

Propiedades mecánicas y comportamiento a fractura de biolaminados de ixtle reforzados con nanopartículas

Israel Tadeo¹, Miguel Angel Vergara², Omar Jimenez¹, Mauricio Torres², E. A. Franco-Urquiza^{2*}

¹Universidad Aeronáutica en Querétaro, Carretera Querétaro-Tequisquiapan 22154, 76278 Coyote, Qro., México

²CONACYT-CIDESI, Centro Nacional de Tecnologías Aeronáuticas, Carretera Estatal 200, km 23. 76269, México

Mechanical properties and behavior to fracture of ixtle biolaminates reinforced with nanoparticles

Propietats mecàniques i comportament a fractura de biolaminats d'ixtle reforçats amb nanopartícules

RECEIVED: 10 JULY 2019; REVISED: 26 SEPTEMBER 2019; ACCEPTED: 27 SEPTEMBER 2019

ABSTRACT

Natural fibers are a low-cost renewable resource; they are not toxic, low density, not abrasive effects like glass fibers, and biodegradable. Besides, nanoparticles' use as reinforcement allows increasing the mechanical and thermal properties of these materials. In this work, the mechanical properties of Ixtle natural fiber composite biolaminates embedded in an epoxy resin with 45% natural component and reinforced with zinc oxide nanoparticles in different percentages by weight are evaluated. The mechanical properties showed an increase in stiffness and resistance with the presence of nanoparticles. The mode I fracture behavior registered a slight decrease in toughness as the nanoparticle content increased, promoted by the inhibition of interlaminar adhesion.

Keywords: Biolaminates; Bioepoxy; Ixtle; Stiffness; nanoparticles

RESUMEN

Las fibras naturales son un recurso renovable de bajo costo, tienen una baja densidad, no son tóxicas ni tienen efectos abrasivos como las fibras de vidrio, y son totalmente biodegradables. Además, el uso de nanopartículas como refuerzo, permite aumentar las propiedades mecánicas y térmicas de estos materiales. En este trabajo se evalúan las propiedades mecánicas de los biolaminados compuestos de fibra natural de Ixtle embebida en una resina epoxi con un 45% de componente natural y reforzada con nanopartículas de óxido de zinc en diferentes porcentajes en peso. Las propiedades mecánicas mostraron un aumento en la rigidez y resistencia con la presencia de nanopartículas. El comportamiento de fractura en modo I registró una ligera disminución en la tenacidad, a medida que

aumentaba el contenido de nanopartículas, promovido por la inhibición de la adherencia interlaminar.

Palabras clave: Biolaminados; Bioepoxi; Ixtle; Tenacidad a la fractura; nanopartículas

RESUM

Les fibres naturals són un recurs renovable de baix cost, tenen una baixa densitat, no són tòxiques ni tenen efectes abrasius com les fibres de vidre, i són totalment biodegradables. A més, l'ús de nanopartícules com a reforç, permet augmentar les propietats mecàniques i tèrmiques d'aquests materials. En aquest treball s'avaluen les propietats mecàniques dels biolaminats compostos de fibra natural de Ixtle embeduda en una resina epoxi amb un 45% de component natural i reforçada amb nanopartícules d'òxid de zinc en diferents percentatges en pes. Les propietats mecàniques van mostrar un augment en la rigidesa i resistència amb la presència de nanopartícules. El comportament de fractura en mode I va registrar una lleugera disminució en la tenacitat, a mesura que augmentava el contingut de nanopartícules, promogut per la inhibició de l'adherència interlaminar.

Paraules clau: Biolaminados; Bioepoxi; ixtle; Tenacitat a la fractura; nanopartícules

*Corresponding author: edgar.franco@cidesi.edu.mx

1. INTRODUCCIÓN

Los laminados son materiales compuestos de una matriz termoestable reforzada con fibras largas o tejidos de diferentes configuraciones. Por décadas, los laminados reforzados con fibra de vidrio se han empleado debido a su estabilidad dimensional, baja densidad, alta estabilidad química, elevada resistencia a la corrosión y una larga vida útil. A pesar de las ventajas estructurales de los compuestos reforzados con fibra de vidrio, existen desventajas relevantes como el reciclaje. Algunos autores como Aono et al.¹ y Meira-Castro et al.² han propuesto diferentes enfoques para combinar materiales reciclados de compuestos con fibra de vidrio, a fin de obtener propiedades comparables a los compuestos empleando materiales vírgenes.

Una alternativa para resolver este serio problema de reciclaje es el desarrollo de biolaminados. Los biolaminados se definen como materiales compuestos de fibras naturales y resinas epoxi biobasadas. A día de hoy, el campo de los biolaminados está en continua fase experimental, debido a la creciente necesidad de desarrollar materiales amigables con el medio ambiente, manteniendo algunas características deseables como el bajo peso y alta resistencia, pero ganando en biodegradabilidad. Los biolaminados pueden reducir la polución debido a su facilidad de manufactura, la cual reduce la huella de carbono.

Las fibras naturales son un recurso renovable de bajo costo, tienen una densidad baja, no son tóxicas, tampoco tienen efectos abrasivos como la fibra de vidrio y son totalmente biodegradables. Es posible citar algunos trabajos en el desarrollo de plásticos reforzados con fibras naturales como: i) Cerqueira et al.,³ quienes trabajaron con polipropileno (PP) reforzado con bagazo de caña de azúcar, ii) Goulart et al.,⁴ quienes estudiaron las propiedades mecánicas del PP reforzado con fibras de palma, y más recientemente: iii) Parbin et al.,⁵ quienes realizaron una extensa revisión de propiedades mecánicas de compuestos epoxi reforzados con fibra natural y iv) Gheith et al.,^{6,7} quienes estudiaron las propiedades de flexión y térmicas de compuestos epoxi reforzados con fibras de palma datilera.

Entre las fibras naturales, las fibras extraídas de las plantas son los recursos naturales más abundantes para usarse como refuerzo. Durante siglos, las culturas han basado su desarrollo tecnológico en el uso de aplicaciones con fibras naturales. Como ejemplo, la industria naviera tuvo un gran soporte al usar cuerdas y sellos hechos de fibras naturales. El uso de fibras naturales ha sido principalmente endémico, donde los habitantes de ciertas regiones tomaron ventaja de las plantas disponibles en la región. El algodón tuvo su origen en América del Norte y Asia, antes de su expansión mundial. El yute (*Corchorus olitorius*) es comúnmente usado en Bangladesh e India, y más recientemente, el kenaf (*Hibiscus cannabinus*) en el sur de Asia. En México se encuentra una amplia variedad de fibras naturales que se han empleado desde la época prehispánica. La diversidad de fibras naturales que existen en el país se debe a las distintas regiones que favorecen su crecimiento. En la región norte se cultiva el ocoxal (*Pinus montezumae*)

proveniente de la hoja de pino, la palma (*Yucca gigantea*), el sacahuiste (*Nolina microcarpa*), y la lechuguilla (*Agave lechuguilla*). En la región centro el izote (*Yucca periculosa*) y el ixtle (*Agave salmiana*). Finalmente, en la región de la península se cultiva el henequén (*Agave sisalana*). La planta de agave (*Asparagaceae/Agavaceae*) ha sido ampliamente utilizada en la industria textil por su rigidez y simplicidad para tejer. El henequén, es la fibra mayormente reportada. Sin embargo, existen otras alternativas poco exploradas como la fibra de ixtle (*Agave vivipara*) es de gran atractivo e interés para su uso en compuestos de fibra larga. Esta fibra natural no ha sido estudiada tan extensamente como otras especies de la misma familia del agave, por lo que no hay mucha información respecto a su uso en compuestos laminados, y ese el tema que este artículo pretende abarcar.

Las resinas epoxi biobasadas son resinas termoestables que contienen aceites vegetales, básicamente un contenido comprendido entre el 30 y hasta el 55%. En la última década, diversos investigadores han desarrollado resinas biobasadas utilizando diferentes recursos naturales. Kuo et al.,⁸ desarrollaron resinas bioepoxi sintetizadas a partir de la corteza del pino, evaluando diferentes cantidades de catalizador y temperaturas para determinar los parámetros óptimos. Cicala et al.,⁹ formularon monómeros a base de bioepoxi con un inhibidor de curado y una amina escindible para obtener un sistema epoxi reciclable apto para el proceso de infusión de resina.

El presente trabajo evalúa las propiedades mecánicas y el comportamiento a fractura de biolaminados de resina bioepoxi reforzada con tejidos de fibras de ixtle. Adicionalmente, se han sintetizado nanopartículas de óxido de zinc (ZnO) para su uso como refuerzo de estos biolaminados.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

Las fibras de Ixtle de 201 gramos por metro cuadrado (GSM por sus siglas en inglés) se adquirieron a cordelería Santa Inés en Yucatán, México. Las fibras fueron tejidas en configuración tafetán (**Figura 1a**) por artesanos mexicanos del estado de Querétaro en México. Las fibras Ixtle tienen una densidad de 1,02 g/cm³ (ASTM D3822), un módulo elástico de 27 GPa y una resistencia a la tracción de 18 MPa (ASTM C1557). De acuerdo con el proveedor, las fibras de Ixtle se extraen mediante un proceso de maceración, lo que produce una superficie lisa y cerosa (**Figura 1a**).

Se utilizó una resina epoxy comercial biobasada con aceite vegetal epoxidado (EVO) y su correspondiente endurecedor SD EVO FAST, ambos adquiridos a Sicommin Epoxy Systems®, con una proporción de mezcla en volumen de 2/1. La resina EVO contiene un 45% de base biológica, con un módulo de tracción y resistencia a la rotura de 3,4 GPa y 66 MPa respectivamente, según la hoja técnica del proveedor.

Las nanopartículas de ZnO fueron sintetizadas por el método de coprecipitación, usando Zinc Acetato

Dihidrato ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) al 99,4%, de la marca J.T. Baker®, agua destilada y etanol al 70%. En este trabajo las nanopartículas de ZnO se utilizaron como refuerzo de los biolaminados a las concentraciones de 1, 2 y 3% en peso nominal, identificados como ZnO1, ZnO2 y ZnO3 respectivamente.

2.2. Síntesis, caracterización e incorporación de nanopartículas de ZnO

Una solución de 0,2 M de $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ en 250 ml de etanol fue preparada y agitada vigorosamente a 70 °C por 30 min en un sistema de reflujo. Adicionalmente, una solución de 0,5 M de NaOH fue preparada en 250 ml de etanol (70% de pureza) y se agregó gota a gota a la solución de acetato de zinc en agitación continua. Posteriormente, la mezcla fue calentada a 75 °C por 2h. El precipitado obtenido fue sonificado por 10 min y puesto a secar a 110 °C por 24 horas.

La técnica de difracción de rayos X (XRD) se empleó para identificar la estructura cristalina resultante del ZnO. Para ello, se utilizó un difractómetro Rigaku D/max-2100, (radiación Cu K α , $\lambda=0,1540$ nm). El análisis se llevó a cabo con un ángulo de barrido (2θ) desde 5 hasta 80° por escaneo continuo, a una velocidad de 0,01° cada dos segundos. Las diferentes fases mineralógicas se identificaron por comparación con espectros de la base de datos del software MDI. La morfología del ZnO se analizó en un microscopio electrónico de barrido JOEL JSM-7200F.

Las nanopartículas de ZnO se dispersaron en 3-Anisometil-3,5,5-trimetilcicloheilamina usando un ultrasonicador modelo Q700 de QSonica® a temperatura ambiente, con 50% de amplitud durante 5 min. Posteriormente, la solución dispersada fue añadida a la resina EVO y mezclada manualmente.

2.3. Manufactura de compuestos biolaminados

Los biolaminados de dos capas, con una disposición $[0/90]_2$ y dimensiones nominales de 30 x 30 x 0,25 cm, fueron manufacturados utilizando la técnica de infusión de resina asistida al vacío (VARI, **Figura 1b**), a una presión de vacío de -20 mmHg. La reacción de polimerización resultó de 24 horas a 25 °C.

Para la preparación de los biolaminados, se construyó la bolsa de vacío que consiste en una malla de distribución sobre los tejidos de fibras naturales, siendo

cubierta por una bolsa de vacío y sellada con cinta de butilo (**Figura 1b**). Después de evacuar el aire, la resina reforzada con ZnO impregnó las fibras de ixtle utilizando el sistema de vacío a temperatura ambiente. Los dispositivos de entrada y salida fueron colocados en los bordes de los biolaminados, tal como se muestra en la **Figura 1b**. De esta manera, se prepararon biolaminados Ixtle/EVO reforzados con nanopartículas de ZnO (Ixtle/EVO-ZnO1, Ixtle/EVO-ZnO2, Ixtle/EVO-ZnO3), los cuales también serán referidos como biolaminados compuestos.

Los ensayos de tracción se realizaron siguiendo las especificaciones de la norma ASTM D3039-3039M. Los parámetros mecánicos se determinaron usando probetas con dimensiones nominales 250 x 25 x 2,5 mm, con una longitud calibrada de 150 mm (Figura 1c). Las pruebas mecánicas fueron realizadas en una máquina universal de ensayos Instron® 647 con una capacidad de carga de 100 kN. El ensayo se desarrolló a temperatura ambiente ($23^\circ C \pm 1^\circ C$) y a una velocidad de desplazamiento de 1,27 mm/min. Se realizaron 8 repeticiones para el análisis estadístico de los resultados. El cálculo del módulo de Young se realizó considerando la región lineal de la curva esfuerzo vs deformación, utilizando un videoextensómetro BESMAK Manta-AVX® con lente de 25 mm.

Las pruebas de doble viga en voladizo (DCB) se prepararon siguiendo las indicaciones de la norma ASTM D5528 para estimar la tenacidad a la fractura de los biolaminados bajo la configuración de Modo I. Las probetas DCB tuvieron dimensiones nominales de 100 x 20 x 2,5 mm. Una película de nylon con un espesor

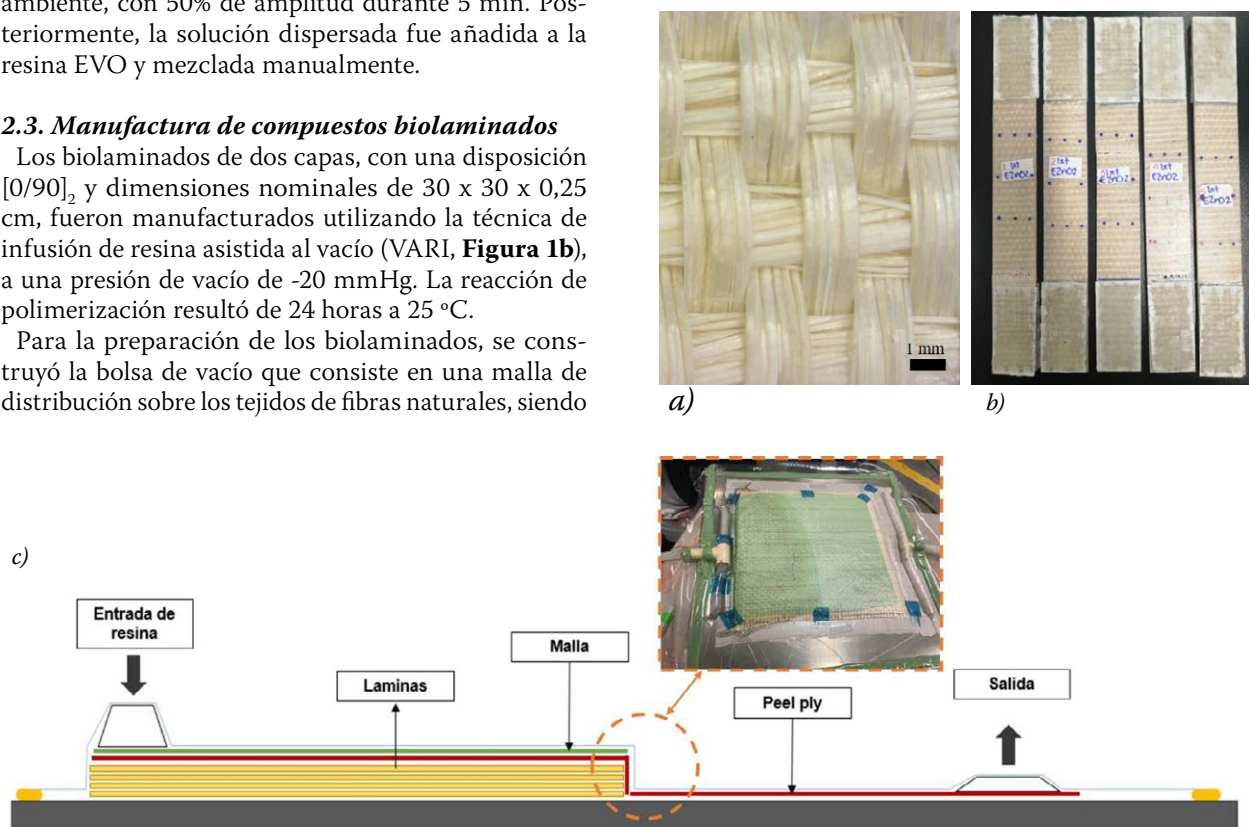


Figura 1. Proceso de infusión: a) tela de fibra natural Ixtle, b) esquema representativo del proceso VARI, c) probetas de tracción de los biolaminados.

de 0,02 mm fue colocado a la mitad del espesor del biolaminado, representando una fisura, o entalla, con una longitud inicial de 25 mm. Las pruebas DCB se realizaron en la máquina universal de ensayos citada previamente. Las pruebas fueron desarrolladas a temperatura ambiente, bajo un control de desplazamiento de 2mm/min hasta la fractura de uno de los extremos o bien, hasta que el patrón de fractura se desvíe del plano medio del laminado. Las probetas fueron sujetas a las mordazas mediante bisagras tipo piano para realizar el ensayo bajo la configuración de tensión (**Figura 2a**). El canto de las probetas (espesor) se pintó de color blanco, y se pintaron las marcas de extensión de propagación de entalla para realizar el seguimiento de propagación de la entalla hasta el fallo del material, según se puede apreciar en la **Figura 2b**.

Se utilizó la teoría de la viga modificada (modified beam theory, BMT) para calcular la velocidad de liberación de energía crítica (G_{IC}). En este sentido, la tenacidad a la fractura en modo I, considera un frente uniforme de delaminación y es descrito en la ecuación 1 como sigue:

$$G_{IC} = \frac{P\delta}{2ba} \quad (1)$$

Donde P es la carga, δ es el punto de desplazamiento de carga, b es el ancho de la probeta y a es la longitud de delaminación

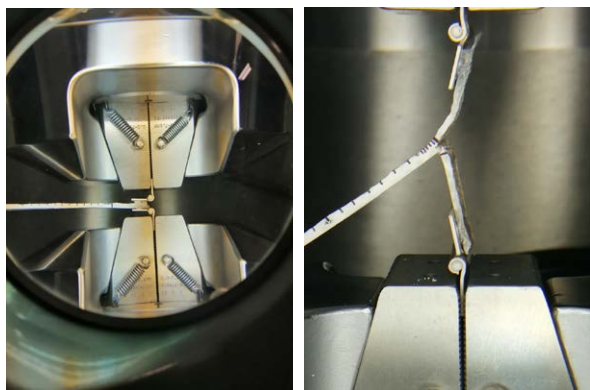


Figura 2. Ensayo de fractura: a) fotografía de la configuración de la prueba DCB para tenacidad a la fractura interlaminar, b) fotografía posterior al ensayo DCB de fallo de la probeta por colapso.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La técnica de difracción de rayos X permite conocer las propiedades cristalinas o los cambios interlaminares de las nanopartículas. Además, la difracción de rayos X en polvos cristalinos ofrece un método conveniente para determinar el tamaño medio de nanopartículas monocristalinas. El tamaño de partícula (D) se puede estimar a partir de la anchura a media altura, abreviada como FWHM (del inglés Full Width at Half Maximum), de los picos de difracción, utilizando la ecuación de Debye-Scherrer, tal como se expresa en la siguiente ecuación:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} = \frac{0,89}{\beta \cos\theta} \quad (2)$$

donde β es el ancho total a la mitad del máximo de las señales de difracción expresado en radianes, θ es la mitad del ángulo de difracción del pico, λ es la longitud de onda (1,5418 Å), y K es una constante relacionada con la forma del cristal. Algunos autores señalan que el valor de la constante K depende de la geometría de la partícula, siendo de 0,89 para el cristal esférico con celda unitaria cúbica o de 0,943 cuando las partículas son de geometría cúbica¹⁰.

La **Figura 3a** presenta el patrón de difracción correspondiente a las nanopartículas sintetizadas de ZnO. Se puede apreciar un patrón bien definido, lo que permite detectar picos ubicados en valores 2θ de 31,8 °, 34,4 °, 36,2 °, 47,5 °, 56,6 °, 62,9 °, 66,4 °, 67,9 °, 69,1 °, 72,6 °, 76,9 °. similar a la Wurtzita, de estructura hexagonal con constantes de red: $a = b = 2.53 \text{ \AA}$, y $c = 52.10 \text{ \AA}$ ¹¹. El patrón fue analizado mediante la intensidad de los picos, su posición y su estimación de anchura (FWHM), los cuales se presentan en la **Tabla 1**. A partir de la ecuación 2, se encontró que el tamaño del cristalito es de 39,5 nm.

La **Figura 3b** muestra la morfología de las nanopartículas de ZnO revelada a partir de observaciones por microscopía electrónica de barrido. Es posible apreciar ciertas zonas de aglomeración de nanopartículas, lo cual era de esperar, ya que la dispersión de nanopartículas de ZnO se realizó por ultrasonificador previo a la infusión de resina. Es relevante resaltar que el tamaño promedio medido fue de 40-50 nm, y que se revela una morfología hexagonal, lo que confirma lo obtenido por difracción de rayos X.

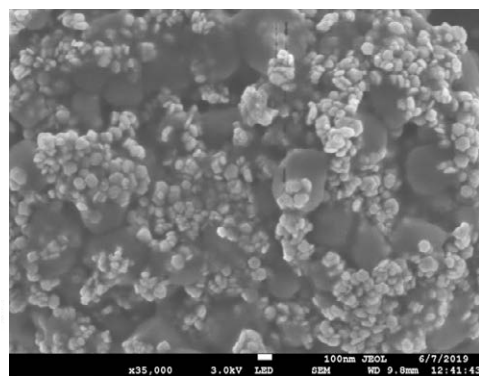
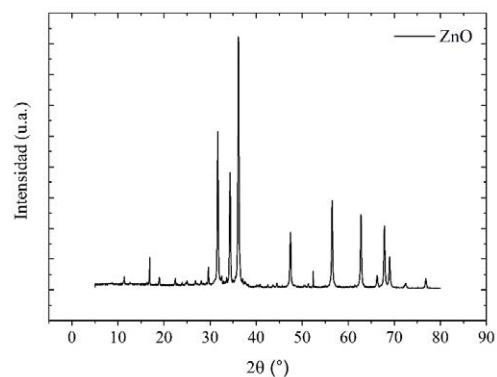


Figura 3. Caracterización de nanopartículas de ZnO: a) patrón de rayos X, b) micrografía SEM que revela la aglomeración de y forma de las nanopartículas de ZnO.

Tabla 1. Resumen de resultados del análisis de los picos de difracción para nanopartículas de ZnO.

Nanopartícula	Posición de los picos [2 θ]	Índices de Miller	FWHM	Tamaño del cristal [nm]	Tamaño promedio del cristal [nm]
ZnO	16.87	(002)	0.08	95.03	39.58 \pm 1.5
	31.66	(100)	0.26	31.53	
	34.32	(101)	0.26	31.55	
	36.15	(102)	0.27	30.65	
	47.43	(110)	0.26	32.21	
	56.49	(103)	0.26	33.56	
	62.75	(200)	0.28	32.40	
	67.83	(112)	0.28	33.33	
68.97	(201)	0.26	35.99		

La Figura 4 muestra las curvas representativas de esfuerzo vs deformación para los biolaminados reforzados con diferente porcentaje en peso de ZnO. Se identificaron dos regiones bien definidas. La primera región comprende un comportamiento elástico lineal, desde el inicio de la prueba hasta alcanzar las 2500 micro deformaciones. La segunda región muestra un comportamiento no lineal, debido al mecanismo típico de pegado-deslizamiento (stick-slip) que puede aparecer durante el proceso de ensayo mecánico a tensión y en fractura en los laminados compuestos. En el efecto stick-slip, las fibras tienden primero a tensarse y alinearse en la dirección de la carga aplicada. Si hay una desalineación entre la dirección de la carga y la orientación de la fibra, las fibras tienden a deslizarse unas sobre otras, para seguir la dirección de la carga aplicada. El deslizamiento de las fibras conlleva una acumulación de resina y fibra que contribuye al fenómeno de pegado y produce una inestabilidad, cambiando de comportamiento elástico a elasto-plástico, durante el ensayo de tensión. Este mecanismo modifica la arquitectura del tejido y favorece su rotura^{12,13}.

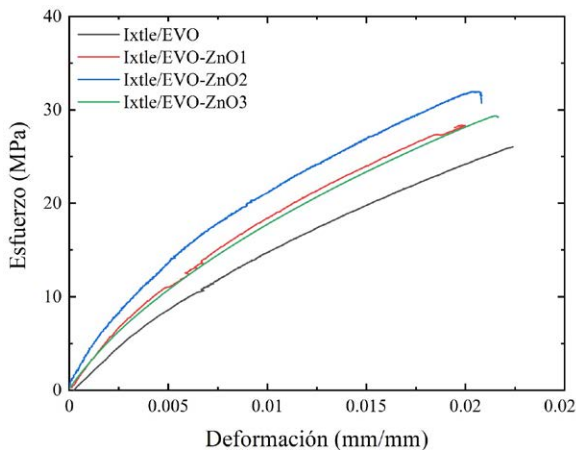
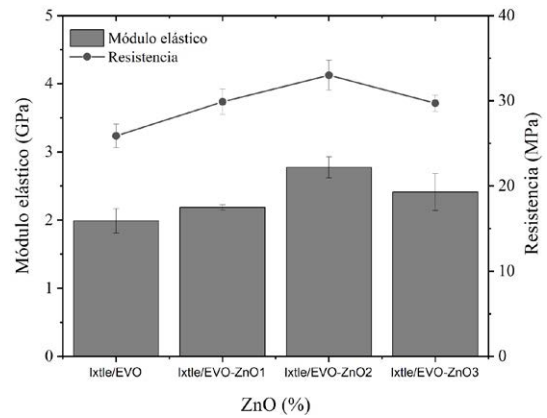
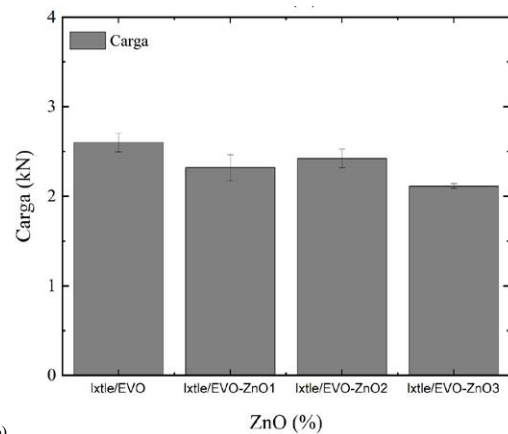


Figura 4. Curvas esfuerzo vs deformación de los biolaminados Ixtle/EVO y biolaminados reforzados con ZnO.

Si se comparan los biolaminados compuestos con el biolaminado de referencia (Ixtle/EVO), Los biolaminados reforzados con ZnO muestran un incremento en el valor de la carga máxima, el módulo elástico y la resistencia, según se puede apreciar en la Figura 5.



a)



b)

Figura 5. Propiedades mecánicas de los biolaminados Ixtle/EVO y biolaminados reforzados con ZnO: a) módulo elástico y resistencia, b) carga máxima.

Para el caso de los biolaminados reforzados con partículas de ZnO, se aprecia que las propiedades mecánicas alcanzan su máximo cuando se refuerzan con un 2 % de ZnO. Mayor contenido de refuerzo conlleva a una reducción en las propiedades mecánicas. Lo anterior permite suponer que las nanopartículas estarían induciendo diferentes mecanismos de refuerzo que podrían atribuirse a la interacción entre la naturaleza de la fibra y las nanopartículas. Es sabido que las propiedades mecánicas de un laminado compuesto dependen de la adhesión efectiva entre las fibras y la matriz polimérica¹²⁻¹⁴. En este trabajo, las nanopartículas de ZnO actúan con refuerzo eficaz promovido por la correcta dispersión de las partículas, hasta un cierto porcentaje de concentración, ya que al aumentar el contenido de refuerzo, las nanopartículas de ZnO se aglomeran y favorecen el fallo repentino del biolaminado. Lo anterior coincide con otros autores¹⁴⁻¹⁶ donde se encontraron mejoras mecánicas con 2 % de concentración de ZnO.

Es importante resaltar que en este trabajo, las nanopartículas de ZnO se añadieron directamente a la resina EVO. Se ha reportado en la literatura que una resina termoestable mejora su rendimiento mecánico en función de su estructura entrecruzada. En este sentido, es probable que las partículas de ZnO aumentan la rigidez de la resina EVO al favorecer la reacción de entrecruzamiento, similar a lo reportado por Gu et al.¹⁷ y Mittal et al.¹⁸.

El método de fractura interlaminar en modo I permite conocer el efecto de las nanopartículas de ZnO sobre la tenacidad de los biolaminados Ixtle/EVO nanoreforzados. La **Figura 6** presenta las curvas fuerza vs desplazamiento de los biolaminados reforzados, observándose que en todos los casos, la pendiente es lineal hasta alcanzar la fuerza máxima. El punto máximo de carga es 18, 11 y 13 N para 1, 2 y 3 % en peso de ZnO respectivamente. La carga máxima promedio de los biolaminados compuestos es cinco veces menor que la obtenida en laminados reforzados con fibra de carbono, según lo reportado por otros autores¹⁹⁻²². Una vez que la primera delaminación ocurre, el promedio de los pasos posteriores de carga y descarga son difusos, obteniéndose una considerable cantidad de ruido a mayores concentraciones de refuerzo. En cualquier caso, los pasos de carga y descarga subsiguientes resultaron ser en promedio de 3 y 10 N, antes de la falla por colapso de la viga.

Por otra parte, en el caso de biolaminados reforzados, el G_{IC} depende inversamente de la fracción de peso de ZnO. Los resultados obtenidos muestran que el valor de G_{IC} resultó ser de $0,77 \pm 0,23$ Nmm/mm², $0,56 \pm 0,09$ Nmm/mm² y $0,80 \pm 0,23$ Nmm/mm² para 1 %, 2 % y 3 % en peso de ZnO respectivamente, tal como se aprecia en la **Figura 6**.

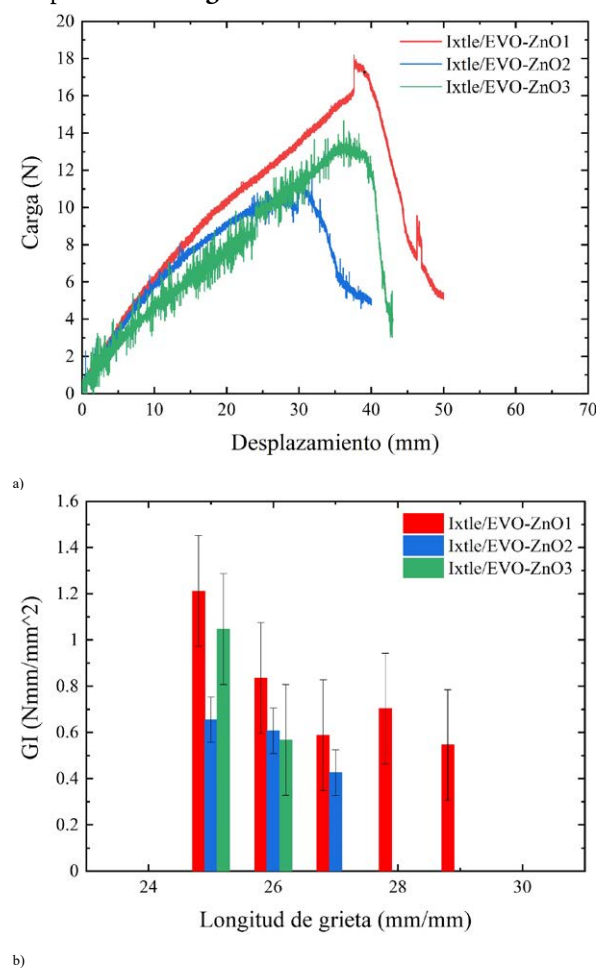


Figura 6. Propiedades a fractura: a) curvas representativas carga vs desplazamiento bajo la configuración DCB, b) tenacidad a la fractura interlaminar en modo I G_{IC} de los biolaminados Ixtle/EVO reforzados.

Es sabido que los laminados compuestos de fibras tejidas tienen una dispersión en los valores de tenacidad a la fractura significativamente mayor que los laminados compuestos de fibras unidireccionales. Este comportamiento está asociado con la interacción de la fisura con zonas de exceso contenido de resina (comúnmente conocido como resin pockets en inglés) dentro de las zonas interlaminares, en el espacio entre el mismo tejido (promovido por la urdimbre y la trama), dobleces o imperfecciones de la tela de fibra o bien, en la decohesión matriz-fibra a medida que aumenta la delaminación¹⁹⁻²². A pesar de lo anterior, los valores obtenidos de GI están dentro del mismo orden de magnitud, independientemente de la cantidad de nanopartículas de ZnO.

CONCLUSIONES

Los compuestos biolaminados de fibra natural de Ixtle y embebidos en una resina epoxi con 45% de componentes naturales y con nanopartículas de ZnO a diferentes porcentajes de peso fueron evaluados.

Las nanopartículas de ZnO fueron obtenidas por el método de coprecipitación usando acetato de zinc, resultando una morfología hexagonal y un tamaño de partícula entre 50 y 100 nm.

Comparado con la referencia de Ixtle/EVO, los compuestos reforzados Ixtle/EVO-ZnO mostraron un incremento de al menos 10% en la carga máxima, el módulo elástico y la resistencia a la tracción. No se encontró una evidencia clara que clarifique la dependencia entre propiedades mecánicas y la proporción de peso de ZnO, siendo relacionadas con la concentración en peso de la nanopartículas pero también con la interacción de los nanoreforzos con la resina bioepoxi, favoreciendo los enlaces entrecruzados de acuerdo con la bibliografía.

En el caso del comportamiento a fractura, el ensayo DCB mostró que la carga máxima decrece cuando el porcentaje en peso de las nanopartículas de ZnO aumenta. Después que la primera delaminación, las subsiguientes cargas-descargas resultaron ser difusas hasta el colapso de la probeta.

CONFLICTO DE INTERÉS

Los autores declaran que no tienen intereses financieros competitivos conocidos o relaciones personales que podrían haber influido en el trabajo reportado en este manuscrito.

AGRADECIMIENTOS

Esta investigación fue financiada por la Secretaría de Educación Pública y CONACYT a través del Fondo de Ciencia Básica (SEP-CONACYT Ciencia Básica), número de proyecto 257458.

EA Franco-Urquiza y Mauricio Torres expresan su especial agradecimiento al "Programa de Investigadores de CONACYT (Cátedras CONACYT)".

REFERENCIAS

1. Aono, Y., Murae, S. & Kubo, T. Static Mechanical Properties of GFRP Laminates with Waste GFRP Interleaf. *Procedia Eng.* **10**, 2080–2085 (2011).
2. Meira Castro Ana C. A4 - Carvalho, Joao P. A4 - Ribeiro, Maria C.S. A4 - Meixedo, João P. A4 - Silva, Francisco J.G. A4 - Fiúza, António A4 - Dinis, Maria L., A. C. A.-M. C. An integrated recycling approach for GFRP pultrusion wastes: recycling and reuse assessment into new composite materials using Fuzzy Boolean Nets. *J. Clean. Prod.* **v. 66**, 420-430–2014 v.66 (2014).
3. Cerqueira, E. F., Baptista, C. A. R. P. & Mulinari, D. R. Mechanical behaviour of polypropylene reinforced sugarcane bagasse fibers composites. *Procedia Eng.* **10**, 2046–2051 (2011).
4. Goulart, S. A. S., Oliveira, T. A., Teixeira, A., Miléo, P. C. & Mulinari, D. R. Mechanical Behaviour of Polypropylene Reinforced Palm Fibers Composites. *Procedia Eng.* **10**, 2034–2039 (2011).
5. Parbin, S., Waghmare, N. K., Singh, S. K. & Khan, S. Mechanical properties of natural fiber reinforced epoxy composites: A review. *Procedia Comput. Sci.* **152**, 375–379 (2019).
6. Gheith, M. H. *et al.* Flexural, thermal and dynamic mechanical properties of date palm fibres reinforced epoxy composites. *J. Mater. Res. Technol.* **8**, 853–860 (2019).
7. Thyavihalli Girijappa, Y. G., Mavinkere Rangappa, S., Parameswaranpillai, J. & Siengchin, S. Natural Fibers as Sustainable and Renewable Resource for Development of Eco-Friendly Composites: A Comprehensive Review. *Front. Mater.* **6**, 226 (2019).
8. Kuo, P.-Y., Sain, M. & Yan, N. Synthesis and Characterization of an Extractive-based Bio-Epoxy Resin from Beetle Infested *Pinus contorta* Bark. *Green Chem.* **16**, (2014).
9. Cicala, G., Pergolizzi, E., Piscopo, F., Carbone, D. & Recca, G. Hybrid composites manufactured by resin infusion with a fully recyclable bioepoxy resin. *Compos. Part B Eng.* **132**, 69–76 (2018).
10. Ong, H. R., Rahman Khan, M. M., Ramli, R. & Yunus, R. M. Effect of CuO Nanoparticle on Mechanical and Thermal Properties of Palm Oil Based Alkyd/Epoxy Resin Blend. *Procedia Chem.* **16**, 623–631 (2015).
11. Boukhoubza, I. *et al.* X-ray diffraction investigations of nanostructured ZnO coated with reduced graphene oxide. in *Journal of Physics: Conference Series* vol. 1292 012011 (2019).
12. Zhou, Y., Ali, M., Gong, X. & Yang, D. An overview of yarn pull-out behavior of woven fabrics. *Text. Res. J.* **89**, 223–234 (2017).
13. Bilisik, K. Stick–slip behavior of para-aramid (Twaron®) fabric in yarn pull-out. *Text. Res. J.* **83**, 13–33 (2012).
14. Madhukar, M. S. & Drzal, L. T. Fiber-Matrix Adhesion and Its Effect on Composite Mechanical Properties: II. Longitudinal (0°) and Transverse (90°) Tensile and Flexure Behavior of Graphite/Epoxy Composites. *J. Compos. Mater.* **25**, 958–991 (1991).
15. El-Naggar, M. E., Hassabo, A. G., Mohamed, A. L. & Shaheen, T. I. Surface modification of SiO₂ coated ZnO nanoparticles for multifunctional cotton fabrics. *J. Colloid Interface Sci.* **498**, 413–422 (2017).
16. AC, M. & B, R. Effect of Zinc Oxide Nanoparticles on Mechanical Properties of Diglycidyl Ether of Bisphenol-A. *J. Mater. Sci. Eng.* **05**, 1–5 (2016).
17. Gu, J. *et al.* Functionalized graphite nanoplatelets/epoxy resin nanocomposites with high thermal conductivity. *Int. J. Heat Mass Transf.* **92**, 15–22 (2016).
18. Mittal, G., Rhee, K. Y., Mišković-Stanković, V. & Hui, D. Reinforcements in multi-scale polymer composites: Processing, properties, and applications. *Compos. Part B Eng.* **138**, 122–139 (2018).
19. Fotouhi, M., Saeedifar, M., Sadeghi, S., Ahmadi Najafabadi, M. & Minak, G. Investigation of the damage mechanisms for mode I delamination growth in foam core sandwich composites using acoustic emission. *Struct. Heal. Monit.* **14**, 265–280 (2015).
20. Czabaj, M. W. & Ratcliffe, J. G. Comparison of intralaminar and interlaminar mode I fracture toughnesses of a unidirectional IM7/8552 carbon/epoxy composite. *Compos. Sci. Technol.* **89**, 15–23 (2013).
21. Krause, T., Tushtev, K., Koch, D. & Grathwohl, G. Interlaminar Mode I crack growth energy release rate of carbon/carbon composites. *Eng. Fract. Mech.* **100**, 38–51 (2013).
22. Zabala, H., Aretxabaleta, L., Castillo, G. & Aurrekoetxea, J. Dynamic 4 ENF test for a strain rate dependent mode II interlaminar fracture toughness characterization of unidirectional carbon fibre epoxy composites. *Polym. Test.* **55**, 212–218 (2016).