



III Simposio
DE MATERIALES
POLIMÉRICOS



Polímeros Compuestos y Nanocompuestos

Revista Informador Técnico, Volumen 81 n2 - Suplemento I- 2017

III Simposio de Materiales Poliméricos - del 30 de Agosto al 1 de Septiembre de 2017, Cali - Colombia

III SIMPOSIO DE MATERIALES POLIMÉRICOS

Suplemento I • e-ISSN 2256-5035

CONTENIDO

Procesamiento de nanocompuestos poliméricos.....	9
Antonio Sánchez Solís	
Thermoplastic biocomposites reinforced with vegetal fibers and using lignin as anti-oxidant.....	13
Marco-Aurelio de Paoli	
Estudio de comportamiento mecánico a tracción de un material compuesto a partir de polietileno de baja densidad (reciclado) cargado con bagazo de cáscara de cacao.....	16
Germán Adolfo Díaz-Ramírez, Luis Alberto Laguardo Villamizar	
Obtención de un compuesto polimérico a partir de polipropileno fibroreforzado con bagazo de la caña de azúcar.....	21
Edward Martínez Culchac, Juan Sebastián Mosquera, Karen Sofía Ospina, Angee Catalina Castro, Edgar Rivera Tafurt, Juan Manuel González	
Biocompuestos a partir de polímeros y fibras naturales colombianas.....	24
Miguel Ángel Hidalgo, Juan Manuel Montalvo Navarrete, Juan Pablo Correa, Emerson Escobar, Jorge Iván Montalvo, Alvaro José Rojas	
Análisis de viabilidad respecto a la sustitución del poliestireno expandido por un Bio-compuesto a base de Bagazo de caña.....	27
Andrés Ferney Largo León, Edwin Yesid Gómez Pachón, Jorge Arturo Torres	
Nanocompuestos Poliméricos biodegradables como alternativa en la industria plástica.....	30
Juan Pablo Correa, Patricia Eisenberg	
Evaluación de las propiedades mecánicas y térmicas de materiales compuestos de polipropileno y ceniza de cascarilla de arroz.....	33
Lina Marcela Crespo, Carolina Caicedo, María Fernanda González, Cesar Augusto López	
Aislamiento de microfibras de guadua (<i>Angustifolia Kunth</i>) por Hidrólisis ácida.....	38
Marcelo Guancha, Isabela Buitrago, Lilian Carvajal, Sebastian Benavides, Daniela Restrepo, Alejandro Micolta	
Modificación de Carbonato de Calcio a partir de residuos de cáscara de huevo como alternativa de relleno en compuesto de polipropileno.....	41
Marcelo Guancha, Jahaira Cuabu, Julian Muñoz, Daniela Castillo	
Efecto de la concentración de complejos Curcumina-Nanopartículas de almidón en las propiedades fisicoquímicas de películas de almidón y Aloe Vera.....	44
Leonardo Acevedo Guevara, Leonardo Nieto Suaza, Leidy Tatiana Sánchez, Magda Ivone Pinzón Fandiño, Cristian Camilo Villa	
Hidrogel base acrílica reforzados con fibras vegetales.....	47
Marcelo Alexander Guacha-Chalapud, Santiago Valencia, John Lemos, Valentina Arango, Valentina Martínez, David Finiscue	

Procesamiento de nanocompuestos poliméricos

Modalidad: Ponencia Magistral

Resumen

Materiales con cargas de tamaño nanométrico presentan propiedades diferentes a los formulados con partículas de tamaño micrométrico. Comparativamente, el área superficial de partículas pequeñas es varias veces mayor que partículas más grandes, considerando el mismo peso. Sin embargo, la obtención de materiales nanocompuestos poliméricos por el método de extrusión presenta serias dificultades debido a la naturaleza de las nanopartículas a coalescer. La exfoliación de tactoides para obtener nanopartículas en el seno de la matriz termoplástica afecta de manera importante las propiedades mecánicas de tensión, flexión y reológicas. La distribución y dispersión de estas partículas en polímeros de viscosidad grande es el reto. Se propone la aplicación de ultrasonido en el polímero fundido para coadyuvar en la producción de estos materiales.

Palabras claves: extrusión, nanocompuestos, ultrasonido, arcilla-lisina, cabezal mezclador estático.

Antonio Sánchez Solís¹

¹ Instituto de Investigaciones en Materiales.
Universidad Nacional Autónoma de México.
Apartado Postal 70-360. CDMX.México.
sancheza@unam.mx

Introducción

La producción de materiales nanocompuestos poliméricos ha atraído la atención debido a que mejoran las propiedades de los polímeros y extienden sus aplicaciones, utilizando refuerzos a escala molecular más que formular microcompuestos convencionales con cargas (ver Figura 1). Por ejemplo, para el híbrido nylon 6-arcilla se han obtenido mejoras substanciales en las propiedades mecánicas, térmicas y reológicas (Usuki, et al., 1993). Resina epoxi-arcilla presenta también grandes mejoras en el módulo elástico y esfuerzo a tensión (Wang, Lan & Pinnavaia, 1996). Estos materiales son una combinación de dos o más fases, que contienen diferentes composiciones o estructuras, donde al menos una de las fases está en la escala nanométrica y exhiben conductas diferentes con relación a los materiales compuestos convencionales que presentan estructuras a microescala, debido principalmente al pequeño tamaño de la unidad estructural y a la gran

relación superficie-volumen (Gonsalves & Chen, 1996). El fenómeno de concentración de esfuerzos por el uso de partículas micrométricas se presenta de manera regular produciendo materiales débiles. Este efecto se ve disminuido cuando los materiales son combinados a escala nanométrica. Por ejemplo, teniendo interacciones más fuertes entre polímero y silicato se producen materiales con propiedades mecánicas superiores (Giannelis, 1996). Las arcillas son usadas como aditivos porque son materiales que están compuestos por placas de silicato que pueden ser intercaladas por moléculas orgánicas.

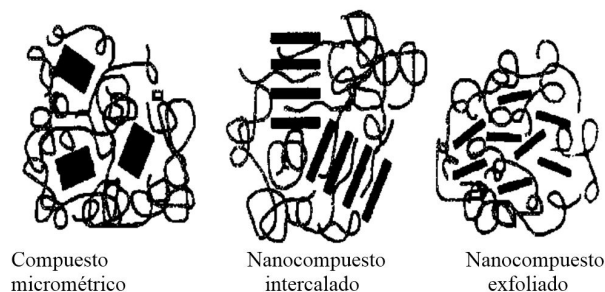


Figura 1. Representación esquemática de los tipos de estructura de nanocompuestos.

La morfología de las partículas de arcilla es bien conocida (Vaia, Jandt, Kramer, & Giannelis, 1995; Akelah, Salahuddin, Hiltner, Baer, & Moet, 1994), y se ha encontrado que hay varios niveles de organización en éstas. Las partículas más pequeñas, las primarias, son del orden de 10 nanómetros (10 nm) y están compuestas de apilamientos de placas paralelas, con un promedio de diez por partícula. En la mezcla de polímeros y arcillas, la falta de afinidad entre el silicato hidrofílico y el polímero hidrofóbico hacen difícil de alcanzar una mezcla homogénea. La solución a este problema de compatibilidad entre fases se alcanza a través de reacciones de intercambio iónico, lo que incrementa la organofiliidad de la superficie de la capa de la arcilla y como consecuencia disminuye la energía de superficie de la arcilla, mejorando el mojado con la matriz polimérica (Giannelis, 1996). Para prevenir la aglomeración y estabilizar la superficie de estas partículas ultrafinas, las fuerzas repulsivas interparticulares son esenciales y los surfactantes son utilizados para este propósito (Gonsalves, & Chen 1996). Los silicatos que han sufrido intercambio catiónico son fácilmente dispersables en matrices orgánicas y pueden formar nanocompuestos intercalados, en los cuales la separación entre las capas de silicato se incrementa pero es relativamente constante, las cadenas extendidas del polímero están intercaladas entre las capas de silicato de una manera cristalográficamente repetitiva lo que produce un compuesto bien ordenado, aunque estas estructuras ordenadas tienen un ancho de pocas capas moleculares, o

pueden formar nanocompuestos exfoliados en los cuales capas de silicato y apilamientos están dispersos a través de todo el polímero, con orientación al azar (Carrado, & Xu, 1998; Lan, & Pinnavaia, 1994). La arcilla que se ha utilizado preferentemente es la Montmorillonita (MMT), compuesta de tres capas de silicatos, una octaédrica y dos tetraédricas. Estos apilamientos de 0.96 nm de espesor y con un diámetro promedio de 1000 nanómetros son las principales entidades de refuerzo de los nanocompuestos con polímeros. La constitución química de la celda unitaria de la montmorillonita ofrece dos sitios de reacción: los aniones sobre la superficie del silicato y los grupos hidroxilo (OH⁻) sobre la capa de óxidos de Mg y Al. El proceso para hacer compatible la arcilla involucra formar un enlace iónico entre la superficie de la arcilla y los cationes onium organofílicos, especialmente los cationes amonio cuaternarios. La ventaja de usar esta ruta es que la reacción química obliga a las partículas de arcilla a expandirse por la intercalación, que es el primer paso para lograr la dispersión total de las placas de la arcilla, y llegar así a la exfoliación. La desventaja es que el equilibrio químico del proceso puede tomar hasta semanas. También, la compatibilización se ha logrado utilizando grupos OH y se ha llevado a cabo haciéndolos reaccionar con grupos epoxi y grupos ácidos anhídridos. Sin embargo, como los grupos OH están en su mayor parte localizados en la periferia de las placas de arcilla, sólo pueden reaccionar unos pocos y por lo tanto la reacción de intercalación y exfoliación no necesariamente es exitosa (Utracki, 2000). Ya que las interacciones sólido-sólido son cien veces más fuertes que las de líquido-líquido, es entonces imperativo que exista un buen enlace entre la arcilla y la matriz, de otra forma las partículas exfoliadas tenderán a agruparse nuevamente. Por lo anterior, al parecer la mejor estrategia para lograr una arcilla exfoliada en una matriz polimérica es hacerlo por pasos: primero se colocará la arcilla Na-MMT en agua para expandir los espacios entre láminas; segundo, se intercalará un ion onium apropiado que incremente el espacio entre las láminas aún más, y tercero, se llevará a cabo la compatibilización reactiva (procesamiento) del sistema organo-arcilla/matriz polimérica, lo cual resultará en una exfoliación estable de las placas de la arcilla en la matriz (Utracki, 2000). La suspensión en un disolvente tal como agua, acetonitrilo o dimetilacetamida ha generado híbridos intercalados de polietileno-óxido (Vaia, Sauer, Tse, & Giannelis, 1997; Wu, & Lerner, 1993), y polioximetileno oligo(oxietileno) (Wu, & Lerner, 1993). Los métodos en fundido han permitido la intercalación de poliestireno (Vaia, Jandt, Kramer, & Giannelis, 1996) y nanocompuestos exfoliados de epoxi (Wang, & Pinnavaia, 1994), han



sido hechos vía polimerización in situ. Con esta última técnica también se han producido nanocompuestos de poliestireno intercalado (Moet, 1996), poli (α -caprolactona) (Messersmith, & Giannelis, 1993) y poliamida 6 (Fukushima, Okada, Kawasumi, Karauchi, & Kamigaito, 1988). Otros métodos utilizados de menor frecuencia son el proceso de sol-gel (Novak, Ellsworth, & Verrier, 1994; Billmeyer, 1978) e injerto de monómeros en polímeros y arcilla (Moet, 1996). Aunque varios enfoques y métodos han mostrado tener éxito sólo lo han hecho de manera particular, ya que no todos los polímeros siguen una regla para ser intercalados.

Referencias

- Akelah, A., Salahuddin, N., Hiltner, A., Baer, E., & Moet, A. (1994). Morphological hierarchy of butadieneacrylonitrile/montmorillonite nanocomposite. *Nanostructured Materials*, 4(8), 965-978. doi: [https://doi.org/10.1016/0965-9773\(94\)90103-1](https://doi.org/10.1016/0965-9773(94)90103-1)
- Billmeyer, F. W. *Ciencia de los Polímeros*. Ed Reverté. 1978.
- Carrado, K. A., & Xu, L. (1998). In situ synthesis of polymer-clay nanocomposites from silicate gels. *Chemistry of materials*, 10(5), 1440-1445. doi: <https://doi.org/10.1021/cm970814n>
- Fukushima, Y., Okada, A., Kawasumi, M., Karauchi, T., & Kamigaito, O. (1988). *Clay Miner.*, 23, 27. doi: <https://doi.org/10.1180/claymin.1988.023.1.03>
- Giannelis, E. P. (1996). Polymer layered silicate nanocomposites. *Advanced materials*, 8(1), 29-35. doi: <https://doi.org/10.1002/adma.19960080104>
- Gonsalves, K., & Chen, X. (1996). *Materials Research Society. Symposia Proceedings*. Warrendale, PA, vol. 435, 55. doi: <https://doi.org/10.1557/PROC-435-55>
- Lan, T., & Pinnavaia, T. J. (1994). Clay-reinforced epoxy nanocomposites. *Chemistry of materials*, 6(12), 2216-2219. doi: <https://doi.org/10.1021/cm00048a006>
- Messersmith, P. B., & Giannelis, E. P. (1993). Polymer-layered silicate nanocomposites: in situ intercalative polymerization of epsilon-caprolactone in layered silicates. *Chemistry of materials*, 5(8), 1064-1066. doi: <https://doi.org/10.1021/cm00032a005>
- Moet, A. A. (1996). *Journal of Materials Science*, 31(13), 3589-3696. doi: <https://doi.org/10.1007/BF00360767>
- Novak, B. M., Ellsworth, M. W., & Verrier, C. (1994). *Special Publications of the Royal Society of Chemistry*, 139, 41-45.
- Novak, B. M., Ellsworth, M. W., & Verrier, C. (1995). *ACS Symposium series*, 585, 86-96.
- Usuki, A., Kojima, Y., Kawasumi, M., Okada, A., Fukushima, Y., Karauchi, T., & Kamigaito, O. (1993). Synthesis of nylon 6-clay hybrid. *Journal of Materials Research*, 8(5), 1179-1184. doi: <https://doi.org/10.1557/JMR.1993.1179>
- Utracki, L. A. (2000). *Polymeric Nanocomposites*. Internal Report. Industrial Materials Institute. National Research Council Canada (IMI-NRC). Boucherville, Quebec, p. 4.
- Vaia, R. A., Jandt, K. D., Kramer, E. J., & Giannelis, E. P. (1996). Microstructural evolution of melt intercalated polymer-organically modified layered silicates nanocomposites. *Chemistry of Materials*, 8(11), 2628-2635. doi: <https://doi.org/10.1021/cm960102h>
- Vaia, R. A., Jandt, K. D., Kramer, E. J., & Giannelis, E. P. (1995). *Macromolecules*, 28(24), 8080-8085. doi: <https://doi.org/10.1021/ma00128a016>
- Vaia, R. A., Sauer, B. B., Tse, O. K., & Giannelis, E. P. (1997). Relaxations of confined chains in polymer nanocomposites: glass transition properties of poly(ethylene oxide) intercalated in montmorillonite. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 35(1), 59-67. doi: [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1099-0488\(19970115\)35:1<59::AID-POLB4>3.0.CO;2-Q](https://doi.org/10.1002/(SICI)1099-0488(19970115)35:1<59::AID-POLB4>3.0.CO;2-Q)
- Wang, M. S., & Pinnavaia, T. J. (1994). Clay-polymer nanocomposites formed from acidic derivatives of montmorillonite and an epoxy

- resin. *Chemistry of Materials*, 6(4), 468-474. doi: <https://doi.org/10.1021/cm00040a022>
- Wang, Z., Lan, T., & Pinnavaia, T. J. (1996). Hybrid organic– inorganic nanocomposites formed from an epoxy polymer and a layered silicic acid (Magadiite). *Chemistry of Materials*, 8(9), 2200-2204. doi: <https://doi.org/10.1021/cm960263l>
- Wu, J., & Lerner, M. M. (1993). Structural, thermal, and electrical characterization of layered nanocomposites derived from sodium-montmorillonite and polyethers. *Chemistry of Materials*, 5(6), 835-838. doi: <https://doi.org/10.1021/cm00030a019>

Thermoplastic biocomposites reinforced with vegetal fibers and using lignin as anti-oxidant

Modalidad: Ponencia Magistral

Abstrac

Cellulose and Lignin are the most abundant polymers in the world. Cellulose fibers occur in different forms and with variable mechanical properties. It can substitute glass fibers, with advantages, as a reinforcing agent for thermoplastics. Lignin is a complex natural polymer containing guaiacyl and syringyl phenolic units, which are responsible for its antioxidant activity, similar to what occurs with the commercial hindered phenols used as primary antioxidants for polymers. We use these two raw materials in combination with polypropylene, high-density polyethylene and polyamide-6 to make biocomposites by extrusion and injection molding. The mechanical properties and stability achieved with these thermoplastics permits to envisage their application by the plastics industry.

Palabras claves: *Thermoplastics, biocomposites, vegetal fibers, lignin, renewable resources.*

Introduction

In the last years, there is a crescent tendency to use renewable resources for producing goods in general. The plastics industry is no exception to this trend and there are commodity thermoplastics produced with monomers obtained from sugar cane or corn ethanol, plasticizers and lubricants from vegetal oils, fillers from agricultural residues and reinforcements with vegetal fibers (biocomposites). This tendency attends to a demand for environmentally friendly materials and for weight and cost reductions.

Aiming to substitute glass-fiber reinforced composites, our research group developed biocomposites of high-density polyethylene (Araujo, Mano, Teixeira, Spinacé, & De Paoli, 2010). HDPE, polypropylene (Mano, Araújo, Spinacé, & De Paoli, 2010), PP, cellulose acetate (Gutiérrez, De Paoli, & Felisberti, 2012) and polyamide-6 (Santos, Spinacé, Feroselli, & De Paoli, 2009), PA-6, reinforced with Curauá fibers. Despite the excellent results obtained, the lack of large-scale production of this fiber encouraged us to replace them by cellulose fibers. The paper industry

Marco Aurelio De Paoli¹

¹ Laboratório de Processamento de Polímeros, Instituto de Química, Unicamp, Campinas, Brasil mdepaoli@iqm.unicamp.br

produces these fibers with reproducible properties and in a large scale. Additionally, this same industry produces lignin as a by-product of the cellulose bleaching process. In our laboratory, we prepared biocomposites using cellulose fibers with PP (Gadioli, Morais, Waldman, & De Paoli, 2014). PA-6 (Fernandes, Gadioli, Yassitepe, & De Paoli, 2017) and greenHDPE (Guilhen, Gadioli, Fernandes, Waldman & Aurelio De Paoli, 2017). We tested the anti-oxidant activity of Lignin in comparison to commercial hindered phenol stabilizers for PA-6 (Fernandes, et al., 2017), PP ((Gadioli, Waldman & De Paoli, 2016), in press and HDPE (Guilhen, et al., 2017), with excellent results.

The aim of our research is to use cellulose fibers, produced by the Kraft Process of *Eucalyptus grandis*, to reinforce thermoplastics, producing drop-in biocomposites. In comparison to glass-fiber reinforced plastics, the advantages are the reduction in weight, cost and reduced processing equipment wear. Parallel to this, the antioxidant activity of lignin is comparable to commercial stabilizers.

Experimental Part

Braskem and Sabic supplied the thermoplastics used in this work. We used the cellulose fibers in the form of pellets and the lignin as a powder. Croda supplied the maleic anhydride modified compatibilizers and BASF the other additives.

We prepared the composite formulations using a corotating twin-screw extruder (Coperion Werner Pfleiderer ZSK-26, L/D = 44) equipped with a side feeder and Brabender gravimetric feeders. Test samples prepared by injection molding were used for aging studies and characterization by mechanical properties (tensile, flexural and impact), FTIR, SEM, TGA, DSC, OIT and XPS. Fiber content was confirmed by gravimetry, after Soxhlet extraction of the fibers with solvent.

Results and Discussions

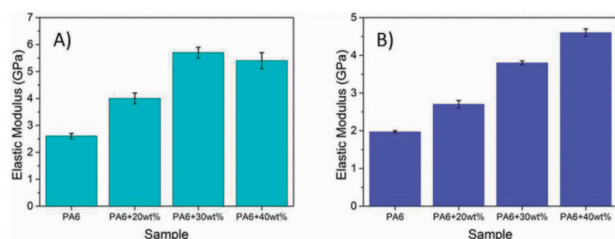


Figure 1. (A) tensile and (B) flexural properties of PA-6 composites reinforced with bleached cellulose fibers in comparison to pure PA-6.

Figure 1 exemplifies the reinforcement effect of bleached cellulose fibers in PA-6 composites.

Figure 2 compares the variation of the mechanical properties of PP stabilized with Lignin, PLS, in comparison to Irganox 1010™, PPS, in an accelerated aging experiment.

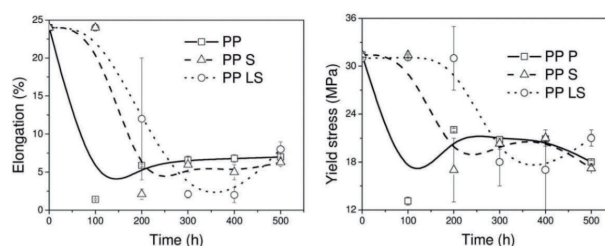


Figure 2- Variation of mechanical properties as a function of aging time for PP, PPS and PPLS.

The deterioration of the yield stress and elongation, as a function of aging, is lower for the lignin-stabilized sample in comparison to the commercial one.

Conclusions

The results indicate that cellulose fibers reinforced thermoplastics are promising substitutes for their glass-fiber reinforced counterparts and that lignin, from the Kraft process of *Eucalyptus* wood, is a promising green substituent to synthetic hindered phenol stabilizers.

Acknowledgements

Author thank the financial support from FAPESP, under grant number 2010/17804-7, and the senior researcher fellowship from CNPq.

References

- Araujo, J. R., Mano, B., Teixeira, G. M., Spinacé, M. A. S., & De Paoli, M. A. (2010). Biomicrofibrillar composites of high density polyethylene reinforced with curauá fibers: Mechanical, interfacial and morphological properties. *Composites Science and Technology*, 70(11), 1637-1644. doi: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2010.06.006>
- Fernandes, F. C., Gadioli, R., Yassitepe, E., & De Paoli, M. A. (2017). Polyamide-6 composites reinforced with cellulose fibers and fabricated by extrusion: Effect of fiber bleaching on mechanical properties and stability.



- Polymer Composites, 38(2), 299-308. doi: <https://doi.org/10.1002/pc.23587>
- Gadioli, R., Morais, J. A., Waldman, W. R., & De Paoli, M. A. (2014). The role of lignin in polypropylene composites with semi-bleached cellulose fibers: Mechanical properties and its activity as antioxidant. *Polymer Degradation and Stability*, 108, 23-34. doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2014.06.005>
- Gadioli, R., Waldman, W., & De Paoli, M. (2016). Lignin as a green primary antioxidant for polypropylene. *Journal of Applied Polymer Science*, 133(45). doi: <http://dx.doi.org/10.1002/app.43558>
- Guilhen, A., Gadioli, R., Fernandes, F., Waldman, W., & Aurelio De Paoli, M. (2017). High-density green polyethylene biocomposite reinforced with cellulose fibers and using lignin as antioxidant. *Journal of Applied Polymer Science*, 134(35), 45219. doi: <http://dx.doi.org/10.1002/app.45219>
- Gutiérrez, M. C., De Paoli, M. A., & Felisberti, M. I. (2012). Biocomposites based on cellulose acetate and short curauá fibers: Effect of plasticizers and chemical treatments of the fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43(8), 1338-1346. doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.03.006>
- Mano, B., Araújo, J. R., Spinacé, M. A. S., & De Paoli, M. A. (2010). Polyolefin composites with curaua fibres: Effect of the processing conditions on mechanical properties, morphology and fibres dimensions. *Composites Science and Technology*, 70(1), 29-35. doi: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2009.09.002>
- Santos, P. A., Spinacé, M. A., Fermoselli, K. K., & De Paoli, M. A. (2009). Efeito da forma de processamento e do tratamento da fibra de curauá nas propriedades de compósitos com poliamida-6. *Polímeros*, 19, 31. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/S0104-14282009000100010>

Estudio de comportamiento mecánico a tracción de un material compuesto a partir de polietileno de baja densidad (reciclado) cargado con bagazo de cáscara de cacao

Modalidad: Póster

Resumen

En este estudio, se preparó un material compuesto de matriz polimérica termoplástica, consistente en polietileno de baja densidad (PEBD) de origen reciclado, reforzado con fibras de bagazo de cacao "*Theobroma cacao*" (BC). La preparación se llevó a cabo mediante mezcla mecánica de los componentes a temperatura ambiente y posterior moldeo por compresión a 190 °C de temperatura y 50 kg/cm² de presión. Las fibras naturales fueron extraídas del material residual del fruto del cacao, mediante corte, desbastado y posterior secado a 60 °C por 24 horas. Los compuestos fueron preparados con diferentes contenidos de fibras: 10%, 20% y 30% (peso/peso). De cada lamina de compuesto obtenido se extrajeron las muestras que fueron ensayadas a tracción de acuerdo a la norma ASTM-D638. Los compuestos PEBD/BC mostraron valores de esfuerzo máximo entre 5 y 10 [MPa], mientras que los módulos de elasticidad se ubicaron entre 0.43 a 0.79 [GPa] y deformaciones entre 2.9 y 4.7 %. Estos valores, comparados con el comportamiento mecánico a tracción del PEBD, sin contenido de bagazo de cacao, mostraron que el módulo de elasticidad no se ve afectado, sin embargo, los valores de esfuerzo máximo y porcentaje de elongación presentan disminuciones importantes (40 y 80 % respectivamente), indicando una deficiente interacción del contenido de carga con la matriz polimérica utilizada. Para mejorar la relación interfacial en este tipo de compuestos se pueden explorar la modificación química de la carga de BC, así como la homogenización de la mezcla. Con este estudio se busca considerar la posibilidad de obtener un material de muy bajo impacto ambiental, fabricado a partir de materia prima reciclada o residual, que pueda ser usado en diferentes aplicaciones.

Palabras claves: *Compuestos poliméricos, fibras naturales, propiedades mecánicas, polietileno de baja densidad, Theobroma cacao.*

German Adolfo Díaz-Ramírez^{1*}

Luis Alberto Laguado Villamizar²

Oscar Arnulfo Acosta Cardenas³

^{1*} Unidades Tecnológicas de Santander, Grupo de investigación en diseño y materiales "DIMAT", Calle de los estudiantes n° 9-82, Bucaramanga, Colombia. Universidad Industrial de Santander, Escuela de Diseño Industrial. Gdiaz@correo.uts.edu.co, germanadiazr@yahoo.com

^{2,3} Unidades Tecnológicas de Santander, Grupo DIMAT, Bucaramanga, Colombia.



Introducción

En la última década los materiales compuestos de matriz polimérica y refuerzo de fibras naturales han ganado interés, entre investigadores e industriales, como posible alternativa a los compuestos poliméricos reforzados con fibras sintéticas como las de vidrio. Lo anterior debido a sus ventajas específicas tales como resistencia a la tensión, al desgaste y a la fatiga; sumado a lo anterior, existe una creciente preocupación mundial por el cuidado del medio ambiente y el uso moderado y sustentable de los recursos naturales y que tengan potencial económico (Faruk, Bledzki, Fink, & Sain, 2012; John, & Thomas, 2008; Vriesmann, Teófilo, & de Oliveira Petkowicz, 2012).

Desde el punto de vista ambiental, uno de los problemas en la actualidad es el poco uso que se da a los residuos agroindustriales lignocelulósicos como la cascarilla de arroz, los residuos de cosechas de cereales, bagazo de caña de azúcar y del desfibrado de plantas diversas, entre otros. Todos estos residuos son dejados como desechos en los cultivos, devueltos al campo como fertilizantes, y en casos menos afortunados, aunque frecuentes, se convierten en agentes contaminantes (Proaño, Bonilla, & Aldás, 2015).

El cultivo de cacao "*Theobroma cacao*" constituye uno de los renglones socio-económicos más importantes de nuestro país y en particular de la región Santandereana. Del fruto del cacao se extraen las semillas húmedas de su parte interior, lo que constituye un 10% del peso total del mismo, las cuales son secadas y comercializadas principalmente hacia la industria de fabricación de chocolate (Vriesmann et al., 2012). En el proceso de extracción de las semillas, la corteza de la mazorca, que ocupa entre un 52 a 76% de la fruta del cacao, es desechada en el mismo cultivo, con lo cual se causan problemas ambientales, malos olores y proliferación de enfermedades en los cultivos como la podredumbre negra o mazorca negra del cacao, al formarse grandes cantidades de estos residuos en los suelos de los cultivos; por tal razón, la búsqueda de alternativas para el uso de este subproducto de la cosecha del cacao, representa un reto importante. El procesamiento del bagazo de la mazorca del cacao puede ofrecer alternativas económicas a su cultivo, así como puede contribuir a la disminución de los problemas ambientales asociados al mismo.

Por otra parte, los compuestos poliméricos reforzados con fibras naturales se están desarrollando como una alternativa económicamente atractiva y de bajo impacto ambiental, en comparación con fibras sintéticas como las

de vidrio. Las fibras de celulosa poseen propiedades que les permiten su viabilidad como agentes reforzantes de compuestos poliméricos, tales como: aceptable resistencia mecánica a tracción y compresión, altos módulos de elasticidad específicos, biodegradabilidad y sobretodo bajo costo. Por otra parte, el uso de fibras naturales como refuerzo de compuestos poliméricos, causa menos deterioro en los equipos utilizados para los procesos de manufactura, fuentes de materias primas renovables y mínimo riesgo a la salud humana (Mohammed, Ansari, Pua, Jawaid, & Islam, 2015). Entre los usos potenciales para poliolefinas recicladas con carga de materiales celulósicos pueden estar: el campo de la construcción, perfilería para elementos arquitectónicos, paneles para divisiones e industria automotriz entre otros. De todas estas, el polietileno de baja y alta densidad (PEAD, PEBD), son los de mejor perspectiva de uso debido a su fácil disponibilidad como residuo (Cruz-Estrada, Fuentes-Carrillo, Martínez-Domínguez, Canché-Escamilla, & García-Gómez, 2006; Gago et al., 2011).

Mediante este trabajo se busca estudiar la posibilidad del uso de bagazo de mazorca de cacao como fuente primaria de material de refuerzo para compuestos poliméricos a base de polietileno de baja densidad reciclado, con lo cual se busca generar una reducción en el impacto ambiental y adicionalmente una fuente adicional de ingresos para los cultivadores de cacao de la región santandereana.

Parte Experimental

Obtención y preparación de las materias primas

Las fibras de cacao fueron obtenidas de cultivos de la región. Se tomaron mazorcas maduras, a las que se les extrajo la fibra de la cáscara mediante rayado, luego se llevó a cabo un secado en horno con corriente de aire a 60 °C por 24 horas, posteriormente el material fue molido para reducir y homogenizar tamaño de partículas y finalmente fue tamizado usando mallas entre #14 y #40, obteniendo tamaños de partículas entre 400 y 800 [mm].

El Polietileno de baja densidad reciclado utilizado fue suministrado por la empresa Ekoplastic S.A.S, quienes dentro de su proceso de manufactura elaboran pellets de PEBD reutilizado por extrusión.

Preparación del compuesto polimérico

En primer lugar, se elaboraron placas de 120*120*4 [mm] en PEBD sin carga de bagazo de cacao para establecer las propiedades mecánicas de control, utilizando un equipo de moldeo por compresión marca Berstorff; las placas se fabricaron a 190 °C y 50 kg/cm² de presión sostenida por espacio de 1 hora por cada muestra. Posteriormente las placas fueron cortadas y ajustadas a las dimensiones de las probetas, según la norma ASTM D638-14 (2014).

El material compuesto fue preparado mediante mezcla mecánica de los componentes en proporciones 10%; 20% y 30% BC/PEBD reciclado (peso/peso) a temperatura ambiente, y posteriormente moldeado por compresión bajo las mismas especificaciones explicadas anteriormente.

Caracterización del material compuesto

En la figura 1 se muestra la geometría de las probetas utilizadas, correspondientes a las muestras tipo IV de la norma. Los ensayos a tracción fueron llevados a cabo en una maquina universal de ensayos MTS Bionix con celda de carga de 5 Kn. Los ensayos se llevaron a cabo inicialmente a una velocidad de avance de 10 mm/min, pero posteriormente se ajustó esta velocidad a 5 mm/min para mantenerse dentro de los tiempos recomendados por la norma (entre 30 seg y 5 min).

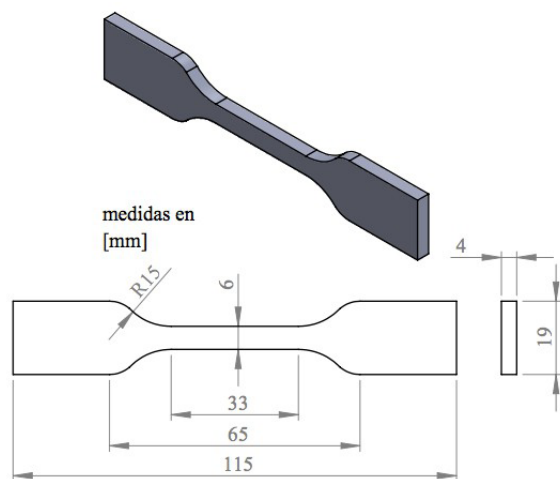


Figura 1. Esquema de las probetas utilizadas para el ensayo de tracción según norma ASTM D-638-14

Resultados y discusiones

Los ensayos a tracción del PEBD sin carga de BC mostraron valores de esfuerzo máximo entre 16 y 18

[MPa] y módulo de elasticidad de 0.4 a 0.6 [GPa], valores acordes con la literatura referenciada. La curva esfuerzo vs. deformación obtenida también se asemejó al de un polímero termoplástico convencional. (figura 2)

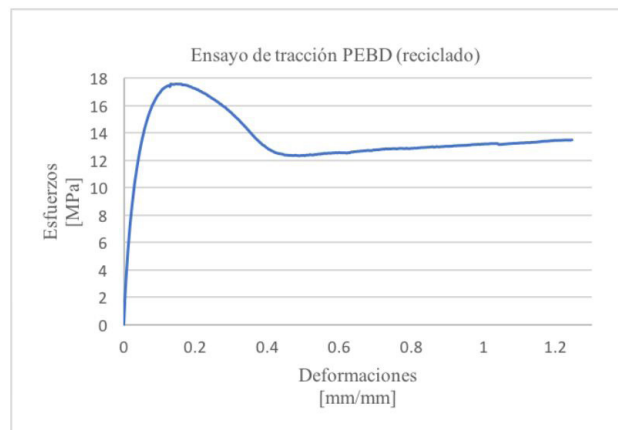


Figura 2. Curva esfuerzo-deformación del Polietileno de baja densidad (PEBD) reciclado.

Fuente: Los Autores

El comportamiento mecánico de los materiales compuestos obtenidos se muestra en la figura 3, en ella es posible observar la disminución en la rigidez del material a medida que aumenta el contenido de BC. Los valores promedio obtenidos para las propiedades estudiadas (Resistencia máxima, módulo de elasticidad y % de elongación) se resumen en la tabla 1.

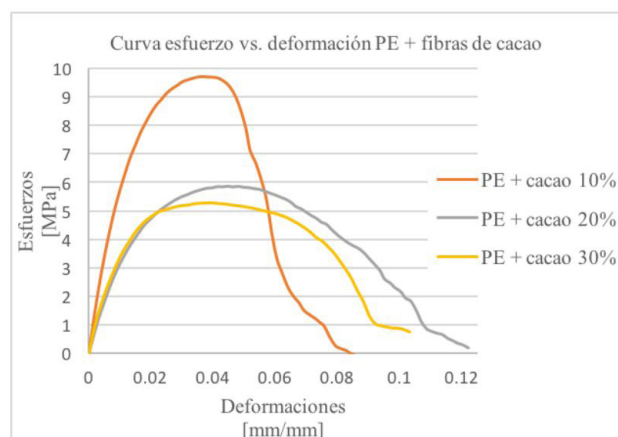


Figura 3. Curva esfuerzo-deformación del Polietileno de baja densidad (PEBD) reciclado con carga de bagazo de cacao.

Fuente: Los Autores



Tabla 1. Propiedades mecánicas de tracción de PEBD reciclado sin y con carga de bagazo de cáscara cacao a diferentes contenidos en peso.

	Resistencia-Máxima [MPa]	Módulo de Elasticidad [GPa]	% de Elongación
PEBD	17.53	0.56	22.09
PEBD (10% FC)	11.27± 2.2	0.79± 0.02	4.69± 1.19
PEBD (20% FC)	6.24± 1.78	0.50± 0.06	3.77± 1.2
PEBD (30% FC)	5.18± 0.36	0.43± 0.12	2.95± 2.6

El análisis de la zona interfacial y los mecanismos de falla se llevó a cabo mediante micrografías SEM (figura 4); en las imágenes a y b se observa la ampliación de una partícula de bagazo de cacao rodeado por la matriz de PEBD, en ellas se observa un buen recubrimiento, aunque quedan zonas en las que la matriz no alcanzó a recubrir en su totalidad.

Por otra parte, en c y d se observa una ampliación de la zona interfacial, en la cual nuevamente se observan espacios entre la matriz y la carga de partículas de cacao, lo que indica una deficiente adhesión entre los constituyentes, esto puede deberse a la falta de un tratamiento de preparación o tratamiento de la carga de cacao, seguido de la contracción de la matriz en el proceso de enfriamiento del material compuesto obtenido, luego de su manufactura, la cual recordando, se llevó a cabo alrededor de 200 °C.

Finalmente en e, f y g se amplía la zona de falla en donde se observa el comportamiento diferenciado de ruptura entre la matriz y la carga de bagazo de cacao, el cual presenta falla dúctil para el PEBD y frágil para el BC, lo anterior debido a que no se presentó una interacción fuerte entre los componentes. La falla consistió en un desprendimiento de la carga de cacao de la matriz, seguida de una deformación dúctil de esta, lo cual explica la disminución de la resistencia máxima a la tracción del compuesto, respecto al PEBD sin carga de partículas de cacao.

La disminución en el desempeño mecánico del compuesto se puede atribuir entonces, a una insuficiente interacción entre el BC y la matriz, se debe por tanto analizar la composición química del bagazo de cacao para determinar la mejor estrategia para funcionalizar este componente, a fin de que pueda actuar como refuerzo, más que como carga; por otra parte, se requiere homogenizar la mezcla de los componentes, para lo cual se debe asegurar la interacción de los componentes en el proceso de manufactura.

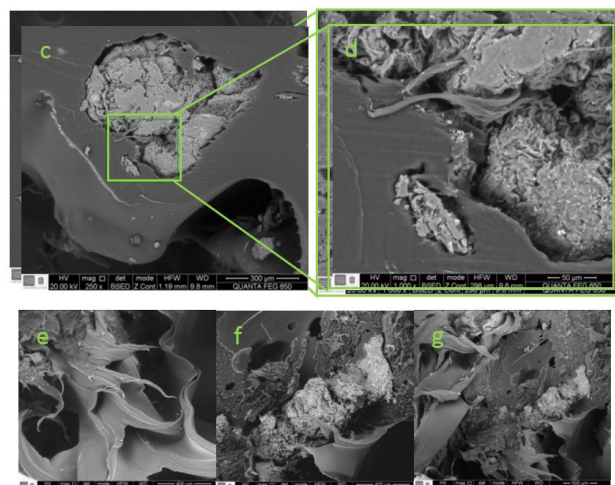


Figura 4. Microscopías electrónicas de barrido (SEM) del material compuesto PEBD/BC. a y b: ampliación de partícula de cacao en matriz de PEBD; c y d: ampliación de zona interfacial; e, f y g: ampliación de zona de falla.

Fuente: Los Autores.

Conclusiones

Se definió un protocolo para la extracción del bagazo de cacao en forma de partículas, en estas el tamaño y la geometría son variables que requieren mayor estudio, así como la preparación o modificación de estas, a fin de mejorar la compatibilidad de estas con la matriz termoplástica utilizada.

En cuanto al proceso de fabricación de los compuestos por el método de prensado, se debe evaluar el efecto del tiempo y la temperatura utilizados en el proceso; las dos son variables que influyen en los resultados finales, principalmente la homogeneidad y porosidad del material obtenido.

La resistencia a la tracción de los compuestos fabricados, así como su porcentaje de elongación decrecieron con el aumento del contenido de cacao, sin embargo, el módulo de elasticidad se mantuvo en niveles similares, esto amerita realizar una evaluación de dicho comportamiento ante otras sollicitaciones como compresión o flexión.

Finalmente, se recomienda profundizar en otros aspectos de estudio, tales como las condiciones fisicoquímicas del bagazo de cacao, los tipos de matrices a utilizar, y los mecanismos de adhesión interfacial entre otros, con el fin de desarrollar aplicaciones adecuadas a los materiales propuestos.

Agradecimientos

se agradece al personal técnico del laboratorio de procesos industriales de la escuela de Ingeniería Química y al laboratorio de microscopía electrónica, al laboratorio de caracterización de materiales de la Universidad Industrial de Santander; a la empresa Ekoplastic S.A.S por su cooperación y al laboratorio de resistencia de materiales de las Unidades Tecnológicas de Santander.

Referencias

- ASTM D638-14 (2014). Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. American Society for Testing Materials ASTM.
- Cruz-Estrada, R. H., Fuentes-Carrillo, P., Martínez-Domínguez, O., Canché-Escamilla, G., & García-Gómez, C. (2006). Obtención de materiales compuestos a base de desechos vegetales y polietileno de alta densidad. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 5(Su1).
- Faruk, O., Bledzki, A. K., Fink, H. P., & Sain, M. (2012). Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Progress in polymer science*, 37(11), 1552-1596. doi: <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003>
- Gago, J., León, K., Ramos, V., Santiago, J., López, A., Acevedo, M., & Solís, J. (2011). Desarrollo de un material compuesto a base de residuos de madera Capirona (*Calycophyllum spruceanum*) y polietileno. *Inf Científico Tecnológico*, 1, 43–48.
- John, M. J., & Thomas, S. (2008). Biofibres and biocomposites. *Carbohydrate polymers*, 71(3), 343-364. doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2007.05.040>
- Mohammed, L., Ansari, M. N., Pua, G., Jawaid, M., & Islam, M. S. (2015). A review on natural fiber reinforced polymer composite and its applications. *International Journal of Polymer Science*, 2015. doi: <https://doi.org/10.1155/2015/243947>
- Proaño, A., Bonilla, O., & Aldás, M. (2015). Desarrollo de un Material Compuesto de Matriz de Poliuretano Rígido Reforzado con Fibra de Raquis De Palma Africana. *Revista Politécnica*, 36(2), 1–7.
- Vriesmann, L. C., Teófilo, R. F., & de Oliveira Petkowicz, C. L. (2012). Extraction and characterization of pectin from cacao pod husks (*Theobroma cacao* L.) with citric acid. *LWT-Food Science and Technology*, 49(1), 108-116. doi: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2012.04.018>

Obtención de un compuesto polimérico a partir de polipropileno fibroreforzado con bagazo de la caña de azúcar

Modalidad: Póster

Edward Martínez Culchac¹
 Juan Sebastián Mosquera¹
 Karen Sofia Ospina¹
 Angee Catalina Castro¹
 Édgar Rivera Tafur¹
 Juan Manuel González²

¹ IE Jorge Eliécer Gaitán, calle 41 # 40-46, Palmira, Colombia, lagaitaninvestiga@iejega.edu.co

² Tecnoacademia nodo Cali, Grupo de Investigación en Desarrollo de Materiales y Productos GIDEMP, Centro ASTIN-SENA. jmgonzalez43@misena.edu.co

Resumen

Se utilizó el moldeo por inyección para elaborar probetas de polipropileno (PP) y mezclas con 20% y 30% de bagazo de caña. También, se determinó la granulometría del bagazo y la densidad de las materias primas. Para determinar composición química se utilizó espectroscopía Raman, encontrando que las fibras hacen que incremente el ruido y se presente fluorescencia. Además se observaron bandas correspondientes al PP, lignina y celulosa. Para determinar las propiedades térmicas, se realizó termogravimetría (TGA) y calorimetría diferencial (DSC), encontrando una reducción en la etapa de absorción de calor y un incremento en la temperatura de transición de fase sólida a líquida. Las pruebas de tracción realizadas indicaron una reducción en la elasticidad con resistencias máximas similares para todos los porcentajes de bagazo.

Palabras claves: Polipropileno, Tracción, Bagazo.

Introducción

La problemática generada por la contaminación ambiental en la industria del plástico, ha obligado a los investigadores a buscar soluciones que permitan obtener materiales con características similares, pero que se puedan tener una disposición final que afecte lo mínimo posible las características del ecosistema donde este es finalmente ubicado, en otras palabras que el material sea biodegradable. El propósito del presente proyecto es utilizar el bagazo de la caña de azúcar para reforzar un material polimérico, lo que permite utilizar un residuo agroindustrial de la elaboración de azúcar en la región del Valle del Cauca, el cual es utilizado actualmente como combustible en calderas.

Investigaciones realizadas por diferentes autores han permitido demostrar que incluir hasta un 30% de material lignocelulósico proveniente de una actividad agroindustrial, permite obtener un material con buenas propiedades que puede ser utilizado en una gran variedad de aplicaciones, las principales características están relacionadas en buenas propiedades mecánicas y con densidad relativamente baja (Stael, Tavares, d'Almeida, 2001; Brown et al, 2007)

Por tanto, los materiales compuestos que contienen desechos provenientes de actividades agroindustriales toman importancia, ya que no solo permiten el uso del residuo, sino que permite incluir materiales biodegradables con buenas propiedades en combinación de polímeros ampliamente utilizados en la industria. Estos materiales requieren propiedades específicas cuando se desean aplicar como empaques o en la industria del embalaje y con la capacidad de ser parcialmente biodegradable.

Detalles experimentales

Se fabricaron probetas tipo hueso de polipropileno tipo random obteniendo muestras correspondientes a mezclas de 20% y 30% de bagazo, utilizando el método de moldeo por inyección, antes de realizar la inyección se procedió a determinar la distribución granulométrica del bagazo, utilizando una tamizadora de tres golpes y tamices número 25, 50, 80, 100, 200, 220. La densidad fue medida utilizando el método de desplazamiento de agua. Las probetas fueron caracterizadas por medio de espectroscopia Raman, utilizando las siguientes condiciones: Laser 633 nm de longitud de onda, Potencia 25 mW, Tiempo de exposición 20 s, Numero de exposiciones 50.

Para determinar propiedades térmicas de los materiales se utilizó TGA/DSC, con las siguientes condiciones: Taza de calentamiento 10° C / min, Rango temperatura: 25-700° C, Gas N2, 50 SCCM La resistencia de la tensión se determinó en la maquina universal de ensayos utilizando probetas según la norma ASTM-D638, con velocidad constante de 200 mm / min.

Resultados y discusiones

La figura 1 muestra la distribución granulométrica de la fibra. La cual es multimodal para tamices 50 y 80 (300 y 180 micrómetros respectivamente).

Los resultados obtenidos indican una granulometría adecuada para ser utilizada durante el proceso de inyección.

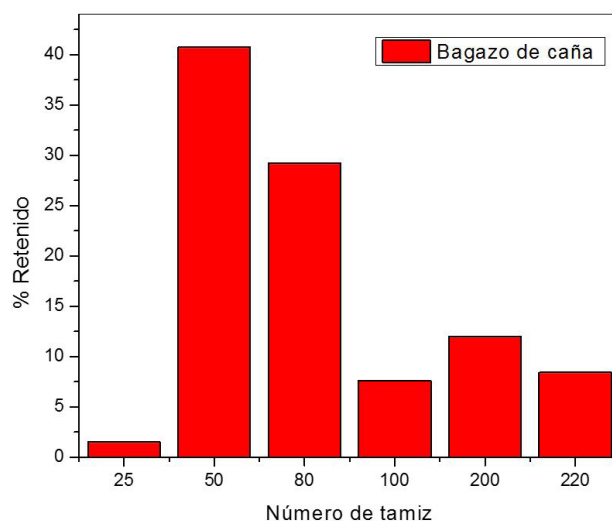


Figura 1. Distribución granulométrica del bagazo de caña utilizado para producir el compuesto.

La espectroscopía Raman se observa en la figura 2. El patrón del polipropileno muestra los picos característicos del material polimérico, previa comparación con la carta número 9967, base de datos HR-FT Raman Polymer library. De esta forma se confirma la presencia de un material óptimo para la extrusión de las mezclas.

La tabla 1 muestra los resultados obtenidos de densidad aparente utilizando el método de desplazamiento de agua. A pesar de la inclusión de la fibra, no se observa una tendencia a la reducción de la densidad, sin embargo todos los valores se encuentran dentro de lo reportado en la ficha técnica y la literatura.

Tabla 1. Resultados obtenidos al utilizar la prueba de densidad.

Material	Densidad (g/ml)
PP	0,91 ±0,13
80% PP-20% bagazo	0,97±0,14
70% PP-30% bagazo	1,08±0,13
Bagazo	0,55±0,15

Las mezclas realizadas muestran un espectro similar al presentado por el patrón, sin embargo, se observa una banda atribuible a la fibra entre 1500 y 1750 cm⁻¹, la cual se atribuye a la presencia de lignina (grupos fenilo) (Chandel et al., 2014).

El incremento en el ruido y en la pendiente de la línea base en los espectros, indica la aparición de photobleaching y fluorescencia, los cuales se atribuyen a la reducción de la



calidad superficial de las probetas y la heterogeneidad del material mezclado.

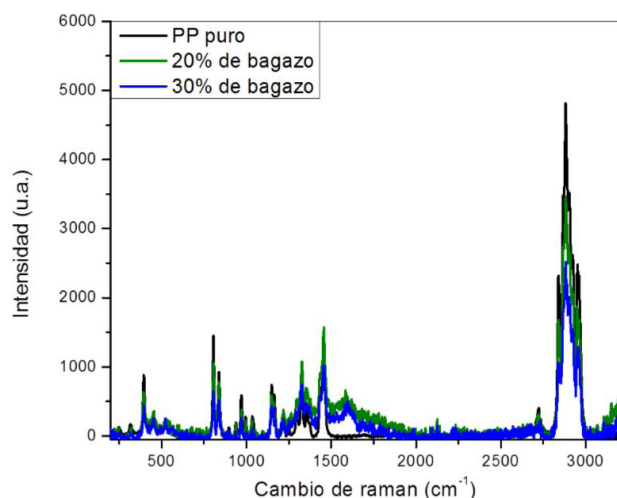


Figura 2. Espectroscopía Raman del PP y las mezclas realizadas.

Conclusiones

Entre el tamiz 50 y 80 se encuentra la mayor cantidad del material retenido y el 70% de la muestra, el resto de la distribución se ubica en tamices mayores indicando menor tamaño. La utilización del método de desplazamiento de agua nos permitió observar diferencia considerable en la densidad, sin embargo todos los valores son similares a lo reportado por otros autores. La espectroscopía Raman confirmó la composición del PP y de las mezclas, permitiendo realizar un análisis de control de calidad al proceso de extrusión.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Tecnoparque Nodo Cali-Centro ASTIN, a través de la ejecución del proyecto ID: 7072, al programa Ondas Valle de COLCIENCIAS y a la institución educativa Jorge Eliécer Gaitán por financiar parcialmente el proyecto.

Referencias

- Chandel, A. K., Antunes, F. A., Anjos, V., Bell, M. J., Rodrigues, L. N., Polikarpov, I., ... & da Silva, S. S. (2014). Multi-scale structural and chemical analysis of sugarcane bagasse in the process of sequential acid-base pretreatment and ethanol production by *Scheffersomyces shehatae* and *Saccharomyces cerevisiae*. *Biotechnology for biofuels*, 7(1), 63.
- Brown Gómez Adolfo, Matellanes Lina, Alvarez Delgado Amaury, Momeñe Emma, Txarroalde José R., Serantes Manuel, Leal Juan A., Renté Arletys. (2007). Disminución del empleo de materiales plásticos a partir de la revalorización del bagazo cubano. *Revista Iberoamericana de Polímeros* 8(4), 287-299.
- Stael G.C., Tavares M.I.B., d'Almeida J.R.M. (2001). Impact behavior of sugarcane bagasse waste-EVA composites. *Polymer Testing* 20, 869-872. DOI: 10.1016/S0142-9418(01)00014-9.

Biocompuestos a partir de polímeros y fibras naturales colombianas

Modalidad: Póster

Resumen

Dentro del desarrollo de productos la investigación de nuevos materiales es un pilar fundamental. Las fibras naturales han demostrado ser una alternativa llamativa para la sustitución de rellenos convencionales en compuestos como la fibra de vidrio o carbono logrando desempeños similares o incluso mejores que estas en diversas aplicaciones industriales. El objetivo de este trabajo es mostrar los adelantos en investigación logrados por la Universidad Autónoma de Occidente en fabricación de biocompuestos.

Palabras clave: biocompuesto, extrusión, fibras naturales.

Introducción

Actualmente la necesidad de desarrollar nuevos productos es un tema de interés a nivel mundial, pero este desarrollo de productos debe estar cobijado una perspectiva de desarrollo sostenible. Actualmente gran parte de las compañías tienen un enfoque muy centrado en prácticas sostenibles de carácter reactivo, esto a causa de las diversas exigencias del mercado y las legislativas. Sin embargo industrias como la metalmecánica, de fundición y de manufactura están optando por estrategias más proactivas debido a su larga trayectoria trabajando en el diseño de productos partiendo desde el análisis del ciclo de vida del producto (Alayón, Säfsten & Johansson, 2017). Debido a esto los materiales biocompuestos surgen como una alternativa llamativa para la fabricación de nuevos productos sostenibles dentro de diversas ramas industriales.

Debido a su carácter renovable, la investigación y desarrollo de biocompuestos ha estado en constante crecimiento y sus aplicaciones se están extendiendo a múltiples áreas, teniendo como principal atractivo la combinación entre bajos costos, biodegradabilidad, disponibilidad y la capacidad de sustituir otros compuestos que utilizan refuerzos tradicionales como las fibras de

Miguel Ángel Hidalgo¹
Juan Manuel Montalvo¹
Juan Pablo Correa¹
Emerson Escobar¹
Jorge Iván Montalvo¹
Alvaro José Rojas¹

¹ Grupo de Investigación en tecnologías para la manufactura (GITEM). Universidad Autónoma de Occidente, Calle 25 # 115-85, Cali, Colombia. *jmmontalvo@uao.edu.co



vidrio, carbono, entre otros (Väisänen, Das & Tomppo, 2017).

El objetivo de este trabajo es mostrar los avances en investigación en compuestos por medio de la metodología utilizada en la Universidad Autónoma de Occidente para elaborar biocompuestos a partir de poliolefinas y fibras naturales residuales de procesos industriales.

Parte experimental

Los materiales utilizados fueron Polipropileno homopolímero grado inyección referencia 575p producido por SABIC, el cual tiene un índice de fluidez de 10.5g/10 min según la ficha técnica, fibras naturales (fique y harina de madera). Estos materiales se procesaron en una extrusora referencia Harden modelo HTDG-20 como se observa en la figura 1, Las propiedades de los biocompuestos se compararon con las propiedades de otros polímeros utilizando el software CES EduPack® versión 2016.



Figura 1. Extrusora Harden modelo HTDG-20

Resultados y discusiones

La figura 2 muestra el proceso utilizado en la extrusora para la fabricación de biocompuestos. La alimentación de

las poliolefinas (en forma de pellets) es realizada mediante un dosificador volumétrico en la tolva 1, mientras que las fibras naturales son adicionadas dentro del cuarto barril por medio de otro dosificador volumétrico el cual se regula para entregar la cantidad de fibra óptima necesaria para la formación de un biocompuesto con la concentración especificada. Una vez el material polimérico se encuentra totalmente fundido, este se mezcla con mayor facilidad con las fibras mejorando la dispersión de estas dentro de la matriz haciendo la mezcla más homogénea.

Debido a las características propias de las fibras, se debe de tener un riguroso control sobre las temperaturas de operación de la extrusora con el fin de evitar la degradación térmica de las fibras y no comprometer las propiedades del biocompuesto. En procesos donde hay grandes cantidades de relleno suele haber una cantidad de aire proporcional a estas, por lo que se debe de tener un sistema de venteo que permita la extracción de estos gases y evitar que se formen burbujas al interior del material. Por este motivo la extrusora utilizada tiene dos zonas de venteo, una antes de la adición de la fibra y otra después de la mezcla entre las fibras y la matriz. De esta forma los gases generados durante el proceso son evacuados y disminuyen la formación de burbujas dentro del material compuesto.

La incorporación de fibras naturales a materiales poliméricos permite mejorar ciertas propiedades del material, mejorando comportamientos mecánicos y logrando disminuir costos en fabricación, en función de la disminución de la masa y la fracción de fibra adicionada a la matriz polimérica (Hidalgo, 2017). Esto se puede apreciar en las gráficas desarrolladas con el software CES EduPack ver figura 3.

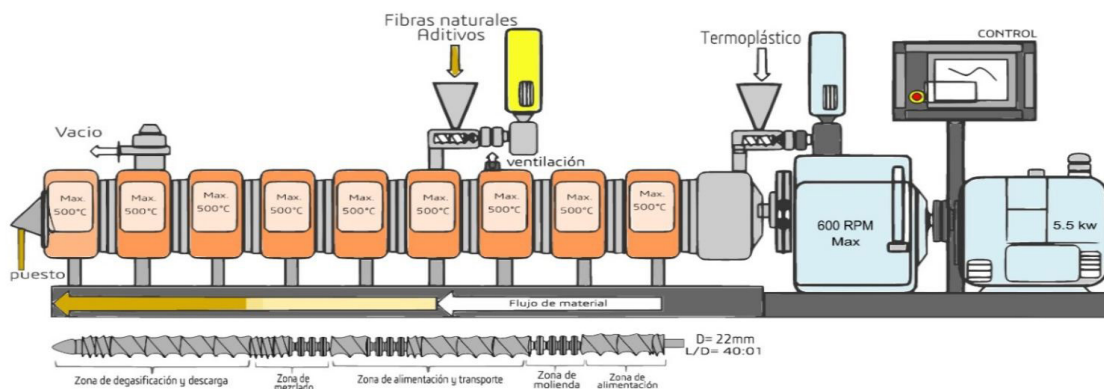


Figura 2. Proceso de fabricación de biocompuestos mediante extrusión doble tornillo

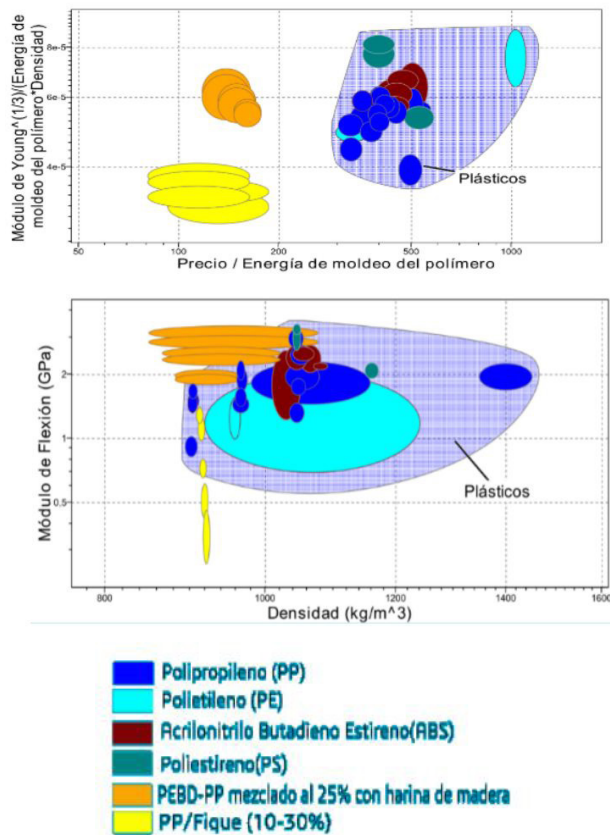


Figura 3. Algunas propiedades de los biocompuestos desarrollados por el grupo

Conclusiones

El refuerzo de matrices termoplásticas y termoestables con fibras naturales aún tiene un amplio campo de investigación y desarrollo, lo cual le abre la posibilidad al grupo GITEM para continuar con estos estudios al tiempo que contribuyen a la disminución de la masa del material polimérico utilizado y los costos de fabricación.

Referencias

- Alayón, C., Säfsten, K., & Johansson, G. (2017). Conceptual sustainable production principles in practice: Do they reflect what companies do? *Journal of Cleaner Production*, 141, 693-701. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.09.079>
- Hidalgo, M. (2017). Colombian Biocomposites: Applications, substitutions and Product Development. 9th International Material Symposium, University of Cambridge. Póster.
- Väisänen, T., Das, O., & Tomppo, L. (2017). A review on new bio-based constituents for natural fiber-polymer composites. *Journal of Cleaner Production*, 149, 582-596. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.02.132>

Análisis de viabilidad respecto a la sustitución del poliestireno expandido por un Bio-compuesto a base de bagazo de caña

Modalidad: Póster

Resumen

El poliestireno expandido es un polímero con gran versatilidad de aplicaciones, una de estas es la fabricación de productos de un solo uso o desechables, el tiempo de uso que prestan estos productos no supera el orden de las semanas y el proceso de degradación de este material puede llegar a tardar hasta 500 años. Por tanto se planteó el desarrollo de un material biocompuesto a partir del bagazo de caña de azúcar, el cual brinde la misma utilidad que el (EPS) y que a su vez reduzca el tiempo de degradación en el medio ambiente. En el proceso de diseño de este nuevo material se tiene en cuenta el análisis de las propiedades físicas y mecánicas.

Palabras claves: *poliestireno expandido, bagazo de caña, impacto ambiental, biocompuesto.*

Introducción

El poliestireno expandido es un material polimérico derivado del petróleo, este material tiene una gran variedad de aplicaciones y una de estas son los empaques para alimentos. La inocuidad, las propiedades térmicas, mecánicas y el bajo costo de producción hacen que este material tenga una gran participación en el mercado de los empaques y embalajes, siendo así un material utilizado en la fabricación de productos de un solo uso o más llamados desechables, generando una gran cantidad de desechos los cuales no son aprovechados en su totalidad mediante el reciclaje.

La degradación del poliestireno expandido en condiciones como las que brinda un relleno sanitario puede llegar a tardar hasta 500 años, por lo que se determina una relación preocupante, ya que los productos desechables

Andrés Ferney Largo León¹
edwin Yesid Gómez Pachón²
Jorge Arturo Torres³

¹ Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia 1, Duitama, Colombia
andresferney@hotmail.com

² Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia 2, Duitama, Colombia
edwin.gomez02@uptc.edu.co

³ Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia 3, Duitama, Colombia
jorge.torres@uptc.edu.co

(Figura 1). ofrecen un tiempo de uso que va desde minutos hasta semanas sin llegar a meses y el tiempo de degradación va desde décadas hasta siglos.



Figura 1. Aplicaciones del (EPS)

Por tanto se hace necesario diseñar y obtener un material que brinde las mismas o mejores propiedades pero que el ciclo de degradación en el medio ambiente sea significativamente más corto.

El material propuesto como sustituto del (EPS) debe cumplir con determinadas características tales como:

- Inocuidad
- Impermeabilidad
- Resistencia al rasgado
- Resistencia a compresión
- Resistencia a la tracción

Aislante térmico

Además de estas características el material que se propone como sustituto debe encontrarse en la naturaleza en cantidades considerables, de fácil obtención y con un bajo costo.

Teniendo en cuenta lo anterior se propone como material base para obtener un sustituto del (EPS) al bagazo de caña de azúcar, ya que este es un desecho industrial que se genera en grandes volúmenes en la industria panelera y azucarera, el cual no se aprovecha en su totalidad en la fabricación de productos secundarios, la viabilidad de la aplicación de este material se debe determinar mediante una comparación de propiedades respecto al poliestireno expandido (Tabla 1).

Desarrollo

Composición del bagazo de caña de azúcar; Humedad: 46-52 %; sólidos particulados: 40-46 %; y sólidos solubles: 6-8 %.

Los sólidos particulados están formados por dos tipos de estructuras bien diferenciadas: las fibras y la medula o meollo. Las fibras están formadas por células cilíndricas y tejidos vasculares de paredes duras, las cuales se encuentran en la corteza y en la parte interior. Por su parte el meollo está formado por células parenquimatosas de forma irregular y de paredes finas con poca fuerza estructural, que se encuentran en la zona central de la caña y son de carácter esponjoso pudiendo absorber hasta 20 veces su propio peso en agua. La parte fibrosa es muy apropiada para la obtención de pulpa para la fabricación de papel y la producción de elementos aglomerados en forma de tableros, sin embargo suele venir acompañada de una parte de la médula que es preciso separar en equipos conocidos como desmeduladores. Los sólidos particulados también están acompañados de algunas cantidades de elementos finos y otros elementos extraños o suciedades que acompañan a la caña durante la cosecha y el transporte a la industria. Las proporciones de estos componentes son: fibra: 60 - 65%; medula: 18 - 20 %; finos e suciedades: 10 - 12%.

Tabla 1. Comparación de propiedades del poliestireno expandido

Características	(EPS)	Bagazo
Densidad	35 Kg/m	70 kg/m
Permeabilidad	1-3%	90%
Temperatura de uso	80°C	110 °C
Color	Blanco	Amarillo

Conclusiones

Una de las desventajas que presenta el bagazo de caña de azúcar frente al poliestireno expandido es la permeabilidad o absorción de agua, una posible solución a este parámetro es la determinación de un material aglomerante inocuo e impermeabilizante que a su vez permita la degradación del bagazo.

Respecto a las propiedades mecánicas el bagazo presenta ventajas ya que este es un material conformado por fibras alineadas las cuales mediante un proceso de conformación pueden generar membranas con mayor resistencia al rasgado y a la tracción



El bagazo de caña presenta una humedad hasta del 52%, por lo tanto se le debe aplicar un proceso de secado neumático ya que al hacer un secado térmico se pueden debilitar las fibras a partir de los 110°C.

La clasificación del bagazo de caña es un factor determinante en el producto final, ya que las fibras largas y gruesas poseen más resistencia respecto al meollo.

Durante el proceso de transformación del material se debe reducir al máximo el tiempo que tarda el bagazo en deshidratarse ya que la fermentación que producen los líquidos debilita las fibras.

Referencias

Alarcón, G. A. R., Sanchez, C. G., Gómez, E. O., & Cortez, L. A. B. (2006). Caracterización del bagazo de la caña de azúcar. Parte II:

características fluidodinámicas. Proceedings of the 6. Encontro de Energia no Meio Rural.

Asociación nacional de poliestireno expandido, (2012). El poliestireno expandido y el medio ambiente, Madrid, España.

Gaster, J., Fink, H. P., Pinnow, M. *Caracterización del bagazo de la caña de azúcar. Parte I: características físicas* 2006, 37, Part A, 1796.

Manals-Cutiño, E. M., Penedo-Medina, M., & Salas-Tort, D. (2015). Caracterización del bagazo de caña como biomasa vegetal. *Tecnología Química*, 35(2), 244-255.

Nanocompuestos poliméricos biodegradables como alternativa en la industria plástica

Juan Pablo Correa^{1,2}
Patricia Eisenberg^{2,3}

¹ Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET), Buenos Aires, Argentina.

² Instituto de Investigación en Ingeniería Ambiental (3iA), Universidad Nacional de General San Martín (UNSAM), Buenos Aires, Argentina.

³ Instituto Nacional de Tecnología Industrial, Buenos Aires, Argentina.

Modalidad: Póster

Resumen

El Ácido Poli láctico (PLA) es uno de los polímeros biodegradables con mayor proyección, sin embargo algunas de sus propiedades son deficientes para la mayoría de aplicaciones en las que este material tiene potencial de reemplazo. Con el objetivo de mejorar el desempeño del PLA se han desarrollado diversas estrategias como la mezcla de este material con otros polímeros biodegradables como el Polibutilenadipato-co-Tereftalato (PBAT) y la obtención de nano compuestos polímeros/arcillas. En este trabajo se estudió la obtención por termo compresión y caracterización de películas basadas en mezclas PLA/PBAT/arcillas orgánicamente modificadas. A partir de estas películas fue posible termo formar productos biodegradables con un gran potencial de aplicación en diversos sectores de la industria plástica.

Palabras claves: *polímeros biodegradables, arcillas, nano compuestos poliméricos, termo compresión.*

Introducción

El uso de polímeros biodegradables de origen renovable como el Ácido Poli láctico (PLA) resulta promisorio como alternativa para reducir el impacto ambiental generado por los plásticos no biodegradables, contribuyendo así al desarrollo sustentable. Sin embargo, algunas características del PLA como su fragilidad, baja resistencia en fundido y angosta ventana de procesamiento limitan el rango de aplicaciones de este material (Jamshidian, Tehrany, Imran, Jacquot & Desobry, 2010). Una estrategia utilizada para superar estos inconvenientes es el desarrollo de mezclas de PLA con otros polímeros biodegradables flexibles y de mayor estabilidad térmica como el Polibutilenadipato-co-tereftalato (PBAT) (Jiang, Wolcott, & Zhang, 2006). Por otro lado, la incorporación de arcillas orgánicamente modificadas (OMMT) a estas matrices poliméricas resulta en la formación de nano compuestos biodegradables, los cuales poseen mejores propiedades, por ejemplo,



mecánicas, térmicas y de barrera (Shahlari & Lee, 2012). El objetivo de este trabajo fue desarrollar nanocompuestos poliméricos por mezclado en fundido, usando PLA, PBAT y diferentes arcillas, evaluando el efecto del tipo de arcilla en las propiedades de los materiales obtenidos. Igualmente, se pretende lograr un aporte sustentable al desarrollo de productos biodegradables a partir de este nano compuestos con posibles aplicaciones en la industria plástica.

Parte Experimental

Los materiales utilizados fueron en este trabajo fueron PLA “Ingeo™ 3251D” (NatureWorks, Estados Unidos), PBAT “Ecoflex® F Blend “A1200” (BASF, Estados Unidos) y Arcillas Montmorillonitas Cloisite® natural (CNa) y una arcilla Cloisite® modificada (C30B) (Southern Clay Products Inc, Estados Unidos). Las mezclas se realizaron en una proporción PLA 80/PBAT 20 y 5% (%p/p) de las diferentes arcillas en mezclador discontinuo BRABENDER (capacidad de cámara 30 cm³). Las mezclas se realizaron a 180°C, con una velocidad de 60 rpm durante 8 minutos. A partir de estas mezclas se prepararon películas mediante por moldeo por termo compresión a 190°C. Estas películas se caracterizaron mediante difracción de rayos x (DRX), microscopia electrónica de transmisión (TEM), ensayo de tracción, calorimetría diferencial de barrido (DSC), permeabilidad al vapor de agua (WVP). Los datos experimentales de los ensayos de tracción y WVP fueron sometidos a un análisis de varianza (ANOVA) y se aplicó el test de Tukey con un nivel de significancia del 95%.

Resultados y discusiones

La Figura 1 muestra los diagramas de difracción de rayos X realizados a las arcillas y a los nano compuestos PLA/PBAT 80/20/arcillas. En estos diagramas se puede observar un corrimiento del pico de difracción de las arcillas hacia ángulos $2\theta \sim 2^\circ$ en los nano compuestos.

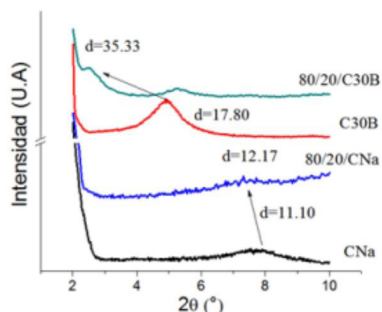


Figura 1. Diagramas de difracción de rayos X de las arcillas comerciales Cloisite® CNa, C30B y sus nanocompuestos 80/20/CNa y 80/20/C30B.

En la Figura 2 se presentan dos micrografías del compuesto 80/20/C30B obtenidas por TEM. En estas micrografías se pueden visualizar zonas claras las cuales corresponden a la matriz PLA y zonas circulares oscuras las cuales corresponden a la fase dispersa PBAT. Las láminas de arcilla se visualizan dispersas en la interface y en la fase PLA.

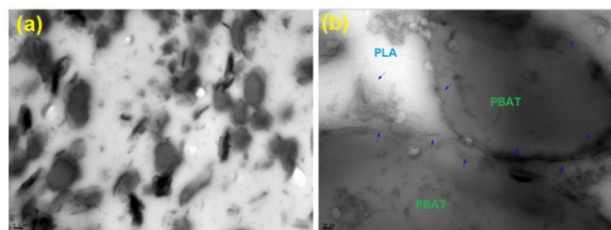


Figura 2. Micrografías TEM de la mezcla PLA/PBAT 80/20/C30B a 10000x (a) y 100.000x (b). Las barras indican 500 y 50 nm respectivamente.

Los resultados del ensayo de tracción de los materiales se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1: Resultados del ensayo de tracción

	Módulo Tensil (MPa)	Esfuerzo Máximo (MPa)	Deformación (%)
PBAT	75 (2) ^a	9,5 (0,6) ^a	250,4 (25,9) ^a
PLA	1611(147) ^b	46,5 (7,0) ^b	4,1 (0,5) ^b
80/20	1352 (65) ^c	34,2 (1,0) ^c	4,1 (0,6) ^b
80/20/CNa	1373 (61) ^c	28,5 (0,8) ^d	3,0 (0,1) ^c
80/20/C30B	1598 (51) ^b	29,2 (0,9) ^d	2,3 (0,1) ^d

Promedio (desv estandar); a-d letras diferentes en la misma columna indican diferencias significativas ($p < 0.05$).

Los valores de los eventos térmicos del ensayo de DSC y los resultados del ensayo de permeabilidad al vapor de agua se encuentran resumidos en la Tabla 2. Con el agregado de la arcilla C30B aumentaron los valores de modulo tensil y estabilidad térmica en atmosfera oxidante, mientras que los valores de permeabilidad al vapor de agua disminuyeron.

Finalmente se evaluó la posibilidad de obtener productos a partir de mezclas y los nano compuestos poliméricos desarrollados. Para lograr este objetivo se realizó un termo formado al vacío de las obtenidas los resultados se observan en la Figura 3. Se observa que la adición de PBAT y arcillas evitó el rasgado de las piezas durante el termo formado, y permitió la obtención de productos con propiedades mejoradas los cuales podrían

ser una alternativa biodegradable en la industria del plástico.

Tabla 2. Propiedades térmicas correspondientes al segundo calentamiento y permeabilidad al vapor de agua de PLA, PBAT, la mezcla 80/20 y sus nanos compuestos.

	Tg °C	Tcc °C	Tm °C	OOT °C	WVP medio (*)
PBAT	-	-	121	234	3,12 (0,03) ^a
PLA	60	100	169	190	1,84 (0,01) ^b
80/20	59	98	168	211	1,81 (0,01) ^b
80/20/CNa	59	100	168	220	2,22 (0,09) ^c
80/20/ C30B	56	95	166	236	1,46 (0,08) ^d

*(x10⁻¹¹g*s⁻¹*m⁻¹*Pa⁻¹); a-d letras diferentes en la misma columna indican diferencias significativas (p<0.05).



Figura 3. Productos termo formados a partir de las películas obtenidas

Conclusiones

Se desarrollaron nano compuestos poliméricos por mezclado en fundido de PLA, PBAT y dos tipos de arcillas (natural y orgánicamente modificada). Las caracterizaciones realizadas mostraron que entre las dos arcillas usadas (CNa y C30B), la C30B tiene una mayor afinidad con una mezcla PLA/PBAT. A partir de los nanocompuestos obtenidos fue posible obtener productos termo formados con propiedades mejoradas los cuales podrían ser alternativas biodegradables sustentables en la industria del plástico.

Referencias

- Jamshidian, M., Tehrany, E. A., Imran, M., Jacquot, M., & Desobry, S. (2010). Poly-Lactic Acid: production, applications, nanocomposites, and release studies. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 9(5), 552-571. doi: <https://doi.org/10.1111/j.1541-4337.2010.00126.x>
- Jiang, L., Wolcott, M. P., & Zhang, J. (2006). Study of biodegradable polylactide/poly (butylene adipate-co-terephthalate) blends. *Biomacromolecules*, 7(1), 199-207. doi: <https://doi.org/10.1021/bm050581q>
- Shahlari, M., & Lee, S. (2012). Mechanical and morphological properties of poly (butylene adipate-co-terephthalate) and poly (lactic acid) blended with organically modified silicate layers. *Polymer Engineering & Science*, 52(7), 1420-1428. doi: <https://doi.org/10.1002/pen.23082>

Evaluación de las propiedades mecánicas y térmicas de materiales compuestos de polipropileno y ceniza de cascarilla de arroz

Lina Marcela Crespo¹
 Carolina Caicedo¹
 María Fernanda González¹
 Cesar Augusto López¹

¹ Grupo de investigación en desarrollo de materiales y productos, Centro de Asistencia Técnica a la Industria - ASTIN, SENA. Complejo Salomia, Calle 52 N° 2 Bis - 15, Cali, Colombia. *Correo: lmcrespo@sena.edu.co

Modalidad: Póster

Resumen

Se estudiaron las propiedades mecánicas y térmicas de compuestos de polipropileno (PP) con carga de ceniza de cascarilla de arroz (CCA), este último se presenta como subproducto de la Industria Arrocera Colombiana. Se obtuvieron seis generaciones de PP mediante la técnica de inyección los cuales fueron mezclados en proporción 80:20 con la carga mineral utilizando 1.5% del agente de acople (PP-g-MA) mediante la técnica de co-extrusión. La nueva serie de materiales compuestos PP_nCCA mostraron una interacción entre el PP y CCA evidenciando que es posible utilizar un residuo agroindustrial conservando las propiedades de resistencia máxima y temperatura de fusión de la matriz de PP con valores de 24,91 Mpa y 196,1°C, respectivamente.

Palabras claves: polipropileno, de cascarilla de arroz, propiedades mecánicas, propiedades térmicas, procesamiento.

Introducción

En los últimos años, los investigadores se han interesado en el uso de materiales económicos que puedan servir como carga en los polímeros, debido a que esta práctica es industrialmente conocida para disminuir costos en la producción, mejorar las propiedades de los polímeros como resistencia, rigidez, dureza, propiedades térmicas, entre otras (Saminathan, Selvakumar & Bhatnagar, 2008; Dey, et al., 2011; Zhou, Ruan, Mai, Rong & Zhang, 2008; Chen, Rong, Ruan, & Zhang, 2009 y Muksing, Nithitanakul, Grady & Magaraphan, 2008). Los investigadores también se han visto interesados en estudiar las propiedades de materiales con diferentes carreras de proceso porque muestra la importancia de la funcionalización en el material reprocesado (Caicedo, Crespo, de la Cruz, & Álvarez, 2015). Las propiedades en los polímeros con material particulado

están ligadas a su composición y estructura, las cuales a su vez se encuentran influenciadas por interacciones interfaciales, que dependen del tamaño de la interfaz y de la fuerza de la interacción. Esto explica la incorporación de aditivos tales como agentes de acoplamiento (Caicedo, Arce, Crespo, de la Cruz, & Ossa, 2015), tratamientos superficiales y disminución en el tamaño de las partículas de las cargas (Zhang, et al., 2010) para potenciar sus propiedades. Asimismo, las cenizas de cascarilla de arroz y bagazo de caña por la característica evidenciada en la composición química de alto contenido de sílice, puede actuar como carga en materiales poliméricos (Nakamura, Okabe, Iida, Nagata, & Nigo, 1999). Existen investigaciones relacionadas con el uso de diversas cargas con contenidos de sílice, donde investigo sobre el efecto de la CCA en el polietileno de alta densidad (HDPE) donde se evidencio que con la presencia de ceniza de cascarilla de arroz en el HDPE ocurrió un incremento en la resistencia a la tracción y a la elongación y que a medida de que se incrementaron los porcentajes de CCA en la matriz se presentó este efecto de incremento en la tracción y la elongación hasta 1,5% en peso y en 2,0 y 2,5% en peso de CCA se registró disminución de la elongación del material. En otra investigación, utilizó polipropileno de baja densidad (LDPE) entre el 10 y 20% de CCA donde obtuvo resultados similares en la resistencia a la tensión, aunque se evidencio que entre mayor porcentaje del CCA la viscosidad de las mezclas incremento (Alfaro, Dias & Silva, 2013).

Parte Experimental

Materiales

Polipropileno copolímero random (PP-R) 02R01CA-1 producido por Propilco con un índice de fluidez de 1.6 g/10 min, licocene PP-g-MA 7452 de Clariant, con un nivel de injerto de 7%, punto de fusión de 156 °C, densidad de 0.91 g/cm³ y alta cristalinidad. Las cenizas de cascarilla de arroz fueron provenientes de una arrocería de la región.

Procesamiento

Los materiales se mezclaron en una extrusora doble-husillo Modelo Haake Rheomex OS ptw en configuración paralelos co-rotantes. El perfil de temperaturas con aumento gradual de 5 °C desde 155 °C hasta 200 °C en el final de los tornillos, dividido en 10 zonas del cilindro, cada zona cubriendo una longitud de 4D. Finalmente, el material compuesto fue moldeado por inyección en una máquina inyectora DEMAG de 150 ton El perfil de

temperatura fue de 190 °C - 195 °C - 195 °C y 200 °C para la boquilla. Las muestras fueron diferenciadas por el siguiente símbolo PP_nCCA, donde PP indica la matriz utilizada de polipropileno y CCA la carga mineral incorporada (ceniza de cascarilla de arroz), n subíndice corresponde al número de ciclo de reproceso.

Caracterización y análisis

Análisis Termo gravimétrico y Calorimetría Diferencial de Barrido

Este análisis se realizó en un equipo METTLER TOLEDO TGA/DSC 1, modelo STARe System. En presencia de una atmósfera de nitrógeno para un rango de temperatura desde la temperatura ambiente hasta 500 °C, con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min.

Caracterización mecánica

Las mediciones de las propiedades mecánicas de tensión se realizaron en una máquina universal Goodbrand con una velocidad de ensayo de 500 mm/min y una celda de carga de 500 kgf. Se determinaron los valores de alargamiento (por extensión de las mordazas) a la rotura y resistencia a la tensión. Los ensayos de flexión se realizaron 5 con una velocidad de ensayo de 5 mm/min y una celda de 50 kgf.

Resultados y discusiones

Análisis Térmico

Los resultados de los análisis termogravimétricos y de calorimetría diferencial de barrido de los materiales de inicio y de los productos de reprocesamiento utilizados como matriz para la generación de los materiales compuestos de CCA, se muestran en las **Tabla 1** y **Tabla 2**.

De acuerdo a los datos observados de la degradación inicial (~219-240°C) en todos los casos son menores que las temperaturas utilizadas en el proceso de inyección en los reprocesos de PP y de co-extrusión y en la generación de los materiales compuestos de CCA, no superó los 200°C garantizando la integridad de la mezcla de material compuesto.

**Tabla 1.** Resultados de TGA y DSC obtenidos para el polipropileno reprocesado.

Muestra	Temperaturas			ΔH_m (J/g)	%X _c
	Degradación Inicial (°C)	Degradación Máxima (°C)	Fusión (°C)		
PP ₁	239,4	436,2	149,8	109,91	57,85
PP ₃	231,2	428,9	151,3	97,90	51,53
PP ₆	229,0	429,8	148,4	61,45	32,34

Al comparar los resultados de las temperatura de fusión de los materiales compuestos de CCA (~198°C) se identifica un aumento de la temperatura de fusión con los materiales de partida reprocesados (~150°C) debido a que

los materiales particulados actúan en ocasiones como sitio de nucleación para el PP (Ayswarya, Vidya Francis, Renju, & Thachil 2012).

Tabla 2. Resultados de TGA y DSC obtenidos para los materiales compuestos de CCA.

Muestra	Temperaturas			ΔH_m (J/g)
	Degradación Inicial (°C)	Degradación Máxima (°C)	Fusión (°C)	
PP-CCA	219,5	423,1	194,0	426,12
PP ₃ -CCA	229,1	390,3	207,1	545,82
PP ₆ -CCA	229,9	415,5	196,1	594,35

Análisis Mecánicos

En la **Tabla 3** se encuentran los resultados de resistencia máxima obtenida para los materiales reprocesados hasta el sexto ciclo, donde se puede observar que no hubo cambios apreciables en los valores, el cual es indicativo de integridad para el reproceso de las generaciones de PP. Por otro lado,

se observa concordancia entre los resultados obtenidos en el módulo de flexión, el cual refleja disminución en la ductilidad esta tendencia esta relacionada con el contenido de cristalinidad.

Tabla 3. Caracterización de las propiedades mecánicas de la matriz de polipropileno reprocesado.

Muestra	Resistencia máx. (MPa)	Resistencia máxima a la rotura (MPa)	Elongación a la rotura (%)	Modulo de Flexión (Mpa)
PP ₁	25,46±0,21	16,59±0,23	85,04±3,58	4,06±0,197
PP ₃	23,95±0,51	15,95±0,23	154,35±1,34	4,15±0,128
PP ₆	26,74±0,38	17,47±0,24	130,12±3,80	3,75±0,2

Los resultados del ensayo de tracción para las muestras de materiales compuestos PP_nCC son presentados en la **Tabla 4**, allí se aprecia una disminución en las propiedades respecto al PP virgen y recuperado hasta la sexta generación. No obstante, las propiedades fueron conservadas a pesar de la utilización de las diferentes matrices reprocesadas.

Estos resultados son de gran importancia porque indican que es posible reincorporar un residuo industrial como la ceniza de cascarilla de arroz, conservando las propiedades de la matriz (PP reprocesado) y disminuyendo el consumo de resina polimérica en la producción en valores iguales al 20%.

Tabla 4. Caracterización de las propiedades mecánicas de los materiales compuestos de CCA.

Muestra	Resistencia máx. (MPa)	Resistencia máxima a la rotura (MPa)	Elongación a la rotura (%)	Modulo de Flexión (Mpa)
PP ₁ CCA	22,66±0,71	15,88±0,50	46,86±3,99	2,88±0,348
PP ₃ CCA	24,07±0,10	15,90±0,44	48,82±1,24	2,82±0,355
PP ₆ CCA	24,91±0,04	16,23±0,33	49,97±2,45	2,90±0,343

Al comprar los resultados de elongación que se presentan en **Tabla 3** y **Tabla 4**, se evidencia una tendencia de rigidizar el material al utilizar la ceniza de cascarilla de arroz como carga en materiales compuestos con valores promedios de elongación del ~48%, mientras que los valores presentados para los materiales reprocesados en elongación se encuentran en ~100%.

Conclusiones

Los materiales compuestos de CCA muestran una ventaja con respecto a los PP reprocesados, en la reducción de uso de resina cercana al 20% conservando las resistencias máximas promedio (~24 MPa), con respecto a la rigidez del material se presenta un incremento en los materiales compuestos de CCA evidenciándose en la disminución de la elongación de estos materiales en un ~40% con respecto a los materiales PP reprocesados. Los resultados reportados de ΔH_m (J/g) confirman la tendencia de rigidez del material compuesto de CCA, puesto que estos presentaron ΔH_m mayor.

Agradecimientos

Este trabajo fue desarrollado gracias al apoyo del Centro Astin, SENA y GIDEMP, así como al departamento de Biotecnología del Tecnoparque Nodo Cali.

Referencias

- Alfaro, E., Dias, D., & Silva, L. (2013). The study of ionizing radiation effects on polypropylene and rice husk ash composite. *Radiation Physics And Chemistry*, 84, 163-165. doi: <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2012.06.025>
- Ayswarya, E., Vidya Francis, K., Renju, V., & Thachil, E. (2012). Rice husk ash – A valuable reinforcement for high density polyethylene. *Materials & Design*, 41, 1-7. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.04.035>
- Caicedo, C., Arce, A. V., Crespo, L. M., de la Cruz, H., & Ossa, Ó. H. (2015). Material compuesto de matriz polipropileno (PP) y fibra de cedro: influencia del compatibilizante PP-g-MA. *Informador Técnico*, 79(2), 118-126. doi: <https://doi.org/10.23850/22565035.156>
- Caicedo, C., Crespo, L. M., de la Cruz, H., & Álvarez, N. A. (2015). Propiedades termo-mecánicas del Polipropileno: Efectos durante el reprocesamiento. *Ingeniería Investigación y Tecnología*, 18(3), 245-252.
- Chen, J. H., Rong, M. Z., Ruan, W. H., & Zhang, M. Q. (2009). Interfacial enhancement of nano-SiO₂/polypropylene composites. *Composites Science and Technology*, 69(2), 252-259. doi: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.10.013>
- Dey, K., Sharmin, N., Khan, R. A., Nahar, S., Parsons, A. J., & Rudd, C. D. (2011). Effect of iron phosphate glass on the physico-mechanical properties of jute fabric-reinforced polypropylene-based composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 24(5), 695-711. doi: <https://doi.org/10.1177/0892705711401848>
- Muksing, N., Nithitanakul, M., Grady, B. P., & Magaraphan, R. (2008). Melt rheology and extrudate swell of organobentonite-filled polypropylene nanocomposites. *Polymer Testing*, 27(4), 470-479. doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2008.01.008>
- Nakamura, Y., Okabe, S., Iida, T., Nagata, K., & Nigo, H. (1999). Mechanical properties of poly (vinyl chloride) filled with silica particles. *Polymers & polymer composites*, 7(1), 33-40.
- Saminathan, K., Selvakumar, P., & Bhatnagar, N. (2008). Fracture studies of polypropylene/nanoclay composite. Part I: Effect of loading rates on essential work of fracture. *Polymer Testing*, 27(3), 296-307. doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2007.11.008>
- Zhang, J., Han, B., Zhou, N., Fang, J., Wu, J., & Ma, Z. et al. (2010). Preparation and characterization of nano/micro-calcium carbonate particles/polypropylene composites. *Journal Of Applied Polymer Science*, 119(6), 3560-3565. doi: <https://doi.org/10.1002/app.33037>



Zhou, T. H., Ruan, W. H., Mai, Y. L., Rong, M. Z., & Zhang, M. Q. (2008). Performance improvement of nano-silica/polypropylene composites through in-situ cross-linking approach. *Composites Science and Technology*, 68(14), 2858-2863. doi: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.10.002>

Aislamiento de Microfibras de Guadua (*Angustifolia Kunth*) por Hidrólisis Ácida

Marcelo Alexander Guancha Chalapud¹
Isabella Buitrago Muñoz
Lilian Yadira Carvajal
Sebastian Benavidez Meneses²
Jean Alejandro Micolta
Daniela Restrepo³

¹ Centro Nacional de Asistencia
Técnica a la Industria - ASTIN.
marceloguancha@misena.edu.co

Modalidad: Póster

Resumen

En la presente investigación se pretende obtener microfibras de guadua para aplicarlas como refuerzo en materiales compuestos a base de fibras naturales para mejorar sus propiedades mecánicas realizadas en un reómetro de torque, teniendo como resultado (resistencia a la compresión y modulo elástico). De acuerdo a la metodología, se ha pasado la fibra por diferentes tratamientos, para retirar la lignina de la fibra y obtener celulosa. Posteriormente se realizan los ensayos de SEM, IR y TGA a la muestra tratada en la hidrólisis ácida con H_2SO_4 , hidrólisis alcalina con NaOH y el blanqueamiento con la solución buffer y clorito de sodio ($NaClO_2$) para determinar si los pretratamientos realizados a la fibra funcionaron.

Palabras claves: Celulosa, hidrólisis, lignina, materiales compuestos, microfibras.

Introducción

Entre las fibras naturales la de guadua se caracteriza por su baja densidad ($0,88$ a $1,1$ g/cm³), resistencia a la tensión (391 - 713 MPa) y módulo elástico (18 - 55 GPa), propiedades que la hacen comparables con la fibra de vidrio (Osorio, Trujillo, Vuure, & Verpoest, 2011). Por lo anterior, la fibra de guadua se puede utilizar como un material de refuerzo debido a sus propiedades de flexibilidad y resistencia mecánica (Liu, Zhong, Chang, Li, & Wu, 2010).

Una de las desventajas que posee el almidón de yuca nativo, es que no aporta las propiedades requeridas para la unión de materiales compuestos, por esta razón, el almidón modificado ha sido más factible en sus propiedades para un mayor aporte de viscosidad al material compuesto.

El objetivo de este proyecto es determinar las propiedades reométricas de un material compuesto a partir de guadua *angustifolia* y almidón de yuca modificado.



Parte Experimental

Acondicionamiento y pretratamiento de la fibra

El tallo es cortado en trozos de 1cm y se llevan un molino de cuchillas para reducción de tamaño hasta obtener un tamaño aproximado de 1mm. La fibra obtenida se lava con agua destilada y se seca a 80°C en un horno de convección forzada durante 24 horas.

El pretratamiento se realiza de acuerdo a la metodología propuesta por (Zhang et al., 2014) el cual consta de tres etapas. Inicialmente se realiza una hidrólisis alcalina con NaOH al 4%, con una relación 1:25 p/v a temperatura de 80°C por 4 horas (por duplicado). Posteriormente, se realizó un blanqueamiento con NaClO_2 1,7% y solución amortiguadora ($\text{NaOH} + \text{CH}_3\text{COOH}$) por 6 horas para la remoción de la hemicelulosa. La muestra final obtenida se filtra al vacío y se lava con agua destilada hasta obtener un pH entre 6 y 7,0. Finalmente, la muestra se seca a 50°C por 24 horas en un horno de convección forzada.

Hidrólisis ácida

Con el objetivo de reducir el tamaño, las fibras se sometieron a un tratamiento con H_2SO_4 al 55% p/Va 50°C por 8 horas. A continuación, las muestras se neutralizaron con NaOH al 4% (pH entre 6 y 7,0). Finalmente la muestra se filtró al vacío utilizando papel whatman número 41. Finalmente, la muestra se lavó con agua destilada y se llevan a secado a 50°C por 24 horas.

Resultados y discusiones

Rendimientos

En la figura 1 se muestra un diagrama de flujo de las masas obtenidas en cada uno de los tratamientos propuestos.

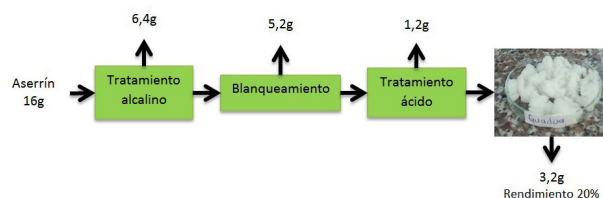


Figura 1. Rendimientos obtenidos durante el tratamiento

De acuerdo a los datos presentados en la figura 1 el rendimiento de extracción de fibras de celulosa está alrededor del 20%. En la etapa de hidrólisis alcalina y blanqueamiento se pierde la mayor cantidad de masa (alrededor de un 72%) que corresponde a la eliminación de lignina y hemicelulosa, grasas y otros componentes menores.

Caracterización de las fibras

Análisis termogravimétrico (TGA)

En la figura 2. Se muestra las gráficas obtenidas del análisis TGA y su respectiva derivada en función de la temperatura de degradación para fibras de guadua sin tratar, tratada con NaOH, blanqueada y tratada con H_2SO_4 . En la gráfica de la primera deriva en función de la temperatura se observa las diferentes temperaturas de degradación para cada uno de los tratamientos propuestos. El pico alrededor de degradación para celulosa está alrededor de 340°C (Rebouillat & Pla, 2013), el cual es más pronunciado para la muestra tratada con H_2SO_4 debido a la remoción de hemicelulosa y lignina en comparación con la muestra sin tratar.

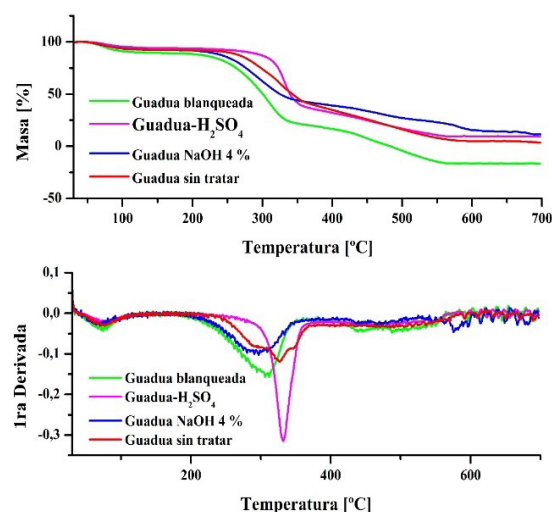


Figura 2. Resultados análisis TGA

Análisis infrarrojo (IR)

En la figura 3 se muestra los resultados del análisis IR para muestras de fibra de guadua sin tratar y tratadas con H_2SO_4 . Las de absorción que se obtuvieron a 3331cm^{-1} corresponde al estiramiento de los grupos hidroxilo (-OH), a su vez los picos a 2950cm^{-1} corresponde al estiramiento C-H presente en la celulosa, hemicelulosa y lignina (Zhang et al., 2014).

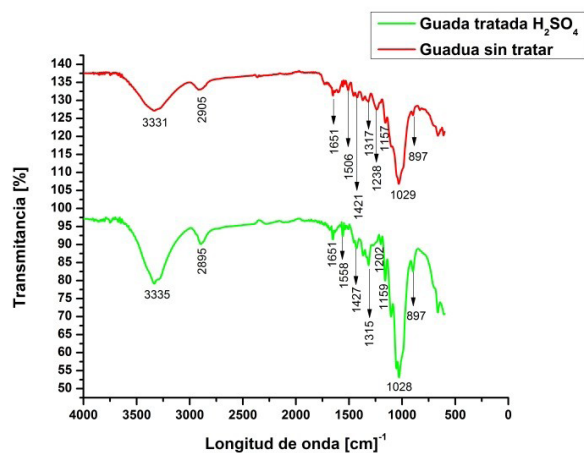


Figura 3. Resultados análisis IR

Los picos a 1238 cm^{-1} corresponde a la vibración -C-O-C- presente en los enlaces entre el anillo aromático y los grupos metoxilo en la lignina (Xie, Hse, Hoop, et al., 2016). Los picos 1651 , 1427 , 1558 cm^{-1} corresponde al estiramiento C=C presente en los anillos aromáticos en la lignina (Candra et al., 2016; Xie, Hse, Hoop, et al., 2016; Xie, Hse, Li, et al., 2016; Zhang et al., 2014). En el espectro de fibra tratada con H_2SO_4 se evidencia la eliminación de los picos correspondientes a los estiramientos de los grupos funcionales (1651 , 1421 y 1238 cm^{-1}) indicando la remoción de lignina y hemicelulosa por efecto del tratamiento químico. Además, hay un incremento en la intensidad de los picos alrededor de 1028 , 3335 y 2895 cm^{-1} que indican la presencia de celulosa.

Conclusiones

Se logró aislar celulosa a partir de aserrín guadua cuyo rendimiento es aproximadamente del 20%. De acuerdo al análisis TGA el punto de degradación de la fibra luego del tratamiento con ácido presenta un punto de degradación aproximado a $340\text{ }^\circ\text{C}$, característico de la celulosa.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Servicio Nacional de Aprendizaje SENA, ASTIN y a los Laboratorios de Tecnoparque Nodo Cali.

Referencias

- Candra, J., George, N., & Narayanankutty, S. (2016). Isolation and Characterization of Cellulose Nanofibrils From Arecanut Husk Fibre. *Carbohydrate Polymers*. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.01.015>
- Liu, D., Zhong, T., Chang, P. R., Li, K., & Wu, Q. (2010). Bioresource Technology Starch composites reinforced by bamboo cellulosic crystals. *Bioresource Technology*, 101(7), 2529–2536. <http://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.11.058>
- Osorio, L., Trujillo, E., Vuure, A. W. Van, & Verpoest, I. (2011). Morphological aspects and mechanical properties of single bamboo fibers and flexural characterization of bamboo/ epoxy composites L. *Reinforced Plastics & Composites*. <http://doi.org/10.1177/0731684410397683>
- Rebouillat, S., & Pla, F. (2013). State of the Art Manufacturing and Engineering of Nanocellulose : A Review of Available Data and Industrial Applications, 2013(April), 165–188.
- Xie, J., Hse, C., Hoop, C. F. De, Hu, T., Qi, J., & Shupe, T. F. (2016). Isolation and characterization of cellulose nanofibers from bamboo using microwave liquefaction combined with chemical treatment and ultrasonication. *Carbohydrate Polymers*, 151, 725–734. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.06.011>
- Xie, J., Hse, C., Li, C., Shupe, T., Hu, T., Qi, J., & Hoop, C. (2016). Characterization of Microwave Liquefied Bamboo Residue and Its Potential Use in the Generation of Nanofibrillated Cellulosic Fiber. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*. <http://doi.org/10.1021/acssuschemeng.6b00497>
- Zhang, P. P., Tong, D. S., Lin, C. X., Yang, H. M., Zhong, Z. K., Yu, W. H., & Wang, H. (2014). Effects of acid treatments on bamboo cellulose nanocrystals. <http://doi.org/10.1002/apj>

Modificación de Carbonato de Calcio a partir de residuos de cáscara de huevo como alternativa de bio-relleno en compuestos de polipropileno

Jahaira Cuabu¹
 Julián Muñoz²
 Marcelo Guancha³
 Daniela Castillo⁴

Modalidad: Póster

Resumen

En este trabajo se presenta los resultados parciales de Carbonato de Calcio (CaCO_3) obtenido a partir de residuos de cáscara de huevo: La materia orgánica se eliminó con hidróxido de sodio (NaOH) al 4 %, y la modificación química se realizó con ácido isoftálico en solución con etanol. A las muestras obtenidas se les realizó caracterización por espectroscopia raman y análisis termogravimétrico TGA.

Palabras claves: *Material compuesto, solubilidad, modificación.*

Introducción

Diversas investigaciones muestran que la adición de fibras sintéticas, bio-rellenos o cargas minerales con un alto sobre matrices poliméricas mejoran sus propiedades mecánicas. Algunos termoplásticos como lo es el Polipropileno (PP), son reforzados con algunos aditivos o cargas minerales con el fin de obtener materiales compuestos lo cual trae consigo una mejora en sus propiedades mecánicas, térmicas y de barrera, además proporcionan grandes ventajas como lo es el costo-beneficio. Una de las cargas minerales más utilizadas en la industria es el carbonato de calcio (CaCO_3), el cual incrementa propiedades como la resistencia a la elongación de quiebre, impacto, moderada rigidez, y apariencia superficial, en comparación con otros refuerzos como las fibras (Lu, Lu, Li, Xu, & Li, 2015). Sin embargo, uno de los factores que incide en la interacción entre la carga mineral y el PP es el tamaño de la partícula y la baja interacción molecular entre el polímero y el CaCO_3 (Eiras & Pessan, 2016).

La cáscara de huevo es rica en proteínas, además de esto contiene un 95% de carbonato de calcio y 5% de material orgánico (Niju, Kader, & Anantharaman, 2009).

¹ SENA ASTIN, Calle 52 No. 2 bis – 15, Cali Colombia. ycuabu@gmail.com.

² SENA ASTIN, Calle 52 No. 2 bis – 15, Cali Colombia. amunoz040@misena.edu.co

³ SENA ASTIN, Calle 52 No. 2 bis – 15, Cali Colombia. marceloguancha@misena.edu.co

Recientemente, la cáscara de huevo se ha implementado en la industria de los polímeros, ya que representa un gran potencial para reducir el porcentaje de materiales sintéticos que generalmente son usados. Por lo anterior, esta investigación plantea la obtención de un material compuesto a partir de PP y CaCO_3 modificado, obtenido a partir de residuos de cáscara de huevo para mejorar la interacción con la matriz polimérica e incrementar sus propiedades.

Parte Experimental

Materiales

Las cáscaras de huevo se recolectaron y lavaron y se secaron en un horno de convección forzada a 100°C . Finalmente, la muestra se molió utilizando un molino de cuchillas y se tamizaron para seleccionar un tamaño de partícula de $63\mu\text{m}$.

Tratamiento con hidróxido de sodio

A la muestra se le realizó un tratamiento con hidróxido de sodio (NaOH) a una concentración del 4% (P/V), con agitación durante 30 min. A continuación se realiza filtración al vacío. La muestra sólida obtenida se lleva hasta pH neutro con agua destilada. Finalmente la muestra se lleva a un horno de secado durante 24 horas a una temperatura de 100°C .

Modificación con ácido isoftálico

Una vez es tratada la muestra con NaOH se realiza un proceso de modificación. Se prepara una solución de ácido isoftálico en etanol al 3%. La modificación se realizó mezclando la cáscara de huevo tratado con NaOH y la solución de ácido isoftálico en relación 1:20 en reflujo a 80°C durante 4 h. Finalmente la muestra se filtra y seca a una temperatura de 100°C hasta peso constante.

Resultados y discusiones

Espectroscopia raman

Para verificar los resultados de la modificación se realizó un ensayo por espectroscopia raman utilizando como fuente de excitación un láser a una longitud de onda de 532nm , obteniendo un espectro entre 100 y 3500 cm^{-1} .

Para las cáscara de huevo modificada con ácido isoftálico el espectro se obtuvo empleando un láser a una longitud de onda de 780nm .

En la figura se presenta los resultados de los espectros obtenidos para cáscara de huevo nativa, la cáscara de huevo modificada con NaOH y la Cáscara de huevo modificada con ácido Isoftálico. Además, se realizó una comparación con una muestra de CaCO_3 comercial. Los picos encontrados en bandas de 286 y 1085 cm^{-1} son característicos del CaCO_3 (Rungruang, Grady, & Supaphol, 2006; White, 2009) los cuales están presentes en el CaCO_3 comercial y en la cascar de huevo modificada con NaOH . Sin embargo, en la cáscara de huevo modificada con ácido isoftálico se evidencia que la banda alrededor de 1604 cm^{-1} disminuye su intensidad. Lo cual se puede explicar por los cambios estructurales que se realizaron durante el tratamiento con ácido.

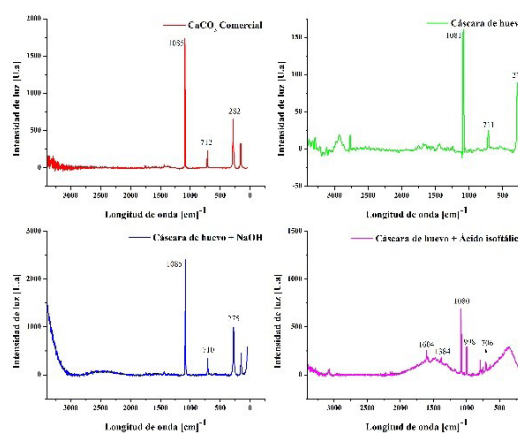


Figura 1. Comparaciones espectros raman de la cáscara de huevo.

Análisis termogravimétrico

En la figura 2 se presentan los resultados del análisis termogravimétrico el cual se realizó utilizando atmósfera de nitrógeno con una velocidad de calentamiento de $20^\circ\text{C}/\text{min}$ hasta los 900°C . De acuerdo con los resultados obtenidos se graficó la primera derivada para determinar los puntos de degradación. Todas las muestras (cáscara de huevo nativa, cáscara de huevo tratada con NaOH y CaCO_3 comercial) presentan un solo punto de degradación entre 820 y 850°C a excepción de la muestra modificada con el ácido isoftálico, donde se observa dos picos de degradación (442.92 y 847.58°C), resultado que puede sustentar la posible modificación del CaCO_3 con el ácido isoftálico.

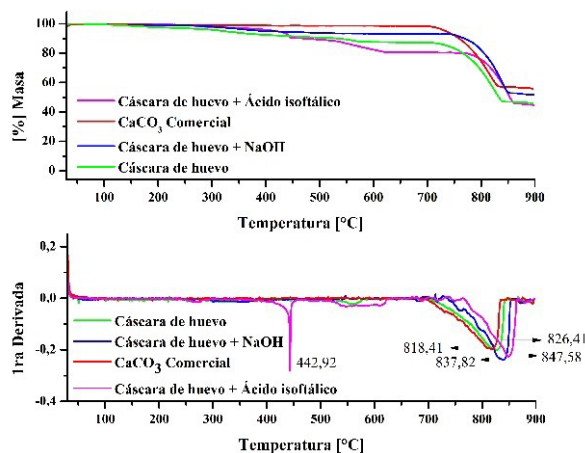


Figura 2. Análisis termogravimétrico de cáscara de huevo.

Conclusiones

De acuerdo a los resultados parciales, se puede afirmar que el CaCO_3 obtenido a partir de residuos de cáscara de huevo se modificó utilizando ácido isoftálico en solución con etanol al 3%. Para corroborar estos resultados está pendiente la realización de un FITR para verificar con mayor precisión la presencia de grupos funcionales en el CaCO_3 modificado.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Servicio Nacional de Aprendizaje SENA, ASTIN y a los Laboratorios de Tecnoparque Nodo Cali.

Referencias

- Eiras, D., & Pessan, L. A. (2016). Effect of thermal treatment on impact resistance and mechanical properties of polypropylene / calcium carbonate nanocomposites v a, 91, 228–234. <http://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.12.040>
- Lu, J., Lu, Z., Li, X., Xu, H., & Li, X. (2015). Recycling of shell wastes into nanosized calcium carbonate powders with different phase compositions. *Journal of Cleaner Production*, 92, 223–229. <http://doi.org/10.1016/j.jclepro.2014.12.093>
- Niju, S., Kader, M., & Anantharaman, N. (2009). Preparation of Biodiesel from Waste Frying Oil Using a Green and Renewable Solid Catalyst Derived from Egg Shell. *American Institute of Chemical Engineers*, 28(3), 404–409. <http://doi.org/10.1002/ep>
- Rungruang, P., Grady, B. P., & Supaphol, P. (2006). Surface-modified calcium carbonate particles by admicellar polymerization to be used as filler for isotactic polypropylene, 275, 114–125. <http://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2005.09.029>
- White, S. N. (2009). Laser Raman spectroscopy as a technique for identification of seafloor hydrothermal and cold seep minerals. *Chemical Geology*, 259(3–4), 240–252. <http://doi.org/10.1016/j.chemgeo.2008.11.008>

Efecto de la concentración de complejos Curcumina-Nanopartículas de almidón en las propiedades fisicoquímicas de películas de almidón y Aloe Vera

Modalidad: Póster

Leonardo Acevedo Guevara¹
Leonardo Nieto Suaza¹
Leidy Tatiana Sánchez²
Magda Ivone Pinzón Fandiño²
Cristian Camilo Villa^{1*}

¹ Programa de Química, Facultad de Ciencias Básicas y Tecnologías Universidad del Quindío. ccvilla@uniquindi.edu.co

² Programa de Ingeniería de Alimentos, Facultad de Ciencias Básicas y Tecnologías Universidad del Quindío.

Resumen

En este trabajo se evaluó el efecto de la concentración de nanopartículas de almidón de plátano nativo y modificado cargadas con curcumina sobre las propiedades fisicoquímicas de películas biodegradables de almidón y Aloe vera. Se observó que al aumentar la concentración de curcumina no existe un efecto significativo sobre las propiedades de barrera y mecánicas de las películas, pero sí un cambio considerable en su solubilidad en agua y color.

Palabras claves: películas biodegradables, almidón, nanopartículas de almidón, curcumina.

Introducción

El recubrimiento de alimentos es un proceso que consiste en aplicar una película, revestimiento o un compuesto sobre la superficie de un producto con el fin de conservar sus propiedades fisicoquímicas y organolépticas. Los recubrimientos funcionan como una barrera frente a la atmósfera que permite proteger el producto recubierto de la degradación o pérdida de propiedades, lo cual ocurre debido a la prolongada exposición al oxígeno, a la humedad, etc; dependiendo de su constitución y de los aditivos empleados, los recubrimientos pueden dotarse con propiedades antimicrobianas, antifúngicas, mejorando el valor nutritivo de los alimentos y contribuyendo a la conservación de los mismos durante el almacenamiento.

Las nanopartículas son partículas nanoscópicas que cuentan con una o más de sus dimensiones en la escala de los nanómetros. Este enfoque ha tenido un creciente interés en el área investigativa, debido al cambio en las propiedades que sufren los materiales cuando son llevados a tamaños



nanométricos. Por lo anterior, su campo de aplicación es extenso, abarcando a la industria optoelectrónica, alimentaria, farmacéutica, entre otras. Entre sus aplicaciones se encuentran desde implantes médicos modificados hasta telas que impiden el paso de agua o de microorganismos y el desarrollo de nanocompuestos de carbono (grafeno, fullereno).

El objetivo de este trabajo fue el desarrollo de un nanocompuesto comestible capaz de conservar las propiedades físicas, químicas y de barrera de los alimentos durante el almacenamiento mediante un sistema de barrera que limitó el efecto negativo de los factores ambientales que pudieron degradar el producto. Se pretendió generar dicho nanocompuesto a partir de Aloe Vera, agua, glicerol y nanopartículas de almidón nativo y modificado, con el fin de generar un nanocompuesto biodegradable, funcional y económico que permitiera ser estudiado para futuras aplicaciones a nivel industrial.

Parte Experimental

Se sinterizaron nanopartículas de almidón de plátano nativo y modificado, de acuerdo a la metodología propuesta por Tan et al., (2009). En dichas nanopartículas se encapsulo curcumina.

Se desarrollaron películas de almidón de plátano guayabo (3%), Aloe Vera (50%), glicerol (1,5%) y se varió la concentración de nanopartículas de almidón nativo y modificado. Evaluándose el efecto de la concentración de estos nanosistemas sobre propiedades mecánicas como el porcentaje de elongación, propiedades de barrera como la permeabilidad al vapor de agua, propiedades ópticas como el color en la escala CIE Lab y la liberación de curcumina en medios alimenticios simulados.

Resultados y discusiones

Luego de realizar los análisis pertinentes, se encontró que para las propiedades mecánicas la variación en el esfuerzo de tensión y el porcentaje de elongación no es significativa, sin embargo, la concentración de 0,05 presentó el balance más favorable para estas propiedades.

Tabla 1. Parámetros de color, transparencia e ISA de los nanocompuestos con Cur-NpAN y Cur-NpAM

	% Cur-Np	Transp	L*	Color		ISA (%)	
				a*	b*	25°C	95°C
AN	0,01	19,09	48,905	18,43	23,85	-0,245	0,912
	0,05	21,31	49,845	11,80	14,59	-1,172	2,750
	0,1	18,47	48,487	20,21	21,56	-1,072	
AM	0,01	23,46	48,505	26,53	29,04	-0,798	2,0257
	0,05	17,23	49,127	15,97	33,19	-2,175	5,4271
	0,1	12,52	47,988	35,53	33,63	-2,935	9,1875

En cuanto a las propiedades de barrera, los resultados de permeabilidad al vapor de agua dejaron en evidencia que la adición de nanopartículas mejora considerablemente este parámetro, además la concentración de 0,05% de curcumina presentó los valores más bajos de PVA siendo la más adecuada para los recubrimientos. Esto indica que la presencia de componentes nanométricos reduce drásticamente los espacios libres de la película dificultando así la migración de agua.

En relación a las propiedades físicas encontramos que el espesor presenta una relación directamente proporcional con la concentración de curcumina, un mayor espesor mejora las propiedades de barrera pero afecta en gran manera el color del recubrimiento y las propiedades organolépticas del alimento, dado que la apariencia es prioritaria se optó por una concentración de 0,05 ya que presento un espesor aceptable así como una transparencia y coloración adecuadas para su finalidad.

Basados en lo anterior, la determinación de la concentración ideal se basó principalmente en las propiedades físicas de las películas obtenidas, debido a que un recubrimiento más eficaz pero poco agradable para el consumidor no tendría acogimiento para futuras aplicaciones. Por ello se tomó 0,05% de curcumina como la concentración ideal y con el balance más favorable para las propiedades físicas, de barrera y mecánicas de las películas formadas.

Conclusiones

Fue escogida la concentración de 0.05% de Cur-NpAN y Cur-NpAM, ya que presentó un bajo valor de ISA y PVA lo que permite que el nanocompuesto no se degrade fácilmente cuando se encuentre en contacto con el agua y la humedad, brindando así un mejor ambiente para la conservación de alimentos

Agradecimientos

Agradecemos a la Vicerrectoría de Investigaciones, las facultades de Ciencias Básicas y Ciencias Agroindustriales y los programas de Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad del Quindío por su apoyo. De igual manera agradecemos a FEDEPLATANO.

Referencias

Tan, Y., Xu, K., Li, L., Liu, C., Song, C., & Wang, P. (2009). Fabrication of size-controlled starch-based nanospheres by nanoprecipitation. *ACS applied materials & interfaces*, 1(4), 956-959.

Hidrogeles base acrílica reforzados con fibras vegetales

Modalidad: Video

Resumen

En la presente investigación se pretende obtener microfibras de guadua para aplicarlas como refuerzo en materiales compuestos a base de fibras naturales para mejorar sus propiedades mecánicas realizadas en un reómetro de torque, teniendo como resultado (resistencia a la compresión y modulo elástico). De acuerdo a la metodología, se ha pasado la fibra por diferentes tratamientos, para retirar la lignina de la fibra y obtener celulosa. Posteriormente se realizan los ensayos de SEM, IR y TGA a la muestra tratada en la hidrólisis ácida con H_2SO_4 , hidrólisis alcalina con NaOH y el blanqueamiento con la solución buffer y clorito de sodio ($NaClO_2$) para determinar si los pretratamientos realizados a la fibra funcionaron.

Palabras claves: Celulosa, hidrólisis, lignina, materiales compuestos, microfibras.

Marcelo Alexander Guancha Chalapud¹
Santiago Valencia³
Jhon Lemos³
Valentina Arango³
David Finscuc³
Valentina Martínez³

¹ Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria - ASTIN. marceloguancha@misena.edu.co

Introducción

Los hidrogeles o superabsorbentes son polímeros que presentan una estructura tridimensional entrecruzada que permite absorber, almacenar y liberar de agua (Mohan, Murthy, & Raju, 2006). Su aplicación se ha enfocado a la fabricación de productos de higiene personal, y aplicaciones, médicas, ambientales (remoción de metales pesados) y en la agricultura. Las áreas de aplicación agrícola más importantes de los hidrogeles son jardinería, horticultura, silvicultura (Vundavalli, Vundavalli, Nakka, & Rao, 2015). Los hidrogeles para aplicación en la agricultura se sintetizan a base de acrilatos, estos permiten incrementar el agua disponible en el suelo, inducen al crecimiento rápido, prolongan la supervivencia de las plantas bajo estrés hídrico y permiten la liberación controlada de fertilizantes (Liu et al., 2013). Una de las principales limitaciones en el uso de hidrogeles para aplicaciones agrícolas es su baja resistencia mecánica. (Sannino, Demitri, & Madaghiele, 2009) La presión que ejerce la planta y la capa de suelo sobre el hidrogel influyen en la pérdida de la capacidad de hinchamiento, elasticidad y rigidez. Para mantener la elasticidad del polímero, se necesitan moléculas de cadena

larga y un entrecruzamiento adecuado para disipar la energía mecánica; causada por la presión ejercida sobre el hidrogel (Sannino et al., 2009). Una de las alternativas para mejorar las propiedades mecánicas es la utilización de fibras vegetales (Rodrigues et al., 2013). Por lo anterior, se plantea esta propuesta investigativa obtener hidrogeles reforzados con fibras vegetales que permita mejorar su resistencia mecánica.

Parte Experimental

Síntesis de hidrogeles reforzados con fibras vegetales

Los hidrogeles se sintetizaron por el método de polimerización en solución. La reacción se realizó en un reactor de tres bocas de 500 ml equipado con reflujo, con entrada y salida de nitrógeno y agitación magnética de acuerdo a lo propuesto por (Zhong, Zheng, Mao, Lin, & Jiang, 2012). Se prepararon lotes de reacción de 200 ml, la cantidad de monómeros se mantuvo constante según lo propuesto por (Spagnol et al., 2012) based on poly(acrylamide-co-acrylate). Se prepararon suspensiones de nanofibras vegetales (3%) en peso, con respecto a la concentración de monómeros) en 80 ml de agua y se dispersaron utilizando ultraturrax a 10000 rpm por 30 min. Por otro lado se mezclaron AM (acrilamida) con AK (acrilato de potasio) con KOH 2,5 M. A continuación se adiciono el entrecruzante NMBA y el iniciador K2S2O8. Finalmente, la suspensión de nanofibras y las soluciones de monómeros se mezclaron y aforaron en un matraz volumétrico de 200 ml. La mezcla se llevó al sistema de reflujo y se burbujeo nitrógeno por 10 minutos a una velocidad de 20ml/min. Posteriormente, el sistema se llevó hasta una temperatura de 70°C durante 6 horas para completar la reacción de polimerización. El producto final se lavó corto y se lavó con etanol al 96% y se secó a 70°C hasta peso constante.

Capacidad y cinética de hinchamiento

Para determinar la cinética de hinchamiento se utilizó la metodología propuesta por (Cortés et al., 2007). Se pesaron 0,2g de hidrogel seco sobre un tamiz malla 400 y se sumergieron agua destilada durante lapsos de 1, 2, 3, 5, 15, 30, 60, 90 y 120 minutos, después de cada intervalo de tiempo se eliminó el agua superficial con un paño, y se pesó el material hinchado. La capacidad de hinchamiento se determinó de acuerdo a la ecuación 1.

$$Q_t = \frac{M_t - M_o}{M_o} \quad (1)$$

Dónde: Q_t es la capacidad de hinchamiento en el tiempo t , M_t es la masa del polímero en el tiempo t y M_o es la masa del hidrogel seco.

Capacidad retención de agua

Para determinar la cinética de retención de agua (Q_R), las muestras de hidrogel se dejaron en hinchamiento durante 24 horas a temperatura ambiente para asegurar que se encuentran a su máxima capacidad de hinchamiento. La capacidad de retención de agua se determinó de acuerdo a lo propuesto por (Zhang et al., 2014), donde el hidrogel hinchado se llevó a centrifugación a 2000 rpm. La capacidad de retención se determinó en intervalos de tiempo de 30s durante 5 minutos y se calculó de acuerdo a la ecuación 2.

$$Q_R = \frac{M_t}{M_{eq}} * 100 \quad (2)$$

Donde M_{eq} es la masa del hidrogel totalmente hinchado y M_t es la masa del hidrogel centrifugado durante los diferentes intervalos de tiempo. La cinética de retención de agua se determinó de acuerdo a la ecuación 2.

Resultados y discusión

Capacidad y cinética de hinchamiento

En la figura 2 se muestra los resultados de la capacidad de hinchamiento para hidrogeles en los que se le adicionaron 3% de nanofibras. Se observa que por efecto de la adición de nanofibras la capacidad de hinchamiento se redujo (254,6 g/g) en comparación con el hidrogel sin fibra (426,08 g/g). Las tendencias de hinchamiento son similares en los primeros 10 minutos. Hubo un aumento rápido en el grado de hinchamiento durante los primeros 20 min de inmersión.

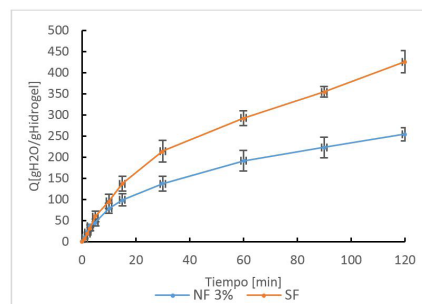


Figura 1. Capacidad de hinchamiento



Capacidad de retención de agua

La capacidad de retención de agua en función del tiempo se muestra en la figura 2 para hidrogeles sintetizados con nanofibras vegetales al 3%. La retención de agua de los hidrogeles sin nanofibras disminuyó rápidamente a partir de los 60 s y pasado 5 minutos ha perdido más del 10% de su peso, en comparación con los hidrogeles con nanofibras donde la pérdida de peso está por debajo del 3%. Según (Zhang et al., 2014), este comportamiento se debe a la forma como se absorbe el agua en los hidrogeles, la cual existe en tres estados: ligada, capilar y libre. El agua libre es el más fácil de eliminar, en comparación con el agua capilar y ligada. Por lo anterior, a la adición de nanofibras permite una mayor retención dado el incremento de los grupo -OH de celulosa que incrementan las fuerzas intermoleculares (puentes de hidrogeno) con el agua. Además, las nanofibras dispersas en la red polimérica actúan como puntos de reticulacion adicional impidiendo la la difusión de las moléculas de agua hacia la superficie del hidrogel, fenómeno conocido como tortuosidad.

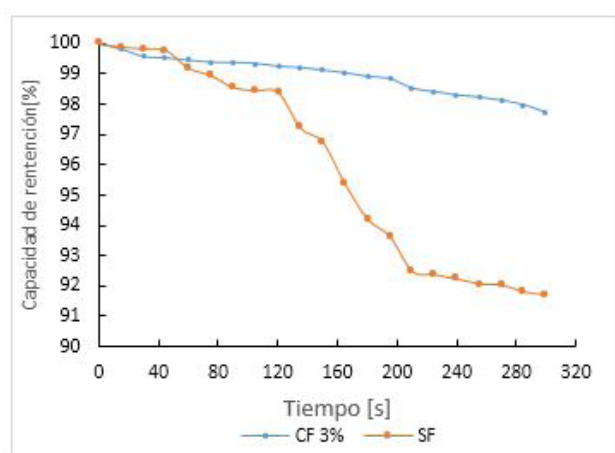


Figura 2. Capacidad de retención de agua

Conclusiones

Se logró sintetizar hidrogeles base acrílica reforzados con fibras vegetales cuyos resultados muestra que a pesar de tener una menor capacidad de hinchamiento tienen mayor capacidad de retención de agua.

Referencias

Cortés, A. B., Xiomara, I., Ramírez, B., Francisco, L., Eslava, B., & Niño, R. (2007). Evaluación de

hidrogeles para aplicaciones agroforestales. *Revista Ingeniería E Investigación*, 27(3), 35–44.

Liu, T., Qian, L., Li, B., Li, J., Zhu, K., Deng, H., ... Wang, X. (2013). Homogeneous synthesis of chitin-based acrylate superabsorbents in NaOH / urea solution. *Carbohydrate Polymers*, 94(1), 261–271. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.01.010>

Mohan, Y. M., Murthy, P. S. K., & Raju, K. M. (2006). Preparation and Swelling Behavior of Macroporous Poly (acrylamide- co -sodium methacrylate) Superabsorbent Hydrogels. *Journal of Applied Polymer Science*, 101, 3202–3214. <http://doi.org/10.1002/app.23277>

Rodrigues, F. H. A., Spagnol, C., Pereira, A. G. B., Fajardo, R., Rubira, A. F., Muniz, E. C., & Martins, A. F. (2013). Superabsorbent Hydrogel Composites with a Focus on Hydrogels Containing Nanofibers or Nanowhiskers of Cellulose and Chitin. *Journal of Applied Polymer Science*, 1–13. <http://doi.org/10.1002/app.39725>

Sannino, A., Demitri, C., & Madaghiele, M. (2009). Biodegradable cellulose-based hydrogels: Design and applications. *Materials*, 2(2), 353–373. <http://doi.org/10.3390/ma2020353>

Spagnol, C., Rodrigues, F. H. a, Neto, A. G. V. C., Pereira, A. G. B., Fajardo, A. R., Radovanovic, E., ... Muniz, E. C. (2012). Nanocomposites based on poly(acrylamide-co-acrylate) and cellulose nanowhiskers. *European Polymer Journal*, 48(3), 454–463. <http://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2011.12.005>

Vundavalli, R., Vundavalli, S., Nakka, M., & Rao, D. S. (2015). Biodegradable Nano-Hydrogels in Agricultural Farming - Alternative Source For Water Resources. *Procedia Materials Science*, 10(Cnt 2014), 548–554. <http://doi.org/10.1016/j.mspro.2015.06.005>

Zhang, S., Guan, Y., Fu, G. Q., Chen, B. Y., Peng, F., Yao, C. L., & Sun, R. C. (2014). Organic/inorganic superabsorbent hydrogels based on xylan and montmorillonite. *Journal of Nanomaterials*, 2014. <http://doi.org/10.1155/2014/675035>

Zhong, K., Zheng, X. L., Mao, X. Y., Lin, Z. T., & Jiang, G. B. (2012). Sugarcane bagasse derivative-based superabsorbent containing phosphate

rock with water-fertilizer integration. *Carbohydrate Polymers*, 90(2), 820–826. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.06.006>