(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 733 029**

(51) Int. CI.:

B29K 23/00	(2006.01)	***B29K 511/10***	(2006.01)
B29K 67/00	(2006.01)	***B33Y 70/00***	(2015.01)
B29K 105/16	(2006.01)		
C08L 3/04	(2006.01)		
C08L 55/02	(2006.01)		
C08L 67/02	(2006.01)		
C08L 67/04	(2006.01)		
C08L 97/02	(2006.01)		
C08J 5/04	(2006.01)		
C08J 11/00	(2006.01)		

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.04.2016 PCT/IB2016/051882**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **06.10.2016 WO16157151**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.04.2016 E 16726153 (6)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.03.2019 EP 3277751**

(54) Título: **Material compuesto que comprende al menos una resina termoplástica y agramizas granulares de cáñamo y / o de lino**

(30) Prioridad:

03.04.2015 IT UB20150530

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.11.2019

(73) Titular/es:

MICA S.R.L. (100.0%)
Via Cesare Terranova, 4
97100 Ragusa, IT

(72) Inventor/es:

MILAZZO, GIOVANNI

(74) Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Material compuesto que comprende al menos una resina termoplástica y agramizas granulares de cáñamo y / o de lino

La presente invención se refiere a un material compuesto que comprende al menos una resina termoplástica y agramizas granulares de cáñamo y/o de lino.

La invención también se refiere a un método para la preparación del material compuesto mencionado anteriormente y el uso de este último en tecnologías de impresión en 3D, a saber, la fabricación de objetos tridimensionales mediante una fabricación aditiva, partiendo de un modelo digital en 3D.

Los materiales compuestos se obtienen gracias a la combinación de dos o más materiales diferentes entre sí, y son ampliamente usados gracias a sus propiedades fisicomecánicas mejoradas, entre las cuales están una mayor resistencia y duración con respecto a las de los materiales de partida individuales.

Actualmente se conocen diversos materiales compuestos que comprenden matrices de resinas termoplásticas y componentes de origen natural, en particular fibras naturales derivadas de kenaf, cáñamo, lino, yute, henequén, hojas de piña, sisal, madera y serrín. La posibilidad de reciclar los restos procesados de dichos componentes de origen natural suscita un particular interés.

Generalmente, la expansión del procesamiento del cáñamo o del lino y la producción resultante de productos de desecho cambió el interés en el reciclado de los subproductos de desecho obtenidos.

Los productos obtenidos a partir del procesado de las plantas de cáñamo o de lino son las fibras largas (usadas en la industria textil), las fibras vegetales (a partir de las cuales se obtiene la celulosa) y los tallos leñosos o agramizas.

Estos dos últimos productos, que componen el núcleo interno de las fibras largas que se extraen, pueden obtenerse mediante el proceso de espadillado, a través de lo cual se rompe el núcleo leñoso de los tallos, después de la maceración, de forma que se obtenga la separación entre las fibras vegetales y las agramizas.

El Solicitante consideró cómo proporcionar un material compuesto que tuviera unas propiedades fisicoquímicas mejoradas y más ligereza, partiendo del material de desecho del procesamiento del cáñamo o del lino y que, al mismo tiempo, tuviera una trabajabilidad mejorada y fuera más barato.

El Solicitante fue capaz de obtener dichos resultados mediante el uso, en un material compuesto, de un componente que tiene un tamaño de partícula fino derivado del desecho del procesado del cáñamo o del lino, usado hasta la fecha como un fertilizante, como pellas de combustible, en el ámbito de las construcciones verdes, junto con cal y como granulado para animales.

Particularmente, el Solicitante averiguó que el problema mencionado anteriormente se resuelve a través de un material compuesto que comprende una resina termoplástica y agramizas de cáñamo y/o de lino con un tamaño de partícula fino, en el que la resina y las agramizas están presentes en una determinada proporción en peso.

Por lo tanto, según un primer aspecto, la presente invención se refiere a un material compuesto que comprende al menos una resina termoplástica y entre 5 y 180 partes en peso de las agramizas granulares de cáñamo y/o de lino, con respecto a 100 partes en peso de la resina termoplástica, con partículas que tienen un tamaño de partícula promedio menor de 0,2 mm, siendo el tamaño de partícula promedio medido mediante una técnica de difracción con láser según la norma ISO 13320-1 (1999), preferentemente menor de 0,1 mm.

Ventajosamente, el material compuesto según la presente invención tiene una trabajabilidad mejorada, ya que las agramizas granulares de cáñamo y/o de lino con un tamaño de partícula menor de 0,2 mm, preferentemente de 0,1 mm, se dispersan de una forma más homogénea con la resina termoplástica, tanto con respecto a otros componentes derivados del cáñamo con un tamaño de partícula mayor, como con respecto a otros materiales con un tamaño de partícula menor de 0,2 mm, por ejemplo, el serrín.

Otra ventaja relacionada con el tamaño de partícula que caracteriza las agramizas según la invención es que permiten el uso de unas cantidades mayores de las agramizas con respecto a la cantidad de resina, lo que determina tanto una mayor ligereza en el material resultante como una ventaja económica, ya que permite disminuir la cantidad de resina usada en el material compuesto sin afectar negativamente a las propiedades termoplásticas del material compuesto obtenido. Adicionalmente, las agramizas usadas en la presente invención representan un material de desecho del procesamiento del cáñamo y/o del lino, y por lo tanto, su reutilización no implica un coste adicional, de hecho, representa una forma de usar dicho producto de desecho.

Adicionalmente, la adición de agramizas según la presente invención permite la obtención de un material compuesto con una procesabilidad mejorada en estado fundido con respecto a, por ejemplo, la adición de fibras cortas de cáñamo,

que tiende a aumentar la viscosidad del fundido y a crear obstrucciones cuando el material es procesado mediante el paso a través de boquillas con un tamaño de partícula muy pequeño, por ejemplo, menor de 2 mm o también menor de 0,4 mm. Eso hace que el material según la invención sea particularmente adecuado para la fabricación de objetos tridimensionales mediante una impresión en 3D, que requiere el uso de boquillas de esos tamaños.

Algunas características y ventajas adicionales de la presente invención serán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada.

En la presente descripción y en las reivindicaciones anexas, la frase “agramizas granulares de cáñamo y/o de lino con partículas que tienen un tamaño de partícula promedio menor de 0,2 mm, preferentemente menor de 0,1 mm” (denominadas también “agramizas finas” o “agramizas”) significa un polvo fino obtenido a partir del procesado de las agramizas gruesas, por ejemplo, mediante una molienda. Las agramizas también pueden derivar de la succión de los polvos que se dispersan durante el procesado de las pajas de cáñamo. De una forma análoga, en la presente descripción, el término “agramizas gruesas” (que tienen generalmente un tamaño de partícula de 1-2 cm) significa las agramizas obtenidas mediante la separación (por ejemplo, mediante un espadillado) de las propias agramizas (conocidas también como “tallo leñoso”) de la fibra vegetal.

Particularmente, las agramizas granulares de cáñamo y/o de lino en general tienen en general unas partículas con una forma sustancialmente esférica, que no deben confundirse con las denominadas fibras de cáñamo cortas, que se caracterizan por una estructura fibrilar. Dicha diferencia estructural puede apreciarse, por ejemplo, mediante la observación con un microscopio óptico o, preferentemente, mediante la observación con un microscopio electrónico de barrido (SEM).

Preferiblemente, las partículas de las agramizas tienen un tamaño de partícula promedio de entre 5 µm y 300 µm, más preferentemente de entre 10 µm y 100 µm. El tamaño de partícula promedio puede ser determinado según las técnicas conocidas. Particularmente, para los tamaños promedio tales como los indicados anteriormente, generalmente se usa la técnica de difracción con láser, según la norma ISO 13320-1 (1999). Para los tamaños mayores (de hasta 0,2 mm), pueden usarse las técnicas basadas en el análisis de las imágenes obtenidas con el microscopio.

Un parámetro que puede usarse para la caracterización de las partículas de las agramizas es la proporción de aspecto, a saber, la proporción entre el diámetro mayor y el diámetro menor, perpendicular al diámetro mayor, determinada sobre la proyección en el plano de cada partícula (diámetro de Feret). Dicho parámetro puede ser determinado a través del análisis de las imágenes obtenidas con el microscopio, según se describe en la norma ISO 9276-6 (2008).

Según una realización preferida de la presente invención, las agramizas tienen una proporción de aspecto de entre 0,5 y 2,0, preferentemente de entre 0,8 y 1,2, incluso más preferentemente de entre 0,9 y 1,1.

Según otra realización preferida, el material compuesto según la presente invención comprende adicionalmente entre 0,1 y 60 partes en peso de fibras vegetales de cáñamo y/o de lino que tienen una longitud de entre 0,5 cm y 4 cm, preferentemente de entre 0,6 cm y 2 cm.

Según otra realización preferida, la resina termoplástica usada puede ser de origen natural o sintético. Cuando la resina termoplástica es de origen sintético, se selecciona preferentemente entre tereftalato de polietileno (PET), polipropileno (PP), polietileno (PE), copolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), copolímero de polipropileno/tereftalato de polietileno, copolímero de etileno-propileno. Cuando la resina termoplástica es de origen natural, se selecciona preferentemente entre ácido poliláctico (PLA), polihidroxi alcanoatos (PHA), almidones modificados (tales como, por ejemplo, los conocidos con el nombre comercial “Mater B”) o polietileno de bioetanol (conocido con el nombre comercial “BIO PET 30”), más preferentemente PLA, que están caracterizados por una elevada biodegradabilidad.

Preferiblemente, el material compuesto según la invención comprende adicionalmente un componente con forma de partícula que tiene un tamaño de partícula promedio menor de 0,2 mm, preferentemente menor de 0,1 mm, por ejemplo, un componente derivado de cáscara de coco, a saber, la cáscara dura del coco (el recubrimiento parduzco), al que se adhiere la carne (pulpa) y que es necesario romper con objeto de alcanzar la propia carne. Dicho componente se obtiene preferentemente mediante operaciones de ruptura de la cascara dura del coco, que se llevan a cabo con objeto de extraer la pulpa. Adicionalmente, dicho componente puede derivar mediante la molienda de los residuos de la cascara de coco.

Según una realización preferida de la invención, el material compuesto comprende adicionalmente un agente de unión que permite mejorar las propiedades mecánicas del propio material. Se cree que dicho efecto de unión se obtiene gracias a la capacidad del agente de unión de unir los silicatos presentes en las agramizas. Preferiblemente, el agente de unión se selecciona entre óxidos de metales alcalinos y/u óxidos de metales alcalinotérreos seleccionados, preferentemente óxido de calcio.

Según un segundo aspecto, la presente invención se refiere a un método para la fabricación del material compuesto como se ha definido anteriormente que comprende las etapas de:

- la fusión de al menos una resina termoplástica;
- la mezcla de dicha al menos una resina fundida con entre 5 y 180 partes en peso, con respecto a 100 partes en peso de la resina termoplástica, de las agramizas granulares de cáñamo o de lino, con partículas que tienen un tamaño de partícula promedio menor de 0,2 mm, preferentemente menor de 0,1 mm;
- el enfriamiento de la mezcla obtenida con objeto de formar dicho material compuesto.

Según un tercer aspecto, la presente invención se refiere al uso del material compuesto como se ha definido anteriormente para la fabricación de objetos tridimensionales mediante una impresión en 3D. Como se sabe, la impresión en 3D es una fabricación aditiva de objetos tridimensionales, partiendo de un modelo digital en 3D. Una de las técnicas más difundidas es el denominado “modelado por deposición fusionada” (FDM), que proporciona el solapamiento de capas finas de material termoplástico en estado fundido que se obtiene partiendo de filamentos que son dirigidos a un cabezal de aplicación cuando el filamento está fundido, y es colocado en una plataforma mediante unas boquillas, formando así las subsiguientes capas según el modelo en 3D proporcionado. El material compuesto según la invención está en forma de un filamento, por ejemplo, bobinas o rollos de filamentos, que son dirigidos al cabezal de aplicación de la impresora en 3D. El uso del material compuesto según la invención en el campo de la impresión en 3D permite ventajosamente evitar la formación de obstrucciones en las boquillas de aplicación, que por otro lado, se forman a menudo cuando se usan materiales compuestos que contienen un componente fibroso, por ejemplo, fibras de cáñamo, que tienen una notable tendencia a adherirse a las paredes de las boquillas, impidiendo por lo tanto la deposición del material.

La presente invención se ha descrito con fines ilustrativos, pero no limitantes, según sus realizaciones preferidas, pero debe entenderse que las personas expertas en la materia pueden introducir modificaciones y/o cambios sin desviarse del ámbito pertinente de protección según se define en las reivindicaciones anexas.

Breve descripción de los dibujos

La presente invención se describirá ahora con fines ilustrativos, pero no limitantes, según sus realizaciones preferidas, con una referencia en particular a las figuras de los dibujos anexos, en las que

- la figura 1 muestra los resultados de las pruebas de tracción que se llevaron a cabo sobre el material compuesto según la invención;
- la figura 2 muestra la imagen del SEM relacionada con el material compuesto según la invención;
- la figuras 3 y 4 muestran las imágenes del SEM relacionadas con el material compuesto que contiene las fibras de cáñamo en lugar de las agramizas granulares.

La presente invención se ilustrará ahora adicionalmente mediante algunos ejemplos de realizaciones según se indican a continuación.

Ejemplo 1

El material compuesto según la invención se preparó colocando en un recipiente hecho de aluminio aproximadamente 2 g de PLA (igual a aproximadamente veinte gránulos de PLA) y después se calentó en una placa hasta una temperatura de 300 ºC con objeto de obtener la fusión del PLA. Después se añadió aproximadamente 1 g de agramizas constituidas por partículas que tienen un tamaño de partícula promedio menor de 0,1 mm, a saber, igual a aproximadamente un 40 % en peso con respecto al peso total del material compuesto obtenido, y después se homogeneizó el conjunto mediante una mezcla durante al menos 5 minutos, disminuyendo la temperatura de la placa. El material compuesto obtenido tenía una buena trabajabilidad y se puso sobre una lámina de aluminio, y mediante una compresión se obtuvo una muestra con la forma de la placa que tiene un espesor igual a aproximadamente 3 mm, que se dejó enfriar hasta su endurecimiento. La muestra se sometió a varias pruebas con objeto de probar las propiedades fisicomecánicas de la propia la muestra. Los resultados demostraron que el material probado es rígido, duro y que tiene propiedades de resistencia a la flexión, a la tracción y al impacto, iguales o mayores que la resina termoplástica sola. Adicionalmente, una vez endurecida, la muestra se sometió a unas condiciones de esfuerzo mecánico mediante una erosión con agua manteniendo intactas sus propiedades, sin experimentar ninguna degradación.

Ejemplo 2

Se llevó a cabo una prueba adicional partiendo de la muestra obtenida en el ejemplo 1 con objeto de verificar la posibilidad de volver a trabajar la resina termoplástica ya producida con agramizas, de forma que se pueda reutilizar sin causar la separación entre las fases.

Particularmente, la muestra obtenida en el ejemplo anterior se fundió en un matraz de 100 ml sobre una placa de calentamiento, a una temperatura de 300 ºC (mezcla 1). Con objeto de evitar la degradación del polímero termoplástico, el material se sometió a una agitación. Simultáneamente se fundieron 2 g de PLA en una placa de calentamiento en un matraz de 100 ml, y después se añadió gradualmente 1 g de agramizas. Al mismo tiempo de cualquier adición de agramizas, se mezcló el conjunto. Después de obtener una mezcla homogénea (mezcla 2), esta

última se combinó con la mezcla 1 y el conjunto se mezcló, manteniendo la temperatura de la placa a 300 ºC. El material compuesto obtenido tenía una buena trabajabilidad, y se puso en una lámina de aluminio y mediante una compresión se obtuvo una muestra con la forma de la placa que tiene un espesor de 2-3 mm, que se dejó enfriar hasta su endurecimiento. La muestra se sometió a varias pruebas con objeto de probar las propiedades fisicomecánicas de la propia muestra. Los resultados demostraron que el material probado tenía unas sorprendentes propiedades mecánicas de dureza, tracción y flexibilidad, y tenía unas buenas propiedades elásticas además de un bajo peso.

Ejemplo 3

Se llevó a cabo una prueba en la que se usó polipropileno (PP) como la resina termoplástica. Se colocaron 2 g de PP en un matraz de 100 ml y se fundieron en una placa de calentamiento a 300 ºC. Simultáneamente se pesó aproximadamente 1 g de agramizas, con un tamaño de partícula promedio menor de 0,1 mm, en un crisol. Después de conseguir la temperatura de 100 ºC, a saber, cuando la mayor parte del PP estaba completamente fundida, se añadieron gradualmente las agramizas. La muestra se sometió a varias pruebas con objeto de probar las propiedades fisicomecánicas de la propia la muestra, particularmente el material obtenido se sometió a un flujo de agua (durante 10 min), mostrando una gran resistencia al agua. Adicionalmente, dicho material mostró una excelente resistencia a la tracción.

Ejemplo 4 (comparación)

Se repitieron los ejemplos 1-3 usando serrín en lugar de agramizas, en el que dicho serrín tenía un tamaño de partícula comparable al tamaño de partícula de las agramizas usadas en los ejemplos 1-3, a saber, un tamaño de partícula menor de 0,1 mm, en el que el serrín estaba presente en una cantidad del 50 % en peso de la composición total con respecto a la resina. Al igual que los ejemplos anteriores, el material obtenido se sometió a varias pruebas con objeto de probar las propiedades fisicomecánicas del mismo. Los resultados mostraron que el material probado tenía una peor trabajabilidad que los materiales obtenidos en los ejemplos 1-3.

Ejemplo 5

Se llevaron a cabo pruebas de tracción con el material compuesto de la invención obtenido en el ejemplo 1 con objeto de determinar ciertas características mecánicas. Las propiedades consideradas y los resultados están indicados en la Figura 1.

Ejemplo 6

Se llevaron a cabo unos análisis con el microscopio electrónico de barrido (SEM) con objeto de caracterizar estructuralmente las agramizas del cáñamo. Las agramizas consideradas estaban en forma de un polvo y volátiles, y por esta razón, no era posible llevar a cabo un análisis directo a través del microscopio electrónico, ya que el dispositivo de SEM requiere la aplicación de un alto vacío en la cámara que contiene la muestra, lo que es evidentemente incompatible con una muestra de ese tipo. Por lo tanto, con objeto de superar dicho problema, el análisis se llevó a cabo con el material compuesto de la presente invención que contiene el PLA como la resina termoplástica y agramizas como agente de relleno, en correspondencia con las áreas de fractura del propio material. Se fabricaron mezclas de PLA y agramizas en diversas proporciones entre sí, en particular, a 10, 15, 20 y 25 partes en peso de las agramizas respectivamente, con respecto a 100 partes en peso de PLA, en las que las agramizas tenían un tamaño de partícula promedio de aproximadamente 50 µm. Con este fin se usó una mezcladora Brabender Plastograph a una temperatura de 170 ºC durante 10 minutos. Las muestras del material así obtenido se fracturaron y se analizaron mediante el microscopio electrónico de barrido SEM. Como se demuestra en la figura 2, el análisis con el microscopio destacó ya que las muestras que contenían las agramizas tenían unas cavidades atribuibles a las partículas granulares de las agramizas que se extrajeron de la matriz después de la fractura. A partir del análisis con el microscopio es evidente, ya que la naturaleza de las agramizas es de tipo granular.

Ejemplo 7 (comparación)

Se repitió el ejemplo 5 usando, en lugar de las agramizas, fibras de cáñamo que tienen una longitud media de 2 mm, y el análisis con el microscopio electrónico de barrido (SEM) destacó (véanse las Figuras 3 y 4) la presencia únicamente de estructuras fibrilares y la ausencia de cavidades en las muestras de material. Adicionalmente, las estructuras fibrilares tenían una mala adhesión con respecto a la matriz de la resina termoplástica.

REIVINDICACIONES

1. Material compuesto que comprende al menos una resina termoplástica y entre 5 y 180 partes en peso de las agramizas granulares de cáñamo y/o de lino, con respecto a 100 partes en peso de la resina termoplástica, con partículas que tienen un tamaño de partícula promedio menor de 0,2 mm, siendo el tamaño de partícula promedio medido mediante una técnica de difracción con láser según la norma ISO 13320-1 (1999).

2. Material compuesto según la reivindicación 1, en el que las partículas de las agramizas tienen un tamaño de partícula promedio menor de 0,1 mm.

3. Material compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las partículas de las agramizas tienen una proporción de aspecto de entre 0,5 y 2,0, siendo la proporción de aspecto medida según la norma ISO 9276-6 (2008).

4. Material compuesto según la reivindicación 3, en el que la proporción de aspecto de las partículas de las agramizas es de entre 0,8 y 1,2.

5. Material compuesto según la reivindicación 4, en el que la proporción de aspecto de las partículas de las agramizas es de entre 0,9 y 1,1.

6. Material compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el material compuesto comprende adicionalmente entre 0,1 y 60 partes en peso de las fibras vegetales de cáñamo y/o de lino que tienen una longitud de entre 0,5 cm y 4 cm.

7. Material compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la resina termoplástica es de origen natural o sintético.

8. Material compuesto según la reivindicación 7, en el que la resina termoplástica de origen sintético se selecciona entre tereftalato de polietileno (PET), polipropileno (PP), polietileno (PE), copolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), copolímero de polipropileno/tereftalato de polietileno, copolímero de etileno-propileno.

9. Material compuesto según la reivindicación 7, en el que la resina termoplástica de origen natural se selecciona entre ácido poliláctico (PLA), polihidroxialcanoatos (PHA), almidones modificados o polietileno de bioetanol.

10. Material compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores que comprende adicionalmente un componente con un tamaño de partícula promedio menor de 0,2 mm, derivado de la cáscara de coco.

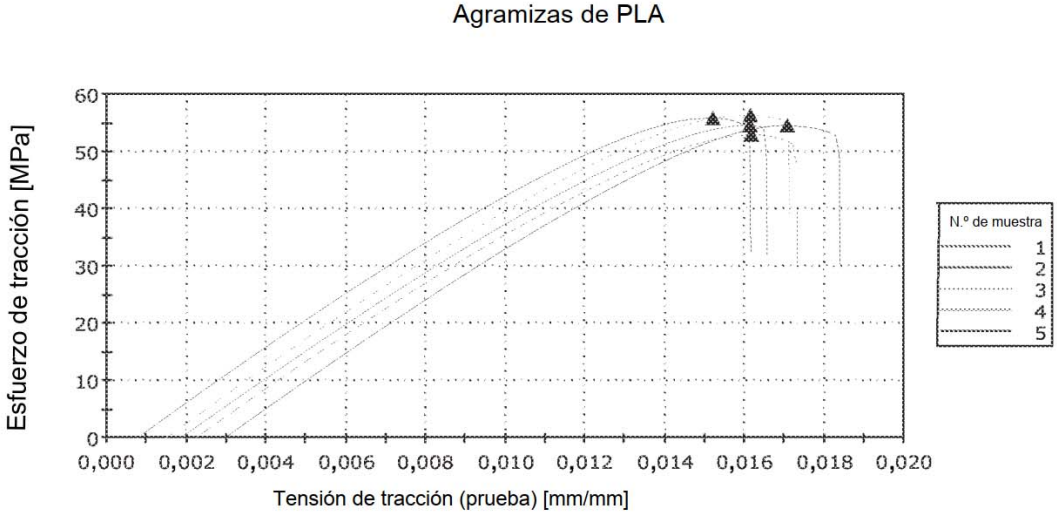
11. Material compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores que comprende adicionalmente un agente de unión seleccionado entre óxidos de metales alcalinos y/u óxidos de metales alcalinotérreos.

12. Material compuesto según la reivindicación 11, en el que el agente de unión es óxido de calcio.

13. Método para la fabricación de un material compuesto según se define en las reivindicaciones 1-12 que comprende las etapas de:

- la fusión de al menos una resina termoplástica;
- la mezcla de dicha al menos una resina fundida con entre 5 y 180 partes en peso, con respecto a 100 partes en peso de la resina termoplástica, de las agramizas granulares de cáñamo y/o de lino con un tamaño de partícula promedio menor de 0,2 mm;
- el enfriamiento de la mezcla obtenida con objeto de formar dicho material compuesto.

14. Uso del material compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores de 1 a 12 para la fabricación de objetos tridimensionales mediante una impresión en 3D.



	Módulo de Young [GPa]	Esfuerzo en la deformación [MPa]	Tensión en la deformación [%]
1	4,861	-----	-----
2	4,951	-----	-----
3	4,979	-----	-----
4	4,844	-----	-----
5	4,914	-----	-----
Desviación típica promedio	4,910	-----	-----
	0,05748	-----	-----

	Esfuerzo en la ruptura [MPa]	Tensión en la ruptura [%]	Energía en la ruptura [J]
1	54,185	1,646	0,180
2	54,227	1,533	0,198
3	55,394	1,553	0,203
4	51,299	1,500	0,184
5	52,732	1,533	0,195
Desviación típica promedio	53,567	1,553	0,192
	1,58051	0,05544	0,010

Fig. 1

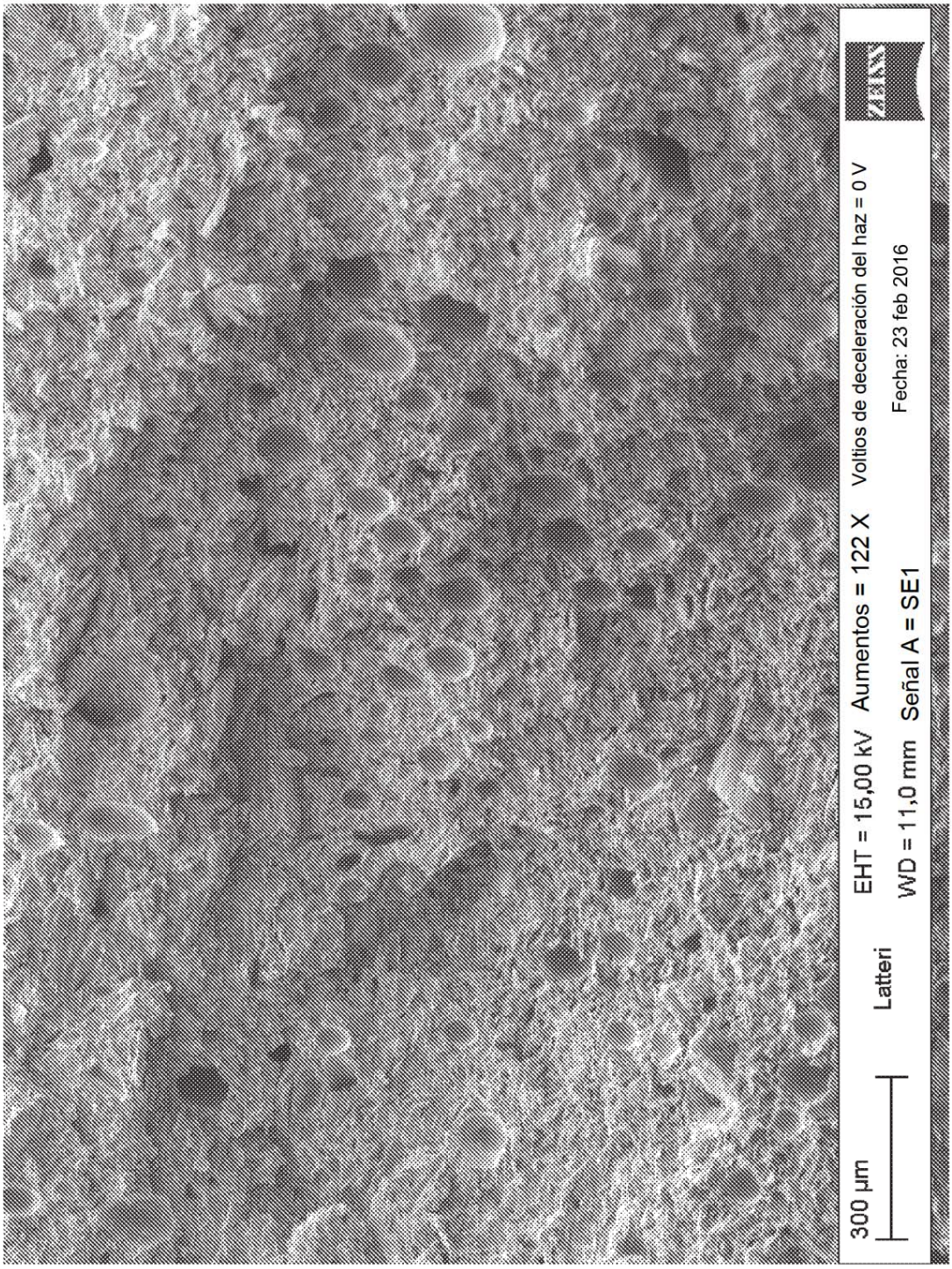

300 µm
Latteri
EHT = 15,00 kV
WD = 11,0 mm
Aumentos = 122 X
Señal A = SE1
Voltios de deceleración del haz = 0 V
Fecha: 23 feb 2016
ZEISS

Fig. 2

20 µm
Latteri
EHT = 15,00 kV
WD = 10,0 mm
Aumentos = 833 X
Señal A = SE1
Voltios de deceleración del haz = 0 V
Fecha: 23 feb 2016

Fig. 3

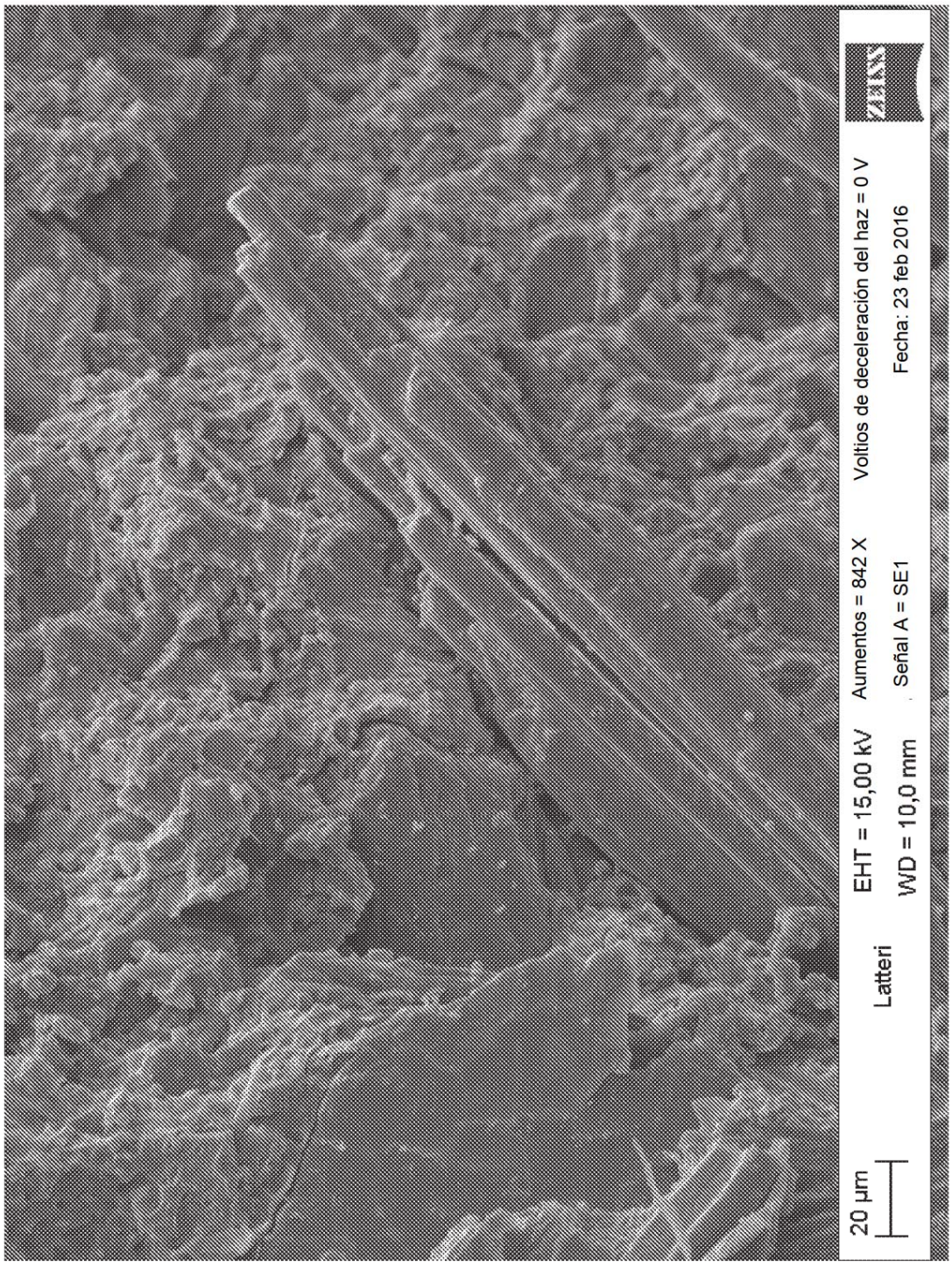

20 µm
Latteri
EHT = 15,00 kV
WD = 10,0 mm
Aumentos = 842 X
Señal A = SE1
Voltios de deceleración del haz = 0 V
Fecha: 23 feb 2016
ZEISS

Fig. 4