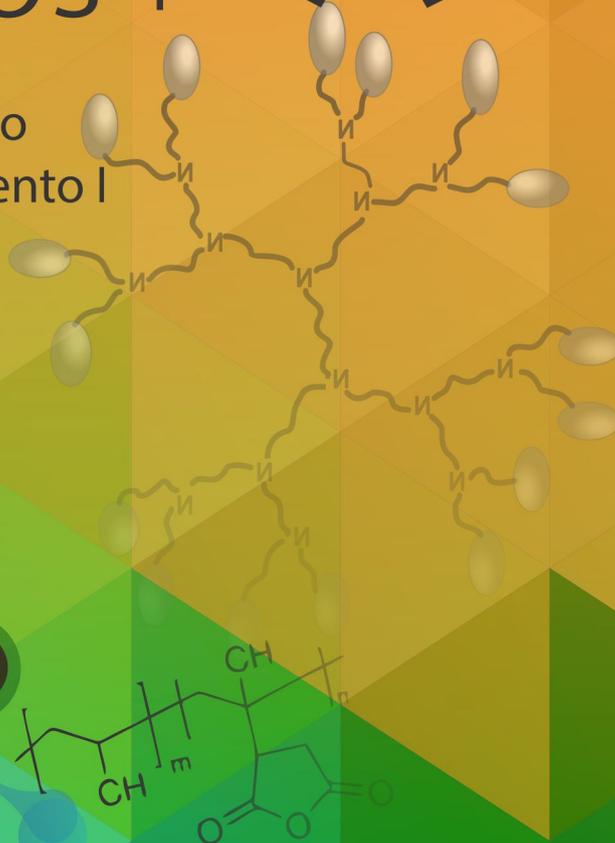


III Simposio DE MATERIALES POLIMÉRICOS



Revista Informador Técnico
Volumen 81 n2- Suplemento I
Diciembre 2017
e- ISSN 2256 - 5035



Agosto **2017**
30, 31 Sept. 1



Informador Técnico

Publicación seriada publicada por el SENA, indexada en Colciencias en Categoría C y en otras bases de datos nacionales e internacionales, que tiene como objetivo principal socializar y brindar una información oportuna en temática investigativa y tecnológica de las cadenas productivas de Metalmecánica, Petroquímica, Plástico, Caucho y Fibras.



III Simposio DE MATERIALES POLIMÉRICOS

Cali- Colombia, del 30 de Agosto al 1 de Septiembre de 2017



Comité Editor

María Andrea Nieto Romero
Directora general del SENA

Cesar Alveiro Trujillo Solarte
Director SENA Regional Valle

Aura Elvira Narváez Agudelo
Subdirectora Centro Nacional de
Asistencia Técnica a la Industria –ASTIN

Carolina Caicedo
Editora de la revista

Miguel Angel Solís Molina
Coordinador del Servicio de Información y
Divulgación Tecnológica –SIDT
Editor Asociado

Julia Emma Zúñiga Rivera
Coordinadora

Comité Científico - Evaluador

El III Simposio de Materiales Poliméricos ofrece sus agradecimientos a los investigadores quienes actuaron en calidad de pares evaluadores.

Jaime Alberto Gálvez Narváez
Instructor Investigador - ASTIN - SENA, Cali, Colombia.

Antonio Sánchez Solís
Investigador Universidad Nacional Autónoma de México, México.

Carolina Caicedo Cano
Investigadora GIDEMP - ASTIN - SENA, Cali, Colombia.

Natalia Afanasjeva
Profesora Universidad del Valle, Cali, Colombia.

Bairo Vera Mondragón
Coordinador I+D+i - ASTIN - SENA, Cali, Colombia.

Aldo Rafael Vázquez
Líder Sennova - ASTIN - SENA, Cali, Colombia.

Fernando Luna Vera
Investigador GIDEMP - ASTIN - SENA, Cali, Colombia.

Harry Alexander Maturana Peña
Instructor - ASTIN - SENA, Cali, Colombia.

Lina Marcela Crespo Delgado
Instructor Investigador - ASTIN - SENA, Cali, Colombia.

Drochss Pettry Valencia
Profesor Universidad Santiago de Cali, Cali, Colombia.

Richard Fernando D'vries
Profesor Universidad Santiago de Cali, Cali, Colombia.

Omar Hernan Ossa Betancourth
Instructor - ASTIN - SENA, Cali, Colombia.

Pedro Alberto Zafra López
Instructor - ASTIN - SENA, Cali, Colombia.

Comité Organizador

Aura Elvira Narváez Agudelo
Subdirectora centro ASTIN - SENA

Emilio Eliecer Navia Zuñiga
Coordinador Grupo de Investigación, Innovación
y Producción Académica
Dirección General SENA

Bairo Vera Mondragón
Coordinación I+D+i - ASTIN - SENA

Aldo Rafael Vázquez
Líder Sennova - ASTIN - SENA

Fernando Luna Vera
Líder Grupo de Investigación en Desarrollo
de Materiales y Productos "GIDEMP" - SENA

Edwin Flórez López, Ph.D.
Director Programa de Química,
Universidad Santiago de Cali, Cali, Col.

Carolina Caicedo Cano
Investigadora grupo de Investigación en Desarrollo
de Materiales y Productos "GIDEMP" - SENA

Jaime Alberto Gálvez Narváez
Instructor Investigador - ASTIN - SENA

Nidia Karina Mora
Profesional en Vigilancia Tecnológica - ASTIN - SENA

Jorge Alberto Cruz
Profesional en Mercadeo - ASTIN - SENA

Coordinadora

Carolina Caicedo Cano
Investigadora grupo de Investigación en Desarrollo
de Materiales y Productos "GIDEMP" - SENA

e-ISSN: 2256-5035
Suplemento I - Diciembre de 2017

Comité Logístico

Juan Manuel Escandón
Maira Eliana Pito Cometa
Lordny Geseth Diamante Babativa
Ana María Cortés Rosero
Johana Andrea Chamorro
Dina Marcela Chica Arboleda
Elizabeth Wagner
Yurani Rincón Andrade

Comite de Comunicaciones

Elizabeth Enriquez Quintero
Diagramación
Diseño Gráfico - ASTIN - SENA

Julia Emma Zuñiga Rivera
Coordinadora
Revista Informador Técnico - ASTIN - SENA

Ana María Cortés Rosero
Corrección de estilo
Auxiliar de edición - ASTIN - SENA

Diego Fernando Vélez Navía
Maestro de Ceremonia
Instructor de Comunicaciones - ASTIN - SENA

Patrocinadores

EVACOL LTDA
DISTRIBUIDORA INDUSTRIAL GODOY S.A.S
MAINCO S.A.
PROINSA LTDA.
PRODUVARIOS S.A
PLASTIRECUPERADOS S.A.S

Ponentes Magistrales

Marco-Aurelio De Paoli, Ph.D.
Universidad Estatal de Campinas, Brasil

Antonio Sánchez Solís, Ph.D.
Universidad Nacional Autónoma de México, México

Juan Carlos Rueda Sánchez, Ph.D.
Pontificia Universidad Católica de Perú, PERÚ

Manuel Aguilar Vega
Centro de Investigación Científica de Yucatán México

Enrique G. Mogollón Rincón, M.Sc.
ESENTTIA, Cartagena

Laura Fernanda Flórez Sastre, Ph.D.
Carvajal PM TEC Engineering, Bogotá

Vilásia Guimaraes Martins, Ph.D.
Universidad Federal de Río Grande Brasil

Abel Gaspar Rosas, Ph.D.
T.A INSTRUMETS, USA

Catalina Álvarez Ramírez, Esp.
ICIPC, Medellín

Héctor Fabio Zuluaga, Ph.D.
Universidad del Valle, Cali

Aura Elvira Narváez Agudelo, M.Sc.
Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria -ASTIN, Cali

III Simposio de Materiales Poliméricos

Volumen 81 • Número 2 • Julio-Diciembre 2017 • ISSN 0122-056X • e-ISSN 2256-5035

CONTENIDO

Presentación.....	6
Polímeros compuestos y nanocompuestos.....	7
Ingeniería de polímeros, procesamiento y reología.....	51
Métodos de síntesis novedosos para polímeros.....	71
Bipolímeros.....	112
Energías Renovables y Medio Ambiente.....	169

Presentación

El Servicio Nacional de Aprendizaje SENA y el Sistema de Investigación, Desarrollo Tecnológico e Innovación – SENNOVA continúan apostándole a la innovación, para contribuir al desarrollo del país gestionando de forma precisa y oportuna lo requerido por los grupos de investigación y semilleros. En esta oportunidad aprendices, instructores, investigadores y empresarios nacionales y latinoamericanos, se reunieron en un espacio de divulgación, donde se logró la comunicación de los resultados propios de la investigación, el desarrollo tecnológico e innovación alrededor de la temática “Materiales Poliméricos”.

El Grupo de Investigación en Desarrollo de Materiales y Productos - GIDEMP del Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria ASTIN - SENA organizó la tercera versión del Simposio de Materiales Poliméricos, el evento se constituyó en un lugar de encuentro que contó con la participación de más de 300 asistentes adscritos a Universidades (28%), SENA (55%) y Sector Productivo (17%).

El Simposio tuvo cuatro momentos importantes: a) un curso teórico-práctico de Reología a cargo del Dr. Abel Gaspar-Rosas director técnico y de ventas de exportación de TA INSTRUMENTS - WATERS LLC; b) ponencias magistrales y comunicaciones orales por parte de 18 participantes de Colombia, Brasil, Ecuador, México y Perú. La sesión de ponencias se dividió en sub-temas: *Polímeros compuestos y nanocompuestos; Ingeniería de polímeros, procesamiento y reología; Métodos de síntesis novedosos para polímeros; Biopolímeros y Energías renovables y medio ambiente;* c) un conversatorio que dio lugar a una discusión significativa entre la industria y academia bajo el tema: *¿Cómo se encamina Colombia al desarrollo de plásticos Bio-basados? «Polímeros a partir de fuentes renovables»*, con panelistas expertos que trataron diferentes puntos de vista como es el caso de la normativa (Catalina Alvarez del ICIPC), tendencias económicas y ambientales (Aura E. Narváez del SENA-ASTIN), aspectos técnicos sobre la síntesis y caracterización (Héctor F. Zuluaga de la Universidad del Valle), procesamiento y tendencias de mercado (Laura F. Flórez, PM TEC Engineering) en los plásticos bio-basados y finalmente d) un concurso de pósters y vídeos como medio de divulgación de resultados científicos, en el cual se presentaron un total de 38 trabajos.

El comité científico del evento resaltó la participación de todos, no obstante, se exaltaron las siguientes modalidades: en comunicación oral “BIOPOLÍMEROS FOTOACTIVOS COMO EMPAQUES DE ALIMENTOS DE CONSUMO DIARIO” por Q. Lina Niño de la Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia; en póster “POLI (3 – HIDROXIBUTIRATO) (P3HB): EXTRACCIÓN, PURIFICACIÓN Y MODIFICACIÓN” por Andrés Felipe Ramos de la Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá; en video: “UNDIMOTRIZ: COLUMNA DE AGUA OSCILANTE PARA GENERACIÓN DE ENERGÍA ELÉCTRICA” de los autores Fredy F. Miramag-Martínez, Bairo Vera-Mondragón, Rodrigo Martínez-Zúñiga del ASTIN del SENA. Asimismo, se reconoció la actuación de la Institución Educativa Jorge Eliécer Gaitán adscrito a Tecnoparque nodo Valle con el trabajo titulado: “OBTENCIÓN DE UN COMPUESTO POLIMÉRICO A PARTIR DE POLIPROPILENO REFORZADO CON FIBRAS DEL BAGAZO DE LA CAÑA DE AZÚCAR” y Tecnoacademia Soacha con el trabajo titulado: “CARACTERIZACIÓN DE BIOPOLÍMEROS A BASE DE RESIDUOS SÓLIDOS”.

Esperamos que las memorias fortalezcan el trabajo en red, con el fin de potenciar el desarrollo de los proyectos de investigación. Agradecemos a los participantes por su contribución con los trabajos, a SENNOVA por el financiamiento, a las entidades que se unieron para premiar los trabajos presentados, finalmente extendemos la invitación para el IV Simposio de Materiales Poliméricos.

CAROLINA CAICEDO CANO
Investigadora ASTIN
SENA Regional Valle
Editora Informador Técnico
Coordinadora Simposio de Materiales Poliméricos



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	
Hidrogeles 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

Antonio Sánchez Solís¹

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

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.

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.

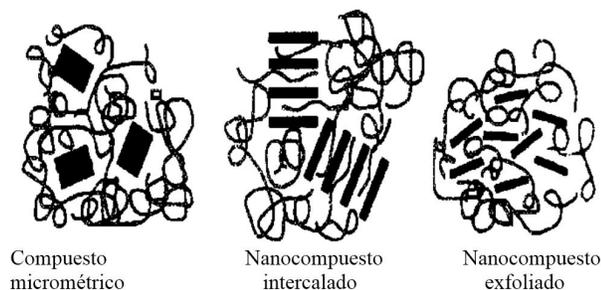


Figura 1. Representación esquemática de los tipos de estructura de nanocompuestos.

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 organofilicidad 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(ϵ -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(ethyleneoxide) 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

Marco Aurelio De Paoli¹

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

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

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

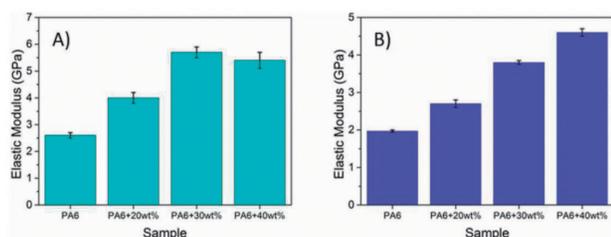


Figure 1. (A) tensile and (B) flexural properties of PA-6 composites reinforced with bleached cellulose fibers in comparison to pure PA-6.

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, PPLS, in comparison to Irganox 1010™, PPS, in an accelerated aging experiment.

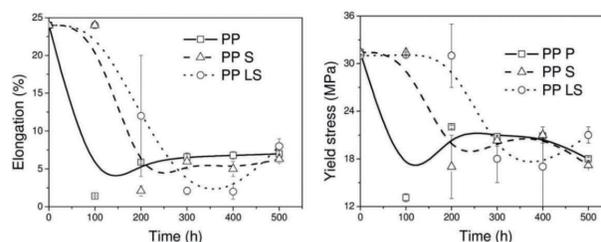


Figure 2- Variation of mechanical properties as a function of aging time for PP, PPS and PPLS.

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., Feroselli, 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

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.

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.*



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 ajusto esta velocidad a 5 mm/min para mantenerse dentro de los tiempos recomendados por la norma (entre 30 seg y 5 min).

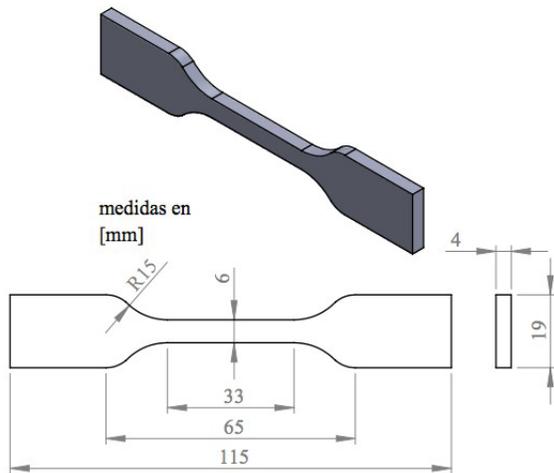


Figura 1. Esquema de las probetas utilizadas para el ensayo de tracción según norma ASTM D-638-14

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)

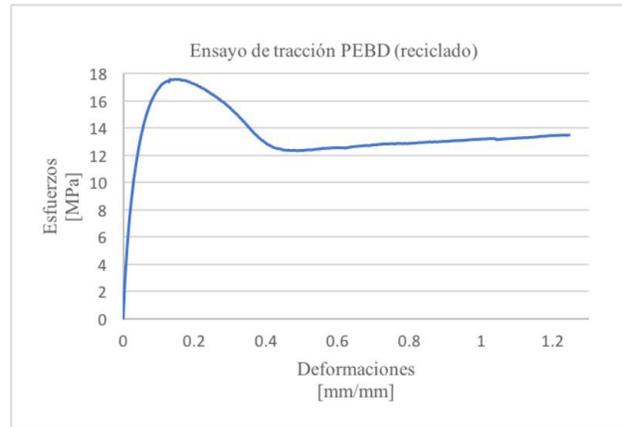


Figura 2. Curva esfuerzo-deformación del Polietileno de baja densidad (PEBD) reciclado.

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.

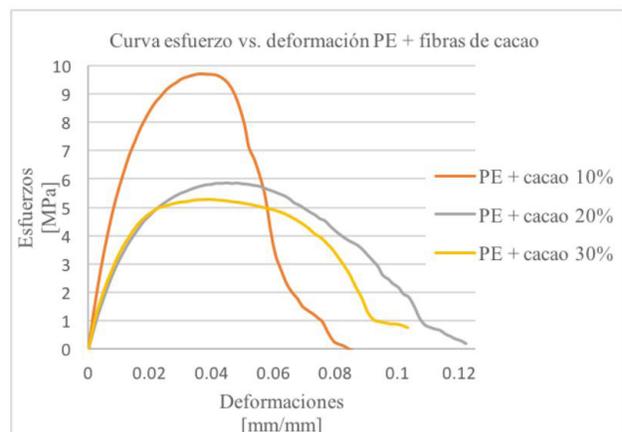


Figura 3. Curva esfuerzo-deformación del Polietileno de baja densidad (PEBD) reciclado con carga de bagazo de cacao.

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.

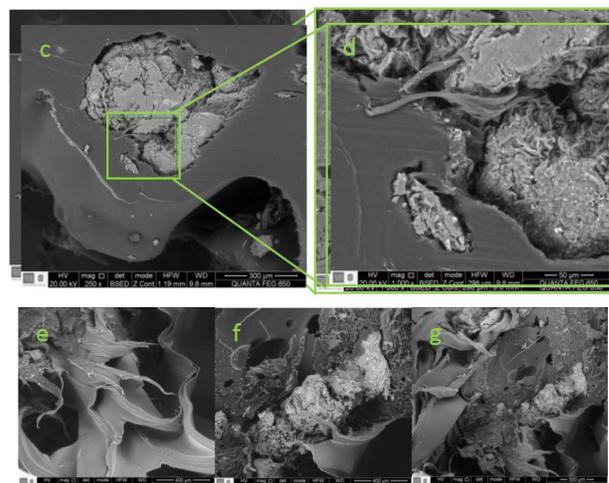


Figura 4. Microscopías electrónicas de barrido (SEM) del material compuesto PEBD/BC. a y b: ampliación de partícula de cacao en matriz de PEBD; c y d: ampliación de zona interfacial; e, f y g: ampliación de zona de falla.

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

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

Modalidad: Póster

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 respetivamente).

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

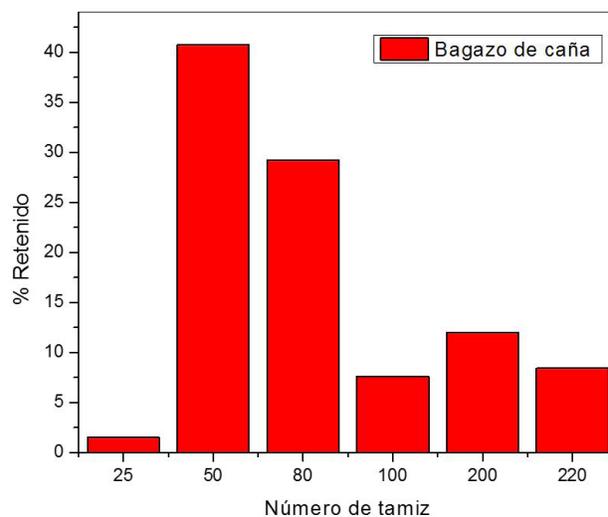


Figura 1. Distribución granulométrica del bagazo de caña utilizado para producir el compuesto.

La espectroscopia 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.

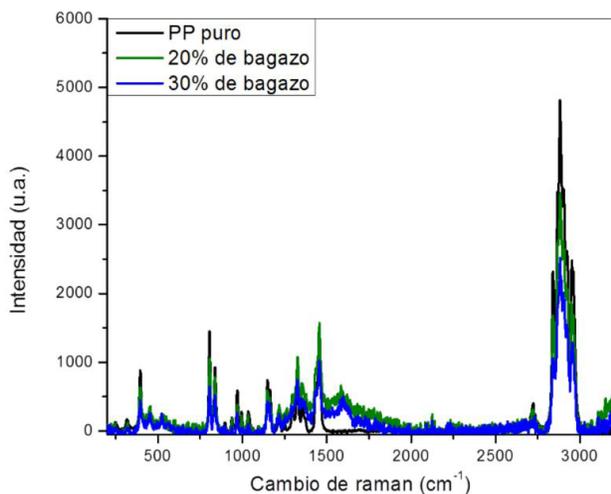


Figura 2. Espectroscopía Raman del PP y las mezclas realizadas.

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

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

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



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.

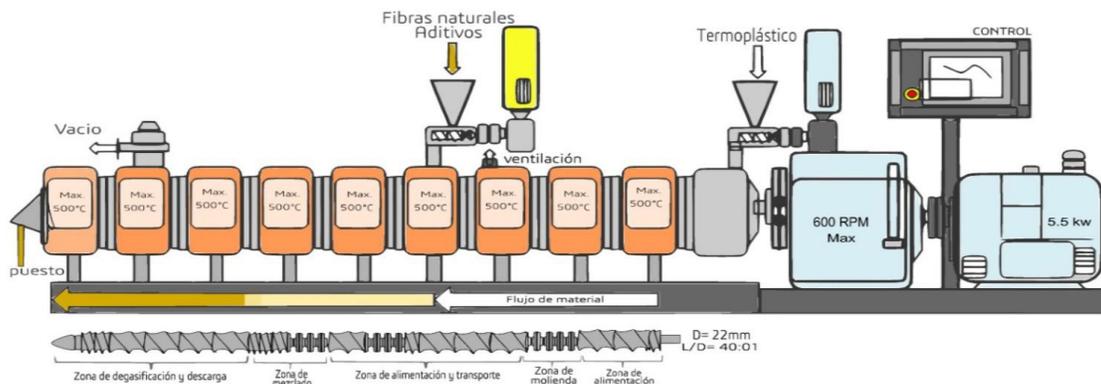


Figura 2. Proceso de fabricación de biocompuestos mediante extrusión doble tornillo

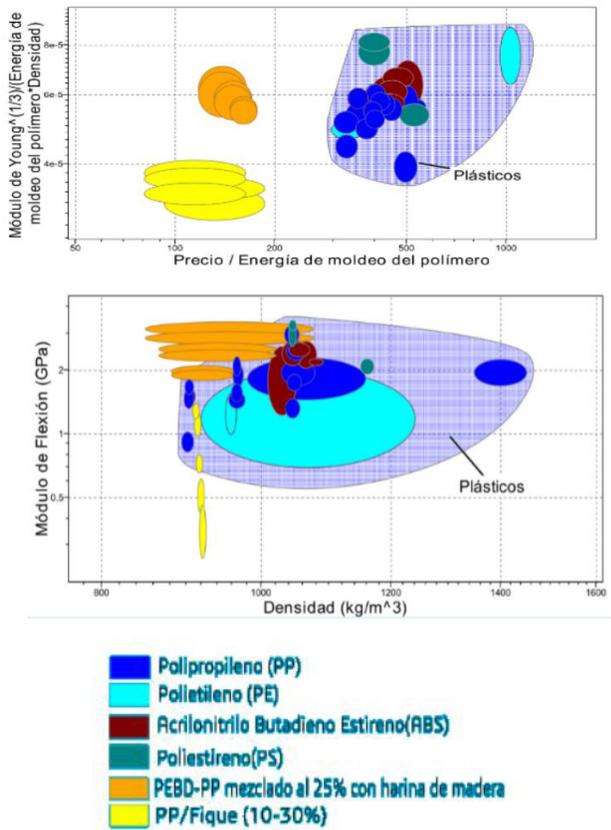


Figura 3. Algunas propiedades de los biocompuestos desarrollados por el grupo

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

Andrés Ferney Largo León¹
edwin Yesid Gómez Pachon²
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

² Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia 3, Duitama, Colombia
jorge.torres@uptc.edu.co

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

(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 médula 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%; médula: 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 Polibutilenoadipato-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 estos nanocompuestos 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), microscopía 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.

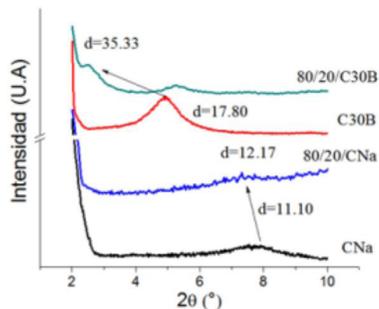


Figura 1. Diagramas de difracción de rayos X de las arcillas comerciales Cloisite® CNa, C30B y sus nanocompuestos 80/20/CNa y 80/20/C30B.

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.

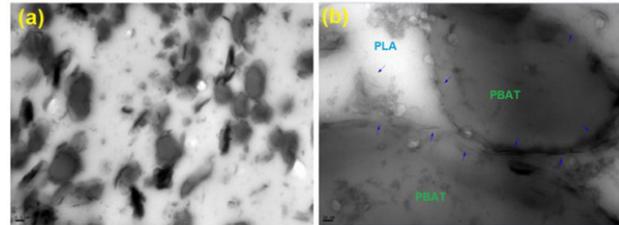


Figura 2. Micrografías TEM de la mezcla PLA/PBAT 80/20/C30B a 10000x (a) y 100.000x (b). Las barras indican 500 y 50 nm respectivamente.

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 nanocompuestos.

	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

*($\times 10^{-11} \text{g} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$); 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 Salomía, 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, reprocesamiento.

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 atmosfera 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 maquina 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 comparar 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 reprocessados en elongación se encuentran en ~100%.

Conclusiones

Los materiales compuestos de CCA muestran una ventaja con respecto a los PP reprocessados, 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 reprocessados. 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 reprocessamiento. *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@misen.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 NaClO₂ 1,7% y solución amortiguadora (NaOH + CH₃COOH) 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 H₂SO₄ 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 propuesta.

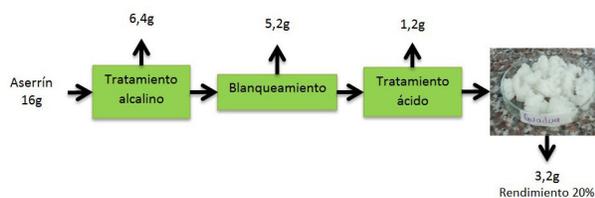


Figura 1. Rendimientos obtenidos durante el tratamiento

De acuerdo a los datos presentados en la figura 1 el rendimiento de extracción de fibras de celulosa esta 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 H₂SO₄. 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 esta alrededor de 340°C (Rebouillat & Pla, 2013), el cual es más pronunciado para la muestra tratada con H₂SO₄ debido a la remoción de hemicelulosa y lignina en comparación con la muestra sin tratar.

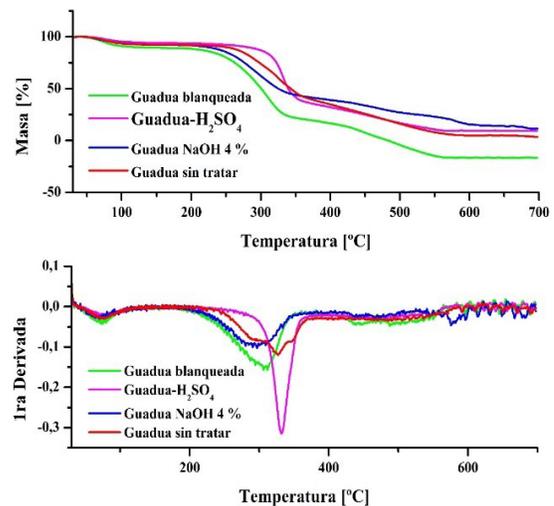


Figura 2. Resultados análisis TGA

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 H₂SO₄: Las de absorción que se obtuvieron a 3331cm⁻¹ corresponde al estiramiento de los grupos hidroxilo (-OH), a su vez los picos a 2950 cm⁻¹ corresponde al estiramiento C-H presente en la celulosa, hemicelulosa y lignina (Zhang et al., 2014).

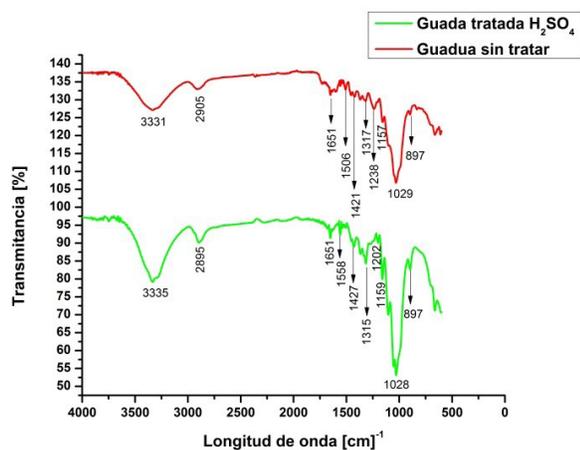


Figura 3. Resultados análisis IR

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 , 1427 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 espectroscopía raman utilizando como fuente de excitación un láser a una longitud de onda de 532nm , obteniendo un espectro entre 100 y 3500cm^{-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 1085cm^{-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 1604cm^{-1} disminuye su intensidad. Lo cual se puede explicar por los cambios estructurales que se realizaron durante el tratamiento con ácido.

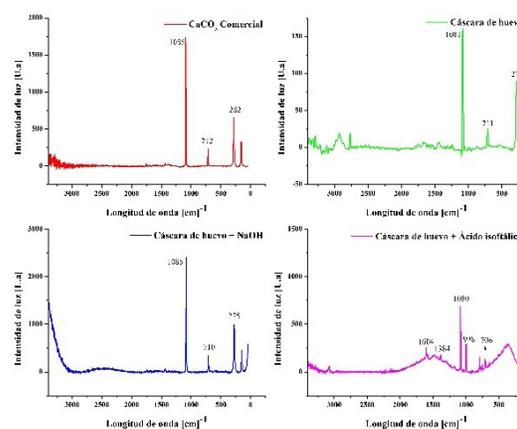


Figura 1. Comparaciones espectros raman de la cáscara de huevo.

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.

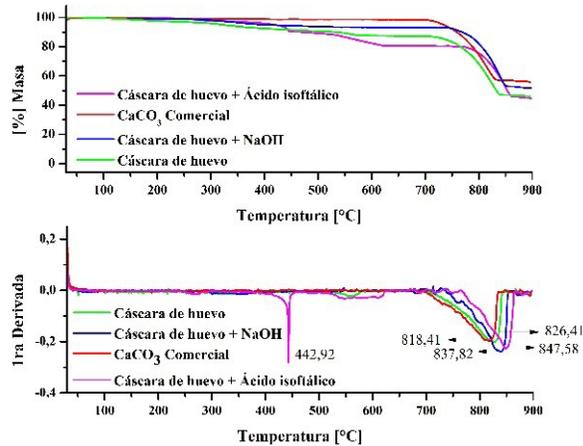


Figura 2. Análisis termogravimétrico de cáscara de huevo.

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

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.

Modalidad: Póster

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

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

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.

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 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 en 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.

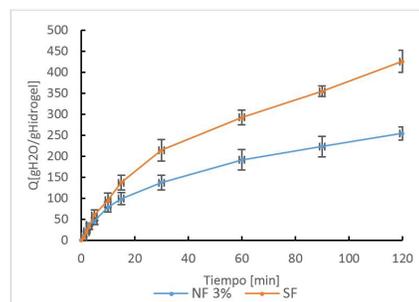


Figura 1. Capacidad de hinchamiento



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.

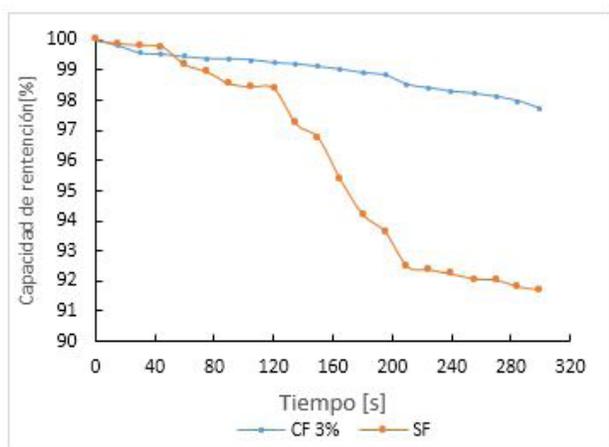


Figura 2. Capacidad de retención de agua

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., & Madaghiale, 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>



III Simposio
DE MATERIALES
POLIMÉRICOS



Ingeniería de Polímeros, Procesamientos y Reología

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

Aumento de productividad en la obtención nanofibras poliméricas, mediante validación experimental del proceso de Electrohilado por centrifugación.....	53
David Fernando Nieto, Andrés Ferney Largo, Edwin Yesid Gómez	
Selección del plastificante según sus propiedades de barrera en la formulación de un Polímero Biodegradable.....	56
Ahudrey Leal Quintero, J. Xiomara Salazar Perdomo, Luz Stella Henao Díaz	
Modelos reológicos asociados a la sangre.....	59
Luis Carrasco, Eduardo Molina, Rosa Rojas, Luz Castañeda	
Caracterización mecánica y física de fibra de iraca y Carbonato de Calcio como aditivos en un compuesto de matriz polimérica.....	63
Nicolás Macías, Oscar Cadavid, Luz M. Flórez, José H. Mina	
Desarrollo de adhesivos termofusibles de poli(estireno-isopreno-estireno) y sus caracterizaciones físico-químicas.....	66
Giovanni Ponce A., Luz Castañeda P.	

Aumento de productividad en la obtención nanofibras poliméricas, mediante validación experimental del proceso de electrohilado por centrifugación

David Fernando Nieto¹
Andrés Ferney Largo²
Edwin Yesid Gómez³

¹ Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Facultad Seccional Duitama, Escuela de Diseño Industrial Colombia. david.nieto_23@hotmail.com

² Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Facultad Seccional Duitama, Escuela de Diseño Industrial Colombia. andresferney@hotmail.com

³ Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Facultad Seccional Duitama, Escuela de Diseño Industrial Colombia. edwin.gomez02@uptc.edu.co

Modalidad: Póster

Resumen

En la actualidad se han realizado estudios y avances en el desarrollo de nanofibras poliméricas, las cuales impactan en el sector industrial a través de sus múltiples aplicaciones como materiales compuestos, biomedicina, liberación de fármacos, regeneración de tejidos, textiles, entre otras. Estas fibras pueden obtenerse a través de la técnica de electrohilado y su método de aguja como el más convencional, que a pesar de su versatilidad, tiene como inconveniente la baja productividad (v/t) en la obtención de dichas fibras. Por esta razón se propuso el desarrollo de un equipo de electrohilado por centrifugación que combina las características del método convencional con la aplicación de fuerza centrífuga, el cual superó su productividad en una relación de 200 a 1.

Palabras claves: Centrifugación, Diseño, Electrohilado, Nanofibras, Polímeros.

Introducción

Se tiene registro que en los últimos 20 años a nivel mundial se vienen desarrollando nanofibras poliméricas, las cuales están impactando en diferentes áreas industriales a través de productos como cosméticos, sensores, dispositivos para la liberación controlada de medicamentos, materiales para regeneración de tejidos, condensadores, transistores, separadores de baterías, almacenamiento de energía, prendas para vestir y tecnología de la información, entre otros (Agarwal, Wendorff & Greiner, 2008).

Estas aplicaciones tratan de aprovechar las excelentes propiedades físicas, químicas, mecánicas y biológicas de las nanofibras debido a su diámetro nanométrico, su alta

relación superficie/volumen y al perfeccionamiento que se logra en su estructura interna.

Existen diferentes procesos para preparar nanofibras, algunas de estos son: auto ensamble, extrusión continua, sol-gel, electrohilado, entre otras. El proceso del electrohilado es el método más usado en la actualidad a nivel de laboratorio, especialmente el electrohilado por aguja, debido a sus ventajas en la fabricación de las nanofibras y en el control de los parámetros que inciden en las propiedades de las mismas. Este proceso se basa en la aplicación de una diferencia de potencial entre el sistema inyector del polímero, que se encuentra en estado líquido y el sistema colector, que depositará el producto final en forma de fibras; esta diferencia de potencial hace que el polímero se estire por la superación de su tensión superficial debido a la acción del campo eléctrico y se transforme en fibras que se coleccionan en estado sólido. (Fig. 1) Las fibras conforman membranas que corresponden a la clase denominada andamios celulares, conformada por redes porosas de fibras superpuestas muy delgadas (Gómez Pachón, et al., 2010).

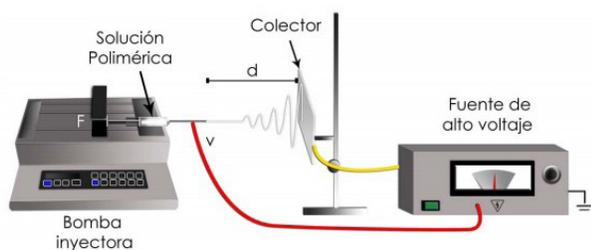


Figura 1. (Representación esquemática del sistema de electrohilado) (s.f) tomado de <http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/20837/Antecedentes.pdf>

Según las investigaciones correspondientes a conocer, medir y analizar la productividad del proceso de obtención de las nanofibras en un equipo de electrohilado horizontal por aguja con el que cuenta la Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia (UPTC) se llegó a saber que para la obtención de una membrana de nanofibras de 50 micras de espesor y 100 cm² demanda hasta 4 horas de trabajo continuo.

Por esta razón es necesario adelantar los estudios tanto en las nanofibras, como en sus técnicas de producción de forma simultánea, lo cual implica analizar el proceso actual, proponer su mejora, renovación y perfeccionamiento; incrementando la productividad, eficiencia y así mismo las posibilidades en variedad de propiedades de los materiales.

Parte Experimental

Por medio de documentación, observación, análisis y desarrollo experimental, se planteó la hipótesis, “a mayor número de capilares, mayor volumen de fibras procesadas y al aplicar fuerza centrífuga, mayor fuerza en contra de la tensión superficial del polímero”; Posteriormente se propuso un dispositivo dosificador del polímero de tipo rotatorio con 8 capilares y un sistema colector de tipo anular, ambos concéntricos, para esto se construyó un banco de pruebas (Fig. 2) donde se realizaron las comprobaciones de tipo funcional necesarias para la validación de la técnica de electrohilado por centrifugación.

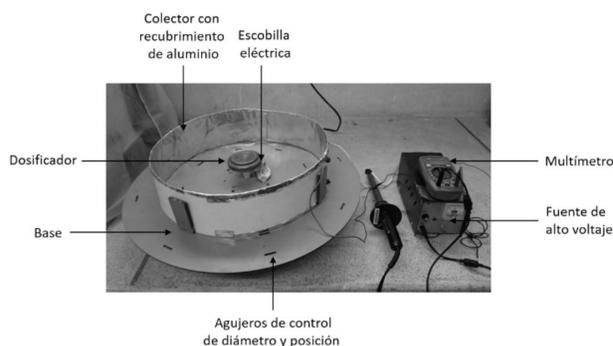


Figura 2. Primer banco de pruebas construido para la realización de pruebas y comprobaciones funcionales (2015). UPTC, Facultad seccional Duitama.

Resultados y discusiones

En la primera etapa de pruebas se obtuvo una membrana de fibras de 35cm de diámetro, resultado de 20 ml de solución polimérica procesada en 6 minutos; la cual fue sometida a análisis por microscopía electrónica de barrido (SEM) para ver su apariencia a mayor escala y mediante software (Image J) realizar la medición del diámetro de las fibras obtenidas (Fig. 3) donde se obtuvo en primera instancia un diámetro promedio de 0.85µm ó 8500 nm.

Todo esto con el fin de comprobar el funcionamiento, su capacidad de transformar el polímero en fibras y los diámetros de las mismas, así como el volumen de fibras procesadas en relación al tiempo demandado, con el fin de tener mayor certeza en el aumento de la productividad en el proceso antes de un prototipo final.



Luego al poder controlar la variabilidad de los parámetros determinantes como fuerza centrífuga en relación a las rpm del dosificador, la intensidad del campo eléctrico, solución polimérica, entre otras, se logró obtener una serie de muestras donde las fibras alcanzaron diámetros muy similares a los del método convencional (Fig. 4).

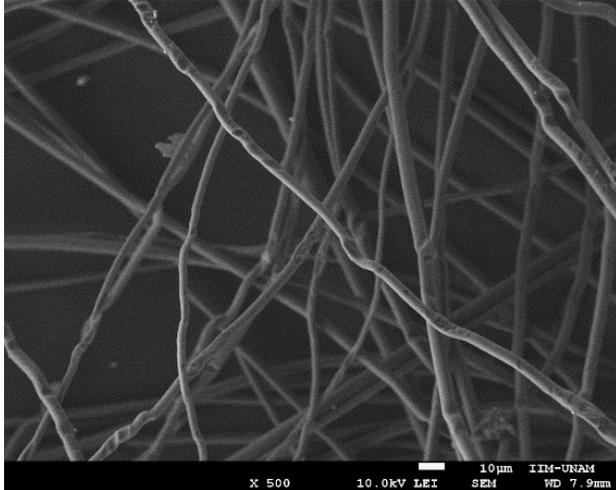


Figura 3. Microscopía (SEM) de membrana de PLA obtenida en la primera etapa de prueba funcional del banco de pruebas #1 (2015). UPTC, Facultad Seccional Duitama.

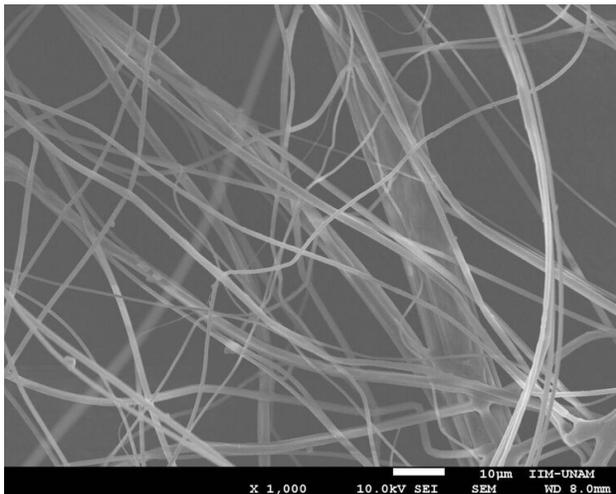


Figura 4. Microscopía (SEM) de la Muestra DB1 – 04 membranas de PLA obtenida en la fase de pruebas del prototipo final.

Lo cual significa la implementación de un equipo de electrohilado por centrifugación competente, que aumenta la productividad en 200 veces a 1 comparado con el electrohilado por aguja convencional y abre campo a futuras investigaciones en las propiedades, aplicaciones y procesos de obtención de las nanofibras poliméricas.

Conclusiones

Se validó y comprobó el funcionamiento de la fuerza centrífuga en combinación a los parámetros convencionales de un equipo de electrohilado.

La implementación de la fuerza centrífuga y el dosificador rotatorio influyen en el aumento de la producción de nanofibras poliméricas.

Controlando la variabilidad de los parámetros determinantes en la producción de las nanofibras se pueden lograr múltiples configuraciones y diámetros de fibras.

El prototipo de electrohilado por centrifugación construido supera en nivel de productividad (v/t) al electrohilado por aguja en 200 veces a 1.

Referencias

- Agarwal, S., Wendorff, J. H., & Greiner, A. (2008). Use of electrospinning technique for biomedical applications. *Polymer*, 49(26), 5603-5621. doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2008.09.014>
- Gómez-Pachón, E. Y. y colaboradores. 2010. Diseño de un equipo para la fabricación de andamios de nanofibras para aplicaciones biomédicas. *Memorias del XV Congreso Internacional Anual SOMIM*, 1-10 .

Selección del plastificante según sus propiedades de barrera en la formulación de un polímero biodegradable

Ahundrey Leal Quintero¹
J. Xiomara Salazar Perdomo²
Luz Stella Henao Díaz²

¹ Tecnoparque SENA, Calle 54 # 10 - 39, Bogotá, Colombia. ahudrey18@gmail.com

² Centro agroindustrial SENA, Km. 12 vía a Puerto López, Villavicencio, Colombia.

Modalidad: Póster

Resumen

En esta investigación se estandarizan los factores de extracción de pectina de alto metoxilo e identificación del tipo y concentración de plastificante en la formulación de un biopolímero. La metodología para la obtención de pectina incluyó procedimientos químicos, tales como hidrólisis ácida con un proceso de sonicación, el producto final fue a un porcentaje de 60- 90 en grado de esterificación, caracterizado por métodos de titulación. Al obtener la matriz estructural, se procedió a evaluar tipo y concentración de plastificante, se identificó que las menores concentraciones de alcohol polivinílico y glicerina influyen sobre la masa solubilizada en agua, y a mayor concentración de plastificante el efecto se reflejó beneficiando la permeabilidad al vapor de agua pero afectando la capacidad de generar zona elástica y plástica.

Palabras claves: *pectina, plastificante, permeabilidad, solubilidad, esterificación, agro-polímero.*

Introducción

Con la nuevas medidas ambientales en Colombia que buscan cumplir los estándares de países desarrollados, es necesario dar nuevas alternativas a la disposición de residuos que generan en su proceso de industrialización pequeñas y medianas empresas, entre ellas las despulpadoras de frutas. Una de las propuestas es el desarrollo de polímeros biodegradables a partir de desechos agroindustriales ricos en polisacáridos como la pectina que se encuentran en la mayor parte de los tejidos vegetales (Chariguamán, & Jimmy, 2015). Se planteó aprovechar los residuos de cáscara de frutas ricos en pectina para la formulación de un agro-polímero con la visión de ir desplazando el uso de plástico tradicional. En los biopolímeros se debe analizar varias características, la disponibilidad, propiedades mecánicas, calidad óptica, requisitos de barrera (Vieira,



da Silva, dos Santos, & Beppu, 2011), siendo afectadas por parámetros como el tipo de material utilizado como matriz estructural, condiciones de fabricación de película y la concentración de aditivos (Imre B, 2013). En este sentido, los aditivos plastificantes son utilizados para mejorar la flexibilidad, resistencia y permeabilidad a gases, lo que refuerza la importancia de iniciar la investigación de nuevas formulaciones de termoplásticos biodegradables identificando la concentración y tipo de plastificante a utilizar.

Parte Experimental

Fase 1. Disponibilidad de Materia Prima. Se realizó una encuesta de tipo personal en donde se indagó sobre el uso final de los residuos en la planta agroindustrial a empresarios de pulpa de fruta en Bogotá D.C. quienes fueron seleccionados mediante una búsqueda online.

Fase 2. Extracción de Pectina. La cáscara fue desinfectada, escaldada durante 15 minutos a 95°C. Posteriormente se inició la hidrólisis donde el material troceado es calentado a 70°C en agua acidulada (1g / 2 ml) a pH de 2,5 a 3,0 por 120 min. Se determinó: grado de esterificación por el método de titulación de Food Chemical Codex, grupos metoxilo y ácido galacturónico como lo especifica Alfonso, (2010).

Fase 3. Producción de películas. Mediante la metodología de casting se elaboraron las películas plásticas desarrollando una mezcla de pectina con el plastificante a concentraciones de 5 al 15 en porcentaje a temperatura de $\pm 70^\circ\text{C}$ por 30 min con agitación constante. Posteriormente se vierte la solución en moldes a una relación de 0,6 g/cm² para el secado de las películas a $\pm 30^\circ\text{C}$ y 65% HR durante 72hr.

Propiedades de barrera de películas plásticas

Solubilidad en agua. Se determinó según con la metodología de (Gontard, Guilbert, & CUQ, 1993) con adaptación. Las láminas cortadas circularmente con un diámetro de 20mm, sumergidas en beakers con 50ml de agua destilada y agitada a 25°C por 24h. Después las muestras se secaron ($105 \pm 2^\circ\text{C}$ durante 24h) para determinar el peso del material que no fue solubilizado. La solubilidad se expresa de acuerdo con la ecuación 1.

$$\%S = (1 - (p_i - p_f/p_f)) \times 100$$

Permeabilidad al vapor de agua (Pva): Se determinó de acuerdo con el método agua descrito por la norma ASTM E96 en circunferencias con un diámetro de 30 mm. Se evaluó cada 24 horas durante seis días. Según la ecuación 2.

$$Pva = \left(\frac{g}{tA}\right) \times \left(\frac{x}{\Delta p}\right)$$

Resultados y discusiones

Disponibilidad de Materia Prima. En la figura 1, se presenta la cantidad de cáscara de *Pasiflora edulis Sims* como fuente de pectina disponible por cada empresa, para un total de 29571 kg/mes.

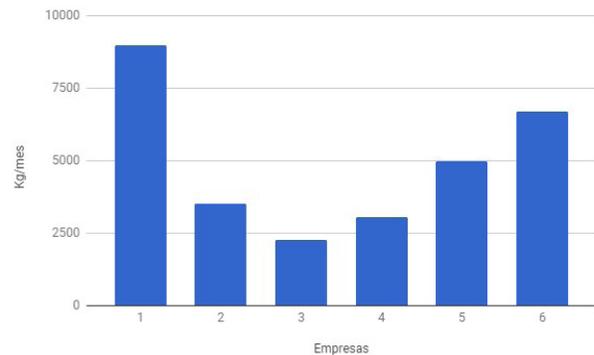


Figura 1. Cáscara de *Pasiflora edulis Sims* disponible por empresa

Extracción de Pectina. El análisis estadístico arrojó que: la interacción de factores Frecuencia-tiempo de ultrasonido/ph tienen un efecto significativo en grado de esterificación de la pectina. Para grupos metoxilo y ácido galacturónico la interacción de frecuencia ultrasonido/ph si arroja diferencias significativas en sus propiedades. En la figura 2 se muestra el tratamiento 20 khz por 15 min a ph 2,5 generó una pectina de alto metoxilo 90% y 80% ácido galacturónico.

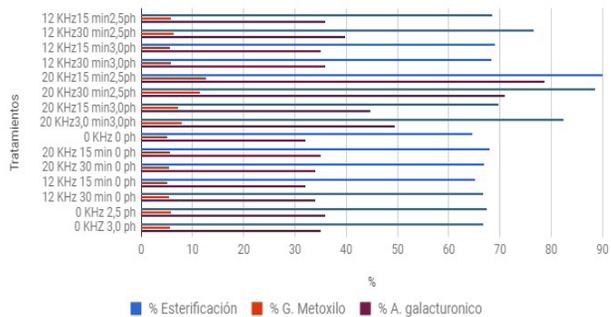


Figura 2. Caracterización de Pectina

Selección del Plastificante. En la tabla 1 se presenta solubilidad en agua y permeabilidad al vapor de agua para cada tratamiento siendo, pectina mezclada con glicerina y/o alcohol poli vinílico a diferentes concentraciones 5, 10 y 15 %. Los resultados obtenidos muestran al tratamiento PVA a 5% de concentración donde se presentó menor material

solubilizado en agua (40% masa no diluida) y al tratamiento glicerina 10% con menor valor a permeabilidad al vapor de agua. Las mezclas de plastificante afectaron la solubilidad pero mantienen las propiedades en permeabilidad.

Tabla 1. Propiedades de Barrera en las películas plásticas

Tratamientos %	solubilidad [%]	Permeabilidad [kg/(m ² *h*pa)]
G5	22,031	2,04E-10
G10	17,125	1,37E-10
G15	12,343	3,28E-10
P5	40,084	5,36E-11
P10	21,848	2,74E-10
P15	11,843	9,59E-07
A15	23,347	8,69E-11
G5P5	19,269	7,01E-11
G10P10	6,593	1,09E-06
G10P5	9,894	3,31E-07

La figura 3 muestra al tratamiento P5 y G5P5 con un strain entre 2 a 4% donde se logró identificar la zona plástica y la zona elástica. G10P10 presento un strain de 20% perdiendo esfuerzo y deformación a la rotura, lo que indica no entrar en la zona plástica.

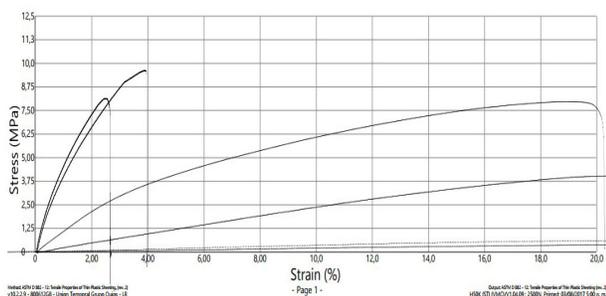


Figura 3. Diagrama esfuerzo deformación

Conclusiones

Se identificó la disponibilidad de cáscara de *pasiflora edulis Sims* para la extracción de pectina dando factibilidad del desarrollo de agro-polímeros biodegradables. Los resultados obtenidos permitieron estandarizar los factores de operación para la hidrólisis ácida asistida por ultrasonido lo cual genera una pectina de alto metoxilo (90%). Se detectó que las propiedades físicas de barrera son inversamente proporcional, a mayor concentración menor permeabilidad al vapor de agua y mayor solubilidad de

masa en agua, por tanto se debe identificar un plastificante y/o compuesto que reduzca la solubilidad del biopolímero en contacto con el agua sin afectar sus propiedades de permeabilidad y propiedades mecánicas.

Agradecimientos

Los autores agradecen a la empresa Jugos Naturales Mandarín SAS, Tecno parque Bogotá, Centro agroindustrial del Meta, Centro Manufactura, Textil y Cuero Bogotá.

Referencias

- Alfonso, E. (2010). Estudio del comportamiento reológico de las pectinas con diferente grado galacturonico obtenida a partir de Citrus paradisi (gray fruit). El Salvador, Centro América: Facultad de Química y Farmacia, Universidad de El Salvador.
- Chariguamán, C., & Jimmy, A. (2015). Caracterización de bioplástico de almidón elaborado por el método de casting reforzado con albedo de maracuyá (*Passiflora edulis spp.*).
- Gontard, N., Guilbert, S., & CUQ, J. L. (1993). Water and glycerol as plasticizers affect mechanical and water vapor barrier properties of an edible wheat gluten film. *Journal of Food Science*, 58(1), 206-211. doi: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1993.tb03246.x>
- Imre B., Pukánsky, B. (2013). Compatibilization in bio-based and biodegradable polymer. *European Polymer Journal*, 49, 1215-1233. doi: <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2013.01.019>
- Vieira, M. G. A., da Silva, M. A., dos Santos, L. O., & Beppu, M. M. (2011). Natural-based plasticizers and biopolymer films: A review. *European Polymer Journal*, 47(3), 254-263. doi: <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2010.12.011>

Modelos reológicos asociados a la sangre

Luis Carrasco¹
 Eduardo Molina¹
 Rosa Rojas¹
 Luz Castañeda²

¹ Universidad Nacional del Callao, Av. Saenz Peña 1060, Callao, Perú, clave012@yahoo.es

² Universidad Nacional Federico Villarreal, Jr. Carlos González 285, San Miguel, Perú.

Modalidad: Comunicación Oral

Resumen

Este es un estudio exploratorio del comportamiento reológico de tipo de sangre humana a temperaturas de 15, 20, 28, 37 y 45 °C, usando un reómetro rotacional Rheolab QC. Se obtuvieron datos de esfuerzo de corte en Pa y velocidad de corte en (1/s), estos datos fueron correlacionados con los modelos reológicos de Herschel Bulkley I, Casson I, Ostwald de Waele, Sisko, Steiger Ory y Ellis de Haven, para obtener sus respectivos parámetros. Su validez fue comprobada a través de los indicadores estadísticos como el índice de correlación múltiple y la varianza. Se comprobó que para cada una de las temperaturas estudiadas la sangre es un fluido no newtoniano con características de un plástico real; por otro lado, dado que la reología de la sangre está relacionada con la circulación de los glóbulos rojos, estos estudios podrían utilizarse para identificar enfermedades ante cualquier cambio en la viscosidad de la sangre.

Palabras Claves: *fluidos no newtonianos; reología; sangre.*

Introducción

La sangre humana es un fluido constituido por diversos componentes en una fase "continua" denominada plasma que está formada por agua, iones, proteínas, nutrientes, desechos, gases y diversos componentes en suspensión como los glóbulos rojos, los glóbulos blancos, las plaquetas, el colesterol, entre otros. Las cantidades relativas de estos constituyentes definen la reología de una muestra de sangre (Ortiz-León, Araya-Luna & Vílchez-Monge, 2014; Berga, 1980). En tal sentido, en este fluido, existe una relación entre el esfuerzo de corte y la velocidad de corte, se ha comprobado experimentalmente que dicha relación es no lineal. Este hecho caracteriza a la sangre como un fluido no newtoniano.

Los fluidos no newtonianos se clasifican en dos tipos: los independientes y los dependientes del tiempo. Una serie de fluidos, entre ellos la sangre está clasificada dentro

de los fluidos no newtonianos independientes del tiempo; estos a su vez, se subclasifican en fluidos pseudoplásticos, los cuales se caracterizan por la disminución de la viscosidad al aumentar la velocidad de corte y en fluidos dilatantes caracterizados por el aumento de la viscosidad a medida que se aumenta la velocidad de corte. En ambos casos, los valores comienzan a reportarse desde el origen de coordenadas (Carrasco Venegas, 2011).

Dentro de los fluidos no newtonianos independientes del tiempo, se encuentran los fluidos denominados plástico ideal y plástico real, el primero tiene un valor de esfuerzo de cedencia, τ_s y a partir de este valor la relación entre el esfuerzo de corte y velocidad de corte, sigue una relación lineal. El fluido denominado plástico real, también tiene un esfuerzo de cedencia, a partir de este punto existe una relación no lineal entre el esfuerzo de corte y velocidad de corte (Carrasco Venegas, Castañeda Pérez, & Altamirano Oncoy, 2015; Rojas, 1999). Los modelos de fluidos no newtonianos que fueron utilizados son:

Modelo de Herschel-Bulkley I: $\tau = \tau_0 + \mu_c (\dot{\gamma})^{1/m}$ (1)

Modelo de Casson I: $\tau^{1/n} = \tau_0^{1/n} + \mu_c (\dot{\gamma})^{1/m}$, $n > 1$ $m > 1$ (2)

Modelo de Ostwald de Waele-Nutting: $\tau = k (\dot{\gamma})^n$ (3)

Modelo de Sisko: $\tau = A \dot{\gamma} + B (\dot{\gamma})^n$ (4)

Modelo de Steiger-Ory: $\dot{\gamma} = C \times \tau + A \times \tau^3$ (5)

Modelo de Ellis de Haven: $\tau = \frac{\mu_0}{1 + c\tau^{n-1}} \dot{\gamma}$, $n > 1$ (6)

En cada caso se aplica una regresión no lineal para encontrar los parámetros respectivos que correlacionen adecuadamente con los datos experimentales, ello se realiza con la ayuda del software Polymath 6.

Parte experimental

El estudio reológico se realizó en el Laboratorio de Investigación de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Callao, siguiendo el siguiente procedimiento:

1.- Se tomó 200 mL. de una muestra de sangre (según análisis clínicos correspondía a la de una persona sana), y se colocó en el porta muestra del reómetro Rheolab QC (marca Antón Para).

2.- Las temperaturas de trabajo se van fijando y se ponen en marcha el reómetro, obteniendo los datos de esfuerzo de corte vs velocidad de corte y, opcionalmente la viscosidad aparente.

3.- Se realizó el tratamiento estadístico de los datos obtenidos ajustándolos a cada uno de los modelos utilizados en este estudio.

Resultados y discusiones

Los resultados obtenidos de la lectura del reómetro se reportan en las tablas 1, 2, 3 y 4, a continuación.

Tabla 1. Datos experimentales de esfuerzo de corte y velocidad de corte

	Esfuerzo de corte (Pa)	Velocidad de corte (1/s)				
		15 °C	20 °C	28 °C	37 °C	45 °C
1	1	7.33	4.71	4.2	6.72	3.78
2	1.5	17.4	14.2	12.3	14.7	13.1
3	1.99	30.6	26.1	24.1	26.1	24.3
4	2.49	47.1	40.9	38.8	40.5	38.9
5	2.99	66.3	59	56.6	58	56.6
6	3.49	87.9	80.3	77.5	78.5	77.7

Fuente: Elaboración propia

En la figura 1 se observa el esfuerzo de corte y velocidad de corte aplicado a la sangre a 15°C, 20°C, 28°C, 37°C y 45°C.

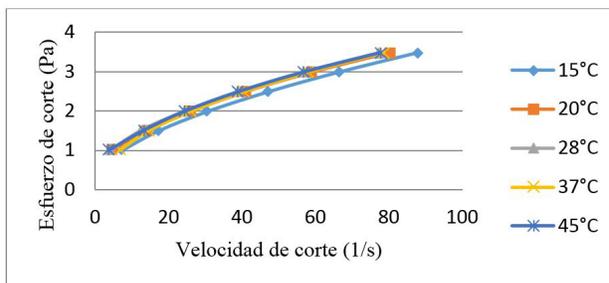


Figura 1. Esfuerzo de corte y velocidad de corte aplicado a la sangre

En las Tablas 2, 3 y 4 se presentan los parámetros de dos modelos obtenidos por el método de regresión no lineal. También, con los parámetros se obtienen los reogramas respectivos en las figuras 2, 3 y 4.

Tabla 2. Modelo de Herschel-Bulkley I

	15 °C	20 °C	28 °C	37 °C	45 °C
A	0.257132	0.4351388	0.4197392	0.0113791	0.5114224
B	0.2293223	0.2191854	0.2565153	0.3756052	0.2128055
C	0.5909976	0.6014206	0.5707111	0.5100339	0.6071641
R^2	0.9999955	0.9998451	0.999978	0.9999713	0.9997047
R^2adj	0.9999926	0.9997419	0.9999634	0.9999522	0.9995079
Rmsd	0.0007337	0.0043183	0.0016266	0.0018594	0.0059629
Variance	6.46E-06	0.0002238	3.18E-05	4.15E-05	0.0004267

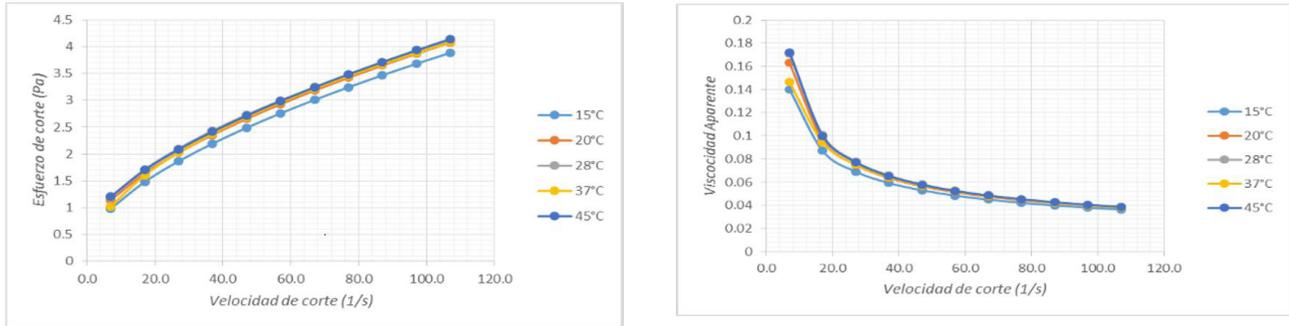


Figura 2. Esfuerzo de corte y viscosidad aparente vs velocidad de corte para el modelo de Herschel-Bulkley I
Fuente: Elaboración propia

Tabla 3. Modelo de Casson

	15°C	20°C	28°C	37°C	45°C
A	0.2952584	0.4748685	0.4364669	0.0138818	0.6099531
B	0.304568	0.0419146	0.2759012	0.4590128	0.029272
C	0.421527	1.630014	0.4986589	0.4030528	1.946386
n	1.49638	0.3137394	1.193486	1.268225	0.2527464
R ²	0.9999986	0.9999928	0.9999789	0.9999714	0.9999989
R ² adj	0.9999965	0.9999819	0.9999471	0.9999286	0.9999973
Rmsd	0.0004118	0.0009338	0.0015957	0.0018551	0.0003589
Variance	3.05E-06	1.57E-05	4.58E-05	6.20E-05	2.32E-06

Fuente: Obtenida por regresión no lineal de los datos experimentales

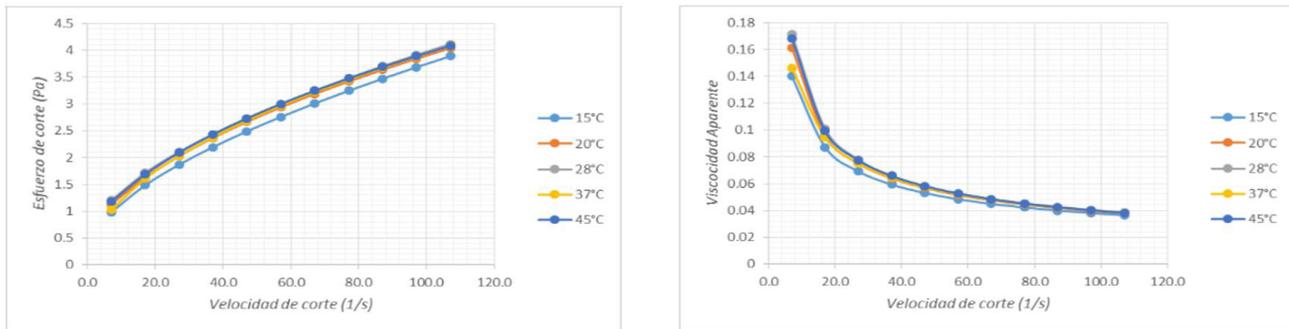


Figura 3. Esfuerzo de corte y viscosidad aparente vs velocidad de corte para el modelo de Casson I
Fuente: Elaboración propia

Tabla 4. Modelo de Ellis de Haven

	15°C	20°C	28°C	37°C	45°C
C	5.29059	3.114924	2.213742	3.778535	2.332569
A	4.039951	3.910964	3.864807	3.804791	3.868901
n	2.287848	2.309605	2.324169	2.280532	2.319594
R ²	0.9981002	0.9980385	0.9981768	0.9994647	0.9979238
R ² adj	0.9968336	0.9967308	0.9969614	0.9991079	0.9965397
Rmsd	0.4957401	0.4699704	0.4425925	0.2347852	0.4724671
Variance	2.949099	2.650466	2.350657	0.6614892	2.678701

Fuente: Obtenida por regresión no lineal de los datos experimentales

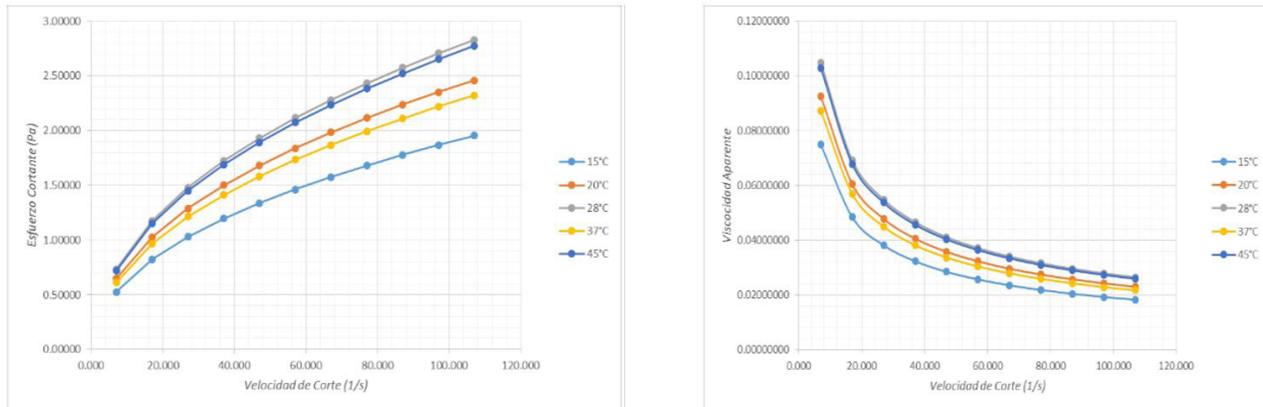


Figura 4. Esfuerzo de corte y viscosidad aparente vs velocidad de corte para el modelo de Ellis de Haven
Fuente: Elaboración propia

Conclusiones

1.- De los modelos utilizados para la regresión no lineal de los datos experimentales, el de Casson 1, seguido de Herschel-Bulkley 1 y finalmente el modelo de Sisko, en ese orden precisión, dieron los mejores resultados. Los modelos de Ostwald de Waele – Nutting y Steiger-Ory, nos dieron resultados con precisión moderada. Resultados menos precisos se encontraron con el modelo de Ellis de Haven, tal como se deduce en los Gráficos 2, 3 y 4.

2.- Con el uso de los modelos reológicos y con los datos experimentales obtenidos del reómetro, se ha demostrado que la muestra de sangre utilizada es un fluido no newtoniano tipo plástico real, con un esfuerzo de cedencia o umbral antes de iniciarse el flujo, este valor según el Modelo de Herschel-Bulkley I es la constante A para cada temperatura (Tabla 2). Se observa además que la viscosidad aparente presentan gran estabilidad frente a los cambios de temperatura.

3.- Esta evaluación inicial hecha a una muestra de sangre de una persona clínicamente sana, servirá de base para posteriores estudios reológicos de la sangre encaminados a identificar enfermedades ante cualquier cambio en su reología.

Agradecimiento

Los investigadores agradecen las facilidades prestadas en el Laboratorio de I+D+i “Mario Molina” de la Universidad Nacional del Callao.

Referencias

- Berga, L. (1980) Comportamiento reológico de la sangre humana a pequeñas velocidades de deformación. *Revista de Obras Públicas*, 127(3178), 207-214.
- Carrasco Venegas, L. (2011). Fenómenos de transporte. Lima: Empresa Editora Macro.
- Carrasco Venegas, L., Castañeda Pérez, L., & Altamirano Oncoy, K. (2015). Determinación de los parámetros reológicos de un champú con el modelo de Carreau-Yasuda. *Campus*, 20(20), 21-37.
- Ortiz-León, G., Araya-Luna, D., & Vílchez-Monge, M. (2014). Revisión de modelos teóricos de la dinámica de fluidos asociada al flujo de sangre. *Revista Tecnología En Marcha*, 27(1), 66. doi: <http://dx.doi.org/10.18845/tm.v27i1.1697>
- Rojas, O. (1999) *Introducción a la Reología*; Escuela de Ingeniería Química, Facultad de Ingeniería Química, Universidad de Mérida, Venezuela.

Caracterización mecánica y física de fibra de iraca y Carbonato de Calcio como aditivos en un compuesto de matriz polimérica

Nicolás Macías¹
Oscar Cadavid¹
Luz M. Flórez²
Luz Castañeda¹

¹ Universidad del Valle, Calle 13 # 100-00, Cali, Colombia. E-mail: macias.nicolas@correounivalle.edu.co

² Universidad Autónoma de Occidente, Calle 25 # 115-85, Cali, Colombia. E-mail: lmflores@uao.edu.co

Modalidad: Comunicación Oral

Resumen

Los compuestos fibroreforzados de matriz polimérica han sido ampliamente utilizados en varios sectores industriales, dadas sus propiedades específicas mejoradas, su bajo costo y menor energía de producción, sobre todo cuando las fibras son naturales. En este caso, se presenta el desarrollo de un compuesto de matriz de resina poliéster con carbonato de calcio y fibras de iraca, una fibra natural usada tradicionalmente para tejido artesanal, presentando la caracterización física, mecánica y morfológica de los componentes y del compuesto. Como resultado, se observó un efecto negativo de la adición de iraca en términos mecánicos por la adhesión pobre, sin embargo, la resistencia a la flexión de compuestos laminados fue muy similar a la resistencia de la matriz.

Palabras claves: *adhesión,; densidad; distribución; morfología; volumen crítico.*

Introducción

Los compuestos de matriz polimérica fibroreforzados tienen aplicación extendida por la combinación de resistencia mecánica relativamente buena y bajas densidades, más aún, el uso de fibras naturales ha impulsado el desarrollo de estos materiales con resistencias específicas altas, de costo bajo, con cierto grado de biodegradabilidad y menor energía para su obtención. (Alkbir, Sapuan, Nuraini & Ishak, 2016)

En particular, la Iraca (*Carludovica Palmata*), también conocida como jipijapa, toquilla, palmiche, nacuma, entre otros, es una planta silvestre de tallo fibroso y delgado, de hojas abiertas como abanico, muy utilizada tradicionalmente para el tejido de sombreros y otras artesanías de tejido fino. De esta planta, la

parte aprovechable es el cogollo u hoja joven, que después de un tratamiento de secado y cocción, es fácil de trabajar y resistente. Por lo que se podría plantear como un refuerzo natural para una matriz polimérica.

Este es el primer reporte de caracterizaciones mecánicas y morfológicas de la fibra de iraca, así como de su incorporación como agente reforzante en matrices poliméricas, en combinación con una carga de carbonato de calcio. Se presentan ensayos de tensión, flexión, impacto y adhesión, y se hacen inferencias iniciales de la influencia de la introducción de estas fibras naturales en el compuesto.

Parte Experimental

Materiales

Las fibras usadas fueron obtenidas con extracción mecánica de cultivos de La Cruz, Nariño. Las fibras fueron hervidas en agua por 2 h para la extracción de materia extraña. Como carga se usó carbonato de calcio y como matriz resina poliéster, ambos de uso comercial.

Caracterización física y morfológica y mecánica

La densidad de las fibras se determinó con la Norma Técnica Colombiana NTC 907 (1996). La caracterización morfológica se hizo con biomasa húmeda por medio del método de tinción, reportado por (López, Cuarán, Arenas, & Flórez, 2014). Brevemente, diferentes reactivos son usados en función del componente a determinar, como celulosa, lignina, almidón, etc. Por último, la fibra se observó con estereoscopía y MEB.

La resistencia a la tracción de la fibra de determinó según ASTM C1557 (2014), a razón de 2 mm/min, mientras que el compuesto se caracterizó según las normas ASTM D638 (2008), D256 (2006) y D7264 (2015), para tracción, impacto y flexión. Además, se realizaron ensayos de Pull out ASTM C900 (2015).

Resultados y discusiones

La densidad de la fibra es muy baja ($0,938 \pm 0,002$ g/cm³), dada su porosidad en sección transversal. La iraca está compuesta de fibras gruesas (3 mm entre una y otra aprox.)

interconectadas por fibras más delgadas, separadas entre sí 0,25 mm en una lámina delgada. Esta estructura confiere cierta irregularidad superficial (Fig. 1). Su microestructura es típica de un tejido vegetal con células equiaxiales producidas por el meristemo apical. En la prueba de tinción, se notó la presencia de celulosa (resistencia mecánica) y de lignina (canales de alimentación, color rosa, Fig. 1). (Alkbir et al., 2016; Defoirdt et al., 2010). En cuanto a propiedades mecánicas de la fibra, se observaron similitudes a las fibras como la palma de aceite, la fibra de coco y algodón, en términos de resistencia mecánica y módulo elástico específicos, y elongación. (Alkbir et al., 2016)

Por otro lado, al realizar los ensayos de Pull-out se halló una longitud crítica de 4 mm, con un valor de trabajo promedio asociado para la extracción de 18,97 mJ. Para la realización del material compuesto de fibra discontinua se escogió una longitud de 5 mm, de manera que el esfuerzo soportado en el centro de la fibra correspondiera a su resistencia máxima.

La resistencia a la tracción disminuyó con todas las adiciones de fibra y carbonato, siendo más perjudicial la fibra (Tabla 1). Este tipo de comportamiento de disminución de resistencia mecánica por adición de la fibra natural se puede atribuir a tres aspectos: la distribución y la alineación de la fibra, la compatibilidad y adherencia y el volumen adicionado. Cuando la fibra se adicionó, la distribución no fue totalmente homogénea, debido a la diferencia de densidades que obligó a la fibra a flotar. En segundo lugar, la naturaleza hidrofóbica de la matriz e hidrofílica de la fibra condiciona el enlace interfacial y no permite buena adherencia y, tercero, es posible que el volumen de fibra estuviese muy por debajo del volumen crítico del compuesto (condicionado por la adhesión). Teniendo en cuenta los resultados, se determinó un volumen óptimo de fibras del 2% y de CaCO₃ de 4,8%. (Zampaloni et al., 2007)

La resistencia a la flexión se analizó con fibras alineadas de manera biaxial, y con fibras entretrejidas, disponiendo tres capas en cada caso. El mejor resultado se obtuvo con la fibra entretrejida, dado que la resistencia apenas cayó un 15% respecto a la muestra de sólo resina.

Conclusiones

Se observó una microestructura típica de tejido vegetal tipo hoja de la fibra de iraca, con propiedades mecánicas similares a la palma de aceite o fibra de



coco. Cuando se incorporó con CaCO₃ en resina poliéster, se determinaron volúmenes óptimos de 2 y 4,8%, respectivamente. Además, la resistencia a la flexión del compuesto con fibra entretejida fue muy similar a la de la matriz, proponiendo una aplicación de la fibra en este sentido. Se debe considerar, sin embargo, tratamientos superficiales para mejorar la adhesión fibra- matriz.



Fig. 1. Resultados de la caracterización de la adición de fibra de iraca en un sistema compuesto polimérico.

Tabla 1. Resultados de caracterización mecánica de los sistemas compuestos; C: CaCO₃; F: Fibra; R: Resina. Los números indican el contenido en volumen.

Tipo	(MPa)	(%)	Impacto (KJ/m ²)
Resina	41,35±4,30	14,67±3,28	1,032±0,479
RC2,3	26,87±5,95	5,03±2,11	1,694±0,837
RC4,8	33,91±0,98	5,33±0,58	2,206±0,490
RC7,4	33,86±0,65	5,69±1,37	1,644±0,365
RF2	9,49±2,90	4,08±2,59	
RF5	4,94±1,67	3,78±3,60	
	11,69±1,05	3,96±2,01	0,855±0,196

Agradecimientos

Los autores agradecen a la Dra. Mónica Villaquirán y a los laboratoristas July Manquillo e Irwin Castro (Univalle), por su colaboración en el proyecto.

Referencias

Alkbir, M., Sapuan, S., Nuraini, A., & Ishak, M. (2016). Fibre properties and crashworthiness parameters of natural fibre-reinforced composite structure: A literature review. *Composite Structures*, 148, 59-73. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compstruct.2016.01.098>

ASTM D256 (2006). Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics. American Society for Testing Materials ASTM.

ASTM D638 (2008). Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. American Society for Testing Materials ASTM.

ASTM C1557 (2014). Standard Test Method for Tensile Strength and Young's Modulus of Fibers. American Society for Testing Materials ASTM.

ASTM D7264 (2015). Standard Test Method for Flexural Properties of Polymer Matrix Composite Materials. American Society for Testing Materials ASTM.

ASTM C900 (2015). Standard Test Method for Pullout Strength of Hardened Concrete. American Society for Testing Materials ASTM.

Defoirdt, N., Biswas, S., Vriese, L., Tran, L., Acker, J., & Ahsan, Q. et al. (2010). Assessment of the tensile properties of coir, bamboo and jute fibre. *Composites Part A: Applied Science And Manufacturing*, 41(5), 588-595. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2010.01.005>

López, J., Cuarán, J., Arenas, L., & Flórez, L. (2014). Usos potenciales de la cáscara de banano: elaboración de un bioplástico. *Revista Colombiana de Investigaciones Agroindustriales*, 1, 7-21.

Norma Técnica Colombiana NTC 907 (1996). Plásticos. Determinación del peso específico (densidad relativa) y de la densidad. Método de desplazamiento. Editado por Instituto Colombiano de Normas Técnicas ICONTEC.

Zampaloni, M., Pourboghra, F., Yankovich, S., Rodgers, B., Moore, J., & Drzal, L. et al. (2007). Kenaf natural fiber reinforced polypropylene composites: A discussion on manufacturing problems and solutions. *Composites Part A: Applied Science And Manufacturing*, 38(6), 1569-1580. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.01.001>

Desarrollo de adhesivos termofusibles de Poli(Estireno-Isopreno-Estireno) y sus caracterizaciones físico-químicas

Giovanni Ponce A.¹
Luz Castañeda P.¹

¹ Universidad Nacional Federico Villarreal, Facultad de Ciencias Naturales y Matemática, Jr. Río Chepén 290, El Agustino, Lima, Perú.

Modalidad: Comunicación Oral

Resumen

La presente investigación tuvo como objetivo desarrollar adhesivos termofusibles, a partir de las resinas de colofonia, hidrocarbonada C5 y el copolímero de Estireno-Isopreno-Estireno (SIS) a escala laboratorio. Se analizó las propiedades térmicas de los materiales de partida, utilizando Análisis Termogravimétrico con Termogravimetría Derivativa (TGA-DTG) y Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC). Las propiedades térmicas permitieron establecer óptimamente los parámetros de temperatura de mezclado (200-215°C), velocidad de giro (30 rpm) y tiempo de mezclado (5 minutos). Los compuestos de partida fueron introducidos en la tolva de un reómetro de torque, para la preparación de los adhesivos, logrando ensayarse 26 mezclas de las cuales cuatro presentaron las mejores características para ser utilizadas como adhesivos hot melt, es decir: transparencia, flexibilidad y pegajosidad al tacto. El análisis por espectroscopia infrarroja se utilizó para verificación de grupos funcionales de los cuatro mejores productos elaborados. Los adhesivos fueron probados en diferentes sustratos, mostrando una fuerza adhesiva promedio de 3,2 Kgf, lo cual comparado con un adhesivo de una marca muy conocida en el mercado, cuya fuerza adhesiva es de 2,08 Kgf, nos indica que los productos formulados tienen buena perspectiva en el mercado de los adhesivos. Los resultados de los estudios reológicos y térmicos realizados permitirán diseñar adecuadamente su producción a mayor escala.

Palabras claves: SIS, DSC, TGA-DTG, sustrato, reología..

Introducción

En el Perú, más del noventa por ciento de los adhesivos utilizados en la industria son en base a disolventes orgánicos volátiles. La exposición a estos químicos tóxicos afecta al sistema inmune, y a largo plazo pueden contribuir al desarrollo del cáncer, malformaciones congénitas y



otras enfermedades. Los síntomas pueden variar desde dolor de cabeza, depresión, estados gripales continuos, entre otros (Castañeda, 2012).

Una alternativa al uso de adhesivos en base a disolventes orgánicos son los adhesivos termofusibles, los cuales son cien por ciento sólidos y están exentos de disolventes, por lo tanto, producirlos asegurará reducir considerablemente la emanación de gases tóxicos al ambiente y a evitar el riesgo ocupacional de los operarios y usuarios, por ello se justifica el desarrollo de estos adhesivos. Estos adhesivos, conocidos como hot melt, se funden a determinadas temperaturas, se adhieren a diversas superficies y pueden ser utilizados en sectores como la construcción, como cintas adhesivas, industria alimentaria, colchones, tapicería, entre otros (Castañeda, Lazo Manrique, Córdova Huamán & Briceño Flores, 2013). En esta investigación se pretende desarrollar prototipos de adhesivos termofusibles en base a Estireno-Isopreno-Estireno (SIS, figura 1), teniendo como criterio para sus formulaciones, sus propiedades térmicas, de movimiento y de masa. Los productos que se obtuvieron serán caracterizados mediante sus propiedades fisicoquímicas, los cuales a la vez, permitirán definir su estructura química, su fuerza adhesiva, propiedades reológicas, entre otros (Castañeda, 2015).

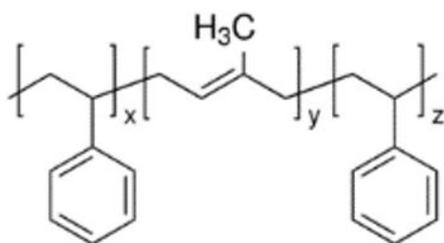


Figura 1. Estructura química del copolimero de estireno-isopreno-estireno.

Parte Experimental

Desarrollo de los adhesivos

Se formularon 26 mezclas a escala laboratorio, a partir de copolimero SIS, resina colofonia, resina hidrocarbonada C5, plastificante DOP, cera amarilla y antioxidante BHT. El proceso fue realizado mediante mezclado en caliente, utilizando un reómetro de torque de doble tornillo que simulaba un reactor con su mini tolva. Previamente se caracterizó térmicamente los siguientes insumos a fin de establecer las condiciones óptimas de procesamiento: copolimero

SIS, resina colofonia y resina hidrocarbonada C5. El equipo utilizado se muestra en la Figura. 2.

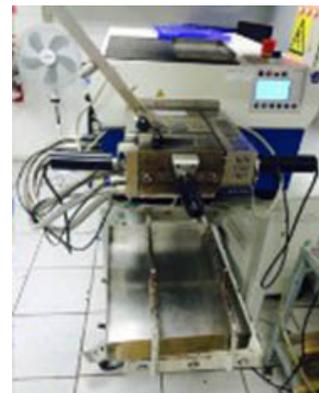


Figura 2. Reómetro de torque

Caracterización térmica mediante Análisis Termogravimétrico con Termogravimetría Diferencial (TGA-DTG)

Se trabajó bajo atmosfera de nitrógeno de 20 ml/min, velocidad de calentamiento de 10°/min, empezando desde temperatura ambiente hasta 500°C para todos los materiales de partida con excepción de la resina hidrocarbonada C5 que se evaluó desde temperatura ambiente hasta 600°C, el equipo utilizado se muestra en la Figura 3.



Figura 3. Equipo de análisis TGA-DTG

Caracterización térmica mediante Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

La temperatura de transición vítrea (T_g), punto de cristalización (T_c) y punto de fusión (T_m) se estudió mediante análisis DSC, bajo atmosfera de nitrógeno entre 20 y 350°C para las resinas naturales y para el copolímero SIS, con velocidad de calentamiento de

10°/min, el equipo utilizado se muestra en la Figura 4.



Adhesivos desarrollados en base a SIS

Luego de 26 ensayos se establecieron 4 formulaciones: SIS A1-c; SIS A1-cc; SIS A2-c y SIS A2-cc, las que se muestran respectivamente en la figura 5.



Figura 5. Adhesivos desarrollados en base a SIS

Caracterización

A los productos obtenidos se les realizó análisis reológicos, análisis mediante espectroscopia infrarroja (FTIR) y análisis de resistencia al desgarro para medir la adhesividad.

Resultados y discusiones

Respecto al análisis previo mediante termogravimetría diferencial la resina colofonia experimenta 1% de pérdida de masa desde los 175°C, el copolimero SIS experimenta 0,25% de pérdida de masa a 292,7°C (Véase figura 6) y la resina hidrocarbonada C5 desde los 45°C experimenta 1,79% de pérdida de masa (Sivakumar, 2016).

Respecto al análisis previo por Calorimetría Diferencial de Barrido, la resina de colofonia presenta punto de fusión a 164,4°C y punto de autoignición a 323°C, aunque según la Corporación Química venezolana C.A., (2007), esta debió expresar autoignición a los 390°C, el

copolimero SIS presentó pico de estado fundido a 203,1°C (Véase figura 7) y la resina hidrocarbonada C5 muestra punto de fusión a 160°C.

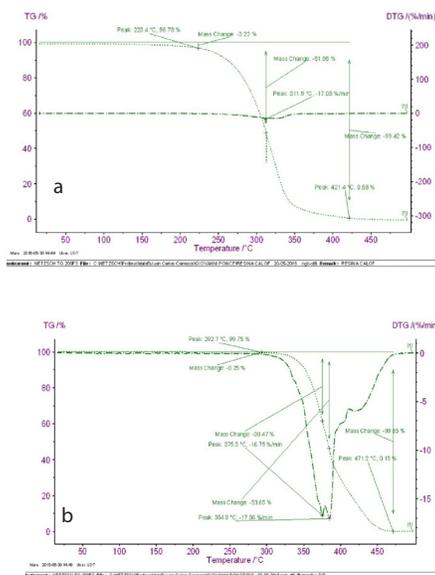


Figura 6. Resultado TGA-DTG: a) la resina de colofonia; b) copolimero SIS

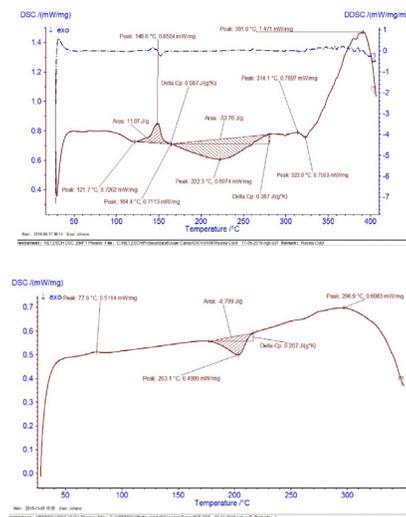


Fig 7. Resultados DSC: a) resina de colofonia; b) copolimero SIS

Los resultados obtenidos mediante los análisis TGA y DSC se utilizaron para establecer las condiciones de mezclado tales como: Temperatura (T°), velocidad de giro (γ) y tiempo de mezclado (t) para la elaboración de los adhesivos. Los parámetros óptimos de trabajo que permitían un mezclado homogéneo de los materiales de partida, sin generarse burbujas ni experimentando degradación térmica, fueron hallados y se especifican en la tabla 1.



Tabla 1. Parámetros de mezclado hallados a escala laboratorio para desarrollar adhesivos termofusibles SIS

Parámetros	SIS A1-cc	SIS A1-c	SIS A2-cc	SIS A2-c
Temperatura	215°C	215°C	215°C	215°C
Velocidad de giro	30 rpm	30 rpm	30 rpm	30 rpm
Tiempo	5 min	5 min	5 min	5 min

Respecto al análisis reológico, las propiedades viscoelásticas determinarán la efectividad y el comportamiento de los adhesivos termofusibles cuando son sometidos a una fuerza de corte (τ) expresada en N/m² a una velocidad de giro ($\dot{\gamma}$) expresada en s⁻¹. En estos análisis se midieron las siguientes variables, g_c , K, n y μ , donde: Factor de conversión gravitacional (g_c); Índice de consistencia (K); Índice de comportamiento reológico (n) y Viscosidad (μ). Se eligió como rango de trabajo entre 230-260°C (Figura 8) para estudiar la influencia de la temperatura sobre el comportamiento viscoelástico.

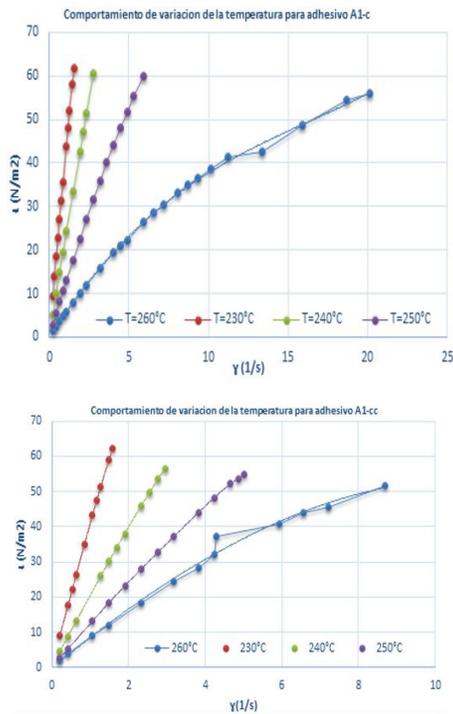


Figura 8. Comportamiento viscoelástico: a) Formulación SIS A1-c; b) Formulación SIS A1-cc

Respecto a los espectros infrarrojos se determinó que los pegamentos no alteraron su composición química durante el procesamiento, comprendiéndose que la elaboración de los mismos comprende un proceso difusional, en la figura 9 se observa los espectros infrarrojos de dos productos finales.

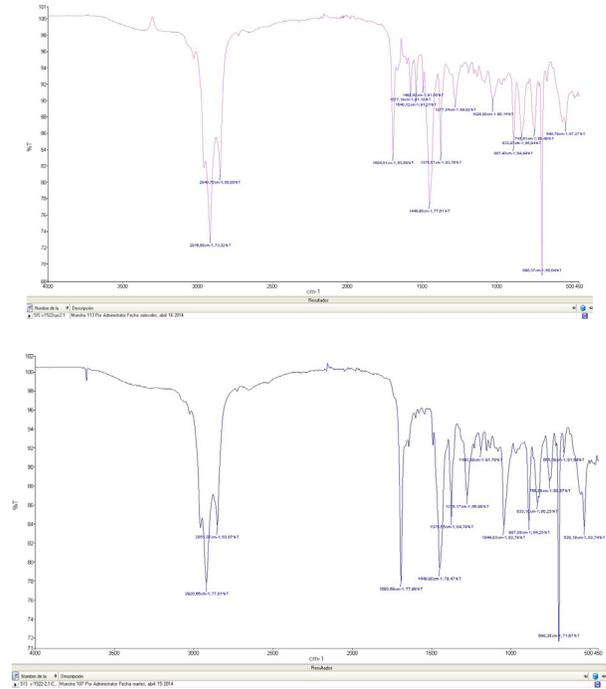


Figura 9. Comportamiento viscoelástico: a) Formulación SIS A1-c; b) Formulación SIS A1-cc

Respecto a los análisis de resistencia al desgarre, se muestran los resultados de resistencia al desgarre obtenidos entre una muestra testigo de una reconocida marca comercial y el adhesivo termofusible SIS A1-c elaborado a escala laboratorio. Las pruebas fueron realizadas sobre los sustratos mayólica-PVC, eligiendo como temperatura de aplicación 260°C, porque los sustratos eran lisos y se necesitaba baja fluidez del adhesivo. En la Figura 10 se muestra el gráfico comparativo de la fuerza adhesiva, el adhesivo SIS A1-c se indicado como SIS, tiene mayor fuerza adhesiva que el adhesivo similar de la reconocida marca comercial.



Figura 10. Resultados comparativos de resistencia al desgarre entre el producto desarrollado a escala laboratorio vs producto testigo indicado como 3M

Conclusiones

Al conocer las propiedades térmicas de los materiales de partida fue posible predecir las condiciones de procesabilidad de las mezclas, incluso estimar si se pueden dar reacciones de oxidación debido a las altas temperaturas.

Las mezclas realizadas con DOP y cera amarilla indicaron falta de afinidad química con el copolímero SIS, el cual impedía realizar mezclas homogéneas, por ello, los adhesivos que incluyeron estos compuestos en su formulación, no presentaron buenas propiedades físicas.

Los análisis por Espectroscopia Infrarroja de los cuatro adhesivos finales determinaron que los pegamentos no alteraron su composición química durante el procesamiento, el proceso constituye únicamente transferencia de masa y no reacciones químicas.

Los estudios reológicos de los cuatro adhesivos elaborados demuestran que a 260°C de temperatura, la curva pseudoplástica es más semejante a la curva teórica en estos productos, pero esta forma ideal se comienza a deformar desde los 12 s⁻¹ de velocidad de cizalladura durante el análisis reológico, concluyéndose con los estudios reológicos que la velocidad de mezclado y el tiempo de mezclado afectan a los tiempos de procesamiento de estos adhesivos desde 260°C.

El adhesivo de la fórmula SIS A1-c demostró tener mayor pegajosidad que el adhesivo de una reconocida marca de prestigio, pues al realizarse el estudio comparado de resistencia al desgarre, se obtuvo 3,1957 Kgf de adhesión frente a 2,0835 Kgf del adhesivo comercial, concluyéndose que el mejor adhesivo desarrollado en esta investigación tiene 1,53 veces mayor fuerza adhesiva, que el adhesivo comercial de una reconocida marca con el que se comparó.

Los adhesivos preparados en esta investigación dado que son sólidos no generan emisiones al ambiente como los adhesivos preparados en base disolvente orgánico y por eso son considerados de baja toxicidad.

Agradecimientos

Los autores agradecen a la empresa HAC Comercio y Manufactura S.A y a la Unidad de Desarrollo Tecnológico (UDT) de la Universidad de Concepción en Chile, donde se llevó a cabo este trabajo de investigación.

Referencias

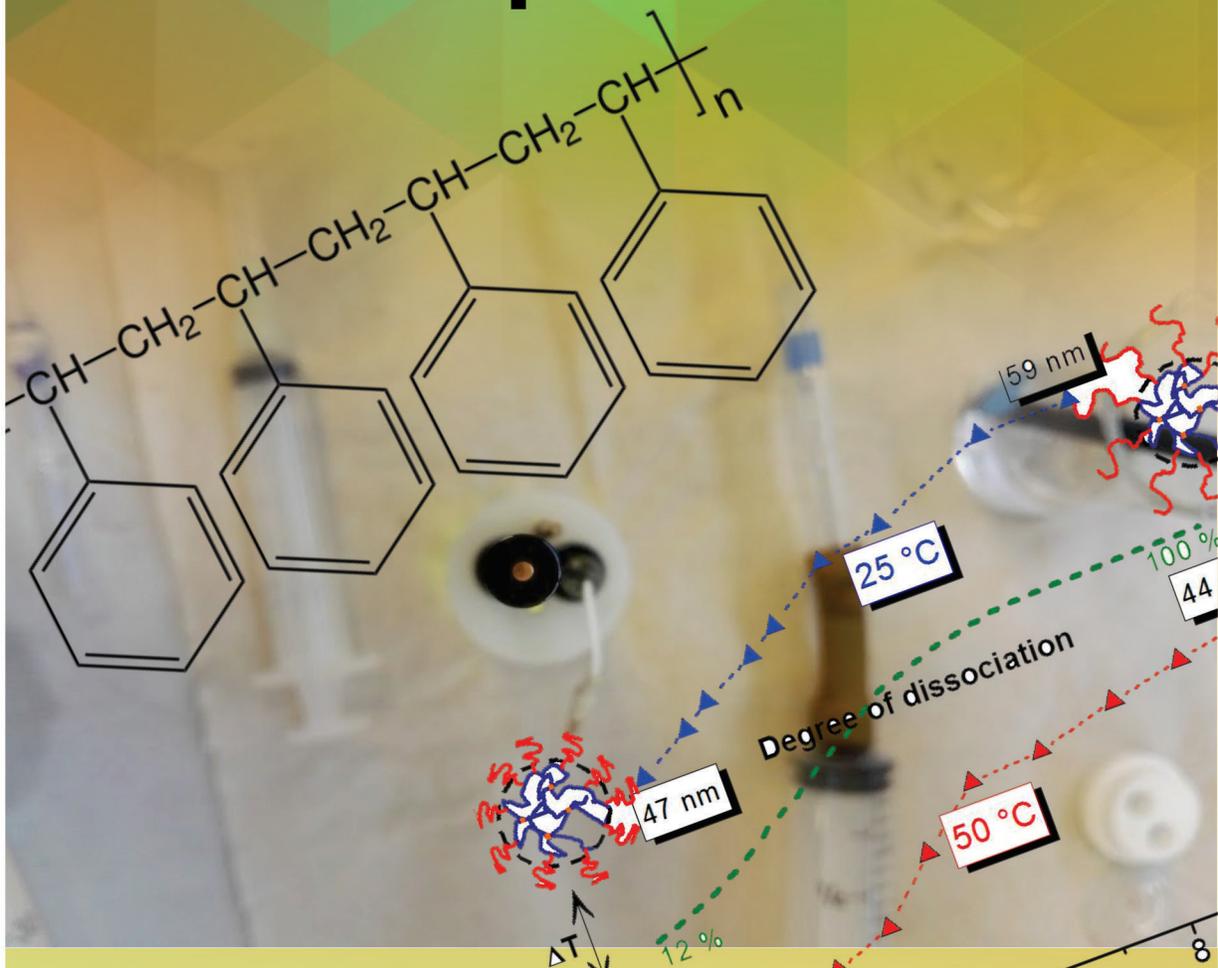
- Castañeda. L. (2012). Vigilancia Tecnológica de los adhesivos en el Perú, Informe de Investigación para Hacs y Fincyt.
- Castañeda Pérez, L., Lazo Manrique, A., Córdova Huamán, J., & Briceño Flores, E. (2013). Síntesis y caracterización de un adhesivo acuoso de poliuretano: Un aporte a la producción nacional de adhesivos ecológicos. *Cátedra Villarreal*, 1(2). doi: <http://dx.doi.org/10.24039/cv20131216>
- Castañeda. L. (2015). Desarrollo y caracterización de nuevos adhesivos "hot melt", Ponencia presentada en el XVI congreso de adhesión y adhesivos, Alicante, España. Libro de resúmenes.
- Corporación Química Venezolana. (2007). Colofonia hoja de seguridad. (Recuperado de: <http://www.corquiven.com.ve/PDF/MSDS-COLOFONIA.pdf>)
- Sivakumar. K. (2016). Thermal Analysis Syllabus: Theory and applications of TGA – Thermogravimetric Analysis DTG – Derived Thermogravimetry DTA-Differential Thermal analysis. (Recuperado de: <http://slideplayer.com/slide/2928694/>)



III Simposio
DE MATERIALES
POLIMÉRICOS



Métodos de Síntesis novedosos para Polímeros



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

III SIMPOSIO DE MATERIALES POLIMÉRICOS

Suplemento I • e-ISSN 2256-5035

CONTENIDO

Elaboración y caracterización de nanogeles reversibles y conmutables a partir de poli(NiPAAm-graft-2-carboxietil-2-oxazolina).....	73
Juan Carlos Rueda Sánchez	
Membranas catalíticamente activas para la producción de biodiesel.....	76
Manuel Aguilar Vega	
Modificación de superficies electródicas con grafeno para determinación de amoxicilina por métodos electroquímicos.....	79
Angélica Hernández Rivera, Drochss Péttry Valencia Ochoa	
Modificación de superficies electródicas con grafeno para la determinación de Capsaicina en parches transdérmicos por métodos electroquímicos.....	84
Liseth Damaris Barbosa Otalvaro, Drochss Péttry Valencia Ochoa	
Materiales cristalinos multifuncionales basados en polímeros de coordinación Lantánido-Sulfonatos.....	89
Richard F. D'vries, Angela Maria Amaya, German E. Gómez, Diego F. Lionello, M. Cecilia Fuertes, Galo J. A. A. Soler-Illia, Javier Ellena	
Compuestos de Etil-Vinil-Acetato y parafina como recubrimientos antiadherentes sobre cartón.....	91
Myriam Yamile Mayorga García, Alex Fernando López Córdoba, Oscar Javier Osorio Pedroza	
Estudio reométrico del polipropileno isotáctico con un poliéster maleinizado	94
Carolina Caicedo, Jenny A. Cordoba, Akio Tanaka, Cesar A. Tangarife, Edwin A. Murillo	
Funcionalización en solución de polipropileno con un poliéster polioli altamente ramificado maleinizado.....	98
María Nova, Yaritza Arévalo, Edwin A. Murillo	
Estudio Electroquímico de la influencia del electrolito soporte en la síntesis de películas de polipirrol dopado con aniones surfactantes orgánicos	100
Alberto E. Molina Lozano, María Teresa Cortés Montañez	
Síntesis de nuevos derivados de Quitina y Quitosano: hidrogeles, adhesivo y derivado de Cianoguanidina.....	104
Luz Castañeda P., Daniel Rosales I.	
Polímeros de coordinación quirales.....	108
Yenny Patricia Ávila T., Norah Barba- Behrens	

Elaboración y caracterización de nanogeles reversibles y conmutables a partir de poli (Ni-PAAm-graft-2-Carboxietil-2-Oxazolina)

Modalidad: Ponencia Magistral

Resumen

Fueron sintetizados nuevos copolímeros injertados conteniendo una cadena principal de poli(*N*-isopropilacrilamida), sensible a la temperatura, y cadenas laterales de poli(2-carboxietil-2-oxazolina), sensibles al pH. Fueron formados agregados estables micelares a partir de soluciones acuosas de estos copolímeros. Esto se logró mediante un incremento de la temperatura en un rango de pH específico, de 4.5 a 5.5. Las micelas fueron entrecruzadas con éxito mediante irradiación con electrones produciéndose nanogeles del tipo núcleo-corona (core-shell), estables y con un diámetro de aproximadamente 100 nm, los cuales mostraron un comportamiento reversible de expansión/contracción en función del pH y de la temperatura, que ocurrió en forma independiente en el núcleo y en la corona de los nanogeles.

Palabras claves: Polímeros sensibles a estímulos, Auto-organización, Micelas, Nanogeles, Irradiación por electrones.

Introducción

La poli(*N*-isopropilacrilamida) (poliNiPAAm) es el polímero termosensitivo más estudiado y muestra una transición de fase en solución acuosa cercana a la temperatura corporal humana. Los copolímeros en bloque de poliNiPAAm y poliácido acrílico (PAA) y derivados, los cuales tienen una sensibilidad dual, térmica y al pH, ofrecen nuevas posibilidades de auto-organización estructural (Adams & Schubert, 2007). Dependiendo de la temperatura y el pH aplicado los copolímeros en bloque de poliNiPAAm y PAA cambian su balance hidrofóbico/hidrofílico y forman diferentes tipos de micelas o agregados macromoleculares (Dimitrov, Trzebicka, Müller, Dworak, & Tsvetanov, 2007).

Juan Carlos Rueda¹

¹ Laboratorio de Polímeros, Sección Física, DGI, Pontificia Universidad Católica del Perú (PUCP), Box 1761, Lima, Perú.

Los copolímeros amfifílicos sensibles a la temperatura y sus estructuras micelares son de interés en aplicaciones en medicina, catálisis, como compatibilizadores de materiales compósitos, estabilizadores de polimerización en emulsión, coloides o microreactores, entre otros.

Parte Experimental

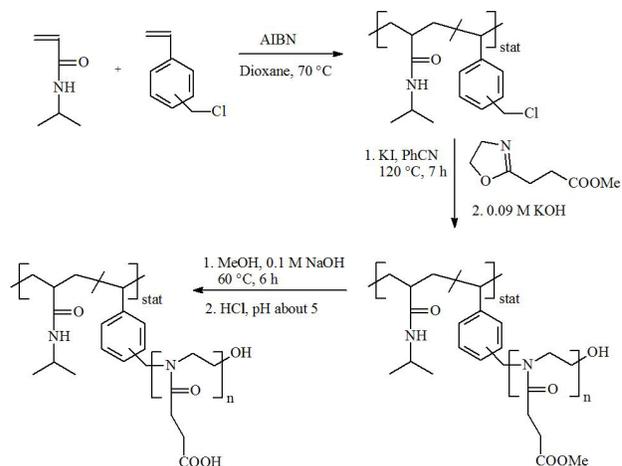
En la referencia (Zschoche 2010) se muestran todos los detalles de las síntesis y métodos utilizados en la presente investigación.

Resultados y discusiones

Fueron sintetizados nuevos copolímeros injertados conteniendo una cadena principal de poli(N-isopropilacrilamida) sensible a la temperatura y cadenas laterales de poli(2-carboxietil-2-oxazolona) sensibles al pH. Para realizar la síntesis de los copolímeros injertados, en primer lugar, fue sintetizado un copolímero estadístico de NiPAAm y clorometilostireno mediante una polimerización por radicales libres iniciada por el AIBN, en dioxano. El copolímero fue obtenido con un peso molecular de aproximadamente 30,000 y un contenido de clorometilostireno de 2,4% molar. Este copolímero fue usado, en una segunda etapa, como macroiniciador para la polimerización de la 2-carboxietil-2-oxazolona (Esquema 1). Se obtuvieron así, luego de la respectiva hidrólisis, copolímeros injertados con cadenas laterales de grados de polimerización de 50, 100 y 170 unidades monoméricas de 2-carboxietil-2-oxazolona.

A partir de las soluciones acuosas de estos copolímeros injertados hidrolizados fueron formados agregados estables micelares mediante un incremento de la temperatura (encima de la temperatura LCST del segmento de PoliNiPAAm) en un rango de pH específico, específicamente de 4,5 a 5,5. Las micelas formadas fueron posteriormente entrecruzadas con éxito mediante irradiación con electrones produciéndose nanogeles del tipo núcleo-corona (core-shell), estables y con un diámetro de aproximadamente 100 nm, los cuales mostraron un comportamiento reversible de expansión/contracción en función del pH y de la temperatura que ocurrió en forma independiente en la corona y en el núcleo de los nanogeles, respectivamente (Fig. 1). La sensibilidad a la temperatura fue demostrada por la transición conformacional del núcleo de poliNiPAAm, mientras que la contracción o expansión

de la corona fue función del pH. La sensibilidad reversible de los nanogeles fue verificada por estudios de dispersión de luz láser dinámica y también por mediciones de microscopía de fuerza atómica. Se demostró así la formación de las estructuras núcleo-corona de los agregados.



Esquema 1. Síntesis de poli(NiPAAm-graft-2-carboxietil-2-oxazolona)

Debido al entrecruzamiento muy efectivo obtenido por medio de la irradiación con electrones, el hinchamiento bi-sensible de los nanogeles es completamente reversible. La hidrofiliicidad o hinchamiento del núcleo, que es dependiente de cambios en la temperatura, y la extensión o contracción, de las cadenas laterales, dependiente del pH, ofrece un gran potencial para aplicaciones prácticas como, por ejemplo, en sistemas de liberación controlada de medicamentos, nanoreactores o transportadores en biotecnología.

Eventualmente se podría realizar también una modificación química de la corona de los nanogeles haciendo uso de los grupos ácido carboxílicos lo que permitiría un posterior aumento de la funcionalidad del material.

Conclusiones

Fueron sintetizados nuevos copolímeros injertados sensibles simultáneamente a la temperatura y al pH. Estos copolímeros tuvieron una cadena principal termosensible de poliNiPAAm y cadenas laterales, sensibles al pH, de poliácido carboxílico. Estos polímeros debido a su carácter amfifílico formaron micelas estables y reversibles de un tamaño definido en un rango de pH de 4.5 a 5.5.

El entrecruzamiento de estos polímeros en el estado micelar estabilizó estas estructuras y produjo nanogeles con



doble sensibilidad, a la temperatura y al pH. Los nanogeles tuvieron una estructura del tipo núcleo-corona (core-shell). Se pudo demostrar mediante mediciones de RMN y DLS que el núcleo y la corona pueden ser regulados en su tamaño y morfología en forma independiente mediante variaciones de temperatura y pH (Fig. 1).

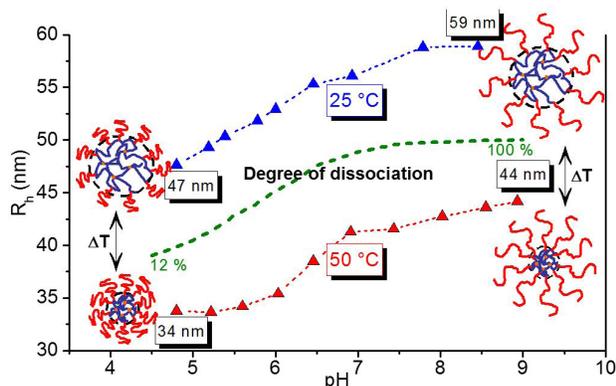


Figura 1. Mediciones de radio hidrodinámico (DLS) versus el pH, de nanogeles, sobre y debajo de la temperatura de transición de fase del núcleo (La distribución de tamaños (PDI) siempre fue estrecha, PDI de aproximadamente 0.05)

Referencias

- Adams, N., & Schubert, U. S. (2007). Poly (2-oxazolines) in biological and biomedical application contexts. *Advanced drug delivery reviews*, 59(15), 1504-1520. doi: <https://doi.org/10.1016/j.addr.2007.08.018>
- Dimitrov, I., Trzebicka, B., Müller, A. H., Dworak, A., & Tsvetanov, C. B. (2007). Thermosensitive water-soluble copolymers with doubly responsive reversibly interacting entities. *Progress in Polymer Science*, 32(11), 1275-1343. doi: <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2007.07.001>
- Zschoche, S., Rueda, J., Boyko, V., Krahl, F., Arndt, K. F., & Voit, B. (2010). Thermo-Responsive Nanogels Based on Poly [NIPAAm-graft-(2-alkyl-2-oxazoline)] s Crosslinked in the Micellar State. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 211(9), 1035-1042. doi: <https://doi.org/10.1002/macp.200900559>

Membranas catalíticamente activas para producción de biodiesel

Gloria Aca Aca¹
Zazil Corso González^{1,2}
María Isabel Loria¹
María O. González Díaz³
Manuel Aguilar-Vega^{1*}

¹ Laboratorio de Membranas, Unidad de Materiales, Centro de Investigación Científica de Yucatán A.C., Calle 43 #130 x32 y 34, Chuburna de Hidalgo, Mérida, Yucatán, México. mjav@cicy.mx.

² Universidad Politécnica de Chiapas, Calle Eduardo J. Selvas S/N. Col. Magisterial, Tuxtla Gutierrez, Chiapas, México.

³ CONACYT - Centro de Investigación Científica de Yucatán A.C., Calle 43 #130 x32 y 34, Chuburna de Hidalgo, Mérida, Yucatán, México.

Modalidad: Ponencia Magistral

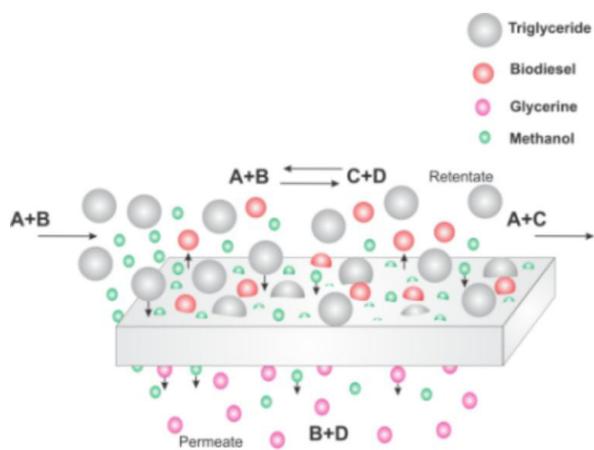
Resumen

Se presenta el desarrollo de membranas poliméricas catalíticamente activas para la producción de biodiesel. Se describen ejemplos de membranas desarrolladas a nivel laboratorio donde se mide la capacidad para retener los reactivos para la producción de biodiesel, metanol y aceite de soya, y los factores que afectan la capacidad de estas membranas en la reacción de transesterificación del aceite de soya, y al mismo tiempo separar el subproducto de la reacción, glicerol, por medio de la membrana.

Palabras claves: *membranas catalíticas, biodiesel, transesterificación, glicerol.*

Introducción

El uso de reactores con membranas poliméricas catalíticamente activas es un proceso que tiene potencial para realizar la esterificación y transesterificación de aceites vegetales para producir biodiesel y simultáneamente separar el glicerol que es el subproducto de la reacción, ver Esq. 1. La membrana si se escoge adecuadamente puede además regular la absorción selectiva de los reactivos y productos dándonos la posibilidad de controlar la actividad catalítica y eliminar los pasos de filtración (Vankelecom, 2002). Para este trabajo membranas catalíticamente activas de alcohol polivinílico (PVA) y poliácido acrílico (PAA) se prepararon y entrecruzaron con ácido sulfosuccínico y ácido 4,4'-diaminofenil.2,2'-disulfónico respectivamente. También se prepararon membranas catalíticas de mezclas físicas de PAA con ácido poli(2-acrilamido-2-1-propensulfónico) (PAMPS). Medición de las propiedades de absorción de reactivos aceite de soya y metanol así como la cinética de reacción para la producción de biodiesel en cada tipo de membrana se evalúan. Se describen además los factores que afectan la velocidad de reacción y la capacidad de separación del glicerol por medio de la membrana basado en los coeficientes de difusión.



Esquema 1. Membrana catalítica con reacción y separación simultáneas.

Parte Experimental

Las membranas de PVA se entrecruzaron con SSA a 50, 60 y 80 °C y las membranas preparadas con PAA se entrecruzaron a 170 y 190°C con DABS. Las membranas a partir de mezclas PVA/PAMPS se entrecruzaron a 60°C. Las reacciones de transesterificación para obtener biodiesel se realizaron en lotes a 60°C, en un matraz de 3 bocas de 500 mL, bajo agitación mecánica a presión atmosférica. La tasa de conversión de triglicéridos a biodiesel se analizó por $^1\text{H-RMN}$. La absorción de metanol y aceite de soya en las membranas se determinó por gravimetría, y los coeficientes de difusión en las membranas por el método de tasa de absorción de metanol y metanol-glicerol. La capacidad de intercambio iónico (CIO) de las membranas fue determinada por titulación volumétrica.

Resultados y discusión

La Fig. 1 muestra la conversión a biodiesel de aceite de soya, con un alto contenido de triglicéridos, mediante la reacción de transesterificación promovida por los grupos sulfónicos en las membranas catalíticas PVA-SSA-5% y PAA-80/20 BDSA-5%. La reacción de transesterificación es más rápida en la membrana catalítica de PVA-SSA-20%, con una capacidad de intercambio iónico del (CII) de 0.7 mmol/g que en la membrana de PAA-80/20-DBSA que tiene una CII de 0.61 mmol/g. La diferencia en actividad se atribuye a la diferencia en CII, dado que las dos presentan un tiempo ajuste inicial de alrededor de 100 h antes de despegar la reacción.

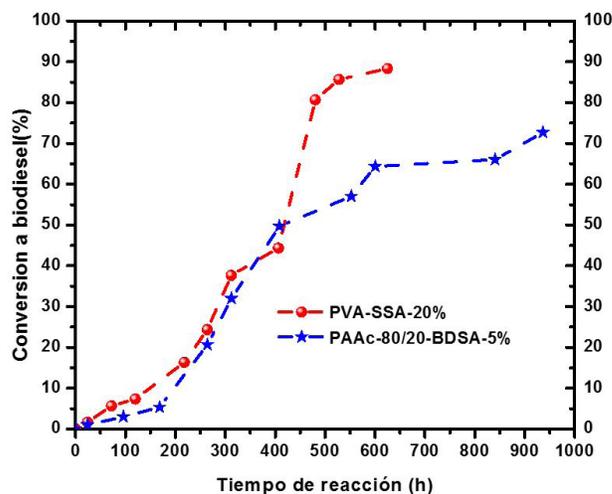


Figura 1. Conversión a biodiesel membranas catalíticas PVA-SSA-20% y PAA-80/20-DABS 5% a 60°C

Tabla 1. Coeficientes de difusión de metanol y mezcla metanol glicerol en membranas catalíticas PVA-SSA-20% y PAA-80/20-DABS-5%.

Membrana	CII (mmol/gr)	Disolvente	D (cm ² /s)
PVA-SSA-20%-100°C	0.65	MeOH	5.63E-08
	0.65	MeOH-Gli	2.72E-08
PAAc-BDSA-5%-190°C	0.62	MeOH	2.28E-07
	0.62	MeOH-Gli	1.57E-07

La Tabla 1 presenta los coeficientes de difusión D para los subproductos de reacción para formación de biodiesel, metano y mezcla metanol glicerol, en las membranas catalíticas PVA-SSA-20% y PAA-80/20-DABS-5%. D es mayor un orden de magnitud en PAA-80/20-DABS-5% debido a que es más hidrofílica. En ambos casos la presencia de glicerol disminuye D, afectando la capacidad de transporte de la membrana.

Por otra parte las membranas catalíticas a base de PVA/PAMPS (Corzo-González, Loria-Bastarrachea, Hernández-Nuñez, Aguilar-Vega & González-Díaz, 2017) con una relación 80/20 y 70/30 entrecruzadas con ácido succínico se presentan en la Fig. 2. Las membranas con mayor CII lograron conversiones a biodiesel de 94% con las mismas condiciones de reacción en tiempos menores. La diferencia esencial en estas membranas es que el CII alcanza 1.47 mmol/g, comparado con 0.57 mmol/g en las membranas de la parte inferior.

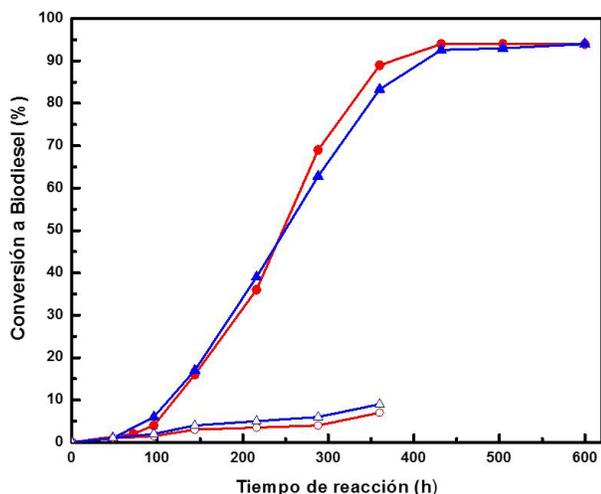


Figura 1. Actividad catalítica de las membranas PVA / PAMPS (círculo lleno) 80:20, (triángulo lleno) 70:30 y los respectivos compuestos reticulados con ácido succínico (círculo y triángulo vacío).

Conclusiones

Los resultados obtenidos indican que en la reacción de transesterificación para producir biodiesel mediante membranas catalíticamente activas el CII es un parámetro clave para lograr altas conversiones. La difusión de los reactivos y productos en la membrana se ve afectada por la hidrofiliicidad de la matriz polimérica usada siendo mayor para la membrana más hidrofílica.

Agradecimientos

A la Dr. Patricia Quintana por el apoyo de LANNBIO Cinvestav-Mérida en las mediciones de H-NMR proyecto CONACYT 123913, Gloria Aca Aca agradece la beca CONACYT 354938. También agradecemos al proyecto CEMIBIO-SENER BIA 250014 por apoyo para el desarrollo de este proyecto.

Referencias

- Vankelecom, I. F. (2002). Polymeric membranes in catalytic reactors. *Chemical reviews*, 102(10), 3779-3810.
- Corzo-González, Z., Loria-Bastarrachea, M. I., Hernández-Nuñez, E., Aguilar-Vega, M., & González-Díaz, M. O. (2017). Preparation and characterization of crosslinked PVA/PAMPS blends catalytic membranes for biodiesel production. *Polymer Bulletin*, 1-14.



Modificación de superficies electródicas con grafeno para determinación de Amoxicilina por métodos electroquímicos

Angélica Hernández Rivera¹
Drochss Péttry Valencia Ochoa²

¹ Universidad Santiago de Cali, Calle 5 # 62-00, Cali, Colombia.

² drochss.valencia@usc.edu.co.

Modalidad: Póster

Resumen

Se desarrolló un sensor electroquímico para la detección de amoxicilina, a partir de un electrodo de carbón vítreo modificado con grafeno y funcionalizado con catecol. El grafeno fue sintetizado usando una oxidación-reducción de grafito, este proceso se conoce como método modificado de Hummers. La película de Catecol-grafeno (CG) fue depositada sobre el electrodo por el método de secado de goteo, usando nafion como agente encorador. El electrodo modificado con Nafion-catecol-grafeno mostró una actividad electroquímica para la oxidación electrocatalítica de amoxicilina. El sensor propuesto puede aplicarse a la identificación y cuantificación de amoxicilina con un rango lineal y con un límite de detección bajo. El análisis de los resultados experimentales puede utilizarse para proporcionar mejores estimaciones de la reproducibilidad experimental y la estabilidad a largo plazo del sensor, así como una alta selectividad sin interferencia de otras especies potencialmente competidoras.

Palabras claves: amoxicilina, grafeno, método hummers, sensor electroquímico, síntesis.

Introducción

Para la industria farmacéutica la implementación de métodos que permitan la determinación de compuestos químicos de interés farmacéutico es de gran importancia ya que permite el control de calidad de los productos fabricados (Shen et al., 2016). Los métodos electroquímicos logran de manera rápida y confiable la determinación de compuestos, en matrices complejas, con una alta sensibilidad y selectividad (Bollella et al., 2017). En la industria farmacéutica encontramos diversidad de medicamentos como la amoxicilina (AMX) que tienen un gran impacto en la población que los consume, por ende es

de gran importancia que estos medicamentos cumplan con los requerimientos legislativos.

La AMX es un compuesto semisintético, derivado de la penicilina. Este medicamento actúa contra un amplio espectro de bacterias, tanto en GRAM positivo como en GAM negativo, por eso uno de los antibióticos más usados en el mundo y se emplea contra infecciones bacterianas tanto en humanos como en animales (Brahman, Dar, & Pitre, 2013; Santos, Bergamini, & Zanoni, 2008). Este antibiótico se presenta en diferentes formulaciones y diferentes concentraciones. Hay estudios que han demostrado que el abuso de antibióticos en los animales causa la acumulación en los alimentos derivados de éstos, como lo son la leche, la carne, el pollo, entre otros (Wong, Scontri, Materon, Lanza, & Sotomayor, 2015). Por lo anterior, es de gran importancia desarrollar un método que permita detectar y/o cuantificar tanto niveles altos como bajos de AMX, lo que muestra la necesidad de futuros trabajos en este contexto.

Actualmente, existen varias técnicas analíticas para la detección de AMX en la industria farmacéutica mediante Cromatografía Líquida de alta Resolución (HPLC) con detector UV-Vis, cromatografía de gases (GC), espectrometría de masas, entre otros. Sin embargo, estos métodos tienen desventajas tales como: procedimientos complejos, tiempos de respuesta largos y su instrumentación tiene un costo elevado.

El propósito del presente trabajo es desarrollar un método electroanalítico alternativo para la determinación de AMX, con el objetivo de mejorar la sensibilidad, interferencias y los tiempos de respuesta de los sistemas convencionales de análisis existentes, satisfaciendo de esta manera las exigencias reglamentarias respecto a los compuestos de estudio.

Parte Experimental

Preparación del Óxido de Grafeno (GO) por el Método de Hummers Modificado

En un vaso de 250 mL, en constante agitación y a baño frío se mezcló 2,0 g de grafito previamente pulverizado, 1,0 g de nitrato sódico y 50 mL de ácido sulfúrico concentrado. Posteriormente se adicionó lentamente 6,0 g de permanganato de potasio, en constante agitación y a una temperatura controlada entre 20 °C y 25 °C; 5 minutos

después, se retiró del baño frío y se calentó a 35 °C por 30 minutos; luego se adicionó lentamente 100 mL de agua desionizada y se agitó por 15 minutos. A continuación se adicionó peróxido de hidrógeno al 30%, esto con la finalidad de reducir el permanganato de potasio residual (y se esperó hasta que el burbujeo desapareciera). Posteriormente se dejó decantar, se extrajo la solución sobrenadante y se filtró el residuo enjuagando con agua tibia hasta que alcanzara un pH neutro. El polvo obtenido se dispersó en agua desionizada y se sónico por 15 minutos. Finalmente se filtró y de esta forma se obtuvo el polvo de GO (García Martínez, 2013).

Preparación de la reducción térmica del Óxido de Grafeno

Se dispersó GO (1mg/mL) en agua desionizada y se agitó mecánicamente durante 1 hora hasta obtener una solución homogénea. Posteriormente se adicionó borohidruro de sodio 10 mM. Se dejó secar a temperatura ambiente. Para finalizar se calentó durante 2 minutos. La reducción del óxido de grafeno se precito gradualmente como un sólido negro. Se guardó una muestra para su caracterización (Castro Beltrán, Sepúlveda Guzmán, De la Cruz Hernández, & Cruz Silva, 2011).

El producto obtenido se caracterizó por medio de espectroscopia de infrarrojo (FT-IR), microscopia electrónica de barrido (SEM) y Espectroscopia Raman (Aguirre Yagüe, 2015). Estos estudios se realizaron en la Universidad Santiago de Cali y en colaboración con Universidades nacionales e internacionales.

Preparación del electrodo modificado

Sobre una superficie de carbón vítreo, previamente pulida con alúmina (3,0 µm) y/o polvo de diamante, se colocó 3,0 µL de una suspensión de grafeno en una mezcla de dimetilformamida+Nafion (1:1), se evaporó esta suspensión en presencia de un flujo de aire caliente por 25 minutos, después de evaporar el disolvente, se hizo una segunda y tercera adición de la suspensión sobre la superficie del electrodo, de tal forma que se obtenga una superficie completamente modificada. Al terminar la modificación, el electrodo se colocó en un desecador por 12 horas antes de su utilización.



Preparación de la muestra

Se realizó la preparación de la muestra para el análisis de acuerdo a los métodos estipulados por la farmacopea Americana y/o Europea o métodos internos del fabricante.

Montaje de la celda electroquímica

El sistema estuvo compuesto por tres electrodos:

Electrodo de trabajo (electrodo modificado con grafeno, nafion y catecol)

Electrodo de referencia (electrodo de Ag/AgCl/KCl 3 mol L⁻¹)

Contraelectrodo (Barra de grafito)

Se utilizó la técnica de voltametría cíclica para la determinación de la amoxicilina. A continuación se muestra el montaje en la Figura 1.



Figura 1. Celda electroquímica para la determinación electroquímica de amoxicilina.

Resultados y discusiones

La producción del grafeno ha abierto un nuevo campo en la química física y la ciencia de los materiales. Ya que tiene diversas aplicaciones debido a sus propiedades electrónicas, mecánicas, ópticas y térmicas.

La determinación y/o cuantificación de amoxicilina con un electrodo de carbono es un método rápido, poco costoso, selectivo y sensible con respecto al HPLC, ya que, este método requiere el consumo de solventes costosos como el acetonitrilo, etanol, metanol, isopropanol, ácido

sulfúrico, entre otros, los cuales algunos son regulados por el estado y deben tener un adecuado tratamiento después de su uso. Por tales problemas, los métodos electroquímicos ofrecen una parcial o total solución a estos problemas porque logran de manera eficaz la determinación de compuestos en matrices complejas, con una alta sensibilidad y selectividad, utilizando menores cantidades de solventes (Santos, Bergamini, & Zanoni, 2008; Shen, Wang, Chen, Yu, Liang, & Zhang, 2016).

Las técnicas electroquímicas para la determinación de amoxicilina que fueron utilizadas fueron las siguientes: voltametría cíclica y cronoamperometría, esto fue realizado tanto con el electrodo sin modificar, como con el electrodo modificado con grafeno.

La técnica de voltamperometría cíclica (Figura 2) es una técnica muy usada ya que proporciona información de la reacción electroquímica. Esta técnica mide la corriente originada en la celda electroquímica cuando se modifica el potencial. Para llevar a cabo esta técnica se necesitan tres electrodos: un electrodo de trabajo, un electrodo y un contraelectrodo.

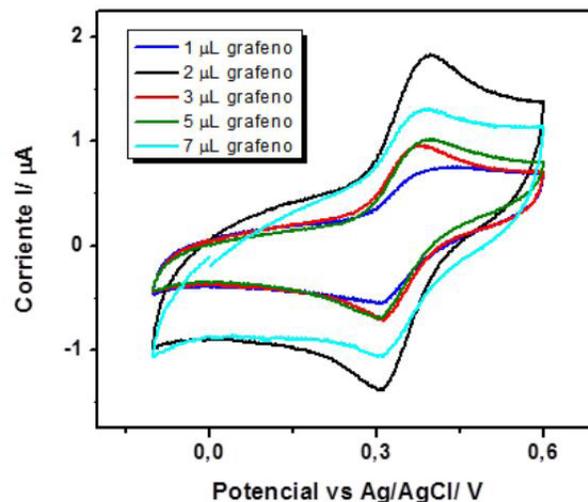


Figura 2. Voltametría cíclica con el electrodo modificado con oxido de grafeno reducido.

La cronoamperometría es una técnica que consiste en la aplicación de un salto de potencial como señal de excitación al electrodo de trabajo en reposo. La respuesta es la intensidad de corriente que pasa entre el electrodo de trabajo y el contraelectrodo en función del tiempo, se puede observar en la figura 3 como cambia la corriente a medida que se modifica la superficie del electrodo con grafeno.

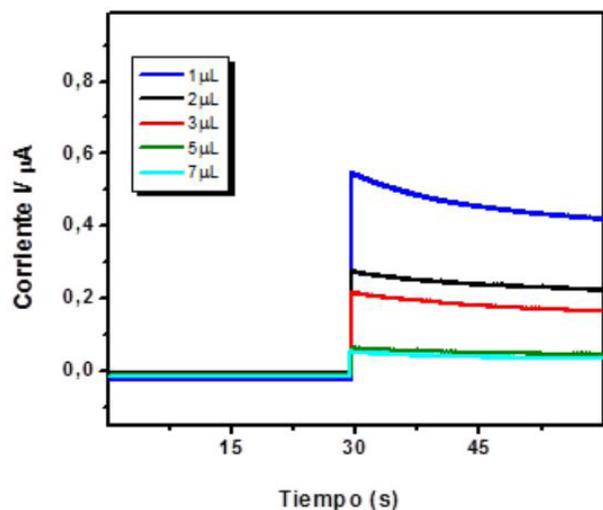


Figura 3. Modificación del electrodo con 1, 2, 3, 5 y 7 μL de grafeno.

En la figura 4 se puede observar que la adición ideal para la modificación del electrodo es de 5 μL .

Todo lo anterior servirá para poder determinar cualitativamente y/o cuantitativamente amoxicilina.

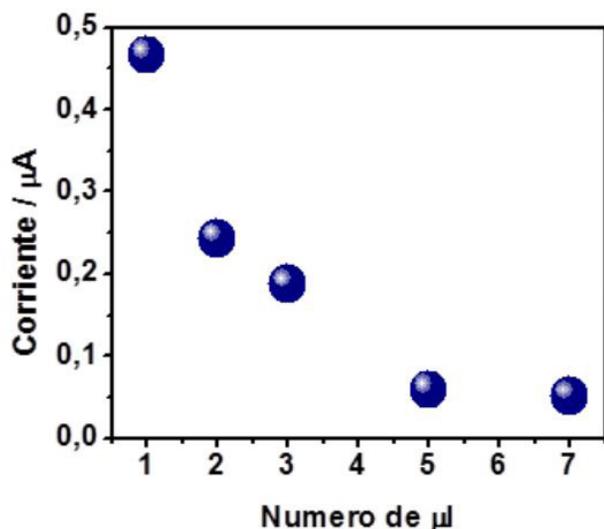


Figura 4. Corriente vs. Numero de μL de grafeno adicionados al electrodo.

Conclusiones

Con este proyecto se pretende determinar cualitativa y/o cuantitativamente, amoxicilina.

El sensor propuesto garantiza la minimización de los efectos de interferencia, sensibilidad y selectividad cuando se analiza amoxicilina en muestras de amoxicilina.

Debido al gran auge en los últimos tiempos para trabajar electrodos modificados con grafeno como material de superficie, se pretende escribir un artículo para una revista de arbitraje internacional.

Referencias

Aguirre Yagüe, F. (2015). Síntesis y caracterización de capas conductoras de Oxido de grafeno (GO): propiedades vibracionales bajo condiciones extremas de presión y temperatura.

Bollella, P., Fusco, G., Tortolini, C., Sanzò, G., Favero, G., Gorton, L., & Antiochia, R. (2017). Beyond graphene: Electrochemical sensors and biosensors for biomarkers detection. *Biosensors and Bioelectronics*, 89, 152-166. doi: <https://doi.org/10.1016/j.bios.2016.03.068>

Brahman, P. K., Dar, R. A., & Pitre, K. S. (2013). Conducting polymer film based electrochemical sensor for the determination of amoxicillin in micellar media. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 176, 307-314. doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2012.09.007>

Castro Beltrán, A., Sepúlveda Guzmán, S., De la Cruz Hernández, W. J., & Cruz Silva, R. (2011). Obtención de grafeno mediante la reducción química del óxido de grafito. *Ingenierías*, 14(52), 34-42.

García Martínez, V. (2013). Estudio de la estabilidad del óxido de grafeno con el tiempo.

Santos, D. P., Bergamini, M. F., & Zanoni, M. V. B. (2008). Voltammetric sensor for amoxicillin determination in human urine using polyglutamic acid/glutaraldehyde film. *Sensors and actuators B: Chemical*, 133(2), 398-403. doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2008.02.045>

Shen, L. H., Wang, H. N., Chen, P. J., Yu, C. X., Liang, Y. D., & Zhang, C. X. (2016). The analytical determination and electrochemiluminescence behavior of amoxicillin. *Journal of Food and Drug Analysis*, 24(1), 199-205. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jfda.2015.09.002>



Wong, A., Scontri, M., Materon, E. M., Lanza, M. R., & Sotomayor, M. D. (2015). Development and application of an electrochemical sensor modified with multi-walled carbon nanotubes and graphene oxide for the sensitive and selective detection of

tetracycline. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 757, 250-257. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2015.10.001>

Modificación de superficies electródicas con grafeno para la determinación de Capsaicina en parches transdérmicos por métodos electroquímicos

Liseth Damaris Barbosa Otalvaro¹
Drochss Pettry Valencia²

¹ Universidad Santiago de Cali, Calle 5
62-00, Cali, Colombia. lisethdama@
gmail.com

² drochss.valencia@usc.edu.co

Modalidad: Póster

Resumen

Se desarrolló un sensor electroquímico para la detección de la Capsaicina en parches transdérmicos a partir de un electrodo de carbono modificado con grafeno encorado con Nafión (grafeno-Nafión). El grafeno fue sintetizado usando una oxidación-reducción in situ de grafito, este proceso se conoce como método modificado por Hummers. La película de Nafion -Grafeno (NG) fue depositada sobre la superficie del electrodo mediante el método de adsorción seca in situ. Tal electrodo basado en NG mostró una actividad electroquímica muy alta para la oxidación electrocatalítica de la Capsaicina a diferentes pH. El sensor propuesto puede aplicarse a la identificación y cuantificación de Capsaicina en parches transdérmicos con un rango lineal y con un límite de detección bajo. El análisis de los resultados experimentales se utilizó para proporcionar mejores estimaciones de la reproducibilidad experimental y la estabilidad a corto y largo plazo del sensor, así como una la selectividad evitando el efecto de las matrices.

Palabras claves: Grafeno-Nafion, Método Hummers, Modificación de superficies, Nuevos materiales.

Introducción

En general la modificación de superficies electródicas sirve para mejorar la selectividad y sensibilidad de los sensores químicos y electroquímicos. Normalmente estas modificaciones nos permiten obtener una mayor selectividad y/o sensibilidad en la determinación de una especie de interés en una matriz compleja. Los métodos electroquímicos muestran alta sensibilidad, bajo costo, tiempos de análisis cortos comparados con otras técnicas de análisis. Por ende, se han convertido en una herramienta efectiva para el análisis de medicamentos en formulaciones farmacéuticas (Alegret, del Valle, & Merkoçi, 2004).



Entonces, el objetivo de este estudio es desarrollar un método simple y rápido para el análisis de Capsaicina en parches transdérmicos. En este estudio se pretende evaluar ¿Cómo modificar con grafeno superficies de carbón vítreo, para la determinación cualitativa y/o cuantitativa de Capsaicina en una formulación farmacéutica? Las técnicas electroquímicas para la determinación de la capsaicina que serán utilizadas serán voltametría de onda cuadrada, voltametría cíclica y cronoamperometría de doble pulso, esto será realizado tanto con un electrodo sin modificar, como con los electrodos modificados con grafeno. Los resultados serán comparados con técnicas como cromatografía líquida de alta eficiencia (HPLC), técnica usualmente utilizada en la determinación de esta especie.

Parte Experimental

Síntesis de grafeno (GR)

Se sintetizó óxido de grafeno mediante el método modificado de Hummers, luego el grafeno se obtuvo por reducción del óxido de grafeno (OG) previamente generado.

Síntesis de óxido de grafeno (OG) mediante método Hummers modificado

En un vaso de 250 mL se realizó una mezcla en constante agitación y en baño frío de: 2,0 g de Grafito en polvo, 1,0 g de nitrato sódico (NaNO_3), 50 mL de ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4). Posteriormente se le adicionó lentamente 6,0 g de permanganato de potasio (KMnO_4), en constante agitación y a una temperatura controlada entre 20 °C y 25 °C; 5 minutos después, se retiró del baño frío y el sistema se calentó a 35 °C por 30 minutos; luego se añadió lentamente 100mL de H_2O desionizada al sistema y se agitó por 15 minutos. A continuación se agregó una solución (donde el agua utilizada se calienta a 60 °C), de 80mL al 6% de peróxido de hidrogeno (H_2O_2), esto con la finalidad de reducir el permanganato de potasio (KMnO_4) residual (y se esperó hasta que el burbujeo desapareció). Posteriormente la mezcla se centrifugó a 4000 rpm por 1 hora y el residuo se enjuagó con agua tibia hasta que alcanzó un pH de 7,00. El polvo obtenido se dispersó en H_2O y se sonicó suavemente por 15 minutos. Finalmente se filtró, y las trazas negras obtenidas se congelaron y después se secaron en horno al vacío; y de esta forma se obtuvo el polvo de GO (Phiri, Gane, & Maloney, 2017).

Síntesis de óxido de grafeno reducido (OGR)

Se dispersó GO (1mg/mL) en agua desionizada y se agitó mecánicamente durante 1 hora para obtener una solución homogénea. Posteriormente se adicionó borohidruro de sodio (NaBH_4) 10 mM. La mezcla se colocó en un baño de aceite a 90 °C durante 24 horas. La reducción del GO se precipita gradualmente como un sólido negro. Este producto se lavó con abundante agua y después se secó mediante liofilización.

Después se añadió 5 mL de la dispersión acuosa del GO (1 mg/mL) a un erlenmeyer de 500 mL y se dejó secar a temperatura ambiente. El GO formó una película en el fondo del matraz, posteriormente se calentó durante 2 minutos. Una vez terminada la reacción el producto tuvo un cambio de coloración. Finalmente se guardó una muestra para su caracterización Wang, Li, Wang, Li, & Lin, 2011).

Caracterización de OGR

Se realizó mediante una Espectroscopia IR y Espectroscopia Raman para la caracterización del grafeno obtenido.

Preparación de los electrodos modificados (GR-NF/GCE)

Sobre una superficie de carbón vítreo previamente pulida con alúmina (3.0 μm), se colocó 5.0 μL de una suspensión de grafeno en una mezcla de DMF+Nafion (1:1), se evaporó esta suspensión en la presencia de un flujo de aire caliente por 25 minutos, después de evaporado el disolvente el electrodo es colocado en un desecador por 12 horas antes de su utilización.

Preparación de la muestra a analizar

Se realiza preparación de la muestra de acuerdo a los procedimientos farmacéuticos previamente descritos en la farmacopea americana o métodos del fabricante.

Resultados y discusiones

Inicialmente se caracterizó el compuesto obtenido de OG, con la técnica de Espectroscopia IR (figura 1), el cual se comparó con el Espectro del compuesto de Oxido de grafeno reducido, obteniendo las señales características de

los grupos funcionales insertados durante la reducción del Óxido de grafeno (figura 2).

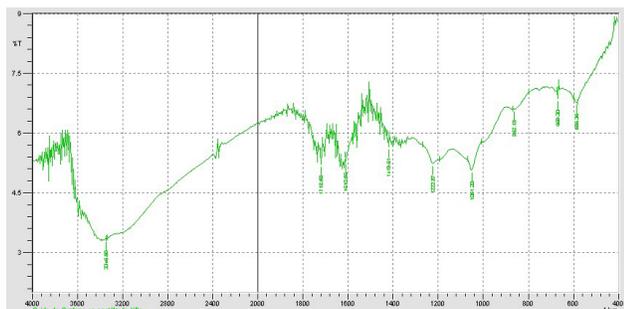


Figura 1. Espectro IR Óxido de Grafeno

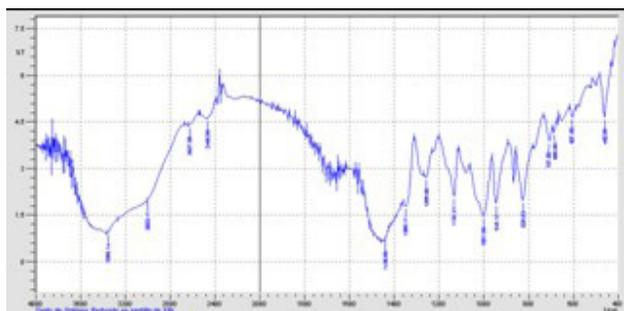


Figura 2. Espectro IR Óxido de Grafeno Reducido

También se realizó una espectroscopia Raman para comparar las intensidades en las señales del OG y OGR (figura 3).

Posteriormente se realizó un análisis mediante espectroscopia Raman, en donde se observa las diferencias en las intensidades de óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido (figura 3).

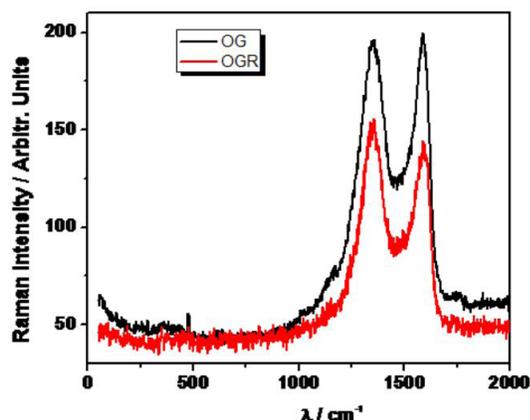


Figura 3. Espectro Raman de Óxido de grafeno y Óxido de Grafeno Reducido.

Mediante el uso de un Potenciostato Autolab y el Software Nova 1.1, se realizaron diferentes voltametrías cíclicas variando el medio y las condiciones de trabajo.

Se diseñó una celda electroquímica que constaba de tres electrodos, un electrodo de referencia de Ag/AgCl, un contraelectrodo de platino y un electrodo de trabajo de carbón vítreo. Primero se realizó un estudio de velocidad en una solución de ferricianuro de potasio 2mM en KBr 0.2M, utilizando la técnica de voltametría cíclica, en donde se obtuvo una serie de voltamperogramas cíclicos a diferentes velocidades de barrido (figura 4), con los cuales se evidencia una corriente de pico anódico y catódico deduciendo un comportamiento de tipo reversible y Nerstiano.

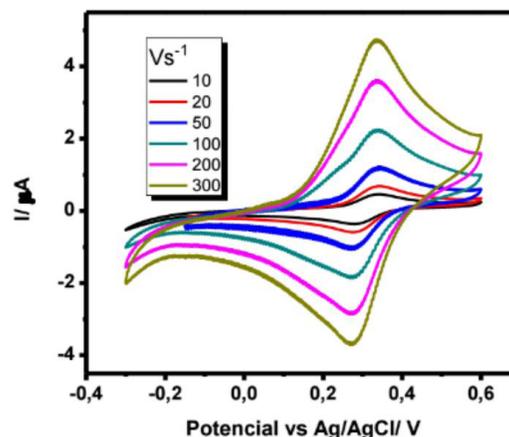


Figura 4. Voltamperometría cíclica de solución de ferricianuro 2mM en KBr 0.2M con electrodo de carbón vítreo sin modificar. A diferentes velocidades de barrido.

Posteriormente se realizó la modificación del electrodo de carbón vítreo con diferentes volúmenes de una suspensión óxido de grafeno reducido, se utilizaron cuatro volúmenes diferentes (2μL, 3μL, 5μL y 7μL) a una velocidad de barrido de barrido de 100mVs⁻¹ y se observó la respuesta de la corriente en una solución de ferricianuro 2mM, se obtuvieron los ciclos que se registran en la figura 5.

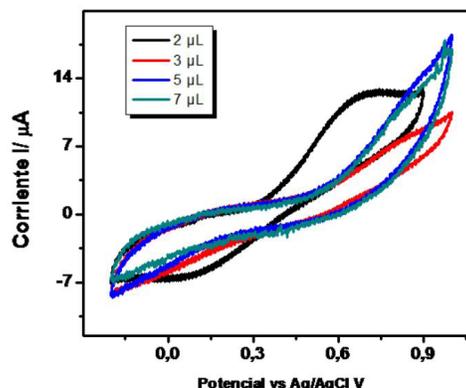


Figura 5. Voltamperometría cíclica de solución de ferricianuro 2mM en KBr 0.2M con electrodo de carbón vítreo modificado con OGR en diferentes volúmenes.



Luego se realizaron diversas mediciones con la técnica de cronoamperometria, para determinar cuál era el volumen de modificación más óptimo en las condiciones de trabajo previamente descritas. Se modificó electrodo de carbón vítreo con cinco volúmenes diferentes de OGR, y se analizó como variaba la corriente con respecto al tiempo en una solución de Ferricianuro de potasio 2mM a una velocidad de barrido de 100mV (figura 6).

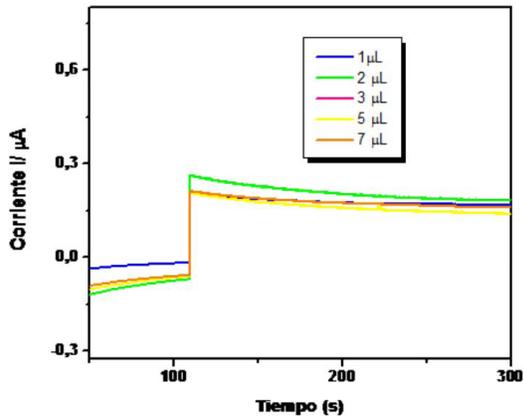


Figura 6. Cronoamperometria de solución de ferricianuro 2mM en KBr 0.2M con electrodo de carbón vítreo modificado con OGR en diferentes volúmenes.

De acuerdo a las cronoamperometrias de la figura 6, se realizó un grafica de Corriente Vs. Número de microlitros de OGR agregados al electrodo de carbón vítreo figura 7, y se determinó que se obtenían mejores resultados trabajando con un volumen de modificación de 5µL debido a que la corriente disminuía.

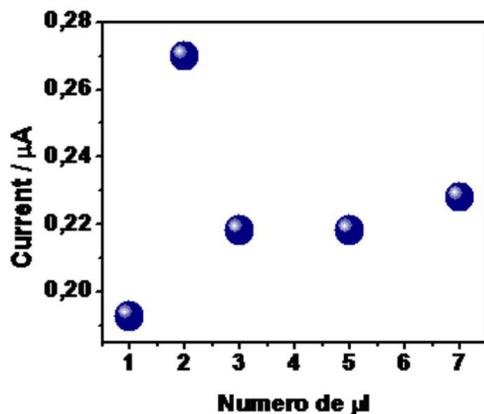


Figura 7. Respuesta de Corriente Vs. Número de microlitros de OGR en electrodo de carbón vítreo.

En el estudio de la especie capsaicina, se partió de un extracto Cápsico Etanólico cuya concentración era 2.3% expresado como capsaicina, a partir de este, se preparó una solución 2mM de capsaicina en KBr y se realizó una

voltametría cíclica para observar su comportamiento frente al electro sin modificar (figura 8)

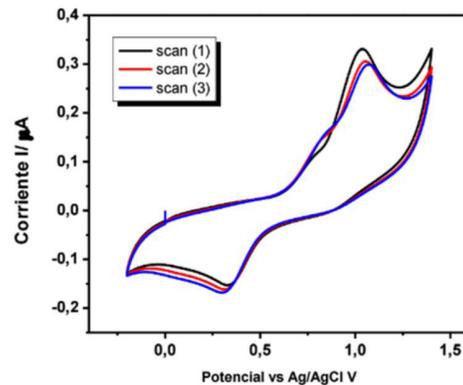


Figura 8. Voltametría cíclica de Extracto Cápsico 2mM en KBr 0.2M, a 100mV, potencial: -0,2 a 1.4V, electrodo sin modificar.

También se realizó el estudio de la especie de interés en diferentes medios: alcalino, neutro y básico. Se prepararon soluciones buffer a los siguientes pH: 5.19, 6.17, 7.10, 8.20, obteniendo que la mejor condición de trabajo es a un pH de aproximadamente 7 debido a que la respuesta de corriente es mayor y el proceso está controlado aparentemente por difusión (figura 9).

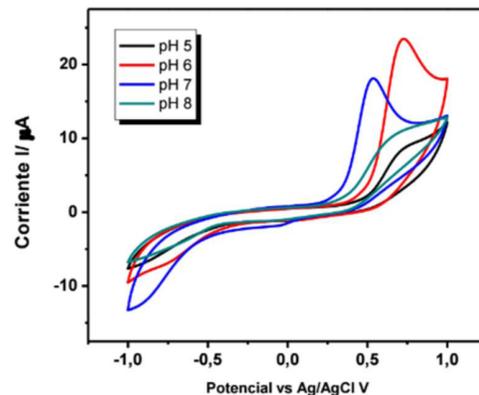


Figura 9. Voltametría cíclica de Extracto Cápsico 2mM en KBr 0.2M, velocidad: 100mV a diferentes pH.

Finalmente se realizó un estudio de velocidades utilizando la técnica de cronoamperometria para determinar a que velocidad de barrido se debía trabajar la especie de interés. Se realizo la modificación del electrodo con 5µL de OGR y se realizó el análisis cronoamperometrico a una solución de extracto Cápsico 2mM en buffer pH 7, obteniendo una solución final con pH 7.34. Normalizamos el tiempo restando y colocando todo a la misma escala, se construyó la figura 10.

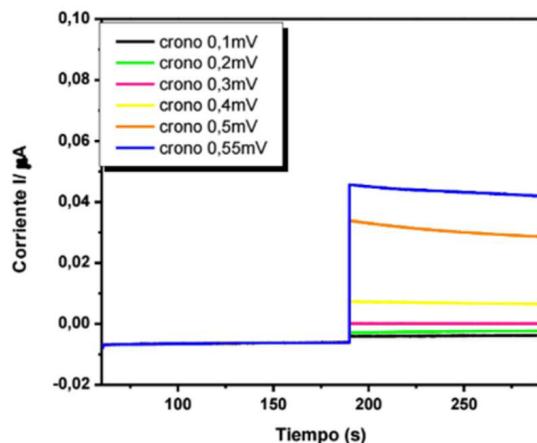


Figura 10. Cronoamperometría de Extracto Cápsico 2mM en buffer pH 7.34 a diferentes velocidades con electrodo de carbón vítreo modificado con 5µL de OGR.

Con esta grafica se evidenció el potencial de trabajo para la especie de interés era 0.25V ya que en este se obtenía la mejor respuesta de corriente.

Conclusiones

Se realizó la síntesis de OGR y mediante las técnicas de espectroscopia Raman y Espectroscopia IR se logró determinar que el compuesto sintetizado había sido reducido correctamente.

Mediante las voltametría cíclica se verificó la respuesta del sensor propuesto de acuerdo al comportamiento de una solución de ferricianuro de potasio.

Mediante las técnicas electroquímicas empeladas, se identificaron las condiciones óptimas de trabajo para la modificación del electrodo de trabajo.

Se encontró que a un volumen de modificación de 5µL de OGR se obtenían mejores respuestas en cronoamperometria para solución de ferricianuro de potasio.

Se evidenció mediante un estudio de velocidades de barrido, que a un potencial de 0.5V se obtenía una mejor respuesta en el análisis cronoamperometrico de la capsaicina.

Se verificó el comportamiento de la especie de interés en diferentes medios, variando el pH y observando la respuesta de la corriente con el tiempo para determinar el medio de trabajo que mejor respuesta daba en la tecnica propuesta.

Agradecimientos

Universidad Santiago de Cal
Dr. Drochss Pettry Valencia.
Universidad de Valencia. España
CICBA
DGI
GIEMA

Referencias

- Alegret, S., del Valle, M., & Merkoçi, A. (2004). Sensores electroquímicos: introducción a los quimiosensores y biosensores: curso teórico-práctico (Vol. 147). Univ. Autònoma de Barcelona.
- Phiri, J., Gane, P., & Maloney, T. C. (2017). General overview of graphene: Production, properties and application in polymer composites. *Materials Science and Engineering: B*, 215, 9-28. doi: <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2016.10.004>
- Wang, Y., Li, Z., Wang, J., Li, J., & Lin, Y. (2011). Graphene and graphene oxide: biofunctionalization and applications in biotechnology. *Trends in biotechnology*, 29(5), 205-212. doi: <https://doi.org/10.1016/j.tibtech.2011.01.008>



Materiales cristalinos multifuncionales basados en polímeros de coordinación Lantano-Sulfonatos

Richard F. D'Vries¹
Angela María Amaya¹
Germán E. Gómez²
Diego F. Lionello²
M. Cecelia Fuertes²
Galo J.A.A. Soler-Illia²
Javier Ellena³

¹ Universidad Santiago de Cali, Calle 5 # 62-00, Cali, Colombia. richard.dvries00@usc.edu.co

² Gerencia de Química, Centro Atómico Constituyentes, Comisión Nacional de Energía Atómica, Av. Gral. Paz 1499, 1650 San Martín, Buenos Aires, Argentina.

³ Instituto de Física de São Carlos, Universidade de São Paulo, CP. 13560-970, São Carlos - SP, Brasil.

Modalidad: Póster

Resumen

En este trabajo presentamos un estudio completo sobre la síntesis, la estructura y su relación con las propiedades mecánicas y ópticas de una nueva familia de polímeros de coordinación formados a partir de lantánidos. Se caracterizaron tres nuevas fases cristalinas. Se realizaron análisis de nanoindentación y fotoluminiscencia con el fin de encontrar una relación entre las características estructurales con las propiedades mecánicas, ópticas y como sensores químicos.

Palabras claves: *polímeros de coordinación, nanoindentación, sensor químico.*

Introducción

Como ha sido demostrado en trabajos anteriores, la capacidad de las moléculas de disulfonaftaleno para formar compuestos de coordinación con una variedad de estructuras, dimensionalidades y topologías, da lugar a materiales interesantes con aplicaciones potenciales en catálisis (D'Vries, Iglesias, Snejko, Gutiérrez-Puebla & Monge, 2012), absorción de gases (Gándara, Gutiérrez-Puebla, Iglesias, Snejko & Monge, 2009) y luminiscencia (D'Vries, et al., 2013). Estos materiales también presentan propiedades magnéticas y de conductividad (Horike, Umeyama & Kitagawa, 2013).

Parte Experimental

Los compuestos obtenidos en este trabajo fueron sintetizados mediante metodología hidrotermal. Los materiales cristalinos resultantes fueron analizados mediante difracción de rayos X de polvo y monocristal, espectroscopia infrarroja, análisis térmico TGA y DSC, nanoindentación y espectroscopia de emisión.

Resultados y discusiones

En este trabajo se presenta una serie de polímeros de coordinación (PC) (Figura 1), formados en condiciones hidrotermales optimizadas a partir de metales de lantánidos, 3-hidroxinaftaleno-2,7-disulfonato (3-OHNS) y 1,10-fenantrolina (fen). Se identificaron tres fases cristalinas y se caracterizaron por análisis vibracional y térmico, difracción de rayos X de monocristal y polvo. La fórmula de estas fases es $[\text{Eu}(\text{3-OHNS})(\text{fen})(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (Fase 1-Eu) (SG = triclinicP1), $(\text{C}_{44}\text{H}_{34}\text{N}_4\text{O}_{16}\text{S}_4\text{Eu}_2)$ (Fase 2-Eu) y $[\text{Ln}_2(\text{OHNS})_2(\text{fen})_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (Fase 3 - Ln) donde Ln = Tb, Dy, Ho, Er e Yb (SG = P21 / n monoclinico). Se realizaron estudios de nanoindentación con el fin de encontrar la relación entre las características estructurales y las propiedades mecánicas (módulo de Young y dureza) del material cristalino. Se realizó una caracterización exhaustiva de las propiedades ópticas, involucrando experimentos de excitación-emisión y cuantificación de la luminiscencia. Además, se probó la detección de hidrocarburos aromáticos poli cíclicos (HAP), resultando en una marcada selectividad cuando el CP interactúa con moléculas de naftaleno. Estos resultados hacen de estas fases, materiales prometedores para la elaboración de sensores colorimétricos químicos.

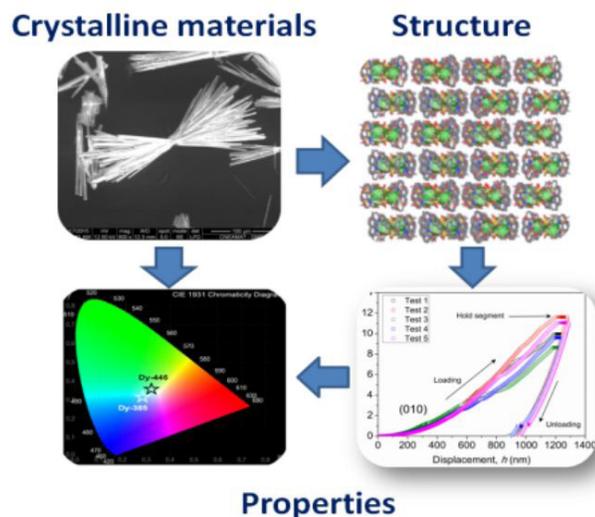


Figura 1. Relación estructura-propiedades en polímeros de coordinación.

Conclusiones

Fueron sintetizados tres nuevas familias de polímeros de coordinación obtenidos a partir de los primeros metales de la serie de los lantánidos y ligandos arildisulfonato. Estos materiales fueron estructuralmente caracterizados

observando que forman polímeros 1D. Estos nuevos materiales presentan propiedades mecánicas equivalentes a las observadas para materiales híbridos similares. Además estos compuestos presentan propiedades luminiscentes y más importantes aún, se muestran como sensores químicos prometedores en la detección de moléculas relacionadas con explosivos.

Agradecimientos

Agradecemos a la Universidad Santiago de Cali y a la Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nivel Superior forthe CAPES/PNPD.

Referencias

- D'Vries, R. F., Iglesias, M., Snejko, N., Gutiérrez-Puebla, E., & Monge, M. A. (2012). Lanthanide metal-organic frameworks: searching for efficient solvent-free catalysts. *Inorganicchemistry*, 51(21), 11349-11355. doi: <https://doi.org/10.1021/ic300816r>
- Gándara, F., Gutiérrez-Puebla, E., Iglesias, M., Snejko, N., & Monge, M. Á. (2009). Isolated hexanuclearhydroxo lanthanide secondary building units in a rare-earth polymeric framework based on p-sulfonatocalix [4] arene. *CrystalGrowth&Design*, 10(1), 128-134. doi: <https://doi.org/10.1021/cg900704x>
- D'Vries, R. F., Álvarez-García, S., Snejko, N., Bausá, L. E., Gutiérrez-Puebla, E., de Andrés, A., & Monge, M. Á. (2013). Multimetal rare earth MOFs for lighting and thermometry: tailoring color and optimal temperature range through enhanced disulfobenzoic triplet phosphorescence. *Journal of MaterialsChemistry C*, 1(39), 6316-6324. doi: <https://doi.org/10.1039/c3tc30858h>
- Horike, S., Umeyama, D., & Kitagawa, S. (2013). Ion conductivity and transport by porous coordination polymers and metal-organic frameworks. *Accounts of chemical research*, 46 (11),2376-2384. doi: <https://doi.org/10.1021/ar300291s>



Compuestos de Etil-Vinil-Acetato y parafina como recubrimientos antiadherentes sobre cartón

Myriam Yamile Mayorga García*
Alex Fernando López Córdoba
Oscar Javier Osorio Pedroza

¹ SENA. Centro Industrial y de Desarrollo Tecnológico (CIDT), Carrera 28 # 56-10 Barrio Galán. Barrancabermeja, Santander, Colombia. *mymayorga9@misena.edu.co

Modalidad: Póster

Resumen

El desarrollo de recubrimientos antiadherentes para cartón corrugado constituye una alternativa para reducir las pérdidas y los desperdicios de productos y a su vez la generación de residuos. En el presente trabajo se prepararon recubrimientos antiadherentes a base de copolímero etil-vinil acetato (EVA) y parafina dura, y se aplicaron sobre muestras de cartón corrugado. Se evaluó el efecto de la presencia del recubrimiento sobre la adherencia al cartón corrugado de un sellante asfáltico comercial (MPI), compuesto de asfaltos modificados con polímeros, resinas y aditivos. Los resultados preliminares mostraron que la adherencia del sellante asfáltico a la caja de cartón recubierta es dependiente de la composición del recubrimiento, siendo la proporción 1:1 (EVA: parafina) la más adecuada para la separación del producto.

Palabras claves: *recubrimiento, material compuesto, adherencia, cartón corrugado, empaque.*

Introducción

La diversificación de los materiales de empaque constituye uno desafío actual no solo a nivel científico sino también para el sector industrial. En este contexto, se requiere el desarrollo de nuevos materiales de empaque adaptados para aplicaciones específicas.

La adherencia a la superficie de los materiales de empaque es una de las principales causas de pérdida y desperdicio de productos. Dicha adherencia trae diversas consecuencias incluyendo la disminución de la rentabilidad y el aumento en la generación residuos.

La aplicación de recubrimientos sobre la superficie de los materiales constituye una alternativa útil para la modificación de propiedades superficiales de los mismos, tales como hidrofobicidad superficial, permeabilidad al vapor de agua y a los gases, rugosidad, adherencia,

entre otras. Además, varios autores han reportado que los materiales recubiertos generalmente exhiben mejores propiedades mecánicas que el material original (Tomić et al., 2017).

El objetivo del presente trabajo fue desarrollar formulaciones para recubrir cartón corrugado, con propiedades antiadherentes frente a productos tipo sellante asfáltico, que puedan ser potencialmente empleados para disminuir las pérdidas y el desperdicio de este tipo de productos.

Parte Experimental

Los materiales empleados para la preparación de los recubrimientos (Figura 1) fueron copolímero etil-vinil acetato (ELVAX 260, Dupont, EEUU) y parafina dura.



Figura 1. Imágenes del proceso de fabricación de los compuestos EVA/parafina

Se realizó el fundido de cada material por separado calentando a 120°C la parafina y a 190°C el copolímero etil-vinil acetato, ambos bajo agitación (Figura 1). Luego se prepararon mezclas conteniendo distintas proporciones de cada material (Tabla 1). Finalmente, se aplicaron los recubrimientos sobre muestras de cartón corrugado

comercial y se dejaron secar a temperatura ambiente durante 24 h. Además, se recubrieron cajas de cartón corrugado con láminas de papel siliconado comercial para propósitos de comparación.

Para la evaluación de las propiedades adhesivas del cartón recubierto, se empleó como modelo un sellante asfáltico compuesto de asfaltos modificados con polímeros, resinas y aditivos fabricados por la empresa Manufactura y Procesos Industriales (MPI, Colombia). El producto se calentó a 190°C y se depositó en caliente sobre la muestra de cartón corrugado recubierta con el compuesto EVA/parafina. Luego de un tiempo de secado de 48 h, se evaluó la adherencia del producto asfáltico al cartón recubierto, mediante observación y seguimiento fotográfico (Okba, Nasr, Helmy & Yousef, 2017).

Resultados y discusión

Las formulaciones F1, F2 y F3 dieron lugar a mezclas traslúcidas (Figura 2). Mientras que en el caso de la mezcla F4, se observó una pérdida de transparencia. Por otro lado, se observó que el incremento en la concentración de parafina disminuyó la fluidez de los recubrimientos, debido a su rápida solidificación.

Tabla 1. Formulaciones del compuesto EVA/parafina

Formulación	EVA (g/100 g)	Parafina (g/100 g)
F1	100	0
F2	75	25
F3	50	50
F4	25	75

Durante el calentamiento, se observó que a temperaturas superiores a 220°C, *ocurrió un cambio en la coloración de las mezclas, probablemente debido a la descomposición del copolímero etil-vinil acetato.*

Con respecto a la evaluación de la adherencia, las formulaciones F1, F2 y F4, no permitieron la separación del sellante asfáltico desde la caja de cartón recubierto. Mientras que el cartón recubierto con la mezcla F3, permito separar parcialmente el producto, quedando adheridos restos del mismo (Figura 2).



Figura 2. Imagen del sellante asfáltico depositado sobre la muestra de cartón recubierta con la mezcla EVA/parafina 50:50.

Conclusiones

Con la mezcla EVA/parafina 50:50 se obtuvieron buenos resultados en el momento del retiro del sellante asfáltico. Partiendo de estos resultados, se evaluarán nuevas formulaciones que permitan mejorar la separación de productos tipo sellante asfáltico desde cajas de cartón corrugado.

Agradecimientos

Al Centro Industrial y de Desarrollo Tecnológico (CIDT)- SENA y a la empresa Manufactura y Procesos Industriales (MPI) por los recursos otorgados para el proyecto.

Referencias

- Tomić, N. Z., Veljović, Đ., Trifković, K., Međo, B., Rakin, M., Radojević, V., & Jančić-Heinemann, R. (2017). Numerical and experimental approach to testing the adhesive properties of modified polymer blend based on EVA/PMMA as coatings for optical fibers. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 73, 80-91. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2016.11.010>
- Okba, S. H., Nasr, E. S. A., Helmy, A. I., & Yousef, I. A. L. (2017). Effect of thermal exposure on the mechanical properties of polymer adhesives. *Construction and Building Materials*, 135, 490-504. doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.12.067>

Estudio reométrico del polipropileno isotáctico con un poliéster maleinizado

Modalidad: Video

Resumen

En este trabajo se modificó un polipropileno isotáctico con un poliéster polioli altamente ramificado maleinizado (HBPAM), usando varias proporciones del peróxido de dicumilo (0.5 a 2.0%). La funcionalización se realizó en un reómetro de torque a 200 °C y una velocidad de 50 rpm durante 15 min. Se presentan reacciones típicas de entrecruzamiento que caracterizan aumento en el torque, y en contra parte reacciones de degradación por acción de radicales que conducen a escisión en la cadena polimérica.

Palabras claves: *polipropileno funcionalizado; radicales libres.*

Carolina Caicedo¹
Jenny A. Córdoba²
Akio Tanaka¹
Cesar A. Tangarife¹
Edwin A. Murillo^{2*}

Introducción

El Polipropileno (PP), es un polímero termoplástico e hidrofóbico empleado en la industria de empaques y embalajes, automoción, juguetería, entre otras (Jin et al., 2012; Noriman, Ismail & Rashid, 2010). Este polímero es el segundo de mayor consumo a nivel mundial presentando una demanda alrededor de 55 millones de toneladas al año. Las investigaciones actuales centran su atención en el desarrollo de materiales compuestos con matrices termoplásticas como el PE y el PP siendo esta última aplicada a productos de alto impacto. Uno de los retos para el desarrollo de materiales compuestos consiste en lograr una óptima interacción entre la matriz y la carga, por lo cual se implementa el uso de agentes de acople que permitan mejorar las condiciones de mezclado con materiales hidrofílicos. La promesa se encamina a la modificación de polímeros con moléculas polares (Caicedo, Vázquez Arce, Crespo, de la Cruz, & Ossa, 2015; Thakur & Thakur, 2014). El compuesto más empleado en la funcionalización del PP, es el anhídrido maléico (AM), pero los grados de funcionalización obtenidos no han sido altos (<1%) (Augier, et al., 2006; Akbari, Zadhoush & Haghghat, 2007 y Diop & Torkelson, 2013). Por lo tanto, en la actualidad los investigadores tratan de mejorar los grados de funcionalización empleando otros métodos de funcionalización u otros agentes funcionalizantes. Con el

¹ Grupo de Investigación en Desarrollo de Materiales y Productos – GIDEMP, Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria, Astin-SENA. Calle 52 Bis -15, Complejo Salomia, Cali, Valle del Cauca, Colombia. E-mail: carolina.caicedo@gmail.com; dajealeca@gmail.com; akitarov@hotmail.com; andres197521@gmail.com.

^{2*} Grupo de Investigación en Materiales Poliméricos (GIMAPOL). Universidad Francisco de Paula Santander. E-mail: edwinalbertomurillo@gmail.com.



objetivo de contribuir a la preparación de nuevos materiales poliméricos, ya que no se encuentran reportes de este tipo de funcionalizantes usados para el PP, y tratar de obtener materiales con mayor grado de funcionalización; en este estudio se realizará la funcionalización de PP con un poliéster polioliol altamente ramificado (HBP) maleinizado (HBPAM), el cual fue previamente obtenido y caracterizado en el Grupo de Investigación en Materiales Poliméricos (GIMAPOL) de la UFPS (Gang-sheng, Liu, Zhao, Li-xia & Wei-kang, 2009; Kutyreva, Usmanova, Ulakhovich & Kutyrev, 2010; Mishra, Jena & Raju, 2009; Murillo, Vallejo, & López, 2011 y Yazdani-Pedram, Vega & Quijada, 2001).

Parte Experimental

Materiales

El HBPAM (con un número teórico de 4 moléculas de AM en la periferia) será suministrado por el Grupo de Investigación Gimapol. El PP isotáctico referencia 11H01A con un índice de fluidez de 12.5 g/10 min, es suministrado por una empresa, el xilol, el peróxido de dicumilo (DCP), el metanol, la acetona, azul de timol y los demás reactivos son proporcionados por Sigma-Aldrich.

Preparación de los materiales

PP funcionalizado con HBPAM (PP-g-HBPAM): Las respectivas cantidades de PP isotáctico serán llevadas a un reómetro de torque, el cual se encuentra a una temperatura de 200 °C y se mantendrá bajo mezclado a una velocidad de 50 rpm; una vez el torque se estabilice, se hará la adición de las respectivas cantidades de HBPAM y DCP (Tabla 2 y 3), el sistema se mantendrá bajo agitación durante un tiempo de 15 min. Los materiales obtenidos y el PP, serán caracterizados por análisis IR, TGA, DSC, análisis reológico, SEM, ángulo contacto, permeabilidad al vapor de agua y al oxígeno, MFI y tracción.

Resultados y discusiones

Para determinar el comportamiento de las mezclas en el reómetro de torque se procedió a calcular la masa de los componentes en las mezclas (PP, DCP, HBPMA). El volumen libre corresponde al resultado de la diferencia entre el volumen de la cámara y el volumen ocupado por los rotores. Asimismo, se mantuvo constante el valor para el factor de llenado (70%), los valores se presentan en la Tabla 1.

Las variaciones en la composición de las muestras obtenidas (PP-g-HBPMA) se presentan en la Tabla 2, para

Tabla 1. Volúmenes de la cámara de mezclado del reómetro de torque HAAKE Rheomix Lab Mixers.

Especificaciones de la cámara	Cantidad	Especificaciones de la cámara	Cantidad	Unidad
Volumen Total	120 g/cm ³	Llenado (65 a 90%)	70	%
Volumen de los rotores	51 g/cm ³	Densidad de las mezcla	0,946	g/cm ³
Volumen neto libre	69 g/cm ³	Cantidad por corrida	45,69	g

PP 90% y 95%, HBPAM 10% y 5%, y DCP 0.5%, 1%, 1.5% y 2%.

Por otro lado, se preparan mezclas para obtener la

Tabla 2. Proporciones de los componentes mezclados en el reómetro de torque HAAKE Rheomix Lab Mixers para caracterización fisicoquímica.

Muestras	PP (g)	HBPMA (g)	DCP (g)
M1	41,12	4,56	0,23
M2	41,12	4,56	0,46
M3	41,12	4,56	0,69
M4	41,12	4,56	0,91
M5	43,40	2,28	0,23
M6	43,40	2,28	0,46
M7	43,40	2,28	0,69
M8	43,40	2,28	0,91
M9	45,69	NA	NA
M10	45,66	NA	0,23
M11	45,66	NA	0,91
M12	41,12	4,56	NA
M13	43,40	2,28	NA

curva de calibración para la cuantificación por análisis IR del grado de funcionalización de las muestras funcionalizadas.

El comportamiento de las mezclas durante el procesamiento se presenta a continuación en la Figura 1. En general, para todas las muestras se observa en el reograma un incremento del torque debido a que parte del PP no se ha fundido alrededor del primer cuarto de minuto, esto lleva consigo una reducción en la temperatura. En la tabla 3, los valores en el torque máximo para las muestras de PP 100% (M9 y M10) resultaron superiores (58,1 Nm), esta tendencia está directamente relacionada con la cantidad adicionada en la cámara del reómetro. Por otro lado, se logra una estabilización en el sistema a los 2.5 min donde los valores se presentan entre 2.2 y 2.9 Nm. Posteriormente, las curvas se muestran alteradas a los 3 min con la adición

de los componentes (plastificante e iniciador). En el caso de los compuestos sometidos a reacción radicalaria se muestra un esfuerzo mínimo de torque promedio de 0.008 Nm, las muestras M1 a M4 con un contenido del agente funcionalizante del 5% presenta evolución con menor contenido del iniciador 0,39 Nm, este comportamiento es similar para los compuestos M5 a M8. Por otro lado, las muestras de control utilizadas presentan el siguiente comportamiento: M9 mantiene el valor del torque en 2.2 Nm, la muestra M11 cae con la adición del iniciador (DCP

2%) con un esfuerzo mínimo de 0.170 Nm, Posteriormente a esto el esfuerzo se mantiene, debido a que el PP sufre una ruptura beta, mientras M12 y 13 caen con la adición del funcionalizante (HBPMA) que actúa a su vez plastificante, no obstante, después de 2 min se observa un ascenso súbito mostrando posibles reacciones de entrecruzamiento e interacciones de primer y segundo orden que se puede explicar por la naturaleza de los grupos funcionales contenidos en la molécula HBPAM.

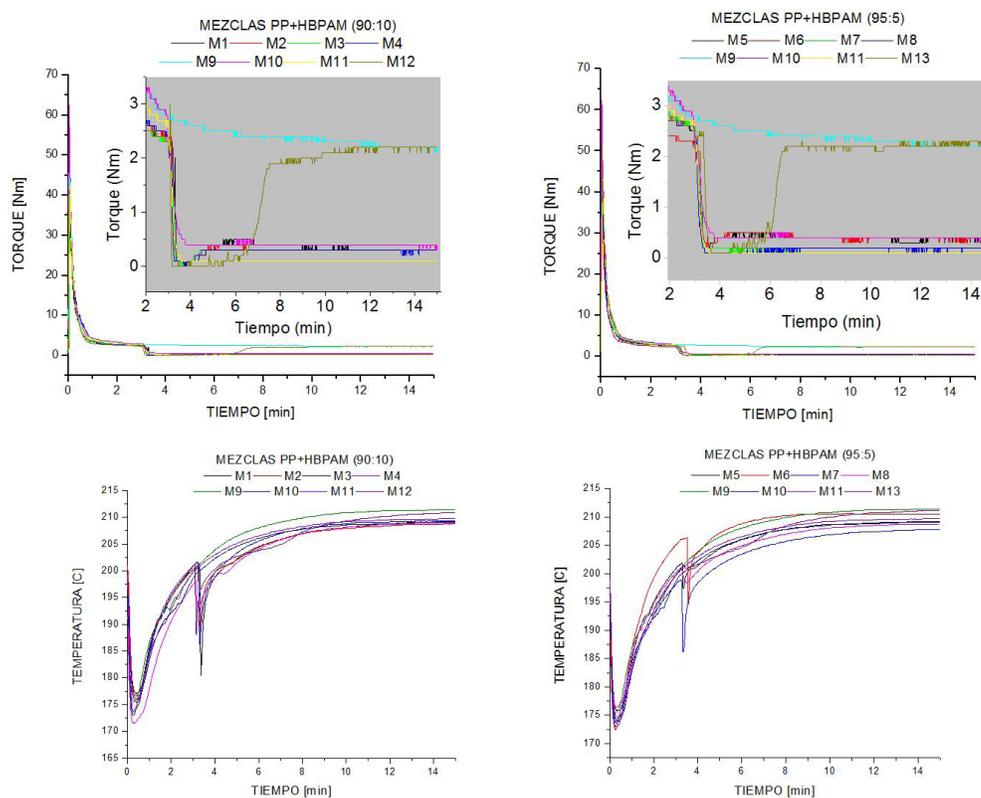


Figura 1. Reometría de torque de los compuestos con diferentes proporciones de iniciador (DCP). a) PP-HBPMA 90:10, b) PP-HBPMA 95:5

Tabla 3. Resultados de torque obtenidos en el reómetro HAAKE Rheomix Lab.

Muestras	Torque máximo	Torque (2.5 min)	Torque mínimo	Torque final (15 min)
M1	42,682	2,517	0,076	0,420
M2	48,396	2,395	0,017	0,280
M3	51,944	2,302	0,005	0,295
M4	47,425	2,422	0,004	0,316
M5	44,400	2,490	0,224	0,394
M6	47,682	2,203	0,187	0,386
M7	44,802	2,511	0,105	0,091
M8	51,249	2,130	0,094	0,196
M9	58,182	2,911	2,198	2,108
M10	62,413	2,387	0,397	0,392
M11	46,865	2,748	0,170	0,131
M12	37,602	2,400	-0,004	2,208
M13	51,409	2,632	0,096	2,293



Conclusiones parciales

Los estudios reométricos llevados a cabo en las mezclas de PP y HBPMA en presencia del peróxido de dicumilo muestran indicios de la reacción de injerto y entrecruzamiento, con lo cual se propone dar continuidad a caracterización estructural, térmica, morfológica, reológica y mecánica.

Agradecimientos

Este trabajo fue desarrollado gracias al apoyo del Centro Astin, SENA y grupo de investigación en desarrollo de materiales y productos (GIDEMP), así como al departamento de Biotecnología del Tecnoparque Nodo Cali.

Bibliografía

- Akbari, M., Zadhoush, A., & Haghghat, M. (2007). PET/PP blending by using PP-g-MA synthesized by solid phase. *Journal Of Applied Polymer Science*, 104(6), 3986-3993. doi: <http://dx.doi.org/10.1002/app.26253>
- Augier, S., Coiai, S., Gagnoli, T., Passaglia, E., Pradel, J. L., & Flat, J. J. (2006). Coagent assisted polypropylene radical functionalization: monomer grafting modulation and molecular weight conservation. *Polymer*, 47(15), 5243-5252. doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2006.05.049>
- Caicedo, C., Vázquez Arce, A., Crespo, L., de la Cruz, H., & Ossa, Ó. (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>
- Diop, M. F., & Torkelson, J. M. (2013). Maleic anhydride functionalization of polypropylene with suppressed molecular weight reduction via solid-state shear pulverization. *Polymer*, 54(16), 4143-4154. doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2013.06.003>
- Gang-sheng, T., Liu, T., Zhao, L., Li-xia, H., & Weikang, Y. (2009). Supercritical carbon dioxide-assisted preparation of polypropylene grafted acrylic acid with high grafted content and small gel percent. *The Journal Of Supercritical Fluids*, 48(3), 261-268. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.supflu.2008.11.017>
- Jin, J., Zhang, C., Jiang, W., Luan, S., Yang, H., Yin, J., & Stagnaro, P. (2012). Melting grafting polypropylene with hydrophilic monomers for improving hemocompatibility. *Colloids And Surfaces A: Physicochemical And Engineering Aspects*, 407, 141-149. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.colsurfa.2012.05.022>
- Kutyreva, M. P., Usmanova, G. S., Ulakhovich, N. A., & Kutyrev, G. A. (2010). Polynuclear Cu (II) complexes with hyperbranched polyester carboxylates. *Russian Journal of General Chemistry*, 80(4), 787-789. doi: <https://doi.org/10.1134/S1070363210040183>
- Mishra, A. K., Jena, K. K., & Raju, K. V. S. N. (2009). Synthesis and characterization of hyperbranched polyester-urethane-urea/K10-clay hybrid coatings. *Progress in Organic Coatings*, 64(1), 47-56. doi: <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2008.07.012>
- Murillo, E. A., Vallejo, P. P., & López, B. L. (2011). Effect of tall oil fatty acids content on the properties of novel hyperbranched alkyd resins. *Journal of Applied Polymer Science*, 120(6), 3151-3158. doi: <https://doi.org/10.1002/app.33502>
- Noriman, N., Ismail, H., & Rashid, A. (2010). Characterization of styrene butadiene rubber / recycled acrylonitrile-butadiene rubber (SBR/NBRr) blends: The effects of epoxidized natural rubber (ENR-50) as a compatibilizer. *Polymer Testing*, 29(2), 200-208. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.polymertesting.2009.11.002>
- Thakur, V., & Thakur, M. (2014). Processing and characterization of natural cellulose fibers/thermoset polymer composites. *Carbohydrate Polymers*, 109, 102-117. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.03.039>
- Yazdani-Pedram, M., Vega, H., & Quijada, R. (2001). Melt functionalization of polypropylene with methyl esters of itaconic acid. *Polymer*, 42(10), 4751-4758. doi: [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(00\)00816-8](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(00)00816-8)

Funcionalización en solución de polipropileno con un poliéster polirol altamente ramificado maleinizado

María Nova¹
Yaritza Arévalo¹
Edwin A. Murillo^{1*}

¹ Grupo de Investigación en Materiales Poliméricos (GIMAPOL), Departamento de Química. Universidad Francisco de Paula Santander, Avenida Gran Colombia No. 12E-96 Barrio Colsag, San José de Cúcuta, Colombia.*Email:edwinalbertomr@ufps.edu.com

Modalidad: Comunicación Oral

El anhídrido maleico (AM), es el compuesto más empleado en la funcionalización de PP, éste material tiene la ventaja de ser polifuncional, ya que posee un doble enlace carbono-carbono y dos grupos ácido (Diop, 2013). Otros compuestos hidrofílicos que se han empleado para funcionalizar el PP son: anhídrido isoftálico (Jin, 2012), polimetacrilato de etilenglicol (Gang, 2009) y ácido acrílico.

El gran problema de la funcionalización del PP con AM, es que quedan grandes cantidades de este sin reaccionar, obteniéndose muy bajos grados de funcionalización (GF) (alrededor de 1 %) (Diop, 2013). Por lo tanto, cuando este material es empleado como compatibilizante en mezclas de PP con polímeros hidrofílicos, deben emplearse grandes cantidades para obtener una buena compatibilización de estas mezclas.

De acuerdo a la revisión realizada de la literatura, no se encuentran reportes de un HBP modificado con AM (HBPAM), que se haya empleado para funcionalizar el PP (PP-g-HBPAM). El HBPAM tiene varias moléculas de AM en su periferia y fue obtenido por una reacción de condensación. Por lo tanto la reacción de homopolimerización del AM no ocurrirá, ni se presentarán altos contenidos de AM sin reaccionar, lo cual mejorará el injerto del HBPAM en el PP.

Una gran ventaja de la funcionalización de un HBP con AM (maleinización del HBP) es que por cada macromolécula de HBPAM, se tendrá teóricamente 4 grupos de AM y con uno solo de estos grupos que reaccionen con el PP, habrá muchos grupos polares injertados en el PP. En este trabajo, se pretende la funcionalización en solución de PP con un HBP de segunda generación modificado con AM. Además, evaluar el efecto del GF y cantidad de DCP en las propiedades estructurales, térmicas, reológicas y mecánicas de los materiales obtenidos.

Para la preparación de los PP-g-HBPAMs (Figura 1), las respectivas cantidades de PP, HBPAM, peróxido de dicumilo (DCP) y xilol se llevaron a un reactor de vidrio,



a una temperatura de 132 °C y una velocidad de 200 rpm. El sistema se dejó reaccionando durante 5 horas. Las proporciones de HBPAM fueron 3 y 9 % y las de DCP 0.50, 1.0 y 2.0 % (todas con respecto al PP).

Por análisis infrarrojo (IR) se evidenció la funcionalización del PP con el HBPAM. El GF, incrementó con los contenidos de HBPAM y DCP. La muestra obtenida con la proporción de 9 % de HBPAM y 2.0 % de DCP, presentó el mayor GF (2.40 %). La estabilidad térmica del PP fue mayor que la de las muestras funcionalizadas. Adicionalmente, la estabilidad térmica de estas muestras,

disminuyó con el GF y contenido de DCP. Por análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) se observó que PP-g-HBPAM obtenidas empleando el 3 % de HBPAM exhibieron una ligera reducción de la temperatura de fusión (T_f), con el incremento del GF y cantidad de DCP, pero la T_f de las muestras preparadas con el 9 % de HBPAM fue similar. La viscosidad del PP fue superior a la de los PP-g-HBPAMs. Además, todos los PP-g-HBPAMs presentaron la ruptura β del PP. El módulo ténsil y la fuerza ténsil de PP-g-HBPAMs fueron inferiores a los del PP.

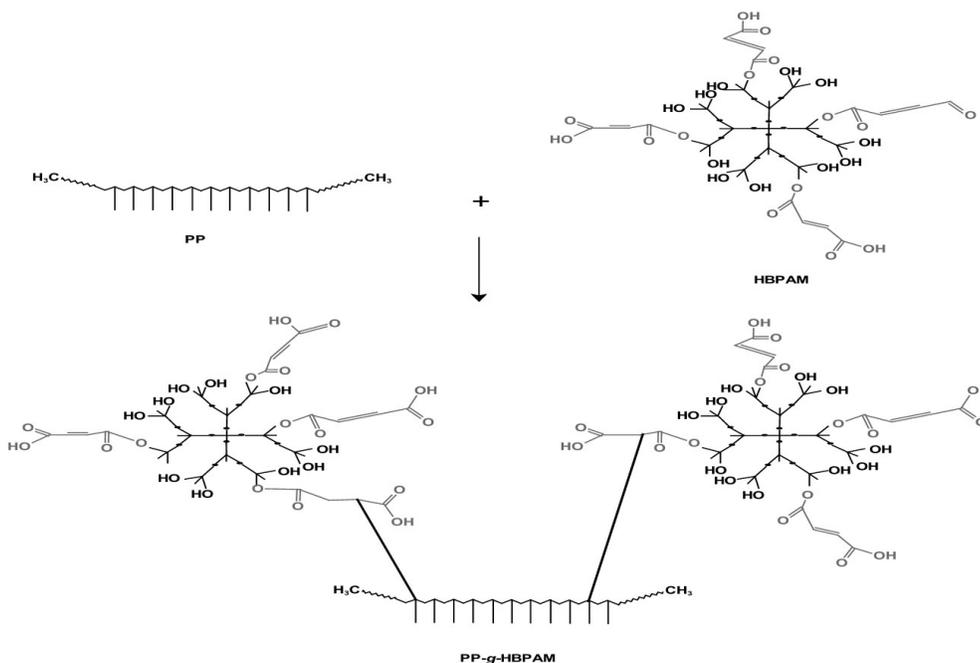


Figura 1. Representación esquemática de la reacción para obtener el PP-g-HBPAM.

Referencias

Diop, M. F., & Torkelson, J. M. (2013). Ester functionalization of polypropylene via controlled decomposition of benzoyl peroxide during solid-state shear pulverization. *Macromolecules*, 46(19), 7834-7844.

Jin, J., Zhang, C., Jiang, W., Luana, S., Yang, H., Yina, J., & Stagnaro, P. (2012). *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 407 (15) 141-149.

Gang-sheng, T., Liu, T., Zhao, L., Li-xia, H., & Weikang, Y. (2009). Supercritical carbon dioxide-assisted preparation of polypropylene grafted acrylic acid with high grafted content and small gel percent. *The Journal of Supercritical Fluids*, 48(3), 261-268.

Estudio electroquímico de la influencia del electrolito soporte en la síntesis de películas de polipirrol dopado con aniones surfactantes orgánicos

Modalidad: Comunicación Oral

Alberto E. Molina Lozano¹
Dra. María Teresa Cortés Montañez²

Resumen

Se sintetizaron películas de polipirrol usando la voltametría cíclica dopado con aniones surfactantes orgánicos. Para cada dopante, se realizó la síntesis con y sin LiClO_4 como electrolito soporte, manteniendo constante la velocidad de barrido y la concentración de las especies en la celda. Luego, cada polímero se caracterizó por espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) en un medio redox ($\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$) y se encontró que los polímeros sintetizados con electrolito soporte presentan menor resistencia a la transferencia de carga cuando cataliza la reacción $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$.

Palabras claves: conductividad, impedancia, polipirrol, transferencia de carga.

Introducción

Los polímeros a base de polipirrol han incrementado la atención de muchos investigadores del área de materiales debido a sus grandes propiedades electroquímicas, tales como: buena conductividad, buenas propiedades electrocatalíticas y magnéticas, entre otros. Gracias a ello, han sido candidatos promisorios a diversidad de aplicaciones. Los ejemplos más comunes son las baterías, capacitores y como recubrimientos contra la corrosión (Unsworth et al., 1994).

Generalmente, el polipirrol es obtenido por síntesis química o electroquímicamente. De estas dos rutas, la segunda se prefiere sobre la primera porque permite obtener el polímero en forma de película y controlar el espesor de la misma. De igual manera, pueden manipularse las variables eléctricas para lograr recubrimientos de

¹ Universidad de los andes, Bogotá D.C.
Colombia ae.molina@uniandes.edu.co

² Universidad de los andes, Bogotá D.C.
Colombia ae.molina@uniandes.edu.co



polipirrol con excelentes propiedades conductoras (Otero, Martínez-Soria, Schumacher, Valero, & Pascual, 2017; Wallace, Teasdale, Spinks, & Kane-Maguire, 2008).

Hasta ahora, una de las técnicas más empleadas para la electropolimerización incluye la voltametría cíclica, ya que permite controlar el espesor de la película y además evidenciar procesos farádicos y no farádicos durante la polimerización y controlar la sobreoxidación del polímero formado (Li, Sun, Chen & Pan, 2005; Unsworth et al., 1994).

Por otro lado, se debe tener en cuenta las variables composicionales de la celda, tales como la concentración del monómero, el solvente y la elección de un buen electrolito soporte con el fin de soportar un medio propicio para la reacción. Este último es de gran importancia porque influye sobre la conductividad del medio de reacción y de la película obtenida. Además, determina que la reacción de polimerización sea únicamente controlada por fenómenos difusivos (Belding & Compton, 2012; Wallace, Teasdale, Spinks, & Kane-Maguire, 2008).

En este trabajo, se sintetizaron los polímeros de polipirrol por voltametría cíclica; dopados con dos surfactantes aniónicos orgánicos (denotados en este trabajo como PPy-SURF1 y PPy-SURF2). Los primeros dos polímeros se sintetizaron en ausencia de LiClO_4 como electrolito soporte; mientras que para los otros dos polímeros se sintetizaron con LiClO_4 . Posteriormente, se caracterizaron los recubrimientos poliméricos por impedancia electroquímica (EIS) para estudiar el comportamiento de cada polímero en catalizar una reacción redox de $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$.

Parte experimental

Preparación de la celda

Se utilizó una celda de tres electrodos, en el cual el electrodo de trabajo fue un electrodo de disco de oro ($0,021642 \text{ cm}^2$). El electrodo de referencia usado fue un electrodo de Ag/AgCl (3M) mientras que un alambre de platino fue usado como contraelectrodo.

Preparación de los electrodos

La limpieza del electrodo de oro se realizó usando alúmina de 1, 0,3 y 0,05 mm y Posteriormente lavado en ultrasonido con agua ultrapura (mili-Q) por un tiempo de 2 minutos entre cada lavado. Posteriormente, se realizó

una limpieza electroquímica en H_2SO_4 0,05M con el fin de remover impurezas.

Síntesis de PPy-SURF1 y PPy-SURF-2

El polipirrol fue sintetizado por voltametría cíclica (CV) a partir de una solución 0,1 M de pirrol, 10 mM de SURF-1 y SURF2 (Sigma Aldrich) y 0,1M de LiClO_4 (Sigma Aldrich). Las dos primeras películas fueron sintetizadas en ausencia de electrolito soporte, mientras que las dos últimas utilizaron electrolito soporte. Las síntesis de polímeros por voltametría cíclica se llevaron a cabo en un potenciostato/galvanostato GAMRY 300 SERIES a una velocidad de 0,1 V/s en una ventana de potencial de -0,5 hasta 1,0V durante 10 ciclos.

Caracterización electroquímica

Las mediciones de impedancia (EIS) se realizaron en un potenciostato (modelo) desde 0,1 Hz hasta 100 kHz con una amplitud de voltaje de 0,010 V en condiciones de circuito abierto. El medio de estudio elegido fue una solución de $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ y $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 5 mM en una solución de buffer fosfato salino (PBS) con el fin de observar el comportamiento cinético y difusional de los recubrimientos.

Resultados y discusiones

La figura 1 muestra la evidencia de la formación de las películas de polipirrol con los dopantes en estudio frente al electrodo de oro sin recubrir. El nivel de dopaje de recubrimientos de polipirrol de estos recubrimientos puede observarse físicamente por medio de su color oscuro, lo que da cuenta de que la película de polipirrol ha sido obtenida en su estado oxidado.

En las figuras 2a y 2b se muestran los voltamogramas obtenidos, el dopaje electroquímico de polipirrol con los aniones surfactantes sin el empleo de un electrolito soporte. Se observa que para SURF1 la corriente se incrementa a partir de los 0,6V mientras que para SURF2 la corriente incrementa a los 0,4 V como resultado del proceso de polimerización del pirrol (Wei et al., 2014). Las diferencias en el potencial donde inicia la polimerización pueden deberse a diferencias estructurales y de orientación molecular de los dopantes al momento de estabilizar los cationes radicales formados durante el proceso de polimerización.



Figura 1. (a) Electrodo de oro sin recubrir. (b) Electrodo de oro recubiertos con PPy-SURF-1 y PPy-SURF-2

El proceso de polimerización del pirrol con los dopantes en cuestión utilizando LiClO_4 como electrolito soporte se muestran en las figuras 2c y 2d. En los voltamogramas se puede observar que los potenciales donde inicia la polimerización son aproximadamente iguales que en 2a y 2b, sin embargo, las corrientes máximas alcanzadas por los polímeros sintetizados con electrolito

soporte son más altas. Esta diferencia es atribuible a la presencia del electrolito soporte, ya que mejora la movilidad iónica del medio, haciendo que más portadores de carga estabilicen más rápidamente los oligómeros durante la polimerización, lo cual se traduce en una mayor conductividad de la película.

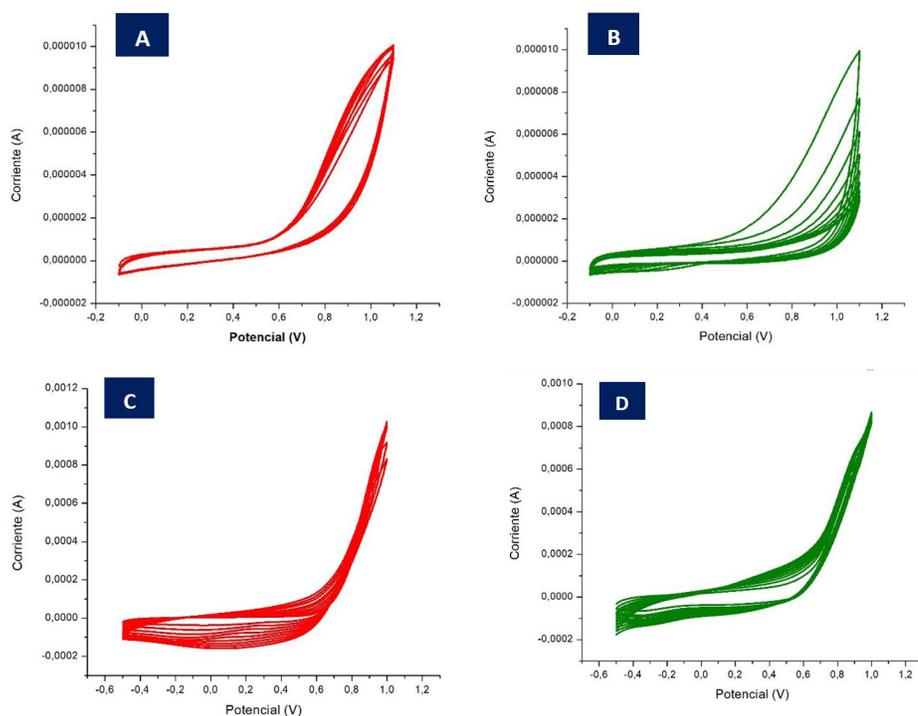


Figura 2. (a) Voltamogramas para los recubrimientos SURF-1 y (b) SURF-2 sintetizados sin electrolito soporte y (c y d) con LiClO_4 como electrolito soporte.

En contraste con los voltamogramas 2a y 2b, los voltamogramas en presencia de electrolito soporte permite la observación de picos de oxidación/reducción lo cual evidencia que el proceso de polimerización se ha dado por mecanismos diferentes. Es decir, mientras que los polímeros 2a y 2b se han formado debido a procesos no farádicos (capacitivos); los polímeros con electrolito soporte se han formado bajo procesos farádicos (transferencia electrónica).

Análisis EIS para los recubrimientos PPy-SURF-1 y PPy-SURF-2

En la figura 3a y 3b se muestran los diagramas de Nyquist (espectros de impedancia) para los recubrimientos en ausencia y en presencia del electrolito soporte, respectivamente. En ambos experimentos, se evidencia



una línea con pendiente cercana a la unidad, lo cual da cuenta que el movimiento de cargas en la interfaz polímero - disolución está gobernado por fenómenos de difusión, sin embargo, para el espectro de SURF-1 sin electrolito soporte

(figura 3A) se observa un ligero domo, el cual, puede ser producto de resistencias entre la interface electrodo-polímero y polímero - disolución.

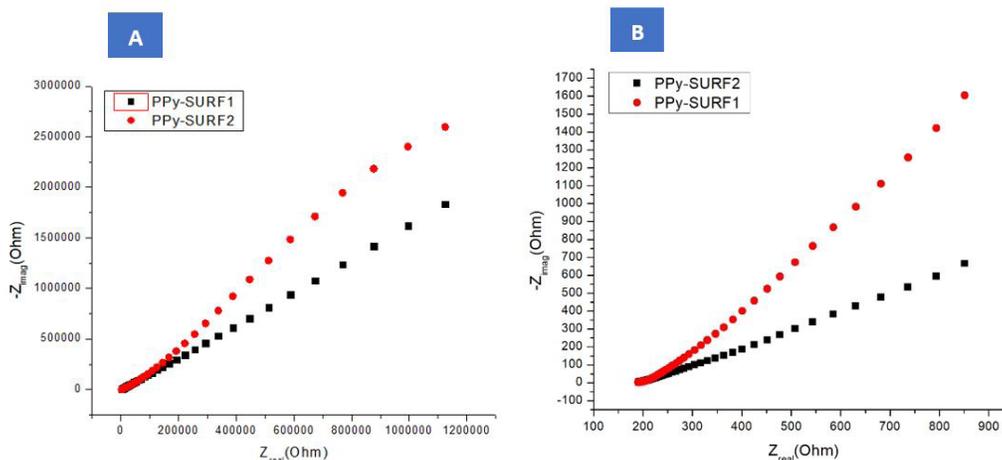


Figura 3. Diagramas de Nyquist para los polímeros PPy-SURF-1 y SURF-2: (a) sin electrolito soporte (b) con LiClO₄ como electrolito soporte.

Por otro lado, se observa en los espectros de impedancia que las resistencias para los recubrimientos preparados sin electrolito soporte son mucho más resistivos que las películas preparadas con electrolito soporte. La diferencia se debe a que el electrolito soporte puede influir en las propiedades conductoras del material polimérico. Esto se ve reflejado en el favorecimiento cinético de la reacción entre el Fe³⁺/Fe²⁺ cuando esta es mediada sobre la superficie del polímero.

Conclusiones

Se logró la síntesis de películas de polipirrol por medio de voltametría cíclica en ausencia y en presencia de un electrolito soporte con dos aniones surfactantes y se encontró que la presencia de un electrolito soporte en el medio de reacción favorece la formación de películas por procesos de oxidación - reducción; lo cual es conveniente para conocer las propiedades redox del material para posteriores aplicaciones. Al mismo tiempo, la espectroscopía en impedancia electroquímica mostró que las películas preparadas con electrolito soporte transfieren mejor la carga al momento de catalizar la reacción entre el Fe³⁺ y Fe²⁺, lo cual da evidencia que la cinética de esta reacción se ve favorecida por la superficie del polímero.

Referencias

Belding, S. R., & Compton, R. G. (2012). Cyclic voltammetry in the absence of excess

supporting electrolyte: The effect of analyte charge. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 683, 1-13.

Li, C. M., Sun, C. Q., Chen, W., & Pan, L. (2005). Electrochemical thin film deposition of polypyrrole on different substrates. *Surface and Coatings Technology*, 198(1), 474-477.

Otero, T. F., Martínez-Soria, L. X., Schumacher, J., Valero, L., & Pascual, V. H. (2017). Self-Supported Polypyrrole/Polyvinylsulfate Films: Electrochemical Synthesis, Characterization, and Sensing Properties of Their Redox Reactions. *ChemistryOpen*, 6(1), 25-32.

Unsworth, J., Conn, C., Zheshi Jin, Kaynak, A., Ediriweera, R., Innis, P., & Booth, N. (1994). Conducting Polymers: Properties and Applications. *Journal Of Intelligent Material Systems And Structures*, 5(5), 595-604. <http://dx.doi.org/10.1177/1045389x9400500501>

Wallace, G. G., Teasdale, P. R., Spinks, G. M., & Kane-Maguire, L. A. (2008). *Conductive electroactive polymers: intelligent polymer systems*. CRC press. p 282.

Síntesis de nuevos derivados de Quitina y Quitosano: Hidrogeles, adhesivo y derivado de Cianoguanidina

Luz Castañeda P.¹
Daniel Rosales I.¹

¹ Universidad Nacional Federico Villarreal, Facultad de Ciencias Naturales y Matemática, Jr. Río Chepén 290, El Agustino, Lima, Perú.

Modalidad: Comunicación Oral

Resumen

El objetivo principal de la investigación fue sintetizar nuevos derivados de quitina y quitosano, utilizando reactivos alternativos de bajo costo, comercialmente asequibles y amigables con el medioambiente. Se obtuvieron cinco tipos diferentes de hidrogeles: (Quitina–Quitina) Ac. Cítrico; (Quitina–Quitina) Dietilentriamina; (Quitosano–Quitosano) Ac. Cítrico, (Quitosano–Quitosano) dietilentriamina y (Quitosano–Carboximetilcelulosa) dietilentriamina, los cuales mostraron buenas propiedades de hinchamiento, elasticidad y absorción de humedad. Un adhesivo de quitosano entrecruzado con cianoguanidina se obtuvo en ácido cítrico, formándose un fluido viscoso con buenas características de pegajosidad y adherencia en superficies de vidrio, metal y plásticos. El quitosano funcionalizado con cianoguanidina usando solución de ácido fosfórico, a diferencia del adhesivo, forma cristales en medio ácido. Los siete nuevos derivados de quitina y quitosano, no han sido aún reportados, dadas sus características físicas y químicas, tienen alentadores usos en la industria, los cuales se vienen probando y serán temas de posteriores publicaciones.

Palabras claves: *cianoguanidina, hidrogeles, derivados, quitina, quitosano.*

Introducción

El quitosano es un derivado de la quitina (Figura 1), presenta grupos amino y en cierto grado mantiene la acetilación, por su amplia distribución en la naturaleza la quitina es el segundo polisacárido en abundancia, después de la celulosa; su importancia adquirió matiz internacional como materiales poliméricos de primer orden, especialmente por su biodegradabilidad y biocompatibilidad (Pinzón et al., 2002).

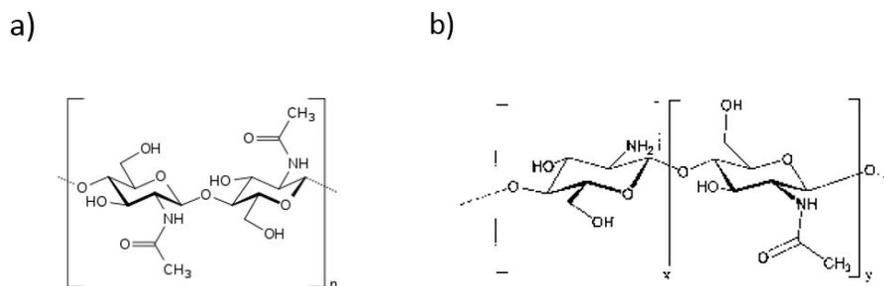


Figura 1. Estructuras químicas de a) quitina y b) quitosano

La presencia de grupos amina en la cadena polimérica hace del quitosano uno de los materiales más versátiles, permite realizar una amplia variedad de modificaciones, tales como las reacciones de anclaje de enzimas, reacciones de injerto, obtención de películas entrecruzadas, hidrogeles, entre otros, de las cuales se obtienen materiales con propiedades adecuadas para aplicaciones inmediatas y futuras en biotecnología, biomedicina, medioambiente, agricultura, etc (Cárdenas, Castañeda, Díaz & Núñez, 2008; García, 2013). En esta investigación se sintetizaron nuevos derivados de quitina y quitosano, específicamente: cinco hidrogeles, un adhesivo y un derivado funcionalizado, utilizando reactivos alternativos novedosos de bajo costo y mínimo impacto ambiental.

Parte Experimental

Obtención del quitosano: Se extrajo la quitina a partir de los exoesqueletos de camarón (*Cryphiops caementarius*) en medio alcalino, desmineralizando con ácido fosfórico de grado alimenticio. El quitosano se obtuvo a partir de la desacetilación de la quitina con hidróxido de sodio al 50%P/V a 90°C por 2 horas.

Preparación de hidrogeles

Dos hidrogeles se prepararon con quitina, de los cuales uno fue entrecruzado con ácido cítrico y el otro con dietilentriamina. Otros dos hidrogeles se prepararon en base a quitosano entrecruzándose cada cual con ácido cítrico y dietilentriamina. En todos los casos se trabajó con solución de ácido fosfórico al 5% V/V, agitando a 450rpm en un rango de 3 a 5 horas a una temperatura promedio de 60°C. Un quinto hidrogel se obtuvo entrecruzando quitosano con carboximetilcelulosa y el agente dietilentriamina.

Preparación de adhesivo

Para la obtención del adhesivo se utilizó quitosano disuelto en ácido cítrico (grado alimenticio) al 10% a temperatura ambiente agitando a 450rpm, luego se agregó la cianoguanidina; la cual, una vez disuelta se elevó la temperatura a 70°C manteniéndose la agitación por 6 Horas (Figura 2). Los reactantes están en una relación de 1 equivalente. El producto obtenido presenta alta viscosidad, se probó su adhesividad en vidrio, metal y plásticos.

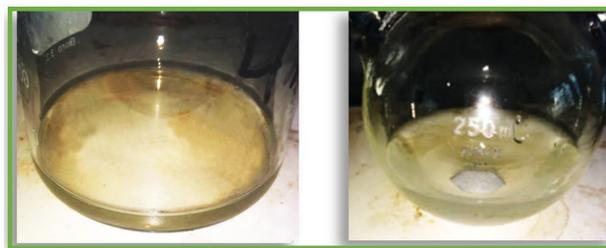


Figura 2. Imagen del adhesivo quitosano-cianoguanidina en medio ácido

Derivado funcionalizado

Una solución de quitosano en ácido fosfórico al 5% V/V se hizo reaccionar con cianoguanidina obteniéndose un producto que a diferencia del anterior, no presentó pegajosidad. Este derivado cristaliza a pH ácido, tal como se muestra en la Figura 3.



Figura 3. Imagen del producto funcionalizado de quitosano con cianoguanina.

Caracterización

A los productos obtenidos se les realizó pruebas físico-químicas y análisis mediante espectroscopia infrarroja, FTIR.

Resultados y discusiones

Respecto a la obtención de quitosano, teniendo como fuente los exoesqueletos de camarón (Figura 4), por cada 100g se obtuvo en promedio 12g de quitosano, lo cual es similar a lo obtenido por García, 2013; Garcés Yapuchura, 2013.



Figura 4. Obtención de quitosano a partir de exoesqueleto de camarón

Respecto a los hidrogeles, se obtuvieron un total de cinco hidrogeles diferentes, sus características se muestran a continuación en la Tabla 1.

Tabla 1. Principales características de los hidrogeles obtenidos

Composición del hidrogel	Elasticidad	Hinchamiento %V	Absorción de humedad (higroscopia)
1.- (Quitina – Quitina) Ac. Cítrico	Media	Media	Baja
2.- (Quitina – Quitina) dietilentriamina	baja	Alta	Alta
3.- (Quitosano – Quitosano) Ac. Cítrico	Medio	Media	Baja
4.- (Quitosano – Quitosano) dietilentriamina	Baja	Alta	Baja
5.- (Quitosano – Carboximetilcelulosa) dietilentriamina	Muy alta	Muy alta	Medio

De los cinco hidrogeles elaborados, el de quitosano-carboximetilcelulosa entrecruzado con dietilentriamina, es el que presenta mayor porcentaje de hinchamiento, elasticidad y es medianamente higroscópico. (Figura

5; Figura 6) Es importante destacar que los hidrogeles obtenidos en esta investigación no han sido aún reportados.



Figura 5. Imagen del hidrogel 3 húmedo



Figura 6. Imagen de la gelificación del hidrogel 2

Respecto al adhesivo, consideramos que la pegajosidad del hidrogel se debe al entrecruzamiento del quitosano con el polímero de la cianoguanidina, dado que esta reportado que el polímero de la cianoguanidina tiene capacidad adherente, razón por la cual se usa ampliamente como fijador textil (Pey J. 2008). En este caso, se comprobó que este adhesivo pega muy bien en vidrio, metal y plásticos.

Respecto al derivado funcionalizado, este se realizó con cianoguanidina, pero diferencia del adhesivo, éste se realizó en disolución de ácido fosfórico obteniéndose un producto sin adherencia, que cristaliza en medio ácido, tal como se observa en la Figura 3.

Conclusiones

En la presente investigación se obtuvieron cinco tipos diferentes de hidrogeles: 1.- (Quitina–Quitina) Ac. Cítrico; 2.- (Quitina–Quitina) Dietilentriamina; 3.- (Quitosano–Quitosano) Ac. Cítrico, 4.- (Quitosano–Quitosano) dietilentriamina y 5.- (Quitosano–Carboximetilcelulosa) dietilentriamina, siendo este último el que presenta mayor porcentaje de hinchamiento, elasticidad y mediana higroscopia. Ninguno de estos hidrogeles han sido aún reportados.



Se obtuvo un adhesivo de quitosano entrecruzado con cianoguanidina en medio de ácido cítrico el cual presentó buenas características de pegajosidad y adherencia en superficies de vidrio, metal y plásticos.

El producto funcionalizado de quitosano obtenido con cianoguanidina en solución de ácido fosfórico no presenta pegajosidad y su estructura es diferente al reportado como adhesivo pues forma cristales en medio ácido, se está probando su aplicación.

Los siete nuevos derivados de quitina y quitosano presentados, dadas sus características físicas y químicas, tienen alentadores usos en la industria, los cuales se vienen probando y serán temas de posteriores publicaciones. La virtud de estos nuevos derivados de quitina y quitosano es que son de bajo costo, asequibles y amigables con el medio ambiente.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Dr. Luis Carrasco Venegas por las facilidades brindadas en el laboratorio de I+D+i de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Callao.

Referencias

Genta I, Perugini P, Pavanetto F. Different molecular weight chitosan microspheres: Influence on drug Porphyromonas gingivalis. *Int J. Pharm.* 2002; 235(1-2): 121–127.

Pinzón, N., Espinosa, A., Perilla, Jairo., Hernáez, E., Katime, I. (2002) Modelamiento del hinchamiento y difusión de solutos en

hidrogeles. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, Volumen 3(2)

Cárdenas, G., Castañeda, L., Díaz, J. & Núñez, C. (2008). Síntesis y caracterización de N - carbonil - piridín quitosano para distribución controlada de fármacos. Simposio Latinoamericano y Congreso Iberoamericano de Polímeros (SLAP-2008). Dirigido por Pontificia Universidad Católica del Perú.

García, J. (2013). Estudio de liberación de sulfadiazina de plata desde matrices de quitosanos para su uso como apósitos en quemaduras, Tesis de licenciatura, Facultad de Ciencias e Ingenierías, Pontificia Universidad Católica del Perú. Perú. Recuperado de <http://tesis.pucp.edu.pe/repositorio/handle/123456789/1736>

Garcés Yapuchura, M. (2013) .Inmovilización enzimática de lipasa mediante el agente quitosano obtenido del exoesqueleto de cangrejo cancer setosus, Tesis para optar al Título Profesional de Químico Farmacéutico, Facultad de Farmacia y Bioquímica, Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Perú. Recuperado de <http://cybertesis.unmsm.edu.pe/handle/cybertesis/2357>

Pey J. (2008). Aplicación de procesos de oxidación avanzada (fotocatálisis solar) para tratamiento y reutilización de efluentes textiles. Tesis de Licenciatura, Facultad de Ing. Textil, Universidad Politécnica de Valencia. España. Recuperado de <https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/2241/tesisUPV2816.pdf>

Polímeros de coordinación quirales

Modalidad: Comunicación Oral

Resumen

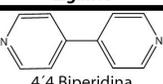
Se describe la síntesis de polímeros de coordinación quirales, los cuales han mostrado arreglos helicoidales como es el caso de la unidad dimérica de cobre(II). Así mismo, la participación de metales alcalinos como sodio y potasio, dio lugar a redes poliméricas solubles en disolventes polares y entornos de coordinación octaédricos hacia ligantes ricos en oxígenos. Estos sistemas presentan dos propiedades físicas, polarizan la luz de forma significativa al presentar centros quirales en la estructura orgánica y propiedades magnéticas interesantes consecuencia de la interacción entre centros metálicos.

Palabras claves: *polímeros de coordinación, quiralidad.*

Introducción

El desarrollo de estructuras poliméricas a partir de compuestos de coordinación, ha llevado al estudio de propiedades interesantes, tales como: quiralidad, catálisis, conductividad, luminiscencia, magnetismo, transiciones de espín, óptica no lineal y porosidad entre otras. Las estructuras de éste tipo pueden extenderse en la red cristalina en 1D, 2D o 3D; a través de enlaces covalentes e interacciones intermoleculares de puente de hidrógeno o interacciones tipo p. La estabilización está asociada al carácter del ligante orgánico que actúa como puente entre centros metálicos. Para ligantes con átomos donadores como oxígeno y nitrógeno, se han reportado estructuras versátiles en diseño y topología. En la **tabla 1** se muestran algunos ejemplos de ligantes utilizados en compuestos poliméricos, con sus respectivas aplicaciones (Janiak, 2003).

Tabla 1. Ligantes con aplicaciones físicas

Ligante	Aplicaciones
 4,4' Biperidina	Catálisis, luminiscencia, conductividad, NLO, porosidad.
 Dabco	Conductividad, luminiscencia, porosidad.
 Pirazina	Conductividad, magnetismo, transición de espín.
 Oxalato	Luminiscencia, porosidad

Norah Barba-Behrens¹
Yenny Ávila^{1*}

¹ Universidad Nacional Autónoma de México, División de estudios de posgrado, Departamento de química inorgánica y nuclear, Facultad de Química, Ciudad de México, México.

^{1*} Universidad Tecnológica de Pereira, Programa de Química Industrial. GI-QCOAMMSB, Álamos, La Julita, Pereira, Colombia. yenny.patricia.avila@utp.edu.co



Siendo la quiralidad un elemento importante para la vida, hay un gran interés en la formación de polímeros de coordinación que sean quirales. Las arquitecturas supramoleculares podrían jugar un papel muy importante en dispositivos ópticos. Así mismo, los materiales microporosos quirales han sido contemplados en la separación de enantiómeros y síntesis quiral. En el aspecto de la homoquiralidad, el interés está focalizado en la preparación de cadenas helicoidales (zig-zag ó doble hélice) en una dimensión, lo cual no es usual. Por lo general se obtienen hélices formadas con la mezcla racémica y arreglos en 2D a 3D. Ejemplos de compuestos helicoidales no racémicos, en donde la quiralidad es inducida por un centro estereogénico de un ligante ópticamente puro, se encuentra en reportes de compuestos tales como: $\infty\{[Ag\{(Co-L-cisteinato-N,S)(en)_2\}(NO_3)]\}$ (Leininger, Olenyuk, & Stang, 2000) donde hay una conformación de hoja plegada, derivados carboxilados $\infty\{[M_2(L_1)_2(\mu-H_2O)(py)_3(dmf)]\cdot dmf\cdot XH_2O\}$ ($M = Mn, Co, Ni$) con arreglos en 2D, compuestos con unidades de perclorato como $\infty[Cu(HL_2)(H_2O)_{0.5}]_4\cdot(ClO_4)_4$ y $\infty\{[H_3O]_2[Cu_3(L_2)_2Cl]\cdot(ClO_4)_2(Cl)\}$ con arreglos homoquirales de doble cadena, (Konno, Yoshimura, Aoki, Okamoto, & Hirotsu, 2001).

Dentro del campo de las propiedades magnéticas de polímeros, son numerosos los reportes de sistemas antiferro, ferri y ferromagnéticos; con derivados carboxilados como ligantes y contrariones como bromuros, nitratos, cloruros y grupos perclorato. Sin embargo, en los resultados presentados a continuación, se incluyen compuestos de metales de transición poliméricos en cuya estructura participan iones metálicos del grupo S. La química de los iones metálicos de los grupos 1 y 2 no está limitada al comportamiento clásico iónico en medio acuoso, sino que pueden exhibir características similares de coordinación a los metales de transición. Dependiendo del número de átomos donadores y de la orientación en el enlace, estos pueden estabilizar estructuras 1D, 2D y 3D, ((Cui, Evans, Ngo, White & Lin, 2002; Du, Bu, Guo, Ribas, & Diaz, 2002). Con ligantes que presentan oxígenos como átomos donadores, el ion sodio juega un papel importante en la formación de redes poliméricas. Esta facilidad ha sido utilizada como estrategia en la síntesis de polímeros ferromagnéticos 2D con ligantes carboxílicos (Fromm, 2008). Cabe mencionar que, la utilización de elementos del bloque S en síntesis representa ventajas como: baja toxicidad, economía y solubilidad en medio acuoso.

Se presentan una serie de polímeros de coordinación obtenidos a partir de ligantes quirales con potenciales aplicaciones en sistemas ópticos y magnéticos.

Parte Experimental

Los sales metálicas ($Mn(OAc)_2\cdot 2H_2O$ (98%), $Cu(OAc)_2\cdot 2H_2O$ (98%), $CuCl_2\cdot 2H_2O$, KSCN, $NaClO_4$ y los disolventes (metanol, etanol, acetona) utilizados en este trabajo fueron de grado analítico de marca Aldrich y Merck. Los ligantes H_2cpse N-[2-hidroxi-1(R)-metil-2(R)-feniletil]-N-metil-acetil glicina y N-[2-hidroxi-1(S)-metil-2(S)-feniletil]-N-metil-acetil glicina fueron sintetizados en el departamento de Química del Cinvestav por el grupo de investigación de la Dra. Rosalinda Contreras y Posteriormente purificados por recristalización utilizando una mezcla de metanol-acetona como disolvente. El análisis por difracción de rayos-X se llevó a cabo en un difractor Bruker P4, a temperatura ambiente, con la radiación Moka ($\lambda=0.71073 \text{ \AA}$), con condiciones de medición estándar y aplicando una corrección por absorción. Las estructuras se resolvieron por métodos directos. Finalmente, los modelos estructurales incluyendo parámetros de agitación térmica anisotrópica se refinaron por mínimos cuadrados, con los átomos de hidrógeno puestos en posiciones calculadas. En los últimos ciclos de refinamiento, se aplicó un esquema de ponderación a los datos de difracción y se corrigió el efecto de la extinción secundaria mediante una fórmula semi-empírica. Los cálculos y refinamiento de la estructura se realizaron en el programa XSCANS, estos equipos se encuentran en el Departamento de Química del Cinvestav.

$\{K_2[Cu_2(S,S(+))cpse_2(SCN)_2]\}_n$ (1). Al compuesto trinuclear de cobre(II) (665 mg, 0.65 mmol) con el ligante S,S(+) H_2cpse en metanol (20 mL), fueron adicionados 3 mmoles de KSCN (189 mg, 1.95 mmol) y puesto a reflujo por 6 horas. Después de este tiempo, la disolución cambio de color azul oscuro a verde oscuro. Dicha disolución en metanol, se dejó a evaporación lenta y temperatura ambiente. Después de dos semanas, se obtuvieron pequeñas agujas de color verde aptas para la difracción de rayos-X. Análisis elemental encontrado: C, 43.21 %; H, 5.30 %; N, 7.75 %; S, 8.85 %. Calculado para una fórmula mínima $C_26H_36Cu_2K_2N_4O_2S_2$: C, 44.31 %; H, 5.15 %; N, 7.95 %; S, 9.08 %. Con un rendimiento de: 62.5 %.

$\{[Cu(S,S(+))cpse]Cl(H_2O)]\cdot 2H_2O\}_n$ (2). Se disolvieron 0.205 g (1.07 mmol) del ligante S,S(+) H_2cpse en metanol (10 mL), a esta solución se agregaron 0.092 g de $CuCl_2$ (0.54 mmol) disuelto en metanol (15 mL). La mezcla se dejó 15 minutos en agitación a temperatura ambiente, observando la formación de un precipitado color verde claro, el cual se filtró a vacío y se lavó con agua destilada. Análisis elemental encontrado: C, 28.52; H, 5.39; N, 2.77. Calculado

para una fórmula mínima $\text{Cu}(\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{NO}_8)_{0.5}\text{Cl}(\text{H}_2\text{O})_3$: C, 27.33; H, 5.16; N, 2.65. Con un rendimiento de: 69.6 %.

$\{[\text{Cu}(\text{S,S}(+)\text{cpse})\text{Br}(\text{H}_2\text{O})]\}_n$ (3). Se disolvieron 0.210 g (1.08 mmol) del ligante $\text{S,S}(+)\text{H}_2\text{cpse}$ en metanol (10 mL), a esta solución se agregaron 0.183 g de CuBr_2 (0.55 mmol) disuelto en metanol (15 mL). La mezcla se dejó 15 minutos en agitación a temperatura ambiente, observando la formación de un precipitado color café oscuro, el cual se filtró a vacío y se lavó con agua destilada. Análisis elemental encontrado: C, 32.63; H, 3.91; N, 3.36. Calculado para una fórmula mínima $\text{Cu}(\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{NO}_8)_0.5\text{Br}(\text{H}_2\text{O})$: C, 31.58; H, 4.18; N, 3.06. Con un rendimiento: de 46.8 %.

Resultados y discusiones

$\{[\text{Cu}(\text{S,S}(+)\text{cpse})\text{Cl}(\text{H}_2\text{O})]\cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_n$ (2) y $\{[\text{Cu}(\text{S,S}(+)\text{cpse})\text{Br}(\text{H}_2\text{O})]\}_n$ (3).

Las vibraciones características del ligante libre con respecto al compuesto de coordinación, muestran desplazamientos a mayor energía, como consecuencia de la deslocalización electrónica alrededor del centro metálico. El intervalo de los valores de Dn ($n_{\text{as}} - n_{\text{s}}$) se encuentran dentro del reportado, para un carboxilato tipo puente. El grupo alcohol no pierde el protón para llevar a cabo la coordinación al centro metálico, se coordina a través de un par de electrones libre del átomo de oxígeno. Por ende se observa la banda con la misma intensidad que el ligante de partida, pero un poco desplazada a mayor energía, tabla 2.

Tabla 2. Vibraciones características en IR

Tipo de Vibración	n (-OH) _{st}	n (/CH) _{st,ar}	n (-COO) _{st}	n (-COO) _{st}	n (C-OH) _{st}
Ligante	3063	2988	1633	1384	1041
(1)	3384	2176	1542	1414	1050
(2)	3339	2924	1614	1453	1040
(3)	3361	2915	1620	1489	1041

Los espectros electrónicos muestran dos bandas. La primera corresponde a la transferencia de carga $\text{M} \rightarrow \text{L}$, y la segunda corresponde a la transición $d \rightarrow d$ en la región esperada para un átomo de cobre en configuración de espín alto, un electrón desapareado y geometría octaédrica. También se observa en todos los casos, un hombro cerca de 10000 cm^{-1} ; este corresponde a la distorsión tetragonal que desdobra los términos (fundamental y excitado) en dos nuevos términos. Por consiguiente desde el término

fundamental ${}^2\text{T}_{2g}$ habrá al menos dos transiciones a los términos ${}^2\text{B}_{2g}$ y ${}^2\text{E}_g$ lo que se observa como un hombro de la banda original en los sistemas propuestos de tipo octaédrico.

El espectro de resonancia paramagnética electrónica para los compuestos poliméricos de cobre(II) es de tipo axial. Se obtienen dos valores g_{\parallel} y g_{\perp} , en donde $g_{\parallel} > g_{\perp}$. 2.03 Esto indica entornos tetragonales alrededor del centro metálico. El valor de g_{av} ($g_{\text{av}} = 1/3 g_{\parallel} + 2/3 g_{\perp}$), se encuentra dentro del intervalo para enlaces Cu-O y Cu-N. $G = (g_{\parallel} - 2)/(g_{\perp} - 2)$ parámetro que refleja la interacción de intercambio entre centros de cobre(II) en un sólido policristalino. Si G es más grande que 4, la intensidad de intercambio es insignificante, pero si es menor que 4; hay una considerable interacción de intercambio en el complejo sólido. En estos casos es cercana a $G=4$; por lo tanto las interacciones intermoleculares en la red cristalina son importantes. Una fuerte interacción sobre el eje z , está generalmente acompañada por un incremento en el valor de g_{\parallel} . Un fuerte enlace axial, incrementa el enlace en el plano xy , por ende disminuye la covalencia en $d_{x^2-y^2}$. $g_{\parallel} > 2.3$ muestra una fuerte interacción sobre el eje z , disminuyendo la covalencia en el plano y energía de la transición $d_{x^2-y^2} \rightarrow d_{xy}$, lo cual es congruente con la geometría octaédrica distorsionada propuesta para este tipo de compuestos. El valor de G es mayor para los polímeros con cloro que con bromo. Esto es consistente con el orden de las interacciones $\text{M-anión cloruro} > \text{bromuro} > \text{ioduro}$; tal como aparece en la serie espectroquímica.

$[\text{K}_2[\text{Cu}_2(\text{S,S}(+)\text{cpse})_2(\text{SCN})_2]]_n$ (1), figura 1 y 2.

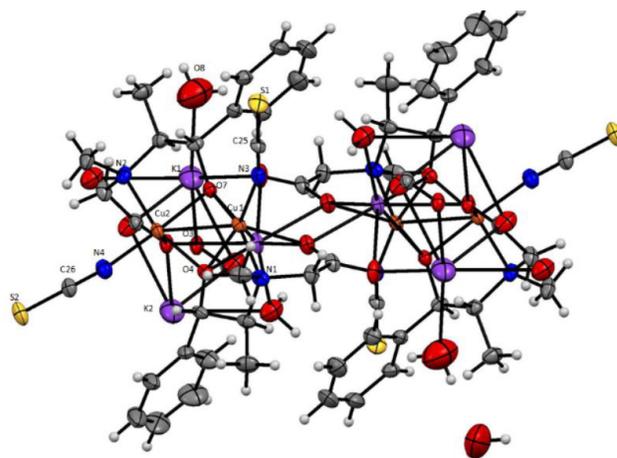


Figura 1. Estructura de rayos-X del compuesto (1). Representación ORTEP, con elipsoides al 30%.

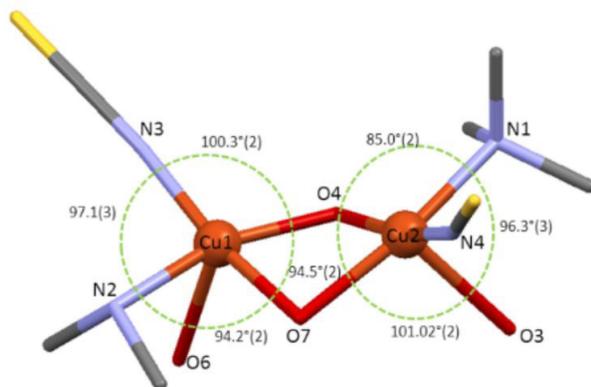


Figura 2. Geometría octaédrica para cada átomo de cobre(II) en la unidad dinuclear del compuesto polimérico (**1**)

Compensando la carga negativa en la molécula dinuclear debida a los grupos tiocianato, se encuentran dos cationes de potasio enlazados a los oxígenos de los grupos carboxilatos, que también están actuando como puentes entre centros metálicos a través de cada catión potasio. Los potasios presentan geometría octaédrica distorsionada, con seis oxígenos como átomos donadores. Las distancias K-O se encuentran en el intervalo entre la suma de los radios de Van der Waals iónicos y covalentes entre estos elementos: Las distancias más cortas K1-O6 y K2-O9, corresponden a las longitudes de los átomos de oxígeno de los grupo carboxilato que a su vez están coordinados por un par de electrones libre al átomo de cobre(II). Esto es congruente, ya que la densidad electrónica del átomo de oxígeno está compartida directamente al centro metálico. El arreglo de estos cationes estabiliza el sistema polimérico formando en la red cristalina, arreglos helicoidales conformados por unidades de tiocianato y los entornos octaédricos de los iones de potasio sobre el eje c.

Conclusiones

La síntesis de polímeros de coordinación llevó a la estabilización de arreglos helicoidales como es el caso de la unidad dimérica de cobre(II). Así mismo, la participación de metales alcalinos como sodio y potasio, dio lugar a redes poliméricas solubles en disolventes polares y entornos de coordinación octaédricos hacia ligantes ricos en oxígenos.

Agradecimientos

A la Universidad Tecnológica de Pereira, escuela de Química, programa de química industrial. A la Universidad Nacional Autónoma de México, facultad de química, Unidad de estudios de posgrado.

Referencias

- Cui, Y., Evans, O., Ngo, H., White, P., & Lin, W. (2002). Rational Design of Homochiral Solids Based on Two-Dimensional Metal Carboxylates. *Angewandte Chemie International Edition*, 41(7), 1159-1162. doi: [https://doi.org/10.1002/1521-3773\(20020402\)41:7<1159::AID-ANIE1159>3.0.CO;2-5](https://doi.org/10.1002/1521-3773(20020402)41:7<1159::AID-ANIE1159>3.0.CO;2-5)
- Du, M., Bu, X. H., Guo, Y. M., Ribas, J., & Diaz, C. (2002). Proton-controlled inter-conversion between an achiral discrete molecular square and a chiral interpenetrated double-chain architecture. *Chemical Communications*, (21), 2550-2551. doi: <https://doi.org/10.1039/b207294g>
- Fromm, K. (2008). Coordination polymer networks with s-block metal ions. *Coordination Chemistry Reviews*, 252(8-9), 856-885. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ccr.2007.10.032>
- Janiak, C. (2003). Engineering coordination polymers towards applications. *Dalton Transactions*, (14), 2781-2804. doi: <https://doi.org/10.1039/b305705b>
- Konno, T., Yoshimura, T., Aoki, K., Okamoto, K. I., & Hirotsu, M. (2001). First Diastereomerically Controlled Aggregation of L-Cysteinato Cobalt (III) Octahedra, Assisted by Silver (I) Ions. *Angewandte Chemie International Edition*, 40(9), 1765-1768. doi: [https://doi.org/10.1002/1521-3773\(20010504\)40:9<1765::AID-ANIE17650>3.0.CO;2-K](https://doi.org/10.1002/1521-3773(20010504)40:9<1765::AID-ANIE17650>3.0.CO;2-K)
- Leininger, S., Olenyuk, B., & Stang, P. J. (2000). Self-assembly of discrete cyclic nanostructures mediated by transition metals. *Chemical Reviews*, 100(3), 853-908. doi: <https://doi.org/10.1021/cr9601324>



III Simposio
DE MATERIALES
POLIMÉRICOS



Biopolímeros

Completely compostable
Vegware is made of
plant materials

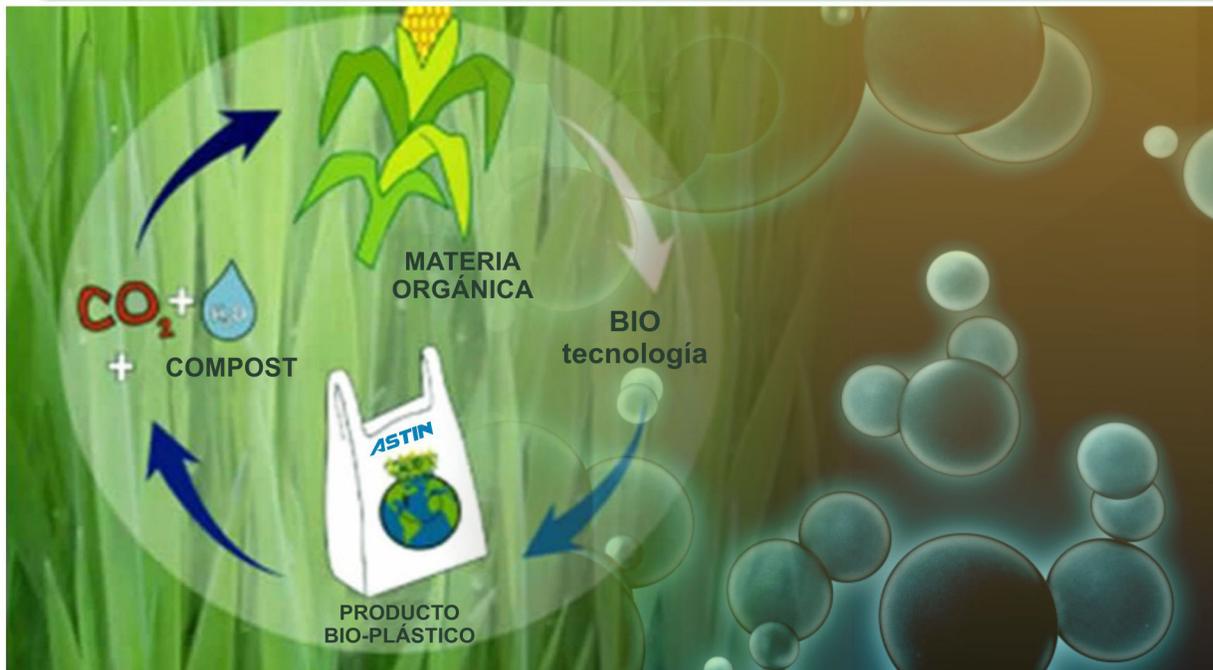


It is designed for
commercial composting
with food waste

Microbes, heat and
moisture break down
the structure



The resulting compost
retains nutrients vital
for healthy soils



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

Strategies to improve the properties of bioplastics from sustainable materials.....	114
Vilásia Guimaraes Martins	
Propiedades térmicas de <i>Saccharum Officinarum</i>.....	117
Natalia Afanasjeva, Juan Manuel Pantoja, Edwin Recamán	
Caracterización de biopolímeros a base de residuos sólidos.....	122
Paula Casallas, Daniela Sánchez, Cecilia Rodríguez, July Rincón, Carlos Niño	
Síntesis de ácido poliláctico por policondensación por fusión.....	125
Fernando González S., Jaime Gálvez	
Síntesis de bioplásticos a partir de almidones de yuca y ñame como alternativa a los plásticos comunes.....	129
Cesar Augusto Guevara Lastre, Edwing Alexander Velasco Rozo, José Sebastián Rincón Acosta	
Caracterización del almidón extraído del cotiledon de mango para aplicaciones en polímeros.....	132
E. Agudelo Z., J. E. Díaz R., A. Arias-Durán, I. M. Franco Arias	
Desarrollo y aplicación de nano-fibras de celulosa obtenidas a partir de bagazo de caña panelera para la retención de micro-partículas para la descontaminación de agua.....	135
Edwin Yesid Gómez-Pachón, Andrés Mauricio Ramírez-Alba, Efrén de Jesús Muñoz-Prieto, Jorge Arturo Torres Pemberti	
Poli (3 – hidroxibutirato) (P3HB): extracción, purificación y modificación.....	138
Andrés Felipe Ramos, Iván Cabeza, Liliana Olmos, Armando Espinosa, Nubia Moreno-Sarmiento	
Análisis térmico y reométrico del almidón termoplástico a base papa y achira.....	142
Omar Ossa, Carolina Caicedo, Lina Marcela Crespo, Héctor González, Andres Mosquera	
Caracterización de materias primas de la cadena de suministro de plásticos reciclados.....	146
Nadja Marcela Gómez, Carlos Mario Gómez Acosta, Fernando Luna	
Conservación de uchuva (<i>physalis peruviana</i>) mediante la aplicación de un recubrimiento a base de quistosano y <i>Áloe Vera</i>, utilizando el métodos de aspersión.....	149
Jaqueline García, Ana Muñoz, Angie Barbosa, Daniela Bustos, Yenifer Ramirez, Yesenia Vásquez, Kamel Hernández, Kevin Buchelli, Flor Navía, Yenifer Narváez, Marcelo Guancha	
Normativa para materiales compostables según los estándares Internacionales.....	153
Catalina Álvarez Ramírez	
Tendencias ambientales y económicas de los plásticos Bio – basados.....	155
Aura Elvira Narváez Agudelo	
Obtención de bioaceite vía pirólisis de <i>saccharum officinarum</i> y evaluación de contenido de compuestos fenólicos como materia prima para resinas fenol-formaldehído.....	157
Natalia Afanasjeva, Luis Carlos Castillo, José Hipólito Isaza	
Proceso de pirólisis lenta de biopolímeros naturales.....	161
Natalia Afanasjeva, Robinson Esteban Aristizabal, Manuel Salvador Palencia	
Biopolímeros fotoactivos como empaques de alimentos de consumo diario.....	165
Lina Niño, Angélica García, Oscar Medina	

Strategies to improve the properties of Bioplastics from sustainable materials

Vilásia Guimarães Martins

¹ Federal University of Rio Grande, School of Chemistry and Food, Avenida Itália Km 8, 96201-900, Rio Grande, Brazil. vilasiamartins@furg.br

Modalidad: Ponencia Magistral

Resumen:

Conventional packaging based on petroleum have been used in a wide variety of application due to its durability, mechanical and barrier properties, ease processing and low cost. However, in recent years there is an increasing concern due to environmental problems because such packaging takes hundreds of years to decompose. Sustainable packaging from renewable resources has been widely studied for replacement of synthetic polymers. Some drawbacks of biodegradable plastics still limit their commercial application, such as poor mechanical and water barrier properties, which make them difficult to use in food packaging. Different strategies has been used to overcome these limitations, such as blends and multilayer films, adding nanoparticles and active compounds, modifying the structure of the films using plasma and UV techniques, among others.

Palabras claves: *Fish proteins, Food packaging, Phenolic compounds, Starch.*

Introducción

Biodegradable films can be produced from macromolecules capable to form continuous and cohesive matrices, where proteins stand out among several materials due to their high potential to form intermolecular bonds, essential for film formation. The synthesis of new biomaterials with optimized performance and properties is a constantly expanding area in food packaging technology. A significant advance in this area has occurred with the synthesis of polymer blends consisting of natural polymers of different sources, as proteins and starches. Different of modification of protein structure for films development, the plasma treatment is a strategy to be used after the film production. Cold plasma consists of ultraviolet photons, electrons, positive and negative ions, free radicals and excited and non-excited molecules and atoms, which can



break covalent bonds and initiate chemical reactions. These reactions involve surface functionalization, etching, polymer degradation and crosslinking (Song, Oh, Roh, Kim & Min, 2016). Besides the environmental advantages, bio-based films can be used to improve the quality of foods through the incorporation of active components, which may have antioxidant, antimicrobial, anti-browning and other properties. In this way, biopolymer films can be used to carry and/or release components, which is designed active packaging (Wihodo & Moraru, 2013).

The commercial use of biodegradable films developed with proteins is still limited due to the low mechanical and barrier properties. However, processing proteins to modify their secondary structure can have a significant impact on their performance for materials development. Therefore, this work evaluates the properties of the films produced with fish proteins modified (Romani, Machado, Olsen & Martins 2017). The pH-shifting process was used to recover the proteins from fish muscle. The samples of fish protein were prepared in the concentration of 10% (w/v) and the modification was performed through the adjustment of pH to 2 and 10. The proteins were submitted to 80°C and then the films were prepared in the concentration of 5% (w/v) through the casting technique. The films produced with modified proteins were completely soluble in water. For sachets with sugars and salts, higher solubility in water represents a good property when the complete solubilization in the food product is desired. It is worth noting that these soluble materials have the ability to keep the product protected from the environment. The water vapor permeability (WVP) was significantly lower ($p < 0.05$) for the films prepared using modified proteins.³ The partial unfolding of protein resulted in an increased availability of reactive hydrophobic side chain groups of amino acid residues in polypeptides (Jiang, Chen & Xiong, 2009). Foods such as UHT milk, nuts and snacks need to be packaged using barrier materials with WVP lower than 10 g/m² d, thus the films prepared presented promising characteristics for development of materials in this field. Mechanical properties were superior for the film without protein modification. Mechanical properties of films are important in the context of material handling and either control and pH modified films were easily handled. Despite of the decreasing in mechanical properties, the pH modification still produced films with properties enough good for food packaging materials development. The pH modification influenced the color and opacity. In general, high transparency and low ΔE^* difference is a requisite in films for food applications. However, when light passing must be limited in products with high fat content, in this

case darker and opaque films are indicated (Romani, Machado, Olsen & Martins 2017).

In another study we investigated the addition of oregano essential oil (OEO) in blends from rice starch/fish protein to be used as active packaging (Romani, Prentice-Hernández & Martins, 2017). For this purpose, rice starch was extracted from broken grains and fish protein was recovered from Withemouth Croacker (*Micropogonias furnieri*). The influence of different ratios of starch/protein was confirmed by mechanical properties, solubility, water vapor permeability, opacity and color parameters. The results showed that the ratio 50/50 of starch/protein was the most suitable for packaging materials development. It had the lower solubility (8.0%), water vapor permeability (0.18 g mm kPa⁻¹ h⁻¹ m⁻²), and intermediate mechanical properties (Tensile strength 5.69 MPa, Elongation 85.5%). Morphology and thermal tests were related to the properties of the films and confirmed that the matrix was homogeneous and cohesive. The antioxidant tests confirmed the activity of the blends in inhibition of peroxidase suggesting its promising application as anti-browning packaging in fruits and vegetables. Based on the results, this research demonstrated that the use of rice starch and fish protein to form sustainable blends represents an interesting alternative for the production of active packaging and for the development of eco-friendly technologies (Romani, Prentice-Hernández & Martins, 2017). In another study we evaluated the effect of different ratios of rice starch/fish protein (15/85, 50/50, 85/15, w/w) and different concentrations of pink pepper phenolic compounds (4%, 6% and 8%, v/w) in films properties as well in the capacity to inhibit enzymatic browning of fresh-cut apples. The films were characterized according to mechanical properties, water vapor barrier, solubility in water, color and opacity, morphological and thermal properties. The ratio 15/85 of starch/protein showed superior tensile strength (6.50 MPa) and elongation at break (173.3%). It has the greatest potential to be used as packaging for food preservation. This blend showed potential to inhibit the enzyme peroxidase and thus was used as coating in fresh-cut apples. The samples coated with the blend presented lower browning index in comparison to the control sample. The blend clearly showed potential to be used as food packaging, especially to be used as active packaging to inhibit enzymatic browning.

In another study we developed and characterized protein films and blends evaluating their properties and biodegradability. Individual films and blends from wheat gluten, fish protein isolate and zein were prepared by

casting method. The wheat gluten film presented higher elongation (204.1%), the blend gluten/fish showed an increased elongation in comparison to the fish protein film. The tensile strength was statistically equal for this blend and fish protein film (3.2 Mpa) and higher ($p < 0.05$) than gluten and zein films. The films with zein showed a poor elongation, 0.5% and 11% for film and blend zein/gluten, respectively. The hydrophilicity of the fish proteins reached the highest solubility (43.4%) followed by the blend gluten/fish (30.5%) and gluten (22.0%). The film and blend with zein had the highest total color difference ΔE^* because of the yellowish color that comes from the carotenoids. The films with gluten and fish protein and the blend gluten/fish showed 100% degradation in soil over a period of 10 days, at $20 \pm 1^\circ \text{C}$ and relative humidity of $76 \pm 2\%$. The zein film degraded 100% in 40 days and the blend zein/gluten had degradation of 75% in 60 days. Among the individual films, wheat gluten generally presented superior mechanical, barrier and color properties, and between the blends, the gluten/fish presented the better properties.

Referencias

- Song, A. Y., Oh, Y. A., Roh, S. H., Kim, J. H., & Min, S. C. (2016). Cold oxygen plasma treatments for the improvement of the physicochemical and biodegradable properties of polylactic acid films for food packaging. *Journal of food science*, 81(1).
- Wihodo, M., & Moraru, C. I. (2013). Physical and chemical methods used to enhance the structure and mechanical properties of protein films: A review. *Journal of Food Engineering*, 114(3), 292-302.
- Romani, V. P., Machado, A. V., Olsen, B. D., & Martins, V. G. (2017). Effects of pH modification in proteins from fish (Whitemouth croaker) and their application in food packaging films. *Food Hydrocolloids*.
- Jiang, J., Chen, J., & Xiong, Y. L. (2009). Structural and emulsifying properties of soy protein isolate subjected to acid and alkaline pH-shifting processes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(16), 7576-7583.
- Romani, V. P., Prentice-Hernández, C., & Martins, V. G. (2017). Active and sustainable materials from rice starch, fish protein and oregano essential oil for food packaging. *Industrial Crops and Products*, 97, 268-274.



Propiedades térmicas de bagazo de caña (*Saccharum Officinarum*)

Modalidad: Póster

Resumen

Pirólisis es el primer proceso entre los tratamientos térmicos de biomasa y gobierna la formación de gas de síntesis para la producción de electricidad, hidrógeno y combustibles líquidos. La correlación entre las fracciones obtenidas depende de la relación de contenido de celulosa, hemicelulosa y lignina. En este trabajo se presentan los resultados del proceso de pirólisis lenta a bajas temperaturas (menores de 500°C) con varios tipos de bagazo de caña colombiana. Se reporta el balance de masas de las fracciones obtenidas con el rendimiento de la fracción de bioaceite (~16,1%-19,7% más.), fracción gaseosa (~42,3%-45,8% más.) y fracción de coque o biochar (~38%-38,1% más.). Las propiedades térmicas fueron analizadas por TGA y DSC. Se determinó el poder calorífico y la energía de activación o entalpía normalizada de la pirólisis para de bagazo de caña del departamento de Santander (Rio Suarez y Oiba) y del Cauca.

Palabras clave: *tecnología forestal, Saccharum Officinarum, pirólisis, TGA, DSC, energía de activación.*

Introducción

El bagazo de la caña de azúcar es un residuo que se genera en altas proporciones en la agroindustria, el cual contiene una cantidad apreciable de celulosa. La celulosa es el polímero natural más abundante de la tierra, que gracias a su inherente rigidez, ha emergido como una importante fuente para la obtención de fibras naturales o/y partículas que puedan ser empleadas en el reforzamiento de termoplásticos. La caña de azúcar es una planta que asimila muy bien la radiación solar, teniendo una eficiencia cercana a 2% de conversión de la energía incidente en biomasa. La tabla sobre indicadores agrícolas de cosecha de caña de azúcar de los ingenios de Colombia de Asocaña, indica 121.32 toneladas de producción de caña por hectárea (Asocaña, 2008). En Colombia hay 225.560 hectáreas sembradas en caña para azúcar. En el país, en el año 2013 se produjeron 2,12 millones de toneladas de azúcar a partir de 21,56 millones de toneladas de caña. El principal subproducto de la industria de la caña de azúcar es el bagazo, la producción estimada es de 9 millones de

Natalia Afanasjeva¹
Juan Manuel Pantoja²
Edwin Recamán

¹ Universidad del Valle, Facultad de Ciencias Naturales y Exactas, Departamento de Química, Cali, Colombia, Grupo de Investigación en contaminación ambiental por metales y pesticidas (GICAMP).

² natalia.afanasjeva@correounivalle.edu.co;
pantoja.juan@correounivalle.edu.co.

toneladas por año en los ingenios colombianos El bagazo representa cerca del 25% de la cosecha de caña en los países tropicales. Con el fin de crear un valor agregado para este subproducto, se han realizado varios estudios, como la conversión de bagazo en productos útiles, tales como combustible (Mantilla, Gauthier-Maradei, Gil, & Cárdenas, 2014 y Díaz, et al., 2015), carbón activado por medio del proceso de pirólisis (Islam, Haniu, Islam, & Uddin, 2010), y otros como la fabricación de elemento móvil de cierre de válvulas tipo Jaula-Disco para el corazón con el carbóno pirolítico (López González, 2002)

La pirólisis es una de las tecnologías más usadas para la conversión térmica de materia orgánica en otras formas de energía o en derivados químicos de una manera económica y eco-amigable, dentro del concepto de bio-refinería. La conversión térmica de la biomasa residual está recibiendo cada día más la atención de investigadores en todo el mundo (Islam, et al., 2010) como una forma alternativa de obtener combustibles líquidos y gaseosos, pero también con la opción de usar el bioaceite en la síntesis química, como fuente de compuestos fenólicos naturales para la elaboración de resinas poliméricas, y además como materia prima de compuestos con propiedades bio-activas o con capacidad antioxidante. Los bioaceites o fracciones líquidas derivados de la pirólisis de biomasa tienen un alto contenido de compuestos oxigenados entre los cuales se encuentran ácidos, cetonas, furanos, azúcares y fenoles, los cuales pueden presentar actividades biológicas muy importantes como antifúngicas, antioxidantes, entre otras (Wang, et al., 2017; Maradei G, & Vecino M, 2014; Vecino M, Mancilla M, & Gauthier-Maradei, 2016).

La composición química del bagazo de la caña de azúcar depende de la variedad y edad de la caña, con una variación en el contenido de celulosa entre ~40 y 80%, hemicelulosa entre el ~25 y 45%, y lignina entre el ~5 y 25 %. La celulosa está constituida por unidades repetitivas de glucosa de tipo *D*, con enlaces 1-4 piranosido, (Figura 1) pudiendo establecerse puentes de hidrógeno en las posiciones 1 y 6 y aumentar así la resistencia. Las cadenas lineales se polimerizan formando fibrillas, y éstas a su vez se polimerizan en micro-fibrillas (que se orientan en función del cito-esqueleto) hasta dar una estructura rígida y cristalina.

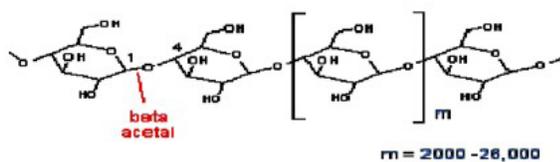


Figura 1. Estructura de la celulosa (β -anmero de glucosa). Fuente: (Takahashi et al, 1991).

Parte experimental

El proceso de pirólisis de las muestras de bagazo de caña procedente del departamento de Santander (Rio Suarez y Oiba) y del Cauca, se realizó a varias temperaturas en un reactor tipo batch del laboratorio de “Química de las fracciones pesadas” de la Universidad del Valle. En calidad de objeto de estudio se utilizó el bagazo seco y molido con un tamaño de la partícula menor de 1x1mm, y gas N_2 como medio inerte en el reactor.

Las muestras se caracterizaron por medio de un análisis bromatológico con el fin de determinar su contenido en celulosa, hemicelulosa, lignina y grasa descrito por (Takahashi et al., 1991). Las técnicas de extracción que se emplearon fueron (Cataño R., 2009) las siguientes (Tabla 1).

Tabla 1. Resultados de análisis bromatológico.

Compuesto	Resultado,%	Método de análisis
Fibra en detergente ácido, %	50.78	Van Soest (AOAC 973.18,cap.4)
Fibra en detergente neutro,%	73.68	Van Soest (AOAC 2002, 04, cap. 4)
Grasa bruta, %	0.51	Extracción con Soxhlet (NTC 668)
Lignina,%	8.06	Van Soest (con $KMnO_4$)

Fuente: Takahashi et al., 1991

Para determinar la temperatura del proceso de pirólisis o la temperatura a la cual ocurre la mayor pérdida de masa, se hizo previamente el análisis térmico (TGA) a cada muestra de bagazo de caña. La mayor pérdida de masa del bagazo de caña (~70%) ocurre a temperaturas desde ~220°C hasta 420°C. En las figuras 2,3,4 se presenta el análisis termogravimétrico (TGA) del bagazo de caña de la región de Santander (Oiba), de Santander (Rio Suarez) y del Cauca. Con base en los resultados obtenidos, la mayor pérdida de masa del bagazo de caña del departamento de Cauca (~81,32%) ocurre antes de 420°C, que determina la temperatura máxima para c/u de los procesos de pirólisis.

Los resultados de balance de masa de la pirólisis lenta de diferentes muestras de bagazo de caña colombiano a nivel de laboratorio se presentan en la tabla 2 y coincide con los resultados anteriores para el otro tipo de bagazo de caña. (Afanasjeva, 2012).

Para todas las muestras de bagazo de caña y para todas las fracciones se realizó el análisis de los grupos funcionales por FT-IR y el análisis elemental. Se determinaron las fórmulas moleculares promedias. Las muestras de bioaceites obtenidos fueron analizadas por FT-IR, GC, GC-MS.



Tabla 2. Rendimiento de las fracciones obtenidas en la pirólisis lenta de diferentes muestras de bagazo de caña.

Tipo de bagazo de caña (BC)	Tem-perature, (K)	Tiem-po, min	Balance de masa de los productos (% máscico)		
			Fracción líquida o bio-oil	Fracción gaseosa o biogas	Coque o bio-char
BC de Río Suárez	648	50	28,0	41,7	30,3
BC de Oiba (L)	643	35	18,6	49,7	31,7
BC del Cauca	433	30	18,0	43,9	38,1

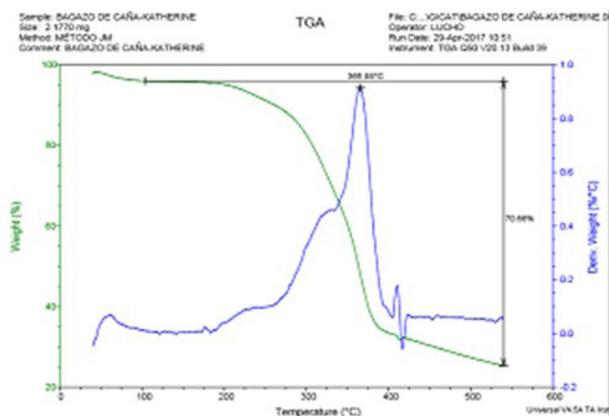


Figura 2. Análisis de TGA bagazo de caña de una región de departamento de Santander (Oiba).

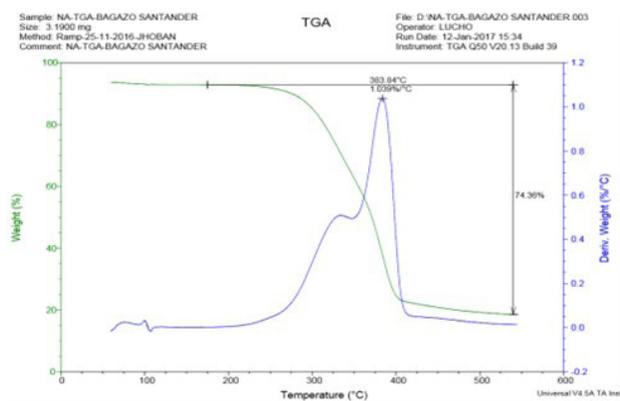


Figura 3. Analisis de TGA de bagazo de caña del departamento de Santander, Rio Suarez.

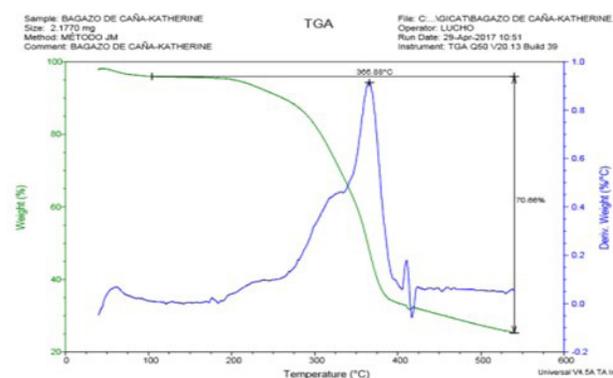


Figura 4. Análisis de TGA de bagazo de caña del departamento del Cauca.

Resultados y discusión

Al observar un análisis TGA realizado a una muestra de celulosa comercial, se aprecia una disminución de un 5 % en peso de la muestra a partir de 100°C, mientras que para las muestras de BC la disminución es del ~10% y se presenta entre 80°C y 140°C, lo que revela el mayor porcentaje de humedad restante que está presente en las muestras experimentales. Por otro lado, la muestras de BC estudiadas presentan un ~36% en pérdida de masa asociada a la degradación correspondiente de la hemicelulosa y lignina, en las temperaturas comprendidas entre 180°C y 340°C como también lo reporta (Yue, Lin, Xu, Li, & Zhao, 2017) Posteriormente, a partir de 340°C se presenta una degradación de celulosa, tanto para la celulosa comercial como para las muestras de BC con una pérdida en masa del ~12%.

El análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) para una muestra de celulosa comercial muestra un pico endotérmico a 84.91°C asociado a la evaporación de agua. Similarmente el análisis DSC realizado a muestras de bagazo de caña presenta un pico asociado a dicha pérdida

de humedad pero desplazado a ~ 110 - 120°C . Además se observa un pico endotérmico a $\sim 330^\circ\text{C}$ y 350°C para la celulosa comercial y para los bagazos respectivamente, asociados a la fusión de fases cristalinas del polímero celulosa. (Afanasyeva & González, 2012).

Los resultados del poder calorífico (ver tabla 3) son los esperados, el mayor valor lo tiene el bagazo de caña de Santander (Rio Suarez) con 11.259 BTU/Lb.

Tabla 3. Analisis de poder calorífico de distintos tipos de bagazo de caña colombianos (realizado en laboratorio LAI).

Poder calorífico (PC)	Resultado de PC en BTU/Lb	Método
Bagazo Santander	11.259,55 CV:0,84 n=2	Bomba Parr
Bagazo de Cali	6.639,31 CV:4,71 n=2	Bomba Parr
Bagazo Valle	8.615,83 CV:0,91 n=2	Bomba Parr

Los resultados de análisis calorimétrico por DSC mostraron los datos de Energía de activación (o de Entalpía normalizada) para los tres, dos o cuatro etapas de craqueo de las moléculas de celulosa de diferentes regiones (Figura 5 y Tabla 4 a, b, c), mostrando diferente comportamiento termoquímico.

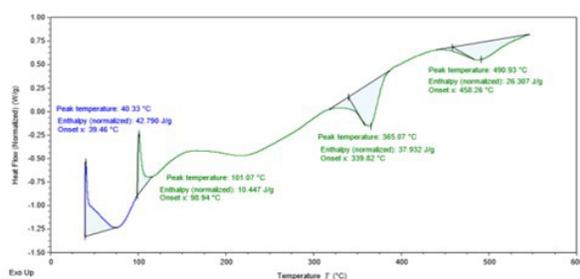


Figura 5. Análisis de DSC de bagazo de caña del departamento de Cauca y determinación de energía de activación o entalpía normalizada (J/g) para el mismo bagazo.

Tabla 4.a, b, c. Energía de activación para bagazo de caña de la región de Santander, Rio Suarez (a); de la región de Santander, Oiba, (b); del departamento del Cauca (c).

#Pico DSC	Entalpía normalizada, J/g	Temperatura, K
1	21,680	391,61
2	26,813	580,37
3	37,121	644,21

#Pico DSC	Entalpía normalizada, J/g	Temperatura, K
1	62.125	492.48
2	28.760	628.49

#Pico DSC	Entalpía normalizada, J/g	Temperatura, K
1	42.790	313.33
2	10.447	374.07
3	37.932	630.07
4	26.307	763.93

El análisis cinético será realizado mediante el método de Coats-Redfern para describir la pirólisis no isotérmica del BC.

Conclusiones

Los productos del proceso de conversión térmica lenta de *Saccharum officinarum* mostraron siguiente rendimiento: fracción líquida de $\sim 18\%$ - 28% mas, fracción gaseosa ($\sim 41,7\%$ - $49,7\%$ mas) y fracción sólida ($\sim 30,3\%$ - $38,1\%$ más).

La mayor pérdida de masa del bagazo de caña del Cauca ($\sim 81,32\%$) y de Santander ($\sim 75\%$) ocurre a temperaturas menores de 400°C .

Se determinó la energía de activación o entalpía normalizada para cada tipo de bagazo de caña colombiano con los siguientes datos: $E_{a1}=21.68$ J/g, $E_{a2}=26.81$ J/g, $E_{a3}=371.2$ J/g para el bagazo de caña de la región de Santander, Rio Suarez; $E_{a1}=62.13$ J/g, $E_{a2}=28.76$ J/g, para el bagazo de caña de la región de Santander (Oiba); $E_{a1}=42.79$ J/g, $E_{a2}=10.45$ J/g, $E_{a3}=37.93$ J/g $E_{a4}=26.31$, para el bagazo de caña del departamento del Cauca, mostrando diferente comportamiento termoquímico de las muestras.

Agradecimientos

Los autores agradecen a VRI de la Universidad del Valle por la financiación del proyecto de investigación "Obtención de derivados fenólicos con propiedades antioxidantes vía conversión térmica de los residuos de *Saccharum officinarum*" con código 71076.



Referencias

- Afanasjeva N., & González. T. (2012). Obtención y caracterización de biocombustibles líquidos a partir de la conversión pirolítica a baja temperatura del bagazo de caña. *Colombia Forestal*, vol. 15 (supl.1), oct.11-12, 42.
- Afanasjeva, N., (2012). Productos de la pirolisis de biomasa residual de bagazo de caña. Congreso Internacional de ingeniería y ciencias químicas (CHEMSCIE).3-4 de sept., Veracruz, México.
- Asocaña (2008). Informe anual 2008-2009. Sector Azucarero Colombiano. Asocaña. página 77.
- Cataño Rueda, E. H. (2009). Obtención y caracterización de nanofibras de celulosa a partir de desechos agroindustriales (Doctoral dissertation, Universidad Nacional de Colombia).
- Díaz, F. A., Chaves, A., Maradei, M. P., Fuentes, D., Guzmán, A., & Picón, H. (2015). Kinetic analysis of the thermal decomposition of Colombian vacuum residua by thermogravimetry. *Ingeniería e Investigación*, 35(3), 19-26. doi: <https://doi.org/10.15446/ing.investig.v35n3.49498>
- Islam, M. R., Haniu, H., Islam, M. N., & Uddin, M. S. (2010). Thermochemical conversion of sugarcane bagasse into bio-crude oils by fluidized-bed pyrolysis technology. *Journal of Thermal Science and Technology*, 5(1), 11-23. doi: <https://doi.org/10.1299/jtst.5.11>
- López González A. (2002) Evolución del diseño de las prótesis valvulares a lo largo de las últimas cinco décadas. Hospital Universitario Puerta del Mar, Cádiz (España). *Revista de Cardiología y Cirugía Cardiovascular*, disponible en: http://www.portalesmedicos.com/portalcario/revista/abril2002001_art/index.htm
- Mantilla, S. V., Gauthier-Maradei, P., Gil, P. Á., & Cárdenas, S. T. (2014). Comparative study of bio-oil production from sugarcane bagasse and palm empty fruit bunch: yield optimization and bio-oil characterization. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 108, 284-294. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2014.04.003>
- Maradei G, P., & Vecino M, S., (2014). A French-Colombian Study on the potential of empty fruit bunch as feedstock for torrefaction, pyrolysis and gasification. 5th Int. Renewable Energy Congress.
- Takahashi, M., Arimatsu, Y., Fujita, S., Fujimoto, Y., Kondo, S., Hama, T., & Miyamoto, E. (1991) Protein kinase C and Ca²⁺ / calmodulin-dependent protein kinase II. *Brain Res.* 551:279-292. doi: [https://doi.org/10.1016/0006-8993\(91\)90942-O](https://doi.org/10.1016/0006-8993(91)90942-O)
- Vecino M, S., Mancilla M., Á., & Gauthier-Maradei, P. (2016). Characterization of phenolic compounds contained in bio-oil stemming from agricultural biomass wastes. *JPC- Journal of Planar Chromatography-Modern TLC*, 29(5), 361-365. doi: <https://doi.org/10.1556/1006.2016.29.5.6>
- Wang, S., Hu, Y., Uzoejinwa, B. B., Cao, B., He, Z., Wang, Q., & Xu, S. (2017). Pyrolysis mechanisms of typical seaweed polysaccharides. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 124, 373-383. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2016.12.005>
- Yue, Y., Lin, Q., Xu, Y., Li, G., & Zhao, X. (2017). Slow pyrolysis as a measure for rapidly treating cow manure and the biochar characteristics. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 124, 355-361. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2017.01.008>

Caracterización de biopolímeros a base de residuos sólidos

Paula Casallas^{1,2}
Daniela Sánchez^{1,2}
Cecilia Rodríguez^{1,2}
Jully Rincón^{1,3}
Carlos Niño^{1,2}

Modalidad: Póster

Resumen

El presente proyecto comprende fabricación de biopolímeros a base de desechos agroindustriales y la caracterización parcial de su superficie mediante de Microscopía electrónica de barrido (SEM) y fuerza atómica (AFM). Se observó la Topografía y presencia de grietas para polímeros sintetizados a partir de residuos de papa, yuca, plátano, pescado, café, mango y zapote. Las observaciones sugieren que los polímeros de papa-yuca y escamas de pescado, presentan viabilidad como productos para la manufacturación.

Palabras claves: *microscopía electrónica de barrido (SEM), microscopía de fuerza atómica (AFM), polímero bio-basado.*

Introducción

Los plásticos convencionales suelen degradarse en periodos muy extensos, además de provenir de derivados del petróleo involucrados en la emisión de gases de efecto (KIMURA & HORIKOSHI, 2005) (pte ref No.2invernadero^{1,2}.) Esto constituye un grave problema de contaminación. Una alternativa son los polímeros bio-basados generados a partir de desechos agroindustriales, pues estos disminuyen el impacto ambiental implícito en la producción de los mismos (KIMURA & HORIKOSHI, 2005) sin comprometer la seguridad alimentaria. Empero es de vital importancia caracterizar sus propiedades a fin de asignarles a estos materiales una aplicabilidad pertinente. Es en este caso donde la microscopía electrónica de barrido (SEM) y la microscopía de fuerza atómica (AFM) pueden ofrecernos información valiosa sobre su microestructura. El presente proyecto comprende la fabricación de distintos prototipos de polímeros bio-basados en fuentes renovables y la caracterización parcial de su topografía y morfología por SEM (Tabla 1) y AFM.

¹ TecnoAcademia SENA sede Soacha. , Autopista Sur transversal. 7 No. 8-40, Bogotá, Colombia. chnino@sena.edu.co.

² Semillero Quimikiando, Autopista Sur transversal 7 No. 8-40, Bogotá, Colombia.

³ Semillero MICRONANOTEC, Autopista Sur transversal 7 No. 8-40, Bogotá, Colombia.



Parte Experimental

Fabricación de biopolímeros a partir de desechos agroindustriales.

Se generaron protocolos específicos para la fabricación de polímeros (Ver figura 1) bio-basados en desechos agroindustriales a partir de: cáscaras de yuca, papa y plátano (extracción y gelatinización de almidones), escamas de pescado (polimerización de colágeno), cáscaras de café y afrecho proveniente de zapote y mango (hidrólisis y polimerización de celulosa).

Caracterización de biopolímeros por SEM

Los polímeros sintetizados se sometieron a microscopía SEM a fin de determinar su rugosidad y detectar grietas u otras malformaciones en la película correspondiente. Esta metodología hace parte de una primera aproximación a la caracterización de la microestructura de estos polímeros para la asignación pertinente de posibles aplicaciones.

Caracterización de biopolímeros por AFM

Para los polímeros de papa y pescado se han iniciado un primer acercamiento, generando mapas de superficie mediante AFM.

Resultados y discusiones

Se obtuvieron siete películas de polímeros de Papa, Papa-yuca, Yuca, Yuca-maíz, Mango, Plátano-maíz y Escama de pescado.

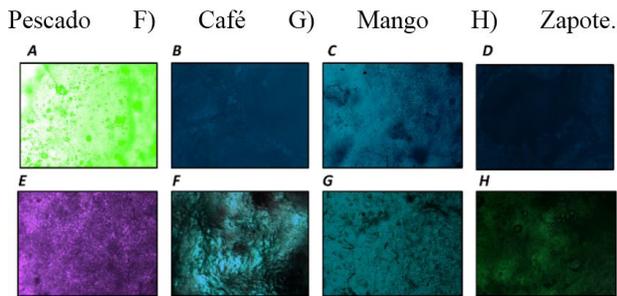


Figura 1. Aspecto macroscópico de la superficie de los polímeros sintetizados. Microscopía óptica (40x). Polímeros de A) Papa, B) Yuca C) Papa-Yuca, D) Plátano-Maíz E)

Los polímeros sintetizados se analizaron por SEM en la figura 2, Aquellos de papa-yuca y escamas de pescado, presentaron superficies uniformes, junto con poca presencia de grietas y productos sin disolver ver tabla 1. Esto sugiere posible viabilidad para la manufacturación de películas finas.

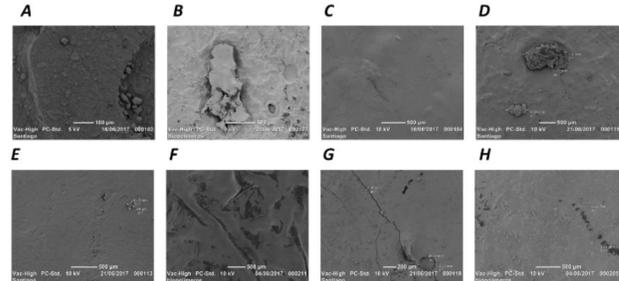


Figura 2 Aspecto microscópico de la superficie de los polímeros sintetizados por SEM. Generalidades e imperfecciones de polímeros de: A) Papa, B) Yuca C) Papa-Yuca, D) Plátano-Maíz E)

Tabla 1 Características morfológicas de los polímeros sintetizados. Caracterización por SEM

Biopolímero	Caracterización SEM
Papa	Superficie porosa, varias grietas, Productos sin disolver
Yuca	Superficie rugosa, grietas, presencia de burbujas y grumos
Papa-yuca	Superficie lisa, pocas grietas, poca presencia de grumos
Plátano-maíz	Superficie rugosa, grietas amplias (88 μm -0,20 mm)
Escamas de pescado	Superficie lisa, grietas pequeñas (47 μm - 69 μm)
Mango	Superficie lisa, presencia de múltiples grietas pequeñas
Mango	Superficie lisa, productos sin disolver, grietas amplias
Zapote	Superficie rugosa. Presencia de grumos

Actualmente se cuenta con un primer mapa de la topografía para los polímeros de papa y pescado AFM. En la figura 3 el polímero de pescado a pesar de presentar una estructura microscópica lisa, presenta rugosidad a escalas menores.

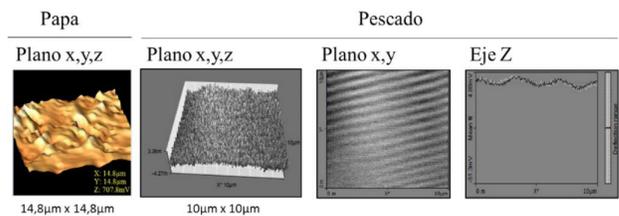


Figura 3. Mapa de la topografía para los polímeros de papa y pescado AFM

Se espera caracterizar los demás polímeros mencionados respecto a sus propiedades mecánicas por microscopia de fuerza atómica (AFM).

Conclusiones

Los polímeros de papa-yuca y escamas de pescado, presentan viabilidad como productos para la manufacturación de películas finas, dada su uniformidad.

Los polímeros de superficie porosa o rugosa muestran potencial para emplearse en la fabricación de artículos de mayor contundencia, sin embargo sus propiedades mecánicas esperan a ser evaluadas.

El polímero de colágeno de escamas de pescado presenta una rugosidad solo detectable a escalas dentro de los 10 μ m de espesor. Las posibles aplicaciones de esta peculiar característica esperan a ser evaluadas.

El restante de los polímeros mencionados debe ser caracterizado respecto a sus propiedades mecánicas por microscopia de fuerza atómica (AFM) a fin de detectar y comparar por completo los perfiles de su estructura y propiedades.

Agradecimientos

Agradecemos al programa TecnoAcademia del Sena por la formación, prestamos de equipos SENA.

Referencias

- KIMURA, K., & HORIKOSHI, Y. (2005). Bio-based polymers. *Fujitsu scientific and technical journal*, 41(2), 173-180.
- Mülhauptv R. *Macromol. Chem. Phys.* 2013, 214, 2, 1521-3935



Síntesis de ácido poliláctico por policondensación por fusión

Modalidad: Póster

Resumen

El Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria SENA ASTIN desarrolló una planta piloto para estudiar la producción de Ácido Poliláctico (PLA) de alto peso molecular. Una alternativa al método tradicional de producción de PLA conocido como polimerización por apertura de anillo es la polimerización por policondensación por fusión, este último proceso consta de dos etapas que son: oligomerización en donde se obtiene PLA de bajo peso molecular por aumento de temperatura y disminución de presión; y polimerización en el que se obtiene PLA de alto peso molecular usando un sistema catalítico constituido por $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y ácido p-Toluensulfónico.

Palabras claves: *ácido poliláctico, policondensación, polimerización.*

Introducción

El PLA es un biopolímero cuya demanda ha aumentado ya que por sus propiedades de biodegradación lo hace muy apetecido para la elaboración de empaques que tengan un bajo impacto ambiental. Otra aplicación importante del PLA, principalmente en el campo de la medicina, por sus propiedades como compuesto biocompatible es la elaboración de hilos de sutura e implantes (Lunt, 1998).

Ante la importancia que tiene en la actualidad dicho biopolímero como sustituto de los polímeros derivados del petróleo, el Centro ASTIN - SENA ha venido realizando un proyecto titulado "Desarrollo de Productos extruidos a partir de Biopolímero de Ácido Láctico" dentro del cual se diseñó y se construyó una planta piloto didáctica para la síntesis de Ácido Poliláctico, con la que se pretende familiarizar a los aprendices con la tecnología de fabricación del polímero y avanzar en la investigación alrededor del tema.

El compuesto usado como materia prima principal es el ácido láctico, el cual puede obtenerse por síntesis o

Fernando González S.²
Jaime Gálvez¹

¹ Centro Nacional ASTIN - SENA, Cali, Colombia. jagalvez39@misena.edu.co.

² Centro Nacional ASTIN - SENA, Cali, Colombia. fgonzalezs@sena.edu.co.

por producción biotecnológica. Del ácido láctico existen los isómeros D, L, el meso y el racémico (Lunt, 1998). El método más usado para la obtención de ácido poliláctico se denomina polimerización por apertura de anillo en el que se obtiene un producto de peso molecular entre, de 2×10^4 a 6.8×10^5 g/mol (Figura 1) (Hyon, Jamshidi, & Ikada, 1997). En el presente trabajo se pretende aplicar un proceso que se conoce como polimerización por policondensación por fusión en el que se disminuyen los pasos del proceso de obtención y se elimina la purificación del lacturo, lo que contribuye a la disminución de costos del producto final debido a que el proceso de purificación requiere de tiempo y solventes.

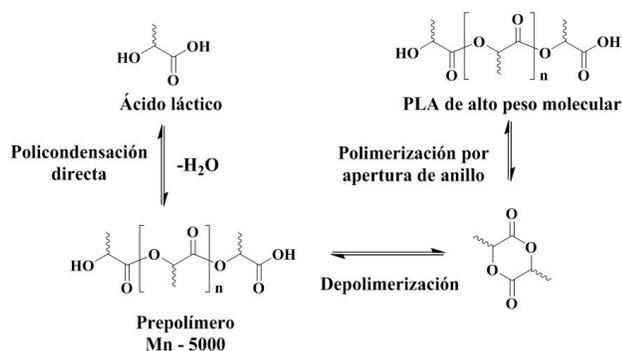


Figura 1. Proceso de obtención de ácido poliláctico por apertura de anillo.

microondas y su regeneración ósea. Tesis de grado, Universidad del Valle.



Figura 2. Proceso de obtención de ácido poliláctico por policondensación por fusión.

El proceso de polimerización por policondensación por fusión se puede ver en la figura 2.

Como se puede apreciar el proceso consta de dos etapas a diferencia de la polimerización por apertura de anillo que consta de 4 etapas. La policondensación se ha realizado con catalizadores de estaño del tipo Sn(II) (Moon, Lee, Miyamoto, & Kimura, 2000), y se ha comprobado que usando dichos catalizadores junto con ácidos protónicos se obtenían pesos moleculares mayores, y además mejores resultados en cuanto a la racemización y al color del polímero obtenido.

Parte Experimental

Materiales

Para la síntesis del ácido poliláctico se usaron los siguientes reactivos: ácido láctico marca Bioquigén al 85%, dicloruro de estaño hidratado al 97% marca PanReac, ácido p-toluensulfónico Merck al 99 %. Para la titulación ácido base del polímero obtenido se utilizó hidróxido de potasio (KOH) con una pureza de 85% marca Panreac, Ftalato ácido de potasio con una pureza de 99% marca Panreac, Metanol a una concentración de 95-99% marca J.T Baker. Para la dilución del ácido poliláctico: Alcohol isopropílico con una pureza de 98% marca J.T Baker, tolueno con una concentración de 99% marca J.T Baker.

Metodología

Oligomerización. En un balón de 2 litros se adicionan 1.0 L de ácido láctico y se calientan a $150\text{ }^\circ\text{C}$ durante dos horas a presión atmosférica, luego la presión se reduce a 100 torr durante dos horas y finalmente se disminuye a 30 torr; la temperatura se mantiene constante durante todo el proceso. La temperatura se controla mediante un PLC y para el control de la presión se usa un sensor pirani con una válvula de precisión, la agitación se hace mediante un agitador magnético.

Polimerización. Al oligómero obtenido en la etapa anterior se adicionó una mezcla de catalizadores constituida por dicloruro de estaño hidratado PanReac al 97% y ácido p-toluensulfónico al 99%; la mezcla de reacción se calienta a $180\text{ }^\circ\text{C}$ y luego se disminuye la presión desde la atmosférica hasta 10 torr en el lapso de 1 hora, Posteriormente las condiciones de reacción se sostienen por 5 horas. El peso molecular se determinó por titulación según la norma (ASTM D1639-90, 1996) y el análisis por espectroscopia infrarroja se hizo en un equipo marca Thermo de referencia FT-IR Nicolet iS10. Rango espectral de $7800\text{-}350\text{ cm}^{-1}$.

Resultados y discusiones

El producto obtenido después de los procesos de oligomerización y polarización se purificó mediante una mezcla agua acetona y se secó a temperatura ambiente bajo presión reducida; posteriormente una muestra del polímero se disolvió en una mezcla de alcohol isopropílico-tolueno y se tituló con una solución patrón de KOH, el resultado de la

Moon, S. I., Lee, C. W., Miyamoto, M., & Kimura, Y. (2000). *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, 38(9), 1673-1679. doi: [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1099-0518\(20000501\)38:9<1673::AID-POLA33>3.0.CO;2-T](https://doi.org/10.1002/(SICI)1099-0518(20000501)38:9<1673::AID-POLA33>3.0.CO;2-T)

Solis Caicedo, Y., Betancur Salazar, C., Zuluaga Corrales, H., & Valencia Llano, C. (2009). Caracterización e implantación de un relleno ácido poliáctico para la Regeneración Ósea. *Informador Técnico*, 73, 6-15. doi: <https://doi.org/10.23850/22565035.734>



Síntesis de bioplásticos a partir de almidones de yuca y ñame como alternativa a los plásticos comunes

Cesar Augusto Guevara Lastre¹
Edwing Alexander Velasco Rozo²
José Sebastián Rincón Acosta³

^{1,2,3} Instituto Universitario de la Paz, Km 14 vía Bucaramanga, Vereda el Zarzal, Barrancabermeja, Colombia.

Modalidad: Póster

Resumen

La elaboración, uso y mala disposición de los residuos plásticos obtenidos a partir de petróleo ha causado una problemática ambiental a escala mundial, ya que los productos obtenidos a base de hidrocarburos poseen baja degradabilidad por parte del medio ambiente. Una alternativa son los bioplásticos obtenidos a partir de almidones de yuca y ñame. En este estudio se obtuvo películas a partir de almidón de yuca, para ello se utilizó una mezcla de 10% de almidón, 85% de agua y 5% de agente plastificante (glicerina). Esta se llevó a 90 °C para formar el gel, Posteriormente se ingresó por 3 horas a un horno a una T=80 °C. Por último se determinó la resistencia que fue de 5,47N

Palabras claves: *bioplásticos, almidón, yuca, ñame, resistencia.*

Introducción

La generación de bolsas plásticas a base de petróleo, permite obtener un producto a bajo costo y con gran versatilidad de uso (Ospina, 2015), pero estas poseen una baja velocidad de descomposición, tardando hasta 500 años en degradarse completamente (Valero-Valdivieso, Ortigón, & Uscategui, 2013), generando de esta manera millones de toneladas de plásticos a nivel mundial, donde muchos terminan acumulándose en el medio ambiente (Oluwasina, Umunna, Olusegun, & Wahab, 2016). Una alternativa de reemplazo son los bioplásticos, porque estos son obtenidos a base de biomasa como los almidones de granos y tubérculos, celulosa y el ácido poliláctico (Navia-Porras, & Bejarano-Arana, 2014; Herryman Munilla, & Blanco Carracedo, 2005). Uno de los productos más utilizados para la elaboración de biopolímeros es el almidón, porque se encuentra en grandes proporciones en la naturaleza (Zhou, Robards, Glennie-Holmes, & Helliwell, 1998), y además posee dos polisacáridos: la amilosa (cadena lineal) y

amilopectina (cadena ramificada) (Onitilo, Sanni, Oyewole, & Maziya-Dixon, 2007), las cuales influyen en propiedades como: viscosidad, temperatura de gelatinización, poder de hinchamiento, solubilidad, estabilidad del gel y poder de absorción de agua (Hernández-Medina, Torruco-Uco, Chel-Guerrero, & Betancur-Ancona, 2008). Teniendo en cuenta las propiedades que poseen los almidones, en este estudio se realizaron películas de almidones nativos de yuca y ñame y se determinaron la resistencia mecánica de las películas obtenidas.

Parte Experimental

La elaboración de los bioplásticos se realizó en dos etapas, primero se extrajeron los almidones de los tubérculos de yuca y ñame, siguiendo la metodología descrita en la Figura 1; segundo, se llevó a cabo la síntesis donde se utilizó glicerina al 85% marca Merck, como agente plastificante. Se realizó la mezcla de almidones, agua y glicerina, en las proporciones que se muestran en la tabla 1, para luego realizar la síntesis en un reactor de 250 mL sobre una plancha de calentamiento hasta alcanzar una temperatura de 90 °C. Por último se ingresó durante 3 horas a un horno a una temperatura de 80 °C, hasta obtener una consistencia adecuada.



Figura 1. Metodología obtención almidones.
Fuente: Autores

Tabla 1. Proporciones de los reactivos.

Almidón	% Almidón	% Agua	% Glicerina
Yuca	10	85	5
Ñame	10	85	5

Fuente: Autores

Resultados y discusiones

Los resultados obtenidos para este estudio fue la obtención de los bioplásticos a partir de almidón de yuca como se muestra en la Figura 2, a partir de almidón de ñame la formación fue parcial porque este presenta rigidez y poca flexibilidad, como se observa en la figura 3.

La razón de la no formación de un biopolímero a partir del almidón de ñame se debe a que la relación de amilosa/amilopectina, en este es alrededor de 30/70 y para el almidón de yuca es aproximadamente de 20/80 (Guevara Lastre, 2016).



Figura 2. Bioplásticos a partir de almidón de yuca.
Fuente: Autores

La resistencia a la tensión se determinó como la fuerza requerida para estirar las muestras hasta su rompimiento, utilizando un analizador de textura (STABLE MICRO SYSTEMS, TA.XTplus). Para éste análisis se utilizó una celda de carga de 5 kg_r, velocidad *pre-test* = 2 mm/s, velocidad *test* = 1 mm/s, velocidad *post-test* = 2 mm/s, altura inicial = 10 cm). La geometría de las probetas fue de 10 cm de largo, 1 cm de ancho y 2 mm de espesor. Donde la resistencia reportada fue de 5,47 ± 0,05 N, como se muestra en la Figura 4.



Figura 3. Bioplástico a partir de almidón de ñame
Fuente: Autores

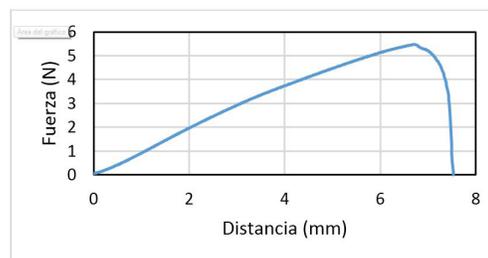


Figura 4. Curva de resistencia bioplástico almidón de yuca
Fuente: Autores



Conclusiones

Los bioplásticos obtenidos partir de almidón de yuca poseen mejores propiedades que los formados a partir de las féculas de ñame.

La resistencia a la tensión del biopolímero sintetizado con unas proporciones en %masa de 5, 10 y 85, de glicerina, almidón de yuca y agua, respectivamente. Fue de 5,47 N. Donde la relación de amilosa/amilopectina tiene incidencia.

Agradecimientos: Al Instituto Universitario de la Paz, a la Ing. Angélica María Cervantes Ordoñez y a los docentes de la Escuela de Ingeniería de Producción.

Referencias

Guevara Lastre, C. (2016). Influencia de la relación amilosa/amilopectina en la resistencia de los adhesivos elaborados a partir de almidones nativos de yuca y ñame. *Citecsa*, 7(12), 25-37. Recuperado De <http://Www.Unipaz.Edu.Co/Ojs/Index.Php/Revcitecsa/Article/View/128>

Hernández-Medina, M., Torruco-Uco, J. G., Chel-Guerrero, L., & Betancur-Ancona, D. (2008). Caracterización fisicoquímica de almidones de tubérculos cultivados en Yucatán, México. *Food Science and Technology (Campinas)*, 28(3), 718-726. doi: <https://doi.org/10.1590/S0101-20612008000300031>

Herryman Munilla, M., & Blanco Carracedo, G., (2005). Ácido láctico y poliláctico: Situación actual y tendencias. *ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar*, 39(1), 49-59. Recuperado de <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=223120659007>

Navia-Porras, D. P., & Bejarano-Arana, N., (2014). Evaluation Of Physical Properties Ofthermopressing Bioplastics Made From Cassava Flour. *Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial*, 12(2), 40-48.

Oluwasina, O., Umunna, C., Olusegun, J., & Wahab, O., (2016). *Journal of Science and Technology*, 38, 349-355

Onitilo, M. O., Sanni, L. O., Oyewole, O. B., & Maziya-Dixon, B. (2007). Physicochemical and functional properties of sour starches from different cassava varieties. *International Journal of Food Properties*, 10(3), 607-620. doi: <https://doi.org/10.1080/10942910601048994>

Ospina, S. (2015). Biopolímeros y su aplicación en medio ambiente. *Revista Colombiana de Biotecnología*, 17(2), 5-6. doi: <https://doi.org/10.15446/rev.colomb.biote.v17n2.54295>

Valero-Valdivieso, M., Ortegón, Y., & Uscategui, Y. (2013). Biopolímeros: Avances y Perspectivas. *Dyna*, 80(181), 171-180. Recuperado De <https://Revistas.Unal.Edu.Co/Index.Php/Dyna/Article/View/20642>

Caracterización del almidón extraído del cotiledón de mango para aplicaciones en polímeros

Estefania Agudelo¹
Jherson Díaz²
Andrés Arias Durán¹
Lina María Franco¹

¹ Grupo de investigación Kimsa, Facultad de ingeniería, Fundación Universitaria Católica Lumen Gentium, Cra. 122 No. 12 – 459, Cali, Colombia. Imfranco@unicatolica.edu.co

² Línea de nanotecnología y biotecnología, Tecnoparque Nodo Cali, Cra 5 No, 11 -68, Cali, Colombia.

Modalidad: Póster

Resumen

En este trabajo se evaluó el rendimiento de la extracción de almidón del cotiledón de mango obtenido a partir del desecho agroindustrial generado del procesamiento de la pulpa de mango común. La obtención del almidón se realizó mediante el método de extracción en medio acuoso con un rendimiento del 25%. Se estudió la evolución de las propiedades del almidón en función de la temperatura mediante análisis termogravimétrico (TGA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC). Se encontró una temperatura de degradación del almidón de 300 °C mientras que el punto de transición vítrea está alrededor de 125.80 °C. Mediante espectroscopia Raman, se realizó la caracterización estructural del almidón, se observó la presencia de las bandas características de los modos de vibración de los polisacáridos que lo conforman; lo cual hace al almidón potencialmente útil para la obtención de plásticos biodegradables.

Palabras claves: *Almidón, Bioplástico, Mango común, Mangifera indica.*

Introducción

Actualmente, en el mundo hay un creciente interés en la utilización de biopolímeros para aplicaciones en las cuales se emplean tradicionalmente polímeros sintéticos. Este interés se ve reflejado en la capacidad de producción mundial de biopolímeros que en 2007 se estimó en un aproximado de 360.000 ton, de las cuales el 43% proviene de almidón plastificado de acuerdo a **ABIPLAST**, 2013. De esta manera, el almidón como material termoplástico es una alternativa viable, ya que se trata de una materia prima económica, abundante, renovable y biodegradable (García, Ribba, Dufresne, Aranguren & Goyanes, 2009), sin embargo, el uso de almidón obtenido de fuentes tradicionales, como el maíz, la yuca, el trigo, el arroz y la papa, no es conveniente ya que se trata de fuentes alimenticias. Por lo cual, se hace necesario el desarrollo de rutas tecnológicas alternativas



que permitan el uso de fuentes de almidón no alimentarias.

Con relación al consumo mundial de mango, Colombia ocupa el puesto veintiuno en el mundo, con un per cápita de 5.27 kg, muy por debajo de Tailandia, el número uno (34.44 kg), cuyas condiciones agroclimáticas son parecidas a las nuestras. Por lo tanto, el bajo consumo de mango en Colombia representa una gran oportunidad de crecimiento en este sector agroindustrial. La semilla de mango o cotiledón representa alrededor del 13% del peso total del fruto (Temperado, 2014), este porcentaje es de alrededor del 50% de endocarpio, el 2% es el tegumento y el 48% es el núcleo.

Además, teniendo en cuenta que este cotiledón contiene aproximadamente del 40 al 50% de almidón (Pereira da Silva, Lopes de Siqueira, Spaziani Pereira, Chamhum Salomão & Barbosa Struiving, 2009), se percibe como fuente potencial de materia prima para la producción de polímeros biodegradables. Por lo anterior, en este trabajo se tiene como objetivo aprovechar los residuos del procesado agroindustrial del mango, mediante la extracción y caracterización del almidón obtenido del cotiledón como posible materia prima para el desarrollo de materiales biodegradables.

Parte Experimental

Inicialmente, se recolectaron semillas de mango común encontradas como desperdicio en el mercado local en Cali, Colombia. A las semillas recolectadas se les retiró manualmente la cáscara por corte para la separación del cotiledón de la semilla. Los cotiledones obtenidos se molieron utilizando un procesador de alimentos industrial obteniendo pedazos muy finos los cuales fueron sometidos a secado en una estufa de aire forzado a 50 °C durante 24 horas. Posteriormente, el material se pasó por un molino universal para obtener harina de cotiledón de mango. Para la obtención del almidón se empleó el método de extracción con agua destilada. La harina obtenida fue disuelta en agua destilada en proporción 1:3 en masa y se dejó en reposo y temperatura ambiente por un periodo de 24 horas. Luego el extracto resultante fue filtrado empleando papel filtro, se obtiene una primera lechada y los residuos sólidos fueron macerados y mezclados con agua destilada manteniendo la misma relación 1:3 por 15 minutos, se dejó en reposo a temperatura ambiente durante 24 horas y se obtuvo una segunda lechada. Posteriormente, las lechadas juntas fueron procesadas en un tamiz de 450 μm y se obtuvo un residuo sólido que fue descartado. La solución libre de

residuos sólidos fue almacenada a una temperatura de 7 °C por un periodo de 24 horas. Finalizando el tiempo de reposo se obtuvo la formación de una pasta insoluble compacta de aspecto gelatinoso la cual se separó mediante decantación, La pasta insoluble compacta fue secada en estufa de aire forzado a 50 °C, hasta obtener una harina bien seca. La harina fue tamizada para obtener una granulometría uniforme. Se hicieron ensayos de termogravimetría y calorimetría diferencial de barrido a la harina obtenida empleando un equipo Mettler Toledo – StarSystem. Por último, se hizo espectroscopía Raman empleando un espectrómetro Thermo Scientific DXR - SmartRaman, operado con un láser con longitud de onda de 780 nm.

Resultados y discusiones

El rendimiento en el proceso de extracción del almidón fue de 25 % aproximadamente con respecto al peso inicial del cotiledón de mango y de 50 % con respecto al cotiledón procesado y seco. La figura 1 muestra la curva correspondiente del análisis termogravimétrico (TGA) realizado al almidón obtenido, en la curva de TGA se observan dos eventos relacionados con la pérdida de masa en el material, inicialmente se presenta una leve disminución de masa en el material alrededor de los 100 °C asociada con la pérdida de agua contenida en el almidón, lo cual indica que el proceso de secado no fue del todo eficiente; un segundo evento ocurre alrededor de 350 °C está relacionado con la temperatura de degradación térmica del almidón indicando la ruptura de las estructuras químicas correspondientes a la amilosa y amilopectina.

La caracterización estructural obtenida por espectroscopía Raman muestra las bandas asociadas a los modos de vibración de las moléculas de polisacáridos que conforman almidón, la amilosa y la amilopectina, mostrando el espectro típico de los almidones.

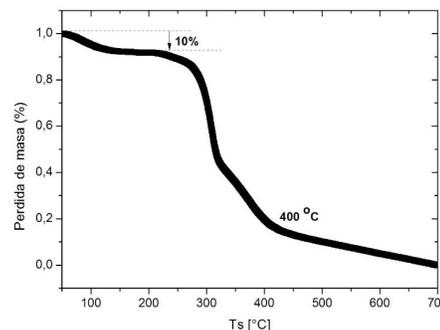


Figura 1. Curva TGA para almidón obtenido de cotiledón de mango común.

Conclusiones

La caracterización estructural y térmica realizada a la harina obtenida de arrojo como resultado de características y parámetros típicos de un almidón, lo cual permite concluir que se logró extraer almidón del cotiledón de mango común utilizando como solvente agua destilada con un rendimiento del 25%.

Agradecimientos

El presente trabajo es financiado por la Fundación Universitaria Católica Lumen Gentium mediante proyecto aprobado en IV convocatoria interna de investigaciones, además, este trabajo contó con el apoyo de Tecnoparque nodo Cali Línea de Biotecnología y Nanotecnología, mediante contrato 11906.

Referencias

Associação Brasileira da Indústria do Plástico – ABIPLAST. (2013). Perfil 2013. São Paulo. Recuperado em 7 de fevereiro de 2014, de <http://www.abiplast.org.br/site/estatistica>.

García, N. L., Ribba, L., Dufresne, A., Aranguren, M., & Goyanes, S. (2009). Influencia del tipo de almidón empleado como matriz en las propiedades físico-químicas de nanocompuestos biodegradables. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales S*, 1, 903-909.

Medina, J. C., Bleinroth, E. W., Martin, Z. J., Quast, D. G., Hashizume, T., Figueiredo, N. M. S., ... & Neto, L. B. (1981). *Serie Frutas Tropicais*. Campinas: IMESP, 8, 399.

Pereira da Silva, D. F., Lopes de Siqueira, D., Spaziani Pereira, C., Chamhum Salomão, L. C., & Barbosa Struiving, T. (2009). Caracterização de frutos de 15 cultivares de mangueira na Zona da Mata mineira. *Revista Ceres*, 56(6).

Temperado, E. C. (2014). *Anais do VI Encontro Latinoamericano Prunus Sin Fronteras*.



Desarrollo y aplicación de Nano-Fibras de celulosa obtenidas a partir de bagazo de caña panelera para la retención de micro-partículas para la descontaminación de agua

Modalidad: Póster

Dr. Edwin Yesid Gómez-Pachón¹
Andrés Mauricio Ramírez-Alba²
Efrén de Jesús Muñoz-Prieto³
Jorge Arturo Torres Pemberti⁴

¹Facultad Duitama, Escuela de diseño industrial, Grupo de investigación Diseño, innovación y Asistencia Técnica de Materiales avanzado-DITMAV Universidad pedagógica y tecnológica de Colombia, Duitama, Boyacá.

¹Facultad de ciencias básica,s ciencias químicas , Grupo de investigación, Desarrollo y Aplicación de nuevos materiales DANUM, Universidad pedagógica y tecnológica de Colombia, Duitama , Boyacá.

Resumen

En los municipios aledaños a la orilla del río Suarez ubicado en el departamento de Boyacá, el bagazo de caña utilizada en trapiches es quemada, produciendo así agentes contaminantes perjudiciales para la población de las zonas circundantes, continuando con los avances de proyectos anteriores donde se procedió a preparar nanofibras a partir de celulosa bagazo de la caña de azúcar mediante la agrupación de electro sedimentación. Se desarrollara una caracterización de las nanofibras de celulosa obtenida a partir del bagazo de caña, la implementación de este material para la purificación de recursos hídricos y comparación respecto a otros sistemas tradicionales de purificación.

Palabras claves: *Caña panelera, celulosa, nanofibras, filtración.*

Introducción

En este proyecto se propone el desarrollo de una investigación entorno la caracterización de las nanofibras de celulosa obtenidas a partir del bagazo de caña, diferenciar las propiedades de los materiales obtenidos por los distintos métodos de electrohilado y dar lugar así al análisis de viabilidad de este material a emplear para la purificación de recursos hídricos y comparar el desempeño del mismo respecto con los sistema de purificación tradicionales.

Parte Experimental

Se realiza un estudio sistemático bajo un esquema de diseño estadístico experimental con el fin de establecer,

por una parte diferentes tipos de extracción de la celulosa, síntesis de acetilación de la celulosa, así como se determinan los parámetros óptimos de electrohilado con el cual se obtengan membranas de nanofibras de celulosa. El estudio de parámetros de electrohilado a la solución de celulosa, se realizará mediante un diseño estadístico (24) de 2 niveles para los 4 factores siguientes: Relación de composición de celulosa-Dimetil-formamida (DMFA), diferencia de potencial, caudal de inyección y distancia entre la aguja-colector, bajo el esquema de diseño completamente aleatorio (DCA).

Se analizará con un ANOVA (análisis de varianza) para establecer los efectos de la combinación de factores, por tal razón se desea usar el software de análisis estadístico minitab. La determinación de la estructura y porosidad de los andamios se realizará tomando diferentes muestras y se llevarán a los equipos de técnicas analíticas tales como microscopía electrónica de barrido, espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier, difracción de rayos X, análisis termogravimétrico, calorimetría diferencial de barrido. Finalmente se analizará las propiedades mecánicas de las membranas mediante ensayos de tracción, pruebas de permeabilidad, pruebas de difusión que permitirán determinar las características de eficiencia de los filtros.

Resultados y discusiones

El interés en la síntesis de nanofibras de polímero de base natural nace debido a las ventajas que estos poseen, incluyendo la biocompatibilidad y la hidrofiliidad y atoxicidad (Sun, Sun, Zhao & Sun, 2004). La tendencia creciente de los últimos años respecto a utilización eficiente de los residuos agroindustriales como el bagazo de caña (Bhattarai, Li, Edmondson & Zhang, 2006; Sun, Sun, Zhan & Sun, 2004; Costa, et al., 2013), producidos por la industria panelera, los que son utilizados como combustible para permitir el funcionamiento de los denominados trapiches. El aprovechamiento de la celulosa contenida en el bagazo residual, mediante la transformación en membranas de nanofibras. Esto por medio de equipos de electrohilado, tecnología ya obtenida en estudios anteriores.

El electrohilado ha sido uno de los procesos relativamente sencillos, versátiles y prometedores para producir nanofibras continuas desde polímeros sintéticos y naturales a causa de la integridad estructural y los arreglos de fibras específicos. Nanocristales de celulosa o whiskers se han utilizado para reforzar materiales de almidón, los Whiskers son filamentos cortos muy delgados, más

pequeños que las fibras cortadas; Actualmente, se han fabricado más de 100 nanofibras, a partir de diferentes polímeros usando electrohilado con diámetro que varía de 40 a 2000 nm; En estudios anteriores han sido reportados diversos enfoques para la preparación de nanocelulosa altamente purificada a partir de materiales celulósicos, tales como el tratamiento por explosión de vapor. La utilización del método de electrohilado para producir nanofibras ha aumentado sustancialmente en los últimos años debido a la capacidad de proporcionar nanofibras directamente a partir de una solución de polímeros.

Los estudios relacionados anteriormente se centran en la preparación, en algunas modificaciones y propiedades de nanofibras; mientras la hipótesis de este estudio es modificar químicamente las fibras de celulosa antes del aislamiento de nanofibras y evaluar un proceso para producir nanofibras catiónicas utilizando carboximetilcelulosa (CMC) que se procesa para microfibrillar la celulosa o mediante el uso de un poli electrolito catiónico. Las nanofibras de celulosa tienen una superficie grande, con muchos grupos OH, que puede aumentar su reactividad, pero la modificación química de las nanofibras es difícil y consume mucho tiempo debido a la dificultad de reducir el alto contenido de agua y la dispersión de las nanofibras en un medio no acuoso.

Entre muchos agentes de cationización, el cloruro de 3-cloro-2- hidroxipropiltrimetilamonio (CHPTAC) ha alcanzado mucho interés en la cationización de la celulosa ya que está disponible comercialmente, es menos tóxico y tiene muy buena reactividad. La celulosa químicamente cationizada se produce generalmente por la reacción de eterificación de la celulosa con los reactivos cuaternarios de amonio cationizantes, tales como cloruro de 2,3 epoxypropyltrimehtylammonium. Este compuesto se forma por lo general in situ a partir de la reacción de CHPTAC con hidróxido de sodio (Fig. 1).

Procedimientos típicos empleados en la actualidad para la obtención de la celulosa nanocristalina (NCC), consisten en varios pasos, como se muestra en el esquema de la (Fig. 2) Hay que decir que es muy limitada la disponibilidad comercial de NCC se debe principalmente al tiempo que consume el proceso de producción y al bajo rendimiento.

La producción de membranas de distintas características hace posible la comparación de desempeño para la filtración de agua, para esto se requiere establecer diferentes parámetros de para el electrohilado, esto



permitirá determinar cuáles probetas son aptas para la aplicación en desarrollo de filtros.

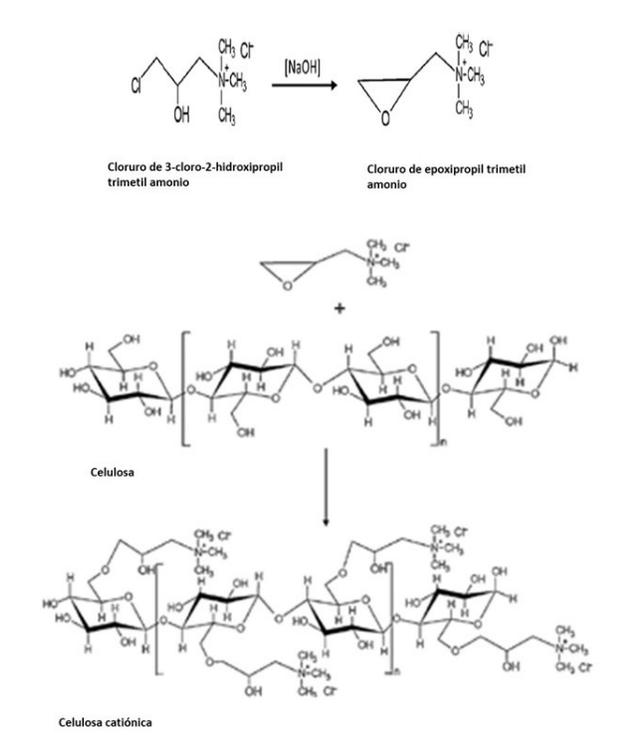


Figura 1. Reacción del CHPTAC, mostrando la cationización de las nanofibras de celulosa.

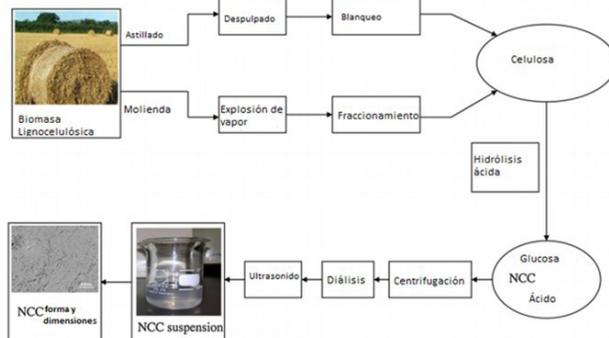


Figura 2. Esquema de los principales pasos necesarios para preparar nanocristales de celulosa (NCC), a partir de la biomasa lignocelulósica.

Conclusiones

La producción de membranas a partir de celulosa esta alcance haciendo posible realizar estudio y caracterización de probetas producidas, esto determinaran la propiedades que se deben considerar para el uso de dichas membranas en los filtros como resultado final de la invetigacion.

Referencias

- Bhattarai, N., Li, Z., Edmondson, D., & Zhang, M. (2006). Alginate-based nanofibrous scaffolds: Structural, mechanical, and biological properties. *Advanced Materials*, 18(11), 1463-1467. doi: <https://doi.org/10.1002/adma.200502537>
- Costa, L. M. M., de Olyveira, G. M., Cherian, B. M., Leão, A. L., de Souza, S. F., & Ferreira, M. (2013). Bionanocomposites from electrospun PVA/pineapple nanofibers/ Stryphnodendron adstringens bark extract for medical applications. *Industrial Crops and Products*, 41, 198-202. doi: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.04.025>
- Sun, J. X., Sun, X. F., Zhao, H., & Sun, R. C. (2004). Isolation and characterization of cellulose from sugarcane bagasse. *Polymer Degradation and Stability*, 84(2), 331-339. doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2004.02.008>

Poli (3 – Hidroxibutirato) (P3HB): extracción, purificación y modificación

Modalidad: Póster



Resumen

El P3HB (poli 3-hidroxibutirato) es un poliéster natural de origen bacteriano de la familia de los polihidroxicanoatos, este posee varias características interesantes como su biodegradabilidad y sus propiedades de barrera que lo posicionan como un posible sustituto a los polímeros sintéticos en la fabricación de empaques y envases. Sin embargo, es necesario disminuir su fragilidad y costo de producción para que sea competitivo en el mercado. El trabajo a continuación muestra los resultados obtenidos de la extracción, purificación y modificación del P3HB utilizando diferentes técnicas, solventes y concentraciones de poli (etilenglicol) como plastificante. Se determinó que la micro filtración y la centrifugación son esenciales para extraer un material de calidad, adicionalmente, después de una evaluación cuantitativa se concluyó que las mezclas con P3HB/PEG al 5% son las de mejor apariencia y menor rigidez.

Palabras claves: *biopolímeros, extracción, mezcla polimérica, polihidroxibutirato, purificación.*

Introducción

Los plásticos sintéticos son ampliamente utilizados en todo el mundo debido a su bajo costo de producción y sus buenas propiedades mecánicas. Sin embargo, su disposición representa un serio problema ambiental, debido al bajo nivel de biodegradación que genera la acumulación de millones de toneladas al año en rellenos sanitarios y cuerpos de agua alrededor del mundo. Por esta razón, en los últimos años ha crecido el interés en la síntesis de materiales que puedan sustituir a los plásticos convencionales y que adicionalmente presenten una alta biodegradabilidad y baja toxicidad, como los polihidroxicanoatos (PHA), particularmente, el poli (3-hidroxibutirato) (P3HB). Este es un poliéster natural de origen bacteriano con características mecánicas y químicas prometedoras para la fabricación de empaques, como sus propiedades de barrera y su resistencia a la degradación

Andrés Felipe Ramos^{1,2*}
Iván Cabeza¹
Liliana Olmos³
Armando Espinosa²
Nubia Moreno - Sarmiento¹

¹ Instituto de Biotecnología (IBUN) – Universidad Nacional de Colombia. Bogotá D.C. Colombia.

² Facultad de Ingeniería – Universidad Nacional de Colombia. Bogotá D.C. Colombia.

³ Biopolímeros Industriales LTDA – Bogotá D.C., Colombia *Email: aframesfa@unal.edu.co.



hídrica. Aun así, características como su fragilidad, degradación térmica y costo de producción deben ser evaluados y optimizados para que éste pueda competir en el mercado con los plásticos sintéticos.

En el Instituto de Biotecnología de la Universidad Nacional se han desarrollado trabajos de producción de polihidroxialcanoatos a partir de cepas aisladas de suelos colombianos, las cuales fueron evaluadas desde el punto de vista microbiológico y operacional en reactores piloto. De todas ellas, se seleccionó la cepa *Burkholderia cepacia* 2G57 que Posteriormente se modificó genéticamente para generar la cepa hiperproductora de polímero *B. cepacia* B27 (Méndez et al., 2015). Se han realizado estudios para establecer las condiciones de fermentación a una escalas de 7L, 100L y 2000L (Méndez et al., 2015). Para las fermentaciones a 7 L y 100 L se han probado diferentes técnicas de extracción y purificación del PHA y se han hecho mezclas con diferentes plastificantes para mejorar las propiedades mecánicas del polímero (Suárez et al., 2015).

En este trabajo se probaron 3 tipos de digestión química diferentes cuyo objetivo principal era extraer el polímero de la matriz celular, digestión ácida con ácido sulfúrico, digestión alcalina con hidróxido de sodio y digestión con el tenso activo SDS (Sodio Dodecilsulfato). La digestión ácida y la digestión con SDS mostraron el mejor rendimiento. Una vez hecha la digestión se deben separar la biomasa y demás residuos del proceso, para esto se han utilizado técnicas como micro filtración, centrifugación y recuperación con solventes (cloroformo y ácido acético). Aunque se han logrado avances importantes, aún no hay un protocolo establecido de extracción y purificación que permita obtener un polímero de alta calidad del fermentador de 100 L.

Una vez purificado el polímero, se hicieron varias caracterizaciones como calorimetría de barrido diferencial (DSC) y espectrometría infrarroja (FTIR), para corroborar que el polímero producido por *B. cepacia* B27 es un Poli (3-hidroxibutirato) P3HB.

Parte Experimental

Materias primas

Las pruebas descritas a continuación se realizaron con el biopolímero obtenido a partir de la fermentación realizada por la cepa *Burkholderia cepacia* B27 con aceite vegetal como fuente de carbono, en un biorreactor de 100

L con un volumen de trabajo de 70L. Para los procesos de extracción y purificación se utilizó SDS al 20% en agua y una mezcla 1:1 v/v de cloroformo e hipoclorito de sodio, ambos de grado analítico. Las mezclas con plastificante se realizaron con PEG (Poli etilenglicol) de peso molecular 400.

Micro filtración y digestión

Esta etapa se desarrolló al finalizar la fermentación con el propósito de concentrar y obtener el biopolímero en solución. La concentración de biomasa se realizó en una unidad de micro filtración, donde esta es concentrada y mezclada nuevamente con el alimento formando un sistema cerrado. El permeado se recolectó en un recipiente para su Posterior disposición. Posteriormente, el producto diluyó en agua hasta su volumen antes de filtración, se agitó para homogeneizar el concentrado y se filtró nuevamente. Se realizaron 3 lavados y se almacenó finalmente a 4°C.

Para el proceso de digestión, se evaluaron dos métodos:

Digestión con SDS: la solución de PHA se calentó hasta 80°C con agitación constante, se adicionó la solución SDS (20% p/v) utilizando 0.55mL de solución SDS por 1 g de biomasa. La reacción de digestión se llevó a cabo en 1 hora y luego se almacenó a 4°C, se descartó el sobrenadante y se centrifugó a 6000 rpm por 10 minutos realizando tres diluciones con agua [2].

Digestión cloroformo – hipoclorito de sodio (NaClO): se realizó una mezcla de NaClO (5% v/v) y cloroformo en una relación 1:1 v/v, teniendo en cuenta que por cada gramo de biomasa se adicionaron 100mL de mezcla. La mezcla de los tres componentes se mantuvo a 30°C y 220 rpm durante 1 hora. Al finalizar la reacción, se llevó a un decantador para separar las fases durante 12 horas, siendo el cloroformo – PHA la fase más densa. La fase orgánica se retiró por evaporación de cloroformo (IBUN, 2015)..

Purificación

La purificación se realizó con solventes. Para el cloroformo (grado analítico), se adicionaron 10mL por gramo de biomasa, luego se agitó a 500 rpm y 30°C por 40 minutos y finalmente se filtró al vacío y se depositó en cajas de Petri o bandejas de aluminio a temperatura ambiente hasta que se volatilizó el cloroformo. Para el ácido acético se preparó una solución de 0.05 g de biomasa/mL de ácido acético (de grado analítico) y se agitó a 500 rpm y 80°C por

1 hora; Posteriormente se filtró al vacío y se depositó en cajas de Petri, por último se secó a 80°C por tres minutos (Anbukarasu, Sauvageau & Elias, 2015).

Caracterización por análisis FTIR

A una muestra del PHA obtenido se le determina la vibración de los grupos funcionales gracias a la prueba FTIR (Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier), utilizando un equipo de espectrometría infrarroja total atenuada que tenga implementado el software para generar el reporte de resultados. El equipo utilizado fue un espectrómetro Agilent CARY 630 operado en el rango de 400 a 4000 cm^{-1} .

Mezclas poliméricas P3HB/PEG400

El PEG 400 es el plastificante que se utilizó para las mezclas con el P3HB, se evaluaron dos métodos diferentes, el primero es la mezcla líquido – líquido utilizando una mezcladora de aspas a 200rpm por 15 minutos y temperatura ambiente, la mezcla luego se sirvió en bandejas y se dejó secar por 4 días a 30°C. Adicionalmente, se utilizó el método de “solvent casting” en el cuál se disolvió el P3HB en polvo y el PEG 400 en cloroformo a 30°C con agitación magnética a 150 rpm por 10 minutos, luego se filtró con una bomba de vacío y se secó a temperatura ambiente en cajas de Petri hasta que se evaporó todo el solvente y se formó la película polimérica.

Resultados y discusiones

Tratamiento Inicial

Tabla 1: Condiciones de las fermentaciones y sus Pósteriores tratamientos

En la (tabla 1) se pueden ver las condiciones a las que se llevaron a cabo las fermentaciones de las que se extrajo el material y los respectivos tratamientos que se realizaron después de extraer el caldo de fermentación del reactor.

Lote	Fermentación			Tratamiento		
	P (bar)	t (h)	A (rpm)	Filtración	SDS	Centrifugación
1	1,2	72	140	x	x	x
2	1,2	67	140	x	x	x
3	0,6	48	205		x	
4	0,6	24	205		x	
5	0,3	72	180		x	

En la figura 1 se puede ver cómo queda una película después de la digestión con SDS, la micro filtración, 3 lavados y secado a temperatura ambiente, polímero seco presenta una coloración marrón y adicionalmente, es bastante frágil debido a que el polímero no se encuentra puro, aún tiene presencia de biomasa.



Figura 1. Polímero seco en bandeja de aluminio.

Una vez hechos los tratamientos, se tomaron 3 muestras diferentes del lote 2, dos en lámina y una en polvo y se analizaron utilizando la técnica FTIR (Fourier transformada infra red spectroscopy) obteniendo un índice de cristalinidad muy similar al de la muestra comercial ($IC_{\text{comercial}}: 0.387$, $IC_{\text{polvo}}: 0.416$), siendo 1724 cm^{-1} el ancho de banda representativo del P3HB (Bagheriasl, 2013).

Aquellos materiales que no tenían filtración ni centrifugación (Lotes 3, 4 y 5) presentaron una calidad bastante baja después del secado, no se formaban películas continuas y quedaba un polvo bastante oscuro. Esto quiere decir que los procesos de centrifugación y micro filtración son de vital importancia para obtener un material de buena calidad.

Purificación con solvente

Se muestran dos películas poliméricas, una purificada con ácido acético y otra purificada con cloroformo en la figura 2.



Figura 2. (Izq) P3HB extraído con ácido acético. (Der) P3HB extraído con cloroformo.



La purificación con cloroformo tiene un mejor rendimiento, pues del polvo que se obtiene después de los tratamientos mencionados anteriormente se logró extraer un 44% de polímero, mientras que con el ácido acético solo se pudo extraer un 29%. Sin embargo, la purificación con ácido acético muestra propiedades bastante interesantes, pues las películas obtenidas son translúcidas mientras que las obtenidas con el cloroformo son bastante opacas lo que podría significar que la cristalinidad del polímero se ve afectada por el solvente utilizado en la purificación, más cristalino para el ácido acético y más amorfo para el cloroformo.

Mezclas poliméricas

Se evaluaron 3 concentraciones de PEG 400 diferentes para la elaboración de las mezclas poliméricas, 5%, 10% y 20% en peso para obtener 1.7 g de mezcla en cada uno de los casos. A continuación se muestra en la figura 3 las películas obtenidas.



Figura 3. (Der.) P3HB/PEG 5%, (Cent.) P3HB/PEG 10%, (Izq.) P3HB/PEG 20%.

Todas las películas de las mezclas mostraron mayor flexibilidad que aquellas hechas solo con el polímero (figura 3), sin embargo, aquellas hechas utilizando solo un 5% de PEG400 fueron las mejores después de un análisis cualitativo. Las películas obtenidas con 10% y 20% de PEG400 eran más frágiles y se rompían fácilmente al sacarlas de la caja de Petri.

Conclusiones

Aunque la digestión del material con SDS funciona muy bien para extraer el material de las células, debe ir acompañada de micro filtración y/o lavados para asegurar un material de buena calidad.

El rendimiento de la purificación con cloroformo es mejor que el de la purificación con ácido acético, sin embargo, la purificación con ácido acético le da una propiedad muy interesante al material y es su translucidez la cual le puede otorgar un valor agregado.

Las mezclas P3HB/PEG400 al 5% son las que después de un análisis cualitativo mostraron la mejor apariencia y propiedades mecánicas, sin embargo, no le dan la calidad suficiente al material para que se pueda comercializar.

Referencias

- Anbukarasu, P., Sauvageau, D., & Elias, A. (2015). Tuning the properties of polyhydroxybutyrate films using acetic acid via solvent casting. *Scientific Reports*, 5(1). <http://dx.doi.org/10.1038/srep17884>
- Bagheriasl, S. (2013). Development and characterisation of polyhydroxybutyrate from selected bacterial species (Doctoral dissertation, University of Birmingham).
- IBUN, 2015. Uso de plásticos verdes (polihidroxicanoatos) para la fabricación rentable de empaques completamente biodegradables requeridos en la Industria. Bogotá D.C.
- Méndez et al., (2015). Modeling of Polyhydroxyalkanoates production considering efficiency on Metabolic Processes depending on substrates availability. Roma.
- Suárez et al., (2015). Evaluación del agente detergente dodecil-sulfato sódico (SDS) para la recuperación de biopolímeros tipo PHAs. Bogotá.

Análisis térmico y reométrico del almidón Termoplástico a base de papa y achira

Omar Hernán Ossa¹
Carolina Caicedo^{1*}
Lina Marcela Crespo¹
Hevert de la Cruz¹
Héctor González¹
Andres Mosquera¹

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: ccaicedo60@misena.edu.co; omar.ossa@sena.edu.co

Modalidad: Póster

Resumen

En este trabajo se presenta la evaluación de algunas propiedades físicas para almidones de papa y achira con glicerol y sorbitol como agentes plastificantes, empleando diferentes concentraciones para el proceso de extrusión doble husillo. Para el estudio se utilizaron técnicas de caracterización como: calorimetría diferencial de barrido, análisis termogravimétrico y análisis reométrico de torque, con el fin de encontrar las mejores propiedades para la elaboración de películas plásticas con propiedades térmicas y reométricas controladas. Los resultados obtenidos en el reómetro de torque mostraron que los almidones mezclados con glicerol, mantienen un comportamiento característico de un material termoplástico estable, mientras que las mezclas de almidón con sorbitol presentaron variación asociadas a ruido en las curvas de torque. Por otro lado, el análisis térmico permitió seleccionar las composiciones más estables considerando la temperatura de degradación frente a la pérdida en peso y disminución de cristalinidad de acuerdo con la entalpía de gelatinización.

Palabras claves: *Plastificantes, Reometrías de torque, análisis térmico, almidón termoplástico.*

Introducción

En los últimos años, los polímeros biodegradables han surgido como una gran alternativa al uso de materiales derivados del petróleo (Akrami, Ghasemi, Azizi, Karrabi, & Seyedabadi, 2016). El gobierno Colombiano a través del ministerio de Medio Ambiente y Desarrollo sostenible emitió la Resolución 0668 del 28 de abril de 2016 que promueve la cultura del no uso de bolsas de tamaño reducido, es pertinente la búsqueda de materiales biodegradables como alternativas a los materiales plásticos convencionales, específicamente en la elaboración de empaques de corta duración. Actualmente existen materiales biopoliméricos obtenidos a partir de almidones, con propiedades idóneas para ser transformados por procesos convencionales lo cual genera ventajas para la sustitución de polímeros



sintéticos debido a su bajo costo y disponibilidad (Mendes, et al, 2016), pero estos productos aun presentan deficiencias en su desempeño como producto final, específicamente en ambientes con alta humedad. La obtención del material, requiere un extrusor de doble husillo para su modificación y por lo tanto obtención de almidones termoplásticos los cuales se consideran como biopolímeros (Quiao, 2012).

Parte Experimental

Materiales

Almidón de papa y achira, proveniente de una industria alimenticia de una fuente local. Glicerina y Sorbitol CAS grado analítico MH laboratorios.

De acuerdo con modelo experimental de mezclas de dos componentes y dos variables de proceso se efectuaron mezclas entre 60% y 70% de almidones y entre 30 y 40% de plastificantes, como se puede observar en la tabla 1.

Nombre	Tipo de Almidon	Almidon fracción	Almidon (g)	Tipo Plastificante	Plastificante fracción	Plastificante (g)
Mezcla 1	PAPA	0,700	52,03	SORBITOL	0,300	22,30
Mezcla 2	PAPA	0,65	48,31	GLICEROL	0,350	26,02
Mezcla 3	ACHIRA	0,625	46,46	GLICEROL	0,375	27,87
Mezcla 4	PAPA	0,6	44,60	GLICEROL	0,400	29,73
Mezcla 5	ACHIRA	0,625	46,46	SORBITOL	0,375	27,87
Mezcla 6	PAPA	0,625	46,46	SORBITOL	0,375	27,87
Mezcla 7	ACHIRA	0,65	48,31	SORBITOL	0,350	26,02
Mezcla 8	ACHIRA	0,675	50,17	SORBITOL	0,325	24,16
Mezcla 9	PAPA	0,6	44,60	SORBITOL	0,400	29,73
Mezcla 10	PAPA	0,625	46,46	GLICEROL	0,375	27,87
Mezcla 11	ACHIRA	0,7	52,03	GLICEROL	0,300	22,30
Mezcla 12	ACHIRA	0,6	44,60	SORBITOL	0,400	29,73
Mezcla 13	PAPA	0,7	52,03	GLICEROL	0,300	22,30
Mezcla 14	ACHIRA	0,65	48,31	GLICEROL	0,350	26,02
Mezcla 15	ACHIRA	0,675	50,17	GLICEROL	0,325	24,16
Mezcla 16	ACHIRA	0,7	52,03	SORBITOL	0,300	22,30
Mezcla 17	PAPA	0,675	50,17	SORBITOL	0,325	24,16
Mezcla 18	PAPA	0,675	50,17	GLICEROL	0,325	24,16
Mezcla 19	PAPA	0,65	48,31	SORBITOL	0,350	26,02
Mezcla 20	ACHIRA	0,6	44,60	GLICEROL	0,400	29,73

Caracterización

Análisis Termogravimétrico y Calorimetría Diferencial de Barrido: Este análisis se realizó en un equipo METTLER TOLEDO TGA/DSC 1, modelo STARe System. En presencia de una atmosfera de nitrógeno para un rango de temperatura desde la temperatura ambiente hasta 300 °C, con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min.

Análisis por Reometría de Torque: Este proceso se realizó en un equipo Polylab OS 7 kW con módulo Haake Rheomix 600 OS, de la marca Thermo Scientific con los siguientes parámetros de trabajo: Rotores Roller, Volumen de llenado 70% de la cámara de 120 cm³. Temperatura de trabajo 130 °C, velocidad de rotación 100 rpm y tiempo de ensayo 10 minutos.

Resultados

Análisis reométrico: Las mezclas con contenido $\geq 35\%$ de sorbitol presentaron incremento irregular de presión y efecto de espumado de forma temporal, se observó separación de los componentes al finalizar el proceso de mezcla en el reómetro. Las Figuras 1A y 1B muestran curvas de Torque (Nm) vs Tiempo (min) del proceso de mezclado efectuado en el Reómetro para las mezclas de los diferentes almidones con sorbitol donde muestran incremento de irregularidad con un torque ruidoso y muy alto, evidenciando baja interacción entre el plastificante con los almidones bajo las condiciones establecidas y dificultad en la minimización del tamaño de partícula. Este fenómeno no ocurre en las muestras procesadas con glicerol, Figuras 1C y 1D.

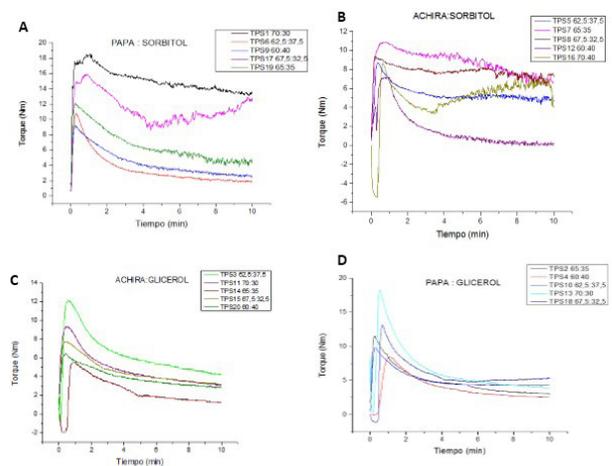


Figura 1. Reograma de las mezclas de almidones y plastificantes: A) Papa-Sorbitol; B) Achira Sorbitol. C) Achira glicerol. D) Papa Glicerol

En general, se puede observar que a medida que incrementa el porcentaje de plastificante el valor de torque disminuye. Asimismo, estos valores de energía requerida para el proceso en muestras de almidón de Papa superaron en promedio el 100% el consumo respecto a las muestras de almidón de achira, siendo el consumo energético directamente proporcional a los valores de torque.

Análisis Térmico: Los resultados obtenidos del análisis térmico se presentan en las Tablas 2 y 3 de los diferentes grupos de muestras almidón:plastificante. Los valores correspondientes a la degradación térmica ($T_{máx}$) del material oscilaron entre 270,9 y 252,4 °C. No obstante, es importante mencionar que la pérdida de masa a la temperatura máxima de degradación antes reportada no favoreció las muestras con mayor cantidad de glicerol en almidón de papa y achira indicadas (*) en

las tablas. Las temperaturas de gelatinización (T_{pg}) se mantuvieron alrededor de 60 °C, mientras que las entalpías (ΔH_g) variaron significativamente entre 4,4 J/g y 19,2 J/g, debido a la interacción que logra el plastificante en el desarrollo de la mezcla. Lo anterior, se puede explicar con el logro alcanzado al destruir la cristalinidad de los sólidos granulares del almidón (Pineda-Gómez, Coral, Arciniegas, Rorales-Rivera & Rodríguez García, 2010); de esta forma las estructuras amorfas presentan menor energías y esto es un buen criterio de selección por que se asocia con la fluencia que deberá presentar el producto termoplástico en la transformación.

Tabla 2. Resultados obtenidos en el TGA y DSC para muestras almidón:glicerol.

MUESTRAS Almidón:Glicerol	$T_{máx}$ (°C)	Pérdida de masa a $T_{máx}$ (%)	T_{pg} (°C)	ΔH (J/g)
Fuente: Papa				
TPS 4 (60:40)	263,6	36,3*	59,5	10,3
TPS 10 (62,5:37,5)	264,3	29,8*	58,4	15
TPS 2 (65:35)	259,2	19,1	56,8	8,2
TPS 18 (67,5:32,5)	259,8	19,2	56,2	19,2
TPS 13 (70:30)	261,1	20,2	59,5	10,5
Fuente: Achira				
TPS 15 (60:40)	263,8	30,4*	61,5	11,8
TPS 3 (62,5:37,5)	265,7	27,3*	65,2	12,4
TPS 14 (65:35)	270,9	29,3*	56,8	14,2
TPS 20 (67,5:32,5)	267,6	30,9*	59,6	17,6
TPS 11 (70:30)	269,3	10,6	63,2	4,4

Tabla 3. Resultados obtenidos en el TGA y DSC para muestras almidón:sorbitol.

MUESTRAS Almidón:Sorbitol	$T_{máx}$ (°C)	Pérdida de masa a $T_{máx}$ (%)	T_{pg}	ΔH (J/g)
Fuente: Papa				
TPS 9 (60:40)	255,6	8,0		12,3
TPS 6 (62,5:37,5)	252,4	8,6		6,7
TPS 19 (65:35)	256,1	8,7		11,3
TPS 17 (67,5:32,5)	263,6	6,9		8,9
TPS 1 (70:30)	256,7	21,8*		13,0
Fuente: Achira				
TPS 12 (60:40)	256,6	5,0		7,1
TPS 5 (62,5:37,5)	268,6	14,3		16,2
TPS 7 (65:35)	268,3	9,1		12,6
TPS 8 (67,5:32,5)	268,2	10,1		8,6
TPS 16 (70:30)	261,3	13,7		6,6

Conclusiones

Los resultados térmicos mostraron ser contundentes para la selección de componentes en el desarrollo de almidón termoplástico, las mezclas almidón:glicerol TPS 2 (65:35) y TPS 11 (70:30); así como, almidón:sorbitol TPS 6 (62,5:37,5), TPS 8 (67,5:32,5), TPS 12 (60:40), TPS 16 (70:30) y TPS 17 (67,5:32,5), evidencian un comportamiento estable y funcional debido a los valores mínimos reflejados en pérdida de masa en la degradación y entalpías en el rango de gelatinización, respectivamente. Por otro lado, al evaluar el comportamiento reométrico de estas muestras se decide eliminar las composiciones TPS 8, TPS 11, TPS 12 y TPS 16 por altos valores en el torque, ruido e irregulares debido a heterogeneidad en la muestra. Se propone realizar análisis mecánicos a las muestras TPS 2, TPS 6 y TPS 17. Finalmente, es necesario realizar proceso de extrusión reactiva para modificar almidón por condensación con ácidos alifáticos que co-ayuden a minimizar interacción con humedad.

Agradecimiento

Este trabajo fue desarrollado gracias al apoyo del Centro Astin, SENA y grupo de investigación en desarrollo de materiales y productos (GIDEMP), así como al departamento de Biotecnología del Tecnoparque Nodo Cali.

Referencias

- Akrami, M., Ghasemi, I., Azizi, H., Karrabi, M., & Seyedabadi, M. (2016). A new approach in compatibilization of the poly (lactic acid)/thermoplastic starch (PLA/TPS) blends. *Carbohydrate polymers*, 144, 254-262.
- Mendes, J. F., Paschoalin, R. T., Carmona, V. B., Neto, A. R. S., Marques, A. C. P., Marconcini, J. M., ... & Oliveira, J. E. (2016). Biodegradable polymer blends based on corn starch and thermoplastic chitosan processed by extrusion. *Carbohydrate polymers*, 137, 452-458.
- Qiao, D., Zou, W., Liu, X., Yu, L., Chen, L., Liu, H., & Zhang, N. (2012). Starch modification using a twin-roll mixer as a reactor. *Starch-Stärke*, 64(10), 821-825.



Pineda-Gómez, P., Coral, D. F., Arciniegas, M. L.,
Rorales-Rivera, A., & Rodríguez García, M.
E. (2010). Papel del agua en la gelatinización

del almidón de maíz: estudio por
calorimetría diferencial de barrido. *Ingeniería
y ciencia*, 6(11).

Caracterización de materias primas de la cadena de suministro de plásticos reciclados

Nadja Marcela Gomez Revelo^{1,2}
Carlos Mario Gomez Acosta¹
Fernando Luna Vera²

¹ Layco S.A.S, Diagonal 21 No TV 30-91, Cali, Colombia.

¹ Grupo de Investigación en desarrollo tecnológico e innovación industrial, Balabs S.A.S, Cali Colombia, director@balabs.co.

Modalidad: Póster

Resumen

Se desarrolló una base de datos a partir de la caracterización de 51 productos plásticos reciclados que componen lotes de materias primas para la fabricación de perfiles plásticos extruidos. La caracterización de cada material plástico se llevó a cabo por medio de espectroscopía Raman y se identificó el tipo de polímero presente en la muestra por medio de la base de datos HR-FT-Raman Polymer Library, restringiendo el número de componentes a dos, las cuales permitieran obtener coincidencias superiores al 80% con el espectro original. La mayoría de los materiales estudiados fueron empaques plásticos post-industriales cuyos componentes primarios resultaron ser 60,78 % polietileno, 25,49 % polipropileno y polietilentereftalato con un 5,88 %. También se encontraron componentes secundarios como poli-isobutil metacrilato y copolímero de etileno/propileno el cual se encontró en proporciones de hasta el 25% en determinados empaques. La base de datos desarrollada puede ser usada como herramienta para separar empaques que contienen resinas de la misma clase, con lo cual se espera mejorar la calidad del producto ya que entre menor sea la mezcla de polímeros incompatibles, implica mejores propiedades mecánicas del producto final.

Palabras claves: reciclaje secundario, extrusión, raman, residuos post-industriales, madera plástica

Introducción

El reciclaje secundario es usado como alternativa a la gestión de residuos plásticos de origen postindustrial y postconsumo. Este tipo de reciclaje usa desechos plásticos para la fabricación de nuevos productos, usualmente conformados por extrusión e inyección. Por ejemplo, listones y perfiles plásticos obtenidos por intrusión en moldes, los cuales pueden ser configurados en multitud de productos como pisos, pérgolas, juegos infantiles etc. A pesar de que este tipo de reciclaje permite usar



mezclas de polímeros para ser procesados, es claro que la calidad de los productos plásticos reciclados está en parte determinada por la pureza de la materia prima que se usa para su fabricación. Por ejemplo, cuando se usan mezclas de polímeros no se puede garantizar la plastificación de todos los componentes en un único y estandarizado rango de temperaturas. Esto hace que con frecuencia aumente el uso de energía para lograr las temperaturas que pongan a la masa de trabajo en un correcto estado de fluidez. Así mismo, durante el enfriamiento, el comportamiento de una mezcla de polímeros tiende a ser heterogéneo presentándose por ejemplo cristalización de ciertos polímeros dentro de fases de otros que aún permanecen en estado fluido. Por lo tanto, es importante poder lograr una separación eficiente de las materias primas usadas para la fabricación de productos plásticos reciclados, de forma que se pueda garantizar que en las mezclas de trabajo se obtiene una misma familia de polímeros, aunque provenientes de diversas fuentes, como empaques y películas flexibles. En este trabajo se describe el proceso de generación de una base de datos que reúne los resultados de caracterizar parte del efluente de residuos plásticos post-industriales que se usan como materia prima para procesos de transformación en una empresa dedicada a la fabricación de productos como estibas plásticas para piso, rack, extrafuertes, entre otros. La base de datos pretende ser una herramienta para la eficiente selección de materiales poliméricos de la misma clase, antes del proceso de aglutinación, el cual alimenta directamente los procesos de conformación de productos plásticos. (Vilaplana & Karlsson, 2008)

Parte Experimental

Muestreo de Materiales

Se tomaron muestras de empaques y películas usados para el proceso de aglutinado directamente de la zona de descarga de material. Se realizó un muestreo durante 5 días y durante los turnos de mañana y tarde hasta completar un total de 51 muestras.

Análisis por medio de espectroscopía raman

Cada muestra fue cortada en el tamaño adecuado para ser analizada por medio de espectroscopía raman (Thermo Scientific DRX), usando un láser 700 nm y tiempo de muestreo de 20 segundos. Cada uno de los espectros producidos fueron cotejados con la base de datos HR-

FT raman Polymer library con el objeto de identificar los componentes de cada espectro. Se uso como criterio de selección de componentes que la suma de éstos explicara al menos el 80% del espectro original y que el número de componentes no fuera superior a 3.

Configuración de la base de datos

Con los espectros colectados, el estimado de composición y registro fotográfico de cada muestra, se construyó una base de datos en el software Excel™, sobre la cual se puede tener acceso a toda la información de cada una de las 51 muestras colectadas.

Resultados y discusiones

Los resultados obtenidos de registro gráfico de cada muestra, espectro raman y estimado de la composición permitieron obtener la base de datos desde la cual el encargado del proceso de aglutinación puede tomar la decisión sobre cuáles materiales en existencia en la bodega de almacenaje de materias primas, pueden mezclarse entre sí para evitar la mezcla entre polímeros incompatibles tales como PE y PP. La Figura 1 muestra la interfase gráfica de la base de datos. Se aprecia que un hipervínculo en el nombre de la muestra arroja una fotografía del mismo, de esta forma un operario por ejemplo, puede identificar claramente el empaque. En la misma fila de cada muestra se encuentra el valor de % de coincidencia del espectro y los materiales con mayor probabilidad de componer mayoritariamente la muestra. En el extremo derecho se puede acceder directamente a un registro correspondiente al espectro raman de la muestra.

Muestra	Espectro	Coincidencia	Composición (Ensayo RAMAN)				Información Soporte
			Material 1	%	Material 2	%	
Agropi		78.97	Poliétileno Densado	73.83	Polipropileno Isotáctico	26.17	Espectro
Artinas		85.16	Poliétileno	75.09	Copolímero de Etileno/Propileno	24.91	Espectro
Blendy		85.21	Poliétileno	50.51	Copolímero de Etileno/EI Acrylate	48.09	Espectro
Bolsa Plástica Transparente		82.87	Poliétileno	76.47	Copolímero de Etileno/Propileno	23.53	Espectro
Brillamental		87.69	Poliétileno	49.08	Copolímero de Etileno/EI Acrylate	50.92	Espectro
Biscuites Kids		88.27	Poliétileno	74.75	Copolímero de Etileno/Propileno	25.25	Espectro
Cafénil		89.6	Poliétileno	80.54	Copolímero de Etileno/Propileno	19.46	Espectro
Colgate		87.37	Poliétileno	83.47	Copolímero de Etileno/Propileno	16.53	Espectro
Concaozzi		79.98	Polipropileno Isotáctico	100			Espectro
Corbatón			hérico	100			Espectro
Costal			hérico	100			Espectro
Doble Arropa			hérico	100			Espectro
Doble Arropa Blanco			hérico	82.1	Copolímero de Butil Metacrilato/Isobutil Metacrilato	17.9	Espectro
Doble Arropa			hérico	100			Espectro
Fortiflex			hérico	79.17	Copolímero de Etileno/Propileno	20.83	Espectro
Globolam				64.43	Polipropileno		Espectro
Incauca Light Azul				82.75	N/A		Espectro
Incauca Light Blanco				83.93	N/A		Espectro

Figura 1. Interfase gráfica de base de datos desarrollada.

Esta metodología de caracterización permitió tener una aproximación al tipo de resinas que llegan como materias primas al proceso de conformación de listones de madera

Plástica. Los resultados mostraron que los componentes primarios en todos los empaques estudiados, corresponden principalmente a polietileno (PE) y polipropileno (PP) con pequeños porcentajes de PET, como se muestra en la Figura 2.

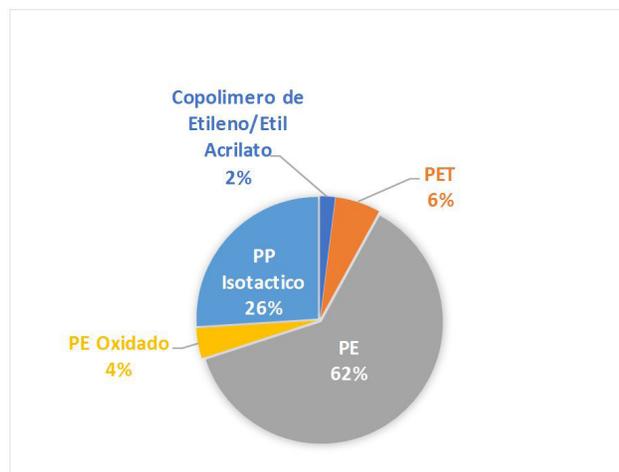


Figura 2. Composición porcentual de polímeros presentes en empaques usados como materias primas en proceso de aglutinado.

También se encontró que existen componentes secundarios los cuales están asociados con aditivos usados como compatibilizantes entre polímeros, por ejemplo, el copolímero etileno/propileno que representa el 30% de esta fracción secundaria, copolímeros de alcohol vinílico/butiral, y butil metacrilato/ isobutil metacrilato quienes en conjunto representan el 20% de la misma fracción secundaria.

Conclusiones

Se desarrolló una base de datos que sirve como herramienta de decisión para la planta de producción de esta empresa, por medio de la cual en el proceso de aglutinado se pueden tomar decisiones informadas acerca de cuáles empaques mezclar, de forma que combine aquellos que pertenecen exclusivamente a una única familia de polímeros. El análisis de la composición del flujo de materiales que llega comomateria prima al proceso de reciclado permitió esclarecer que la gran mayoría (62%) corresponde con polietilenos y polipropilenos (26%).

Agradecimientos

Agradecemos a la red Tecnoparque nodo Cali y al SENA por la colaboración y apoyo.

Referencias.

- Vilaplana, F., & Karlsson, S. (2008). *Macromol. Mater. Eng.* 4/2008. *Macromolecular Materials And Engineering*, 293(4), 249-249. doi: <http://dx.doi.org/10.1002/mame.200890006>



Conservación de uchuva (PHYSALIS PERUVIANA) mediante la aplicación de un recubrimiento a base de Quistosano y Aloe Vera, utilizando el métodos de aspersión

Ana Muñoz¹
Angie Barbosa²
Daniela Bustos³
Yenifer Ramirez⁴
Yesenia Vásquez⁵
Jaqueline García⁶
Marcelo guancha⁷
Kamel Hernández⁸
Kevin Buchelli⁹
Flor Navia¹⁰
Yenifer Narvaez¹¹

¹ Servicio Nacional de Aprendizaje (SENA), Centro de Asistencia Técnica a la Industria (ASTIN), Complejo Salomia, Calle 52 N° 2 Bis - 15 Salomia, Cali, Colombia. Correo: jrgarcia75@misena.edu.co

Modalidad: Video

Resumen

El fin principal de esta investigación fue determinar la vida útil de la uchuva por efecto de la aplicación de un recubrimiento a base de quitosano y aloe vera utilizando el método de aspersión. Se empleó la Norma Técnica Colombiana (NTC 4580) como base para comparar las características físicas de las uchuvas, teniendo como indicadores de deterioro: la pérdida de peso, carotenoides totales e índice de color. Las condiciones de almacenamiento bajo las cuales se mantuvieron las muestras evaluadas fueron dos: bajo refrigeración (4°C) y a temperatura ambiente de la ciudad de Cali (28°C), durante un periodo de 21 y 6 días, respectivamente. La evaluación se realizó mediante cuatro muestreos para cada temperatura y los resultados obtenidos se usaron para definir la cinética de deterioro. Otras variables evaluadas como pH, acidez e índice de madurez no mostraron variaciones significativas a un nivel de significancia $p < 0,05$. Finalmente, el modelamiento cinético para la pérdida de peso presentó un incremento de 1 día para las muestras almacenadas a temperatura ambiente y de 2 días para las muestras refrigeradas a 4°C.

Palabras claves: Recubrimiento; vida útil; uchuva; aloe vera; quitosano.

Introducción

La uchuva (*Physalis peruviana* L.) es una fruta tropical nativa de la región andina, se caracteriza porque sus frutos están envueltos por un cáliz o capacho (Caballero, Ortiz, Maldonado, & Rivera, 2011), Es una de las frutas exóticas más prometedoras debido a su composición nutricional; esta se exporta en fresco a Europa con el cáliz debido a que este incrementa su vida útil (Carvalho, Villaño, Moreno,

Serrano & Valero, 2015), sin embargo, el cáliz dificulta su transporte, manipulación, conteo y exhibición (Balaguera-Lopez, Martínez & Herrera-Arévalo, 2014). En Colombia y EE.UU se comercializa el fruto sin el cáliz lo que genera una disminución del periodo de vida útil debido a que se acelera el proceso de maduración, la producción de etileno, pérdida de peso y se incrementa el índice de madurez (Balaguera-Lopez, Martínez & Herrera-Arévalo, 2014). Se hace necesario buscar alternativas que permitan reducir los procesos de degradación para incrementar la vida útil y favorecer la comercialización; una de ellas es la aplicación de recubrimientos sobre la superficie de las frutas, los cuales proporcionan una barrera que permite disminuir la velocidad de intercambio de oxígeno, dióxido de carbono y agua, así como la protección contra agentes microbianos (Andrade, Skurtys & Osorio, 2012).

En este trabajo se usó el quitosano como alternativa para obtener recubrimientos debido a sus propiedades antifúngicas y antimicrobianas, su característica de ser comestible y su perfil no tóxico. Los recubrimientos de quitosano tienen una permeabilidad selectiva a los gases (CO_2 y O_2) y una alta permeabilidad al vapor de agua, lo que limita su uso en alimentos con alto contenido de humedad (Elsabee & Abdou, 2013). Para mejorar las propiedades de barrera de recubrimientos a base de quitosano, generalmente se utiliza en mezcla con otros hidrocoloides como los constituyentes del gel de *Áloe vera* (Sepulcre, Benítez, Achaerandio & Pujol, 2015).

El desempeño del recubrimiento depende de su espesor y homogeneidad, razón por la cual el método de aspersión es la técnica más adecuada, ya que permite una distribución uniforme de la solución sobre la superficie del alimento y un control del espesor (Andrade, Skurtys & Osorio, 2012).

Es así como en este trabajo se evaluó el efecto del uso de recubrimiento de quitosano y *Áloe vera* como se observa en la Figura 1 aplicado por el método de aspersión, sobre el cambio de color, carotenoides totales, pH, acidez total, contenido de sólidos solubles y pérdida de peso en uchuva durante el almacenamiento a temperatura ambiente ($\text{TA} \sim 28^\circ\text{C}$) y en refrigeración (4°C).

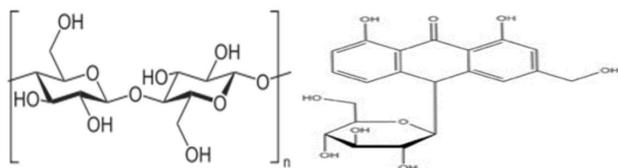


Figura 1. Estructura quitosano (derecha) y *Áloe vera* (izquierda)

Parte Experimental

Se utilizó quitosano comercial, gel mucilaginoso extraído la penca de sábila (*Aloe barbadensis miller*) adquiridos en un supermercado, las cuales se lavaron y desinfectaron con hipoclorito de sodio (100 mg/L) y se estabilizó. Se utilizó glicerol como plastificante y vinagre grado alimenticio. La uchuva (*Physalis peruviana l.*) evaluada presentó diámetro aproximado de 2,5 cm (con peso entre 4 a 5 g) obtenida de una finca del municipio de Silvia (Cauca), estas se desinfectaron con hipoclorito de sodio (100 mg/L) y se lavaron con agua destilada, procediendo a su secado a TA y se almacenaron a 4°C y TA de Cali.

Para cada ensayo se seleccionaron lotes de 400 uchuvas. A 200 unidades se les aplicó el recubrimiento con un aerógrafo metálico previamente esterilizado acoplado a un compresor de aire, el tamaño de la boquilla fue de 0,5mm, y se mantuvo una distancia aproximada de 40 cm entre la boquilla y el producto, quedando las restantes (200 unidades como control – sin recubrimiento). Las muestras se almacenaron en bandejas, cada una con 25 unidades. Se llevaron a refrigeración y se mantuvieron almacenadas durante 21 días a 4°C , la misma cantidad (CR y SR) se dejó almacenada a 28°C (temperatura promedio de la ciudad de Cali) durante 8 días. Los parámetros fisicoquímicos se determinaron cada 7 días para las muestras refrigeradas, cada 2 días para las muestras almacenadas a temperatura ambiente. La pérdida de peso se realizó mediante el uso de una balanza analítica, el contenido de carotenoides con un espectrofotómetro UV-vis, para los parámetros de color un colorímetro Minolta CR-400, los sólidos solubles con un refractómetro digital Atago PR-101 y el pH con un pHmetro de mesa.

Resultados y discusiones

Dentro de los resultados más relevante se encontró que el pH, %Acidez, $^\circ\text{Brix}$ e IM no se mostraron diferencias significativas a ($P < 0,05$) durante el almacenamiento y no se observaron diferencias entre los tratamientos (CR y SR). Es decir que el recubrimiento no es un factor que influye sobre el pH, acidez, $^\circ\text{Brix}$ e IM.

El modelamiento cinético se realizó con el porcentaje de pérdida de peso, carotenoides totales e índice de color (IC). Para determinar el modelo cinético de cada uno de los parámetros de estudio, se evaluaron modelos de cero, primero y segundo orden. Con respecto al porcentaje de



pérdida de peso no se observaron cambios a un nivel de significancia de $p < 0,05$ durante el almacenamiento CR y SR a las dos temperaturas de estudio. Sin embargo, los resultados revelan velocidades superiores de pérdida de peso para las muestras sin recubrimiento. En la Figura 2 se muestran los resultados del modelamiento cinético de orden cero es el que mejor se ajusta a los datos debido a que presenta los coeficientes de regresión más altos ($R^2 > 0,90$), es decir que presenta una velocidad de pérdida de peso constante.

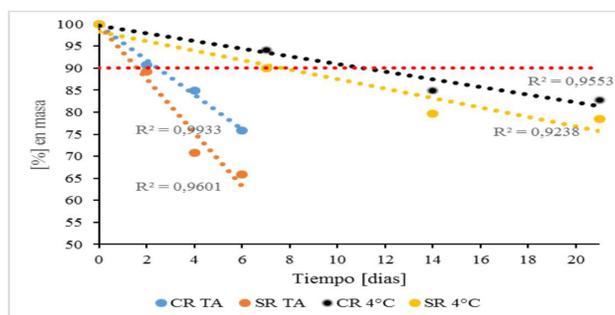


Figura 2. Variación de pérdida de peso en el tiempo para uchuva

De acuerdo con lo reportado por Pinzón y colaboradores cuando las muestras superan pérdidas mayores o iguales al 10% del peso desaparece la frescura de frutas y verduras (Pinzón, Reyes, Álvarez-herrera, Leguizamo & Joya, 2015). En la Figura 1 el almacenamiento a 4°C favoreció el incremento de la vida útil de las uchuvas ya que el rango aceptable se mantiene por mayor tiempo en comparación con las muestras almacenadas a TA. Además, es evidente el efecto del recubrimiento dado que el rango aceptable se incrementa para las dos temperaturas de estudio. En la Tabla 1 se muestran los resultados de los parámetros del modelamiento cinético para el factor de pérdida de peso.

Tabla 1. Resultados modelamiento cinético de pérdida de peso

Tratamiento		R ²	K	Tiempo [días]
TA	CR	0,993	-3,910	2,6
	SR	0,960	-6,049	1,7
4°C	CR	0,955	-0,871	11,5
	SR	0,924	-1,071	9,3

De la misma manera en las tablas 2 y 3 se observan los resultados obtenidos para los parámetros de Contenido de carotenoides e Índice de Color.

Tabla 2. Parámetros modelamiento cinético carotenoides totales

Tratamiento		R ²	K	Tiempo [días]
TA	CR	1,0000	26,74	1,30
	SR	1,0000	34,63	1,00
4°C	CR	0,9998	1,28	27,19
	SR	0,8238	2,48	13,97

Tabla 3. Parámetros modelamiento cinético IC

Tratamiento		R ²	K	Tiempo [días]
TA	CR	0,9783	3,227	4,03
	SR	1,0000	6,419	2,03
4°C	CR	0,9998	0,715	18,19
	SR	0,8238	4,293	3,03

Conclusiones

La aplicación de recubrimiento a base de quitosano y áloe vera en uchuva en las condiciones de este trabajo, permite incrementar la conservación de carotenoides totales, el IC y reduce la velocidad de pérdida de peso, estos parámetros se pueden modelar a través de una cinética de orden cero.

Dentro de las variables críticas para determinar el tiempo de vida útil en uchuva se encuentra la pérdida de peso ya que de acuerdo con los resultados de este trabajo se observa que una pérdida del 10% en peso indica no aceptabilidad del producto, aunque las variables como carotenoides totales e índice de color se mantengan en los rangos establecidos.

Las propiedades de PH, °Brix, acidez, IM evaluadas no muestran diferencias significativas entre los frutos con y sin recubrimiento, por tanto no se recomienda usarlas para evaluar la incidencia del recubrimiento en frutos como la uchuva.

Los resultados del modelamiento cinético no son concluyentes por lo que se recomienda para Posteriores investigaciones incrementar el número de mediciones y garantizar mayor homogeneidad de las muestras a evaluar.

Agradecimientos

Este trabajo se desarrolló gracias al apoyo del Centro Astin-SENA, al Grupo de Investigación en Desarrollo de Materiales y Productos (GIDEMP) especialmente a

Carolina Caicedo y al Laboratorio de Frutas y Hortalizas de la facultad de Ingeniería y Administración de la Universidad Nacional de Colombia – Sede Palmira por facilitarnos la realización de los ensayos colorimétricos.

Referencias

- Andrade, R. D., Skurtys, O., & Osorio, F. A. (2012). Atomizing Spray Systems for Application of Edible Coatings. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 11, 323–337. doi: <https://doi.org/10.1111/j.1541-4337.2012.00186.x>
- Balaguera-López, H. E., Martínez, C. A., & Herrera-Arévalo, A. (2014). Papel del cáliz en el comportamiento poscosecha de frutos de uchuva (*Physalis peruviana* L.) ecotipo Colombia. *Revista Colombiana de Ciencias Hortícolas*, 8(2), 181–191. doi: <https://doi.org/10.17584/rcch.2014v8i2.3212>
- Caballero P, L.A., Ortiz G, L., Maldonado O, Y.& Rivera, M.E. (2011). Valoración de las características físicas de la uchuva (*Physalis peruviana* L.) comercializada en el municipio de Pamplona. *Alimentech Ciencia y Tecnología Alimentaria*, 9(1), 49–55.
- Carvalho, C. P., Villaño, D., Moreno, D., Serrano, M., & Valero, D. (2015). Alginate Edible Coating and Cold Storage for Improving the Physicochemical Quality of Cape Gooseberry (*Physalis Peruviana* L.). *Journal of Food Science and Nutrition*, 1(1), 7.
- Elsabee, M. Z., & Abdou, E. S. (2013). Chitosan based edible films and coatings : A review. *Materials Science & Engineering C*, 33(4), 1819–1841. doi: <https://doi.org/10.1016/j.msec.2013.01.010>
- Pinzón, E. H., Reyes, A. J., Álvarez-herrera, J. G., Leguizamo, M. F., & Joya, J. G. (2015). Comportamiento del fruto de uchuva (*Physalis peruviana* L), bajo diferentes temperaturas de almacenamiento. *Revista de Ciencias Agrícolas*, 32(2), 26–35.
- Sepulcre, F., Benítez, S., Achaerandio, I., & Pujol, M. (2015). LWT - Food Science and Technology Aloe vera as an alternative to traditional edible coatings used in fresh-cut fruits : A case of study with kiwifruit slices. *LWT - Food Science and Technology*, 61, 184–193. doi: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.11.036>



Normativa para materiales compostables según los estándares Internacionales

Catalina Álvarez Ramírez¹

¹ Colombiana, Especialista. Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho, Medellín, Colombia. Correo: calvarez@icipc.org

Modalidad: Comunicación Oral

Para ponernos en contexto, se recordarán algunas definiciones:

Biodegradación: Descomposición causada por una actividad biológica, bajo condiciones ambientales específicas y que causa un cambio significativo de la estructura química de un material y dando como resultado la producción de biomasa, dióxido de carbono y agua entre otros.

Plástico biodegradable: Un plástico degradable bajo condiciones ambientales específicas, en las cuales la degradación resulta de la acción de micro-organismos que ocurren naturalmente, tales como bacterias, hongos, y algas. (ASTM D6400-12).

El concepto de biodegradabilidad, en términos prácticos, es muy general. Si bien un material puede ser biodegradado, las condiciones físicas y ambientales idóneas no se dan necesariamente en un período de tiempo igual, aceptable y útil. Es decir que la conversión en sus elementos básicos idóneamente debe ocurrir en un período de tiempo que minimice su impacto en el ambiente y bajo condiciones controladas. A esto se le llama compostabilidad.

Plásticos oxo-degradables: Esta es una clase de plásticos que contienen aditivos degradantes, por la acción de la temperatura, la luz y/o esfuerzos mecánicos. Estos aditivos se basan en catalizadores químicos que contienen metales de transición tales como cobalto, manganeso, hierro, etc., o materiales orgánicos, que pueden causar fragmentación como resultado de una oxidación química de las cadenas poliméricas de los polímeros desencadenada por irradiación ultravioleta o exposición al calor.

Plástico biobasado: El término “biobasado” significa que el material o producto es (en parte) derivado de la biomasa (plantas). La biomasa utilizada para los bioplásticos proviene del maíz, la caña de azúcar o la celulosa.

Compostaje: Un proceso gestionado que controla la descomposición biológica y la transformación de materiales biodegradables para producir *compost*: aquel material

orgánico con contenidos limitados de materia inorgánica que puede utilizarse como abono (ASTM D6400–12).

Plástico compostable: Plástico que sufre degradación por procesos biológicos durante el compostaje para producir dióxido de carbono, agua, compuestos inorgánicos, y biomasa a una velocidad consistente con otros materiales compostables conocidos y sin dejar residuos visibles, distinguibles o tóxicos.(ASTM D6400–12).

Normatividad

Los estándares empleados para para medir la biodegradabilidad y la compostabilidad de un material plásticos son:

ASTM D6400–12: Especificación estandarizada para plásticos compostables.

EN 13432-2000: Requerimientos para empaques recuperables a través de compostaje y biogradación.

ISO 17088:2012: Especificaciones para plásticos compostables

El producto terminado debe ser analizado en la misma forma en que va a ser empleado.

Los plásticos que cumplen con estas regulaciones tienen las siguientes características (ASTM D6400–12):

Desintegración (Degradación Física): Se desintegran rápidamente durante los procesos de compostaje, por lo que no se encontrarán grandes fragmentos plásticos al final del proceso y permiten la bio-asimilación y el crecimiento microbiano; al cabo de 12 semanas, el 90 % de los fragmentos debe ser menor a 2 mm. El ensayo se realiza de acuerdo a las Normas ISO 16929 (a escala piloto) o ISO 20200 (simulada en laboratorio).

Biodegradación Inherente (Degradación Química): El 90% del Carbono orgánico de todo el artículo o de cada componente orgánico, que está presente en el material en una concentración superior al 1% (en masa seca), se convertirá en CO₂ al final del período de prueba: máximo

180 días y empleando los métodos de ensayo ASTM D5338, ISO 14855-1 o ISO 14855-2.

Ecotoxicidad (Efecto en las plantas): Los ensayos de ecotoxicidad incluyen dos pruebas sobre 2 tipos de plantas diferentes en las que se compara la germinación y el crecimiento de la planta entre el blanco de compost (control) y compost que contenga a la muestra. La velocidad de germinación no debe ser menor al 90% comparada con el control, el ensayo se realiza bajo las directrices 208 OECD y el Anexo E de la EN 13432.

Características Químicas: El plástico o producto deberá tener concentraciones de metales pesados (Cu, Zn, Ni, Cd, Pb, Hg, Cr, Mo, Se, As) inferiores al 50% de las prescritas para compost en el país donde se vende el producto.

Conclusiones

Los bioplásticos tienen un gran potencial para contribuir a la recuperación de materiales, la reducción de vertederos y el uso de recursos renovables. La concienciación pública generalizada sobre estos materiales y la infraestructura eficaz para el control riguroso de la certificación, la recolección, la separación y el compostaje serán cruciales para obtener estos beneficios en su totalidad.

Las aplicaciones de los bioplásticos son muy variadas, pues tienen un amplio uso en agricultura, horticultura, textiles, dispositivos médicos, etc., y principalmente en el segmento de empaques: flexibles, rígidos, termoformados, etc.

Referencias

ASTM D6400–12: Especificación estandarizada para plásticos compostables.

E. Bioplastics, “What are bioplastics?,” 2016.



Tendencias ambientales y económicas de los plásticos Bio - basados

Aura Elvira Narváez Agudelo¹
Nidia Karina Mora Londoño²

Modalidad: Comunicación Oral

El contexto de la temática inicia con una breve definición sobre los materiales biodegradables y No biodegradables y el ciclo de vida de estos materiales: iniciando por el material natural, luego pasa a un tratamiento para extraer el almidón y celulosa, después de un proceso intermedio se obtiene el material con el que se fabrican los productos terminados, al finalizar su propósito como contenedores pasan al proceso de compostaje o reciclaje, según la característica del material.

Tendencias ambientales de los plásticos Bio basados (Tecnología del plástico, 2017)

. Contribuye al crecimiento de la economía agrícola, impulsando el uso de materiales y partes de los productos agrícolas no alimenticios. Cada vez resultaran más regulaciones políticas y legales exigiendo un menor consumo de empaques y envases que no sean amigables con el medio ambiente.

. Se incrementará el uso de PET Bio basado, actualmente se está utilizando un 30% de material bio basado, al año 2020 se estima que las botellas contarán con un 75% de PET Bio basado y al 2022 serán fabricadas con un 95% de PET Bio basado.

. Quizás otorgue a las empresas la disminución del pago de impuesto sobre la generación de carbono.

. Un mayor número de empresas en el uso de empaques y envases a partir de base biológica (Danone, L'Oreal Paris, Nestlé, Grupo Phoenix, Colgate Palmolive, Avianca, Coca-Cola, Heinz).

. Se convertirá en una estrategia de marca para atraer consumidores que comparten esta ideología.

. Exploración de usos y aplicaciones para agregar valor a productos que ahora existen y desarrollar nuevos fármacos, alimentos o combustibles.

¹ Colombiana, MSc., Universidad Autónoma de Occidente. Subdirectora Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria (ASTIN), Servicio Nacional de Aprendizaje (SENA), Complejo Salomia, Calle 52 N° 2 Bis - 15 Salomia, Cali, Colombia. Correo: aenarvaez@sena.edu.co.

² Colombiana, Esp., Universidad del Valle. Profesional en Vigilancia Tecnológica. Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria (ASTIN), Servicio Nacional de Aprendizaje (SENA), Complejo Salomia, Calle 52 N° 2 Bis - 15 Salomia, Cali, Colombia. Correo: nkmmoral@misena.edu.co.

Tendencias Económicas de los plásticos Bio basados

La capacidad de la producción mundial de bioplásticos para el 2019 será de 7,85 millones de toneladas, distribuidos mayormente en bio basados no biodegradables ver **Figura 1** (Aeschelmann & Carus, 2015).

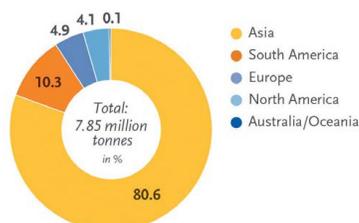


Figura 1. Producción global de Bioplásticos por regiones para el 2019
Fuente: bio-based.eu. Agosto 2017

Por regiones, Asia será el mayor productor de bioplásticos con una participación del 80,6%, seguido de Sur América **Figura 2**.

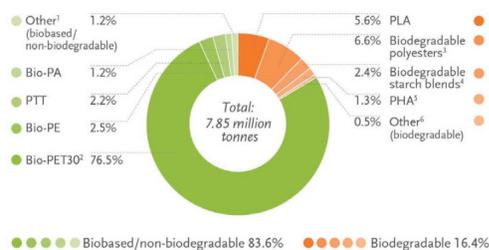


Figura 2. Capacidad de producción al 2019
Fuente: bio-based.eu. Agosto 2017

Por segmentos de mercado, la capacidad de producción en toneladas para el 2019 de estos materiales, serán utilizados mayormente en empaques rígidos (5.878 ton.), seguidos de los flexibles (587 ton.), los textiles (560 ton), transporte y autopartes (378 ton) (Aeschelmann & Carus, 2015).

Se estima que para el año 2020 la participación porcentual de los Polímeros biobasados tendrá una mayor participación en (Aeschelmann & Carus, 2015):

Empaques rígidos (industria, alimentos y servicios) 40%
Bienes de consumo 16%, transporte y automóviles 13%, edificios y construcciones 11%, textiles 9%, empaques flexibles 6%.

En Colombia se ha trabajado en la obtención de biopolímeros a partir de fibras naturales: fique, piña, guadua, bagazo de caña, cascarilla de arroz, madera, estopa de coco, plátano y algunos almidones como la yuca y maíz (Valero-Valdivieso, Ortegón, & Uscategui, 2013).

La aplicación de estos materiales en Colombia se da principalmente en: Industria Automotriz, Empaques,

Manufactura aditiva, Deposición en sustratos metálicos y Construcción.

Conclusiones

. Culturalmente apropiarse de los conceptos: Plásticos biobasados, compostables, biodegradables, ecoamigables.

. Educativo: El SENA debe fortalecer la investigación en materiales biobasados y crear, con las universidades, programas de formación con este enfoque (Ejemplo: Análisis de Biomateriales para la Industria).

. Industrial: Conocer los esfuerzos de países como Brasil y México, que han logrado avanzar en la producción a escala industrial (Braskem), y así aumentar su capacidad productiva.

Otras conclusiones generales del conversatorio:

Se recomienda trabajar en la fabricación de materiales amigables con el medio ambiente pero que sean biodegradables principalmente, puesto que el tema de biocompostable no es un concepto muy maduro en Colombia.

No existen una cultura en la sociedad que garantice una adecuada disposición final de los productos biodegradables y biocompostables.

Los grandes fabricantes de materiales biopoliméricos le apuestan a materiales que puedan ser reutilizables.

Aun no existe una política clara sobre el rotulado de envases y empaques con característica biopoliméricos y biocompuestos.

Bibliografía

Valero-Valdivieso, M. F., Ortegón, y., & Uscategui, y. (2013). biopolímeros: avances y perspectivas. *dyna*, 171-180.

Aeschelmann, F., & Carus, M. (2015). *Bio based building and Polymers in the World: capacities, production*. Hurth, Germany: Nova institut GmbH.

Tecnología del plástico. (20 de Febrero de 2017). *temas*. Obtenido de Tecnología del plástico: <http://www.plastico.com/temas/A-pesar-de-dificiles-condiciones-del-mercado,-crece-produccion-de-polimeros-biobasados+118193?idioma=en>



Obtención de bioaceite vía pirólisis de *Saccharum Officinarum* y evaluación de contenido de compuestos fenólicos como materia prima para resinas fenol-formaldehído

Modalidad: Comunicación Oral

Natalia Afanasjeva¹
Luis Carlos Castillo²
José Hipólito Isaza³

Resumen

La conversión térmica de la biomasa residual está recibiendo cada día más la atención de investigadores en todo el mundo en calidad de una forma alternativa de obtener combustibles líquidos y gaseosos, pero también con la opción de usar el bioaceite en la síntesis química, como fuente de compuestos fenólicos naturales para la elaboración de resinas fenol-formaldehído y además materia prima de compuestos con actividades bioactivas como la capacidad antioxidante. En este trabajo se realizó el proceso de pirólisis lenta a bajas temperaturas a varios tipos de bagazo de caña colombiana, de las cuales se obtuvieron las fracciones de bioaceite, biogás y biocoque. Las muestras fueron analizadas por TGA, CG, UV-Vis, IR-TF, GC-MS, además se determinó el contenido de fenoles totales por el método de Folin-Ciocalteu y su capacidad captadora de radicales libres DPPH. Se evaluó la obtención de resinas fenólicas.

Palabras claves: *Actividad antioxidante, bioaceite, biofenoles, CG-EM, Saccharum Officinarum, pirólisis, IR-TF, Uv-vis.*

Introducción

La caña de azúcar, *Saccharum Officinarum*, se cultiva en todo el mundo y ha sido considerada como una de las plantas más significativas en la economía agrícola, además de ser una materia prima muy prometedora para la recuperación de sustancias bioactivas (Jose,2015). El principal subproducto de la industria de la caña de azúcar es el bagazo, la producción estimada es de 9 millones de toneladas por año en los ingenios colombianos (Quiroz, 2016). Con el fin de crear un valor agregado para el exceso de subproducto, se han realizado varios estudios, como la conversión de bagazo en productos útiles, tales como

¹ Universidad del Valle, Facultad de Ciencias Naturales y Exactas, Departamento de Química, Cali, Colombia, Grupo de Investigación en contaminación ambiental por metales y pesticidas (GICAMP). Correo: natalia.afanasjeva@correounivalle.edu.co

² Universidad del Valle, Facultad de Ciencias Naturales y Exactas, Departamento de Química, Cali, Colombia, Grupo de Investigación en contaminación ambiental por metales y pesticidas (GICAMP). Correo: luis.castillo.araujo@correounivalle.edu.co

³ Universidad del Valle, Facultad de Ciencias Naturales y Exactas, Departamento de Química, Cali, Colombia. Grupo de Investigación en productos naturales(GIPNA) Correo: jose.isaza@correounivalle.edu.co

combustible (Afanasjeva, 2012) y carbón activado por medio del proceso de pirólisis (Piskorz, 1998).

La pirólisis es una de las tecnologías más usadas para la conversión térmica de materia orgánica en otras formas de energía o en derivados químicos de una manera económica y eco-amigable en el concepto de bio-refinería. Los bioaceites o fracciones líquidas derivados de la pirólisis de biomasa tienen un alto contenido de compuestos oxigenados, se reportan más de 400 diferentes compuestos entre los cuales se encuentran ácidos, cetonas, furanos, azúcares y fenoles, los cuales pueden presentar actividades biológicas muy importantes como antifúngicas, antioxidantes, (Islam, 2010) etc. Los compuestos fenólicos o polifenoles constituyen un amplio grupo de sustancias químicas, con diferentes estructuras y propiedades químicas y actividad biológica, englobando más de 8.000 compuestos distintos.

Los compuestos fenólicos incluyendo flavonoides y ácidos fenólicos y se encuentran entre las sustancias bioactivas más potentes y útiles terapéuticamente proporcionando beneficios para la salud asociados con un menor riesgo de enfermedades crónicas y degenerativas. Muchos de estos efectos se atribuyen a la actividad antioxidante a los compuestos polifenólicos de origen vegetal y el bloqueo o eliminación de radicales libres (Amarowicz, 2010).

Parte experimental

El proceso de pirólisis las muestras de bagazo de caña procedentes de los departamentos de Valle del Cauca, Cauca y Santander se realizó a varias temperaturas en un reactor tipo batch del laboratorio de "Química de las fracciones pesadas" de la Universidad del Valle. Se utilizó de bagazo seco y molido, y el gas de N₂ como medio inerte. Las muestras de extractos polares de *Saccharum Officinarum* fueron analizadas por GC-MS y se encontró la presencia de más de 243 compuestos individuales. Para determinar la temperatura de pirólisis se realizó el análisis térmico (TGA) a las muestras de bagazo. La mayor pérdida de masa de los bagazos de caña ocurre a las temperaturas desde ~325°C hasta 420°C.

Las muestras de bioaceite fueron analizadas por UV-Vis, IR-TF, GC-MS.

El contenido fenólico total de cada muestra de bioaceite, se determinó usando el método de Folin-Ciocalteu

descrito por (Isaza et al, 2005) con algunas modificaciones. Se utilizó ácido gálico (AG) como compuesto estándar. Brevemente, las muestras de bioaceite fueron diluidas en agua (1/100). La solución de lectura se preparó con 1 mL de cada dilución anterior, donde se mezclaron con 0,8 mL del reactivo de Folin-Ciocalteu y 0,2 mL de Na₂CO₃ 20% aforando con agua destilada a un balón de 10 mL. Las soluciones se dejaron en reposo por 90 minutos en oscuridad y se midieron la absorbancia en el espectro UV-vis a la longitud de onda de 621 nm frente a un blanco preparado de la misma manera (Figura 2). Los resultados se expresaron como mg equivalentes de AG (EAG) sobre cantidad en gramos de bagazo de caña seco.

La capacidad de captación del radical DPPH de cada muestra de bioaceite se determinó utilizando el método descrito por (Wang, 2011) con algunas modificaciones. El reactivo DPPH se disolvió en 100 ml de etanol para hacer la solución madre de DPPH (2 mM). A continuación, 0,1 ml de bioaceite (diluido previamente en etanol) se colocó en un balón de 10 mL con 3 ml de la solución DPPH 0,2 mM. Después de enrasar, la muestra se mantuvo en la oscuridad durante 30 min y se midió la absorbancia de la mezcla a la longitud de onda de 517 nm del espectro de UV-vis. El etanol con una solución de DPPH es utilizado como solución control, al igual de ser considerado como el blanco para comparación. La actividad de eliminación de radicales de cada fracción DPPH se calcula según la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Capacidad de eliminación del radical libre DPPH} = \left[\frac{(A_{ob} - A_{1b})}{A_{ob}} \right] * 100\%$$

Donde A_{ob} es la absorbancia de control menos la absorbancia de muestra de blanco, y A_{1b} es la absorbancia de la solución de muestra menos absorbancia de muestra de blanco.

Resultados y discusión

Los espectros IR-TF de bioaceite (Figura 1) muestran las bandas características de los grupos -OH (3200-3550 cm⁻¹) para alcoholes y fenoles, y una banda entre 1600-1700 cm⁻¹ que se atribuye a la vibración de tensión del grupo carbonilo -C=O. Los espectros de UV-vis en la Figura 2, muestran una banda muy característica de grupos fenólicos cerca de 270 nm.

La longitud de onda de máxima absorción a 621 nm, encontrada a partir de una curva de calibración de AG, difiere de aquella a 700 nm reportada en la literatura⁶.



Se obtuvo un rango lineal entre 0-20 ppm en la curva de calibración con AG, con un rango óptimo entre 4-18 ppm. La ecuación obtenida por mínimos cuadrados fue $y = 0,9981x$. En la Figura 3 se muestran los resultados cuantitativos para fenoles totales de las muestras de diferentes bioaceites de pirolisis.

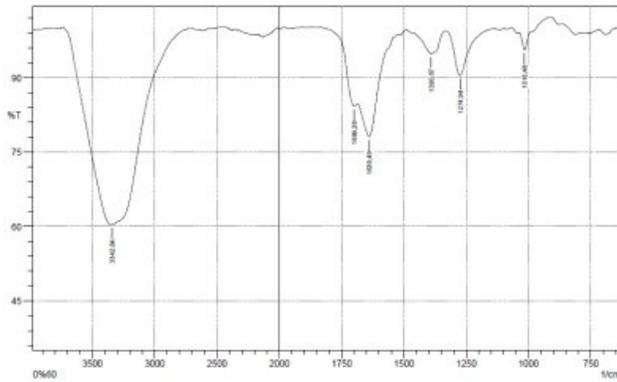


Figura 1. Espectro IR, muestra de bioaceite de bagazo de Cali.

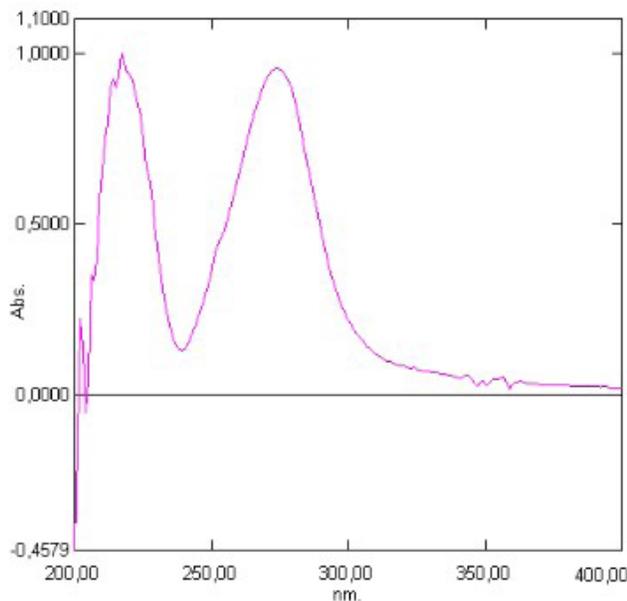


Figura 2. Espectro UV-Vis, muestra de bioaceite de bagazo de Cali.

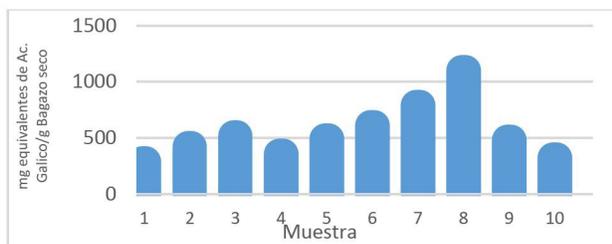


Figura 3. Cuantificación de fenoles totales en diferentes muestras de bioaceites.

Conclusiones

Todas las muestras de bioaceite obtenidos vía conversión térmica de diferentes tipos bagazo de caña presentaron una alta concentración de compuestos fenólicos (mayor de 50% más). Los principales compuestos fenólicos identificados en los bioaceites de pirolisis de *Saccharum officinarum* son: ácido p-hidroxifenilfosfónico (15,86%), 4-metilfenol (13,17%), p-etilfenol (11,74%), o-hidroxifenól (pirocatecol) (11,37%), ácido 4-hidroxibencenosulfónico, 2-furan-carboxaldehído (furfural) y otros.

Se obtuvo la resina fenol-formaldehído a base de biofenoles de bio-aceite de bagazo de caña colombiano.

Referencias

- Afanasjeva, N., González, T. (2012). Obtención y caracterización de biocombustibles líquidos a partir de la conversión pirolítica a baja temperatura del bagazo de caña. Colombia Forestal., vol. 15 (supl.1), 42.
- Amarowicz, R., Estrella, I., Hernández, T., Robredo, S., Troszyńska, A., Kosińska, A., & Pegg, R. B. (2010). Free radical-scavenging capacity, antioxidant activity, and phenolic composition of green lentil (*Lens culinaris*). Food chemistry, 121(3), 705-711.
- Isaza, M.H. et al. A spectrometric approach to the phenol totals in species of Melastomataceae family, 2005, 27, 75-79.
- Islam, M. R., Haniu, H., Islam, M. N., & Uddin, M. S. (2010). Thermochemical conversion of sugarcane bagasse into bio-crude oils by fluidized-bed pyrolysis technology. Journal of Thermal Science and Technology, 5(1), 11-23.
- Marques, J.C., G., Lino, A. G., Lima, C. F., Colodette, J. L., & Gutiérrez, A. (2015). Lipophilic phytochemicals from sugarcane bagasse and straw. Industrial Crops and Products, 77, 992-1000.
- Piskorz, J., Majerski, P., Radlein, D., Scott, D. S., & Bridgwater, A. V. (1998). Fast pyrolysis of

- sweet sorghum and sweet sorghum bagasse. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 46(1), 15-29.
- Quiroz, A. P. B., Coca, A. L. B., & Baquero, P. P. (2016). Sostenibilidad del aprovechamiento del bagazo de caña de azúcar en el Valle del Cauca, Colombia. *Ingeniería solidaria*, 12(20), 133-149.
- Wang, B. N., Liu, H. F., Zheng, J. B., Fan, M. T., & Cao, W. (2011). Distribution of phenolic acids in different tissues of jujube and their antioxidant activity. *Journal of agricultural and food chemistry*, 59(4), 1288-1292.



Proceso de pirólisis lenta de biopolímeros naturales

Natalia Afanasjeva¹
Robinson Esteban Aristizabal²
Manuel Salvador Palencia³

Modalidad: Comunicación Oral

Resumen

Pirólisis es el primer proceso entre los tratamientos térmicos de biomasa y gobierna la formación de gas de síntesis para la producción de la electricidad, hidrogeno y los combustibles líquidos. La correlación entre las fracciones obtenidas depende de la relación de contenido de celulosa, hemicelulosa y lignina.

En este trabajo se presentan los resultados del proceso de pirólisis lenta a bajas temperaturas (menores de 500°C) a varios tipos de bagazo de caña colombiana. Se presenta el balance de masas de las fracciones obtenidas con el rendimiento de la fracción de bioaceite (~16,1%-19,7% más.), fracción gaseosa (~42,3%-45,8% más.) y fracción de coque o biochar (~38%-38,1% más.). Las muestras fueron analizadas por TGA, CG, IR-TF, GC-MS. Se determinó el contenido de fenoles en las fracciones de bio-aceite. El contenido fenólico total de la muestra de cada bioaceite, se determinó usando el método de Folin-Ciocalteu. Cuantificación de fenoles totales en diferentes muestras de bioaceites dio el resultado entre 400-1200 mg equivalentes de ácido gálico/g de bagazo de caña. Se realizó la reacción de formación de resinas fenol-formaldehído de tipo resol en medio básico.

Palabras claves: *Rendimiento, biomasa, tecnologia forestal, Saccharum Officinarum, pirólisis, resina fenol-formaldehido.*

Introducción

El sector azucarero colombiano se encuentra ubicado en el valle geográfico del río Cauca. En esta región hay 225.560 hectáreas sembradas en caña para azúcar. En Colombia, en el año 2013 se produjeron 2,12 millones de toneladas de azúcar a partir de 21,56 millones de toneladas de caña. El principal subproducto de la industria de la caña de azúcar es el bagazo, la producción estimada es de 9 millones de toneladas por año en los ingenios colombianos. (Quiroz, 2016) El bagazo representa cerca del 25% de la cosecha de caña en los países tropicales Con el fin de crear

¹ Universidad del Valle, Facultad de Ciencias Naturales y Exactas, Departamento de Química, Cali, Colombia, Grupo de Investigación en contaminación ambiental por metales y pesticidas (GICAMP), Grupo de investigación en Ciencias aplicadas a tecnologías (GI-CAT) Correo: natalia.afanasjeva@correounivalle.edu.co

² Universidad del Valle, Facultad de Ciencias Naturales y Exactas, Departamento de Química, Cali, Colombia, Grupo de Investigación en contaminación ambiental por metales y pesticidas (GICAMP), Grupo de investigación en Ciencias aplicadas a tecnologías (GI-CAT) Correo: robinson.aristizabal@correounivalle.edu.co

³ Universidad del Valle, Facultad de Ciencias Naturales y Exactas, Departamento de Química, Cali, Colombia. Grupo de investigación en Ciencias aplicadas a tecnologías (GI-CAT) Correo: manuel.palencia@correounivalle.edu.co

un valor agregado para el exceso de subproducto, se han realizado varios estudios, como la conversión de bagazo en productos útiles, tales como combustible y carbón activado por medio del proceso de pirólisis (Islam,2010).

La pirólisis es una de las tecnologías más usadas para la conversión térmica de materia orgánica en otras formas de energía o en derivados químicos de una manera económica y eco-amigable en el concepto de bio-refinería. La conversión térmica de la biomasa residual está recibiendo cada día más la atención de investigadores en todo el mundo¹ en calidad de una forma alternativa de obtener combustibles líquidos y gaseosos, pero también con la opción de usar el bioaceite en la síntesis química, como fuente de compuestos fenólicos naturales para la elaboración de resinas poliméricas y además materia prima de compuestos con actividades bioactivas como la capacidad antioxidante. Los bioaceites o fracciones líquidas derivados de la pirólisis de biomasa tienen un alto contenido de compuestos oxigenados entre los cuales se encuentran ácidos, cetonas, furanos, azúcares y fenoles, los cuales pueden presentar actividades biológicas muy importantes como antifúngicas, antioxidantes, etc. (Wang, 2017). Los compuestos fenólicos o polifenoles constituyen un amplio grupo de sustancias químicas, con diferentes estructuras y propiedades químicas y actividad biológica (Maradei, 2014). La composición química del bagazo de la caña de azúcar depende de la variedad y edad de la caña, con contenidos de celulosa entre 40 y 80%, hemicelulosa entre el 25 y 45%, y lignina entre el 5 y 25 %.

La lignina, como componente de la resina, puede reaccionar con el formaldehído y con el fenol. Con el aumento de temperatura, los grupos hidroximetilos reaccionan en las posiciones libres de otras unidades de lignina o de fenol para formar puentes metilénicos (Rubio, 2002).

Parte experimental

El proceso de pirólisis de las muestras de bagazo de caña procedente del departamento del Valle del Cauca se realizó a varias temperaturas en un reactor tipo batch del laboratorio de "Química de las fracciones pesadas" de la Universidad del Valle. Se utilizó el bagazo seco y molido, y el gas de N₂ como medio inerte. Para determinar la temperatura del proceso de pirólisis o la temperatura a la cuál ocurre la mayor pérdida de masa, se hizo previamente el análisis térmico (TGA) a cada muestra de bagazo de caña. La mayor pérdida de masa del bagazo de caña (~70%)

ocurre a las temperaturas desde ~200°C hasta 420°C. En la figura 1 se presenta el análisis termogravimétrico (TGA) de bagazo de Cali, Valle del Cauca. A base de los resultados obtenidos, donde la mayor pérdida de masa del bagazo del Cauca (~81,32%) ocurre antes de 400°C, se planteó la temperatura máxima del proceso de pirólisis.

El resultado de balance de masas de pirólisis lenta de diferentes muestras de bagazo de caña colombiano a nivel de laboratorio se presenta en la tabla 1.

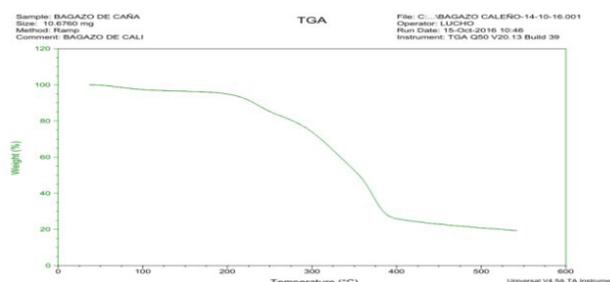


Figura 1. Análisis TGA de bagazo de Cali, Valle del Cauca.

Tabla 1. Rendimiento de las fracciones obtenidas en la pirólisis lenta de diferentes muestras de bagazo de caña.

Tipo de muestra	Temperatura (K)	Tiempo (min)	Balance de masa de las fracciones obtenidas,%		
			Fracción líquida o bio-oil	Fracción gaseosa o biogas	Coque o biochar
Bagazo de Cali	633	45	16,1	45,8	38,1
Bagazo de Valle	648	50	19,7	42,3	38
Bagazo de Cauca	433	30	18,0	43,9	38,1

Para todas las muestras de bagazo de caña y para todas las fracciones fue realizado el análisis de los grupos funcionales por FT-IR (ver la tabla 2) y el análisis elemental.

Las muestras de bioaceites obtenidos fueron analizadas por FT-IR, GC, GC-MS.

El contenido fenólico total de la muestra de bioaceite, se determinó usando el método de Folin-Ciocalteu descrito por (Isaza, 2005) con algunas. Cuantificación de fenoles totales en diferentes muestras de bioaceites dio el resultado entre 400-1200 mg equivalentes de ácido gálico/g de bagazo de caña.



Tabla 2. Grupos funcionales de bagazo de caña de Valle de Cauca determinados por análisis FT-IR

Longitud de onda (cm ⁻¹)	Grupos funcionales
3313,71	Estiramiento del grupo-OH
2918,30	Vibración de estiramiento -CH alifático
2850,79	Vibración de estiramiento -CH alifático
1734,01	Estiramiento de grupo de carbonilo aromático/ estiramiento de-C=O en los grupos carboxílicos
1651,07	
1604,77	Anillo aromático, C=C estiramiento
1516,05	Anillo aromático, C=C estiramiento
1454,33	Anillo aromático, C=C estiramiento
1421,54	Anillo aromático, C=C estiramiento, grupo metoxi- de la lignina
1373,32	-CO-estiramiento aromático
1317,38	-CO-estiramiento aromático
1238,30	-CO-estiramiento aromático
1203,58	Estiramiento de éter alifático, grupo -C-O
1157,29	y estiramiento de alcohol en -C-O
1031,92	

Resultados y discusión

Los resultados de los espectros IR-TF de bioaceites (tabla 2) muestran las bandas características de los grupos -OH (3200-3550cm⁻¹) para alcoholes y fenoles, y una banda entre 1600-1700cm⁻¹ que se atribuye a la vibración de tensión del grupo carbonilo -C=O y otros.

Con los fenoles obtenidos en la fracción líquida de bio-aceite se hizo reacción de formación de resinas fenol-formaldehído en medio básico y se obtuvo como resultado resina fenol-formaldehído con alto índice de dureza (ver Figura 2).

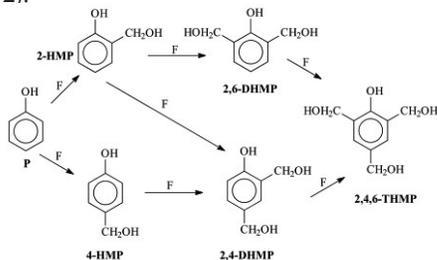


Figura 2. Reacción de formación de resinas fenol-formaldehído en medio básico. Etapa de adición de formaldehído sobre el fenol en una resina resol (Rubio, 2002).

Se hizo la caracterización físico-química del producto obtenido.

Conclusiones

Los productos del proceso de conversión térmica lenta de *Saccharum officinarum* mostraron siguiente rendimiento: fracción líquida fue (~16,1%-19,7% más), fracción gaseosa (~42,3%-45,8% más) y fracción sólida (~38%-38,1% más).

La muestra de bio-aceite del bagazo del departamento de Cauca presentó una alta concentración de compuestos fenólicos (mayor de 50% más)

Se obtuvo la resina fenol-formaldehído a base de bio-fenoles de bioaceite de bagazo de caña colombiano con alto índice de dureza.

Agradecimientos

Los autores agradecen a VRI de la Universidad del Valle por la financiación del proyecto de investigación "Obtención de derivados fenólicos con propiedades antioxidantes vía conversión térmica de los residuos de *Saccharum officinarum*" con código 71076.

Referencias

- Afanasjeva N. (3 -4 de sept).Veracruz, México Productos de la pirolisis de biomasa residual de bagazo de caña. Congreso Internacional de ingeniería y ciencias químicas (CHEMSCIE).
- Isaza, M.H. et al. A spectrometric approach to the phenol totals in species of Melastomataceae family, 2005, 27, 75-79.
- Islam, M. R., Haniu, H., Islam, M. N., & Uddin, M. S. (2010). Thermochemical conversion of sugarcane bagasse into bio-crude oils by fluidize-bded pyrolysis technology. *Journal of Thermal Science and Technology*, 5(1), 11-23.
- Loh, Y. R., Sujan, D., Rahman, M. E., & Das, C. A. (2013). Sugarcane bagasse—The future composite material: A literature review. *Resources, Conservation and Recycling*, 75, 14-22..

- Mantilla, S. V., Gauthier-Maradei, P., Gil, P. Á., & Cárdenas, S. T. (2014). Comparative study of bio-oil production from sugarcane bagasse and palm empty fruit bunch: yield optimization and bio-oil characterization. *Journal of Anal. and Appl. Pyrolysis*, 108, 284-
- Maradei P. et al..A French. (2014). Colombian Study on the potential of empty fruit bunch as feedstock for torrefaction, pyrolysis and gasification.5th International Renewable Energy Congress
- Quiroz, A. P. B., Coca, A. L. B., & Baquero, P. P. (2016). Sostenibilidad del aprovechamiento del bagazo de caña de azúcar en el Valle del Cauca, Colombia. *Ingeniería solidaria*, 12(20), 133-149.
- Rubio, M. V. A., Somolinos, F. R., & Palá, M. O. (2002). Formulación y curado de resinas fenol-formaldehído tipo" resol" con sustitución parcial del fenol por lignosulfonatos modificados. Universidad Complutense de Madrid.
- Wang,S.,Hu,Y.,Uzoejinwa,B.B.,Cao,B.,He,Z.,Wang,Q., & Xu, S. (2017). Pyrolysis mechanisms of typical seaweed polysaccharides. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 124, 373-383.
- Yue, Y., Lin, Q., Xu, Y., Li, G., & Zhao, X. (2017). Slow pyrolysis as a measure for rapidly treating cow manure and the biochar characteristics. *Journal of Anal. and Appl. Pyrolysis*, 124, 355-361.



Biopolímeros fotoactivos como empaques de alimentos de consumo diario

Lina Niño¹
Angélica García¹
Oscar Medina¹

¹ Universidad Pedagógica y tecnológica de Colombia, Av Central del Norte 39-115, Tunja, Colombia ijoniot@hotmail.com

Modalidad: Comunicación Oral



Resumen

La modificación química (esterificación) del almidón residual de papa otorga mejoras en las propiedades fisicoquímicas y mecánicas del biopolímero, de manera que los bioplásticos elaborados a partir de éste, son útiles, biodegradables y de bajo costo. Así mismo, este proceso permite el anclaje a su estructura de una sustancia fotoactiva (Rutina); extraída de RUDA, capaz de absorber energía en el rango de 200-450nm (UVC) y por tanto inhibir procesos oxidativos en alimentos empacados, ofreciendo un valor agregado a su producción.

Palabras claves: fotoactivo, anclaje, almidón, esterificación.

Introducción

El término plástico abarca una variedad de polímeros sintéticos o naturales que están conformados por largas cadenas macromoleculares de carbono e hidrogeno (Michaeli, 2000). Su producción, desarrollo, aplicaciones e impacto en la sociedad y economía han conformado lo que se conoce como industria del plástico, aplicado a la elaboración de botellas, envases y tuberías. Debido a la difícil descomposición de estos productos es necesaria la búsqueda de alternativas en materias primas que sean más amigables con el medio ambiente (recursos renovables) que disminuyan el uso de derivados fósiles, acumulación de residuos sólidos y/o contaminación por plástico (CAR, 2000).

El uso de almidón de papa como materia prima en la elaboración de un bioplástico útil y de bajo costo es interesante en nuestro departamento, debido a que Boyacá es el segundo departamento más importante en la producción de papa en Colombia (Bradshaw, 2009).

De esta manera, la elevada comercialización de este producto alimenticio en Boyacá permite que sus residuos

agroindustriales puedan ser utilizados como materia prima óptima para la obtención de empaques plásticos económicos y en nuestro caso, con un valor agregado en su formulación (sustancias orgánicas fotoactivas) capaces de absorber energía en un amplio rango del espectro electromagnético, postulando que la actividad frente a la luz de los empaques dependerá de la inhibición de procesos oxidativos (ocasionados por la presencia de luz y oxígeno), otorgando al empaque una mayor actividad en el mercado de empaques alimentarios principalmente.

Parte Experimental

El estudio se realizó en el laboratorio GIQTA adscrito a la Facultad de Ciencias de la Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia. (UPTC) sede Tunja.

Particularmente, en el proyecto se empleó la extracción asistida por microondas y técnicas espectroscópicas (UV-Vis-IR) para el reconocimiento y caracterización de los reactivos de partida.

La esterificación del almidón se lleva a cabo por la reacción del mismo con donadores de acilo anhídros (anhídrido succínico) en condiciones de reacción relativamente suaves.

Los bioplásticos se elaboraron utilizando el método de gelatinización de las películas en bandeja.

Como criterios de evaluación de los plásticos obtenidos se tuvieron en cuenta las propiedades fisicoquímicas del biomaterial elaborado a partir de la medición de permeabilidad, solubilidad, estabilidad ácido/básica y transparencia de los bioplásticos obtenidos; en cuanto a las propiedades mecánicas se evaluaron la resistencia a la tensión de las biopelículas según las normatividad ASTM D638 (2010).

Finalmente, la eficacia fotoactiva del empaque obtenido fue determinada comparando el efecto en la disminución de la degradación oxidativa (lipídica y protéica) de una muestra de carne de res en presencia o ausencia del bioplástico, para lo cual se seguirá la metodología descrita por Oliver et al, (1987), basado en la reacción de los grupos carbonilo con la 2,4-dinitrofenilhidrazina (DNPH) para formar una base de Schiff- más estable estables, las cuales son detectadas y cuantificadas espectrofotométricamente a una absorbancia máxima a 365-375 nm.

Resultados y discusiones

Extracción de Rutina a partir de *Ruta Graveolens* (RUDA):

El espectro de absorción UV-Vis del extracto obtenido a partir de la RUDA, presentó un rango de absorción entre 190-410nm aproximadamente según la Figura 1, con máxima absorbancia a 210, 250 y 330nm aproximadamente, de manera que solo absorbe energía electromagnética en los tres tipos de radiación Ultravioleta.

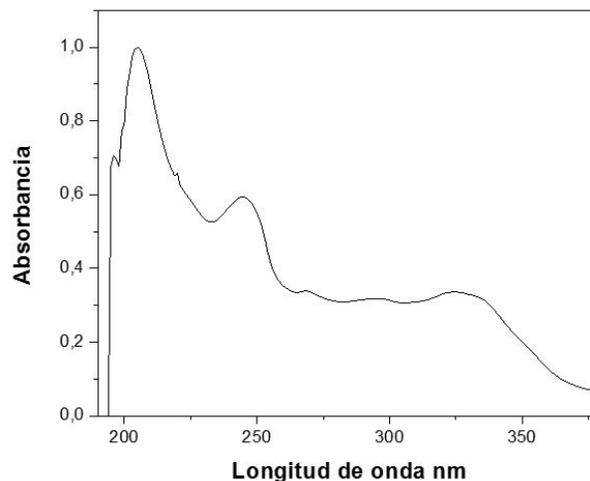


Figura 1. Espectro UV de la rutina

Esterificación del almidón y anclaje del extracto fotoactivo

En el espectro del almidón modificado AM (Figura 2) se observa la señal más importante en el proceso de esterificación a 1700 cm^{-1} , asignada al estiramiento del grupo funcional carbonilo $\text{C}=\text{O}$. Además de esto, la aparición de nuevas señales a 1423 y 1300 y 1220 cm^{-1} están relacionadas con la esterificación (Lopez-Rubio, Clarke, Scherer, Topping, & Gilbert, 2009), asignadas a vibración de deformación antisimétrica de los grupos carbonilos ($\text{C}=\text{O}$) la vibración antisimétrica /simétrica de los grupos CH_3 y las vibraciones de estiramiento del grupo carbonilo ($\text{C}=\text{O}$), respectivamente, evidencian que la reacción de esterificación fue llevada a cabo (Rincón, Rached, Aragoza & Padilla, 2007).

En contraste, el aumento en las señales a 3300 y 997 cm^{-1} , se debe a la presencia de grupos hidroxilo en la estructura de la Rutina, mientras que la aparición de 4 bandas entre 1600 - 1450 cm^{-1} indican las vibraciones de los enlaces $\text{C}=\text{C}$ de los anillos aromáticos de la misma.

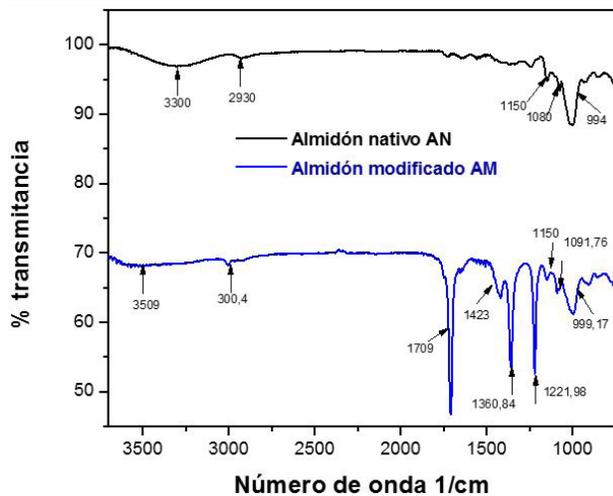


Figura 2. Espectro IR almidón nativo AN y modificado AM

Las imágenes obtenidas en Microscopía electrónica de barrido MEB, revelan formas circulares para los tamaños pequeños y ovalados para los tamaños grandes en el almidón nativo y modificado según la Figura 3, evidenciando variación en el tamaño (rango de 22 μm a 57 μm). En general el valor que se ha reportado para el tamaño granular del almidón de papa esta aproximadamente en 31 μm (Mishra, & Rai, 2006; Singh, McCarthy & Singh, 2006).

Se evidencia un cambio en la morfología y rugosidad de los gránulos de almidón, debido a que la reacción de esterificación se produce preferiblemente en la región amorfa del gránulo que está compuesta por amilosa y a la pobre penetración del anhídrido a esta región, no produce modificaciones severas en la superficie del gránulo. (Mulhbacher, Ispas-Szabo, & Mateescu, 2004; Wang, Sharp, & Copeland, 2011).

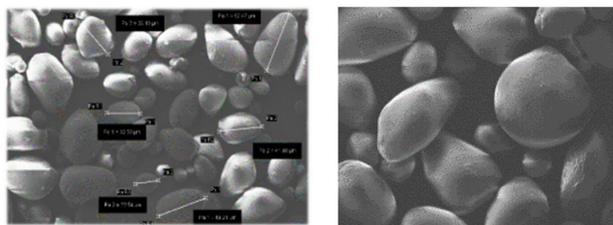


Figura 3. Microscopía electrónica de barrido MEB para AN y AM respectivamente.

Evaluación de propiedades fisicoquímicas y mecánicas del bioplástico:

la formulación se llevó a cabo utilizando una mezcla de sorbitol-ácido acético, los cuales fueron evaluados con

respecto a sus propiedades fisicoquímicas y mecánicas, obteniéndose los siguientes resultados:

Los bioplásticos obtenidos presentan poca *estabilidad en medio básico* debido a que su estructura es lábil a reacciones de hidrólisis, ya que el NaOH es capaz de hidrolizar los enlaces éster del almidón modificado, así como los puentes de hidrogeno; disminuyendo las interacciones intra-intermoleculares. Por otro lado, los iones de sodio podrían reaccionar formando succinato, aumentando la hidrofiliidad y la solubilidad del almidón [80]. En condiciones acidas, la estabilidad se mantuvo a lo largo del periodo de evaluación (60 días) como se observa en la Tabla 1.

Tabla 1. Evaluación de propiedades fisicoquímicas y mecánicas del bioplástico

MEDIO	1h	1día	7días	21días	30días	
Alcalino	9	8.5	8	3	1	-
Ácido	10	10	10	7	6	3

% Transparencia	% Solubilidad en agua	Permeabilidad en aceite	Tensión de Ruptura MPa	Alargamiento max (mm)	Modulo elástico N/m
76,3	17,195	No	9,778	7,835	5,78

Las demás propiedades fisicoquímicas fueron óptimas: baja solubilidad en agua y no permeabilidad en aceites, lo que favorece su uso como empaque de alimentos (mayor estabilidad del empaque en condiciones húmedas y poca migración de grasas), y un porcentaje de paso de luz promedio en comparación con datos previos. En cuanto a sus propiedades mecánicas, se obtuvo resistencia de tensión a la rotura de 10Mpa aprox, comparable a plásticos obtenidos con materiales sintéticos biodegradables.

Evaluación de la eficacia fotoactiva del bioplástico

Se comparó el índice de peróxidos (oxidación lipídica) y contenido de grupos carbonilo (oxidación proteica) en tres muestras (sin empaque-bioplástico- bioplástico fotoactivo) de carne luego de su irradiación con una lámpara UV durante 15 minutos, obteniéndose una disminución en oxidación proteica de 70,2% y 62,3% comparado con las muestras sin empaquetar y con bioplástico normal respectivamente; y una disminución en oxidación lipídica de 55,7% y 56,3% comparado con las muestras sin empaquetar y bioplástico normal respectivamente, lo cual afirma que la radiación ultravioleta tiene un papel importante en

la degeneración de estructuras macromoleculares como lípidos y proteínas, y por tanto, la actividad necesaria de empaques con actividad frente a estas variables.

Conclusiones

La elaboración de bioplásticos fotoactivos ofrece una alternativa de empaque de alimentos de uso diario, prolongando su calidad nutricional frente a condiciones de luz y oxígeno del ambiente. Por otro lado, al ser un empaque biodegradable, disminuye el impacto ambiental generado a lo largo de los años por empaques sintéticos que general acumulación de residuos sólidos luego de su uso; convirtiéndose en una estrategia fácil y económica de contribuir a la actual demanda de empaques más amigables con el medio ambiente.

Referencias

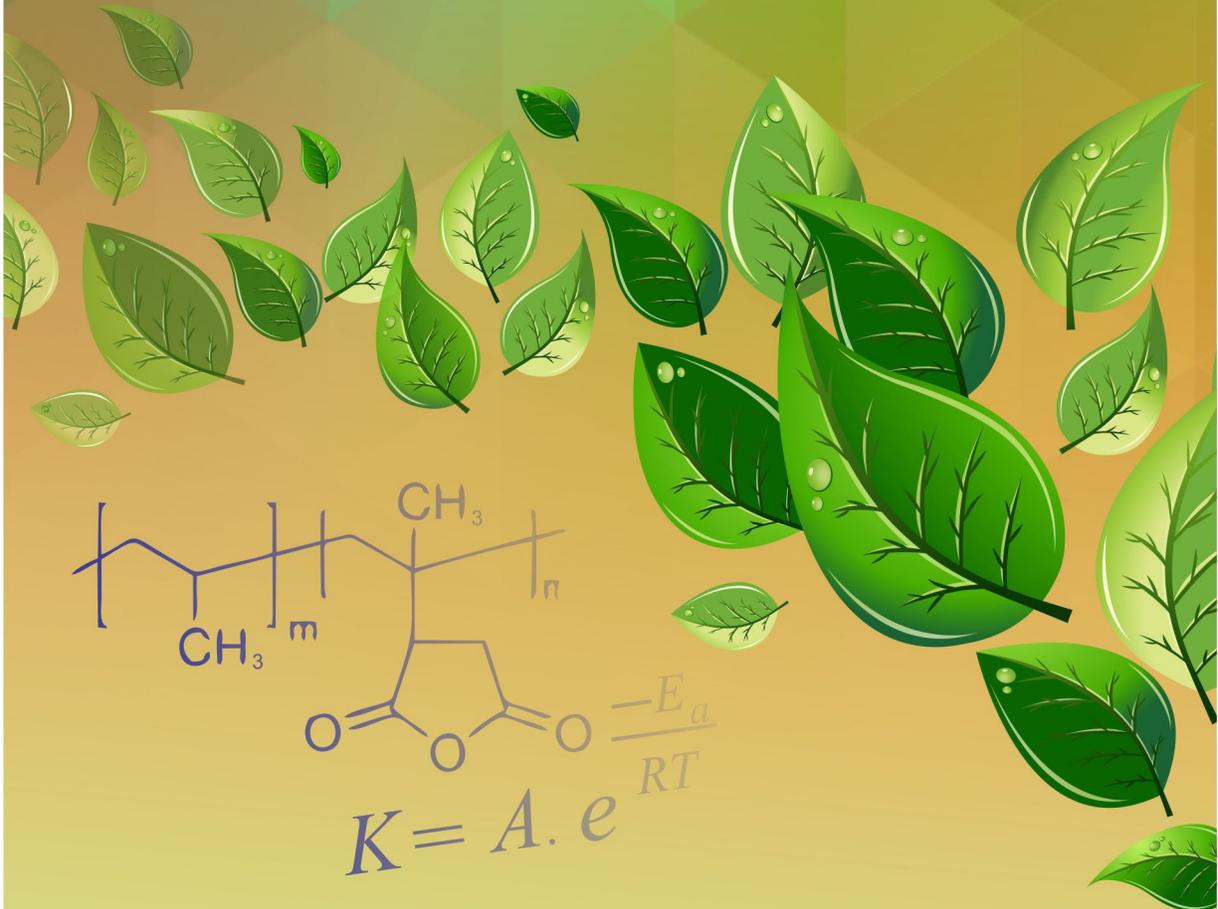
- ASTM D638 (2010). Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. American Society for Testing Materials ASTM.
- Bradshaw, Kate. (2009). "The Great Garbage Swirl". Mautime Weekly (Maui). Recuperado desde <https://mautime.com/news/the-great-garbage-swirl/>
- Corporación Autónoma Regional de Cundinamarca CAR. (2000). Guía ambiental : pequeñas empresas de transformación de residuos plásticos y textiles. Bogotá: CAR.
- Lopez-Rubio, A., Clarke, J. M., Scherer, B., Topping, D. L., & Gilbert, E. P. (2009). Structural modifications of granular starch upon acylation with short-chain fatty acids. *Food Hydrocolloids*, 23(7), 1940-1946.
- Michaeli, W. (2000). *Tecnología de los plásticos*. Barcelona: Hanser.
- Mishra, S., & Rai, T. (2006). Morphology and functional properties of corn, potato and tapioca starches. *Food hydrocolloids*, 20(5), 557-566.
- Mulhbacher, J., Ispas-Szabo, P., & Mateescu, M. A. (2004). Cross-linked high amylose starch derivatives for drug release: II. Swelling properties and mechanistic study. *International journal of pharmaceutics*, 278(2), 231-238.
- Rincón, M. A., Rached, B. L., Aragoza, L. E. & Padilla, F. (2007). Efecto de la acetilación y oxidación sobre algunas propiedades del almidón de semillas de Fruto de pan (*Artocarpus altilis*). *Archivos Latinoamericanos de Nutrición. Órgano Oficial de la Sociedad Latinoamericana de Nutrición*, 57(3).
- Singh, J., McCarthy, O. J., & Singh, H. (2006). Physico-chemical and morphological characteristics of New Zealand Taewa (Maori potato) starches. *Carbohydrate polymers*, 64(4), 569-581.
- Wang, S., Sharp, P., & Copeland, L. (2011). Structural and functional properties of starches from field peas. *Food chemistry*, 126(4), 1546-1552.



III Simposio
DE MATERIALES
POLIMÉRICOS



Energías Renovables y Medio Ambiente



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

Modificación de superficies de carbono por la reducción electroquímica de 5-cloro-1,10-fenantrolina para la electroremediación de aguas contaminadas con metales pesados.....	171
Gloria Crespo, Tatiana Trujillo, Stephannia Villamizar, Noemi Montoya, Antonio Domenech, Drochss Valencia	
Electro-oxidación del 2-aminotiazol en agua: un estudio preliminar.....	174
Andres Felipe Villamarin, Jimmy Alexander Morales	
Caracterización de las propiedades mecánicas de un material biodegradable a partir de los procesos de extrusión y peletizado.....	177
Pedro Rodríguez Sandoval, Sandra Milena Camargo Silva	
Diseño e implementación de un banco experimental de electrohilado sin aguja (needleless spinning) para preparación de microfibras poliméricas de poliácido láctico -PLA.....	181
Maria Clara Palacios M., Edwin Yesid Gómez-Pachón, Jorge Arturo Torres Pemberti, Efrén de Jesús Muñoz-Prieto	
Evaluación del comportamiento del almidón de plátano modificado como agente coagulante/floculante natural en la remoción de la turbidez y color del agua.....	185
Diana Isabel León Castiblanco, Andrés Camilo Zapata Hernandez, Luis Eduardo Meñaca Jimenez	
Superficies antibacterianas de haluros metálicos inmovilizados sobre materiales poliméricos.....	188
John Alexander Vergara, Yeraldin Serna, Carolina Caicedo, Yenny Ávila	
Evaluación del proceso de extrusión del pet reciclado con el fin de obtener filamentos.....	193
Erika Cecilia Banquet Hoyos, Julio Bernardo Marrugo Gutiérrez, Walter José Moreno Escalante, Johana Inés Rodríguez Ruiz	
Captura y simulacion aerodinámica de la nariz de la aeronave aa-007 a partir de herramientas de ingeniería inversa.....	196
Jaime Pastes, Andrés Torres	
Undimotriz: columna de agua oscilante para generación de energía eléctrica.....	200
Fredy F. Miramag-Martinez, Bairo Vera-Mondragón, Rodrigo Martinez-Zúñiga	

Modificación de superficies de carbono por la reducción electroquímica de 5-cloro-1,10-fenantrolina para la electroremediación de aguas contaminadas con metales pesados

Gloria Crespo¹
Tatiana Trujillo¹
Stephannia Villamizar¹
Noemi Montoya²
Antonio Domenech²
Drochss Valencia^{1*}

¹ Universidad Santiago de Cali, Calle 5 # 62-00 Barrio Pampalinda, Cali, Colombia.

¹ Universidad de Valencia, Facultad de Química, Dr. Moliner, 50, Ed. E, 2^a 46100 Burjassot, Valencia, España.

* drochss.valencia@usc.edu.co.

Modalidad: Póster

Resumen

Este trabajo describe un método electroquímico para la modificación covalentemente de superficies de carbono con 1,10-fenatrolina. El método se basa en la reducción electroquímica de 5-cloro-1,10-fenantrolina en acetonitrilo sobre electrodos de carbón vítreo y grafito en polvo. Se muestra que la modificación covalente de las superficies de carbono vítreo es posible a través de un proceso de transferencia de electrones. El primer paso del mecanismo consiste en la reducción electroquímica del 5-cloro-1,10-fenantrolina, que genera la especie anión radical del compuesto, la estabilidad de esta especie en solución es poca y evoluciona convirtiéndose en radicales 1,10-fentrolina y anión cloro, el siguiente paso consiste en la reacción de los radicales entre ellos, o con las superficie del electrodo de carbón vítreo, que es evidente por la disminución de la corriente en barridos continuos, evidenciando la generación de un polímero sobre la superficie. Cuando se realizó la electrolisis exhaustiva de 5-cloro-1,10-fenantrolina a un potencial de -2.5 V vs Ag/AgCl, sobre electrodos de platino de gran área y carbón suspendido, la solución inicialmente incolora se torna de un color rojo intenso, análisis del carbono evidencia la modificación superficial del mismo, con radicales 1,10-fenantrolina, este carbón modificado puede ser usado para la remoción covalente de metales pesados en aguas contaminadas debido a las altas constante de afinidad entre la 1,10-fenatrolina y los iones metálicos.

Palabras claves: *polimerización asistida; electroremediación; tratamiento de aguas; transferencia de electrón, educción electroquímica.*

Introducción

Se ha demostrado que el carbón activado es un adsorbente eficaz para la eliminación de una amplia variedad de contaminantes orgánicos e inorgánicos disueltos en medios acuosos o de ambientes gaseosos (Jia & Thomas, 2002; Streat & Horner, 2000 y Suffet, Brenner, Coyle, & Cairo, 1978). Su gran capacidad de adsorción está ligada a su bien desarrollada estructura interna de poros, área superficial y a la presencia de un amplio espectro de grupos funcionales sobre la superficie del mismo. Dado que los límites para los contaminantes se revisan constantemente, la industria necesita emplear los adsorbentes más eficaces con propiedades químicas específicas. Por lo tanto, durante el último cuarto de siglo, la investigación sobre el carbón se ha centrado en su modificación y caracterización con el fin de satisfacer la creciente demanda de aire y agua más limpia (Biniak, Pakuła, Szymański, & Światkowski 1999; Jia, Xiao & Thomas 2002)

Como se mencionó, el carbón activado presenta una gran variedad de grupos funcionales unidos a Anillos aromáticos, lo que hace que presente propiedades químicas similares a las de los hidrocarburos aromáticos. Por lo tanto, se espera que las reacciones químicas que se aplican a los hidrocarburos aromáticos se apliquen a los carbones activados. Por lo tanto, la existencia de grupos funcionales de superficie sobre la matriz de carbono implica que pueden ser manipulados por tratamientos térmicos, químicos o electroquímicos para producir adsorbentes adaptados para funciones particulares. Recientemente en nuestro grupo de investigación hemos reportado la modificación de una superficie de oro con 5-bromo-1,10-fenantrolina, la modificación ocurre por la electrogeneración de radicales 1,10-fenantrolina, que se unen de manera covalente a la superficie de oro, generando un polímero con características quelantes (Valencia et al., 2014), en este trabajo mostramos que esta electropoliimerización asistida también ocurren en superficies de carbono y estas superficies pueden llegar a ser usadas como superficies para la electroremediación de aguas contaminadas con metales pesados, debido a las constantes de afinidad metal-ligando entre la fenantrolina y los diversos iones metálicos que pueden presentarse en aguas contaminadas (Plomo, Cadmio, mercurio, etc).

Parte Experimental

Todas las soluciones se prepararon usando acetonitrilo (ACN, Merck) como disolvente, que se secó

por agitación vigorosa con CaH_2 a temperatura ambiente durante 4 h y se destiló a presión reducida. Se usaron 5-Cloro-1,10-fenantrolina (G.F.S. Chemical Company), hexafluorofosfato de tetrabutilamonio (NBu_4PF_6 , Fluka $\geq 98\%$) según se recibieron.

Se utilizó una celda electroquímica de tres electrodos para realizar todas las mediciones electroquímicas en un potenciostato CV50W (BAS). Los electrodos de trabajo eran un disco de glassy carbón de 3 mm de diámetro, y una malla de platino. El contraelectrodo era un alambre de platino y se usó como electrodo de referencia un electrodo de Ag/AgCl/AgNO₃ 0.2 mol L⁻¹ (ACN+NBu₄PF₆) conectado a la celda electroquímica por un puente por un puente salino. Todos los experimentos electroquímicos se realizaron a 25°C. Las soluciones se desoxigenaron burbujeando argón seco y se mantuvo una atmósfera de argón sobre las soluciones durante cada ensayo experimental.

Resultados y discusión

El comportamiento electroquímico de la 5-cloro-1,10-fenantrolina se examinó en una solución de 0.2 mol L⁻¹ de n-Bu₄PF₆ + ACN. La figura 1 muestra el voltamograma obtenidos durante un ciclo de potencial, observando claramente tres picos para la reducción electroquímica de esta especie, los potenciales de pico E_p , son respectivamente $E_{p1} = -0,85$, $E_{p2} = -1,65$ y $E_{p3} = -2,05$ V vs Ag/AgCl.

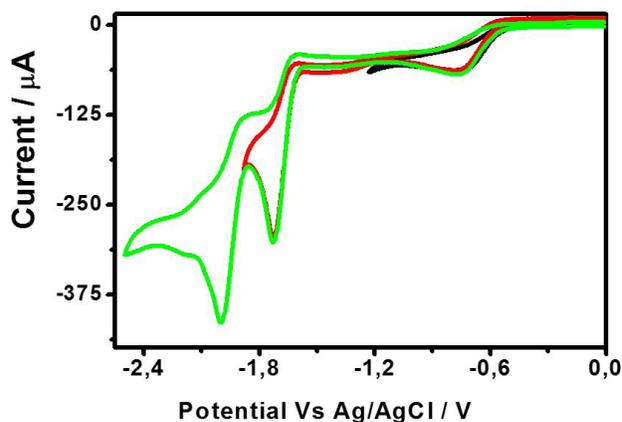


Figura 1 Voltametría cíclica para la reducción electroquímica de 5-Cloro-1,10-fenantrolina 2.0 mmol L⁻¹ sobre un electrodo de glassy carbón ($\phi = 3$ mm) en 0.20 mol L⁻¹ n-Bu₄NPF₆ + ACN a 0.10 V s⁻¹.

Después de ciclos continuos la corriente de pico comienza a disminuir para los picos 2 y tres como puede observarse en la figura 2, esto evidencia la pasivación parcial de la superficie de carbón vítreo con las especies electrogeneradas en cada barrido de potencial y puede



explicarse teniendo en cuenta el rompimiento del enlace carbono-halógeno en la reducción electroquímica de haluros orgánicos, generando radicales 1,10-fenantrolina (Phen^\bullet) y el anión cloruro. El rompimiento del enlace puede seguir dos caminos uno concertado y el otro multipaso⁵. El radical de Phen^\bullet puede interactuar con la superficie del oro, dando por resultado una pasivación creciente que disminuye el área disponible y la intensidad de la corriente.

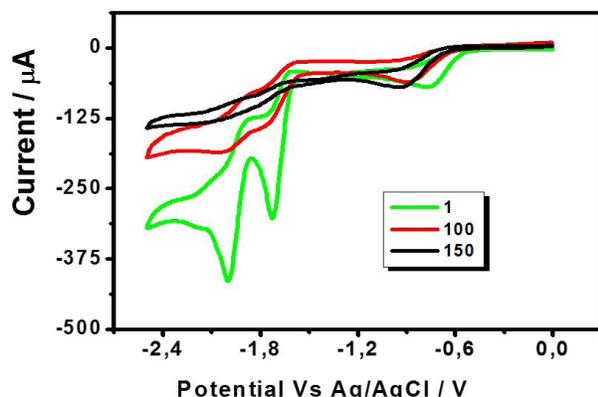


Figura 2 Ciclos Voltamétricos seguidos para la reducción electroquímica de 5-Cloro-1,10-fenantrolina 2.0 mmol L^{-1} sobre un electrodo de glassy carbón ($\phi = 3 \text{ mm}$) en $0.20 \text{ mol L}^{-1} \text{ n-Bu}_4\text{NPF}_6 + \text{ACN}$ a 0.10 V s^{-1} .

Conclusiones

El radical 1,10-fenantrolina se produce directamente sobre el electrodo por reducción electroquímica de 5-cloro-1,10-fenantrolina por el rompimiento del enlace C-Cl. La pasivación de la superficie de carbono puede ser aprovechada para generar la captación de metales de aguas contaminadas. Este método simple, rápido y económico de fabricación de carbonos modificados pretende ser útil para la remoción de metales en aguas contaminadas.

Agradecimientos: A la Universidad Santiago de Cali por el apoyo al presente trabajo con el proyecto DGI-COCEIN-No 531-621116-A33.

Referencias

- Biniak, S., Pakuła, M., Szymański, G. S., & Świątkowski, A. (1999). Effect of activated carbon surface oxygen-and/or nitrogen-containing groups on adsorption of copper (II) ions from aqueous solution. *Langmuir*, 15(18), 6117-6122. doi: <https://doi.org/10.1021/la9815704>
- Jia, Y. F., Xiao, B., & Thomas, K. M. (2002). Adsorption of metal ions on nitrogen surface functional groups in activated carbons. *Langmuir*, 18(2), 470-478. doi: <https://doi.org/10.1021/la011161z>
- Streat, M., & Horner, D. J. (2000). Adsorption of highly soluble herbicides from water using activated carbon and hypercrosslinked polymers. *Process Safety and Environmental Protection*, 78(5), 363-382. doi: <https://doi.org/10.1205/095758200530880>
- Suffet, I. H., Brenner, L., Coyle, J. T., & Cairo, P. R. (1978). Evaluation of the capability of granular activated carbon and XAD-2 resin to remove trace organics from treated drinking water. *Environmental Science & Technology*, 12(12), 1315-1322. doi: <https://doi.org/10.1021/es60147a008>
- Valencia, D. P., de Souza, A. P., Gonçalves, V. R., Antonio, J. L., de Torresi, S. I. C., & Bertotti, M. (2014). From a planar electrode to a random assembly of microelectrodes: A new approach based on the electrochemical reduction of 5-bromo-1, 10-phenanthroline at gold electrodes. *Electrochemistry Communications*, 38, 32-35. doi: <https://doi.org/10.1016/j.elecom.2013.10.033>

Electro-oxidación del 2-aminotiazol en agua: un estudio preliminar

Andres Felipe Villamarin¹
Jimmy Alexander Morales²

¹ Universidad Santiago de Cali, dirección,
Carrera 26l #54-71 Santiago de Cali,
Colombia. andres.villamarin00@usc.edu.co

² Universidad Santiago de Cali, dirección,
Carrera 26l #54-71 Santiago de Cali,
Colombia

Modalidad: Póster

Resumen

En este trabajo se realizó el estudio de la oxidación electroquímica del 2-aminotiazol (2AT) en medio acuoso (H_2O), se utilizó la técnica de ciclovoltamperometria mediante un sistema de tres electrodos, alambre de platino como electrodo de trabajo ($d = 0,5 \text{ mm}$), una malla de platino como contra electrodo y un alambre de plata como seudo referencia. Se observó que el proceso de electro-oxidación (onda Ia) empezó en $0,5V$ y un pico anódico se presentó alrededor de $0,75V$, a diferentes velocidades de barrido de potencial ($v = 0,05 - 0,1 \text{ Vs}^{-1}$) la intensidad de la corriente aumento. Una voltamperometria a 25 ciclos, evidenció la disminución en la intensidad de la señal de oxidación característica del grupo amino primario, probablemente debido a la acumulación de estructuras químicas poco reducidas sobre la superficie del electrodo

Palabras claves: *voltamperometria, electro.oxidacion, aminotiazol.*

Introducción

En los últimos años el interés por la química de los compuestos heterocíclicos ha aumentado considerablemente. Esto está relacionado con muchas de las propiedades especiales mostradas por compuestos similares. El gran interés es representado por los derivados de 2-aminotiazol que pueden utilizarse como potenciales compuestos biológicamente activos (Mori et al., 2014). Los derivados del 2-aminotiazol son un componente importante en la química medicinal y en la investigación para el descubrimiento de fármacos (Zhi-Hua et al 2017). Los derivados de este tipo son conocidos por una amplia gama de actividades antibacterianas (Qin et al 2014).

En medio acuoso se ha estudiado la electrooxidación de 2-amino-4-feniltiazol en electrodo Pt en medio ácido bajo diferentes condiciones de reacción y se obtuvo una película adherente amorfa, homogénea y compacta sobre el electrodo



Pt (Sayyah et al., 2004). También, la electrooxidación de una mezcla binaria de 3-Cloroanilina y 2-amino-4-feniltiazol en el electrodo Pt en medio ácido bajo diferentes condiciones de reacción, obteniéndose una película de copolímero de bloque sobre el electrodo Pt (Sayyah et al., 2005). Igualmente se ha estudiado la electrooxidación de 2-amino-4-(4-metoxifenil) tiazol sobre electrodo de platino en medio de ácido clorhídrico y fue discutido el mecanismo de la reacción de electropolimerización (Sayyah, Kamal & Abd El-Rehim, 2006). La aplicación de estos materiales deja abierta la necesidad de nuevas investigaciones sobre el efecto de diferentes electrolitos y presencia de disolvente orgánico sobre las propiedades físicas y capacidad como inhibidores de corrosión para el acero.

En este trabajo se presentan los resultados obtenidos de la investigación voltamperométrica de la oxidación electroquímica del 2-Aminotiazol con electrodo de platino en agua, para evaluar el comportamiento electroquímico en medio acuoso. Lo anterior con el fin de aportar más conocimiento sobre el comportamiento del compuesto en pro de electrogenerar compuestos poliméricos con aplicabilidad industrial.

Parte Experimental

Se preparó una concentración 0,01 M + 0.1 M hexafluorofosfato de tetrabutilamonio (TBAPF6) en agua. La voltamperometría cíclica se realizó en un potenciostato marca Metrohm modelo PGSTAT128N conectado a una computadora personal para la adquisición y almacenamiento de datos. Las mediciones se realizaron en barrido catódico, desde -0,2 a 1,6 V. Además se realizaron experimentos a diferentes velocidades de barrido ($0.05 < v < 1$ Vs-1). Se realizó un estudio de 25 ciclos de barrido de potencial a $v = 0,05$ Vs-1. Se empleó una celda simple con un arreglo de tres electrodos, utilizándose un electrodo de trabajo de alambre de platino ($d = 0,5$ mm) y una malla de platino como electrodo auxiliar, se usó como electrolito Oxalato de Amonio 0,3M, como electrodo de referencia se utilizó Ag/AgCl. El procesamiento de los datos se realizó mediante el programa OriginPro 8.0. Los estudios se desarrollaron en atmósfera inerte por medio de saturación con Argón de alta pureza.

Resultados y discusiones

En la figura 1, se muestra la oxidación electroquímica del 2-aminotiazol (2AT), a una velocidad de barrido de 0,1V/s, el compuesto mostro a un potencial de ($E_p = 0,75$ V vs Ag/AgCl), este pico puede ser asignado a una señal de oxidación (Ia) del 2AT.

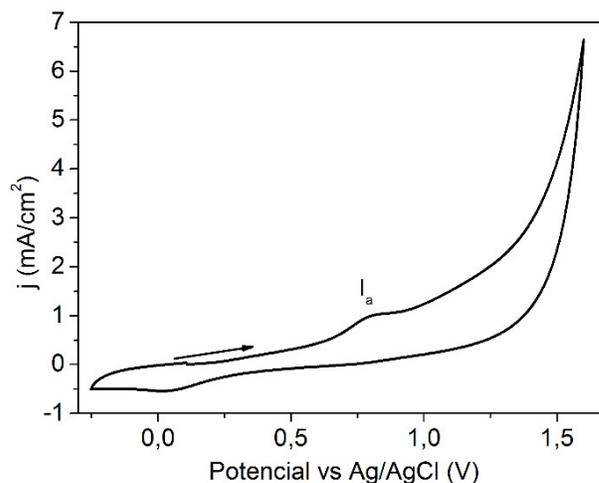


Figura 1. Voltamperograma cíclico 0,01M 2-AT en H₂O + 0,3M Oxalato de Amonio, a una velocidad de barrido $v = 0,1$ Vs-1.

En la figura 2a, se muestra los voltamperogramas cíclicos a diferentes velocidades de barrido de potencial (0,05 - 0,1 Vs-1). Se pudo observar que a medida que aumentó la velocidad de barrido de potencial, la señal se desplaza hacia valores de potencial más positivos, lo que indicó un comportamiento irreversible de la señal Ia, las corrientes de pico anódicas fueron graficadas en función de la velocidad de barrido (Figura 2b), los picos de corriente fueron proporcionales a la velocidad de barrido, esto indicó el comportamiento redox del posible polímero formado en la superficie del electrodo (Ramazan Solmaz, 2009).

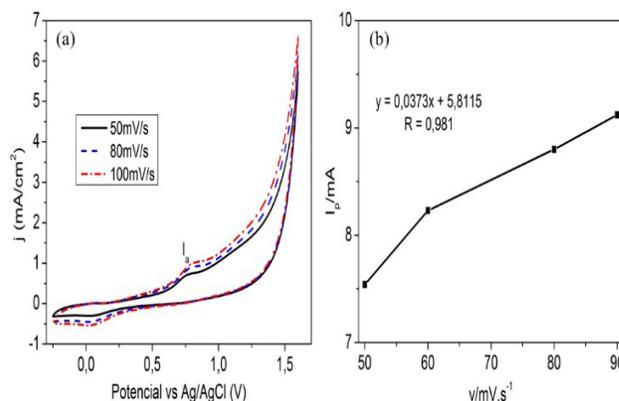


Figura 2. (a) Voltamperograma cíclico (onda Ia) de 0,01M 2-aminotiazol en agua + 0,3M Oxalato de Amonio, $0,05 < v < 0,1$ Vs-1. (b) Curva de picos de corriente anódica vs velocidad de barrido

Finalmente, se realizaron experimentos a varios ciclos de barrido de potencial (25 ciclos), para evidenciar su efecto sobre el proceso de oxidación electroquímica que ocurre en ondas Ia. En la figura 3, se muestra la señal voltamperométrica del 2-Aminotiazol obtenida a 25 ciclos de barrido de potencial $v = 0,05$ Vs-1, se observó la señal característica del compuesto, cerca 1,0V, señal Ia. Esta señal solo se evidencio en el primer ciclo.

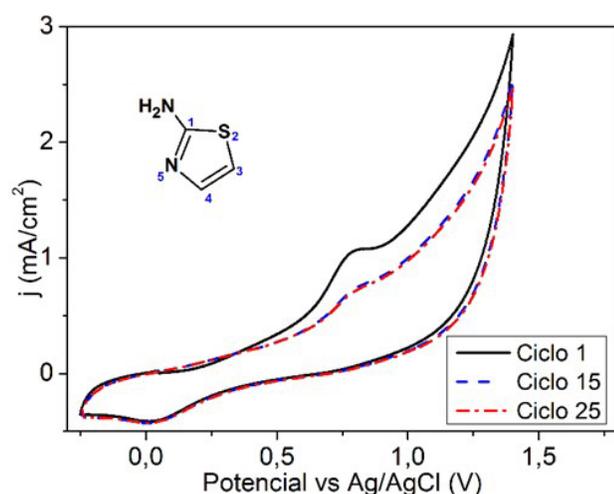


Figura 3. Voltamperometría cíclica a 25 ciclos de 0,01 M 2-AT en agua. Velocidad de barrido $v = 0,05$ V/s.

Se observó la caída de corriente de la onda Ia, probablemente debido a la acumulación en la superficie del electrodo, de especies electrogeneradas sin reducirse (Sayyah et. al. 2006).

Conclusiones

Los resultados de la oxidación electroquímica en medio acuoso demuestran que la molécula del 2-AT forma un catión radical acompañado de una desprotonación, esto genera la formación de especies electro generados en la superficie del electrodo, lo que disminuye la intensidad de corriente a medida que el proceso electroquímico sucede en el seno de la solución.

Agradecimientos:

Los autores agradecen a la Universidad de Santiago de Cali (USC), por su apoyo en la realización de este trabajo. Este trabajo fue soportado por el Proyecto DGI-COCEIN-No.939-621115-B4 financiado por la USC.

Referencias

- Mori M., Nucci A., Dasso Lang M. C., Humbert N., Boudier C., Debaene F., Sanglier-Cianferani S., Catala M., Schult-Dietrich P., Dietrich U., Tisne C., Mely Y., & Botta M. (2014) Functional and Structural Characterization of 2-Amino-4- phenylthiazole Inhibitors of the HIV-1 Nucleocapsid Protein with Antiviral Activity. *ACS Chem. Biol.* 9 1950–1955. doi: <https://doi.org/10.1021/cb500316h>
- Qin, Y. J., Wang, P. F., Makawana, J. A., Wang, Z. C., Wang, Z. N., Yan, G., Jiang, A. Q., & Zhu, H. L. (2014) Design, synthesis and biological evaluation of metronidazole–thiazole derivatives as antibacterial inhibitors. *Bioorg. Med. Chem. Lett.* 24 5279. doi: <https://doi.org/10.1016/j.bmcl.2014.09.054>
- Ramazan Solmaz, G. K. (2009). Electrochemical synthesis and characterization of poly-2-aminothiazole. *Progress in Organic Coatings*, 81–88. doi: <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2008.07.010>
- Sayyah, S. M., Abd, E. R., & EL-Deeb, M. M. (2005). Electrocopolymerization kinetics of a binary mixture of 3-chloroaniline 2-amino-4-phenylthiazole and characterization of the obtained block copolymer films. *Journal of applied polymer science*, 97(5), 2076-2087. doi: <https://doi.org/10.1002/app.21977>
- Sayyah, S. M., EL-Deeb, M. M., Abdel-Rehim, S.S., 2004. Electropolymerization of 2-amino-4-phenylthiazole and characterization of the obtained polymer films. *Int. J. Polym. Mater.* 53 11 941–958
- Sayyah, S. M., Kamal, S. M., & Abd El-Rehim, S. S. (2006). Electrochemical polymerization of 2-amino-4-(4-methoxyphenyl) thiazole and characterization of the obtained polymer. *International Journal of Polymeric Materials*, 55(2), 79-101. doi: <https://doi.org/10.1080/009140390916468>



Caracterización de las propiedades mecánicas de un material biodegradable a partir de los procesos de extrusión y peletizado

Modalidad: Póster

Pedro Rodríguez Sandoval¹
Sandra Milena Camargo Silva²

Resumen

Los plásticos sintéticos han contribuido a la contaminación ambiental provocada por desechos sólidos de baja degradabilidad. Esto ha impulsado la búsqueda de sustitutos biodegradables dentro de los cuales el almidón es la alternativa más promisoriosa. En este sentido, el objetivo de esta investigación fue la caracterización de un termoplástico biodegradable, resultante de mezclar almidón de papa con polietileno de baja densidad, para obtener un material compuesto mediante el proceso de extrusión y peletizado. Inicialmente se generó una mezcla física de polímero del almidón de papa con polietileno de baja densidad en porcentajes del 15% y 30% de almidón. Se determinaron experimentalmente los parámetros de extrusión del proceso. Se evaluaron las propiedades mecánicas de los polímeros extruidos por medio de las técnicas de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido-SEM y ensayos de tensión. Este trabajo permitirá por medio de la caracterización del material generar una metodología para el desarrollo y fabricación de productos biodegradables que disminuyan el impacto ambiental y la contaminación de nuestro ecosistema.

Palabras claves: Almidón de papa, degradable, peletizado, proceso de extrusión.

Introducción

Las investigaciones de polímeros biodegradables en base de almidón se iniciaron en los años 1970 y continúa actualmente con la incorporación de granos de almidón o almidón en forma gelatinizada a las formulaciones de las películas fabricadas en procesos de compresión, extrusión soplada, extrusión de un solo tornillo o doble tornillo y moldeo por inyección.

¹ Centro de Materiales y Ensayos Sena Complejo Sur, Cra 30 #17 B-25 Sur, Bogotá D.C, Colombia. prodirguezs@misena.edu.co

² Centro de Materiales y Ensayos Sena Complejo Sur, Cra 30 #17 B-25 Sur, Bogotá D.C, Colombia. sandramilena1906@yahoo.es

La universidad Carlos III de Madrid con Mere Marcos, J. (2009), la universidad tecnológica del suroeste de Guanajuato, México con los ingenieros Ortiz, M y Villalobos, M. (2013), desarrollaron la síntesis de un polímero termoplástico biodegradable basado en almidón de patata, papa y diversos plastificantes que se conoce comúnmente con el nombre TPS.

El doctor Viera Ruiz, H. (2009), desarrolló un polímero biodegradable de almidón – polietileno obtenido a partir del proceso de extrusión. En la elaboración del polímero se consideraron los factores porcentaje de almidón, velocidad de extrusión, y temperatura de extrusión.

Parte Experimental

Materiales

En este trabajo de investigación se utilizó polietileno de baja densidad marca: EXCELLENE 2001 para el proceso de extrusión, almidón de papa modificado referencia: ALMI 4 procesado por ALMICOR Ltda, aditivos: polietilenglicol 400 y agua destilada.

Pósteriormente se procedió con la preparación de los tratamientos según la concentración de almidón de papa, ver tabla 1.

Tabla 1. Porcentajes de PEBD y Almidón de papa

TRATAMIENTO	MEZCLA %	
	PEBD	ALMIDÓN DE PAPA
A	100	0
B	85	15
C	70	30

Proceso de extrusión

Para el proceso de extrusión de filamento se utilizó la maquina extrusora de doble husillo marca: ThermoScientific – Haake Rheomex referencia: 05 PTW16, se definieron los parámetros de transformación así: temperatura entre 100 °C a 195 °C con un perfil ascendente en las diez zonas del cañón, temperatura de cabezal de 192 °C; una presión de masa 5.3 bares, revoluciones del tornillo 90 rpm, torque de 19 N. Se realizaron 3 tratamientos diferentes porcentajes de almidón para luego ser peletizados obteniendo muestras de 3 mm de diámetro por 4 mm de longitud. Ver figura 1.



Figura 1. Proceso de extrusión y Peletizado

Caracterización

La caracterización de los pellets obtenidos se realizó mediante las técnicas de microscopía óptica en un microscopio marca Carl Zeiss, la microestructura fue analizada por microscopía electrónica de barrido SEM en un microscopio marca Phenom World y las pruebas de tensión en la maquina universal de ensayos marca BMT –E con una celda de cinco toneladas.

Resultados y discusiones

Microscopía electrónica de barrido SEM

Los resultados obtenidos de las probetas con los tratamientos de almidón de papa y polietileno de baja densidad se muestran en la figura 2.

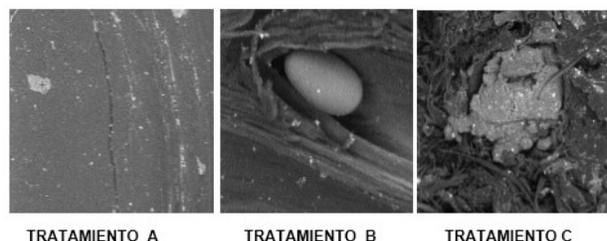


Figura 2. Microfotografías de tratamientos 0, 15 y 30% a 300X y escala de 250 µm

En la figura 2 se observa, el tratamiento A (Polietileno de baja densidad 100% - Almidón de papa 0%) en el que se observa una microestructura de un solo material. En el tratamiento B (Polietileno de baja densidad 85% - Almidón de papa 15%) muestra que en su microestructura existen dos componentes y el almidón se presenta en forma de grano blanco mezclado con la base polimérica color gris. En el tratamiento C (Polietileno de baja densidad 70% - Almidón de papa 30%) la microestructura muestra acumulación de almidón, rechupes en la superficie y una mezcla no homogénea.

En los ensayos de los diferentes tratamientos se observa que a mayor concentración de almidón de papa se tiene una mayor cantidad de poros y rechupes. Además se



evidencian concentraciones de almidón separadas de la base polimérica del polietileno de baja densidad. Comparado con los trabajos de investigación de Ortiz, M y Villalobos, M. (2013), Villada-Castillo, H. S., Navia-Porras, D. P., y Mosquera-Sánchez, S. A. (2011) y Rodríguez Sandoval, P., Muñoz Prieto, E. y Gómez Pachón, Y. E., (2015), en el ensayo SEM se observa que no existe homogeneidad en su microestructura.

Microscopia Óptica

Este ensayo se realizó con las probetas tomadas de la prueba de tensión fracturadas, específicamente la zona donde ocurrió la fractura (Ver figura 3)

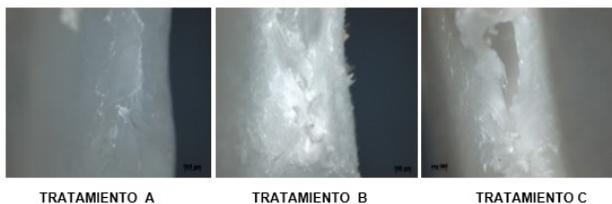


Figura 3. Fotomicrografías de la inspección de la superficie tratamientos a 100X y escala 500 μm

En las fotomicrografías que se presentan en la figura 3 se observa en el tratamiento A (Polietileno de baja densidad 100% - Almidón de papa 0%), el estiramiento de un material polímero tipo visco elástico como es el polietileno de baja densidad, su micro estructura no revela la existencia de poros, huecos y rechupes. En el tratamiento B (Polietileno de baja densidad 85% - Almidón de papa 15%) se observa mayor concentración de almidón de papa en toda la superficie. También se observa un poro en el centro de la probeta y a su alrededor la presencia de almidón. En el tratamiento C (Polietileno de baja densidad 70% - Almidón de papa 30%) se observa mayor concentración de almidón de papa con la presencia de poros grandes en el centro de la probeta.

Se evidenció que a mayor concentración de almidón se presentan poros. Esta situación se puede presentar por el hinchamiento del almidón producido a temperatura de gelatinización superior a 95°C y la alineación de las moléculas de almidón formando concentraciones de moléculas.

Ensayos mecánicos

El ensayo de tensión se realizó a las probetas tipo corbatín de las muestras aleatorias de los tratamientos analizados en este trabajo de investigación.

En la figura 4, se observa las curvas típicas de esfuerzos, deformación de los tratamientos analizados y se diferencian por colores las líneas de la curva, siendo la roja del tratamiento A (polietileno de baja densidad 100% -Almidón de papa 0%), el color verde pasto corresponde al tratamiento B (polietileno de baja densidad 85% -Almidón de papa 15%) y el azul al tratamiento C (polietileno de baja densidad 70% -Almidón de papa 30%).

La forma de las curvas es típica de un material polimérico termoplástico. Se diferencian la curva del tratamiento A de la de los tratamientos B y C. En la primera tiene una tasa lenta de deformación y la B y C poseen una tasa rápida de deformación. Se observa también que en la zona inicial de la curva correspondiente a la región elástica se presenta una línea recta en todos los tratamientos hasta el punto de deformación. También se evidencian los esfuerzos a la ruptura, los porcentajes de deformación y deformación a la ruptura. Estas propiedades mecánicas van disminuyendo con el incremento del porcentaje de almidón y la disminución del polietileno de baja densidad.

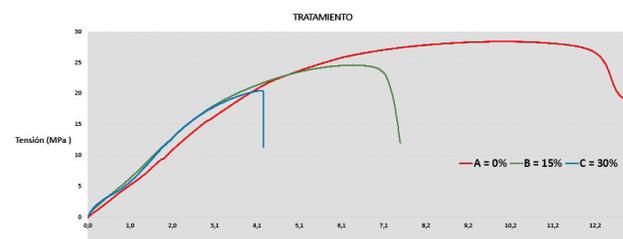


Figura 4. Curva esfuerzo –Deformación

Conclusiones

En las pruebas de caracterización mecánica se demuestra que en la mezcla de almidón y polímero, a mayor concentración de almidón disminuye su esfuerzo y deformación a la ruptura y el porcentaje de deformación.

Con los ensayos de microscopia óptica y electrónica se revela el factor de la concentración. A mayor contenido de almidón hace que el material pierda sus propiedades mecánicas debido a que en el proceso, los gránulos se hinchan por una absorción progresiva e irreversible de agua aumentando su tamaño.

Sin embargo, este material biodegradable podría ser una solución para fabricar productos que estén dentro de estas características demostradas en las pruebas realizadas y así contribuir con productos amigables con el ecosistema.

Agradecimientos

Se agradece a la Subdirección del Centro de Materiales y Ensayos, Distrito Bogotá por su apoyo en la ejecución de este proyecto investigativo, a SENNOVA por promover la investigación del mismo y al Centro de Asistencia para la Industria ASTIN.

Referencias

- Mere Marcos, J. (2009). Estudio del procesado de un polímero termoplástico basado en almidón de patata amigable con el medio ambiente . Universidad Carlos III de Madrid, Madrid.
- Ortiz, M & Villalobos, M. (2013). Desarrollo de una película plástica a partir de almidón extraído de papa residual. Universidad Tecnológica del Suroeste de Guanajuato, México.
- Rodríguez Sandoval, P., Muñoz Prieto, E., Gómez Pachón, Y. E., (2015). Obtención y caracterización de un biodegradable a partir de almidón de papa y polietileno de baja densidad por inyección. I Simposio de Materiales Poliméricos, Centro ASTIN – SENA, Cali, Colombia.
- Viera Ruiz, H. (2009). Elaboración de polímeros biodegradables polietileno- almidón y estudio de biodegradabilidad, Tesis para obtener Maestro en Tecnología Avanzada, México.
- Villada-Castillo, H. S., Navia-Porras, D. P., & Mosquera-Sánchez, S. A. (2011). Efecto del tiempo de secado, concentración de plastificante y tamaño de partícula en la fuerza de ruptura de materiales semirrígidos basados en harina termoplástica de yuca. Ingeniería y Universidad, 15(2), 385-401.



Diseño e implementación de un banco experimental de electrohilado sin aguja (needleless spinning) para preparación de microfibras poliméricas de poliácido láctico -PLA

Maria Clara Palacios M¹
Edwin Yesid Gómez-Pachón²
Jorge Arturo Torres Pemberti³
Efrén de Jesús Muñoz-Prieto⁴

^{1,2,3} Facultad Duitama, Escuela de Diseño Industrial, Grupo de Investigación Diseño, innovación y Asistencia Técnica de Materiales Avanzados- DITMAV, Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Duitama, Boyacá.

⁴ Facultad de Ciencias básicas, Ciencias Químicas o Grupo de Investigación Desarrollo y aplicación de nuevos materiales DANUM, Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Tunja, Boyacá.

Modalidad: Póster

Resumen

El electrohilado se define de manera general como el proceso de producir fibras haciendo uso de un campo eléctrico, el cual actúa sobre las cargas inducidas en una solución polimérica, logra vencer la tensión superficial del material generando un hilado que es acelerado hacia un colector donde se deposita. Mediante el electrohilado es posible fabricar fibras con diámetros desde micras (millonésima parte de un metro) hasta nanómetros (equivale a una mil millonésima parte de un metro). Se desarrolla la investigación experimental alrededor de nuevas técnicas de obtención de nanofibras, analizar su viabilidad técnica, realizar el diseño conceptual del equipo basado en las nuevas variantes de electrohilado que optimice la manera de preparar membranas de nanofibras poliméricas actualmente en el mundo.

Palabras claves: diseño, *electrohilado*, *fibras*, *polímero*.

Introducción

En los últimos 20 años se vienen desarrollando nanofibras poliméricas, las cuales están impactando en diferentes áreas industriales a través de productos como cosméticos, sensores, dispositivos para la liberación controlada de medicamentos, materiales para regeneración de tejidos condensadores, transistores, separadores de baterías, almacenamiento de energía, prendas para vestir y tecnología de la información, entre otros sectores industriales (Agarwal, Wendorff, & Greiner, 2008; Barnes, C. P, Sell, S. A., Boland, E. D., Simpson, D. G., & Bowlin, G. L., 2007; Jayaraman, Kotaki, Zhang, Mo, & Ramakrishna, 2004). Estas aplicaciones, tratan de aprovechar las excelentes propiedades físicas, químicas, mecánicas y biológicas de

las nanofibras debido a su diámetro nanométrico, su alta relación superficie/volumen y al perfeccionamiento que se logra en su estructura interna.

Existen diferentes procesos para preparar nanofibras algunas de estas son: auto ensamble, extrusión continua, sol-gel, electrohilado con aguja y sin aguja, entre otras. El proceso del electrohilado sin aguja el hilado sin aguja. Ver figura 1. (needleless spinning) es una técnica que está en fase experimental, con la cual se puede mejorar el nivel de productividad y la eficiencia producto-energía de nanofibras debido a la múltiple inyección del polímero (Yarin, & Zussman, 2004). Este proceso experimental combina tres fenómenos físicos (eléctricos, mecánicos e hidráulicos), por lo cual sería imprescindible conocer como afectarían estos parámetros en las propiedades estructurales de las nanofibras, lo cual es fundamental para el diseño de membranas y sus potenciales aplicaciones industriales.

Todas estas técnicas mencionadas todavía son desconocidas en el país, en las Universidades y mucho más en el sector industrial Colombiano, razón por la cual, son bajas las proyecciones para desarrollar nuevos materiales y productos tecnológicos relacionados con nanofibras poliméricas biodegradables.

Por tanto, el objetivo de este proyecto es desarrollar nuevas técnicas de procesamiento, con la cual se obtengan membranas con nanofibras de diferentes tipos de polímeros de alta calidad estructural de manera eficiente y productiva. También es conveniente indicar que para un gran número de polímeros no es fácil disolverlos y procesarlos hasta transformarlos hasta grado nanométrico y por tanto es un reto tecnológico desarrollar nuevas tecnologías de procesamiento para este fin.

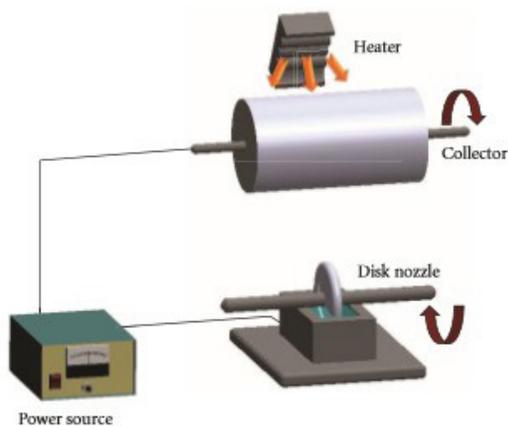


Figura 1. Esquema básico de electrohilado sin aguja.
Fuente: (Huang, Niu, Wu, Ke, Mo, & Lin, 2012).

Parte Experimental

Este proyecto de investigación se basa en un concepto teórico-experimental donde se integraran los saberes de Ingeniería Electromecánica (diseño de elementos mecánicos, electrónicos, eléctricos y de programación), Química (con el conocimiento profundo del comportamiento y la disolución de los polímeros) y el Diseño industrial, la cual liderará el proceso de análisis de soluciones, planteamientos creativos y experimentales de los mecanismos esenciales el desarrollo Tecnológico y consideraciones de interacción hombre-máquina. En esta interdisciplinariedad, interactúan el posgrado de Ciencias Químicas y los pregrados de Diseño industrial e Ingeniería electromecánica. El diseño axiomático es una metodología de diseño de sistemas que utiliza métodos matriciales para analizar sistemáticamente la transformación de las necesidades de los clientes en requisitos funcionales, parámetros de diseño y variables de proceso. Desde el punto teórico-experimental se va a realizar un diseño sistemático que me permita por medio de mediciones determinar cuáles son los efectos sobre las nanofibras, así variar los factores del equipo como diferencia de Potencial, hileras giratorias. Ver Figura 2, distancia colector – hilera y velocidades de colección.

Discusiones

Unos de los aspectos importantes para definir el electrohilado sin aguja son las diferentes hileras que hay, como lo son: Esfera, cilindro, espiral y disco. Cada una de ellas tiene características diferentes como sus formas, espesores y material.

Se llegara a hacer una prueba pertinente para cada una de estas hileras para comprobar funcionalidad y exactitud al llegar al colector giratorio.

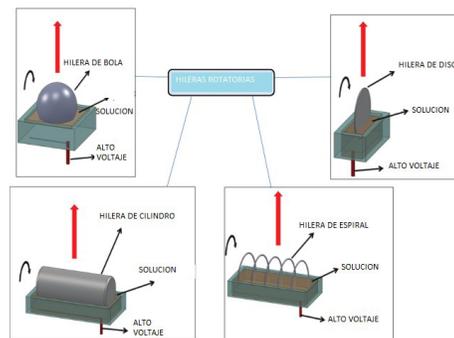


Figura 2. Resumen esquemático de las hileras giratorias sin aguja.
(Lin, Wang, & Niu, 2010)



Otro aspecto importante es el polímero con el que se van a realizar las pruebas el cual es el ácido poliláctico.

Se experimentará con diferentes hileras giratorias para ver el comportamiento de la fibra en su posición en el colector, lo que permitirá tener unos parámetros diferentes para las pruebas Posteriores.

El proceso de electrohilado, permite que una amplia gama de fármacos puedan ser directamente encapsulados dentro de la fase en masa de fibras a nano escala disuelto o dispersado en el disolvente orgánico usado para electrohilado. La malla fibrosa resultante posee un período de tres dimensiones con una estructura porosa abierta y alta área superficial específica, proporcionando una condición ideal para la administración controlada de fármacos (Kim, Lee, & Park, 2007).

Hasta la fecha, el electrohilado se ha usado para la fabricación de andamios de numerosos polímeros biodegradables, tales como poli(ϵ -caprolactona) (PCL), poli(ácido láctico) (PLA), poli(ácido glicólico) (PGA), poli(lactida-co-glucósido) (PLGA) y poliuretano (PU) (Pérez, Manuel Ruiz, Schneider, Autino, & Romanelli, 2013). Además, las proteínas naturales también se han utilizado, incluyendo colágeno, elastina y gelatina.

Los polímeros naturales han sido de gran interés por su no toxicidad, compatibilidad con otros biopolímeros, la adhesión celular y la proliferación; como la quitina, quitosano y celulosa. Estos se mezclan a menudo con polímeros sintéticos porque poseen limitaciones como la baja estabilidad, la liberación de tóxicos y productos de degradación que pueden ser perjudiciales para las células, ya que la miscibilidad entre sus moléculas es un factor muy importante especialmente para las propiedades mecánicas de la mezcla (Shalumon et al., 2010; Moreno, Muñoz Prieto, & Casanova, 2015).

Conclusiones

El desarrollo de equipos de capacidad industrial para preparar nanofibras poliméricas en Colombia es muy incipiente o inexistente por lo que limita los tipos de investigación y desarrollo tecnológico que se pretende desarrollar con estos tipos de materiales, lo cual lleva también a que no se aproveche todo el potencial de los polímeros naturales y artificiales, condenando al atraso científico, social y económico de nuestra región.

Referencias

- Agarwal, S., Wendorff, J. H., & Greiner, A., (2008) Use of electrospinning technique for biomedical applications. *Polymer* 49, 5603–5621. doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2008.09.014>
- Barnes, C. P, Sell, S. A., Boland, E. D., Simpson, D. G., & Bowlin, G. L., (2007) Nanofiber technology: designing the next generation of tissue engineering scaffolds. *Adv Drug Deliv Rev.* 59, 1413–1433. doi: <https://doi.org/10.1016/j.addr.2007.04.022>
- Huang, C., Niu, H., Wu, J., Ke, Q., Mo, X., & Lin, T. (2012). Needleless electrospinning of polystyrene fibers with an oriented surface line texture. *Journal of Nanomaterials*, 2012, 7. doi: <https://doi.org/10.1155/2012/473872>
- Jayaraman, K., Kotaki, M., Zhang, Y., Mo, X., & Ramakrishna, S., (2004) Recent advances in polymer nanofibers. *J Nanosci Nanotechnol* 4, 52–65
- Kim, T. G., Lee, D. S., & Park, T. G. (2007). Controlled protein release from electrospun biodegradable fiber mesh composed of poly(ϵ -caprolactone) and poly(ethylene oxide). *International Journal of Pharmaceutics*, 338(1-2), 276-283. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2007.01.040>
- Lin, T., Wang, X., & Niu, H. (2010). Electrostatic spinning assembly. *Chinese science bulletin*, 2265-2286.
- Moreno, L. M., Muñoz Prieto, E., & Casanova, H. (2015). Flocculatin with Chitosan of Microalgae Native of the Colombian Plateau. *Ciencia en Desarrollo*, 6(1), 17-24. doi: <https://doi.org/10.19053/01217488.3646>
- Pérez, M. E., Manuel Ruiz, D., Schneider, M., Autino, J. C., & Romanelli, G. (2013). La química verde como fuente de nuevos compuestos para el control de plagas agrícolas. *Ciencia en Desarrollo*, 4(2), 83-91.
- Shalumon, K. T., Anulekha, K. H., Girish, C. M., Prasanth, R., Nair, S. V., & Jayakumar, R. (2010). Single step electrospinning of

chitosan/poly (caprolactone) nanofibers using formic acid/acetone solvent mixture. *Carbohydrate Polymers*, 80(2), 413-419. doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2009.11.039>

Yarin, A., & Zussman, E. (2004). Upward needless electrospinning of multiple nanofibers. *Polymer* 45, 2977-2980. doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2004.02.066>



Evaluación del comportamiento del almidón de plátano modificado como agente coagulante/floculante natural en la remoción de la turbidez y color del agua

Diana Isabel León Castiblanco¹
Andrés Camilo Zapata Hernández²
Luis Eduardo Meñaca Jiménez³

¹ Sena – Centro Astin, dirección, Santiago de Cali, Colombia. dianaleon@misena.edu.co

² Sena – Centro Astin, dirección, Santiago de Cali, Colombia. zapata91@misena.edu.co

³ Sena – Centro Astin, dirección, Santiago de Cali, Colombia. lemenaca@misena.edu.co

Modalidad: Póster

Resumen

Este proyecto investigativo está basado en la modificación catiónica del almidón de plátano mediante la sal de amonio cuaternaria EPTAC, para su posible uso como coagulante/floculante de aguas. Las propiedades y características del almidón de plátano nativo y modificado se comparan con almidones nativos comerciales de maíz, yuca y papa cationizados con la misma sal y se efectúa la modificación de los almidones teniendo en cuenta variables como temperatura, tiempo y concentración, revisando las propiedades funcionales y el grado de sustitución de los almidones modificados. Se realiza la toma de muestras de agua y se desarrolla la prueba del test de jarras para evaluar su desempeño en comparación con los agentes floculantes/coagulantes utilizados habitualmente y almidones modificados obtenidos.

Palabras claves: agente modificante, almidón de plátano, coagulación/floculación, espectroscopia raman, ion amino cuaternario.

Introducción

Los agentes coagulantes/floculantes utilizados en los procesos de tratamiento de agua cruda y residual permiten la remoción de la turbiedad provocada por partículas coloidales, material suspendido y microorganismos. Estas sustancias son compuestos minerales como el sulfato de aluminio $[Al_2(SO_4)_3 \cdot 14 H_2O]$, el tricloruro férrico ($FeCl_3$) y la poliacrilamida las cuales pueden generar aumento en la concentración de hierro, aluminio y oligómeros de acrilamida en el agua generando problemas a la salud humana y al medio ambiente.

Por lo anterior, se hace necesario el desarrollo de nuevos agentes coagulantes/floculantes de origen vegetal que permitan sustituir a las sales mencionadas anteriormente, los cuales ofrecen ventajas tales como agente microbiano, capacidad adsorbente de metales pesados y generar lodos biodegradables.

Parte Experimental

La obtención del almidón de Plátano nativo se llevó a cabo por vía húmeda utilizando la pulpa del plátano. La lechada obtenida fue filtrada en una tela tipo "Chambray". El filtrado se dejó sedimentar, se decantó y se secó a 50 °C. El almidón seco se pasó por una malla de 100 micras y se empacó en bolsas de polietileno.

La modificación del almidón de plátano se llevó a cabo por medio del agente modificante EPTAC en una solución acuosa de sulfato de sodio (Na_2SO_4) como agente inhibidor de hinchamiento del almidón e hidróxido de sodio (NaOH) como catalizador. Se realizaron modificaciones al 1, 5, 10, 20, 30 y 40% de agente modificante en relación al peso del almidón (Wurzburg, 1986).

El almidón nativo de plátano obtenido y modificado se caracterizó respecto al contenido de materia seca, ceniza, fibra bruta, azúcares reductores, proteína, contenido de pulpa, claridad de la pasta, humedad y sus propiedades funcionales como temperatura de gelatinización e índice de absorción (Sánchez & Aristizábal, 2007). Se realizaron pruebas RAMAN a los almidones obtenidos luego del proceso de modificación para revisar los cambios en la estructura de la molécula.

Se realizó una prueba cualitativa preliminar en una muestra de agua cruda utilizando el almidón modificado obtenido como agente coagulante/floculante.

Resultados y discusiones

La caracterización fisicoquímica del almidón de plátano obtenido (tabla 1) evidencia que el proceso por vía húmeda es eficiente debido a la ausencia de azúcares reductores, lo que indica que el proceso de obtención es bueno y durante la modificación del almidón no habrá reacciones de caramelización por aumento de temperatura. Sin embargo, el porcentaje de pulpa se encuentra alto comparado con el valor reportado en la literatura (0,3%)

(Sánchez & Aristizábal, 2007). Se está evaluando la filtración del almidón obtenido a través de un filtro metálico reutilizable de 40 micras con el fin de mejorar la calidad del almidón respecto a los contenidos de materia seca, claridad a la pasta y pulpa.

Tabla 1. Caracterización fisicoquímica de almidones nativos.

Determinación	Almidón plátano	Almidón papa	Almidón maíz	Almidón yuca
Temperatura gelatinización (°C)	60,15	64,15	65,1	69,55
Azúcares reductores	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
Materia seca (%)	77,43	85,45	89,25	89,25
Pulpa (%)	3,9	--	--	--
Claridad de la pasta (%T)	5,41	65,3	52,4	23,8

El análisis de los almidones modificados mediante espectroscopia Raman (figura 1) permitió identificar el porcentaje de agente modificante al cual ocurre la mayor sustitución en relación a la intensidad de las bandas correspondientes al ion amonio cuaternario, las cuales se evidencian en el alcance simétrico de 761 cm^{-1} y el alcance anti simétrico de $962\text{ a }975\text{ cm}^{-1}$ (Larkin, 2011). El mayor grado de sustitución se presentó a una concentración del 20%. Parámetros como el tiempo de reacción, concentración de almidón, cantidad de agua, hidróxido de sodio y agente inhibidor, están siendo evaluados para determinar la relación entre reactivos que optimice el proceso de modificación, a fin de obtener un grado de sustitución entre 0,4 y 0,7. Así mismo garantizar que el almidón catiónico obtenido continúe en su estructura inicial, evitando cambios por gelatinización o empastamiento.

La prueba cualitativa de coagulación/floculación en una muestra de agua cruda, muestra disminución en la turbiedad y el color de esta agua, evidenciando que el almidón de plátano modificado es una alternativa natural para reemplazar en un alto porcentaje a los agentes sintéticos.

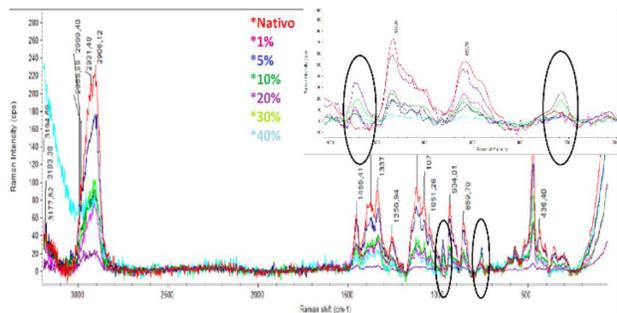


Figura 1. Espectro Raman de almidón nativo y modificado.

Conclusiones

Se deben evaluar los contenidos de materia seca, claridad de la pasta y porcentaje de pulpa en el almidón nativo de plátano obtenido con el filtro de 40 micras, con el fin de garantizar su mayor calidad, en comparación con los almidones comerciales de papa, yuca y maíz.

Se debe cuantificar el grado de sustitución en los almidones modificados a una concentración inferior de 20% de agente EPTAC con el fin de determinar a qué concentración se alcanza un grado de sustitución entre 0.4 y 0.7, debido a que en este rango se presenta su mayor potencia como agente coagulante/floculante.

Agradecimientos

Los autores agradecen a los aprendices de la ficha 1260032 del programa de Química Aplicada a la Industria del centro ASTIN, a Tecno parque Nodo Valle, Ingenio Colombia S.A, Grupo GIDEMP, al Sena – Centro Astin y a RTL Representaciones Técnicas LTDA.

Referencias

- Larkin, P. (2011). Infrared and Raman spectroscopy: principles and spectral interpretation. Elsevier
- Sánchez, T., & Aristizábal, J. (2007). Guía técnica para producción y análisis de almidón de yuca. Boletín de servicios agrícolas de la FAO, 163.
- Wurzburg, O. B. (1986). Modified starches-properties and uses. CRC Press Inc.

Superficies antibacterianas de haluros metálicos inmovilizados sobre materiales poliméricos

John Alexander Vergara¹
Yeraldin Serna¹
Carolina Caicedo²
Yenny Avila^{1*}

² Universidad Tecnológica de Pereira, Programa de Química Industrial. GI-QCOAMMSB, Álamos, La Julita, Pereira, Colombia. yennypatricia.avila@utp.edu.co

Modalidad: Póster

Resumen

En el presente artículo se hace un reporte del hilado de quitosano (Q)-alcohol polivinílico(PVA) vía electrohilado sobre aluminio y vidrio erosionado con ácido fluorhídrico (HF). Posteriormente su coordinación a centros metálicos de cobre(II), cobalto(II), plata(I) y manganeso(II). Finalmente, la evaluación antibacterial contra *Staphylococcus aureus* con el método modificado de Kirby – Bauer sobre discos, comparando las diferentes superficies de Q con haluros metálicos con respecto a los complejos respectivos en disolución sin hilar. Es de notar que los iones metálicos de cobalto(II), manganeso(II) y plata(I) tienen un efecto significativo en las propiedades bacteriostáticas con respecto a la matriz de quitosano y PVA. La mayor actividad antibacterial la representa el PVA sólo. Fue posible utilizar la técnica de electrohilado para obtener materiales compuestos con diferentes centros metálicos, así como una mejor separación de la película con respecto al sustrato en vidrio erosionado con respecto al aluminio.

Palabras claves: *Electrohilado, actividad microbiológicas, inmovilización de metales.*

Introducción

Los cationes metálicos pueden ser adsorbidos por quelación en grupos amina de quitosano en soluciones casi neutras, por medio de interacciones electrostáticas o formando enlaces de coordinación con los pares electrónicos libres del grupo acetilo y del nitrógeno. En el caso de los aniones metálicos, la adsorción procede por atracción electrostática sobre grupos amina protonados en soluciones ácidas. El pH es una variable importante que discrimina el tipo de interacción. Varios ejemplos se discuten con metales preciosos (Pd, Pt), oxo-aniones (Mo, V) y metales pesados (Cu, Ag). Estas interacciones



de los iones metálicos con el quitosano se pueden utilizar para la descontaminación de efluentes, aplicaciones optoelectrónicas, en la agricultura, en la recuperación de metales valiosos, modificación de antimicrobianos entre otros. El rendimiento de la adsorción también se controla estrictamente por otros parámetros estructurales del polímero (grado de desacetilación, cristalinidad, superficie, método de preparación de las películas) que controlan las propiedades de hinchamiento y difusión del quitosano. La identificación de las etapas limitantes del proceso de adsorción ayuda a diseñar nuevos derivados del quitosano en diferentes formas: sólida, geles, fibras, fibras huecas, películas entre otras (Lawal, 2004).

A nivel microbiológico las nanopartículas de quitosano funcionalizadas con aniones como tripolifosfato generan una carga residual negativa que interactúa electrostáticamente con los iones metálicos como Cu^{2+} . Estos materiales han mostrado actividad antibacteriana contra *E. coli*, *S. choleraesuis*, *S. typhimurium* y *S. aureus*. Se considera que el quitosano interrumpe las membranas celulares y la fuga de citoplasma. La inhibición es dependiente de la dosis. Se ha detectado permeabilización simultánea de la membrana celular a pequeños componentes celulares, acoplada a una despolarización significativa de la membrana. Con respecto a células de *Staphylococcus simulans* 22 no hay reportada lisis de la pared celular, la membrana celular permanece intacta, pero el análisis transcripcional reveló que el tratamiento con quitosano conduce a múltiples cambios en los perfiles de expresión de los genes SG511 de *Staphylococcus aureus* implicados en la regulación del estrés y la autólisis, así como los genes asociados con el metabolismo energético (Fu, Ji, Fan & Shen, 2006).

Los complejos de iones metálicos están desempeñando un papel cada vez más importante en el desarrollo de antimicrobianos. Cobalto(III), cobre(II) y plata (I) han sido asociados a este tipo de propiedades biológicas. Derivados de sulfacetamida (N- [4- (amino-fenil) sulfonil] acetamida) con los metales de cobre, cobalto y níquel han mostrado actividad contra *E. coli* y *S. aureus*, apreciable en comparación a los ligantes libres, lo cual manifiesta que el centro metálico puede potenciar las actividades biológicas.

A nivel de películas multicapa de quitosano con nano partículas de plata sobre PET, también se ha reportado actividad citotóxica. Sin embargo, hoy en día el método de

deposición de nanofibras, por electrospinning, se ha empleado para introducir actividad antibacteriana y biocompatibilidad a la superficie de textiles de PET.

Las mezclas de polímeros de PET y quitosano se electro-pasan a las esterillas de micro-no tejidos de PET para aplicaciones biomédicas. La actividad antibacteriana de las muestras se ha evaluado contra *Staphylococcus aureus* y *Klebsiella pneumoniae* mostrando una tasa de inhibición del crecimiento significativamente mayor comparada con el

Método de síntesis de superficies con haluros metálicos

Cada sal metálica fue mezclado con las disoluciones de quitosano de mediano peso molecular al 2% y con alcohol polivinílico al 16 % (PVA) a temperatura ambiente, pH de 3.5, disolvente agua y agitación por 30 min. Después de homogenización de las soluciones, se procedió a electrohilar.

control de la nanofibra de PET. Además, las células de fibroblastos se adhieren mejor a nanofibras de PET / quitosano que a las esteras de nanofibras de PET, lo que sugiere una mejor compatibilidad de tejidos.

Dado el contexto anterior, en el presente artículo se hace un reporte del hilado de quitosano (Q)-alcohol polivinílico (PVA) vía electrospinning sobre aluminio y vidrio erosionado con ácido fluorhídrico (HF). Posteriormente su coordinación a centros metálicos de cobre(II), cobalto(II), plata(I) y manganeso(II). Finalmente, la evaluación antibacterial contra *Staphylococcus aureus* con el método modificado de Kirby – Bauer sobre discos, comparando las diferentes superficies de Q con haluros metálicos con respecto a los complejos respectivos en disolución sin hilar.

Parte Experimental

Reactivos y equipos

$\text{CuCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{CoCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, MnCO_3 , AgCl , Quitosano BPM, Quitosano MPM, marca aldrich. Disolventes: metanol, agua destilada, agar Mueller-Hinton, Infusión-Cerebro-Corazón (BHI).

Método de electrohilado

Las soluciones preparadas fueron suministradas a temperatura ambiente en una jeringa de diámetro 12.45

mm, con aguja (capilar metálico) de diámetro interno 0,7 mm. La velocidad de flujo programada en la bomba de inyección (Syringe Pump, NE-1600) fue de 0,2 mL/h. Se utilizó una placa de aluminio estática para recolectar las nanofibras electrohiladas y vidrio erosionado con HF a diferentes distancias (15, 16, 17, 18, 19, 20 y 21 cm). La tensión aplicada varió entre 12 kV y 20 kV en la que se utilizó una fuente de alimentación de alto voltaje (Glassman High Voltage, EH60).

Método de evaluación microbiológica

Se llevó a cabo inicialmente la preparación del inoculo de *Staphylococcus aureus* en el caldo Infusión-Cerebro-Corazón, incubando durante un tiempo de 48 h. Posteriormente se realizó siembra por profundidad, sobre el agar Mueller-Hinton, depositando discos impregnados de las mezclas en estado líquido y las películas hiladas sobre vidrio y aluminio. La siembra se realizó por triplicado en cada experimento programado, con un periodo de incubación de 24 h a a 37 °C. El antibiotico utilizado como control fue ampicilina grado reactivo, con una concentración de 5×10^5 ppm.

Resultados y discusiones

En la **tabla 1**, se reportan las condiciones de hilado de cada material y su actividad antimicrobiana caracterizada como bactericia y bacteriostática. El % de inhibición está expresado en términos del control ampicilina grado reactivo.

El quitosano hilado sobre aluminio no presenta actividad microbiológica. Sin embargo, el PVA al 16 % presenta una actividad del 64% en disolución con respecto a ampicilina. A partir de la mezcla de estas dos especies, los resultados evidencian que al inmovilizarse el metal en la matriz polímero cobre(II) no presenta actividad. Sin embargo, cobalto(II) **figura 2**, manganeso(II) y plata(I) evidencian actividad en el orden del 62.4 %, siendo mayor para manganeso. Hay una marcada influencia de la actividad biológica del PVA en las películas formadas. Por otro lado, en la **tabla 2**, se realiza una comparación con respecto al estado líquido como soluciones y es evidente que el centro metálico no sinergiza la actividad del PVA. Sin embargo, para cobre(II) y manganeso(II) hay una disminución de la actividad en la solución con respecto a

la sal metálica de partida. Caso contrario para plata(I) y cobalto(II).

Las superficies evaluadas vidrio erosionado y aluminio muestran diferencias significativas en la adherencia de la película sobre el sustrato. Existe menor adherencia en vidrio, lo cual facilita la estimación de las propiedades microbiológicas, ya que se desprende la película y se elimina la interferencia del aluminio. En la **figura 1**, se muestra el aumento de la rugosidad superficial en vidrio erosionado con HF a diferentes tiempos desde 1 min hasta 35 min.

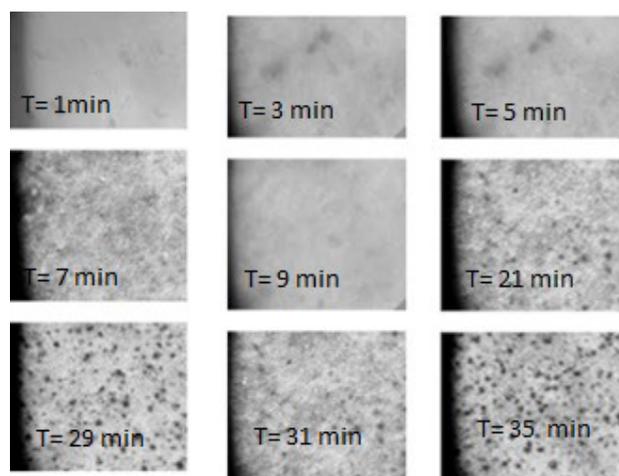


Figura 1. Vidrio erosionado con HF

A la misma concentración hay mayor actividad para manganeso(II) y plata(I) con respecto a cobre(I) y cobalto(II). Existe una marcada diferencia entre centros metálicos, el cobre(II) presenta una configuración d9, cobalto(II) d7 y manganeso(II) d5. Esto implica una geometría de los pares electrónicos del quitosano entorno al centro metálico diferente para cada uno. Esto sugiere que existe una influencia de la configuración electrónica del metal sobre las propiedades biológicas.

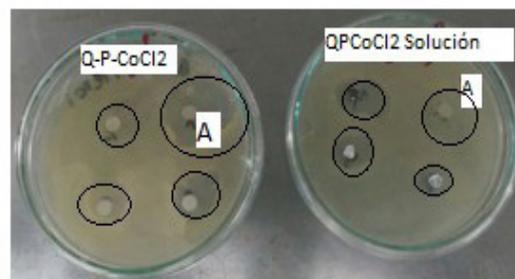


Figura 2. Caracterización microbiológica para las Q-P-CoCl₂ en película y en solución



Conclusiones

Con base en los resultados se considera que los iones metálicos de cobalto(II), manganeso(II) y plata(I) tienen un efecto significativo en las propiedades bacteriostáticas con respecto a la matriz de quitosano y PVA. La mayor actividad antibacteriana la representa el PVA sólo. Fue posible utilizar la técnica de electrohilado para obtener materiales compuestos con diferentes centros metálicos, así

como una mejor separación de la película con respecto al sustrato en vidrio erosionado con respecto al aluminio.

Agradecimientos

Este trabajo se desarrolló en las instalaciones de la Universidad Tecnológica de Pereira, proyecto 9-17-3 en convenio con ASTIN (Instituto de Asistencia Técnica a la Industria).

Tabla 1. Condiciones de hilado de cada material y su actividad antimicrobiana

Muestra	Concentración (ppm)	CONDICIONES DE HILADO	Bactericida	Bacteriostático	% de inhibición (halo de inhibición muestra/ halo de inhibición antibiótico) *100	
Sólida	Q-PVA	Q 20098,1	Velocidad de Bombeo 0,120 ml/h	-----	-----	-----
		PVA 16%	Distancia Colector 11 cm Voltaje variable 19,5Kv Tiempo 40 min Humedad 50% Temperatura 25,7 °C pH 5	-----	-----	-----
	Q-PVA-CuCl ₂	Q 20098,1	Velocidad de Bombeo 0,120ml/h	-----	-----	-----
		PVA 16%	Distancia Colector 11 cm Voltaje variable 19,4Kv Tiempo 40 min Humedad 54%	-----	-----	-----
		CuCl ₂ 1977,8	Temperatura 24,8° C pH 6	-----	-----	-----
	Q-PVA-CoCl ₂	Q 20098,1	Velocidad de Bombeo 0,120 ml/h	Activo	-----	44.4%
		PVA 16%	Distancia Colector 11 cm Voltaje variable 18,4 Kv Tiempo 40 min Humedad 52%	-----	-----	-----
		CuCl ₂ 2002,2	Temperatura 25,5°C pH 6	-----	-----	-----
	Q-PVA-MnCO ₃	Q 20098,0	Velocidad de Bombeo 0,120 ml/h	Activo	-----	84.5%
		PVA 16%	Distancia Colector 11 cm Voltaje variable 18,3 KV Tiempo 40 min Humedad 52%	-----	-----	-----
		MnCO ₃ 2001, 0	Temperatura 26,3°C pH 5	-----	-----	-----
	Q-PVA-AgCl	Q 20098,1	Velocidad de Bombeo 0,120 ml/h	Activo	-----	58.9%
		PVA 16%	Distancia Colector 11 cm Voltaje variable 18,3 KV Tiempo 40 min Humedad 51%	-----	-----	-----
		AgCl 2009,5	Temperatura 26,3°C pH 4	-----	-----	-----

Tabla 2. Condiciones de hilado de cada material y su actividad antimicrobiana en disolución

Muestra	Concentración (ppm)		Bactericida	Bacteriostático	% de inhibición (halo de inhibición muestra/ halo de inhibición antibiótico) *100	
Líquida	PVA	16%		-----	Activo	64%
	Q-PVA	Q	20098,1	-----	Activo	64%
		PVA	16 %			
	Q-PVA-CuCl₂	Q	20098,1	-----	Activo	0%
		PVA	16%			
		CuCl₂	1977,8			
	Q-PVA-CoCl₂	Q	20098	-----	Activo	51.1%
		PVA	16 %			
		CoCl₂	2002,2			
	Q-PVA-MnCO₃	Q	20098,1	-----	Activo	22.2%
		PVA	16%			
		MnCO₃	2001,0			
	Q-PVA-AgCl	Q	20098,1	Activo	-----	66.7%
		PVA	16%			
		Ag	2009,5			
	CuCl₂	Cu	2000,2	-----	Activo	33.4%
		CoCl₂	Co	2000,1	-----	Activo
	MnCO₃	Mn	2000,3	-----	Activo	55.6%
	AgCl	Ag	2000,4	-----	Activo	84.5 %

Referencias

- Fu, J., Ji, J., Fan, D., & Shen, J. (2006). Construction of antibacterial multilayer films containing nanosilver via layer-by-layer assembly of heparin and chitosan-silver ions complex. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 79(3), 665-674. doi: <https://doi.org/10.1002/jbm.a.30819>
- Lawal, O. S. (2004). Succinyl and acetyl starch derivatives of a hybrid maize: physicochemical characteristics and retrogradation properties monitored by differential scanning calorimetry. *Carbohydrate Research*, 339(16), 2673-2682. doi: <https://doi.org/10.1016/j.carres.2004.08.015>



Evaluación del proceso de extrusión del PET reciclado con el fin de obtener filamentos

Erika Cecilia Banquet Hoyos¹
Julio Bernardo Marrugo Gutiérrez¹
Walter José Moreno Escalante¹
Johana Inés Rodríguez Ruiz¹

¹ Centro Para la Industria Petroquímica CIP- SENA Regional Bolívar, Avenida Pedro De Heredia Sector Tesca, Cartagena- Bolívar, Colombia. Grupo de Investigación en Procesos de la Industria Petroquímica GIPIQ. erikc-b@hotmail.com; jbmarrugo@misena.edu.co; walter.moreno@misena.edu.co; jrodriguezr@sena.edu.co

Modalidad: Póster

Resumen

El tratamiento de los residuos de origen poliméricos proveniente de la industria del envasado, en especial la industria de transformación del politereftalato de etileno (PET) ha suscitado creciente interés en los últimos años, por la problemática existente en el colapso de sitios de disposición final por el gran volumen de residuos de esta naturaleza. Para conseguir el objetivo de alargar el tiempo de vida útil de los materiales poliméricos dentro de un rango de propiedades acotadas y de calidad, se requiere conocer con certeza las variables tecnológicas de transformación del plástico y en concreto, los efectos que tienen estas operaciones de reprocesado sobre las características del polímero. En el presente trabajo se ha planteado el conocimiento y caracterización mediante análisis Calorimetría diferencial de barrido ASTM D 3418

Palabras claves: *Extrusión, PET (Politereftalato De Etileno), Reciclaje.*

Introducción

En la actualidad, la demanda creciente de bienes y servicios por parte de la población, impulsan el desarrollo de tecnologías innovadoras, las cuales además de satisfacer las necesidades de la sociedad, también sean menos agresivas con el ambiente (Juárez, Santiago, & Vera, 2011). Este proyecto en ejecución forma parte de un trabajo de investigación mayor, el cual, se está desarrollando con el acompañamiento del semillero de investigación del Centro para la industria Petroquímica SENA-Regional Bolívar, y busca nuevas alternativas al PET reciclado, disminuyendo la contaminación por volumen que este genera en nuestro país, por esa razón este proyecto está implementando una metodología la cual implica someter el material a varios cambios y pruebas antes de ser extruido con el fin de conocer las condiciones que debe tener este proceso para que el producto final sea el deseado. El proceso de extrusión que es uno de los más importantes en la industria

de transformación de los plásticos. Entre los productos que se puedan manufacturar se encuentran: tubería, manguera, fibras, películas y un número ilimitados de perfiles (Ríos Ramos, 2014).

Parte Experimental

Para llevar a cabo esta investigación se realizó una selección de métodos para la recuperación y transformación de las botellas de PET para llevarlas a su estado de fleques y ser cristalizado para recuperar propiedades térmicas y evitar daño del material al momento de ser extruido. Para la cristalización del material molido, utilizamos un secador shini plastics technologies en este equipo se dejó el material a una temperatura de 110°C a 120°C durante un tiempo que oscilo de 10 a 15 minutos dependiendo el proceso. Se realizaron dos pruebas de calorimetría diferencial de barrido (DSC Q2000 V24.11 Build 124) antes y después del cristalizado para saber las condiciones de temperatura que se deben manejar, estos se realizaron bajo las siguientes condiciones: rampa de calentamiento de 10°C por minutos hasta 300°C. Teniendo el material cristalizado y los DSC se procede a fundirlo, se realizaron varias pruebas variando los parámetros del extrusor (haake rheomex os thermo scientific) hasta obtener los resultados deseados.

Resultados y discusiones

El material extruido mostro inestabilidad en el proceso ya que al momento de ser extruidos se presentó porosidad, fractura del fundido (Melt Fracture), y según Ramos de Valle esto se debe a las condiciones a las que estábamos exponiendo al equipo como la temperatura y las revoluciones por minutos (RPM), sin embargo con ayuda de las pruebas de DSC (Calorimetría Diferencial de Barrido) se mejoraron las condiciones para que el resultado sea óptimo, tal como lo muestra la tabla 1.

El Análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) del PET cristalizado, representado en la Fig. 2 muestra se diferencia del análisis realizado para el PET antes de ser cristalizado porque este muestra un punto de reblandecimiento y requiere de menos energía para alcanzar el punto de fundición (Tabla 1).

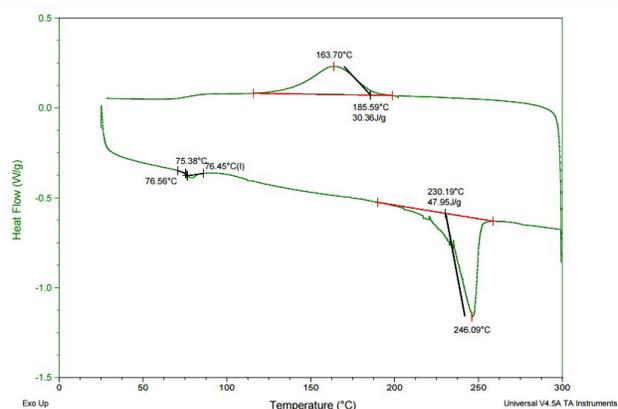


Figura 1. Análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) del PET reciclado antes de ser cristalizado.

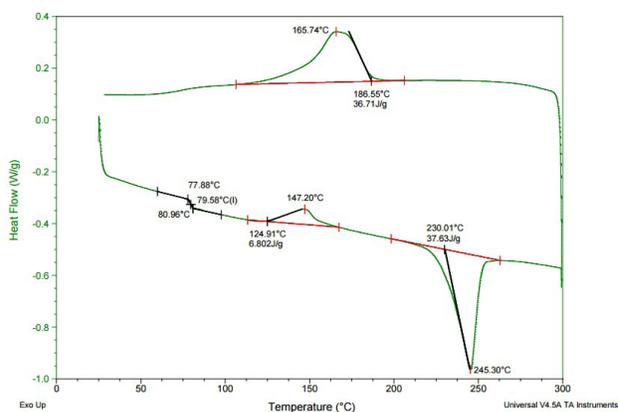


Figura 2. Análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) del PET cristalizado.

Tabla 1. Condiciones de temperaturas y revoluciones por minuto (rpm) a las que fue expuesto el PET cristalizado por primera vez.

Zonas de la extrusora	Temp. °C	rpm
S1	260.0	100
S2	265.0	
S3	270.0	
S4	275.0	
S5	280.0	
S6	285.0	

Conclusiones

Las pruebas y técnicas empleadas para el proceso de extrusión facilitaron la optimización en la obtención del filamento.



Agradecimientos

Sistema de Investigación, Desarrollo tecnológico e innovación SENNOVA-SENA 2017.

Referencias

Juárez, M., Santiago, M. E., & Vera, J. (2011). Estudio de factibilidad para la manufactura de empuñaduras de PET reciclado. e-Gnosis, 9.

Ríos Ramos, E. F. (2014). Estudio de factibilidad para la creación de una microempresa productora de bolsas de papel para regalo a base de papel reciclado y su comercialización en el cantón marcabelí, provincia de el oro (Bachelor's thesis).

Captura y simulación aerodinámica de la nariz de la aeronave aa-007 a partir de herramientas de ingeniería inversa

Jaime Pastes¹
Andrés Torres²

¹ Aero Alianza Fabricación Aviones Agrícolas AIS S.A.S, Cr 100 11 60 To Farallones, Cali – Vale del Cauca, Colombia. jalexgp26@gmail.com

² Tecnoparque – Sena Astin, Nodo – Cali, Carrera 5 No. 11-68, Plaza de Caicedo, dirección, Cali – Valle del Cauca, Colombia

Modalidad: Video

Resumen

El objetivo general de este trabajo es obtener el diseño CAD de la nariz de la aeronave de fumigación aérea AA-007 a partir de la implementación de herramientas de escaneo 3D para su posterior análisis Aerodinámico, mediante la simulación por computadora, utilizando herramientas de Mecánica de fluidos (CFD) bajo condiciones de velocidad del viento y turbulencia determinados.

Estos resultados preliminares hacen parte de un proyecto articulado al Tecnoparque Sena – Astin. Que se propone acompañar las etapas de Simulación, prototipado y caracterización de materiales para la aeronave AA-007 ALS, durante su etapa de fabricación y certificación de la aeronave de fumigación aérea.

Palabras claves: *Diseño Asistido por Computador CAD, Ingeniería Inversa, Simulación Aerodinámica.*

Introducción

La industria actual enfrenta grandes desafíos, la sofisticación de los mercados y la exigencia de los clientes por productos más precisos y elaborados hacen necesario la integración de métodos de experimentación e innovación a los procesos tradicionales de diseño y fabricación.

La ingeniería inversa busca a partir del análisis, validación y reconocimiento de procesos, descubrir el principio tecnológico de un dispositivo. La integración entre el diseño y la manufactura mediante las técnicas CAD/CAM ha permitido el desarrollo de productos en forma rápida, óptima y eficiente; que sumado a las tecnologías de escaneo 3D ((Raja & Fernandes, 2008) ha logrado que la ingeniería inversa de partes y componentes sea una de las áreas de la ingeniería que más se ha beneficiado con la integración de estas disciplinas o tecnologías. Además, dar un nuevo enfoque a la metrología dimensional a partir de la captura de la información del objeto para Posteriormente



ser tratada, refinada y validada con la ayuda de software especializado (Udroiu, 2017).

El presente artículo pretende socializar la metodología de escaneo 3D implementada para la captura y Pósterior rediseño de la nariz de la aeronave de fumigación aérea AA-007. Para su evaluación aerodinámica preliminar con la ayuda del software solidworks complemento CFD.

Parte Experimental

Los pasos principales antes de iniciar el proceso de escaneo de la hoja consisten en las siguientes operaciones:

Preparación de la Nariz para escaneado

En esta etapa se preparó la superficie de la nariz del avión eliminando el brillo de la superficie con revelador de soldadura, para los escáneres de Nocontacto como **Handy Scaned** el brillo de la pieza puede afectar la captura de la superficie. Pósteriormente se ubicaron targets de posicionamiento sobre la superficie de la nariz del avión para que el escáner pueda ubicar el objeto en el espacio como se muestra en la siguiente Figura 1.

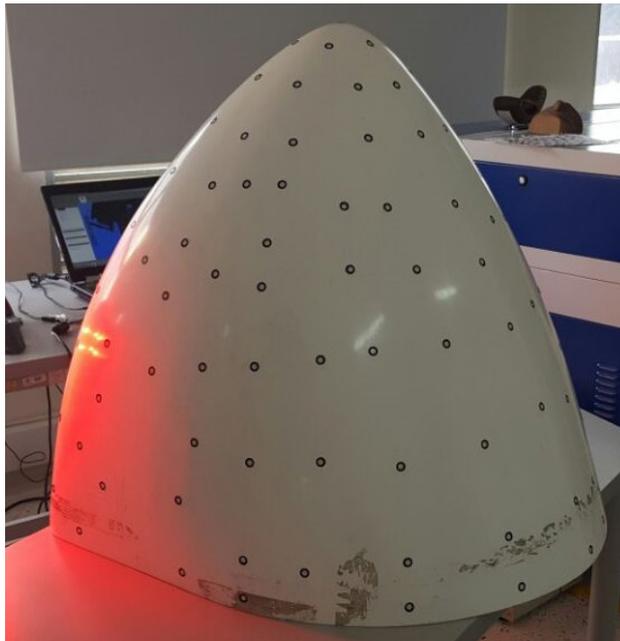


Figura 1. Nariz de avión con Targets de posicionamiento.

Configuración del escáner y captura de la superficie

Desde el programa **VxElements** se configuro la potencia y la apertura del láser de captura del escáner, este proceso se realizó para cada una de las piezas que se escanearon pues el brillo superficial de cada pieza determina la potencia del láser y la popturacion del mismo. La configuración de la resolución del escáner tiene un efecto directo sobre el tiempo de captura, entre más alta la resolución de escaneado mayor tiempo de captura. Para el caso del escáner **Handy Scaned** como se observa en la Figura 2, la resolución esta entre (2.0 -0.2) mm/s., en este caso se utilizó una resolución de 0.5 mm/s.

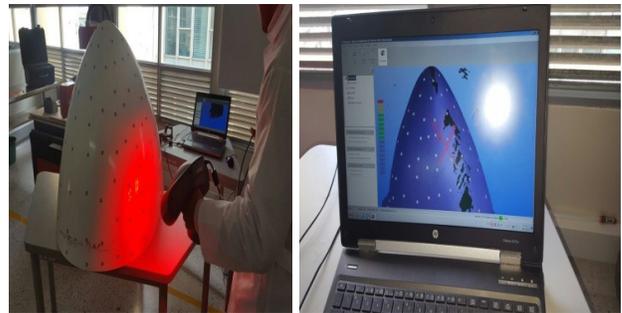


Figura 2. Configuración potencia del láser y captura de la nariz del avión con el Software **VxElements** escáner **Handy Scaned**.

Modelado 3D simulación aerodinámica de la nariz mediante el software Soliworks

Existen varios productos de software de inspección / ingeniería inversa en el mercado, que unen la brecha entre la recogida de puntos y los requisitos de diseño (Storti, Peralta, Careno, & Albanesi, 2013). Se pueden mencionar productos de software independientes tales como Geomagic, Rapidform, Gom Inspect o algunos módulos de software de los sistemas de software complejos, Catia, Creo y SolidWorks (Ospina Pérez, & Ramírez Tobón, 2015).

A partir de la malla de puntos obtenida durante el proceso de escaneo y con la ayuda de los módulos de reparación de malla y superficie del software solidworks, se realizó una reconstrucción rápida de la superficie y Pósteriormente un diseño generativo de la nariz del avión, siguiendo la metodología de la Figura 3.

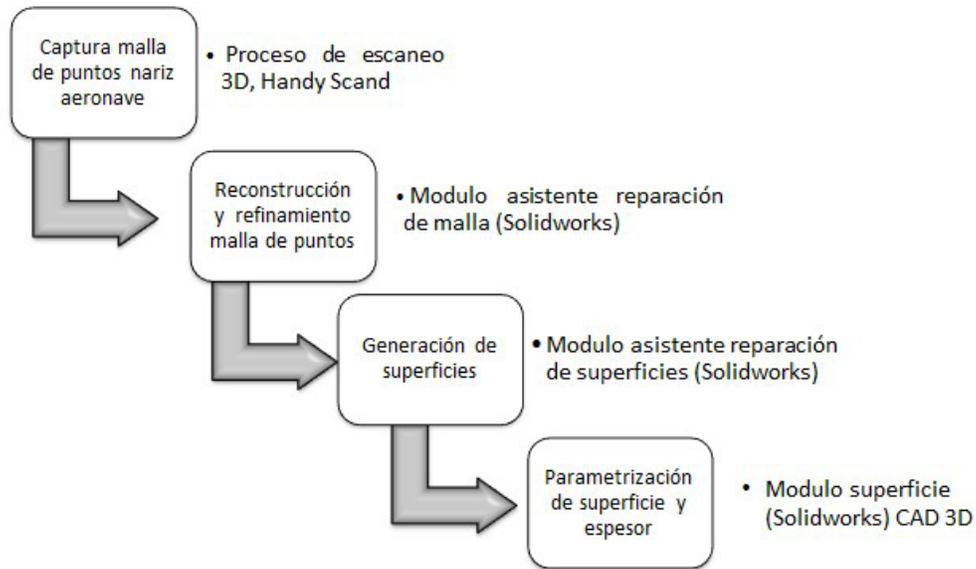


Figura 3. Metodología captura y rediseño de la nariz del avión (Jacob, 2001).

Para el Pósterior aerodinámico de la nariz del avión se utilizó el módulo de solidworks flow simulation de software solidworks, con las condiciones de contorno entrada como velocidad de viento V (38 m/s), turbulencia del aire del 12%, longitud de turbulencia de 0.0088 m. Se logró obtener un modelo 3D nariz del avión como se observa en la Figura 4.

Se utilizó la ley de pared sin deslizamiento (no-slip). En la salida, se considera que el valor de la presión es la atmosférica.



Figura 4. Modelo 3D nariz del avión

Resultados y discusiones

De las simulaciones numéricas en solidworks flow simulation Figura 5, se obtuvieron los siguientes resultados cualitativos y cuantitativos.

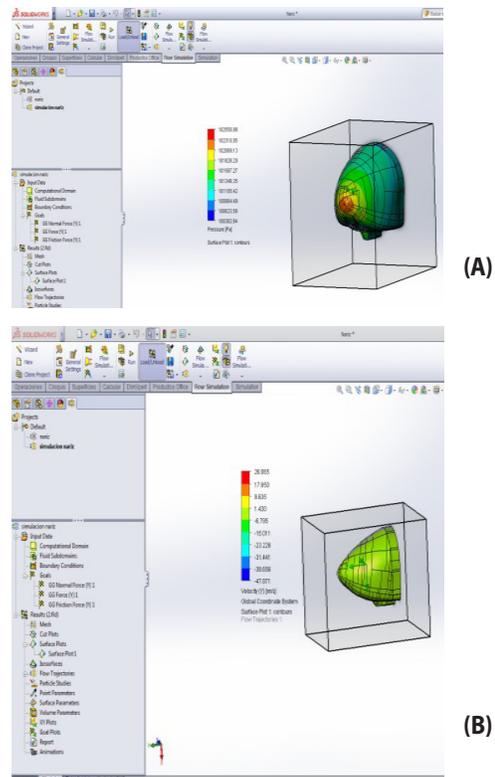


Figura 5. Valores de presión y velocidad sobre la superficie de la nariz del avión.



De acuerdo a las simulaciones los valores de presión más altos se concentran en la parte frontal de la nariz y disminuyen a medida que el diámetro de la sección transversal de la nariz aumenta. Lo que permite suponer, que bajo de condiciones de vuelo la geometría de la nariz beneficia el desplazamiento de la aeronave en ángulos de vuelo menores a 30°.

Por otra parte las líneas de trayectoria de velocidad sobre la superficie de la nariz, muestran los valores más altos sobre la parte superior media de la nariz. De igual manera se observaron los valores de velocidad más bajos en la parte frontal de la nariz ocasionados por el impacto del aire con la superficie de la nariz.

Conclusiones

Se logró obtener el diseño CAD de la nariz de la aeronave de fumigación aérea AA-007 a partir de la implementación de herramientas de escaneado 3D e ingeniería inversa, con una desviación con respecto a la malla de puntos de 0.2 mm.

Se consiguió realizar la simulación aerodinámica de la nariz del avión con la ayuda del módulo de solidworks flow simulation del software de Diseño Solidworks.

Respecto a los resultados preliminares obtenidos, se hace necesario implementar herramientas de simulación aerodinámicas más robustas que permitan conocer con mayor precisión el comportamiento de la velocidad del aire en la parte baja de la nariz donde se ubican las tomas de aire.

Agradecimientos

Agradecimiento al Sena - Astin y a los gestores de la línea de Ingeniería y Diseño del Tecnoparque Nodo – Cali.

Referencias

- Jacob, J. (2001). Experimental and computational aerodynamic analysis of ice fragments shed from aircraft surfaces.
- Ospina Pérez, C. A., & Ramírez Tobón, B. Y. (2015). Aplicación de la ingeniería inversa en la reproducción de una pieza plástica inyectada (Bachelor's thesis, Pereira: Universidad Tecnológica de Pereira).
- Raja, V., & Fernandes, K. (2008). Reverse engineering. London: Springer. doi: <https://doi.org/10.1007/978-1-84628-856-2>
- Storti, B., Peralta, I., Careno, S., & Albanesi, A. (2013). Aerodinámica de turbinas eólicas de baja potencia. In XXXII Congreso de Métodos Numéricos y sus Aplicaciones ENIEF.
- Udroiu, R. (2017). Research regarding reverse engineering for aircraft components. MATEC Web Of Conferences, 94, 01012. doi: <http://dx.doi.org/10.1051/mateconf/20179401012>

Undimotriz: columna de agua oscilante para generación de energía eléctrica

Fredy F. Miramag-Martinez¹
Bairo Vera-Mondragón²
Rodrigo Martinez-Zúñiga³

¹ Aero Alianza Fabricación Aviones Agrícolas AIS S.A.S, Cr 100 11 60 To Farallones, Cali – Valle del Cauca, Colombia. jalexgp26@gmail.com

² Tecnoparque – Sena Astin, Nodo – Cali, Carrera 5 No. 11-68, Plaza de Caicedo, dirección, Cali – Valle del Cauca, Colombia

Modalidad: Video

Resumen:

Este proyecto se enfoca en la captación de energía eléctrica al aprovechar el potencial energético de las olas del mar, analizando y optimizando variables que intervienen por medio de simulaciones en software y procesos experimentales de laboratorio, proyectados a un prototipo de campo de implementación en una zona costera del Valle del Cauca, utilizando un dispositivo denominado Columna de agua oscilante OWC (Oscillating Water Column), para satisfacer la necesidad de abastecimiento eléctrico de las zonas no interconectadas (ZNI).

Palabras claves: *energía, undimotriz, mareomotriz, oscilante, turbinas.*

Introducción

Con la implementación de un sistema eficiente, además de provenir de fuentes ambientalmente sostenibles, se pueden tomar datos y analizar las variables de incidencia de las olas del mar en la generación de energía eléctrica. La experimentación por medio del prototipo de campo, permite evaluar el sistema y verificar la importancia de esta tecnología en la solución a la necesidad del abastecimiento eléctrico para las comunidades en zonas no interconectadas (ZNI) de las costas del pacífico colombiano, que no cuentan con este servicio debido a su difícil acceso. El prototipo Undimotriz basado en un dispositivo de Columna de Agua Oscilante (OWC) se desarrolla a partir de la necesidad expuesta, permitiendo el mejoramiento de la calidad de vida de la población y en consecuencia promover el desarrollo del territorio, cuya propuesta se define de acuerdo a las consideraciones en cuanto a eficiencia del sistema, costos de fabricación e instalación, teniendo en cuenta el impacto producido al medio ambiente.



Parte Experimental

El desarrollo del prototipo y sus turbinas (Ver figura 1) se hace a partir de investigaciones que demuestran la eficiencia de estos sistemas (Salueña Berna, Ortiz Marzo, & Raso Bautista, 2009; Váldez Loiacano, 2013), los cuales son evaluados para su Pósterior análisis de resultados y así lograr la optimización del prototipo undimotriz. Los trabajos experimentales en el prototipo de laboratorio se describen en tres partes, la primera parte es **control de oleaje**, donde se determinan las

variables (altura de onda, longitud de onda, frecuencia de onda) en el prototipo de laboratorio para tener control del dispositivo; la segunda parte es **cámara de aire** con diferentes volúmenes que permite la obtención de velocidades de flujo de viento, deltas de presión, desplazamiento de ondas dentro de la cámara de aire, de acuerdo a los mejores resultados obtenidos del control de oleaje y por último se experimenta con varios **tipos de turbinas** unidireccionales con distintas configuraciones en sus álabes, dimensiones, diámetros, estructura como la turbina tipo Wells, de impulso axial o turbinas de acción. La metodología en cada experimento corresponde a la realización de varios tratamientos o pruebas con cada una de las variables controlables de entrada en el dispositivo undimotriz, recogiendo los datos en cada fase que componen el prototipo, que se definen así: fase de generación de olas (en las que se presentan la energía cinética y potencial), fase de obtención de energía neumática en la cámara de aire, fase de energía mecánica presente en la turbina y fase de energía eléctrica en el generador; con base en dichos experimentos y usando los elementos de medición correspondiente como cintas métricas, anemómetro, multímetro, tacómetro y barómetro, además de los análisis previos a cada resultado conseguido se generan en la figura 2 la representación de la energía eléctrica obtenida a partir del movimiento de las olas.

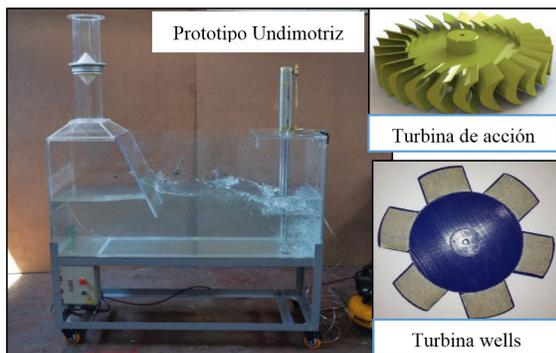


Figura 1. Prototipo Undimotriz basado en un dispositivo de Columna de Agua Oscilante (OWC) y Turbinas.

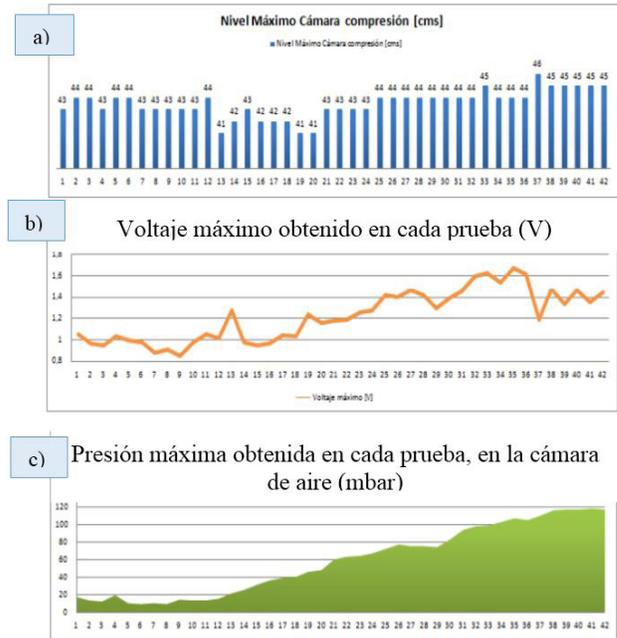


Figura 2. Representación de la energía eléctrica obtenida a partir del movimiento de las olas

Resultados y discusiones

Se realizaron pruebas con varios tipos de turbinas de las que se obtuvieron los mejores resultados (Ver tabla 1) en cuanto a generación de energía eléctrica asociada a la velocidad de rotación de las mismas, esto bajo las condiciones de oleaje que se simulan en el prototipo de laboratorio.

Tabla 1. Análisis de dos turbinas unidireccionales

Tipo de turbina	Voltaje AC	RPM	Velocidad de viento m/s
Turbina 25	7,12	895	1,3
Turbina 20	2	293	2

Actualmente se está realizando un prototipo de campo que será instalado en una zona costera del pacífico colombiano, gracias a que se ha presentado esta propuesta tecnológica e innovadora en varias regiones del país con una gran aceptación por parte de la comunidad en general.

Conclusiones: La innovación que se presenta con este proyecto son el tipo de turbinas que no se han empleado antes en estos dispositivos OWC, que son diseñadas y fabricadas por aprendices e instructores del SENA Regional Valle en Cali y de Tecnoparque, además de presentar el

primer prototipo Undimotriz con dispositivo OWC en Colombia.

Se resalta además el establecimiento de la alianza que se forjó entre el SENA ASTIN Complejo Salomia Cali, el SENA Centro Náutico Pesquero de Buenaventura, el SENA Centro de Recursos Naturales, Industria y Biodiversidad de Quibdó – Chocó, la UMATA – Alcaldía de Buenaventura, DIMAR (Ministerio de Defensa Nacional – Dirección General Marítima – Autoridad Marítima Colombiana) y la Fundación de Asesorías Pesqueras de Buenaventura, todo esto con el propósito de llevar a cabo la Fase II de este proyecto, que tiene por objeto la implementación del dispositivo OWC en la zona costera del pacífico colombiano. Como estrategia de desarrollo del proyecto se determina primero la incidencia de las variables del proceso OWC en la generación de energía utilizando el prototipo de laboratorio, estas acciones han permitido diseñar y empezar a fabricar un prototipo experimental de campo que instalaremos en la zona conocida como San Pedro costa pacífica del Valle del Cauca en Buenaventura.

Agradecimientos

Centro ASTIN, Tecnoparque Nodo Cali, CNP Buenaventura.

Referencias

- Salueña Berna, J., Ortiz Marzo, J. A., & Raso Bautista, A. (2009, July). Diseño y fabricación de un prototipo a pequeña escala de una turbina de aire, para el aprovechamiento de la energía marina, a bajo coste mediante técnicas de prototipado rápido. In UPC Sostenible 2015. Centre per a la Sostenibilitat.
- Váldez Loiacano, P. P. (2013). Estudio del flujo en un grupo turbinado de dos turbinas axiales unidireccionales para Centrales OWC.



III Simposio DE MATERIALES POLIMÉRICOS

Cali- Colombia, del 30 de Agosto al 1 de Septiembre de 2017



III Simposio
DE MATERIALES
POLIMÉRICOS

