

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y
AGROINDUSTRIAL**

**CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS
FORMULADOS CON RESIDUOS DE LA INDUSTRIA ACEITERA Y
RESINA ACRÍLICA**

**ESTUDIO ESPECTROFOTOMÉTRICO DE COMPOSITES
FORMULADOS CON RESIDUOS DE LA INDUSTRIA ACEITERA Y
RESINA ACRÍLICA**

**TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR PRESENTADO COMO
REQUISITO PARA LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERA QUÍMICA**

VANESSA LIZETH TRUJILLO OYANA

vanessa.trujillo@epn.edu.ec

DIRECTOR: ING. VLADIMIR VALLE, M.Sc.

vladimir.valle@epn.edu.ec

DMQ, febrero 2022

CERTIFICACIONES

Yo, VANESSA LIZETH TRUJILLO OYANA declaro que el trabajo de integración curricular aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

VANESSA LIZETH TRUJILLO OYANA

Certifico que el presente trabajo de integración curricular fue desarrollado por VANESSA LIZETH TRUJILLO OYANA, bajo mi supervisión.

ING. VLADIMIR VALLE, M.Sc.
DIRECTOR

DECLARACIÓN DE AUTORÍA

A través de la presente declaración, afirmamos que el trabajo de integración curricular aquí descrito, así como el (los) producto(s) resultante(s) del mismo, son públicos y estarán a disposición de la comunidad a través del repositorio institucional de la Escuela Politécnica Nacional; sin embargo, la titularidad de los derechos patrimoniales nos corresponde a los autores que hemos contribuido en el desarrollo del presente trabajo; observando para el efecto las disposiciones establecidas por el órgano competente en propiedad intelectual, la normativa interna y demás normas.

VANESSA LIZETH TRUJILLO OYANA

ING. VLADIMIR VALLE, M.Sc.

DEDICATORIA

A mis padres, Juan y Cecilia.

Vanessa Lizeth.

AGRADECIMIENTO

A mis padres, Juan y Cecilia.

A mi director, Ing. Vladimir Valle, M.Sc.

A todos quienes hicieron posible la finalización de este trabajo.

ÍNDICE DE CONTENIDO

CERTIFICACIONES.....	I
DECLARACIÓN DE AUTORÍA.....	II
DEDICATORIA.....	III
AGRADECIMIENTO.....	IV
ÍNDICE DE CONTENIDO.....	V
RESUMEN	VI
ABSTRACT.....	VII
1 DESCRIPCIÓN DEL COMPONENTE DESARROLLADO.....	1
1.1 Objetivo general	3
1.2 Objetivos específicos	3
1.3 Alcance	3
1.4 Introducción.....	4
1.5 Estado del arte	6
1.5.1 Generalidades- Materiales compuestos.....	6
1.5.2 Caracterización de materiales compuestos.....	8
2 METODOLOGÍA.....	14
2.1 Estudio de mecanismos estadísticos para la determinación de longitud promedio de fibra de raquis de palma africana (<i>Elaeis guineensis</i> Jacq.)	14
2.2 Estudio espectrofotométrico de composites formulados con residuos de la industria aceitera y resina acrílica.	15
3 RESULTADOS, CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	18
3.1 Resultados y Discusión de resultados.....	18
3.1.1 Mecanismo de análisis estadístico descriptivo para determinar el valor promedio de la longitud de fibra empleada para la elaboración del material compuesto.....	18
3.1.2 Efecto de la temperatura antes y después del estudio de intemperismo acelerado en los resultados obtenidos de la caracterización espectrofotométrica del material compuesto.	20
3.2 Conclusiones.....	27
4 BIBLIOGRAFÍA.....	28
5 ANEXOS	40
ANEXO I	41
ANEXO II.....	44
ANEXO III.....	49

RESUMEN

Las dificultades de eliminación de desechos en la industria aceitera de palma han generado iniciativas para convertir estos desechos en productos de mayor valor agregado, lo cual es de gran interés para la investigación y desarrollo de materiales compuestos reforzados con residuos lignocelulósicos. Por tal razón, el presente estudio tiene como objetivo la caracterización del material compuesto elaborado con residuos industriales de raquis de palma africana (*Elaeis guineensis* Jacq.) y resina acrílica termoplástica base acuosa, mediante la técnica de espectrofotometría infrarrojo por transformadas de Fourier (FTIR). Para el efecto, se dispuso de los resultados de medición de fibra+A41 y caracterización infrarroja del material a cinco temperaturas de procesamiento (80 °C, 100 °C, 120 °C, 140 °C y 160 °C) y sometido a intemperismo en atmósfera salina por 330 horas. El estudio espectrofotométrico del material compuesto evidenció, con base en la identificación de las bandas de los grupos funcionales, la presencia de los principales componentes de fibra lignocelulósica, además de los grupos funcionales que son parte de la matriz de resina acrílica. Respecto a la influencia de la temperatura de procesamiento, se evidenció que, en la estructura química se mantienen las bandas características de los grupos funcionales que conforman el material compuesto con un aumento en la intensidad a medida del incremento de temperatura. Sin embargo, las bandas características de los grupos funcionales presentaron mayores cambios de intensidad y ensanchamiento con la disminución de temperatura de procesamiento (80 °C, 100 °C y 120 °C) al someterse a prueba de intemperismo salino.

PALABRAS CLAVE: composite, raquis de palma, resina acrílica, intemperismo salino, FTIR.

ABSTRACT

The difficulties of wastes disposal in oil palm industry have promoted initiatives to convert those wastes into products with a higher added value, which is important in research and development of composite materials reinforced with lignocellulosic wastes. For this reason, the objective of this study is the characterization of composite materials based on oil palm (*Elaeis guineensis* Jacq.) empty fruit bunch and water-based thermoplastic acrylic resin by using Fourier transform infrared spectrophotometry. In doing so, data regarding to size fiber and infrared spectra were previously supplied at five processing temperatures (80 °C, 100 °C, 120 °C, 140 °C and 160 °C) and subjected to weathering test in saline atmosphere for 330 hours. The spectrophotometric identification evidenced the presence of functional groups pertaining components of lignocellulosic fibers and acrylic resin matrix. Regarding the influence of temperature in processing, the characteristic bands of the functional groups that make up the composite material were observed to increase in intensity along with the increase in temperature. However, the characteristic bands of the functional groups showed greater changes in intensity and broadening with the decrease in processing temperature (80 °C, 100 °C and 120 °C) when subjected to salt weathering.

KEYWORDS: Composite, oil palm empty fruit bunch, acrylic resin, salt weathering, FTIR.

1 DESCRIPCIÓN DEL COMPONENTE DESARROLLADO

Los desechos del proceso de extracción de aceite de palma africana alcanzan aproximadamente el 90 % del total de la biomasa, mientras que el aceite de palma constituye tan solo el 10 % (Awalludin et al., 2015). Esta particularidad tiende a sobrecargar a los industriales con dificultades en la eliminación de desechos y aumento en el costo operativo (Narayanasamy et al., 2020). Por tal razón se han empleado varias iniciativas para convertir estos desechos en productos de mayor valor agregado, siendo de gran interés para la industria la investigación y desarrollo de materiales compuestos reforzados con residuos lignocelulósicos (Bauli et al., 2019). Este interés no solo se basa en el carácter ecológico, renovable y económico que brindan estos residuos, sino también en sus atractivas características como baja densidad, propiedades aislantes y bajo consumo de energía durante su procesamiento (Le Bourhis y Touchard, 2021). Por tal motivo, el raquis de palma africana (*Elaeis guineensis* Jacq.), al ser un desecho lignocelulósico proveniente del proceso de extracción de aceite de palma, ha sido considerado como una opción para ser empleada como material de refuerzo en compuestos con matriz polimérica (Faizi et al., 2017).

Un aspecto importante en el estudio de los materiales compuestos es la caracterización de sus propiedades físicas, morfológicas, químicas y mecánicas. Para ello, se emplean diferentes técnicas y análisis que proporcionan dicha información (Huang et al., 2021). La espectroscopia de infrarrojo por transformadas de Fourier (FTIR) es una de las técnicas más empleadas para comprender el origen de los cambios observados en la estructura del material compuesto en términos de sus grupos funcionales característicos (Sair et al., 2017).

Dentro de este contexto, el presente trabajo de integración curricular tuvo como fin el estudio espectrofotométrico de materiales compuestos elaborados con residuos industriales de raquis de palma africana y resina acrílica termoplástica base acuosa, mediante la técnica de espectrofotometría infrarrojo por transformadas de Fourier (FTIR). Para el efecto se dispuso del material ya elaborado. El procesamiento se llevó a cabo a cinco temperaturas (80 °C, 100 °C, 120 °C, 140 °C y 160 °C) y posteriormente se sometió a una prueba de intemperismo acelerado en atmósfera salina por 330 horas.

La información disponible para la realización del proyecto fue:

- Datos sobre mediciones de longitud de fibra de raquis obtenida del proceso de molienda con cuchillas.

- Resultados de caracterización espectrofotométrica antes y después del ensayo de intemperismo para cada una de las temperaturas de procesamiento.

Sobre la base de lo indicado anteriormente, se desarrolló dos etapas en el presente trabajo. La primera consistió en estudiar mecanismos estadísticos descriptivos para la determinación de la longitud promedio de fibra de raquis de palma africana (*Elaeis guineensis* Jacq.) que fueron sometidas a molienda. La segunda etapa abarcó la revisión bibliográfica sobre el estado del arte de caracterización por FTIR de composites con refuerzo lignocelulósico, así como también el análisis y discusión de los resultados de las propiedades espectrofotométricas antes y después del ensayo de intemperismo para cada una de las temperaturas de procesamiento.

1.1 Objetivo general

Caracterizar materiales compuestos elaborados a partir de resina acrílica y residuos de la industria aceitera, por medio de la técnica de espectrofotometría infrarroja.

1.2 Objetivos específicos

1. Estudiar mecanismos estadísticos para la determinación de longitud promedio de fibra de raquis de palma africana (*Elaeis guineensis* Jacq.) molida empleada para la elaboración del material compuesto.
2. Recopilar y procesar información relevante sobre el estado del arte de la caracterización por FTIR de composites con refuerzo lignocelulósico y matriz polimérica.
3. Analizar la influencia de la temperatura de procesamiento en las propiedades espectrofotométricas de composites antes y después del estudio de intemperismo acelerado.

1.3 Alcance

En general, el alcance del trabajo está delimitado por el análisis y discusión de los resultados tanto de las mediciones de longitud de fibra de raquis de palma africana (*Elaeis guineensis* Jacq) como de la caracterización espectrofotométrica del material compuesto. Para el cumplimiento del alcance se realizará:

- Propuesta del mecanismo apropiado de análisis estadístico descriptivo para la obtención de la longitud promedio de las fibras de raquis de palma africana (*Elaeis guineensis* Jacq.) empleadas en la elaboración del material compuesto.
- Análisis y discusión del efecto de la temperatura antes y después del estudio de intemperismo acelerado en los resultados obtenidos de la caracterización espectrofotométrica del material compuesto.
- Elaboración de informe final, póster resumen y documento de socialización del trabajo.

1.4 Introducción

El creciente interés en el estudio de materiales compuestos poliméricos reforzados con fibras lignocelulósicas está motivado en gran medida por una mayor conciencia ambiental, problemas de disposición de desechos y el agotamiento de recursos petroquímicos; además de la importancia de su aplicación en distintas industrias por sus atractivas propiedades físicas, químicas y mecánicas, así como por su relativo fácil manejo y bajos costos en relación con otros materiales sintéticos (Bauli et al., 2019).

En la industria de extracción de aceite de palma africana (*Elaeis guineensis* Jacq.), cerca del 90 % del total de la biomasa corresponde a desechos, mientras que tan solo el 10 % se atribuye al aceite de palma (Awalludin et al., 2015). Esta particularidad tiende a sobrecargar a la industria con dificultades de eliminación de desechos, aumento en el costo operativo y contribución a problemas ambientales (Narayanasamy et al., 2020). Por tal motivo, se han empleado varias iniciativas para convertir estos desechos en productos de mayor valor agregado con el desarrollo de materiales compuestos, no solo por su carácter ecológico, renovable y de bajo costo sino por presentar propiedades atractivas como baja densidad, propiedad aislante y bajo consumo de energía durante su procesamiento (Le Bourhis y Touchard, 2021). Por lo tanto, la fibra de raquis de palma africana (*Elaeis guineensis* Jacq.), al ser un desecho lignocelulósico proveniente del proceso de extracción de aceite de palma africana, ha sido considerada como una alternativa para ser empleada como material de refuerzo potencial en compuestos con matriz polimérica (Faizi et al., 2017).

Para utilizar todo el potencial de los materiales compuestos, la evaluación del desempeño de la matriz polimérica es importante, debido a que es responsable de gran parte del proceso de degradación que eventualmente causa las fallas del compuesto (Sobrinho et al., 2011). Por ello, el empleo de resina acrílica como matriz polimérica se ha aplicado ampliamente en la industria de recubrimientos debido a sus excelentes propiedades (Qiang et al., 2014). Sin embargo, desde 1990, el valor de emisión de los compuestos orgánicos volátiles (COV) en los productos de revestimiento, se ha vuelto cada vez más bajo con la mejora gradual de la conciencia sobre el cuidado del medio ambiente, además de la conservación de la energía (Davies et al., 2016). De tal manera que la resina acrílica base agua, por su bajo contenido de (COV), se ha convertido en una matriz de interés en la industria de materiales compuestos (Elrebii et al., 2014). Por lo cual, la matriz polimérica acrílica en combinación con el refuerzo de fibra de raquis de palma africana (*Elaeis guineensis* Jacq.) es un material compuesto de particular interés científico-tecnológico.

Dentro de este contexto, el presente trabajo de integración curricular tiene como fin el estudio espectrofotométrico de materiales compuestos elaborados con residuos industriales de raquis de palma africana y resina acrílica termoplástica base acuosa, mediante la técnica de espectrofotometría infrarrojo por transformadas de Fourier (FTIR).

1.5 Estado del arte

1.5.1 Generalidades- Materiales compuestos

Los materiales compuestos se han convertido en uno de los ámbitos de investigación más importantes de la ciencia y tecnología moderna, para la aplicación en distintos campos industriales como automotriz, aeroespacial, construcción, medicina, deportes y entre otros (Rajak et al., 2019). Esto surge debido a que estos materiales ofrecen prometedoras y notables características de ligereza, dureza, rigidez y resistencia a factores ambientales, que no pueden obtenerse con ninguno de los materiales constituyentes actuando solos (Huang et al., 2021; Kumar et al., 2019; Yan et al., 2012).

Los materiales compuestos pueden verse afectados por parámetros como el tipo de refuerzo y matriz; la fracción, dispersión y las dimensiones del refuerzo; la estructura de interfase entre el refuerzo y la matriz; así como por la técnica de fabricación de estos materiales compuestos (Erdogan y Huner, 2018). Aleksendrić et al. (2016); Perna et al. (2019) se enfocaron en el desarrollo de varias técnicas de fabricación avanzadas para superar las limitaciones tecnológicas y la complejidad de los procesos convencionales, una de dichas técnicas es la fabricación aditiva (AM). Por otra parte, en la investigación de Pickering et al. (2016) se elaboró materiales compuestos con diferentes tipos de matrices como: polimérica, cerámica y metálica. Mientras que Anbupalani et al. (2020) emplearon diversos materiales de refuerzo: en forma de fragmentos, partículas y fibras (naturales o sintéticas). La caracterización de estos materiales compuestos se lleva a cabo mediante pruebas: mecánicas, térmicas, químicas, morfológicas y/o físicas (Naslain y Pomeroy, 2016).

1.5.1.1 Materiales Compuestos con matriz polimérica y refuerzo lignocelulósico

Según Dittenber y Gangarao (2012), los polímeros reforzados con materiales lignocelulósicos muestran gran potencial como materiales compuestos para futuras aplicaciones de infraestructura al ofrecer propiedades adicionales sobre otros materiales convencionales.

La matriz de origen polimérico otorga propiedades como flexibilidad, peso ligero, facilidad de fabricación, entre otras, lo que ha generado gran demanda en muchas aplicaciones para reemplazar los materiales metálicos y cerámicos convencionales (Hasan et al., 2020; Zagho et al., 2018). La función de la matriz polimérica en los materiales compuestos incluye mantener unidos los refuerzos, transferir y distribuir las cargas de manera uniforme,

soportar el corte interlaminar y evitar que las fibras entren en contacto directo con diferentes agentes ambientales. El empleo de fibras lignocelulósicas como material de refuerzo proporcionan a la matriz propiedades de aislamiento acústico y térmico, además de una alta relación de resistencia/peso, entre otras (Thakur y Thakur, 2014). Sin embargo, el principal impulso para hacer uso de fibras lignocelulósicas en lugar de fibras sintéticas es el beneficio ecológico: los compuestos naturales ofrecen el potencial de crear componentes estructurales biodegradables de gran volumen utilizando solo recursos renovables, lo que resulta un bajo consumo de energía durante el procesamiento (entre 40 % y 60 % menos de energía), etc. (AL-Oqla et al., 2015; Rozman et al., 2004). Por tal motivo, las fibras lignocelulósicas se han convertido en un material atractivo para industrias manufactureras que están recurriendo a una producción económica cada vez más sostenible y respetuosa con el ambiente (Verma y Goh, 2019).

En la actualidad, entre las fibras naturales que se investigan con frecuencia para formar compuestos poliméricos se encuentran el lino, yute, algodón, kenaf, cáñamo, palma aceitera y basalto (Faizi et al., 2017; Kandemir et al., 2020; Merkel et al., 2014). Estas fibras naturales se emplean generalmente con matrices poliméricas, como epoxi y poliéster, para proporcionar mejores características de tracción, flexión, rigidez y alargamiento a la rotura (Le Bourhis y Touchard, 2021; Stanciu et al., 2021).

1.5.1.2 Material compuesto con matriz polimérica base acuosa y refuerzo de raquis de palma africana

La resina acrílica y sus derivados se han aplicado ampliamente en la industria de recubrimientos debido a sus excelentes propiedades como alta resistencia mecánica y baja densidad (Samal et al. 2017). Por ejemplo, en la industria marina, a nivel estructural, la resina acrílica, se caracteriza por su durabilidad en exposición con el agua y por una excelente retención de propiedades bajo carga de fatiga por tracción (Davies y Arhant, 2018).

En general, los productos de revestimiento de resina acrílica se clasifican en tres categorías según el medio de dispersión: tipo a base de solvente, tipo a base de agua y tipo sin solvente. Pero desde la perspectiva de una baja emisión de productos químicos orgánicos volátiles (COV), las resinas acrílicas a base de agua están reemplazando gradualmente a las resinas a base de solventes, las cuales han demostrado que pueden usarse para preparar compuestos de alta calidad en términos de tiempo de secado, estabilidad y brillo (Elrebii et al., 2014).

El raquis de palma africana es un desecho lignocelulósico que se genera del proceso de extracción de aceite de palma africana (*Elaeis guineensis* Jacq.) (Faizi et al., 2016). Se ha empleado como fase de refuerzo dentro del material compuesto polimérico debido a potenciales propiedades como baja densidad, alta resistencia, dureza y la más crucial su biodegradabilidad. Del estudio de Rozman et al. (2004), se evidenció que la fibra de raquis de palma africana tiene la potencialidad de absorber energía durante impactos de baja velocidad. Además, el uso de estos materiales reduce los desechos de la industria otorgando una solución a las necesidades de infraestructura y al mismo tiempo que promueve el concepto de sostenibilidad.

1.5.2 Caracterización de materiales compuestos

La caracterización de materiales compuestos se relaciona con base a la determinación de sus propiedades físicas, morfológicas, químicas y mecánicas, de tal manera que se emplean diferentes técnicas y análisis que proporcionan dicha información (Huang et al., 2021).

Dentro de la caracterización mecánica se pueden obtener los valores de resistencia a la tracción, deformación hasta la rotura, tenacidad a la fractura y módulo de elasticidad (Lin Feng y Dhar Malingam, 2019; Yilmaz y Arifuzzaman Khan, 2019).

La caracterización térmica se realiza con el fin de investigar la resistencia térmica del compuesto, en la que se tiene información acerca de los patrones de estabilidad y degradación térmica del sistema. Para el estudio del cambio en las propiedades de la materia con relación a la temperatura se emplean análisis como el termogravimétrico (TGA) para medir la pérdida de peso de las fibras del material conforme aumenta la temperatura (Rashid et al., 2016). Entre otras técnicas más comunes destacan la Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), Análisis Termomecánico (TMA), Análisis Térmico Diferencial (DTA), Análisis Dinamomecánico (DMA) y Termodifracrometría (XRD) etc. (Sobrinho et al., 2011).

Existen otras técnicas de caracterización, como la microscopía electrónica de transmisión (TEM), la microscopía electrónica de barrido (SEM) y el FTIR. Estos métodos de caracterización son beneficiosos para comprender los mecanismos de interfaz desde la perspectiva de los cambios físicos y fisicoquímicos (Xia et al., 2015). Se utiliza FTIR para examinar cualquier cambio en la estructura del material compuesto en términos de sus grupos funcionales característicos (Sair et al., 2017). Además, los efectos del tratamiento en las propiedades interfaciales entre la fibra y matriz se reflejan en el enlace químico en

la interfaz mediante la detección del cambio de grupos funcionales en la que se puede emplear FTIR y Raman (Pickering et al., 2016; Zhou et al., 2016).

1.5.2.1 Caracterización de materiales compuestos por FTIR

1.5.2.1.1 Técnica FTIR

El FTIR es una técnica de análisis cualitativo y cuantitativo de grupos funcionales que conforman el material y se basa en el estudio de los fenómenos de interacción entre la radiación electromagnética de origen infrarrojo y la materia (Urban, 1993). Brinda como resultado un espectro de absorción de infrarrojo el cual proporciona información de los modos vibratorios de las moléculas del material (Stuart, 2004).

El principio básico de esta técnica es la excitación de los grupos funcionales del compuesto con la presencia de un haz de luz infrarroja, cuyo rango de número de onda se encuentra comprendido entre 4000 cm^{-1} a 650 cm^{-1} . Dicha interacción genera vibraciones de los enlaces entre los átomos de cada molécula (Stuart, 2004). Los grupos funcionales del compuesto se asocian a bandas de absorción características; las cuales particularmente, dependerán de las constantes de fuerza de los enlaces, la geometría y masas relativas de los átomos, (Harris & Bertolucci, 1989). Por lo tanto, se absorbe la luz infrarroja incidente si hay un cambio en el momento dipolar de la molécula durante el curso de la vibración (Sawicz-Kryniger et al., 2022).

La excitación de las moléculas en presencia del haz de luz infrarrojo causa el cambio de amplitud de los enlaces químicos y esto es lo que se mide en espectroscopia infrarroja cuya señal es representada en un interferograma, que mediante un logaritmo llamado Transformada de Fourier puede ser trasladado a lo que se conoce como un espectro de infrarrojo (Stuart, 2004).

Respecto a la identificación del mayor contenido de grupos funcionales presentes en las moléculas orgánicas, se encuentra en la región del espectro comprendido entre el número de onda 4000 cm^{-1} y 1400 cm^{-1} , cuya absorción infrarroja se presenta generalmente por vibraciones de estiramiento. La región situada entre 1400 cm^{-1} y 600 cm^{-1} , es comúnmente compleja, debido a que presentan combinaciones de vibraciones de alargamiento y flexión (Stuart, 2004). Esta región, es denominada la región de la huella dactilar al presentar bandas de absorción características de cada compuesto (Durig, 1990).

FTIR con reflectancia total atenuada (ATR), es aplicable a muestras donde interesa conocer la composición de la superficie. Para este caso, se utiliza un cristal que puede ser de diversa naturaleza, en el que la luz infrarroja penetra, posteriormente entra en la muestra

que está en contacto con él y vuelve otra vez al cristal. Analiza tanto muestras líquidas como sólidas y al ser una técnica no destructiva requiere poca o ninguna preparación de la muestra. Su principal ventaja es que no se satura ninguna de las regiones del espectro (Thompson, 2018).

1.5.2.1.2 Aplicaciones del FTIR en la caracterización de materiales compuestos

La espectroscopia FTIR presenta una extensa utilidad y aplicabilidad en el análisis de los grupos funcionales de moléculas que conforman materiales importantes para las industrias farmacéutica, de polímeros y química (Akkas, 2022; Valeriy Babushkin et al., 2016). Por tal motivo, para comprender mejor la estructura molecular de los materiales, así como la cinética, el mecanismo y vías de las reacciones químicas; el análisis FTIR se emplea tanto en las industrias como en laboratorios académicos. (Johnson et al., 2009).

Con el desarrollo del FTIR – ATR, el inconveniente causado por la fuerte absorción del agua en el espectro infrarrojo medio se ha solucionado, de tal manera que ha facilitado la preparación y manejo de la muestra, puesto que, el accesorio de células del ATR, se elabora con base en materiales cristalinos insolubles en agua con altos índices de refracción (Thompson, 2018). Nakahara y Sanada (2016), aplicaron la técnica FTIR-ATR para caracterizar la estructura química de un material compuesto elaborado de grafito con matriz de PVC. Altamirano y Adden (2017), emplearon la técnica para determinar los grupos de funciones de la estructura del material compuesto con refuerzos lignocelulósicos a partir de desechos de raquis de palma africana y bagazo de caña posterior a los procesos de degradación del material.

A continuación, se describe la aplicación de FTIR en cuatro campos básicos dentro de la caracterización de materiales compuestos que son: el análisis de enlaces de hidrógeno, determinación de estructuras, composiciones químicas y caracterización morfológica.

- **Análisis de enlaces de hidrógeno de celulosas naturales mediante FTIR**

Uno de los principales componentes de las fibras naturales es la celulosa, cada cadena de celulosa está estabilizada por enlaces de hidrógeno intermoleculares formados entre el átomo de oxígeno en el anillo de piranosa de un residuo de anhidroglucosa y el átomo de hidrógeno en el grupo hidroxilo en el siguiente residuo de anhidroglucosa. Los enlaces de hidrógeno hacen que las cadenas se agrupen en una estructura cristalina muy ordenada (Guo & Wu, 2008).

La formación de enlaces de hidrógeno inter e intramoleculares en la celulosa influye notablemente en las propiedades físicas de la misma, como en la solubilidad, la reactividad de hidroxilo y la cristalinidad, además que también repercute en las propiedades mecánicas de la celulosa y estas sobre el material compuesto (Chen et al., 2013; Kovalenko, 2010; Wohler et al., 2021). Por lo cual, se evidencia que la investigación de los enlaces de hidrógeno en fibras celulósicas y otros materiales es de gran interés dentro de la caracterización de materiales compuestos. Se demostró que los enlaces de hidrógeno aportan aproximadamente un 20 % de la energía de deformación de la celulosa (Tashiro y Kobayashi, 1991). Mientras que, Makarem et al. (2019); Dai y Fan (2011) emplearon el FTIR para investigar en la celulosa, regiones de vibración de estiramiento (O-H) entre 3700 cm^{-1} y 3000 cm^{-1} , así como las dislocaciones en fibras naturales. Es por ello por lo que el FTIR es una técnica apropiada para examinar la formación de enlaces de hidrógeno inter e intramoleculares en la celulosa. Su información permite establecer una fuerte correlación de la naturaleza de los enlaces de hidrógeno entre las propiedades físicas y mecánicas de la celulosa.

- **Estructura de fibras naturales determinada mediante FTIR**

A nivel molecular, mediante el uso de FTIR equipado con un microscópico, Hishikawa et al. (2010), determinaron la orientación molecular de la celulosa durante la formación de la pared celular de la madera en virtud del modo de estiramiento del C-O-C paralelo a las cadenas moleculares.

Además, el FTIR puede usarse para controlar el esfuerzo molecular del material celulósico bajo carga. Se encontró que se producían deformaciones espectrales en grupos relacionados con la celulosa. La deformación molecular está relacionada linealmente con la carga macroscópica del material, es decir, mediante el FTIR junto con la carga mecánica permiten estudiar las respuestas moleculares a la tensión / carga, para materiales compuestos (Garside y Wyeth, 2004). A nivel supramolecular, el FTIR se centra en el análisis de la estructura cristalina, que incluye la medición de cristalinidad (Szafran et al., 2007).

- **Composición química de las fibras lignocelulósicas mediante el uso de FTIR**

En los estudios de Anbupalani et al. (2020); Haque et al. (2016); Panwar y Neelakrishnan (2021), el FTIR se utilizó para caracterizar la composición química de fibras naturales, con relación a los grupos funcionales, con varios tratamientos que permiten la interacción entre el refuerzo con la matriz, tales como: injerto, acoplamiento y mercerización.

La composición química de las fibras se considera como un factor significativo que influye en las propiedades de las fibras, así como en el material compuesto (Pupure et al., 2015). Las fibras lignocelulósicas constan principalmente de tres componentes que son celulosa, lignina y hemicelulosa, mientras, los constituyentes menores incluyen minerales, pectina, ceras y componentes solubles en agua (Bartos et al., 2020).

La celulosa es un polisacárido de cadena larga formado por unidades de D-glucosa, unidas por enlaces glucosídicos β -1,4. Presenta grupos O-H que se encuentran a los dos extremos de la cadena. El grupo O-H del C_1 es un grupo aldehído y, por ende, con propiedades reductoras, mientras que, al extremo opuesto de la cadena, se encuentra un grupo O-H en el C_4 y es un grupo hidroxilo alcohol, por lo tanto, es no reductor (Trache et al., 2016). Dicho grupo funcional, el cual también está presente en polisacáridos, se encuentra en el número de onda entre $3600-3330\text{ cm}^{-1}$, mientras que el estiramiento del enlace C-O esta entre $1300-1000\text{ cm}^{-1}$ (La Rosa et al., 2014).

La lignina es un polímero fenólico con una estructura amorfa reticulada tridimensional conformado por unidades de fenilpropano con constituyentes tanto alifáticos como aromáticos unidos entre sí por enlaces carbono carbono (C-C) y éter (C-O-C) (Erdogan & Huner, 2018). El grupo éter se asocia a la banda que se encuentra en 1100 cm^{-1} , perteneciente también a la celulosa y hemicelulosa, mientras que la banda alrededor de 1500 cm^{-1} se asocia al anillo aromático de la lignina (Yang et al., 2017).

La hemicelulosa son combinaciones de polisacáridos presentes en las paredes celulares vegetales junto con la lignina y la celulosa (Dai y Fan 2011). La presencia del grupo funcional éster se asocia a la banda entre 1700 cm^{-1} y 1800 cm^{-1} , presente en los ácidos urónicos del xilano. Este rango de número de onda también se encuentra asociado con el grupo carbonilo de las ceras (Isroi et al., 2012). Mientras, el anillo piranosos en polisacáridos presenta una banda a 1150 cm^{-1} .

Los tres componentes principales de las fibras lignocelulósicas (celulosa, hemicelulosa y lignina) presentan vibraciones de estiramiento simétrico y asimétrico del enlace C-H perteneciente al grupo metilo, cuyas bandas son 2960 cm^{-1} y 2870 cm^{-1} , respectivamente. Mientras, para el grupo metileno, las vibraciones de estiramiento simétrico y asimétrico para este enlace corresponden a las bandas 2850 cm^{-1} y 2930 cm^{-1} , respectivamente (Danso, 2017; Stuart,2004). Además, los enlaces glucosídicos presentes en estas estructuras presentan bandas entre los $800\text{ cm}^{-1} - 900\text{ cm}^{-1}$ (Crosky et al., 2014).

- **Caracterización morfológica por FTIR**

El FTIR es también una técnica eficaz para una mayor interpretación de la naturaleza de la adhesión entre materiales lignocelulósicos con otras sustancias y junto con la espectrometría de masas de haz molecular pueden funcionar como una herramienta de análisis rápido para evaluar el cambio de las características químicas a través de distancia estructural (Zhou et al., 2016). La formación de imágenes por espectroscopia FTIR también se ha utilizado para examinar la orientación de las principales composiciones de la materia lignocelulósica en las direcciones transversal y longitudinal de las fibras. Por ejemplo, mediante el uso de FTIR en fibras de abeto se llegó a la conclusión de que los tres componentes principales dentro de las fibras (celulosa, lignina y hemicelulosa) pueden tener un comportamiento anisotrópico bajo tensión mecánica, es decir, sus propiedades serán diferentes en la dirección longitudinal (a lo largo del eje de la fibra) y en la dirección transversal (Labbe et al., 2005).

2 METODOLOGÍA

El desarrollo metodológico del presente trabajo con base en la caracterización de materiales compuestos elaborados a partir de resina acrílica y residuos de la industria aceitera se divide en dos secciones: la primera es el estudio de mecanismos estadísticos para la determinación de longitud promedio de fibra de raquis de palma africana (*Elaeis guineensis* Jacq.) molida empleada para la elaboración del material compuesto. Mientras, la segunda sección abarca el estudio espectrofotométrico de composites formulados con residuos de la industria aceitera y resina acrílica.

2.1 Estudio de mecanismos estadísticos para la determinación de longitud promedio de fibra de raquis de palma africana (*Elaeis guineensis* Jacq.)

La naturaleza de la investigación para el presente apartado es de tipo cuantitativa, en la cual se utilizó la recolección y análisis del conjunto de datos de la longitud de fibra de raquis. Presenta un tipo de investigación descriptiva al caracterizar el objeto de estudio con base en la determinación de la longitud promedio de dicha fibra aplicando técnicas de análisis estadísticas descriptivas como la media. La herramienta que se utilizó para el análisis estadístico fue MINITAB Statistical Software. Cabe mencionar que la información acerca del conjunto de datos de longitud de fibra fue proporcionada por el Centro de Investigaciones Aplicadas a Polímeros (CIAP).

A continuación, se presenta la metodología para el desarrollo de esta sección, la cual abarca el planteamiento del primer objetivo específico del presente trabajo.

Primero se realizó un análisis estadístico descriptivo para el conjunto de datos de la Tabla A.I.1. Se analizó la distribución característica de los datos mediante la elaboración de un histograma (Figura A.II.1), así como la obtención de datos estadísticos descriptivos clásicos, que se representaron en la Figura A.II.2. Luego, se ejecutó la prueba de normalidad para el conjunto de datos de longitud de fibra (Figura A.II.3). Además, se realizó un diagrama de cajas para la confirmación de datos atípicos, la que se representó en la Figura A.II.4. Seguidamente, se procedió a calcular la media aritmética con y sin datos atípicos mediante la Ecuación A.II.1.

Posteriormente, para la obtención de la longitud promedio de la fibra de raquis, se emplearon la media acotada y la media Winsorizada. La media acotada consistió en eliminar el 8% de los extremos inferior y superior de los datos, mientras que, en la media Winsorizada, se reemplazó este porcentaje de datos inmediatamente por el valor anterior respectivo para

cada extremo. Después, para ambos casos, se procedió a calcular el valor de la media para los nuevos conjuntos de datos, representados en la Tabla A.I.2 y Tabla A.I.3, respectivamente.

Para la obtención de la media por fibrograma, primero se procedió para cada valor de la Tabla A.I.1, con el cálculo del peso unitario, el porcentaje de peso, el peso acumulado y finalmente con los valores índices, con los cuales se elaboró el fibrograma de la Figura 3.1.1.1. Posteriormente, de la Figura 3.1.1.1, se tomaron los valores de longitud de fibra del eje de las ordenas respecto a las intersecciones de la curva con los valores correspondientes al 16 % y 84 % de las frecuencias en el eje de las abscisas. La media aritmética entre estos dos valores correspondió al valor medio o central de la longitud de fibra. Los valores para la elaboración de la Figura 3.1.1.1, se representaron en la Tabla A.II.1.

Para mayor detalle acerca de la metodología de la sección 2.1, se encuentra en el apartado ANEXOS II.

2.2 Estudio espectrofotométrico de composites formulados con residuos de la industria aceitera y resina acrílica.

La investigación para el presente apartado es de tipo cualitativa - descriptiva, en la que se analizó las características del objeto de estudio. La recolección de datos se obtuvo mediante experimentaciones antes realizadas, información proporcionada por el departamento del CIAP. La técnica de análisis de los datos es con base en la descripción e identificación de las bandas de los grupos funcionales presentes en los espectros infrarrojos pertenecientes al material compuesto, que se obtuvieron mediante la técnica FTIR. La lectura de las bandas pertenecientes a los grupos funcionales se realizó mediante la información presentada en el ANEXO III.

A continuación, se presenta la metodología para el desarrollo del segundo objetivo específico del presente trabajo.

Para la recopilación y procesamiento de información relevante sobre el estado del arte de la caracterización por FTIR de composites con refuerzo lignocelulósico y matriz polimérica, se realizó la recopilación de información mediante artículos científicos. La información procesada se basó en la siguiente estructura:

- **Materiales compuestos**
 - Materiales Compuestos con matriz polimérica y refuerzo lignocelulósico

- Material compuesto con matriz polimérica base acuosa y refuerzo de raquis de palma africana
- **Caracterización de materiales compuestos**
- Caracterización de materiales compuestos por FTIR
 - Técnica FTIR
- Aplicaciones del FTIR en la caracterización de materiales compuestos
 - Análisis de enlaces de hidrógeno de celulosas naturales mediante FTIR
 - Estructura de fibras naturales determinada mediante FTIR
 - Composición química de las fibras lignocelulósicas mediante el uso de FTIR
 - Caracterización morfológica por FTIR

Finalmente, en la Figura 2.2.1., se presentó la metodología proporcionada por el departamento del CIAP, acerca del procesamiento para la obtención del material compuesto, el cual se sometió a tres etapas. La primera consistió en el tratamiento y embebido de la fibra, la segunda etapa fue la de modelo por compresión y por último se sometió el material compuesto a intemperismo acelerado.

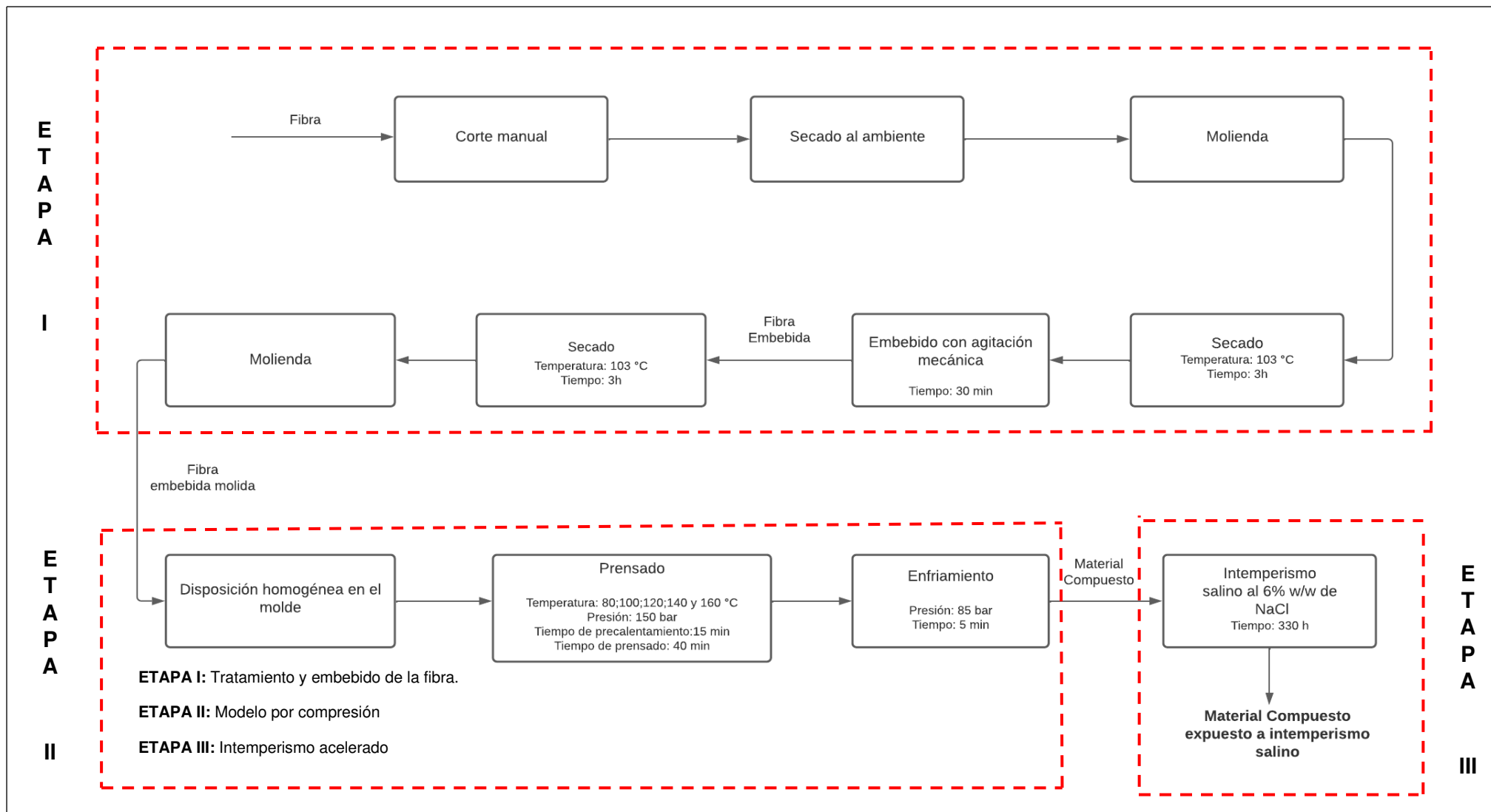


Figura 2.2.1. Diagrama de bloques del procesamiento del material compuesto

(CIAP,2022)

3 RESULTADOS, CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

3.1 Resultados y Discusión de resultados

3.1.1 Mecanismo de análisis estadístico descriptivo para determinar el valor promedio de la longitud de fibra empleada para la elaboración del material compuesto

Para la obtención del valor que mejor caracterice la longitud media de la fibra empleada para la elaboración del material compuesto, se procedió al análisis estadístico descriptivo de los datos de longitud de fibra de la Tabla A.I.1. Los tratamientos estadísticos de los datos se detallan en el Anexo II.

En la Tabla 3.1.1.1, se presentan los principales resultados del análisis estadístico clásico de los datos de longitud de fibra.

Tabla 3.1.1.1 Datos de análisis estadístico para los datos de longitud de fibra

Desviación estándar	Coefficiente de Variación	Distribución
410,60	48,91	No normal

En la Tabla 3.1.1.2, se presentan los valores promedio de la longitud de fibra para la elaboración del material compuesto con 5 consideraciones diferentes.

Tabla 3.1.1.2 Valores de media para la longitud de fibra

Tipos de media	Media aritmética	Media del 90% de datos	Media acotada	Media Winsorizada	Media - Fibrograma
Longitud de Fibra (um)	839,51	763,83	815,09	832,44	851,00

Como se puede observar en la Tabla 3.1.1.2, el valor de la media de la longitud de fibra del composite se puede encontrar entre un aproximado de 736,83 μm y 851,00 μm que corresponde a la media del 90 % de datos y a la media obtenida por Fibrograma, respectivamente, datos que difieren en comparación en un 13%. Tanto los valores de

media aritmética (839,51 μm) como la del 90% de datos, son considerados tan solo como valores referenciales, esto se debe a que su obtención se basa en una distribución de datos normal, la cual no es característica del comportamiento del conjunto de datos de longitud de fibra. Lo anteriormente mencionado se puede evidenciar en el ANEXO II.

Acorde a los datos de la Tabla 3.1.1.2., los valores de la media acotada y Winsorizada, correspondientes a la estadística robusta, fueron de 815,09 μm y 832,44 μm , respectivamente. El porcentaje empleado de descarte de datos extremos en la longitud de fibra fue del 8%, valor utilizado para la obtención en las medias tanto acotada como Winsorizada. Según Farias (2017), este valor de porcentaje es el aceptado para descartar datos extremos en la medición de la longitud media de lana.

Para el último valor de longitud media de fibra de la Tabla 3.1.1.2, se obtuvo mediante la Figura 3.1.1.1, que representa el Fibrograma (detalle en Anexo II), donde las intersecciones de la curva con las ordenadas correspondientes a 16 y 84% de las frecuencias determinan dos longitudes (1255 μm y 447 μm en la figura), cuya media aritmética corresponde al valor medio o central de la longitud de fibra de 851,00 (μm). Cabe mencionar que a partir de los datos de peso unitario (Tabla A.II.1), se obtuvieron valores de desviación estándar y coeficiente de variación de 166,10 y 22,71 %, respectivamente.

Como se puede evidenciar, el valor de media más representativa para el conjunto de datos de longitud de fibra fue de 851,00 μm , correspondiente a la media obtenida por el Fibrograma. Esto se debe a que este mecanismo tiene en consideración la relación del peso con la longitud de la fibra, el cual se involucra con la caracterización física de este tipo de materiales (Caballero & Cardellino, 2003).

Con lo mencionado anteriormente, las medias tanto acotada como Winsorizada al ser mecanismos numéricos que no presentan influencia en las propiedades de la fibra, no han sido elegidas como representativas; sin embargo, sus valores pueden ser utilizados como primeras aproximaciones, debido a que los porcentajes de diferencia con la media del fibrograma son del 4,23 % y 2,18 %, respectivamente. Comparando estas dos últimas medias, la media Winsorizada presenta un menor porcentaje de variación respecto con la media del Fibrograma, esto se debe a que en su mecanismo de obtención reemplaza los datos extremos a diferencia de la media acotada que los elimina (Vilar & Delgado, 2010).

Además, el utilizar los datos peso unitario (Tabla A.II.1), arrojó una desviación estándar y un coeficiente de variación (166,10; 22,71%) que son hasta 2,5 y 2,15 veces menor que los datos de la Tabla 3.1.1.1, respectivamente. Por lo tanto, esto se traduce a que existe menor dispersión en la distribución de los datos; la muestra se vuelve más compacta. De

acuerdo con criterios estadísticos descriptivos, al tener un coeficiente de variación que supere el 30% se considera que la media es poco representativa, por lo tanto, la media del fibrograma al tener un coeficiente de variación menor al 30% es más representativa a diferencia de las medias cuyo coeficiente de variación es del 48,91% (Montero,2015).

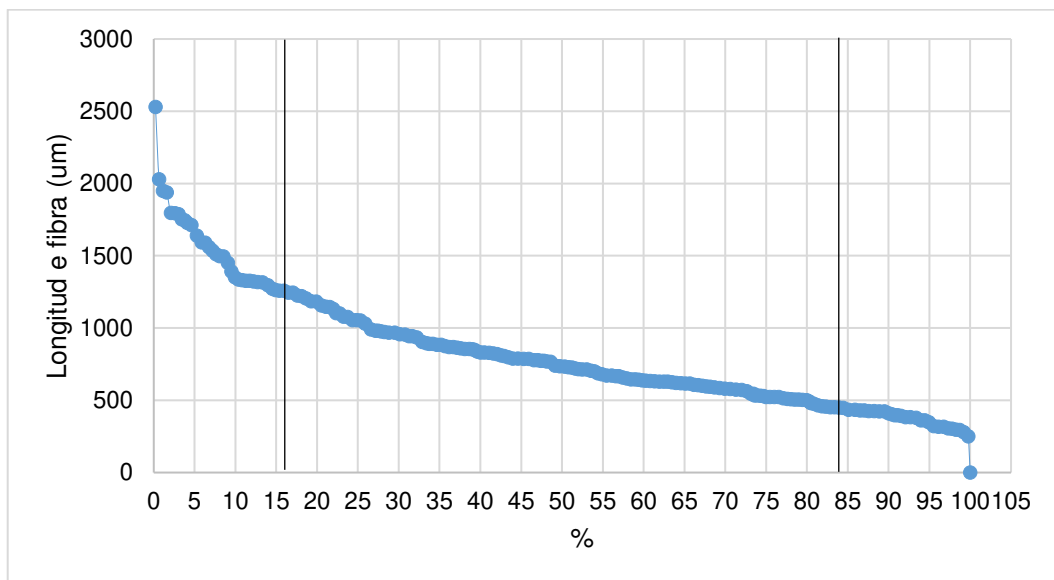


Figura 3.1.1.1. Fibrograma de longitud de fibra (μm)

3.1.2 Efecto de la temperatura antes y después del estudio de intemperismo acelerado en los resultados obtenidos de la caracterización espectrofotométrica del material compuesto.

En la Figura 3.1.2.1, se presentan los resultados del análisis por FTIR, que evidencian la presencia de grupos funcionales característicos del material compuesto con matriz de resina acrílica base acuosa y refuerzo lignocelulósico de raquis de palama africana (*Elaeis guineensis* Jacq.). A continuación, se identifican las bandas de absorción en la región de número de onda entre 4000 cm^{-1} - 400 cm^{-1} , con base en la información del apartado 1.5.2.1.2. Los picos observados en el rango de 3660 cm^{-1} - 2900 cm^{-1} son característicos de la vibración de estiramiento de los enlaces O-H y C-H en los polisacáridos (La Rosa et al., 2014). A $3443,28\text{ cm}^{-1}$ se observó la banda correspondiente al estiramiento del grupo O-H asociada a los alcoholes y fenoles pertenecientes a los componentes de las fibras lignocelulósicas y del agua absorbida por la fibra. (Ramlee et al., 2019).

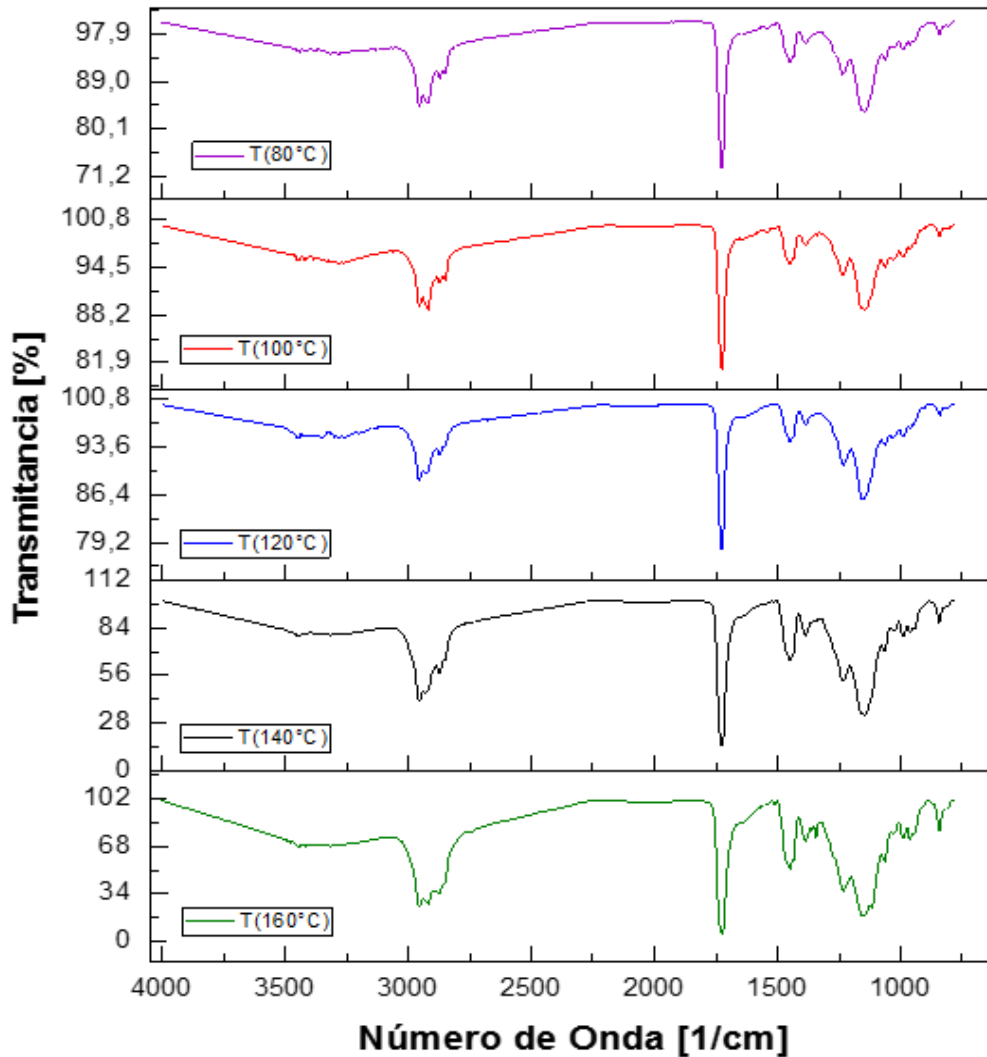


Figura 3.1.2.1. Espectros Infrarrojos del material compuesto

Las bandas a $2955,37\text{ cm}^{-1}$ y $2873,42\text{ cm}^{-1}$ presentan vibración de estiramiento simétrico y asimétrico del enlace C-H perteneciente al grupo metilo, mientras que para el grupo metileno, las vibraciones de estiramiento simétrico y asimétrico para este enlace corresponden a las bandas $2850,27\text{ cm}^{-1}$ y $2919,70\text{ cm}^{-1}$, respectivamente. Estas bandas están presentes en celulosa, hemicelulosa y resina acrílica (Danso, 2017; Qiang et al., 2014). La banda a $1725,98\text{ cm}^{-1}$ está asociada con el estiramiento C=O que se encuentra en el grupo carbonilo presente en los ácidos urónicos del xilano de las hemicelulosas y ceras, así como en el grupo éster de los ácidos ferúlico y p-cumárico de la lignina y de las cadenas de resina acrílica (Isroi et al., 2012; Panthapulakkal et al., 2016; Qiang et al., 2014). Las bandas de $1541,80\text{ cm}^{-1}$ - $1449,24\text{ cm}^{-1}$ presentan el estiramiento del anillo aromático de la lignina (Sun et al., 2005). La banda en 1435 cm^{-1} corresponde a la deformación por flexión simétrica del grupo CH₂ de celulosa. En el número de onda 1385 cm^{-1} se asignó a las deformaciones de C-H en celulosa y hemicelulosa, mientras que, la

banda en el número de onda $1251,18\text{ cm}^{-1}$ se debe al estiramiento C=O del grupo arilo en la lignina. La deformación asimétrica de (C–O–C) de la celulosa y hemicelulosa presenta una banda a $1158,04\text{ cm}^{-1}$ la cual también se atribuye a los grupos éster en las cadenas de resina acrílica, así como al anillo piranoso en polisacáridos (Qiang et al., 2014; Yang et al., 2017). La banda a $1027,87\text{ cm}^{-1}$ se debe a la deformación C-O en los alcoholes primarios y el C=O en el alcohol secundario asignada a la lignina, además de la flexión fuera del plano del grupo C-O-H con un valor de $943,02\text{ cm}^{-1}$. La presencia de enlaces glucosídicos corresponde a la banda de $841,77\text{ cm}^{-1}$. Las bandas a $3443,28\text{ cm}^{-1}$ y $3420,13\text{ cm}^{-1}$ se asocian a la presencia del grupo N-H₂, así como las bandas de estiramiento C-N pertenecientes al rango entre 1360 cm^{-1} - 1250 cm^{-1} y 1120 cm^{-1} - 1020 cm^{-1} para grupos aromáticos y alifáticos, respectivamente. Estas bandas están asociadas a la presencia de resina acrílica (Baldacchini et al., 2004).

La información presentada en la Figura 3.1.2.2, evidencia que, se mantienen las bandas características de los grupos funcionales que conforman el material compuesto con un aumento en la intensidad de radiación infrarroja de las bandas conforme se presenta el aumento de la temperatura de procesamiento. Este aumento de la intensidad de las bandas puede estar asociado a la pérdida de agua del material compuesto, la humedad existente se debe a la humedad de las fibras, la cual se presenta de dos formas: agua libre y agua ligada (Erdogan y Huner, 2018).

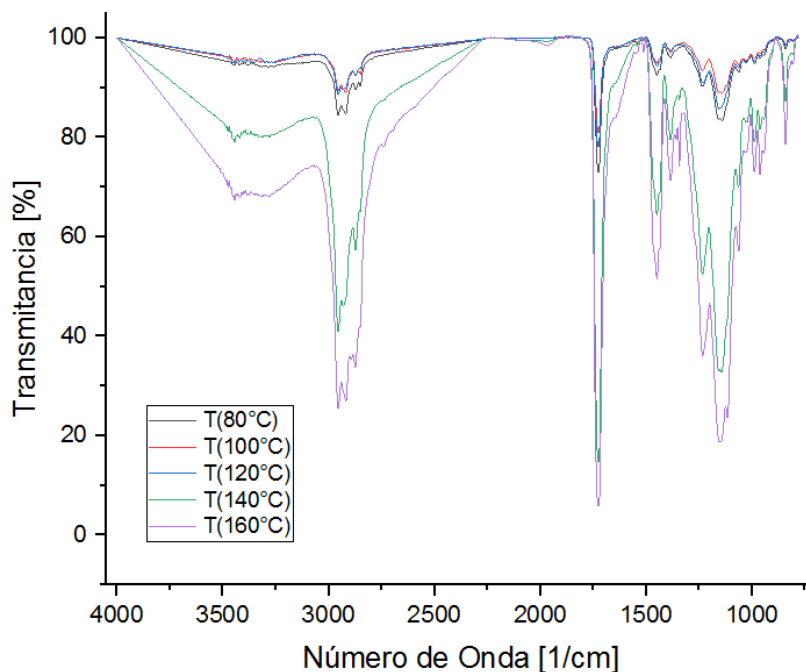


Figura 3.1.2.2. Espectros Infrarrojos del material compuesto a diferente temperatura de procesamiento

El agua libre adherida a la superficie de la fibra se evapora a temperaturas entre los 25°C hasta 150 °C, mientras que, el agua ligada al formar puentes de hidrogeno con los grupos hidroxilo presentes en la hemicelulosa y la lignina se evapora a temperaturas superiores de los 150 °C, por tal razón, las muestras al ser sometidas a temperaturas de procesamiento entre los 80 °C hasta 160 °C pueden perder agua libre o ligada, incrementando la concentración del resto de los grupos funcionales presentes en las muestras y debido a que la intensidad de una banda de absorción está relacionada con la concentración de la sustancia que absorbe la radiación incidente esta tiende a aumentar (Berthomieu y Hienerwadel, 2009).

Por otra parte, a pesar del incremento de la temperatura de procesamiento, se evidenció que las bandas de los grupos funcionales pertenecientes a los componentes de las fibras se mantuvieron respecto a su número de onda correspondiente. Esto podría asociarse a que la temperatura no fue lo suficientemente alta (entre 170 - 500 ° C), para dar paso al proceso de degradación en los componentes de celulosa, hemicelulosa, lignina, y que esto causara la aparición o desaparición de alguna de las bandas de los grupos funcionales (Khalili et al., 2018). Sin embargo, a temperaturas más bajas también puede ocurrir el proceso de degradación debido a la presencia de monómeros y aditivos residuales de la polimerización, que son considerados como iniciadores de las reacciones de degradación. Además, el aumento de la temperatura acelera las reacciones dentro de las macromoléculas, por lo tanto, puede ocasionar la ruptura de los enlaces covalentes de los grupos funcionales del polímero, siendo la primera etapa para la formación de grupos carbonilo mediante la descomposición de los grupos peróxidos o alcóxidos (Ramlee et al., 2019). De tal manera, que el aumento de las intensidades de las bandas pertenecientes al grupo carbonilo puede estar atribuido a esta interacción entre el aumento de temperatura de procesamiento y el material compuesto. Además, la intensidad de las bandas de absorción en infrarrojo es función de la variación del momento eléctrico dipolar y, por lo tanto, la modificación de la configuración electrónica de la molécula, al ejecutar ésta una vibración, debe influir sobre su valor y las vibraciones moleculares pueden verse afectadas por la temperatura (Berthomieu & Hienerwadel, 2009).

Respecto a la prueba de intemperismo, el material compuesto al exponerse a niebla salina, los cationes (Na^+) y aniones (Cl^-) de la sal se dispersan dentro de la estructura del material compuesto provocando alteraciones estructurales especialmente en áreas intersticiales (Fiore et al., 2020). Este mecanismo también incrementa la velocidad de difusión de agua dentro de la matriz polimérica, de tal manera que, la absorción de agua puede provocar la hinchazón de la matriz, así como, la reducción de la fuerza de unión interfacial entre la

matriz y la fibra, lo que conduciría a alteraciones sobre las propiedades mecánicas (Mayya et al., 2021).

Los resultados del análisis por FTIR del material compuesto expuesto a intemperismo salino se representa en la Figura 3.1.2.3. Estos resultados muestran que todas las formulaciones elaboradas a diferentes temperaturas evidenciaron incrementos en la anchura e intensidad de las bandas de los grupos funcionales hidroxilo, entre $3330\text{-}3270\text{ cm}^{-1}$ y 1640 cm^{-1} , lo que podría estar asociado con la absorción del agua por parte del material compuesto al exponerlo a intemperismo salino.

La absorción se debe a las propiedades polares de las moléculas; en general, la capacidad del material compuesto para absorber agua se debe a la presencia de grupos hidrofílicos como -OH , -NH_2 , -CONH- , -CONH_2 , -COOH , estos grupos son capaces de actuar como hidrógeno, donadores de enlaces para el agua; mientras que los grupos carbonilo y éster se conocen como aceptores primarios de enlaces hidrógeno (Thijs et al., 2007). Además, es ampliamente conocido que las fibras naturales muestran una alta tendencia a la absorción de humedad, debido a la naturaleza hidrófila de sus componentes polisacáridos, específicamente de la hemicelulosa y la fracción amorfa de la celulosa debido al alto porcentaje de grupos hidroxilo (Akil et al., 2009). Sin embargo, cabe mencionar que el mecanismo de absorción de agua depende fundamentalmente de leyes de difusión (Yan y Chouw, 2015).

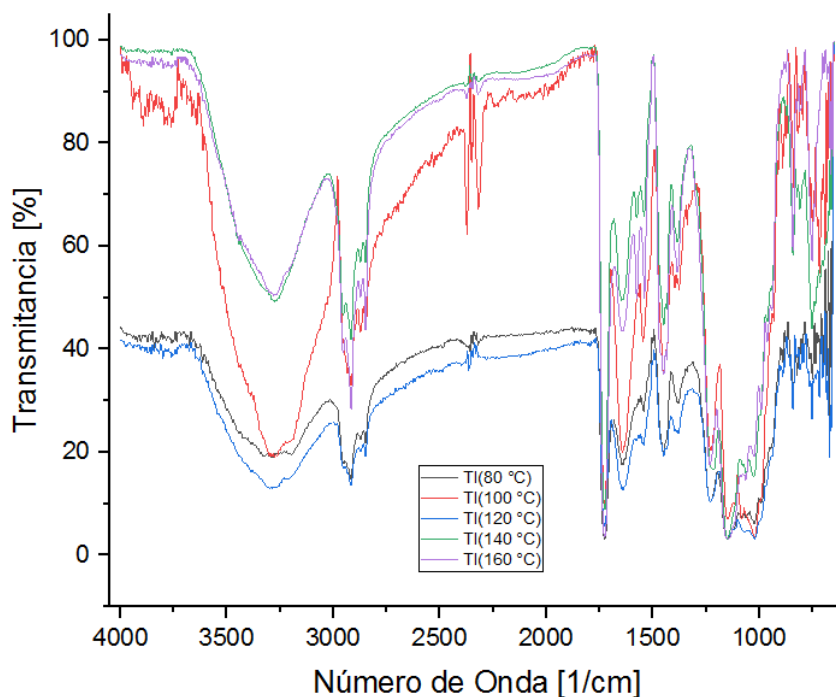


Figura 3.1.2.3. Espectros Infrarrojos del material compuesto expuesto a intemperismo salino

Otro de los problemas asociados con la absorción de agua en la superficie de materiales compuestos con refuerzo lignocelulósico, es la colonización de microorganismos, especialmente por hongos *Aspergillus niger*, debido a que su capacidad de desarrollo se puede presentar aún bajo condiciones extremas de pH, temperatura, nutrientes, y en consideración con la presencia de agua (Crawford et al., 2017). Las paredes celulares fúngicas contienen numerosas cantidades de glicoproteínas y polisacáridos, principalmente glucano y quitina, los cuales están conformados por grupos funcionales como carboxilo, hidroxilo, sulfonato, fosforilo, amida y amina, tal razón, puede ser la causante del ensanchamiento de las bandas de estos grupos funcionales presentes en cada uno de los espectros infrarrojos de los materiales compuestos expuestos a intemperismo salino (Gow et al., 2017).

En relación con la influencia de la temperatura de elaboración de estos materiales compuestos que han sido sometidos a intemperismo salino, se observa en la Figura 3.1.2.3, que a mayor temperatura de procesamiento existe menor ensanchamiento y mayor intensidad de transmitancia, lo que se traduce en menor absorción de las bandas correspondientes a los grupos característicos antes mencionados que conforman el material compuesto. Es decir, los materiales compuestos que fueron elaborados a temperaturas de 160 °C y 140 °C presentan bandas como la del grupo O-H menos pronunciadas en comparación con la de los materiales elaborados a 80 °C, 100 °C y 120 °C. En primera instancia esto podría atribuirse a que, con la absorción del agua, los materiales compuestos incrementaron su contenido de agua ya existente aún más en aquellos que experimentaron temperaturas más bajas de procesamiento (80, 100 y 120°C) y eso se vio reflejado con el ensanchamiento de las bandas en especial la del grupo hidroxilo. Sin embargo, las muestras más húmedas, al contener más moléculas de agua reducen la disponibilidad de los enlaces de hidrógeno intermoleculares, las moléculas de agua dificultan el movimiento de los grupos químicos en la matriz y reducen la movilidad de las cadenas poliméricas, lo que se traduce menor absorción de agua (Bianco et al., 2013). Lo mencionado con anterioridad no se sujeta al comportamiento de los resultados de la Figura 3.1.2.3, en los que a mayor temperatura de procesamiento del material compuesto se observa un menor ensanchamiento de las bandas de grupos hidroxilos. Según Fiore et al., (2020), a partir de los 130 °C se forma una capa de polímero entre la fibra lignocelulósica y la matriz del material compuesto. De la misma manera, el aumento de temperatura puede promover la cristalización de materiales amorfos, por lo tanto, entre más cristalina sea una muestra de celulosa, con mayor dificultad se puede acomodar en su estructura moléculas de agua (Jawaid et al., 2014). De tal manera que, estos factores

podrían influir a una menor captación de agua a mayor temperatura de procesamiento y, por lo tanto, tener afectación en los grupos hidroxilo presentes del material compuesto.

En particular, el intemperismo salino, podría contribuir con la degradación del material compuesto, cuyo proceso produce un cambio en la estructura química respecto a los grupos funcionales característicos, provocando una gran influencia en las propiedades del material y en sus aplicaciones (Mahato et al., 2017).

3.2 Conclusiones

Se evidenció, que el valor de la media más representativa para el conjunto de datos de longitud de fibra fue de 851,00 (μm) correspondiente a la media obtenida por el Fibrograma. en consideración con la relación del peso y la longitud de la fibra.

Los resultados de FTIR evidenciaron bandas asociadas a grupos funcionales que corresponden a los componentes de fibra lignocelulósica (lignina, celulosa y hemicelulosa), así como los grupos funcionales (C=O; C-H y NH_2), que son parte de la matriz polimérica.

Respecto a la influencia de la temperatura de procesamiento del material compuesto sin exposición a intemperismo salino, se evidenció que se mantienen las bandas características de los grupos funcionales que conforman el material compuesto con un aumento en la intensidad de las bandas conforme se presenta el aumento de la temperatura de procesamiento que parte de los 80 °C hasta los 160 °C.

En relación con la influencia de la temperatura de procesamiento del material compuesto con exposición a intemperismo salino, se evidenció que a menor temperatura (80 °C; 100 °C y 120 °C) existe mayor ensanchamiento e incremento en la intensidad de las bandas de los grupos funcionales característicos, en comparación con las bandas de los materiales compuestos elaborados a 140 °C y 160 °C, en las que se evidenció el efecto contrario.

Al exponer al material compuesto a intemperismo salino, se evidenció que las bandas de los grupos funcionales característicos presentaron mayor intensidad y ensanchamiento, especialmente del grupo hidroxilo. Lo cual pudo estar asociado a la absorción del agua por parte del material compuesto. Además, el cambio del resto de las bandas de los grupos funcionales pudo estar atribuido a la presencia de microorganismos en la superficie del material compuesto.

4 BIBLIOGRAFÍA

1. Akil, H. M., Cheng, L. W., Mohd Ishak, Z., Abu Bakar, A., y Abd Rahman, M. (2009). Water absorption study on pultruded jute fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites Science and Technology*, 69(11–12), 1942–1948. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2009.04.014>
2. Akkas, S. B. (2022). *Molecular Investigation of Effects of Antioxidants on Brain Tissue: An FTIR Spectroscopic Study*. Vdm Verlag.
3. Aleksendrić, D., Carlone, P., y Ćirović, V. (2016). Optimization of the Temperature-Time Curve for the Curing Process of Thermoset Matrix Composites. *Applied Composite Materials*, 23(5), 1047–1063. <https://doi.org/10.1007/s10443-016-9499-y>
4. AL-Oqla, F. M., Sapuan, S., Anwer, T., Jawaid, M., y Hoque, M. (2015). Natural fiber reinforced conductive polymer composites as functional materials: A review. *Synthetic Metals*, 206, 42–54. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2015.04.014>
5. Altamirano Chaves, K. R., Adden Pinnock, K., Mora Salazar, L. D., Briones Elizondo, J., y Rodríguez Mora, K. (2017). Evaluación de la tensión elástica de papel elaborado a partir de residuos orgánicos. *Revista Ingeniería*, 28(1), 29. <https://doi.org/10.15517/ri.v28i1.30587>
6. Anbupalani, M. S., Venkatachalam, C. D., y Rathanasamy, R. (2020). Influence of coupling agent on altering the reinforcing efficiency of natural fibre-incorporated polymers – A review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 39(13–14), 520–544. <https://doi.org/10.1177/0731684420918937>
7. Awalludin, M. F., Sulaiman, O., Hashim, R., y Nadhari, W. N. A. W. (2015). An overview of the oil palm industry in Malaysia and its waste utilization through thermochemical conversion, specifically via liquefaction. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 50, 1469–1484. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.05.085>
8. Baldacchini, T., LaFratta, C. N., Farrer, R. A., Teich, M. C., Saleh, B. E. A., Naughton, M. J., y Fourkas, J. T. (2004). Acrylic-based resin with favorable properties for three-

- dimensional two-photon polymerization. *Journal of Applied Physics*, 95(11), 6072–6076. <https://doi.org/10.1063/1.1728296>
9. Bartos, A., Anggono, J., Farkas, G. E., Kun, D., Soetaredjo, F. E., Móczó, J., Antoni, Purwaningsih, H., y Pukánszky, B. (2020). Alkali treatment of lignocellulosic fibers extracted from sugarcane bagasse: Composition, structure, properties. *Polymer Testing*, 88, 106549. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106549>
 10. Bauli, C. R., Rocha, D. B., y Rosa, D. D. S. (2019). Composite films of ecofriendly lignocellulosic nanostructures in biodegradable polymeric matrix. *SN Applied Sciences*, 1(7). <https://doi.org/10.1007/s42452-019-0765-0>
 11. Berthomieu, C., y Hienerwadel, R. (2009). Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. *Photosynthesis Research*, 101(2–3), 157–170. <https://doi.org/10.1007/s11120-009-9439-x>
 12. Bianco, S., Tewes, F., Tajber, L., Caron, V., Corrigan, O. I., y Healy, A. M. (2013). Bulk, surface properties and water uptake mechanisms of salt/acid amorphous composite systems. *International Journal of Pharmaceutics*, 456(1), 143–152. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2013.07.076>
 13. Caballero, H., y Cardellino, R. (2003). *Producción Ovina: Vol. I* (2.^a ed.) [Libro electrónico]. IICA-CIDIA.
 14. Chen, P., Nishiyama, Y., Putaux, J. L., y Mazeau, K. (2013). Diversity of potential hydrogen bonds in cellulose I revealed by molecular dynamics simulation. *Cellulose*, 21(2), 897–908. <https://doi.org/10.1007/s10570-013-0053-x>
 15. Centro de Investigaciones Aplicadas a Polímeros. (2022). Información sobre el procesamiento del material compuesto formulado con residuos de la industria aceitera y resina acrílica. Escuela Politécnica Nacional.
 16. Crawford, B., Pakpour, S., Kazemian, N., Klironomos, J., Stoeffler, K., Rho, D., Denault, J., y Milani, A. (2017). Effect of Fungal Deterioration on Physical and Mechanical

- Properties of Hemp and Flax Natural Fiber Composites. *Materials*, 10(11), 1252.
<https://doi.org/10.3390/ma10111252>
17. Crosky, A., Soatthyanon, N., Ruys, D., Meatherall, S., y Potter, S. (2014). Thermoset matrix natural fibre-reinforced composites. *Natural Fibre Composites*, 233–270.
<https://doi.org/10.1533/9780857099228.2.233>
18. Dai, D., y Fan, M. (2011). Investigation of the dislocation of natural fibres by Fourier-transform infrared spectroscopy. *Vibrational Spectroscopy*, 55(2), 300–306.
<https://doi.org/10.1016/j.vibspec.2010.12.009>
19. Danso, H. (2017). Properties of Coconut, Oil Palm and Bagasse Fibres: As Potential Building Materials. *Procedia Engineering*, 200, 1–9.
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.07.002>
20. Davies, P., y Arhant, M. (2018). Fatigue Behaviour of Acrylic Matrix Composites: Influence of Seawater. *Applied Composite Materials*, 26(2), 507–518.
<https://doi.org/10.1007/s10443-018-9713-1>
21. Davies, P., le Gac, P. Y., y Le Gall, M. (2016). Influence of Sea Water Aging on the Mechanical Behaviour of Acrylic Matrix Composites. *Applied Composite Materials*, 24(1), 97–111. <https://doi.org/10.1007/s10443-016-9516-1>
22. Dittenber, D. B., y Gangarao, H. V. (2012). Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43(8), 1419–1429.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.11.019>
23. Durig, J. R. (1990). *Applications of Ft-Ir Spectroscopy: 018*. Elsevier Science Ltd.
24. Elrebii, M., ben Mabrouk, A., y Boufi, S. (2014). Synthesis and properties of hybrid alkyd–acrylic dispersions and their use in VOC-free waterborne coatings. *Progress in Organic Coatings*, 77(4), 757–764.
<https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2013.12.016>

25. Erdogan, S., y Huner, U. (2018). Physical and Mechanical Properties of PP Composites based on Different Types of Lignocellulosic Fillers. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.*, 33(6), 1298–1307. <https://doi.org/10.1007/s11595-018-1967-9>
26. Faizi, M. K., Shahrman, A. B., Abdul Majid, M. S., Ahmad, Z. A., Shamsul, B. M. T., y Ng, Y. G. (2017). The effect of alkaline treatments soaking time on oil palm empty fruit bunch (OPEFB) fibre structure. *Journal of Physics: Conference Series*, 908, 012033. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/908/1/012033>
27. Faizi, M., Shahrman, A., Abdul Majid, M., Shamsul, B., Ng, Y., Basah, S., Cheng, E., Afendi, M., Zuradzman, M., Wan, K., y Hazry, D. (2016). An overview of the Oil Palm Empty Fruit Bunch (OPEFB) potential as reinforcing fibre in polymer composite for energy absorption applications. *MATEC Web of Conferences*, 90, 01064. <https://doi.org/10.1051/mateconf/20179001064>
28. Farias, F. (2017). *Fibras textiles naturales vegetales y animales: Vol. I (1.a ed.)*. Reverte.
29. Fiore, V., Sanfilippo, C., y Calabrese, L. (2020). Dynamic Mechanical Behavior Analysis of Flax/Jute Fiber-Reinforced Composites under Salt-Fog Spray Environment. *Polymers*, 12(3), 716. <https://doi.org/10.3390/polym12030716>
30. Garside, P., y Wyeth, P. (2004). Polarised ATR-FTIR Characterisation of Cellulosic Fibres in Relation to Historic Artefacts. *Restaurator*, 25(4). <https://doi.org/10.1515/rest.2004.249>
31. Gow, N. A. R., Latge, J. P., y Munro, C. A. (2017). The Fungal Cell Wall: Structure, Biosynthesis, and Function. *Microbiology Spectrum*, 5(3). <https://doi.org/10.1128/microbiolspec.funk-0035-2016>
32. Guo, Y., y Wu, P. (2008). Investigation of the hydrogen-bond structure of cellulose diacetate by two-dimensional infrared correlation spectroscopy. *Carbohydrate Polymers*, 74(3), 509–513. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2008.04.005>

33. Haque, M. M. U., Maniruzzaman, M., y Reza, M. S. (2016). Thermal and Tensile Mechanical Behavior of Polystyrene Graft Acetic Anhydride-Treated Pulque Fibers. *Journal of Natural Fibers*, 13(2), 125–136. <https://doi.org/10.1080/15440478.2014.984057>
34. Harris, D. C., y Bertolucci, M. D. (1989). *Symmetry and Spectroscopy: An Introduction to Vibrational and Electronic Spectroscopy* (Revised ed.). Dover Publications.
35. Hasan, K. M. F., Horváth, P. G., y Alpár, T. (2020). Potential Natural Fiber Polymeric Nanobiocomposites: A Review. *Polymers*, 12(5), 1072. <https://doi.org/10.3390/polym12051072>
36. Hishikawa, Y., Togawa, E., y Kondo, T. (2010). Molecular orientation in the Nematic Ordered Cellulose film using polarized FTIR accompanied with a vapor-phase deuteration method. *Cellulose*, 17(3), 539–545. <https://doi.org/10.1007/s10570-010-9410-1>
37. Huang, S., Fu, Q., Yan, L., y Kasal, B. (2021). Characterization of interfacial properties between fibre and polymer matrix in composite materials – A critical review. *Journal of Materials Research and Technology*, 13, 1441–1484. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.05.076>
38. Isroi, Ishola, M., Millati, R., Syamsiah, S., Cahyanto, M., Niklasson, C., y Taherzadeh, M. (2012). Structural Changes of Oil Palm Empty Fruit Bunch (OPEFB) after Fungal and Phosphoric Acid Pretreatment. *Molecules*, 17(12), 14995–15012. <https://doi.org/10.3390/molecules171214995>
39. Jawaid, M., Alothman, O. Y., Paridah, M. T., y Khalil, H. P. S. A. (2014). Effect of Oil Palm and Jute Fiber Treatment on Mechanical Performance of Epoxy Hybrid Composites. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 19(1), 62–69. <https://doi.org/10.1080/1023666x.2014.858429>
40. Johnson, P. M., Stansbury, J. W., y Bowman, C. N. (2009). FTIR Microscopy for Kinetic Measurements in High-Throughput Photopolymerization: Experimental Design and

- Application. *Macromolecular Reaction Engineering*, 3(9), 522–528.
<https://doi.org/10.1002/mren.200900029>
41. Kandemir, A., Pozegic, T. R., Hamerton, I., Eichhorn, S. J., y Longana, M. L. (2020). Characterisation of Natural Fibres for Sustainable Discontinuous Fibre Composite Materials. *Materials*, 13(9), 2129. <https://doi.org/10.3390/ma13092129>
42. Khalili, P., Tshai, K. Y., y Kong, I. (2018). Comparative Thermal and Physical Investigation of Chemically Treated and Untreated Oil Palm EFB Fiber. *Materials Today: Proceedings*, 5(1), 3185–3192. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.01.127>
43. Kovalenko, V. I. (2010). Crystalline cellulose: structure and hydrogen bonds. *Russian Chemical Reviews*, 79(3), 231–241.
<https://doi.org/10.1070/rc2010v079n03abeh004065>
44. Kumar, N., Gautam, A., Singh, R. S., y Manoj, M. K. (2019). Study of B4C/Al–Mg–Si Composites as Highly Hard and Corrosion-Resistant Materials for Industrial Applications. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 72(9), 2495–2501.
<https://doi.org/10.1007/s12666-019-01717-w>
45. La Rosa, A. D., Recca, G., Summerscales, J., Latteri, A., Cozzo, G., y Cicala, G. (2014). Bio-based versus traditional polymer composites. A life cycle assessment perspective. *Journal of Cleaner Production*, 74, 135–144.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2014.03.017>
46. Labbe, N., Rials, T. G., Kelley, S. S., Cheng, Z. M., Kim, J. Y., y Li, Y. (2005). FT-IR imaging and pyrolysis-molecular beam mass spectrometry: new tools to investigate wood tissues. *Wood Science and Technology*, 39(1), 61–76.
<https://doi.org/10.1007/s00226-004-0274-0>
47. Le Bourhis, E., y Touchard, F. (2021). Mechanical Properties of Natural Fiber Composites. *Encyclopedia of Materials: Composites*, 135–148.
<https://doi.org/10.1016/b978-0-12-819724-0.00009-4>

48. Lin Feng, N., y Dhar Malingam, S. (2019). Monotonic and fatigue responses of fiber-reinforced metal laminates. *Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*, 307–323. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102292-4.00016-3>
49. Llinás, H., y Rojas, C. (2017). *Estadística Descriptiva y Distribuciones de Probabilidad* (13.ª ed.) [Libro electrónico]. Universidad del Norte.
50. López, F. (2000). Determinación de la Longitud de Fibra de Lana. *Boletín Intexter del Instituto de Investigación Textil y de Cooperación Industrial*, 1(58). <https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2099/6036/Article02.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
51. Mahato, K. K., Dutta, K., y Ray, B. C. (2017). Static and Dynamic Behavior of Fibrous Polymeric Composite Materials at Different Environmental Conditions. *Journal of Polymers and the Environment*, 26(3), 1024–1050. <https://doi.org/10.1007/s10924-017-1001-x>
52. Makarem, M., Lee, C. M., Kafle, K., Huang, S., Chae, I., Yang, H., Kubicki, J. D., y Kim, S. H. (2019). Probing cellulose structures with vibrational spectroscopy. *Cellulose*, 26(1), 35–79. <https://doi.org/10.1007/s10570-018-2199-z>
53. Mayya, H. B., Pai, D., Kini, V. M., y N H, P. (2021). Effect of Marine Environmental Conditions on Physical and Mechanical Properties of Fiber-Reinforced Composites—A Review. *Journal of The Institution of Engineers (India): Series C*. <https://doi.org/10.1007/s40032-021-00676-w>
54. Merkel, K., Rydarowski, H., Kazimierczak, J., y Bloda, A. (2014). Processing and characterization of reinforced polyethylene composites made with lignocellulosic fibres isolated from waste plant biomass such as hemp. *Composites Part B: Engineering*, 67, 138–144. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.06.007>
55. Montero, J. (2015). *Estadística Descriptiva: Vol. I* (3.a ed.) [Libro electrónico]. International Thompson Paraninfo S.A.

56. Nakahara, M., y Sanada, Y. (2016). FT-IR ATR spectroscopy of the edge surface of pyrolytic graphite and its surface/PVC interface. *Journal of Materials Science*, 30(17), 4363–4368. <https://doi.org/10.1007/bf00361518>
57. Narayanasamy, P., Balasundar, P., Senthil, S., Sanjay, M., Siengchin, S., Khan, A., y Asiri, A. M. (2020). Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Calotropis gigantea* fruit bunch for ecofriendly polymer composites. *International Journal of Biological Macromolecules*, 150, 793–801. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.02.134>
58. Naslain, R., y Pomeroy, M. (2016). Ceramic Matrix Composites: Matrices and Processing. *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-803581-8.02317-1>
59. Panthapulakkal, S., Zereshkian, A., y Sain, M. (2016). Preparation and characterization of wheat straw fibers for reinforcing application in injection molded thermoplastic composites. *Bioresource Technology*, 97(2), 265–272. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2005.02.043>
60. Panwar, A., y Neelakrishnan, S. (2021). An Experimental Study on the Effect of Mercerization Parameters on the Variation in the Chemical Composition and Mechanical Properties of Natural Fibers: Coir. *Journal of Natural Fibers*, 1–11. <https://doi.org/10.1080/15440478.2021.1993505>
61. Perna, A. S., Viscusi, A., Astarita, A., Boccarusso, L., Carrino, L., Durante, M., y Sansone, R. (2019). Manufacturing of a Metal Matrix Composite Coating on a Polymer Matrix Composite Through Cold Gas Dynamic Spray Technique. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 28(6), 3211–3219. <https://doi.org/10.1007/s11665-019-03914-6>
62. Pickering, K., Efendy, M. A., y Le, T. (2016). A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Composites Part A: Applied*

<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.038>

63. Pupure, L., Varna, J., y Joffe, R. (2015). Natural fiber composite: Challenges simulating inelastic response in strain-controlled tensile tests. *Journal of Composite Materials*, 50(5), 575–587. <https://doi.org/10.1177/0021998315579435>
64. Qiang, X. H., Xue, Q., Zhang, H., Yan, Z., Li, M., Xu, W., y Wang, Y. J. (2014). Preparation and characterization of acrylic resin/protein composite crosslinked films. *Journal of Coatings Technology and Research*, 11(6), 923–931. <https://doi.org/10.1007/s11998-014-9599-2>
65. Rajak, D. K., Pagar, D. D., Kumar, R., y Pruncu, C. I. (2019). Recent progress of reinforcement materials: a comprehensive overview of composite materials. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(6), 6354–6355. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.09.068>
66. Ramlee, N. A., Jawaid, M., Zainudin, E. S., y Yamani, S. A. K. (2019). Modification of Oil Palm Empty Fruit Bunch and Sugarcane Bagasse Biomass as Potential Reinforcement for Composites Panel and Thermal Insulation Materials. *Journal of Bionic Engineering*, 16(1), 175–188. <https://doi.org/10.1007/s42235-019-0016-5>
67. Rashid, B., Leman, Z., Jawaid, M., Ghazali, M. J., y Ishak, M. R. (2016). Physicochemical and thermal properties of lignocellulosic fiber from sugar palm fibers: effect of treatment. *Cellulose*, 23(5), 2905–2916. <https://doi.org/10.1007/s10570-016-1005-z>
68. Rozman, H., Ahmadhilmi, K., y Abubakar, A. (2004). Polyurethane (PU)—oil palm empty fruit bunch (EFB) composites: the effect of EFBG reinforcement in mat form and isocyanate treatment on the mechanical properties. *Polymer Testing*, 23(5), 559–565. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2003.11.004>
69. Sair, S., Oushabi, A., Kammouni, A., Tanane, O., Abboud, Y., Oudrhiri Hassani, F., Laachachi, A., y el Bouari, A. (2017). Effect of surface modification on

- morphological, mechanical, and thermal conductivity of hemp fiber: Characterization of the interface of hemp –Polyurethane composite. *Case Studies in Thermal Engineering*, 10, 550–559. <https://doi.org/10.1016/j.csite.2017.10.012>
70. Samal, S., Stuchlík, M., y Petrikova, I. (2017). Thermal behavior of flax and jute reinforced in matrix acrylic composite. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 131(2), 1035–1040. <https://doi.org/10.1007/s10973-017-6662-0>
71. Sawicz-Kryniger, K., Niezgoda, P., Stalmach, P., Starzak, K., Wysocka, A., ŚWiergosz, T., y Popielarz, R. (2022). Performance of FPT, FTIR and DSC methods in cure monitoring of epoxy resins. *European Polymer Journal*, 162, 110933. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2021.110933>
72. Sobrinho, L. L., Calado, V. M. D. A., y Bastian, F. L. (2011). Development and characterization of composite materials for production of composite risers by filament winding. *Materials Research*, 14(3), 287–298. <https://doi.org/10.1590/s1516-14392011005000062>
73. Stanciu, M. D., Drăghicescu, H. T., y Roşca, I. C. (2021). Mechanical Properties of GFRPs Exposed to Tensile, Compression and Tensile–Tensile Cyclic Tests. *Polymers*, 13(6), 898. <https://doi.org/10.3390/polym13060898>
74. Stuart, B. H. (2004). *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications: 14* (Illustrated ed.). Wiley.
75. Sun, X., Xu, F., Sun, R., Fowler, P., y Baird, M. (2005). Characteristics of degraded cellulose obtained from steam-exploded wheat straw. *Carbohydrate Research*, 340(1), 97–106. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2004.10.022>
76. Szafran, M., Katrusiak, A., y Dega-Szafran, Z. (2007). Crystal and molecular structure, hydrogen bonding and electrostatic interactions of bis(homarine) hydrogen perchlorate studied by X-ray diffraction, DFT calculations, FTIR and Raman spectroscopies. *Journal of Molecular Structure*, 839(1–3), 99–106. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2006.10.049>

77. Tashiro, K., y Kobayashi, M. (1991). Theoretical evaluation of three-dimensional elastic constants of native and regenerated celluloses: role of hydrogen bonds. *Polymer*, 32(8), 1516–1526. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(91\)90435-l](https://doi.org/10.1016/0032-3861(91)90435-l)
78. Thakur, V. K., y Thakur, M. K. (2014). Processing and characterization of natural cellulose fibers/thermoset polymer composites. *Carbohydrate Polymers*, 109, 102–117. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.03.039>
79. Thijs, H. M. L., Becer, C. R., Guerrero-Sanchez, C., Fournier, D., Hoogenboom, R., y Schubert, U. S. (2007). Water uptake of hydrophilic polymers determined by a thermal gravimetric analyzer with a controlled humidity chamber. *Journal of Materials Chemistry*, 17(46), 4864. <https://doi.org/10.1039/b711990a>
80. Thompson, J. M. (2018). Infrared Spectroscopy. *Infrared Spectroscopy*. <https://doi.org/10.1201/9781351206037>
81. Trache, D. (2016). Comments on “Effect of hydrolysed cellulose nanowhiskers on properties of montmorillonite/polylactic acid nanocomposites” By Reza Arjmandi et al. *International Journal of Biological Macromolecules*, 88, 497–498. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.03.073>
82. Urban, M. W. (1993). Fourier Transform Infrared and Fourier Transform Raman Spectroscopy of Polymers. *Advances in Chemistry*, 3–40. <https://doi.org/10.1021/ba-1993-0236.ch001>
83. Valeriy Babushkin, Alexander Spiridonov, y Alexey Kozhukhar. (2016). Application of NIR and FTIR in Food Analysis. *Journal of Physical Science and Application*, 6(2). <https://doi.org/10.17265/2159-5348/2016.02.007>
84. Verma, D., y Goh, K. (2019). Natural fiber-reinforced polymer composites. *Biomass, Biopolymer-Based Materials, and Bioenergy*, 51–73. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102426-3.00003-5>
85. Vilar, J., y Delgado, T. (2010). Control Estadístico de los Procesos [Libro electrónico]. FC Editorial.

86. Wohler, M., Bensefelt, T., Wågberg, L., Furó, I., Berglund, L. A., y Wohler, J. (2021). Cellulose and the role of hydrogen bonds: not in charge of everything. *Cellulose*, 29(1), 1–23. <https://doi.org/10.1007/s10570-021-04325-4>
87. Xia, X., Liu, W., Zhou, L., Hua, Z., Liu, H., & He, S. (2015). Modification of flax fiber surface and its compatibilization in polylactic acid/flax composites. *Iranian Polymer Journal*, 25(1), 25–35. <https://doi.org/10.1007/s13726-015-0395-3>
88. Yan, D. X., Ren, P. G., Pang, H., Fu, Q., Yang, M. B., y Li, Z. M. (2012). Efficient electromagnetic interference shielding of lightweight graphene/polystyrene composite. *Journal of Materials Chemistry*, 22(36), 18772. <https://doi.org/10.1039/c2jm32692b>
89. Yan, L., y Chou, N. (2015). Effect of water, seawater and alkaline solution ageing on mechanical properties of flax fabric/epoxy composites used for civil engineering applications. *Construction and Building Materials*, 99, 118–127. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.09.025>
90. Yang, L., Lübeck, M., y Lübeck, P. S. (2017). Aspergillus as a versatile cell factory for organic acid production. *Fungal Biology Reviews*, 31(1), 33–49. <https://doi.org/10.1016/j.fbr.2016.11.001>
91. Yılmaz, N. D., y Arifuzzaman Khan, G. (2019). Flexural behavior of textile-reinforced polymer composites. *Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*, 13–42. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102292-4.00002-3>
92. Zagho, M., Hussein, E., y Elzatahry, A. (2018). Recent Overviews in Functional Polymer Composites for Biomedical Applications. *Polymers*, 10(7), 739. <https://doi.org/10.3390/polym10070739>
93. Zhou, Y., Fan, M., y Chen, L. (2016). Interface and bonding mechanisms of plant fibre composites: An overview. *Composites Part B: Engineering*, 101, 31–45. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.06.055>

5 ANEXOS

ANEXO I. Conjunto de Datos de Longitud de Fibra de Raquis

ANEXO II. Proceso Estadístico para la Obtención del Mecanismo del Valor Promedio de la Longitud de Fibra de Raquis

ANEXO III. Moléculas Orgánicas

ANEXO I

CONJUNTO DE DATOS DE LONGITUD DE FIBRA DE RAQUIS

A continuación, en la Tabla A.I.1., se presenta el conjunto de datos sobre la caracterización de la longitud de fibra de raquis de palma africana (*Elaeis guineensis* Jacq.).

Tabla A.I.1. Conjunto de datos de longitud de fibra del raquis en μm

(CIAP,2022)

Longitud (μm)	Longitud (μm)	Longitud (μm)	Longitud (μm)	Longitud (μm)	Longitud (μm)	Longitud (μm)
2528	1270	956	788	641	528	409
2028	1261	955	786	637	523	403
1949	1257	943	785	634	523	396
1937	1257	942	777	633	522	395
1796	1244	935	777	631	521	392
1794	1243	904	773	629	513	383
1787	1224	895	772	629	508	382
1752	1219	890	767	628	506	378
1744	1204	890	766	624	505	361
1726	1185	882	739	620	505	360
1711	1182	882	735	618	502	347
1639	1155	874	732	616	500	320
1592	1146	868	728	615	491	316
1589	1145	868	726	607	479	315
1558	1132	864	719	604	476	305
1534	1102	859	715	599	464	302
1511	1100	855	713	596	458	295
1497	1079	855	712	592	455	293
1495	1075	853	704	588	451	278
1449	1053	848	699	585	450	250
1391	1053	836	685	580	448	
1351	1051	830	679	578	446	
1335	1030	830	671	573	433	
1331	989	828	671	570	433	
1327	981	824	667	562	429	
1327	980	819	665	545	428	
1322	975	809	656	544	425	
1317	972	805	651	533	425	
1315	968	796	644	532	423	
1294	968	788	644	531	422	

Mientras, la Tabla A.I.2 y Tabla A.I.3, representan el conjunto de datos de longitud de fibra de raquis para la obtención de la media acotada y Winsorizada, respectivamente.

Tabla A.I.2. Conjunto de datos de longitud de fibra del raquis para la media acotada

Longitud (µm)	Longitud (µm)	Longitud (µm)	Longitud (µm)	Longitud (µm)	Longitud (µm)
1726	1185	882	732	615	479
1711	1182	874	728	607	476
1639	1155	868	726	604	464
1592	1146	868	719	599	458
1589	1145	864	715	596	455
1558	1132	859	713	592	451
1534	1102	855	712	588	450
1511	1100	855	704	585	448
1497	1079	853	699	580	446
1495	1075	848	685	578	433
1449	1053	836	679	573	433
1391	1053	830	671	570	429
1351	1051	830	671	562	428
1335	1030	828	667	545	425
1331	989	824	665	544	425
1327	981	819	656	533	423
1327	980	809	651	532	422
1322	975	805	644	531	409
1317	972	796	644	528	403
1315	968	788	641	523	396
1294	968	788	637	523	395
1270	956	786	634	522	392
1261	955	785	633	521	383
1257	943	777	631	513	382
1257	942	777	629	508	378
1244	935	773	629	506	361
1243	904	772	628	505	360
1224	895	767	624	505	347
1219	890	766	620	502	320
1204	890	739	618	500	
1204	882	735	616	491	

Tabla A.I.2. Conjunto de datos de longitud de fibra del raquis para la media Winsorizada

Longitud (μm)	Longitud (μm)	Longitud (μm)	Longitud (μm)	Longitud (μm)	Longitud (μm)	Longitud (μm)
1726	1261	956	788	641	528	409
1726	1257	955	786	637	523	403
1726	1257	943	785	634	523	396
1726	1244	942	777	633	522	395
1726	1243	935	777	631	521	392
1726	1224	904	773	629	513	383
1726	1219	895	772	629	508	382
1726	1204	890	767	628	506	378
1726	1204	890	766	624	505	361
1711	1185	882	739	620	505	360
1639	1182	882	735	618	502	347
1592	1155	874	732	616	500	320
1589	1146	868	728	615	491	320
1558	1145	868	726	607	479	320
1534	1132	864	719	604	476	320
1511	1102	859	715	599	464	320
1497	1100	855	713	596	458	320
1495	1079	855	712	592	455	320
1449	1075	853	704	588	451	320
1391	1053	848	699	585	450	320
1351	1053	836	685	580	448	
1335	1051	830	679	578	446	
1331	1030	830	671	573	433	
1327	989	828	671	570	433	
1327	981	824	667	562	429	
1322	980	819	665	545	428	
1317	975	809	656	544	425	
1315	972	805	651	533	425	
1294	968	796	644	532	423	
1270	968	788	644	531	422	

ANEXO II

PROCESO ESTADÍSTICO PARA LA OBTENCIÓN DEL MECANISMO DEL VALOR PROMEDIO DE LA LONGITUD DE FIBRA DE RAQUIS

A continuación, en el Anexo II, se describe el proceso estadístico que se requirió para el análisis de la longitud media de las fibras de raquis de palma africana.

El primer tratamiento estadístico de datos, con el fin de analizar la distribución que posee este conjunto de datos de la longitud de fibra, consistió en la elaboración de un histograma, y en la obtención de datos estadísticos descriptivos clásicos, representados en la Figura A.II.1. y Figura A.II.2. Como se puede evidenciar, la acumulación de datos se encuentra comprendida desde los 575 hasta 738 (μm). Además, la forma de distribución presenta asimetría sesgada hacia la derecha, lo que se traduce que el conjunto de datos posee una distribución no normal (Berenson, 2006).

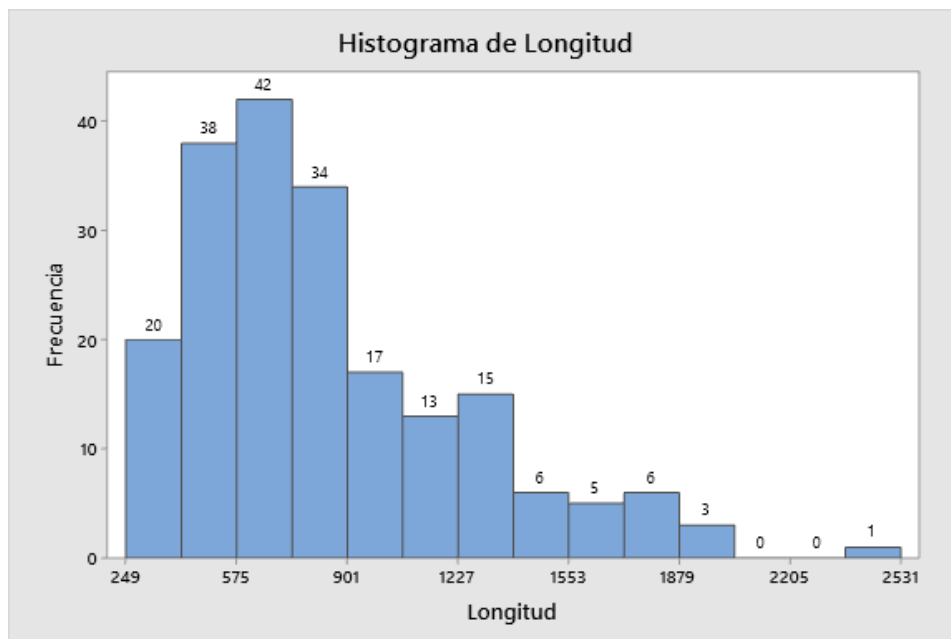


Figura A.II.1. Histograma de longitud de fibra (μm)

Estadísticas										
Variable	N	N*	Media	Error estándar de la media	Desv.Est.	Varianza	CoefVar	Mínimo	Q1	Mediana
Longitud (um)	200	0	839,5	29,0	410,6	168574,0	48,91	250,0	528,8	737,0
Variable	Q3	Máximo	Rango	IQR						
Longitud (um)	1053,0	2528,0	2278,0	524,3						

Figura A.II.2. Datos estadísticos descriptivos de la longitud de fibra (μm)

Para la comprobación que el conjunto de datos de longitud de fibra presenta una distribución no normal, se realizó la Prueba de normalidad, obtenida mediante la utilización del programa MINITAB y representada en la Figura A.II.3.

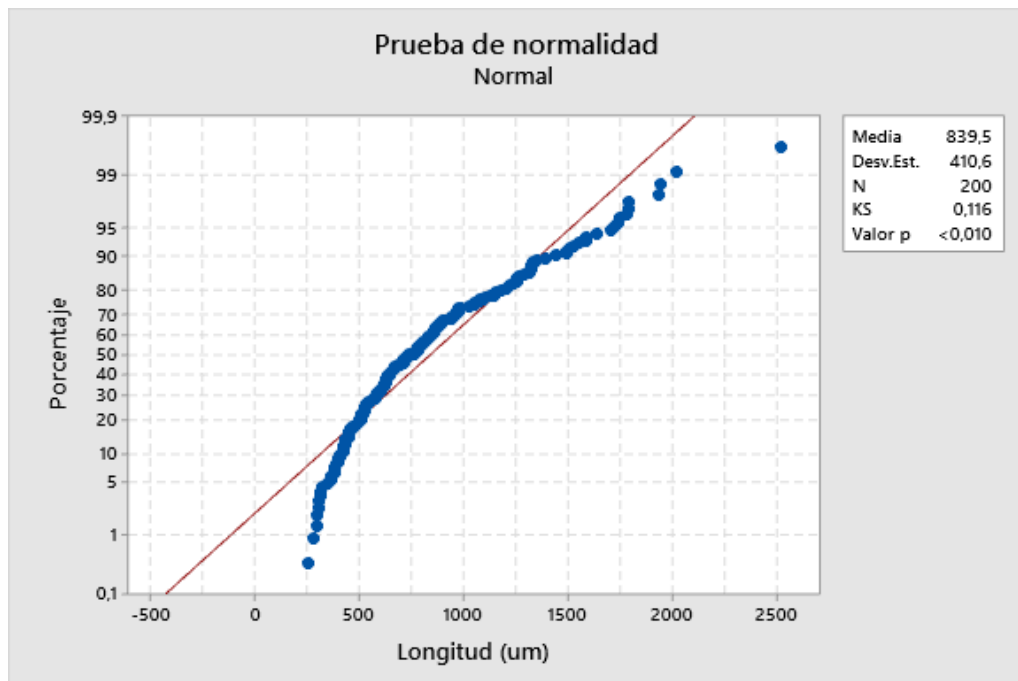


Figura A.II.3. Prueba de Normalidad para datos de longitud de fibra

En la Figura A.II.3., se evidencia que el comportamiento de distribución estadística es de distribución no normal al obtener un valor de p menor al 0.01 (Llinás & Rojas, 2017). Además, que los datos no siguen la tendencia de la línea roja. Cabe mencionar que se observa la presencia de datos atípicos en los valores superiores extremos.

En la Figura A.II.4., se presenta el diagrama de cajas que confirma la presencia de datos atípicos dentro del conjunto de datos. Este porcentaje de datos atípicos representan el 10% del conjunto de datos, razón por la cual se procedió a calcular la media sin incluir este

porcentaje de datos atípicos, con lo cual se obtuvo un valor referencial de 736,83 (μm). La ecuación para la obtención de la media aritmética se presenta a continuación:

$$\bar{x} = \frac{\sum_i^n x_i}{n}$$

Ecuación A.II.1. Media aritmética

(Berenson, 2006)

Donde:

\bar{x} = media aritmética

$\sum_i^n x_i$ = Sumatoria de cada valor del conjunto de datos

n = cantidad de valores

Según Vilar & Delgado (2010) para la obtención de la media de datos con distribución no normal y que presenten valores atípicos, sugiere como una alternativa la aplicación de la estadística robusta, en la que se puede emplear los mecanismos de la media cortada y la media Winsorizada. Dichas medias consisten en eliminar y/o reemplazar el porcentaje de los extremos inferior y superior de los puntos de datos.

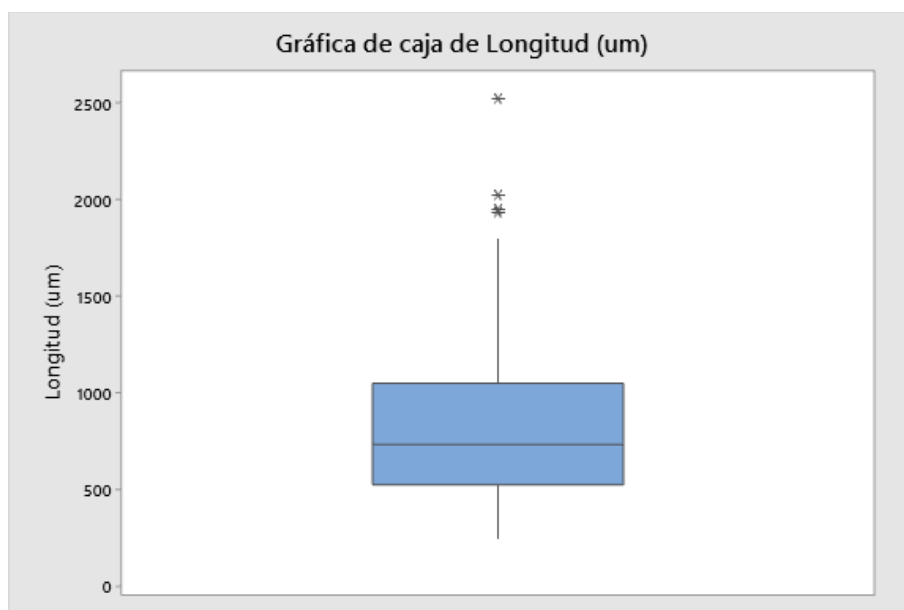


Figura A.II.4. Diagrama de cajas de los datos de longitud de fibra (μm)

Posteriormente, el último mecanismo que se empleó para el análisis de la longitud media de la fibra del composite fue por medio del Fibrograma, el cual representa una curva de frecuencias que se basa en la relación de peso/longitud de la fibra, conformado el eje de las ordenadas por la longitud de la fibra y el eje de las abscisas por el índice del diagrama, que corresponde a la media de los pesos acumulados de la relación del peso/ longitud de la fibra (López,2000). En la Tabla A.II.1, se encuentran los datos pertenecientes a la elaboración del fibrograma de la Figura 3.1.1.1.

Finalmente, se realizó un análisis estadístico clásico para los datos de relación peso-longitud de la Tabla A.II.1, representado en la Figura A.II.5.

Tabla A.II.1. Datos para la construcción del Fibrograma

Longitud (um)	Peso (ug)	Peso Unitario (p/l)	Peso %	Pesos acumulados	Índices para diagrama
2528	160,47	634,78	0,43	0,43	0,22
2028	128,73	634,78	0,43	0,87	0,65
1949	136,43	700,00	0,48	1,35	1,11
1937	135,59	700,00	0,48	1,83	1,59
1796	133,78	744,90	0,51	2,33	2,08
1794	133,63	744,90	0,51	2,84	2,59
1787	103,88	581,33	0,40	3,24	3,04
1752	101,85	581,33	0,40	3,64	3,44
1744	76,66	439,56	0,30	3,94	3,79
1726	75,87	439,56	0,30	4,24	4,09
1711	171,10	1000,00	0,68	4,92	4,58

Estadísticas											
Variable	N	N*	Media	Error estándar de la media	Desv.Est.	CoefVar	Mínimo	Q1	Mediana	Q3	Máximo
C1	200	0	731,3	11,7	166,1	22,71	200,0	627,2	727,6	834,9	1117,6

Figura A.II.5. Datos estadísticos descriptivos del peso unitario

Ejemplo de cálculo para de los valores correspondientes para la elaboración del Fibrograma.

A continuación, se presenta un ejemplo de cálculo para el tercer valor correspondiente a la Tabla A.II.1.

- Peso unitario

$$\frac{p}{l} = \frac{136,43}{19,49} * 10000 = 700,00$$

- %Peso

$$\%P = \frac{700,00}{146253,35} * 100 = 0,48\%$$

- Peso acumulado

$$\text{Peso acumulado} = 0,48 + 0,87 = 1,35$$

- Índice para diagrama

$$\text{Índice para diagrama} = 0,87 + 1,35 = 1,11$$

ANEXO III

MOLÉCULAS ORGÁNICAS

A continuación, se presentan las bandas infrarrojas de los grupos funcionales correspondientes a las principales clases de moléculas orgánicas, como, hidrocarburos alifáticos, compuestos aromáticos, compuestos que contienen oxígeno, amidas, amidas y varios compuestos que contienen nitrógeno, representadas en las Figuras A.III.1, A.III.2, A.III.3, A.III.4, A.III.5, y A.III.6, respectivamente.

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
<i>Alkanes</i>	
2960	Methyl symmetric C–H stretching
2930	Methylene asymmetric C–H stretching
2870	Methyl asymmetric C–H stretching
2850	Methylene symmetric C–H stretching
1470	Methyl asymmetrical C–H bending
1465	Methylene scissoring
1380	Methyl symmetrical C–H bending
1305	Methylene wagging
1300	Methylene twisting
720	Methylene rocking
<i>Alkenes</i>	
3100–3000	=C–H stretching
1680–1600	C=C stretching
1400	=C–H in-plane bending
1000–600	=C–H out-of-plane bending
<i>Alkynes</i>	
3300–3250	≡C–H stretching
2260–2100	C≡C stretching
700–600	≡C–H bending

Figura A.III.1. Bandas infrarrojas características de los hidrocarburos alifáticos (Stuart,2004).

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
3100–3000	C–H stretching
2000–1700	Overtone and combination bands
1600–1430	C=C stretching
1275–1000	In-plane C–H bending
900–690	Out-of-plane C–H bending

Figura A.III.2. Bandas infrarrojas características de los componentes aromáticos (Stuart,2004).

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
	<i>Alcohol and phenols</i>
3600	Alcohol O–H stretching
3550–3500	Phenol O–H stretching
1300–1000	C–O stretching
	<i>Ethers</i>
1100	C–O–C stretching
	<i>Aldehydes and ketones</i>
2900–2700	Aldehyde C–H stretching
1740–1720	Aliphatic aldehyde C=O stretching
1730–1700	Aliphatic ketone C=O stretching
1720–1680	Aromatic aldehyde C=O stretching
1700–1680	Aromatic ketone C=O stretching
	<i>Esters</i>
1750–1730	Aliphatic C=O stretching
1730–1705	Aromatic C=O stretching
1310–1250	Aromatic C–O stretching
1300–1100	Aliphatic C–O stretching
	<i>Carboxylic acids</i>
3300–2500	O–H stretching
1700	C=O stretching
1430	C–O–H in-plane bending
1240	C–O stretching
930	C–O–H out-of-plane bending
	<i>Anhydrides</i>
1840–1800	C=O stretching
1780–1740	C=O stretching
1300–1100	C–O stretching

Figura A.III.3. Bandas infrarrojas características de los compuestos que contienen oxígeno (Stuart,2004).

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
3335	N–H stretching (doublet for primary amines; singlet for secondary amines)
2780	N–CH ₂ stretching
1615	NH ₂ scissoring, N–H bending
1360–1250	Aromatic C–N stretching
1220–1020	Aliphatic C–N stretching
850–750	NH ₂ wagging and twisting
715	N–H wagging

Figura A.III.4. Bandas infrarrojas características de las aminas (Stuart,2004).

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
3360–3340	Primary amide NH ₂ asymmetric stretching
3300–3250	Secondary amide N–H stretching
3190–3170	Primary amide NH ₂ symmetric stretching
3100–3060	Secondary amide amide II overtone
1680–1660	Primary amide C=O stretching
1680–1640	Secondary amide C=O stretching
1650–1620	Primary amide NH ₂ bending
1560–1530	Secondary amide N–H bending, C–N stretching
750–650	Secondary amide N–H wagging

Figura A.III.5. Bandas infrarrojas características de las amidas (Stuart,2004).

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
2260–2240	Aliphatic nitrile C≡N stretching
2240–2220	Aromatic nitrile C≡N stretching
2180–2110	Aliphatic isonitrile –N≡C stretching
2160–2120	Azide N≡N stretching
2130–2100	Aromatic isonitrile –N≡C stretching
1690–1620	Oxime C=N–OH stretching
1680–1650	Nitrite N=O stretching
1660–1620	Nitrate NO ₂ asymmetric stretching
1615–1565	Pyridine C=N stretching, C=C stretching
1560–1530	Aliphatic nitro compound NO ₂ asymmetric stretching
1540–1500	Aromatic nitro compound NO ₂ asymmetric stretching
1450–1400	Azo compound N=N stretching
1390–1370	Aliphatic nitro compound NO ₂ symmetric stretching
1370–1330	Aromatic nitro compound NO ₂ symmetric stretching
1300–1270	Nitrate NO ₂ symmetric stretching
965–930	Oxime N–O stretching
870–840	Nitrate N–O stretching
710–690	Nitrate NO ₂ bending

Figura A.III.6. Bandas infrarrojas características de varios compuestos que presentan nitrógeno (Stuart,2004).