

Caracterización experimental de paneles compuestos elaborados con fibras de Arundo Dónax y resina vegetal

Experimental characterization of composite panels made with Arundo Dónax fibers and vegetable resin

David Baquero Basto, Jonathan Monsalve Alarcón, Martha Sánchez Cruz
 Programa de Ingeniería Civil, Universidad Militar Nueva Granada, Bogotá, Colombia
 Correo-e: martha.sanchez@unimilitar.edu.co

Resumen— Paneles compuestos fueron elaborados con fibras de Arundo Dónax aleatoriamente distribuidas en una resina vegetal. Las fibras fueron extraídas por vía mecánica. Para la elaboración de los paneles fue utilizado un método de moldeado manual y compactación por prensado. La determinación de las propiedades físicas se enfocó en la evaluación de la capacidad de absorción, la densidad y el porcentaje de hinchamiento. Para evaluar el desempeño mecánico se realizaron ensayos de resistencia a tensión, compresión y flexión. La influencia del porcentaje de fibras en el comportamiento del material fue analizada. Los resultados fueron comparados con resultados disponibles en la literatura para paneles comerciales

Palabras clave— Arundo Dónax, paneles, compuestos, propiedades

Abstract— Composite panels were elaborated with Arundo Dónax fibers randomly distributed in a vegetal resin. The fibers were extracted by mechanical means. For the elaboration of the panels a method of manual molding and compaction by pressing was used. The determination of the physical properties was focused on the evaluation of the absorption capacity, the density and the percentage of swelling. To evaluate the mechanical performance tensile, compression and static bending tests were performed. The influence of the percentage of fibers in the behavior of the material was analyzed. The results were compared with results available in the literature for commercial panels

Key Word—Arundo Dónax, panels, composites, properties

I. INTRODUCCIÓN

De acuerdo a Barreca (2012) el Arundo Dónax es una planta perenne, perteneciente a la familia Poaceae, herbácea de culmo hueco y robusto, la cual se encuentra con facilidad en humedales y en las riberas de los ríos [1]. La amplia disponibilidad de la planta, su rápido crecimiento, la levedad de sus culmos y su resistencia mecánica han posibilitado la diversificación de sus usos; reportándose aplicaciones que van desde la elaboración de fármacos, hasta su uso como material

de construcción [2]. A pesar de sus múltiples aplicaciones, la caña de Arundo Dónax ha sido considerada en muchos países como una planta invasora en cultivos y canales de agua; cuya eliminación y control puede generar costos significativos [3].

Con el objetivo de contribuir al control de la maleza y al mismo tiempo promover el uso de fibras de origen vegetal en la elaboración de materiales compuestos se han reportado en los últimos años el resultado de investigaciones que proponen el empleo de fibras extraídas del culmo de cañas de Arundo Dónax en la elaboración de compuestos poliméricos. Estos trabajos analizan las propiedades físicas mecánicas de las fibras y evalúan el desempeño del compuesto cuando las mismas se encuentran inmersas en una resina tradicionalmente empleada en la elaboración de compuestos convencionales [4-8].

Ghalehno M.D. et. al (2011) presentó resultados que comprueban que es posible el empleo de fibras obtenidas de culmos de la caña de la especie Arundo Dónax como sustituto de partículas de madera en la confección de tableros de partículas. La proporción de la mezcla de partículas de caña y de madera utilizadas en el estudio, fue de 20:80, 30:70 y 40:60, respectivamente. Las fibras de Arundo Dónax fueron colocadas en las capas superficiales y media de los tableros. En el trabajo se emplea un método de compresión con dos niveles de temperatura diferentes: 165 °C y 185 °C. Se seleccionaron tres proporciones de resina de urea-formaldehído para las capas superficiales: 8, 10 y 12%. La evaluación de las propiedades físicas y mecánicas de los paneles incluyó la determinación del módulo de elasticidad, el módulo de rotura, el porcentaje de hinchamiento y la capacidad de absorción [4].

Fiore V. et. al (2014) analizó la viabilidad de utilizar pequeñas partículas obtenidas por molienda de los culmos de Arundo Dónax como material de relleno de resinas epóxica, evaluando el efecto del contenido y el tamaño de las partículas en las

propiedades mecánicas (estáticas y dinámicas), mostrando que estos materiales compuestos presentan mayores módulos de tracción, módulos de flexión comparables y propiedades de resistencia menores en comparación con la resina pura. Para comprender mejor la influencia del relleno de Arundo Dónax sobre la morfología de los materiales compuestos, se realizó el análisis de las superficies fracturadas utilizando un microscopio electrónico de barrido y la evaluación del contenido de vacíos. Los resultados de este estudio demostraron que un nuevo relleno natural puede considerarse como posible refuerzo de compuestos epoxi útiles en aplicaciones estructurales [5].

Fiore et. al (2014) realizó un estudio acerca de las propiedades de las fibras de Arundo Dónax para ser utilizadas como refuerzo de compuestos poliméricos. Las fibras fueron extraídas de la parte externa de los tallos. El estudio se enfoca en el análisis microestructura, composición química y propiedades mecánicas de las fibras. Se investigó la morfología de las fibras de A. Dónax L. mediante microscopía electrónica, el comportamiento térmico mediante análisis termo gravimétrico y la densidad real a través de un picnómetro de helio. La composición química de las fibras naturales en términos de celulosa, hemicelulosa, lignina y contenido de cenizas se determinó usando métodos de ensayo estándar. La caracterización mecánica se realizó a través de pruebas de tracción de las fibras y se realizó un análisis de confiabilidad de los datos experimentales. Además, se aplicó un modelo matemático para investigar la relación entre la dimensión transversal de las fibras y las propiedades mecánicas [6].

En un estudio realizado por Flores. et. al (2011), se propuso la elaboración de tableros de partículas elaborados con resina de urea formaldehído, comúnmente utilizada en la industria de aglomerados de madera. Para la obtención de las fibras fue aplicado un método de trituración. Siguiendo los procesos industriales estándar de fabricación de tableros de madera, se desarrollaron tableros para comparar su comportamiento con tableros de madera. Se elaboraron tableros con diferentes proporciones de fibras. Las propiedades físicas y mecánicas de los tableros fueron determinadas aplicando las recomendaciones de las normas que estipulan el comportamiento de tableros de partículas de madera [7].

Scalici et. al (2016) realizó una investigación preliminar sobre el efecto del tratamiento con plasma sobre las propiedades de las fibras naturales extraídas de la hoja de la caña gigante Arundo Dónax L. analizando su compatibilidad con una resina de origen biológico. En el estudio se evaluó la influencia del tratamiento físico sobre los grupos funcionales de las fibras y sobre el comportamiento térmico de las mismas mediante espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier y análisis termo gravimétrico. La determinación de las propiedades mecánicas de las fibras se realizó a través de ensayos de tensión. Se utilizaron fibras cortas orientadas aleatoriamente mediante un procedimiento de colocación

manual seguidas de moldeo por compresión, variando tanto el contenido de peso de las fibras como su longitud. La influencia del tratamiento con plasma se evaluó mediante la realización de ensayos mecánicos cuasi-estáticos y dinámicos del material compuesto. Los resultados mostraron cambios en los grupos funcionales superficiales, mientras que ni la estabilidad térmica ni las propiedades de tracción de las fibras fueron afectadas por el tratamiento con plasma. Las caracterizaciones de los compuestos mostraron mejoras notables de las propiedades mecánicas, lo que indica que el tratamiento con plasma mejora la adhesión fibra / matriz. Las micrografías obtenidas mediante el empleo del microscopio electrónico de barrido mostraron que la resina se adhiere mejor alrededor de las fibras tratadas en comparación con las no tratadas [8].

Tomando como referencia la bibliografía consultada se realizó este trabajo en el cual se evalúa de forma experimental las propiedades físicas y mecánicas de paneles elaborados con fibras de Arundo Dónax distribuidas de manera aleatoria en una resina vegetal procedente del aceite de higuera.

II. MATERIALES Y MÉTODOS

A. Características de los materiales constituyentes

Para la elaboración del compuesto fueron utilizadas fibras procedentes de la sobrebasa de culmos de la caña de la especie Arundo Dónax procedente del Valle de Tenza, Boyacá, Colombia. Fueron utilizadas cañas con edad promedio de 18 meses, inmunizadas mediante proceso de inmersión en solución de ácido bórico y bórax de acuerdo a las especificaciones de la norma técnica colombiana NTC 5301 [9].

El material utilizado como adhesivo es un poliuretano vegetal, obtenido a partir del procesamiento del aceite de higuera, formado a partir de la combinación de dos componentes: un pre-polímero y un polioliol, cuyas principales características físicas son presentadas en la Tabla 1.

Propiedades	Pre-polímero	Polioliol
Punto de ebullición	190 °C	313 °C
Punto de fusión	-14 °C	-10 °C
Densidad a 20°C	1,25 g/cm ³	0,98 g/cm ³

Tabla 1. Propiedades de la resina vegetal.

Para garantizar la adherencia entre las fibras y la resina vegetal fue realizada la modificación de la superficie de las fibras. Esta modificación consistió en aumentar la rugosidad de las mismas, mediante la aplicación de un tratamiento químico. El tratamiento químico consistió en la inmersión del material en una solución de hidróxido de sodio con concentración de 10% por un periodo de 48 horas. Este proceso fue seguido de un lavado con agua destilada y secado a temperatura ambiente hasta alcanzar masa constante.

Para el proceso de extracción se utilizó un triturador mecánico compuesto por un sistema de rodillos acoplados a un motor-reductor que permite la separación de haces de fibras largas las cuales fueron cortadas para la obtención de fibras de hasta 1,5 cm de longitud.

B. Dosificación y elaboración de paneles

La dosificación de los materiales constituyentes se efectuó tomando como referencia el volumen de un molde de acero de 300 x 300 x 5,5 mm. Se seleccionaron dos proporciones de mezcla: 70/30 y 60/40. Para determinar el peso ambiente de las fibras se determinó la densidad de las mismas de acuerdo a las recomendaciones de las normas técnicas colombianas. Para establecer la proporción de mezclado del adhesivo se seleccionó a sugerencia de su proveedor, el uso de una relación 1:1,5 (pre-polímero-poliol). El empleo de estas proporciones permite una manejabilidad de aproximadamente 15 minutos antes de iniciar el proceso de fraguado.

La elaboración de los paneles fue realizada utilizando el método de moldeo manual y compactación por prensado a temperatura ambiente. Este método consiste en colocar sobre un molde capas sucesivas de fibras aleatoriamente distribuidas, realizando la impregnación del poliuretano de tal forma que la superficie de las fibras quede totalmente cubierta por el poliuretano. Para el prensado de los paneles, se empleó una prensa hidráulica. En todos los paneles se aplicó una precarga de 0,07 toneladas para eliminar el aire atrapado. La carga de prensado fue de 18 toneladas. El tiempo de prensado fue de 18 horas. El proceso de elaboración de los paneles es mostrado en la Figura 1.



Figura 1. Elaboración de paneles.

C. Determinación de las propiedades físicas y mecánicas

Para la determinación de las propiedades físicas de las fibras se emplearon 10 haces de fibras formados por fibras de 5 cm de longitud. El contenido de humedad, la densidad relativa y la absorción efectiva fueron determinadas de acuerdo a las

recomendaciones de las ASTM D5229-14 [10] y ASTM D3800-16 [11].

La evaluación de las propiedades físicas de los paneles consistió en la determinación de la densidad y el porcentaje de absorción de acuerdo a las especificaciones de la norma ASTM D-2395-14 [12] y ASTM D4442-16 [13]. El porcentaje de hinchamiento fue determinado a partir de la variación de espesor de probetas cuadradas de 50 mm de ancho después de haber sido sumergidas en agua durante un periodo de 2 y 24 horas.

La evaluación de las propiedades mecánicas fue enfocada en la determinación experimental de la resistencia a tensión, compresión y flexión estática en tres puntos. Los ensayos fueron realizados de acuerdo a las recomendaciones de la norma ASTM D1037-12 [14]. Las Figuras 2, 3 y 4 muestran el montaje de los ensayos.



Figura 2. Montaje del ensayo de tensión.



Figura 3. Montaje del ensayo de compresión.

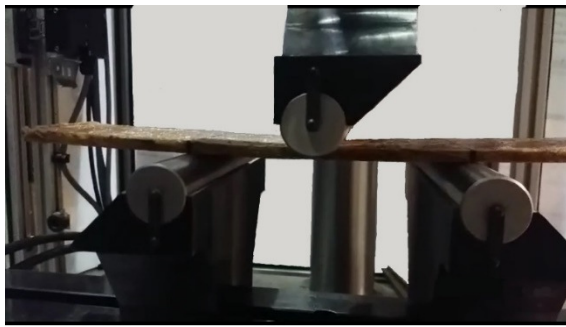


Figura 4. Montaje del ensayo de flexión.

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Con el objetivo de verificar la eficiencia del tratamiento empleado para la modificación de la superficie de las fibras, la absorción efectiva, el contenido de humedad y la densidad relativa de fibras no tratadas y tratadas fue determinada. Los resultados son presentados en la Tabla 2.

Propiedad	Fibras no tratadas	Fibras Tratadas
Contenido de Humedad (%)	8,07 ± 2,59	8,88 ± 2,09
Absorción efectiva (%)	36,45 ± 4,01	36,24 ± 2,54
Densidad (g/cm ³)	0,62 ± 0,20	0,59 ± 0,013

Tabla 2. Propiedades físicas de las fibras.

A partir de los resultados presentados en la Tabla 2 puede notarse que con la modificación de la superficie de las fibras la densidad de las mismas disminuye en aproximadamente en un 4,8%. Igualmente es posible percibir que la absorción efectiva de las fibras no se ve afectada con el tratamiento aplicado. Estas propiedades influyen directamente en el peso propio del panel y en el comportamiento del mismo cuando está sometido a condiciones húmedas.

La determinación de las propiedades físicas de tableros elaborados con proporción 70/30 y 60/40 fue realizada siguiendo los procedimientos descritos en la sección 2.3. Los resultados son presentados en la Tabla 3.

Propiedad	Paneles 70/30	Paneles 60/40
Absorción 2h (%)	4,31 ± 0,72	5,20 ± 0,72
Absorción 24h (%)	12,56 ± 1,78	14,55 ± 3,21
Hinchamiento 2h (%)	8,14 ± 2,76	2,55 ± 1,35
Hinchamiento 24h (%)	13,65 ± 1,90	8,44 ± 3,89
Densidad (g/cm ³)	1,02 ± 0,06	0,91 ± 0,07

Tabla 3. Propiedades físicas.

A partir de los resultados presentados en la Tabla 3 es posible notar que con el incremento del porcentaje de fibras aumenta la densidad del panel en un 10%. Este aumento de densidad viene acompañado de una reducción de 13,67 % de la capacidad de absorción. A pesar de los bajos porcentajes de hinchamiento obtenidos para los dos tipos de paneles estudiados, los paneles con dosificación 70/30 presentaron una mayor susceptibilidad a la ocurrencia de cambios dimensionales al estar en contacto con el agua por un periodo de 24 horas (13,65%). Los resultados obtenidos son coherentes con los obtenidos por José & Beraldo [15] y Valarelli et al. [16].

Con el objetivo de evaluar la influencia del porcentaje de fibras en el desempeño mecánico del material fueron realizados ensayos de tensión, compresión y flexión en tres puntos. Para los ensayos fue utilizada una MTS Landmark 370.10, con un rango de operación de hasta 100 kN. La velocidad de ensayo se seleccionó de acuerdo a la ASTM D1037-12 [14] en función del espesor de los paneles y es presentada en la Tabla 4.

Ensayo	Velocidad de ensayo (mm/min)
Tensión	4,0
Compresión	0,5
Flexión	3,0

Tabla 4. Velocidad de ensayos.

La resistencia máxima a tensión y a compresión (σ) así como el módulo de elasticidad (E) fueron calculados mediante las ecuaciones 1 y 2. Los valores de carga máximos ($P_{\text{máx}}$) y los desplazamientos correspondientes (ΔL), obtenidos durante los ensayos, son presentados en la Tabla 5.

$$\sigma = \frac{P}{a*b} \quad (1)$$

$$E = \frac{L}{a*b} \frac{\Delta P}{\Delta Y} \quad (2)$$

Donde

P es la carga máxima, en N

a es el ancho de la sección reducida, en mm

b es el espesor del panel, en mm

L es la longitud de la sección reducida, en mm

$\Delta P/\Delta Y$ es la pendiente determinada a partir de la regresión lineal del gráfico P vs desplazamiento (calculada entre el 10% y el 40% de la carga máxima).

Propiedad		Paneles 70/30	Paneles 60/40
Tensión	$P_{m\acute{a}x}$ (N)	6024,47	3426,53
	ΔL (mm)	0,88	1,45
Compresión	$P_{m\acute{a}x}$ (N)	3528,99	1883,93
	ΔL (mm)	1,15	1,32

Tabla 5. Resultados de ensayos de tensión y compresión.

El gráfico de esfuerzo vs deformación unitaria obtenido para los ensayos de tensión y compresión es presentado en las Figuras 5 y 6. Se utilizó una regresión lineal entre el 10% y el 40% de los esfuerzos máximos promedio para estimar el módulo de elasticidad (E). Se puede observar que para valores pequeños de esfuerzos (por debajo del 40% del esfuerzo máximo) el material presenta un comportamiento lineal elástico. Sin embargo, para valores superiores al límite elástico, el material presenta un comportamiento no lineal, aumentando gradualmente la deformación permanente hasta alcanzar la resistencia última.

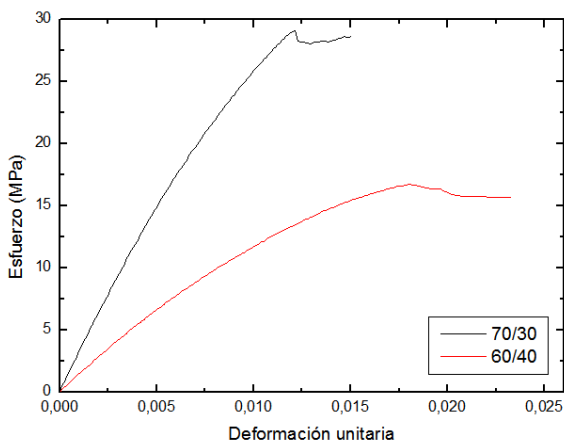


Figura 5. Gráfico esfuerzo vs deformación para ensayos de tensión.

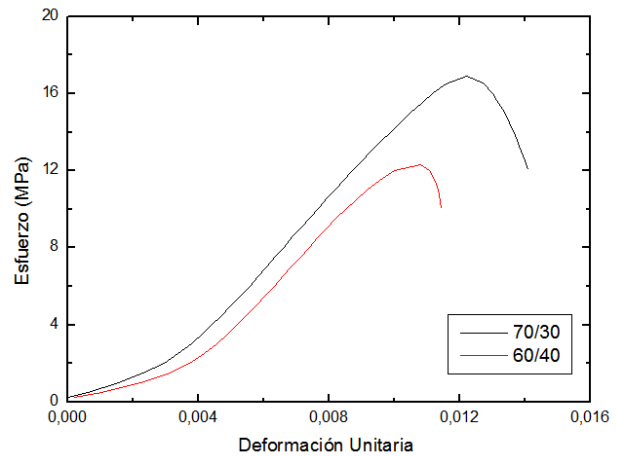


Figura 6. Gráfico esfuerzo vs deformación para ensayos de compresión.

A partir de las Fig. 5 es posible notar que paneles elaborados con 70% de fibras presentan valores mayores de resistencia máxima y una mayor rigidez cuando son sometidos a fuerzas axiales. En la Tabla 6 es presentada la resistencia máxima, el módulo de elasticidad y el porcentaje de alargamiento promedio obtenido experimentalmente en el ensayo de tensión.

Propiedad	Paneles 70/30	Paneles 60/40
σ (MPa)	29,07	16,69
E (MPa)	3006,80	1282,71
EL (%)	1,59	2,33

Tabla 6. Resultados de ensayos de tensión.

Al analizar la Fig. 6 es posible observar que con la disminución del porcentaje de fibras se reduce no solo la resistencia a compresión sino también la rigidez del material. El módulo de elasticidad de paneles con 60 % de fibras resultó ser 63% menor al módulo de elasticidad de paneles elaborados con 70 % de fibras. Esta pérdida de rigidez permite demostrar la importancia de la dosificación de los materiales constituyentes en el desempeño mecánico del material, sobre todo cuando el mismo está sometido a fuerzas axiales. Los resultados de resistencia máxima y el módulo de elasticidad promedio obtenidos en el ensayo de compresión son presentados en la Tabla 7.

Propiedad	Paneles 70/30	Paneles 60/40
σ (MPa)	16,90	12,30
E (MPa)	1614,04	584,72

Tabla 7. Resultado de ensayos de compresión.

Para la evaluación del comportamiento del material cuando es sometido a flexión en tres puntos fueron preparadas probetas de ancho igual a 75 mm y longitud igual a 24 veces el espesor del panel. El módulo de rotura (MOR) y el módulo de

elasticidad a flexión (MOE) fueron determinados de acuerdo a las ecuaciones 3 y 4.

$$MOR = \frac{3P_{max}L}{2bd^2} \quad (3)$$

$$MOE = \frac{L^3}{4bd^3} \frac{\Delta P}{\Delta Y} \quad (4)$$

Donde

L es la distancia entre apoyos, en mm

P_{máx} es la carga máxima, en N

b es el ancho de la sección reducida, en mm

d es el espesor del panel, en mm

Los valores de MOR y MOE obtenidos en el ensayo de flexión pueden ser comparados con los presentados en la literatura especializada para paneles elaborados con bagazo de caña [17]. Los resultados son presentados en la Tabla 8.

Propiedad	Paneles 70/30	Paneles 60/40	Bagazo de caña [17]
σ (MPa)	43,06	51,11	22,60
E (MPa)	3555,85	4130,93	2850

Tabla 8. Resultado de ensayos de flexión.

Los resultados presentados en la Tabla 8 comprueban que independientemente de la dosificación empleada paneles elaborados con fibras de Arundo Dónax presentan un módulo de rotura mayor que paneles elaborados con fibras de bagazo de caña. De la misma forma una ganancia de rigidez de al menos 20% puede ser apreciada en los resultados obtenidos. Estos resultados evidencian la importancia del análisis de factores inherentes a las características físicas de las fibras, fundamentalmente, su composición química, la relación diámetro/longitud y los procesos de tratamiento adoptados para la modificación de su superficie.

IV. CONCLUSIONES

En este artículo fue analizada la influencia del porcentaje de fibras en el desempeño mecánico de paneles elaborados con fibras de Arundo Dónax y resina vegetal. Los resultados presentados demuestran que a medida que el porcentaje de fibras empleado es mayor es posible obtener mayores valores de resistencia y rigidez en paneles sometidos a fuerzas axiales. Sin embargo, los resultados obtenidos en el ensayo de flexión estática mostraron que un aumento en el porcentaje de fibras

puede provocar una reducción en el valor del módulo de rotura (MOR) y del módulo de elasticidad a flexión (MOE). Parámetros como la uniformidad en la distribución de la resina y el tamaño de las fibras pueden ser factores que inciden en los resultados obtenidos y deben ser objeto de investigaciones futuras.

AGRADECIMIENTOS

Este artículo es un producto derivado del proyecto (INV-ING-2392) financiado por la Vicerrectoría de Investigaciones de la Universidad Militar Nueva Granada, vigencia (2017)

REFERENCIAS

- [1] Barreca F. Use of giant reed *Arundo Donax* L. in rural constructions, *Agric Eng Int: CIGR Journal*, vol. 14, No.3, p.p 46-52, 2012.
- [2] Speck O. and Spatz H-C. Damped oscillations of the giant reed *Arundo donax* (Poaceae). *American Journal of Botany*, vol. 91, No.2004 6, p.p. 789-796, 2004.
- [3] Fiore V., Scalici T., Vitale G, Valenza A. Static and dynamic mechanical properties of *Arundo Donax* fillers-epoxy composites. *Materials & Design*, vol 57, p.p. 456-464, 2014.
- [4] Ghalehno M.D., Madhoushi M., Tabarsa T., Nazerian M. The manufacture of particleboards using mixture of reed (surface layer) and commercial species (middle layer). *European Journal of Wood and Wood Products*, vol. 69, No. 3, p.p. 341-344, 2011.
- [5] Fiore V., Botta L. , Sacaffaro L., Valenza A. , Pirrotta A. PLA based biocomposites reinforced with *Arundo donax* fillers. *Composites Science and Technology* vol 105, p.p. 110-117, 2014.
- [6] Fiore V., Scalici T., Valenza A. Characterization of a new natural fiber from *Arundo donax* L. as potential reinforcement of polymer composites. *Carbohydrate Polymers* Volume 106, 15 June 2014, Pages 77-83.
- [7] Flores J.A., Pastor J.J., Martinez-Gabarron A., Gimeno-Blanes F.J., Rodríguez-Guisado I., Frutos M.J. *Arundo donax* chipboard based on urea-formaldehyde resin using under 4 mm particles size meets the standard criteria for indoor use. *Industrial Crops and Products*, Vol. 34, no. 3, November 2011, p.p. 1538-1542, 2011.
- [8] Scalici T., Fiore V., Valenza A. Effect of plasma treatment on the properties of *Arundo Donax* L. leaf fibres and its bio-based epoxy composites: a preliminary study. *Composites: Part B, Engineering*, 94, 167-175, 2016.

[9] Norma Técnica Colombiana NTC 5301. “Preservación y Secado del culmo de *Guadua Angustifolia* Kunth”. Editorial Icontec.

[10] American Society for Testing and Materials, ASTM D5229-14. Standard test method for moisture absorption properties and equilibrium conditioning of polymer matrix composite materials. Philadelphia, 2014.

[11] American Society for Testing and Materials, ASTM D3800-16. Standard test method for density of high-modulus fibers. Philadelphia, 2016.

[12] ASTM D2395-14, 2014, Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Wood and Wood-Based Materials. Annual Book of ASTM Standards.

[13] American Society for Testing and Materials, ASTM D 4442-16. Standard test method for direct moisture content measurement of wood and wood-based materials. Philadelphia, 2016.

[14] ASTM D1037-12, 2012, Standard Test Methods for Evaluating Properties of Wood-Base Fiber and Particle Panel Materials. Annual Book of ASTM Standards.

[15] José F.L., Beraldo A.L., Boards made of bamboo (*Bambusa vulgaris* Schrad) particles and castor oil-based polyurethane resin, *Ambient. Constr.* 4 (2010) 259–266.

[16] Valarelli I., Battistelle R., Bueno M., Bezerra B., Campos C., Alves A., Physical and mechanical properties of particleboard bamboo waste bonded with urea formaldehyde and castor oil based adhesive, *Materia* 19 (1) (2014) 1–6.

[17] Fiorelli J., Lahar F., Nascimento M.F., Savastano H., Rossignolo J.A., Painéis de partículas à base de bagaço de cana e resina de mamona – produção e propriedades, *Acta Sci-Technol.* 33(4) (2011) 401-406.