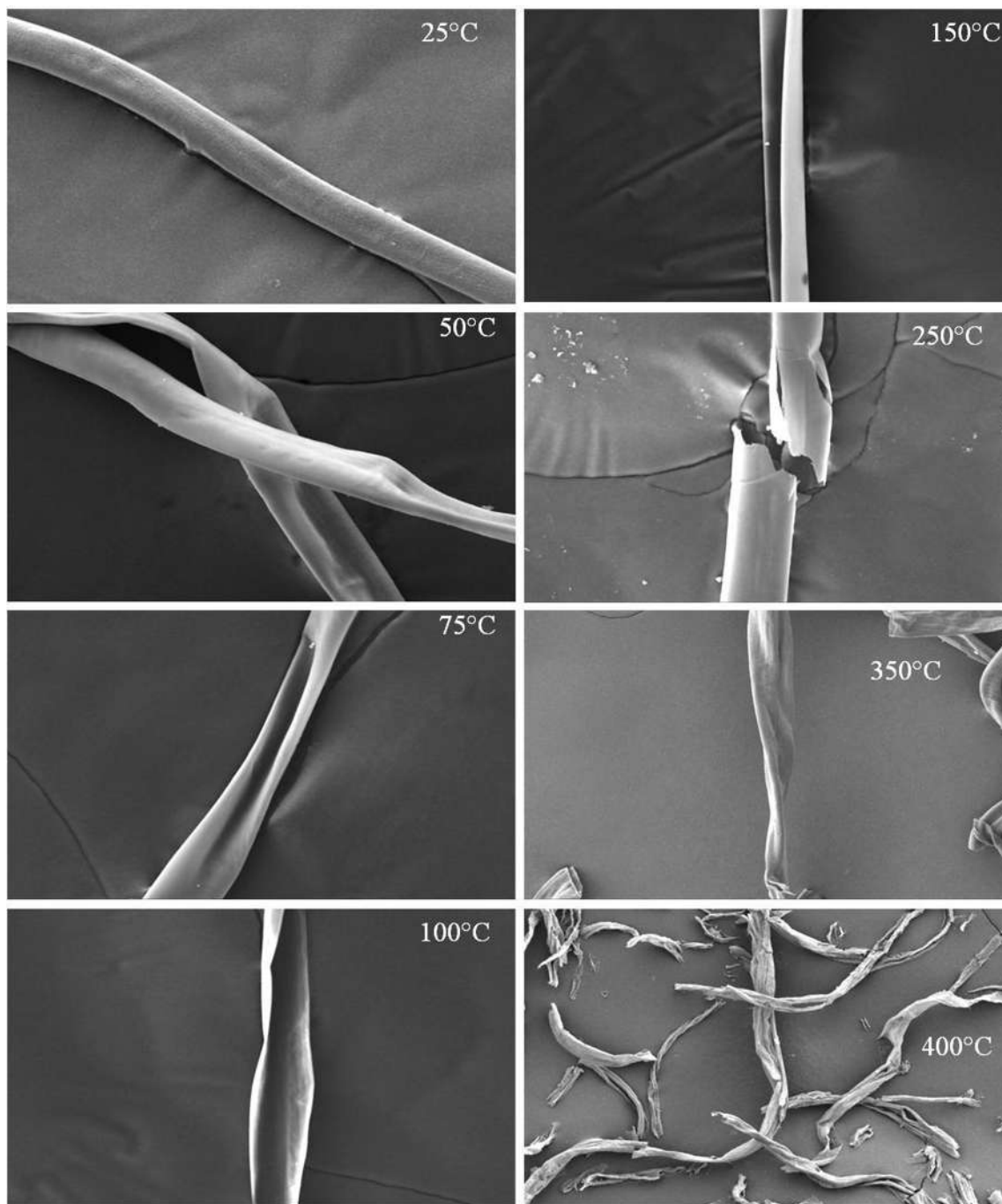


Fig. 13 Micrografías MEB de fibra ceiba *aesculifolia* a 500 X por incremento en su temperatura.

La Figura 14, muestra una magnificación a 1000X y con más a detalle la estructura microfibrilar que compone a la fibra. Incluso se aprecia el incremento de la rugosidad de la fibra al acercarse a una temperatura de descomposición (imagen de 75 °C y 350°C) en las cuales se nota tanto la deformación de la fibra y disminución de área superficial.

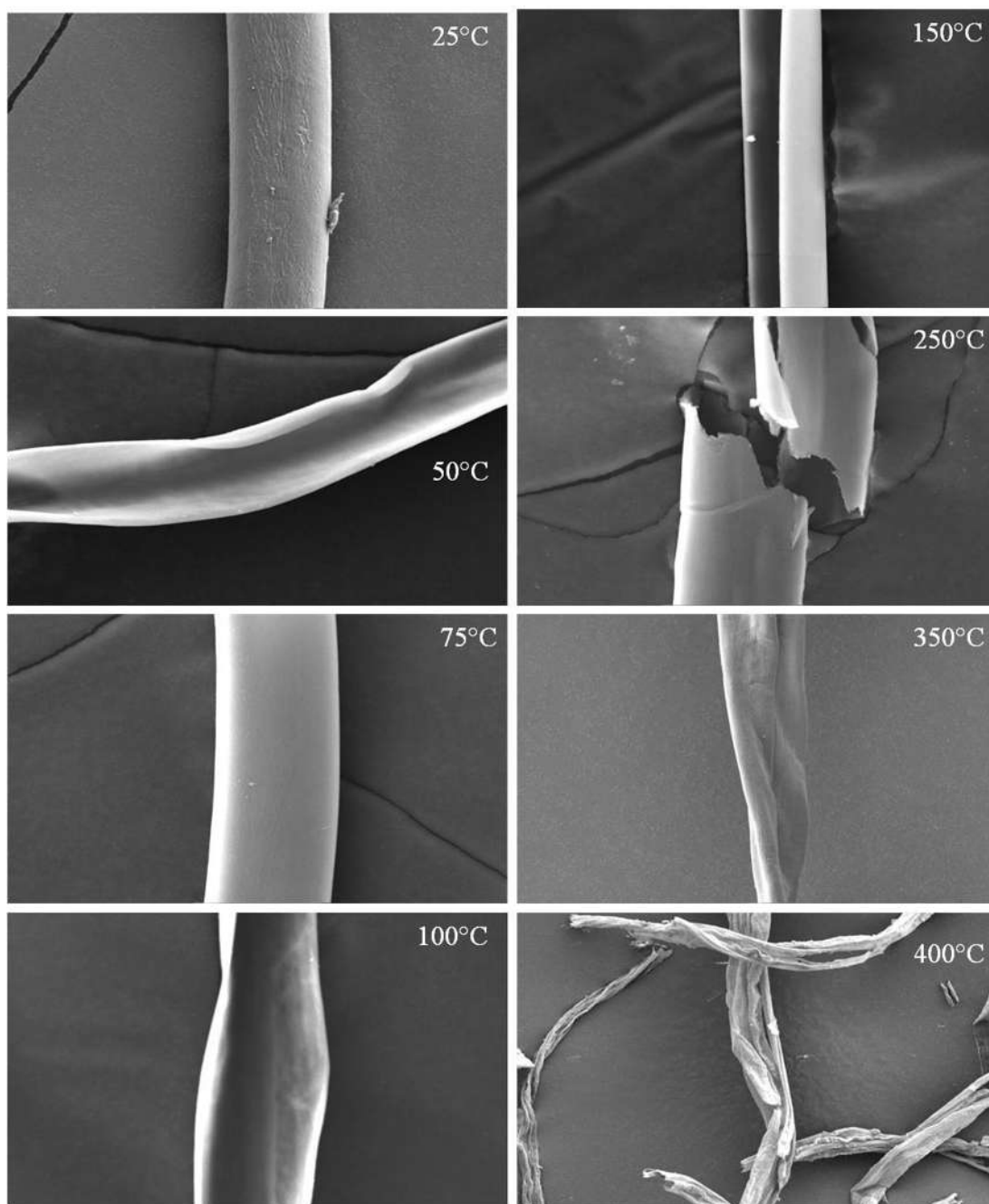


Fig. 14 Micrografías MEB de fibra ceiba *aesculifolia* a 1000 X por incremento en su temperatura.

A una temperatura de 100 °C la fibra se expandió de manera extrema hasta el límite de la ruptura de su estructura tubular. Como se observa en la Tabla 7, esto generó un aumento en el diámetro de la fibra como consecuencia de una expansión de los gases contenidos dentro de ella. Adicionalmente, se determinó que el espesor aproximado de la pared de la fibra fue de 250 nm, el cual no sufrió cambios importantes.

Tabla 7. Comportamiento dimensional de la fibra ceiba en función de un cambio de temperatura.

Tratamiento térmico (°C)	Diámetro de la fibra (µm)	Expansión de la fibra (%)
25	24.4	-
50	27.3	11.88
75	29.2	19.67
100	32.3	*
150	*	*

*Medida no realizada por ruptura de fibra.

La Tabla 8 presenta los resultados de los análisis de energía dispersiva (EDS) de la fibra antes y después del tratamiento térmico. Esta tabla muestra los porcentajes atómicos de los elementos que conforman la fibra. A medida que se incrementa la temperatura, la fibra aumentó sus niveles de carbono debido al inicio de su descomposición.

Tabla 8. Variación del Carbono y Oxígeno en por ciento en átomo (at. %) por incremento en la temperatura.

Tratamiento (°C)	Carbono	Oxígeno	Relación $\frac{C}{O}$
25	60.94	39.05	1.56:1
50	57.64	42.35	1.36:1
75	58.46	41.54	1.41:1
100	58.66	41.34	1.42:1
150	59.76	40.23	1.48:1
250	60.84	39.16	1.55:1
350	65.69	34.30	1.91:1
400	66.73	33.26	2:1

Transfiriendo los datos presentados en la Tabla 8 a un gráfico (Figura 15) es más evidente el incremento porcentual del carbono (at. %) al incrementarse la temperatura, lo cual es una medida de degradación de la fibra. Como se observa en el Figura 15, a 25 °C la concentración de carbono en la fibra es superior al inicio del estudio. La alta concentración de carbono se debe a que una fibra de celulosa sin tratamiento térmico presenta dentro de su estructura molecular, $(C_6H_{10}O_5)_n$ una concentración relativamente alta de carbono. Con las hidrolisis térmicas (formación de OH terminales) se observan las primeras escisiones de las cadenas poliméricas generando oligosacáridos (se incrementa el oxígeno y disminuye el carbono). Posteriormente el porcentaje de carbono se incrementa con la temperatura (>50 °C), pero ahora debido a una pérdida de los grupos hidroxilos, que a temperaturas extremos van dando origen a la generación de CO_2 .

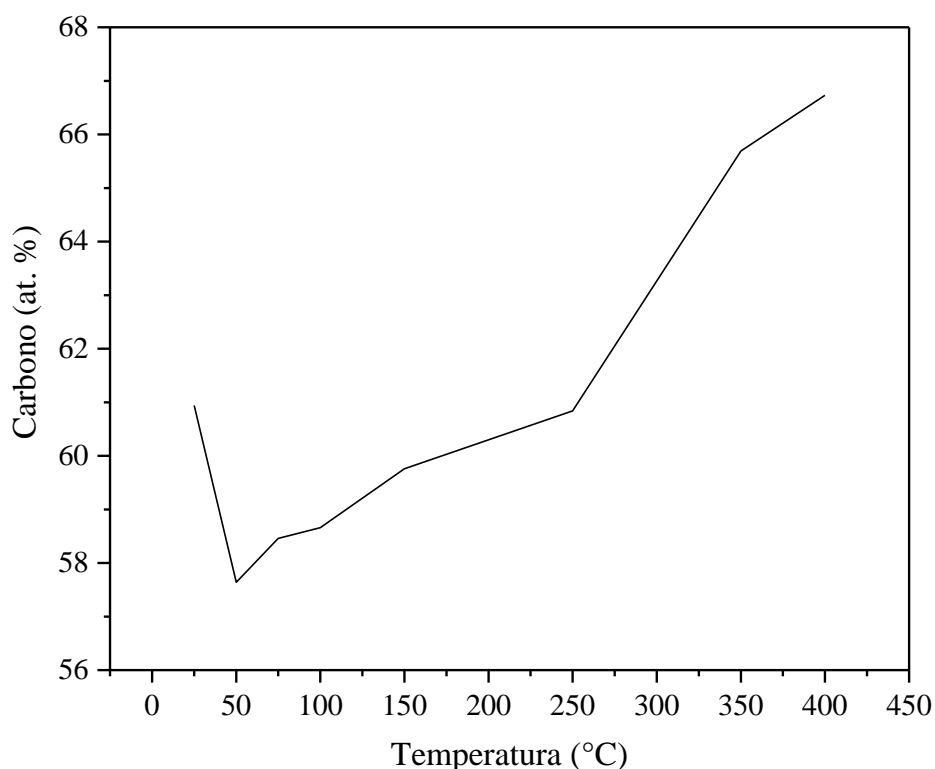


Fig. 15 Incremento de la concentración del carbono atómico en función de la temperatura en la fibra *ceiba aesculifolia*.

A continuación, se muestra en la Figura 16 algunos de los espectros por energía dispersiva en los cuales se encuentra el aumento de carbono y disminución del oxígeno en función de que la temperatura aumenta en los tratamientos térmicos de la fibra desde la temperatura inicial 16a hasta la temperatura final 16c.

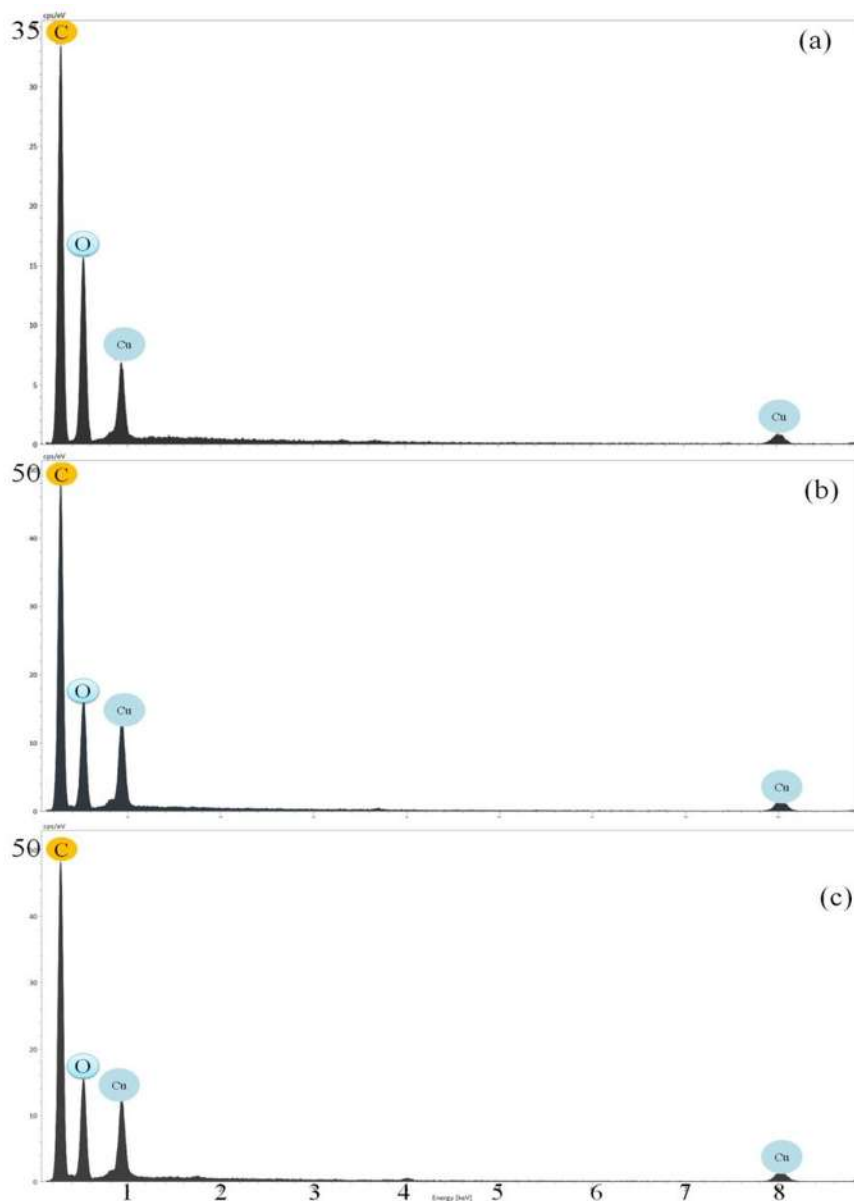


Fig. 16 Gráficos EDS, fibra a 25°C (a), 350°C (b), 400°C (c).

4.6 DETERMINACIÓN DE LA ESTRUCTURA QUÍMICA DE LA FIBRA (FTIR)

La Figura 17 se muestran los espectros FTIR de absorción de tres fibras de ceiba *aesculifolia*. El primer espectro (Figura 17a) correspondió a la fibra tomada cerca de la corteza del fruto, el segundo espectro (Figura 17b) fue de la fibra tomada del centro del fruto y el tercer espectro (Figura 17c) perteneció a esta misma muestra (tomada del centro del fruto) pero lavada

Para todas las fibras se observaron las siguientes señales; a 3340 cm^{-1} se determinó la señal característica del grupo OH, la señal a 2918 cm^{-1} indicó la presencia del CH. Adicionalmente, las señales a 1736 y 1236 cm^{-1} son características del grupo carbonilo C=O. Por otro lado, la banda de absorción a 1594 cm^{-1} se atribuyó a los enlaces insaturados C=C, las tensiones del grupo C–O son obtenidas a 1033 cm^{-1} . En la Tabla 9 se indican estas señales.

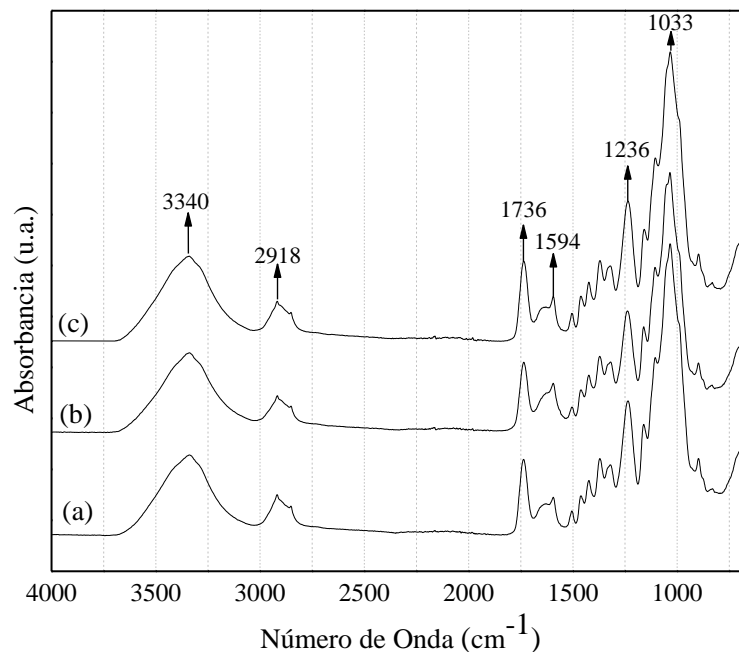


Fig. 17 FTIR de a) ceiba de la corteza, b) ceiba del centro, c) ceiba lavada.

En base a las señales que presenta la fibra se determinó la existencia de grupos polares OH's coexistiendo con grupos no polares como la fracción hidrocarbonada, $-\text{CH}-$. En los tres espectros de la fibra de ceiba *aesculifolia* se aprecian grupos muy similares entre ellos, con lo cual determinó que no se presentaron cambios significativos en la estructura química de la fibra por estar expuesta al medio ambiente (fibra del centro del fruto y fibra cerca de la corteza) o al ser sometida a un lavado soxhlet (fibra del centro del fruto lavada).

La fibra de ceiba *aesculifolia* presenta iguales grupos funcionales que la celulosa [17-22], por lo cual también se puede indicar que ambas fibras guardan una estrecha relación.

Tabla 9. Señales FTIR de los grupos funcionales presentes en la fibra ceiba *Aesculifolia*.

Grupo funcional	IR Tensiones teórica (cm ⁻¹)	Tensiones reales (cm ⁻¹)
OH	3700-3000	3340
CH	3000-2800	2918
C=O	1800-1500	1736
C=C	1680-1500	1594
C=O	1500-1200	1236
C-O	1200-650	1033

La Figura 18 muestra los espectros FTIR de la fibra de ceiba *aesculifolia* como resultado de un tratamiento térmico (de 25°C a 400 °C) bajo condiciones de vacío, determinándose que los grupos funcionales no presentaban ningún cambio entre 25 °C a 250 °C como consecuencia del tratamiento térmico. Así, se realizó un análisis de incrementos relativos de absorbancias.

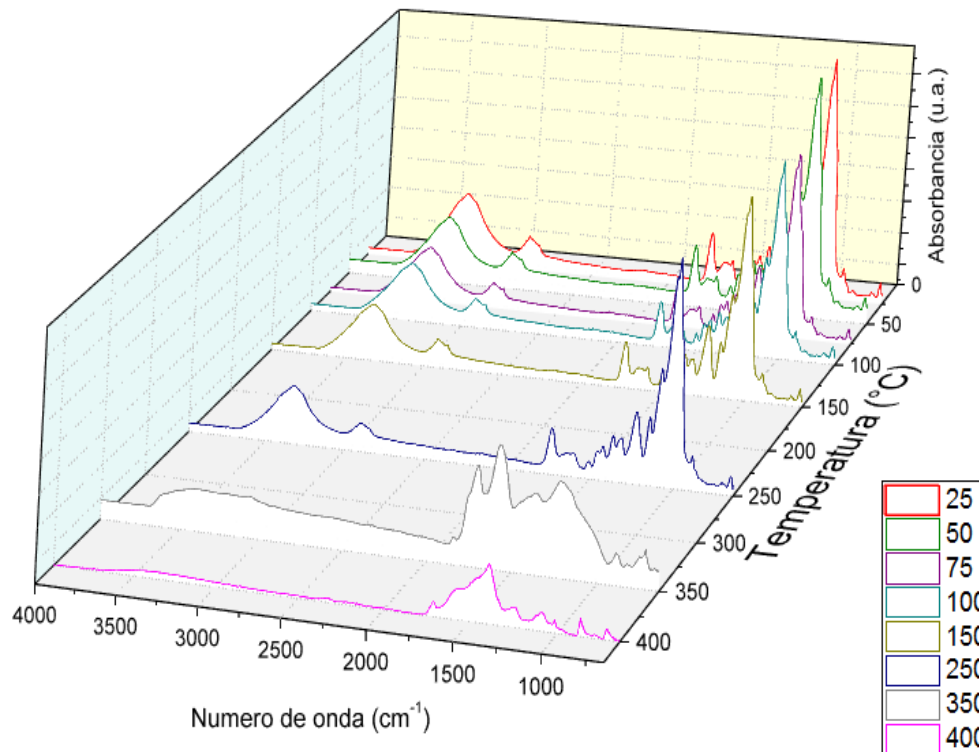


Fig. 18 Espectro FTIR de la fibra ceiba tratada térmicamente.

La Figura 19a y 19b fue extraída de la Figura 18 de la fibra ceiba *aesculifolia*, para las señales del OH – CH₂ y C=O respectivamente. A partir de los espectros de la Figura 19 se analizaron las variaciones de área (mediante integrales abajo la curva) respecto al incremento de la temperatura. Así, en la Figura 19a se observa que la intensidad de los grupos OH's, metilos y metilenos disminuye con el aumento de la temperatura.

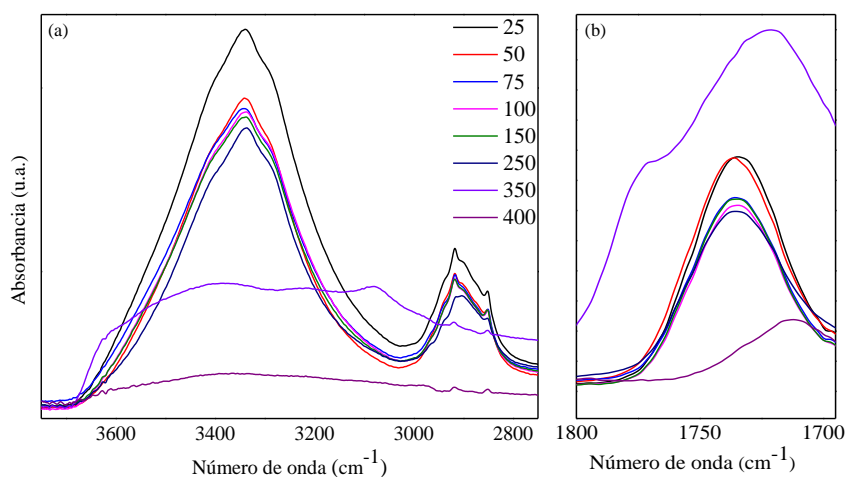


Fig. 19 Espectro FTIR de la fibra ceiba tratada térmicamente, a) Área del OH y CH, b) Área del C=O.

La Tabla 10 presenta un análisis cuantitativo de la relación de áreas entre grupos funcionales. A temperaturas extremas se crea una mayor oxidación de las fibras acompañada de un incremento de los grupos hidrocarbonados. Estos resultados son coincidentes con los reportados con anterioridad por el análisis de energía dispersiva (EDS).

Tabla 10. Relación de áreas entre los grupos hidroxilo y carbonilo con respecto al metilo.

Tratamiento térmico (°C)	Área (u.a.)			Relación de Áreas	
	OH	CH	C=O	$\frac{OH}{CH}$	$\frac{C=O}{CH}$
25	33.09	5.82	3.58	5.68:1	0.61:1
50	25.31	5.24	3.6	4.83:1	0.68:1
75	25.33	5.06	3.03	5.00:1	0.59:1
100	26.05	5.26	3.02	4.95:1	0.57:1
150	24.55	4.89	3.02	5.02:1	0.61:1
250	22.68	4.55	2.95	4.98:1	0.64:1
350	20.51	1.26	11.29	16.27:1	8.96:1
400	5.36	0.33	1.12	16.24:1	3.39:1

4.7 COMPORTAMIENTO TÉRMICO (TGA)

Mediante el análisis TGA se establece que la temperatura de eliminación de la humedad y degradación, fueron 83°C (rango 50-124 °C) y 348°C (rango 260-370 °C) respectivamente. Esto indica que la fibra tiene una capacidad de resistencia a la temperatura superior o igual a la que presenta la celulosa.

De acuerdo a la derivada se establece que a 294°C se empiezan a degradar ciertos grupos funcionales como lo son el hidroxilo y el metilo, una vez llegando al punto de 348 °C se empiezan a perder los carboxilos y así sucesivamente hasta la despolimerización de la fibra donde el enlace glucosídico sede hacia la formación de monómeros. Estos resultados se pueden sustentar con el análisis de FTIR (Figura 18).

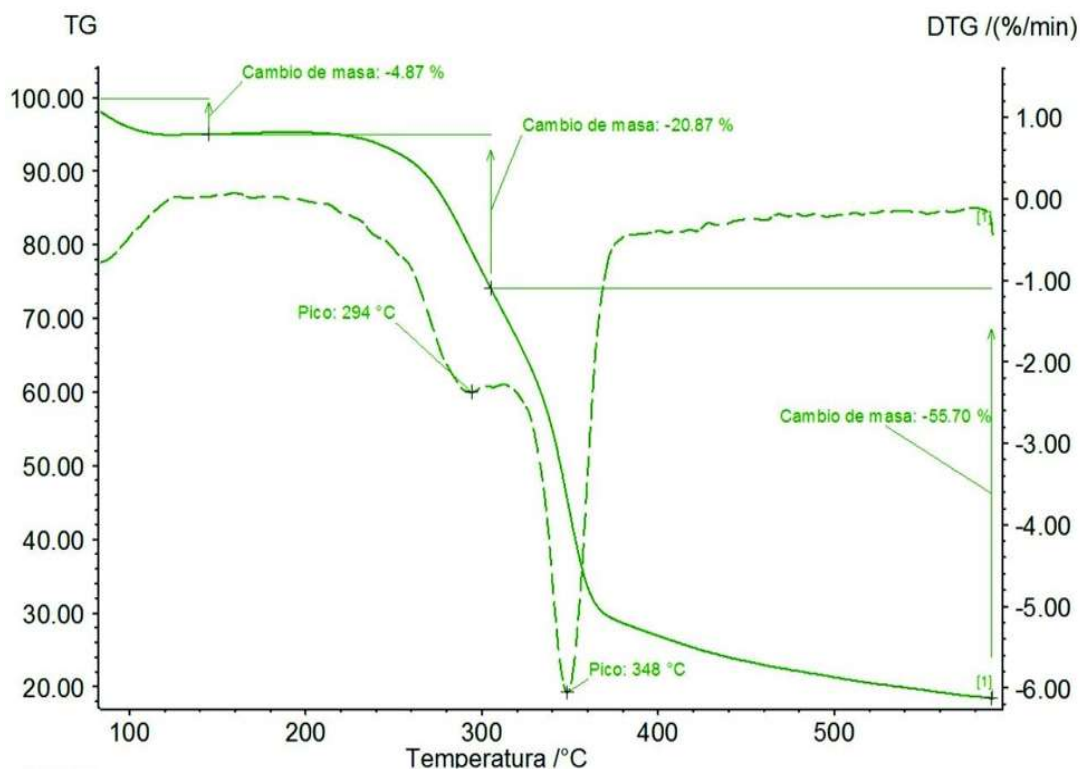


Fig.20 TGA de la fibra ceiba *aesculifolia* natural.

4.8 ANÁLISIS DE LA RESISTIVIDAD ELÉCTRICA

En la tabla 11 están indicadas las resistividades a tres diferentes voltajes de pastillas formadas por fibras ceiba *aesculifolia* naturales (F_0) y pastilla por fibras tratada con hidróxido de sodio (F_T).

La pastilla de F_0 presenta un descenso de su resistividad hasta en un 34.69% al incrementar el voltaje de 269 a 536 V y de un 65% al incrementar el voltaje de 536 a 1051 V. Sin embargo, la pastilla de F_T presenta una disminución de resistividad muy por debajo de la fibra natural (F_0), al ser sometida a los mismos tres voltajes. Con lo anterior, se comprueba que la fibra al ser tratada con hidróxido de sodio (F_T) pierde su forma tubular hueca, área superficial y el espacio para el aire, con esto, disminuye su propiedad de aislante eléctrico hasta en un 98%.

Tabla 11. Resistividad promedio ($M\Omega$, megaohms) de las fibras a diversos voltajes aplicados.

Fibra	Voltaje aplicado (V)		
	269	536	1051
Fibra natural (F_0)	369	241	84.37
Fibra tratada (F_T)	6.45	5.37	4.28

La Figura 21a y 21b muestra los descensos de las resistividades en relación a los voltajes aplicados. En cada uno de los gráficos hay una clara tendencia a la disminución de la resistividad.

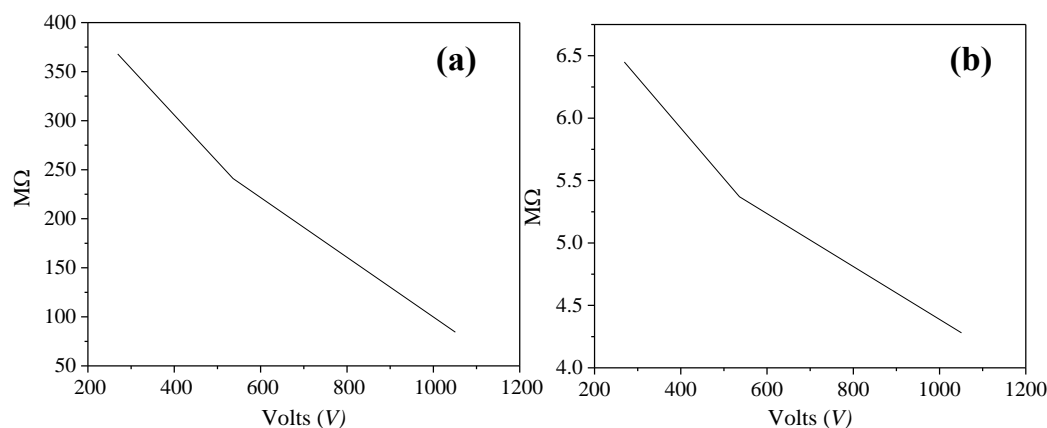


Fig. 21 Comportamiento de la resistividad en: (a) Fibra natural y (b) Fibra tratada con NaOH.

4.9 CÁLCULO DE LA DENSIDAD

La Figura 22 muestra la fibra ceiba *aesculifolia* natural después de un proceso de prensado. Con los cilindros formados se midió su altura, diámetro y masa, siendo estos de 0.5 cm, 1.3 cm y 0.3750 gramos respectivamente.



Fig. 22 Fibra *ceiba aesculifolia* natural prensada en forma cilíndrica.

En base al cilindro anterior se calculo la densidad aparente como se muestra en la Figura 4 de acuerdo a las ecuaciones [1], [2] y [3]. En base al modelo indicado, se obtuvieron los valores de abajo reportados.

$$V = \pi * \left(\frac{1.3 \text{ cm}}{2}\right)^2 * 0.5 \text{ cm} = 0.6636 \text{ cm}^3$$

$$\rho = \frac{0.3750 \text{ gr}}{0.6636 \text{ cm}^3} = 0.5651 \frac{\text{gr}}{\text{cm}^3}$$

El valor de 0.5651 gr/cm³ es un valor promedio de un producto de 5 repeticiones, en las cuales las variaciones fueron del orden de una decima. Este valor presupone que presencia de altos niveles de espacios vacios entre los microtubos de la fibra, lo cual habilita a la fibra ceiba *aesculifolia* natural como una fibra aislante.

CAPITULO V. CONCLUSIONES

La fibra mostró un ligero cambio en la intensidad de color (blanco a amarillo) en función del tiempo de residencia a condiciones ambiente. Lo cual puede ser atribuido a un proceso de oxidación de los compuestos que contiene la fibra, particularmente la lignina.

1. La fibra presentó una mejor afinidad hacia los compuestos de mediana polaridad (metano y acetona), los cuales generaron una solvatación media de la fibra, lo que dio como resultado una plastificación moderada. Mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) se observó que el incremento en temperatura expandió el diámetro tubular de la fibra hasta en un 20%, produciéndose posteriormente rupturas en el arreglo tubular próximos a los 100 °C; a mayores temperaturas hay una generalización de la apertura de las fibras de manera longitudinal. Así se puede establecer que a temperaturas menores a 100 °C existe una expansión de la fibra, lo que aporta una mayor área superficial.
2. Por medio de la espectroscopia se determinaron los grupos funcionales que la constituyen a la fibra, siendo estos característicos de la celulosa, hemicelulosa y lignina.
3. La espectroscopia por FTIR también mostró que existe una estabilidad térmica entre 25 y 250 °C debido a que no se presentaron mayores variaciones en la variación de grupos funcionales. A temperaturas superiores a 350 °C el incremento de los grupos hidroxilos fue muy evidente como consecuencia de una posible escisión en el enlace glucosídico.
4. Mediante EDS se determinó que la relación de valores carbono oxígeno no varía significativamente al incrementarse la temperatura. Este resultado fue coherente con el reportado por FTIR (relación de áreas bajo la curva) en el rango de temperatura de 25 a 250 °C.
5. A través de un análisis termogravimétrico la fibra presentó una pérdida de peso muy importante a partir de 250 °C. Este límite de estabilidad se asocia de manera positiva a los resultados obtenidos por FTIR, MEB y EDS. A temperaturas superiores a los 260 °C donde la pérdida de peso es muy drástica existe una directa correspondencia a la depolimerización, que se manifiesta como una hidroxilación (FTIR).

La fibra natural presentó una alta resistividad la cual disminuyó al ser medianamente solvatada en una solución de hidróxido de sodio. Esta solución disminuyó el área superficial de las estructuras tubulares (colapso) generando una disminución de la resistividad hasta en un 98%.

SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS

Reducir los intervalos de degradación de la fibra ceiba *aesculifolia*, para contar una mejor resolución de la temperatura de degradación química.

Analizar las temperaturas de calorimetría Diferencia del Barrido para conocer las movilidades moleculares y los arreglos cristalinos.

Emplear temperaturas en intervalos más cortos, realizar las pruebas de conductividad térmica y acústica y realizar pruebas para conocer la fase de integración de la fibra (valoración de espacios).

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. WordReference. *Diccionario de la lengua español*. 2005; Available from: <http://www.wordreference.com/definicion/fibra>.
2. Méndez, Á. *Solvatación*. 2010; Available from: <https://quimica.laguia2000.com/conceptos-basicos/solvatacion>.
3. Juan Martínez Cruz, N.P.N. *Conoce a la pochota (Ceiba aesculifolia)*. 2014; Available from: <https://ecojardinunam.wordpress.com/creditos/>.
4. Jr, L.G.W., *Química Orgánica* 5° ed. 2004. 1296.
5. textoscientificos.com. *Clasificación de los polímeros*. 2013; Available from: <https://www.textoscientificos.com/polimeros/clasificacion>.
6. Che, G., *Microsoft Word - CURSO Química de polimeros ANGELICA.doc*. 2004: p. 148.
7. Nur, M. and T. Vasiljevic, *Can natural polymers assist in delivering insulin orally?* International Journal of Biological Macromolecules, 2017. **103**(Supplement C): p. 889-901.
8. Kim, E.-H., et al., *Photo-reactive natural polymer derivatives for medical application*. Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 2017. **54**(Supplement C): p. 1-13.
9. Fibrenamics. *Fibras Naturales*. Available from: <https://www.web.fibrenamics.com/es/conocimiento/las-fibras/fibras-naturales/>.
10. Varghese, A.M. and V. Mittal, *6 - Polymer composites with functionalized natural fibers A2 - Shimpi, Navinchandra Gopal*, in *Biodegradable and Biocompatible Polymer Composites*. 2018, Woodhead Publishing. p. 157-186.
11. química, E.e.i. *Historia de las Fibras Sintéticas*. 1978; Available from: <http://www.ssecoconsulting.com/ingenieriacutea-quiaceutemica-historia-de-las-fibras-sinteacuteticas.html>.
12. asturnatura.com. *Malvaceae*. 2017; Available from: <https://www.asturnatura.com/familia/malvaceae.html>.
13. Digital, F. *Ceiba aesculifolia*. 2010; Available from: http://www.cicy.mx/Sitios/flora%20digital/ficha_virtual.php?especie=1744.

14. Digital, F. *Ceiba pentandra*. 2010; Available from: http://www.cicy.mx/Sitios/flora%20digital/ficha_virtual.php?especie=1745.
15. Diego Pérez, N., Gómez Campos, Armando, *Flora de Guerrero*. 2013. **54**: p. 34.
16. Zepeda, O.S.S.y.C.H., *Estudio morfológico de plántulas de la familia bombacaceae en quintana roo, méxico*. 2004. **6(2)**: p. 1-6.
17. CeibapentandraMohamad Azuwa Mohameda, b., W.N. W. Sallehb,*, Juhana Jaafarb, A.F. Ismailb,Muhazri Abd Mutalibb,c, Abu Bakar Mohamada, M.F. M. Zaind, Nor Asikin Awangb,Zul Adlan Mohd Hire, *Physicochemical characterization of cellulose nanocrystal andnanoporous self-assembled CNC membrane derived from Ceibapentandra*. Carbohydrate Polymers, 2017. **157**: p. 11.
18. Abidi, N., L. Cabrales, and C.H. Haigler, *Changes in the cell wall and cellulose content of developing cotton fibers investigated by FTIR spectroscopy*. Carbohydrate Polymers, 2014. **100**: p. 9-16.
19. Oh, S.Y., et al., *Crystalline structure analysis of cellulose treated with sodium hydroxide and carbon dioxide by means of X-ray diffraction and FTIR spectroscopy*. Carbohydrate research, 2005. **340(15)**: p. 2376-2391.
20. Yang, H., et al., *Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis*. Fuel, 2007. **86(12-13)**: p. 1781-1788.
21. Hernandez, L. *Enlace*. 2012; Available from: http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/MEE_tablas_IR_33818.pdf.
22. Fernando de Jesús Amézquita López, D.M.O. *Interpretación de espectros en la región infrarroja*. 2013; Available from: <http://www.dcne.ugto.mx/Contenido/MaterialDidactico/amezquita/Analitica4/Apendices%20IR.pdf>.
23. Tianchi Wang, Q.Y., Jian Kong, Chingping Wong, *Synthesis and heat-insulating properties of yttria-stabilized ZrO2 hollowfibers derived from a ceiba template*. Ceramics International, 2017. **43** p. 9296–9302.
24. Dr. Juan Rita, D.X.F.U.d.B., Dr. Gonzalo Mateo. Jardín Botánico de Valencia. *Malvaceae*. 2007; Available from: <http://herbarivirtual.uib.es/cas-ub/familia/2497.html>.

APÉNDICES



Fig. 23 Equipo de Espectroscopia Electrónica de Barrido (MEB).



Fig. 24 Equipo de Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR).



Fig. 25 Equipo de Análisis Termogravimétrico (TGA).



Fig. 26 Equipo de Tratamiento Térmico a vacío.



Fig. 27 Megohmetro Fluke 1520, medidor de Resistividad Eléctrica.



Fig. 28 Maquina de prensado Carver.