

# Resúmenes

Sesión Posters (Trabajos libres)



Nanocompuestos - Reproceso - Biplásticos - Nano compuestos - Polímeros  
Nano compuestos - Polímeros - Reproceso - Biplásticos - Nano compuestos



## Creatividad



## Investigación

Nanocompuestos - Polímeros - Reproceso - Biplásticos - Nano compuestos - Polímeros  
Reproceso - Biplásticos - Nano compuestos - Polímeros - Reproceso - Biplásticos - Nano compuestos

Suplemento I - 2016

Revista Informador Técnico, Volumen 80 n2 - Suplemento I- 2016

**II Simposio de Materiales Poliméricos**  
20 y 21 de Octubre de 2016 Cali - Colombia

# II SIMPOSIO DE MATERIALES POLIMÉRICOS

Suplemento I • e-ISSN 2256-5035

## CONTENIDO RESUMENES

<b>Transformación y caracterización de un Bioplástico por los procesos de Extrusión e Inyección.....</b>	<b>37</b>
Pedro Rodríguez Sandoval, Sandra Milena Carmargo Silva, Ingrid Tatiana Cruz Villagrán	
<b>Evaluación del uso de cascarilla de arroz, polietileno y polipropileno en la producción de postes para uso agropecuario.....</b>	<b>40</b>
Justein Melissa Baller, Alejandro Ríos Castiblanco	
<b>Efecto del H<sub>3</sub>PO<sub>2</sub> sobre las propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas en polímeros basados en alcohol polivinílico (PVA) y quitosano (CS).....</b>	<b>44</b>
Marisela Benitez Barahona, Jesús Evelio Dios Astaiza, Rubén Antonio Vargas	
<b>Perlas de quitosano magnetizadas para la remoción del colorante rojo 40 en aguas residuales de la industria textil y alimentaria.....</b>	<b>47</b>
Fátima Amanda Santillán Espinoza, Ily Marilú Mejía	
<b>Desarrollo de micropartículas de quitosano cuaternizado y entrecruzado para la adsorción de ADN.....</b>	<b>49</b>
José Cconislla, Christian Jacinto Ily Maza, Holger Mayta Helena Jahuirra, Alejandra Pando, Ana Valderrama	
<b>Planta piloto para producción de ácido poliláctico.....</b>	<b>53</b>
Fernando González, Lesly Johana Briceño Barona	
<b>Reutilización eficaz del material de desperdicio en el proceso de fabricación de amarres.....</b>	<b>56</b>
Paola Plazas, Carlos Polo, Enrique Olmedo	
<b>Estudio de las propiedades termo-mecánica de compuestos PP con cargas minerales.....</b>	<b>59</b>
Carolina Caicedo, Carlos M. Gómez, Kelly T. Valencia, Angie Domínguez, Daren Arteaga	
<b>Efecto del compatibilizante sobre las propiedades mecánicas de compuestos PP/fibra de cedro.....</b>	<b>62</b>
Carolina Caicedo, Aldo Vázquez Arce, Lina M. Crespo, Hever de la Cruz, Omar Hernán Ossa	
<b>Evaluación de las propiedades físicas de un compuesto vulcanizado de caucho natural en cauchos industriales especiales s.a.s. para su empleo como soporte en la industria automotriz.....</b>	<b>65</b>
Jorge Iván Chávez Mejía, Edward Ramírez Caicedo, Edwin Flórez López, Carlos David Grande T	
<b>Desarrollo de un Almidon Termoplastico (ATP) mediante Extrusión Reactiva para Fabricación de Empaques.....</b>	<b>68</b>
Omar Hernan Ossa, Carolina Caicedo, Italo Charry, Hevert de la Cruz, Lina M. Crespo, Fernando Luna	
<b>Evaluación de las propiedades Fisicoquímicas de la uchuva (PHYSALIS PERUVIANA) con recubrimiento aplicado por el método de aspersión.....</b>	<b>71</b>
Jaqueline García Celis, Yesenia Vásquez Guevara, Angie Dayana Córdoba, Daniela Bustos Pizarro, Ana Cristina Muñoz Rodas, Yenifer Ramírez Millán	

<b>Películas de Quitosano con Cu(II), Co(II), Mn(II) y Ag(I) como potenciales Agentes Antimicrobianos</b> .....	74
Esteban García, Yeraldin Serna, Didier Gómez, Melisa Suárez, Carolina Caicedo, Yenny Avila	
<b>Estudio a Tracción de un Material Compuesto Encolado Laminado elaborado a partir de Corteza de Palma de Lata (BACTRIS GUINEENSIS)</b> .....	77
Daniel G. Chávez P., Fausto A. García P., Alberto D. Pertuz C., German A. Díaz R.	
<b>Aplicación de residuos de cáscara de huevo como alternativa de Biorelleno en compuestos de Polipropileno</b> .....	80
Daniela Castillo, Alejandro Tovar, Ingrid Marín, Maikol Vargas, Marcelo Guancha, Carolina Caicedo	
<b>Desarrollo de Agentes Coagulantes/Floculantes Naturales a partir de almidones modificados</b> .....	84
Diana Isabel León Castiblanco, Sandra María Piedrahita Aristizabal, Merly Alexandra Rivera Pillimue, Natalia González Mosquera	
<b>Evaluación del uso de PET reciclado como componente de mezclas poliméricas para producción de perfiles plásticos</b> .....	87
Nadja Marcela Gómez, Gildardo Gutiérrez, Fernando Luna Vera	
<b>Obtención de Materiales Compuestos a partir de fibras de Bagazo y Quitosano</b> .....	90
Lizeth Borrero, Sebastian García, Paola Acosta, Jaime Gálvez	
<b>Evaluación de dos Sustratos Agroindustriales para Fermentación sumergida en la producción de PHA'S</b> .....	93
Ana Carolina Lemos Delgado, Lazmy Alexandra Arboleda Correa, Amber Yuliana Guerra	
<b>Obtención de un compuesto polimérico a partir de polipropileno reforzado con fibras del bagazo de la caña de azúcar</b> .....	96
Edward Martínez Culchac, Juan Sebastián Mosquera, Karen Sofía Ospina, Angee Catalina Castro, Édgar Rivera Tafurt, Juan Manuel González	
<b>Síntesis y Caracterización de Biopolímeros Inhibidores de Hongos mediante Microscopia SEM y AFM</b> .....	99
Samuel Plazas, Caterin Olaya, Tania Y. Perez, Santiago Rodriguez, Rosa Mazonas, Hanner Ortiz, July A. Rincón	
<b>Modificación Química del Alginato con Cisteína para la remoción de PB (II) en soluciones acuosas</b> .....	102
Ronny Genaro Huamani Palomino, Ana Valderrama Negrón, Christian Jacinto Hernández, Hugo Alarcón Cavero, Ily Maza Mejía, Rosario López Cisneros, Denise de Oliveira Silva, Eder Cavalheiro, Juan Dávalos	
<b>Modificación química del Alginato de Sodio con Tiosemicarbazida para la remoción de Plomo (II) y Cadmio (II)</b> .....	105
Bryan Manuel Córdova Vélez, Christian Jacinto Hernández, Ana Valderrama Negrón, Hugo Alarcón Cavero, Ily Maza Mejía, Rosario López Cisneros, Denise de Oliveira Silva, Eder Cavalheiro, Juan Dávalos P	
<b>Desarrollo de Hidrogeles con Fibras Naturales para Aplicaciones Agrícolas</b> .....	108
Marcelo Alexander Guancha, Cerón Gomez, Evelin Katherin Bastidas Mosquera, German Andrés Duran Villamil, Juan David Fiscue, Karen May, Nathalia Riascos Zuluaga, Nicolás Santiago González Obonaga, Olivio Ordoñez	
<b>Cementos Óseos Acrílicos Bioactivos con Aplicación en Ortopedia</b> .....	112
Jose Mina, Carlos Valencia, Isabel Arango, Angélica Castaño, Mayra Valencia,	



# Transformación y caracterización de un Bioplástico por los procesos de Extrusión e Inyección

Pedro Rodríguez Sandoval<sup>1</sup>  
Sandra Milena Camargo Silva<sup>2</sup>  
Ingrid Tatiana Cruz Villagrán<sup>3</sup>

Grupo de investigación del Centro de Materiales y Ensayos GIMES, Centro de Materiales y Ensayos Sena Complejo Sur, Cra 30 #17 B-25 Sur, Bogotá D.C., Colombia.

<sup>1</sup> prodirguezsa@misena.edu.co

<sup>2</sup> sandramilena1906@yahoo.es

<sup>3</sup> itcruz5@misena.edu.co

## Resumen

Los materiales poliméricos sintéticos termoplásticos son derivados del petróleo, su degradabilidad es muy lenta y a su vez la descomposición tarda años afectando todo el ambiente que lo rodea. Estos polímeros tienen una cadena ramificada que necesita romperse para que se degrade, por esto se busca introducir el almidón de papa que está compuesto por la amilosa y la amilopectina. En principio se elaboró una mezcla física de polímero del almidón de papa modificado con polietileno de baja densidad en porcentajes del 5, 20 y 30% de almidón, como plastificante se usó polietilenglicol para observar el comportamiento de las propiedades mecánicas. Se determinaron experimentalmente los parámetros de extrusión y de inyección del proceso. La caracterización del material se realizó mediante la prueba de resistencia a la tensión para observar los factores de interacción.

**Palabras claves:** biopolímero, degradabilidad, extrusión, inyección.

## Introducción

El éxito de los productos plásticos en los últimos 50 años es atribuido a la versatilidad de aplicaciones y a sus características termoplásticas de procesamiento (VIEYRA R. 2011). La baja degradabilidad de los polímeros sintéticos ha generado grandes problemas ambientales en Colombia y en el mundo, puesto que permanecen en la naturaleza durante muchos años debido a su baja auto-descomposición (Sandoval, P. R., et. al. 2015). Una posibilidad de obtener productos sustentables es la utilización de diferentes porcentajes de mezclas de polímeros, provenientes de fuentes naturales y polímeros sintéticos con el fin de combinar las propiedades de cada macromolécula y así obtener las propiedades deseadas (Saiah, R., et. al. 2009). Las propuestas que aún se siguen desarrollando, están relacionadas con la incorporación de almidón en forma gelatinizada fabricada en procesos de extrusión de doble tornillo. Los diferentes tipos de almidones, naturales y modificados químicamente, se

procesaron en los sistemas de mezcla con plastificantes naturales comerciales mediante técnicas de extrusión, donde los almidones nativos son modificados para mejorar sus propiedades funcionales y así abarcar un amplio rango de aplicaciones industriales. Los gránulos de almidón son tratados química, física y bioquímicamente para causar la ruptura de algunas o todas las moléculas (Aristizábal, J., et. al. 2007).

## Parte Experimental

### FASE 1: Preparación y alistamiento de materia prima

Para este trabajo de investigación, se utilizó como materia prima el polietileno de baja densidad marca: EXCELLENE 2001 para el proceso de extrusión y para el proceso de inyección Marca DOW referencia 9931, almidón de papa modificado referencia:

ALMI 4 procesado por ALMICOR Ltda, aditivos: polietilenglicol 400 y agua destilada.

### FASE 2: Alistamiento y programación de máquina

Para el proceso de extrusión de filamento se utilizó la máquina extrusora de doble husillo marca: Thermo Scientific – 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 de 90 revoluciones por minuto, torque de 19 N. Se realizaron 3 tratamientos diferentes porcentajes de almidón para luego ser peletizados obteniendo muestras de 3mm de diámetro por 4 de longitud. La figura 1 muestra la máquina de extrusión.

### FASE 3: Proceso de inyección

Para el proceso de inyección, se utilizó el molde de acero de inyección de dos cavidades de la probeta corbatín,



**Figura 1.** Máquina extrusora

la máquina inyectora marca Battenfield, referencia: 250 de 27,5 toneladas métricas de fuerza de cierre, capacidad de inyección 50 gramos con sus respectivos equipos periféricos. Se inyectaron tres tratamientos con diferentes porcentajes de almidón y como producto final se obtuvieron probetas tipo corbatín las cuales fueron seleccionadas aleatoriamente para las pruebas de caracterización. La figura 2 muestra la máquina inyectora

### Fase 4: Prueba de resistencia a la tensión



**Figura 2.** Máquina Inyectora

Esta prueba se realizó en la máquina universal de ensayos Tinius Oisen, referencia H5KT, equipada del software Horion. Se tomaron 9 probetas al azar, tres por cada tratamiento, 5, 20 y 30%.

## Resultados y discusiones

En el proceso de extrusión del filamento se adiciono el PEBD en la tolva de alimentación número 1 y la mezcla de almidón de papa con PEG en la tolva de alimentación número 2. Se observó que en la boquilla de la tolva número 2 el material se gelatinizo por lo que se decidió disminuir la resiliencia del material alimentando en su totalidad la mezcla (PEBD, almidón de papa y PEG) por la tolva número 1.

El proceso de inyección de un biodegradable de almidón papa industrial y polietileno se realizó sin ninguna dificultad hasta el tratamiento 2, con el tratamiento 3 se presentaron problemas en la dosificación siendo verificado con las pruebas de calidad que se realizaron en este trabajo de investigación. Del lote de probetas tipo corbatín por tratamiento se tomaron aleatoriamente el diez por ciento 10%, al cual se aplicó una lista de chequeo por atributos dando como resultado que el principal problema son



piezas incompletas que corresponden a los tratamientos con mayor porcentaje de almidón, figura 3.



Figura 3. Control de calidad de las probetas inyectadas.

El ensayo de resistencia a la tensión mostró que a medida que aumenta el porcentaje de almidón se pierde esfuerzo, deformación a la rotura así como su porcentaje, figura 4.

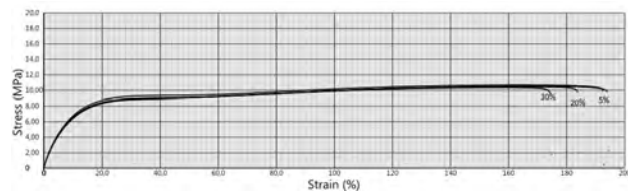


Figura 4. Diagrama esfuerzo deformación.

## Conclusiones

Se logró estandarizar las variables del proceso de extrusión e inyección que permitió transformar los tratamientos con los diferentes porcentajes de almidón. De los resultados obtenidos se observó que a mayor concentración de almidón la velocidad de flujo disminuye al momento de la extrusión y en el proceso de inyección se tiene problemas en la dosificación del material.

## Agradecimientos

Se agradece a la Subdirección del Centro de Materiales y Ensayos, Distrito Capital por su apoyo en la ejecución de este proyecto investigativo, a SENNOVA por promover la investigación del trabajo; al Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria Astin de Cali y al Centro Metalmecánico Regional Distrito Capital por su apoyo y colaboración con la investigación.

## Referencias

- Aristizábal, J., Sánchez, T., & Mejía-Lorío, D. J. (2007). Guía técnica para producción y análisis de almidón de yuca. Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación.
- Sandoval, P. R., Prieto, E. M., & Pachón, Y. E. G. (2015). Obtención y caracterización de un biodegradable a partir de almidón de papa y polietileno de baja densidad por inyección. *Informador Técnico*, 79(2), 61.
- Saiah, R., Sreekumar, P. A., Gopalakrishnan, P., Leblanc, N., Gattin, R., & Saiter, J. M. (2009). Fabrication and characterization of 100% green composite: Thermoplastic based on wheat flour reinforced by flax fibers. *Polymer Composites*, 30(11), 1595-1600.
- Sánchez, S. (2001). Moldeo por inyección de termoplásticos (No. Sirsi) i9789681855819).
- Vieyra Ruiz, Horacio. (2009). Elaboracion de polimeros biodegradables polietileno-almidon y estudio de biodegradabilidad (Doctoral dissertation). Instituto Politécnico Nacional-México.

# Evaluación del uso de cascarilla de arroz, polietileno y polipropileno en la producción de postes para uso agropecuario

Justein Melissa Baller<sup>1</sup>  
Alejandro Ríos Castiblanco<sup>1</sup>

Universidad de América, avda circunvalar  
No.20-53, Bogotá, Colombia melissa-1630@  
hotmail.com . alejandro01ing@gmail.com

## Resumen

El objetivo de este proyecto fue desarrollar un biomaterial compuesto a partir de plásticos reciclados como polietileno y polipropileno, también haciendo uso de una fibra vegetal (cascarilla de arroz), para la elaboración de un poste de uso agropecuario. Para determinar las propiedades del material se caracterizaron las materias primas utilizadas, para el caso del polipropileno y polietileno se realizaron pruebas de combustión, presencia de halógeno, solubilidad, densidad y espectrofotometría infrarroja. Con respecto a la cascarilla de arroz se realizaron pruebas de humedad, cenizas, densidad y análisis bromatológico. Las propiedades mecánicas fueron evaluadas a través de ensayos de tracción y compresión por medio de las normas ASTM D-638 y D-695 respectivamente, determinando cuál de las proporciones entre los plásticos y la fibra vegetal (10%,30%,40%) presentó las mejores propiedades mecánicas para la elaboración del producto. Se obtuvo un material con buena propiedad mecánica y viable para la fabricación de postes de uso agropecuario utilizando materiales reciclados y desechos orgánicos.

**Palabras claves:** *extrusión, fibra vegetal, polímeros, termoplásticos.*

## Introducción

Colombia se destaca por la producción de cultivo de arroz, según el DANE el área sembrada de arroz mecanizado para el segundo semestre de 2015 fue de 295.971 hectáreas, con una producción de 1.558.000 toneladas de arroz, dicha producción genera grandes cantidades de cascarilla de arroz (DANE, 2015).

La cascarilla de arroz presenta diferentes propiedades y características que lo hacen un material llamativo para



reutilizar. Es un material ignífugo, con alta estabilidad bioquímica, debido a su gran contenido de minerales, así como su alta concentración de silicio el cual está entre el 90 al 97%. La transformación de las propiedades fisicoquímica de la cascarilla de arroz comienza por encima de los 750°C, lo cual le garantiza un amplio rango de estabilidad térmica (Sierra, J. 2009).

Córdoba, Mera, Martínez y Rodríguez en 2010, exponen como la mezcla en proporciones adecuadas entre los plásticos reciclados de polietileno y polipropileno, con cantidades optimas de fibra natural tetera, permiten obtener materiales a bajos costos y que pueden reemplazar a los usados actualmente, como los productos de la madera.

Debido a las propiedades que presenta la cascarilla de arroz y a las problemáticas ambientales que genera la producción de plásticos, la empresa ECOMADERAS PLÁSTICAS busca aprovechar la cascarilla de arroz como fuente de materia prima para realizar un aglomerado con los plásticos Polietileno y Polipropileno reciclados, generando así un nuevo producto que tenga buenas propiedades para el uso de cercado en el sector agropecuario con el uso de materiales más amigable con el medio ambiente y de menor costo de producción.

## Parte Experimental

### Clasificación de Plásticos

#### *Prueba de combustión*

Se realizó colocando cada muestra de plástico a la llama de un mechero de 5 a 20 segundos. Se observó y se determinó el color de llama, combustibilidad, color del humo generado, olor y el tipo de fusión.

#### *Prueba de Beilstein*

Con un alambre de cobre delgado de 5 cm de largo llevado a la llama hasta rojo vivo se tomó un trozo de cada muestra de plástico, para colocarlo nuevamente a la llama entre 5 a 10 segundos determinando la presencia de halógenos al observar si la llama tomó un color verde (Sharpless, T. W. 1980; Shriner, R. L., et. al. 1956; Vogel, A. I. 1966).

#### *Prueba de densidad*

La densidad de las muestras de los plásticos y las cascarilla de arroz se determinó por medio del método

de inmersión que consiste en sumergir la muestra en una probeta con un volumen de 6 mL de agua y se tomó la lectura del volumen desplazado.

#### *Solubilidad*

La solubilidad se determinó sumergiendo en su totalidad cada muestra de plástico en un tubo de ensayo con diferentes solventes como: acetona, xileno, diclorometano y ciclohexanona, Las muestra se dejaron en contacto con el solvente durante 2 horas agitando el tubo en periodos de 10-15 min (Mercedes, R. P. 2008).

## Caracterización de la cascarilla de arroz

#### *Prueba de porcentaje de humedad*

Se pesó la muestra húmeda en una balanza analítica Nimbus ADAM y luego se llevó a una mufla marca Nabertherm a una temperatura constante de 110°C ± 5°C durante 24 hora, pasado este tiempo se pesó de nuevo la muestra y se determinó el porcentaje de humedad.

#### *Prueba de ceniza*

Para la realización de esta prueba se pesó 3 gramos de muestra de cascarilla de arroz que fue calcinado durante media hora en la mufla a 200°C hasta que no se desprendieron humos, luego se incineró durante dos horas a 500°C hasta obtener una ceniza de color grisáceo que fue pesada (Sawyer, K. I. R. K., et. al. 1999).

#### *Análisis bromatológico*

Por medio del método Van Soest se determinó la fracción de FDN (fibra detergente neutro), FDA (fibra detergente ácido), celulosa, hemicelulosa y lignina. Para la FDN y FDA se utilizó 1 gramo de la muestra molida de cascarilla de arroz y se realizó una digestión con cada respectivo detergente por una hora, terminado el tiempo se filtró la muestra y se llevó a una mufla a 100°C por 24 horas.

Para la determinación del porcentaje de lignina se pesaron 0.5 gramos de la muestra FDA llevándola a un beaker con 25 mL de ácido sulfúrico al 72% por 1 hora en reposo.



Para la determinación de estos métodos se utilizaron las ecuaciones planteadas por el método Van Soest (Santacoloma-Varón, L. E. 2014).

### Elaboración de postes

El desarrollo del poste se llevó a cabo en la empresa Ecomaderas plásticas, se realizaron postes con diferentes composiciones de las materias primas, estas se presentan en la tabla 1. Los postes se generaron mediante un proceso de extrusión y moldeo a través del husillo.

**Tabla 1.** Composiciones del poste

% CASCARILLA DE ARROZ	% PE	% PP
10	45	45
30	35	35
40	30	30

### Ensayo de tracción y compresión

Se realizaron según las normas ASTM D-638 y D-695

## Resultados y discusiones

### Clasificación de Plásticos

En la tabla 2 se evidencia el resultado con los análisis realizados para la clasificación de los plásticos, según los resultados obtenidos se corroboró que la muestra M2 es polietileno de alta densidad (PDAD) y la muestra M3 es polipropileno (PP).

**Tabla 2.** Propiedades obtenidas de los plásticos

Plásticos	Hal	D (g/ml)	Solubilidad				Hinchamiento
			Acetona	Xileno	Diclorometano	Ciclohexano	
RF*	NO	0,967	NO	SI	NO	NO	SI
PDAD*	NO	0,903	NO	SI	SI	SI	NO
PP*	NO	0,888	NO	SI	SI	NO	NO
PVC*	SI	0,987	SI(lento)	NO	NO	SI	SI

\* **Combustión:** Continúa ardiendo después de retirar el mechero, **Hal:** Halógeno.

Los resultados de humedad y ceniza corresponden a los encontrados por Echeverría Cruz, M. A., Mena, L., & Antonio, O. (2010). donde se evidencia un bajo porcentaje de humedad que hace al residuo llamativo para su uso en la elaboración de aglomerados. En la tabla 3 se presentan los valores obtenidos.

**Tabla 3.** Propiedades cascarilla de arroz

D(g/mL)	%H	%cenizas	%FDN	%FDA	%HEMICE-LULOSA	%LIG-NINA	%CE-LULOSA
1,0835	10,15	16,67	70,74	64,39	20,27	6,35	44,11

### Elaboración del poste

La combinación de PP, PEAD y cascarilla de arroz redujo en el poste plástico la porosidad, presentando mayor adherencia de los materiales y haciéndolo más rígido.

Los resultados obtenidos para el ensayo de compresión del poste fue de 6,24 N/mm<sup>2</sup>, para el módulo de elasticidad el valor fue de 176,55 Mpa y para la resistencia a la tracción fue de 48 Mpa, estos resultados tuvieron valores de esfuerzo a la compresión en un rango de 943,40- 1326,53 KN/m<sup>2</sup>, valores de resistencia a la tracción en un rango de 2,6-3,8 N/mm<sup>2</sup> y módulo de elasticidad en un rango entre 34,08 y 63,34 Mpa, cabe resaltar que Por medio de las pruebas de compresión y tracción, se muestra que la fibra aumenta la ductilidad del material.

## Conclusiones

El material reforzado con la cascarilla de arroz fue más liviano con respecto al material que actualmente utiliza la empresa Ecomaderas plásticas, haciendo que este sea más fácil de manipular en la instalación, el poste plástico elaborado para el cercamiento en el sector agropecuario cumplió con los requerimientos para su puesta en el mercado.

Este biomaterial genera nuevas alternativas para la producción de materiales de alta resistencia en diversos sectores de la industria.

## Agradecimientos

Los autores agradecen Tecnoparque SENA nodo Bogotá y a la universidad de América por el apoyo en asesorías e infraestructura para el desarrollo del proyecto.



## Referencias

- DANE, (2015). Encuesta Ambiental Industrial Resultados consolidados. BOGOTÁ D.C.
- Echeverría Cruz, M. A., Mena, L., & Antonio, O. (2010). Caracterización energética de la cascarilla de arroz para su aplicación en la generación de energía termoeléctrica.
- Mercedes, R. P. (2008). Los materiales plásticos en tecnología industrial I: prácticas de identificación. Revista digital sociedad de la información, 9.
- Santacoloma-Varón, L. E. (2014). ANÁLISIS DE FORRAJES DE VAN SOEST.
- Sawyer, K. I. R. K., Egan, H., & Kirk, R. S. (1999). Composición y Análisis de Alimentos de Pearson. Primera Reimpresión, Editorial Continental SA, México.
- Sharpless, T. W. (1980). Corrosion: The problem of storage. *The numismatist*, 93(10), 2450-2454.
- Shriner, R. L., Fuson, R. C., & Curtin, D. Y. (1956). *The systematic identification of organic compounds*. John Wiley and Sons, New York, 202-207.
- Sierra, J. (2009). Alternativas de aprovechamiento de la cascarilla de arroz en Colombia. Departamento de Ingeniería Agrícola, 94.
- Vogel, A. I. (1966). *Elementary practical organic chemistry: Small scale preparations*. Pearson Education India.

# Efecto del $H_3PO_2$ sobre las propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas en polímeros basados en alcohol polivinílico (PVA) y quitosano (CS)

Marisela Benítez Barahona<sup>1\*</sup>  
Jesús Evelio Diosa Astaiza<sup>2\*</sup>  
Rubén Antonio Vargas<sup>3\*</sup>

\* Universidad del Valle, calle 13 N.100-00, Cali, Colombia  
marisela.benitez@correounivalle.edu.co, jesus.diosa@correounivalle.edu.co, ruben.vargas@correounivalle.edu.co

## Resumen

En este proyecto se estudia las propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas de membranas poliméricas preparadas con la técnica de sol-gel, basadas en alcohol polivinílico (PVA) y quitosano (CS) con una relación en peso de (80/20) y a diferentes concentraciones de ácido hipofosforoso ( $H_3PO_2$ ). Se realizan estudios de espectroscopia de impedancia para medir la conductividad DC de las membranas, medidas de análisis termogravimétrico (TGA) y calorimétrica diferencial de barrido (DSC) para estudiar el comportamiento térmico y medidas de análisis mecánico para el estudio de las propiedades mecánicas de las membranas. Se caracterizan por difracción de rayos X para observar como el ácido afecta la cristalinidad de las membranas. Este tipo de estudios se realizan con el objetivo de mejorar la conductividad iónica y proporcionar membranas poliméricas que resultaran ser promisorias para el desarrollo de electrolitos sólidos intercambiadores de protones.

**Palabras claves:** Alcohol polivinílico (PVA), Quitosano (CS), Ácido hipofosforoso ( $H_3PO_2$ ), membranas poliméricas, conductividad iónica.

## Introducción

El uso de baterías, ventanas electrónicas, sensores químicos, celdas de combustibles y supercondensadores es cada día mayor, y por ende se han desarrollado polímeros conductores iónicos en estado sólido. Estas aplicaciones requieren electrolitos poliméricos con altas conductividades iónicas. Por lo tanto, se utiliza el método de casting para obtener membranas dopadas con un ácido proveedor de protones con el objeto de obtener electrolitos sólidos con aplicaciones en celdas de combustible (PEM). En esta investigación se utilizó el alcohol polivinílico (PVA) que representa vital importancia por su característica



hidrofílica, alta adhesión a materiales porosos, no toxicidad y excelentes propiedades mecánicas (Fred, W., & Billmeyer, J. R. 2004); el quitosano que proviene de la quitina es un elemento básico de la D-glucosamina y puede ser extraída de crustáceos tales como camarones, langostas y cangrejos. El quitosano posee diversas propiedades como ser biodegradables, biocompatibles, hemostáticas y de floculación que permite su uso en aplicaciones médicas e industriales (Li, L., & Hsieh, Y. L. 2006). En estos polímeros se debe resaltar su solubilidad en ácidos que permiten mejorar la conductividad en las membranas, por lo tanto se planteó como objetivo obtener membranas poliméricas de quitosano y alcohol polivinílico (CS/PVA) bajo concentraciones de 20/80 y doparlas con ácido hipofosforoso ( $H_3PO_2$ ) a diferentes concentraciones.

### Parte Experimental

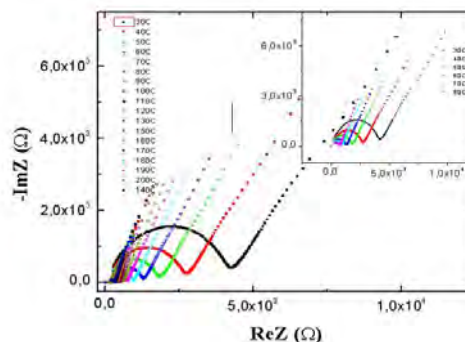
Se realizan membranas poliméricas con el método de sol-gel formadas por el alcohol polivinílico (PVA), quitosano (CS) y ácido hipofosforoso ( $H_3PO_2$ ) en solución, donde el PVA y CS están en una concentración de PVA/CS (80/20) en peso, a esta relación se le adiciona diferentes concentraciones de ácido hipofosforoso de manera creciente, donde PVA/CS (80/20) será fija y  $H_3PO_2$  es el dopaje variable para obtener una nueva mezcla total (porcentaje en peso).

Se caracterizan las membranas poliméricas para estudiar las propiedades físicas, químicas y estructurales con las siguientes técnicas: **Análisis termogravimétrico TGA:** Esta técnica permite monitorear la masa de estudio en función de la temperatura y el tiempo en una atmosfera específica. **Calorimétrica diferencial de barrido (DSC):** Es una técnica que permite medir el flujo de calor diferencial entre una muestra de estudio y otra de referencia como función de la temperatura y el tiempo cuando ambas se encuentran en una atmosfera específica. **Espectroscopia de impedancia compleja:** Esta técnica permite estudiar las propiedades eléctricas de sistemas sólidos y líquidos. **Difracción de rayos X:** Es una técnica que permite estudiar de forma cualitativa la composición de las fases cristalinas.

### Resultados y discusiones

El diagrama de Nyquist (Impedancia imaginaria en función de la impedancia real) que se observa en la gráfica 1 corresponde a la muestra de PVA:CS (80:20) +0.5  $H_3PO_2$  donde se presenta a altas frecuencias un semicírculo achatado asociado con la respuesta eléctrica en el volumen

de la muestra y en el régimen de bajas frecuencias se presenta una tendencia lineal asociada con los efectos de la interface con los electrodos.



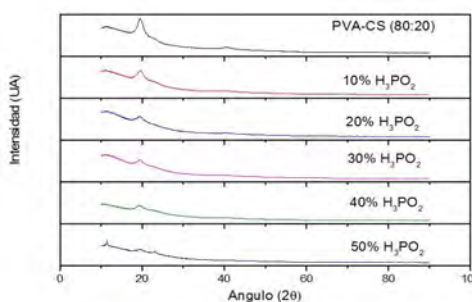
Grafica 1. Diagrama de Nyquist de la muestra de PVA: CS (80:20) +0.5  $H_3PO_2$

A partir de la gráfica 1 se puede obtener la resistencia y la conductividad iónica de cada concentración. En la tabla 1 se observan los datos de conductividad iónica y energía de ionización para cada concentración encontrándose la conductividad más alta de  $10^2$  (ohm cm)<sup>-1</sup> para la concentración de 0.5  $H_3PO_2$

Tabla 1. Conductividad y energía de ionización para las diferentes concentraciones.

Porcentaje de Solución	Conductividad	Energía de Activación
Cs/PVA	$\sigma$ (cm $\Omega$ )	$E_a$ (ev)
0,1	6,25E-05	0,85
0,2	2,19E-04	0,44
0,4	5,03E-04	0,31
0,5	1,43E-02	0,24

En la gráfica 2 correspondiente a la difracción de rayos X de cada muestra se observa que las membranas se vuelven más amorfas a medida que se aumenta la concentración de ácido.



Grafica 2. Difracción de rayos X de la membrana de PVA-CS (80:20), y membranas las cuales se mantienen a esta relación fija con la adición de ácido hipofosforoso de 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 y 0.5 (w/w).



## Conclusiones

En el proceso de casting se obtuvieron membranas poliméricas de PVA, Quitosano y ácido hiposforoso, con el objeto de desarrollar separadores electrolíticos para celdas de combustibles. Obteniéndose una conductividad del orden de  $10^{-2}(\text{ohm cm})^{-1}$  para la concentración de  $0.5 \text{ H}_3\text{PO}_2$  mediante la técnica de impedancia.

De acuerdo con los resultados de análisis térmico TGA todas las membranas pierden durante el barrido de calentamiento, al principio debido al agua superficial, luego agua estructural y finalmente debido a la descomposición de la membrana.

Las medidas de DSC del PVA y el CS dopadas con el  $\text{H}_3\text{PO}_2$  muestran la formación de nuevas membranas debido a que las propiedades térmicas de estas son diferentes a la de los precursores.

Las medidas de rayos X muestran que la amorficidad de las muestras aumenta con el incremento del contenido del ácido.

## Agradecimientos

Los autores están agradecidos con el grupo de Transiciones de Fases de la Universidad del Valle.

## Referencias

- Fred, W., & Billmeyer, J. R. (2004). Ciencia de los polímeros. Editorial Reverté SA, 2. 240-245.
- Li, L., & Hsieh, Y. L. (2006). Chitosan bicomponent nanofibers and nanoporous fibers. Carbohydrate research, 341(3), 374-381.

# Perlas de quitosano magnetizadas para la remoción del colorante rojo 40 en aguas residuales de la industria textil y alimentaria

Fátima Amanda Santillán Espinoza<sup>1</sup>  
Ily Marilú Mejía<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Universidad Nacional de Ingeniería, Facultad de Ciencias. Escuela de Química. Av. Túpac Amaru 210- Rímac, Lima, Perú. fatisant.fs@gmail.com

<sup>2</sup> Universidad Nacional de Ingeniería, Facultad de Ciencias. Escuela de Química. Av. Túpac Amaru 210- Rímac. Lima, Perú. ilyuni2002@yahoo.com

## Resumen

Las industrias textil y alimentaria producen aguas residuales con gran carga de contaminantes, entre ellos los colorantes, altamente resistentes a la degradación microbiana. Últimamente el uso de materiales magnéticos ha representado una alternativa para la remoción de metales pesados y por ello se ha optado para este trabajo la aplicación de perlas de quitosano magnetizadas, que son elaboradas utilizando el glutaraldehído como agente entrecruzante para aumentar su capacidad de adsorción, en la remoción de colorantes como el Rojo 40, además de su caracterización mediante espectroscopías infrarroja, Raman, Microscopía electrónica de barrido. Con estas perlas se han obtenido altos porcentajes de remoción (>90%) utilizando mínimas cantidades (>10 mg) para concentraciones de colorante a partir de los 50 mg/L, a pHs ácidos.

**Palabras Claves:** Aguas residuales, contaminantes, remoción.

## Introducción

En los últimos tiempos, uno de los problemas ambientales que viene siendo una gran preocupación para el ser humano está relacionado al agua, utilización y consumo debido a que es un recurso vital en todo lo que realiza el ser humano. La presencia de colorantes en ella altera su calidad y produce grandes daños tanto a las especies que habitan en los cuerpos de agua como a los seres humanos y es por ello que se busca la máxima remoción de estos componentes para la recuperación de estas corrientes de agua que se están perdiendo y ayudar al medio ambiente (Barrios-Ziolo, L. F., et. al. 2015). El trabajo consiste en la síntesis y caracterización de perlas de quitosano magnetizadas para aplicarlas en la remoción de colorantes presentes en aguas residuales de la industria textil y alimentaria, entre ellos, el Rojo 40. Se realizaron pruebas de sorción y evaluaron los parámetros de sorción efectiva.

## Parte Experimental

### Obtención y caracterización de perlas de quitosano magnetizadas (PQM) de acuerdo a Podzus, P. E. y colaboradores (2009).

Se utilizó 0,65 g de magnetita para dispersarla en una solución de quitosano 2% y ácido acético 1% utilizando un ultrasonido durante 30 min. la solución obtenida se hizo gotear en NaOH 2 M obteniéndose así las perlas de quitosano magnetizadas, las cuales fueron filtradas y lavadas, se dispersaron en una solución de acetona-agua 2:1 y se añadió glutaraldehído al 25% para finalmente obtener las perlas de quitosano magnetizadas entrecruzadas, que se lavaron con acetona según Schwertmann, U., & Cornell, R. M. (1991). Estas perlas fueron caracterizadas por espectroscopía infrarroja y microscopía electrónica de barrido (SEM).

### Aplicación de perlas de quitosano magnetizadas al colorante Rojo 40

Se trabajó con soluciones de colorante 50 mg/L a distintos valores de pH en un rango de 2-10 donde a cada solución se le agregó 0.03 g de perlas de quitosano magnetizadas y se dejó agitando por 24 h, para luego medir las absorbancias inicial y final de cada solución mediante un espectrofotómetro UV-Visible.

## Resultados y Discusiones

Con respecto al pH óptimo se encontró un mayor porcentaje de remoción a pHs ácidos que a pHs básicos debido a que bajo esas condiciones los grupos aminos del quitosano se protonan y ocurre una interacción electrostática con los grupos de  $\text{SO}_3^-$  del colorante permitiéndose así la remoción. Además mediante una gráfica de %Remoción vs pH se obtuvo que el pH óptimo correspondía a 2, ya que presentó el porcentaje más alto de remoción.



**Figura 1.** Gráfica de % de remoción vs pH (izquierda), soluciones de Rojo 40 50 mg/L a pHs 2 (A0) y 3 (A1) antes y después de añadirles las PQM.

pH	%Remoción
2	103.68
3	96.96
4	85.35
5	87.30
6	77.53
7	52.52
8	52.54
10	58.92

**Tabla 1.** Porcentajes de remoción de soluciones de colorante Rojo 40 50 mg/L a distintos pHs (2-10)

## Conclusiones

Mediante el uso de las perlas de quitosano magnetizadas en la remoción del colorante textil y alimentario Rojo 40 se logró obtener porcentajes altos y favorables a condiciones ácidas, demostrándose así su efectividad.

## Agradecimientos

Al laboratorio de Análisis instrumental y Medio ambiente de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería por brindarme sus instalaciones para realizar los experimentos y los reactivos necesario para llevarlos a cabo.

## Referencias

- Barrios-Ziolo, L. F., Gaviria-Restrepo, L. F., Agudelo, E. A., & Cardona-Gallo, S. A. (2015). Technologies for the removal of dyes and pigments present in wastewater. A review. *Dyna*, 82(191), 118-126.
- Podzus, P. E., Daraio, M. E., & Jacobo, S. E. (2009). Chitosan magnetic microspheres for technological applications: Preparation and characterization. *Physica B: Condensed Matter*, 404(18), 2710-2712.
- Schwertmann, U., & Cornell, R. M. (1991). Iron oxides in the laboratory. VCH Publ.

# Desarrollo de micropartículas de quitosano cuaternizado y entrecruzado para la adsorción de ADN

José Cconislla<sup>1</sup>  
 Christian Jacinto<sup>2</sup>  
 Ily Maza<sup>3</sup>  
 Holger Mayta<sup>4</sup>  
 Helena Jahuira<sup>5</sup>  
 Alejandra Pando<sup>6</sup>  
 Ana Valderrama<sup>7</sup>

<sup>1</sup> Universidad Nacional de Ingeniería, Av. Tupac Amaru 210 Rimac, Lima, Perú  
 jconisllab@uni.pe

<sup>2</sup> Universidad Peruana Cayetano Heredia, Av. Honorio Delgado 430, Urb. Ingeniería, S.M.P, Lima, Perú

## Resumen

Las micropartículas de quitosano entrecruzado (QE1%, QE5%) se prepararon mediante reticulación con glutaraldehído (GL). Las micropartículas de quitosano cuaternizado (QC) se prepararon mediante cuaternización del grupo amino del quitosano con cloruro de glicediltrimetilamonio (CTAG). Las micropartículas preparadas se caracterizaron y fueron sometidas a pruebas de adsorción. Para la caracterización de las micropartículas se utilizaron distintas técnicas como, FTIR, DRX, y TGA. La cantidad de ADN adsorbida en las micropartículas se determinó por espectroscopia UV en un equipo NanoDrop2000 obteniéndose resultados muy alentadores en la captación de ADN.

**Palabras claves:** Cuaternización, entrecruzamiento y quitosano.

## Introducción

Los polímeros naturales, tales como celulosa, agarosa, dextrano y quitosano se han utilizado con frecuencia como material absorbente (García Cruz, D. M. 2009). El quitosano un polímero orgánico que existe ampliamente en la naturaleza, es un polisacárido hidrófilo y biocompatible (Kumar, M. N. R. 2000). Sus grupos amino e hidroxilo proporcionan sitios activos de reacción. Por otra parte, sobre la base de la relación estructura-actividad de los materiales, diversos grupos funcionales podrían ser injertados en quitosano no solo para la adsorción eficaz de contaminantes o colorantes, también en la biomedicina, donde están siendo objeto de estudio por su uso potencial en la terapia génica centrado en la formación de policomplejos QUITOSANO-ADN (Opanasopit, P., et al. 2009). Los que son empleados en administración de fármacos, administración de genes, células de imágenes, sensores y también en el tratamiento contra el cáncer.

## Parte Experimental

Los tipos de quitosano modificado fueron preparados a partir de quitosano comercial (G.D=72.49% y P.M=497.93 KD). Para la preparación de QE1% y QE5% con GL se



disolvió 2 g de quitosano en 150 mL de ácido acético al 2%, luego se agregaron distintas proporciones GL, agitando por varias horas hasta obtener un gel, dejando reposar por aproximadamente 4 horas, ha este gel se le hace varios lavados con agua ultrapura para neutralizar y eliminar las impurezas, se liofiliza, muele y tamiza (malla N°100). Para preparar micropartículas QC se disolvió 2 g de quitosano en 20 mL de agua ultrapura, a esta mezcla se agregó 3 mL de cloruro de CTAG bajo agitación a 60 °C por 24 h. El producto de la reacción fue precipitado en 150 mL de acetona, seguidamente filtrado y secado a 60 °C. Por último para la preparación de quitosano cuaternizado entrecruzado con glutaraldehído (QCE) se añadió 4 g de QC en 100 mL de etanol y 1, 5 o 10 mL de GL, se mantuvo en agitación constante por 24 h a temperatura ambiente, el material obtenido se filtró y se secó a una temperatura de 60 °C.

## Estudio Isoterma de la adsorción de ADN

Todos los ensayos de adsorción se llevaron a cabo a temperatura ambiente, las lecturas de concentración de ADN se determinaron en un equipo NanoDrop 2000; en cada caso se utilizó un determinado peso del adsorbente (3, 6 y 25 mg) y se puso en contacto con 200, 300 y 500 mL de solución de ADN a diferentes concentraciones. La adsorción de ADN se estudió en el rango de 5 a 400 ng/μL a un pH ≈ 7. Después de mantener en agitación a 350rpm por 30min, se centrifugó para después separar las dos fases. Se midió la concentración de ADN presente en la solución remanente.

## Resultados y discusiones

### Caracterización de los materiales

#### Análisis por DRX

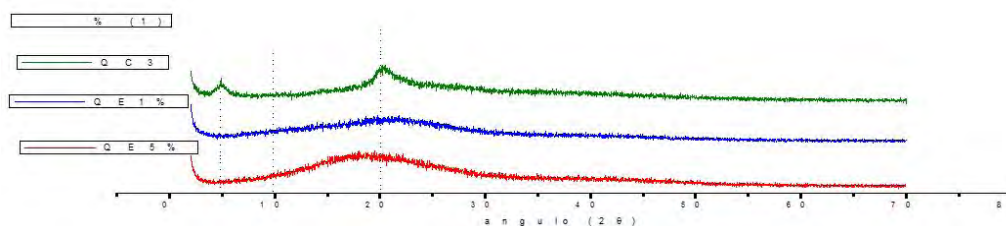


Fig.1. Patrones DRX de quitosano, QE1%, QE5% y QC

Los picos de difracción en el entorno de 9 a 10 y 19 a 20 ( $2\theta$ ) observadas en el Fig.1 son característicos del quitosano y corresponden a resultados publicados (Zhang, W., et al. 2011; Souza, B. W. S., et al. 2010). Al comparar los patrones de difracción entre QE1%, QE5% y quitosano se observa la desaparición de los picos característicos de quitosano mientras que aparece un nuevo pico ancho y muy intenso a  $2\theta=21$ . Esta diferencia corrobora la reacción de entrecruzamiento entre el quitosano y el GL (Tripathi, S., et al. 2009). Por otro lado al comparar el patrón de

difracción de QC y quitosano se observan dos picos  $2\theta = 5^\circ$  y  $20^\circ$  donde el pico  $2\theta = 20^\circ$ , presenta un ensanchamiento y ya no se observa el pico en  $2\theta = 9,5^\circ$  pero si uno nuevo a  $2\theta = 5^\circ$ . La interacción del grupo CTAG con el grupo amino del quitosano originaria una posible disminución del índice de cristalinidad genera una estructura más amorfa, y la presencia del nuevo pico  $2\theta = 5^\circ$  en el QC puede ser una evidencia de la formación del grupo amino cuaternario (Tang, R., et al. 2016).

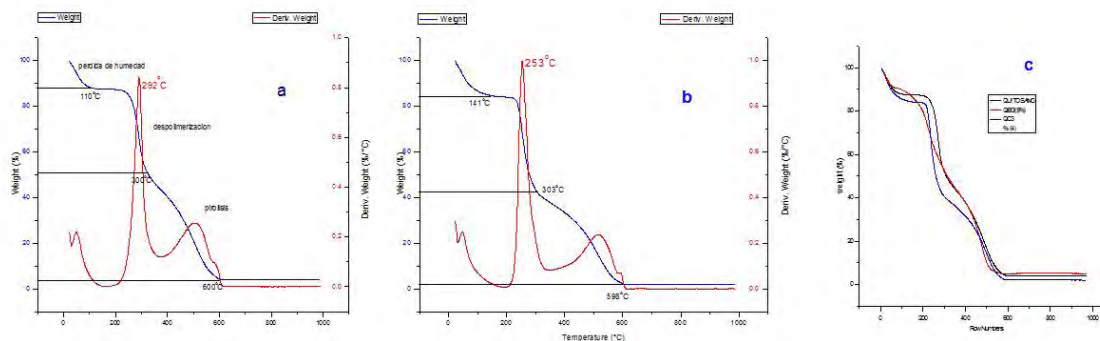


Fig.2 a) TGA y DTG de quitosano b) TGA y DTG QC c) TGA de comparación Quitosano, QC, QE.



## Análisis TGA y DTG

La curva calorimétrica del quitosano (Fig. 2a) nos manifiesta tres eventos térmicos. El primer evento ocurre debido a la pérdida de humedad entre 60 y 110 °C, el segundo evento corresponde a la despolimerización en la que ocurre una máxima pérdida de masa la entre 220 y 300 °C, probablemente debido a la degradación de las cadenas principal del quitosano (ruptura de los enlaces C-O-C), además de la separación de grupos acetilo. El tercer evento llamado pirolisis, el cual se da por la descomposición del material orgánico final. También los termogramas TGA y DTG de quitosano y QC (Fig.2 a y b) nos muestran una diferencias en temperaturas a la máxima velocidad de

descomposición ( $T_{max}$ ), esta temperatura es mayor para el quitosano en comparación con el QC, probablemente debido a que el quitosano presenta mayor índice de cristalinidad evidenciados en los difractogramas DRX y en el análisis calorimétricos diferencial de barrido (DTG). También podemos evidenciar que las curvas calorimétricas del quitosano, QE, y QC tienen en común la manifestación de tres eventos térmicos, sin embargo es el segundo el que muestra una diferencia en el valor de la  $T_{max}$ ; que se debe considerar en estos tres polímeros. La  $T_{max}$  para el quitosano es mayor en comparación con la del QC, este comportamiento lo atribuimos al grado de cristalinidad del quitosano mayor que del QC.

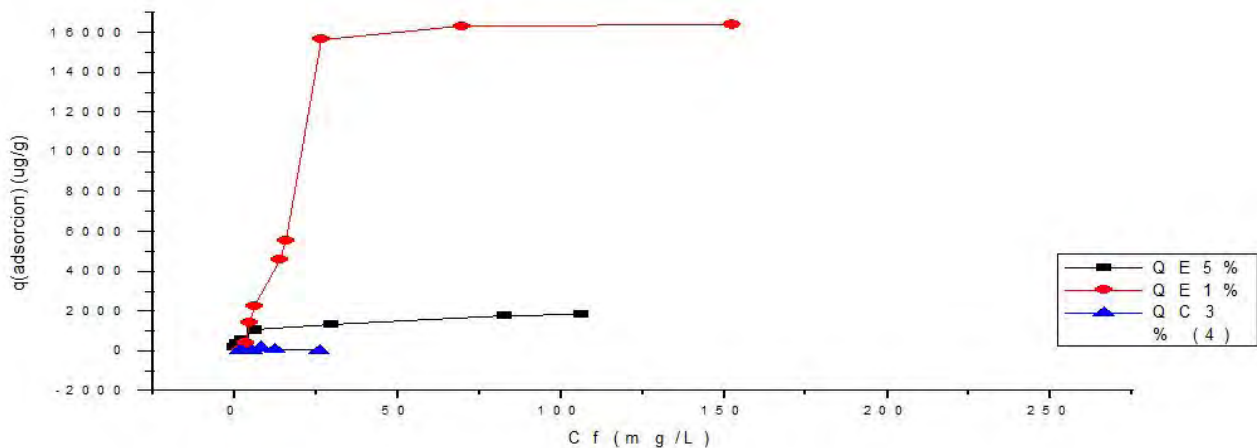


Fig. 3 Isotermas de adsorción Quitosano, QE1%, QE5% y QC

## Isotermas de adsorción de ADN

La Fig.3 muestra las isotermas a temperatura ambiente y un  $pH \approx 7$ . Estos resultados muestran que fue el QE1% es el que presenta mayor capacidad de adsorción de ADN de toda la serie, con un valor máximo de  $q = 15755.3 \mu\text{gADN/g}$  de micropartícula.

## Conclusiones

Se prepararon diferentes tipos de quitosano modificados (QE1%, QE5%, QC y QCE) partiendo de quitosano comercial los cuales se caracterizaron dando resultados consistentes con la literatura. Las pruebas de adsorción nos demostraron que las microparticulas de QE1% adsorben el ADN en mayor cantidad.

## Agradecimientos

INNOVATE PERU-118-PNICP-PIAP-2015.

## Referencias

- García Cruz, D. M. (2009). Materiales macroporosos biodegradables basados en quitosano para la ingeniería tisular (Doctoral dissertation).
- Kumar, M. N. R. (2000). A review of chitin and chitosan applications. *Reactive and functional polymers*, 46(1), 1-27.
- Opanasopit, P., Petchsangsa, M., Rojanarata, T., Ngawhirunpat, T., Sajomsang, W., & Ruktanonchai, U. (2009). Methylated N-(4-N, N-dimethylaminobenzyl) chitosan as effective gene carriers: Effect of degree of substitution. *Carbohydrate Polymers*, 75(1), 143-149.
- Zhang, W., Sun, C., Zhao, Y., & Lu, X. (2011). One-pot synthesis and characterization of cross-linked quaternized chitosan microspheres as

protein adsorbent. *International journal of biological macromolecules*, 49(4), 688-692.

Souza, B. W. S., Cerqueira, M. A., Martins, J. T., Casariego, A., Teixeira, J. A., & Vicente, A. A. (2010). Influence of electric fields on the structure of chitosan edible coatings. *Food Hydrocolloids*, 24(4), 330-335.

Tripathi, S., Mehrotra, G. K., & Dutta, P. K. (2009). Physicochemical and bioactivity of cross-

linked chitosan-PVA film for food packaging applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 45(4), 372-376.

Tang, R., Zhang, Y., Zhang, Y., & Yu, Z. (2016). Synthesis and characterization of chitosan based dye containing quaternary ammonium group. *Carbohydrate polymers*, 139, 191-196.

# Planta piloto para producción de ácido poliláctico

## Resumen

El Centro Nacional de Desarrollo Tecnológico y Asistencia Técnica a la Industria SENA ASTIN desarrolló una planta piloto para que los aprendices de programas relacionados estudien la producción de ácido poliláctico de alto peso molecular, mediante la polimerización por apertura de anillo y por policondensación por fusión, partiendo de ácido láctico. La planta piloto cuenta con sistemas de control de presión y temperatura operados desde un controlador lógico programable (PLC) o desde un computador para tener un adecuado control del proceso y para facilitar la función didáctica de la planta.

**Palabras Claves:** Polimerización por apertura de anillo, Policondensación por fusión, Oligomerización.

Fernando González<sup>1</sup>  
Lesly Johana Briceño Barona<sup>2</sup>

Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria, Astin-SENA. Grupo de investigación en Materiales y Productos-GIDEMP, Calle 52 No. 2 Bis -15 Cali, Valle - Colombia. e-mail: fergonsa22@gmail.com

## Introducción

El ácido poliláctico (PLA) es un poliéster alifático termoplástico derivado de recursos renovables, biodegradable (Cai, Y., et al., 2013), cuya demanda ha aumentado ya que por sus propiedades lo hace muy apetecido para la elaboración de empaques que tengan un bajo impacto ambiental (Groot, W. J., & Borén, T. 2010). Otro uso importante ha sido el de hilos de sutura quirúrgicos, reconstrucción de tejidos y medicamentos de liberación controlada (Pinzón, J., et al., 2006), ya que es un compuesto biocompatible.

Ante la necesidad de que los aprendices del Centro conozcan los materiales que marcan tendencia en el sector de los plásticos, el Centro SENA ASTIN 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 no sólo que los aprendices se familiaricen con la tecnología de producción del polímero sino también, avanzar en la investigación alrededor del tema. El proyecto partió del diseño conceptual, siguió con el diseño básico y el diseño de detalle y por último se hizo la construcción y puesta a punto de la planta piloto, la cual cuenta con sistemas de control de presión y temperatura operados desde un PLC o desde un PC para tener un adecuado control del proceso y para facilitar la función didáctica de la planta.



El compuesto usado como materia prima principal es el ácido láctico, el cual se obtiene principalmente por producción biotecnológica. Del ácido láctico existen los isómeros D, L, el meso y el racémico (Groot, W. J., & Borén, T. 2010), se pretende trabajar con el isómero L ya que es el que genera un polímero (PLLA) de mejores propiedades mecánicas y térmicas.

Dentro del proceso denominado polimerización por apertura de anillo, los pasos para obtener Ácido Poliláctico a partir de Ácido Láctico son: Policondensación en el que se obtiene un polímero de bajo peso molecular (PM entre 500-1000 g/mol), polimerización por apertura de anillo en el que se obtiene un producto de mayor peso molecular, de  $2 \times 10^4$  a  $6.8 \times 10^5$  g/mol (Hyon, S. H., et al., 1997), por lo anterior, el ácido poliláctico de alto peso molecular es producido comercialmente por este proceso (Ristić, I. S., et al., 2011). El procedimiento descrito usa catalizadores de estaño ya que son los que mejores resultados han mostrado en cuanto a rendimiento y a baja toxicidad ((Correa, J.P., & Betancourt, J., 2010).

El proceso llamado policondensación por fusión usa catalizador de estaño con ácido p-toluensulfónico, el proceso se lleva a cabo en dos etapas: Oligomerización, en el que se obtiene ácido poliláctico de bajo peso molecular (Oligómero); Polimerización, en el que se obtiene ácido poliláctico de alto peso molecular usando  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  y ácido p-Toluensulfónico, este sistema catalítico favorece la producción de ácido poliláctico de alto peso molecular a diferencia del uso de catalizadores de estaño solamente que favorecerían la producción de lacturo. (Moon, S. I., et al., 2000).

## Parte Experimental

### Materiales

Ácido láctico 86%, cloruro de estaño dihidratado ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), acetato de etilo, ácido p-toluensulfónico ( $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ ).

### Métodos

#### Polimerización por apertura de anillo

La primera etapa del proceso consiste en la separación del agua que trae el ácido láctico usado como materia prima, para lo cual se hace una destilación azeotrópica usando Tolueno. Se deshidrató la materia prima mediante mantas

de calentamiento con agitación a las que se les acopló un sistema de control dirigido desde un PLC, usando sensores RTD; para el control del vacío se usaron válvulas de control proporcional marca Burocco tipo globo motorizada acopladas a sensores Pirani controladas igualmente desde el PLC.

Para el vacío requerido se usó una bomba marca ALCATEL 2005 C1 que puede generar una presión de vacío final de  $7.5 \times 10^{-3}$  torr, que se acopló a un tanque acumulador de vacío de acero inoxidable y cuyo funcionamiento se controló desde el PLC.

La segunda etapa es la reacción conocida como policondensación en la que se obtiene ácido poliláctico de bajo peso molecular mediante el calentamiento del ácido láctico a baja presión.

En la tercera etapa se produce el lacturo mediante la reacción del ácido poliláctico de bajo peso molecular obtenido en la etapa anterior usando cloruro de estaño di-hidratado ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) al 1%. El lacturo se recogió en un sublimador de vidrio pyrex que se mantiene a  $50^\circ\text{C}$  mediante una resistencia eléctrica con su respectivo control de temperatura. El lacturo recogido se recrystalizó para purificarlo, disolviéndolo en acetato de etilo en una relación 1:1 (p/v), a una temperatura aproximada de  $70^\circ\text{C}$ , posteriormente se filtró la disolución de los cristales obtenidos en una manta de calentamiento tipo embudo para mantener el calor, luego se filtró al vacío y se eliminó la humedad en un horno.

La última etapa consiste en la producción de ácido poli-láctico de alto peso molecular mediante la reacción de apertura de anillo del lacturo producido en la etapa anterior usando octoato de estaño como catalizador en atmósfera de Nitrógeno.

#### Policondensación por fusión

Este proceso consta de dos etapas, la primera es llamada oligomerización en la que se formó ácido poli-láctico de bajo peso molecular (oligómero) con una longitud de cadena de 8 a 10 unidades de monómero mediante aumento de temperatura y disminución de presión hasta valores del orden de  $150^\circ\text{C}$  y 30 torr. La segunda etapa es la polimerización en la que se obtuvo el PLA de alto peso molecular (10000 g/mol aproximadamente) a partir del oligómero obtenido en la etapa anterior y la adición de  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  y ácido p-Toluensulfónico en relación equimolar, en esta etapa la temperatura y la presión



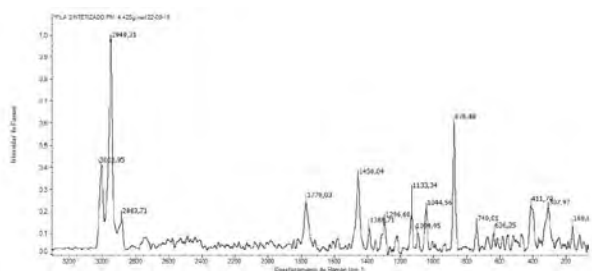
alcanzaron valores del orden de 180 °C y 10 torr. Una vez obtenido el polímero final, se purificó con acetona y agua destilada para luego secar las muestras en un horno a 90°C por 24 horas para su posterior caracterización.

### Caracterización

El peso molecular se determinó por titulación usando la norma ASTM 1630-90. La espectroscopia Raman se hizo con un equipo Thermo Scientific, Model: DXR smart raman, Láser: 633 nm, Rejilla: 600 líneas/mm, Tamaño del spot: aprox 2,5 micrómetros, Potencia del láser: 5 mW.

## Resultados y discusión

El ácido poliláctico obtenido se caracterizó por espectroscopia Raman y el espectro obtenido fue el siguiente:



**Figura 1.** Espectro Raman de ácido poliláctico obtenido en proceso de policondensación por fusión.

En la Fig 1. Se puede observar los picos más significativos del PLA, de acuerdo a la literatura de alta intensidad en 2955  $\text{cm}^{-1}$  ( $\nu\text{CH}$ ), 1760  $\text{cm}^{-1}$  ( $\nu\text{C}=\text{O}$ ), 1452  $\text{cm}^{-1}$  ( $\delta\text{CH}_3$ ), 1292  $\text{cm}^{-1}$  ( $\delta\text{CH}$ ), y 873  $\text{cm}^{-1}$  ( $\nu\text{C}-\text{Ca}$ ). Para este caso todos se encuentran en el rango de los picos significativos del polímero óptimo para este proyecto. Sin embargo puede que los picos se corrieran de longitud de onda por contener compuestos amorfos. El estiramiento del grupo  $\text{C}=\text{O}$  aparece en la banda 1760  $\text{cm}^{-1}$ , es una banda amplia.

El mayor valor de peso molecular obtenido hasta el momento por el método de titulación referenciado (Norma ASTM 1630-90) es de 5.853 gr/mol y se obtuvo por el método de policondensación por fusión.

## Conclusiones

Hasta el momento el método con el que se ha obtenido mayor valor de peso molecular ha sido el de policondensación por fusión sin embargo es necesario

profundizar en la síntesis ya que todavía no se ha llegado a la meta planteada de 10000 gr/mol.

## Referencias

- Correa, J.P., & Betancourt, J., (2010). Trabajo de Grado, Escuela de Ingeniería. Universidad del Valle.
- Hyon, S. H., Jamshidi, K., & Ikada, Y. (1997). Synthesis of polylactides with different molecular weights. *Biomaterials*, 18(22), 1503-1508.
- Pinzón, J., Martínez, J., Espinosa, A., Pérez, A., & Narváez, P. (2006). Polimerización de ácido (DL) láctico mediante policondensación por fusión directa. Estudio cinético De la etapa de oligomerización. *Revista colombiana de química*, 35(2), 125-134.
- Groot, W. J., & Borén, T. (2010). Life cycle assessment of the manufacture of lactide and PLA biopolymers from sugarcane in Thailand. *The International Journal of Life Cycle Assessment*, 15(9), 970-984.
- Cai, Y., Lv, J., & Feng, J. (2013). Spectral characterization of four kinds of biodegradable plastics: poly (lactic acid), poly (butylenes adipate-co-terephthalate), poly (hydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate) and poly (butylenes succinate) with FTIR and raman spectroscopy. *Journal of Polymers and the Environment*, 21(1), 108-114.
- Moon, S. I., Lee, C. W., Miyamoto, M., & Kimura, Y. (2000). Melt polycondensation of L-lactic acid with Sn (II) catalysts activated by various proton acids: A direct manufacturing route to high molecular weight Poly (L-lactic acid). *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, 38(9), 1673-1679.
- Ristić, I. S., Tanasić, L., Nikolić, L. B., Cakić, S. M., Ilić, O. Z., Radičević, R. Ž., & Budinski-Simendić, J. K. (2011). The properties of poly (L-lactide) prepared by different synthesis procedure. *Journal of Polymers and the Environment*, 19(2), 419-430.

# Reutilización eficaz del material de desperdicio en el proceso de fabricación de amarres

Paola Plazas<sup>1\*</sup>  
Carlos Polo<sup>2\*</sup>  
Enrique Olmedo<sup>3\*</sup>

\* Dexson Electric S.A.S, Calle 19 No. 70 -  
41 Zona Industrial Montevideo, Bogotá,  
Colombia. dexson@schneider-electric.  
com

## Resumen

En el presente trabajo se realizó una revisión de los aspectos que influyen en el aprovechamiento de residuos plásticos y teniendo en cuenta la ideología de la compañía, se da lugar al proyecto de reutilización de la colada de nylon en el proceso de fabricación de los amarres.

Utilizando como base científica el modelo inductivo, se pone en marcha el experimento en la planta Dexson con el fin de mitigar ocho tipos de desperdicios considerados por la compañía, como un factor crucial para brindar un producto que satisfaga las necesidades del cliente.

Desarrollado teniendo en cuenta las normas nacionales e internacionales para la comercialización del producto, brindando una alternativa para reducir costos y conservando la calidad total.

**Palabras claves:** Colada, residuos plásticos, inductivo, calidad.

## Introducción

Lo que comúnmente se denomina como colada se le llama al material de desperdicio que sale del proceso de inyección para la fabricación de las diferentes referencias de amarres.

Es a partir de la necesidad de encontrar una alternativa sostenible para aprovechar este material que se inicia con la observación exhaustiva del proceso.

Analizando y registrando la resistencia de los amarres con la toma de muestras aleatorias y generando la hipótesis que soluciona el problema.

Impactando positivamente a la compañía Dexson en la reducción de ocho procesos generadores de desperdicios principales identificados (espera, sobreproducción, re trabajo, movimientos, Procesamiento, inventario, intelecto, transporte). Impactando los costos de manera positiva,



eliminando los excesos de stock innecesarios y mejorando los márgenes por la reutilización del material en lugar de comercializarlo.

### Parte Experimental

Se incorpora la colada en conjunto con el material virgen al proceso de producción de amarres, tomando parcialmente 200 muestras de cada referencia de forma aleatoria durante 1 mes.

Posteriormente, se detecta el número de muestras defectuosas por millón de eventos, utilizando la metodología seis Sigma, para determinar el nivel de calidad de los amarres, haciendo uso de la colada.

Ec1. Niveles Six Sigma de acuerdo a los defectos obtenidos (Dominick, V. R. et al., 2000; Michael, G. L. 2005).

Z.bench	Sigma Capability	PPM Defective
1	2.5σ	158,655
2	3.5σ	22,750
3	4.5σ	1,350
4	5.5σ	32
4.5	6.0σ	3.4

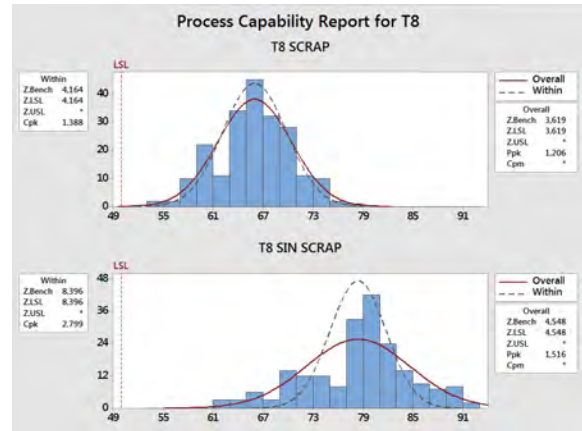
### Resultados y discusiones

El resultado de la observación demuestra que los amarres mantienen los niveles de resistencia y que el nivel sigma alcanzado fue de 5, esto quiere decir que son aceptados máximo 233 defectos por 1.000.000 de piezas fabricadas, en otras palabras, significa que el porcentaje de eficiencia de calidad es 99,977%. Por lo tanto, la calidad del amarre con el uso de la colada permite su utilización en el proceso de producción de esta línea de producto.

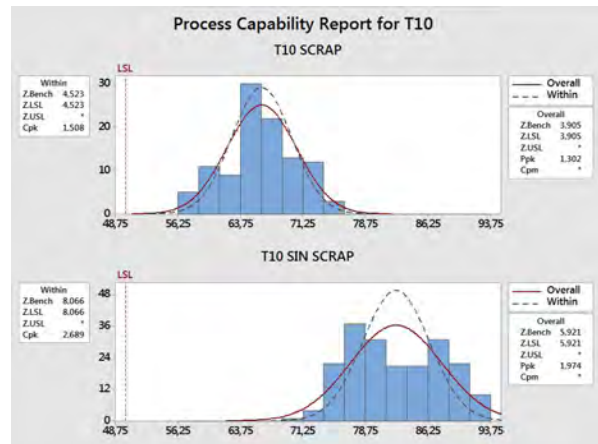
**Tabla 1.** Resultados comparativos de fabricación de amarres con o sin scrap(colada)

Referencia	Defectos esperados (PPM)	Promedio	Desviación estándar	Nivel sigma
T8 sin scrap	2.70	78.4	6.3	6.0
T8 con scrap	148.1	66.0	4.4	5.1
T10 sin scrap	0	82.4	5.5	6.0
T10 con scrap	47.2	66.3	4.2	5.4

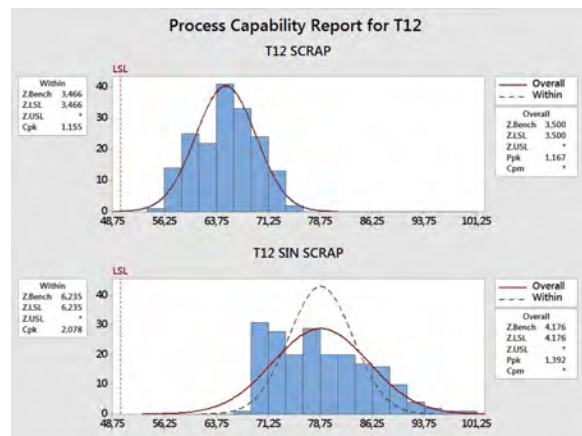
T12 con scrap	14.85	78.8	6.9	5.7
T12 con scrap	232.6	65.1	4.3	5.0
T14 sin scrap	0	84.1	4.9	6.0
T14con scrap	81.0	67.3	4.6	5.3



**Figura 1.** Capacidad del proceso para T8



**Figura 2.** Capacidad del proceso para T10



**Figura 3.** Capacidad del proceso para T12

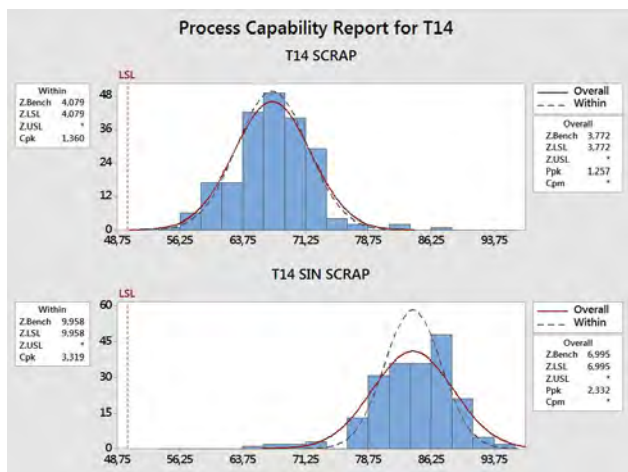


Figura 4. Capacidad del proceso para T14

Este cambio contribuye a la disminución de los diferentes desperdicios que afectan los procesos de la empresa, eliminando operaciones que no agregan valor al producto, reduciendo el inventario, eliminando tiempos de preparación, evitando movimientos innecesarios y haciendo el proceso más fácil.

Se genera adicionalmente un ahorro en materia prima significativo para la empresa y un mayor margen de esta familia de productos.

Tabla 2. Resultados de ahorro generado por referencia, según el costo unitario anterior y el nuevo costo unitario con uso de colada.

Referencia	% Colada	% Variación ahorro
3AMBLT6	12.7	-8.1
3AMNET6	13.1	-8.4
3AMBLT8	7.7	-5.7
3AMNET8	7.7	-5.7
3AMBLT10	7.2	-5.2
3AMNET10	7.2	-5.2
3AMBLT12	5.0	-3.6
3AMNET12	5.0	-3.6
3AMBLT14	7.3	-5.1
3AMNET14	7.4	-5.2
3AMBLT14HD	5.2	-3.6
3AMNET14HD	5.2	-3.7

## Conclusiones

Se producen amarres con niveles de calidad óptimos luego de la utilización de la colada.

El uso de la colada genera un mayor margen para la compañía.

La empresa es más competitiva en el mercado Colombiano, gracias a este proyecto.

Se contribuye al reciclaje de desperdicios provenientes de materias primas contaminantes, como lo es el nylon.

## Agradecimientos

Edgar Aroca Lider del área de inyección y Diana Miranda Downstream Planning Manager.

## Referencias

Dominick, V. R., Donald, V. R., & Marlene, G. R. (2000). Injection molding handbook. Kluwer Academic Publishers, Boston, 110, 697.2. George, Michael, Lean Six Sigma Pocket 2005,137, 282.

Michael, G. L. (2005). The Lean Six Sigma Pocket Toolbook: A Quick Reference Guide to Nearly 100 Tools for Improving Process Quality, Speed, and Complexity.



# Estudio de las propiedades termomecánica de compuestos PP con cargas minerales

Carolina Caicedo<sup>1</sup>  
 Carlos M. Gómez<sup>2</sup>  
 Kelly T. Valencia<sup>2</sup>  
 Angie Domínguez<sup>2</sup>  
 Daren Arteaga<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria, Astin-SENA. Grupo de investigación en Materiales y Productos-GIDEMP, Calle 52 No. 2 Bis -15 Cali, Valle – Colombia. Correo: ccaicedo60@misena.edu.co

## Resumen

En este estudio se evaluó el efecto de cargas minerales como el  $\text{CaCO}_3$  y talco en una matriz plástica (polipropileno) reprocesada mediante la técnica de inyección, y el uso del proceso de extrusión co-rotante para garantizar la óptima interacción entre los componentes. de esta forma, se logró determinar el índice de desempeño fisicomecánico de la serie de compuestos. Las generaciones mostraron aumento en el índice de desempeño en resistencia a la flexión del 18,18%, y tensión del PP1T 34,18%. Así mismo, se evaluaron las propiedades térmicas las cuales variaron entre 300-330 °C para compuestos y matriz de PP reprocesada.

**Palabras claves:** *cargas inorgánicas, reprocesamiento, inyección, propiedades fisicomecánicas, termoplástico.*

## Introducción

El polipropileno (PP) tiene una buena capacidad de procesamiento que permite aceptar numerosos tipos de cargas naturales y sintéticas (Hoffman, J. 2002). La incorporación de cargas tales como arcilla, talco, carbonato de calcio, caolín y/o mica, en los termoplásticos es una práctica común para reducir costos de producción y para mejorar características intrínsecas del material tales como resistencia, estabilidad dimensional, cristalinidad, conductividad eléctrica y térmica, entre otras (Zhou, T. H. *et al.*, 2008). La adherencia interfacial entre la matriz y la carga es un factor crítico para lograr potenciar algunas de sus propiedades (Thio, Y. S. *et al.*, 2002). Aunque el PP se ha utilizado ampliamente en una variedad de aplicaciones por su excelente relación costo beneficio, se presenta limitado como un termoplástico de ingeniería debido a su baja resistencia al impacto aún más cuando se requiere utilizar como material post-industrial, es decir, que ha pasado por diferentes ciclos de proceso (Demjem, Z. *et al.*, 1998). Estudios previos, muestran que el polipropileno presenta ciertas ventajas como material reprocesado debido a que no disminuyen significativamente sus propiedades mecánicas, sin embargo, las propiedades térmicas son afectadas drásticamente de una generación a otra (Guerrica-Echavarría, G. *et al.*, 1998).

De tal forma, se requiere utilizar cargas inorgánicas como es el caso del talco y  $\text{CaCO}_3$  que mejoren las propiedades de deflexión térmica (Xu, T. *et al.*, 2002).

## Parte Experimental

Polipropileno Copolímero Random QR6701K de la marca Sabic en forma de gránulos, presenta un índice de fluidez de 10g/10min,  $\text{CaCO}_3$  comercial, PPMA licocene de Clariant.,  $\text{CaCO}_3$  Impacar-24,  $\text{CaCO}_3$  Aldrich, Talco impatal-45.

**Ciclos de inyección, molienda y extrusión.** El PP fue moldeado por inyección seis veces con una máquina inyectora DEMAG. Se utilizó un molino de cuchillas Retrogram Mould-tek a 1745 rpm para la obtención de gránulos, posteriormente, se utilizó la extrusora co-rotante de doble husillo con 20% de la carga mineral y 1.5% de PPMA como agente de acople y dispersión.

**Termogravimetría (TGA) y Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).** Las propiedades térmicas se determinaron en un analizador termogravimétrico TGA/DSC 2 STAR System, Mettler Toledo. Las muestras ( $10 \pm 0.5$  mg). Temperatura entre 25 °C a 600 °C bajo atmósfera de nitrógeno ( $50 \text{ cm}^3/\text{min}$ ).

**Propiedades Mecánicas.** Las mediciones de las propiedades mecánicas de tracción se realizaron en una máquina universal GOODBRAND de acuerdo con la norma ASTM D638 utilizando una velocidad de ensayo de 100 mm/min empleando una celda de 5000 kgf. Los ensayos de flexión se realizaron en una máquina universal INSTRON 5500R de acuerdo con la norma ASTM D790-10 utilizando una velocidad de ensayo de 5 mm/min y celda de 50 kgf.

**Fluidez.** El índice de fluidez se determina para el material particulado de cada generación de PP usando el Plastómetro de extrusión ATLAS MFI a 230 °C, 2.16 kg.

## Resultados y discusiones

Se observan cambios apreciables en el índice de fluidez entre compuestos de matriz PP y  $\text{CaCO}_3$  (CC) con diferentes generaciones de PP como se muestra en la figura 1, asimismo, se observa la incidencia del tipo de carga sobre la primera generación. El talco representa mayor fluidez en el compuesto. Lo anterior, sugiere mantener condiciones de proceso.

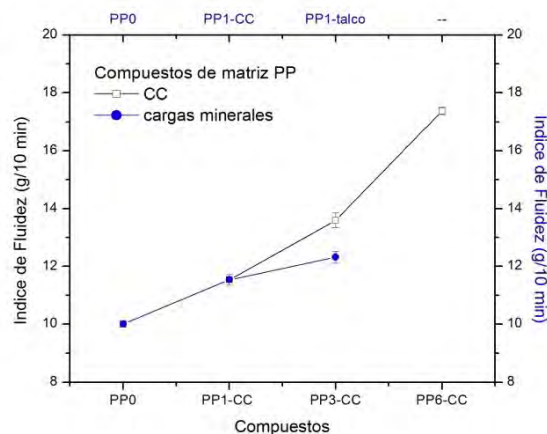


Figura 1. Índice de fluidez: X1) PPCC, X2) PPT.

Por otro lado, la temperatura de degradación disminuye a medida que aumentan las generaciones hasta en un 5,21%, pero con el uso de la carga mineral talco se observa un aumento del 2,37% y  $\text{CaCO}_3$  2,02% (Tabla 1).

Tabla 1. Resultados térmicos de los compuestos

GENERACIONES	$T_{10}$ [°C]	$T_m$ [°C]
PP0	324,10	150,88
PP3	312,13	148,69
PP6	307,20	148,36
PP1T	331,78	150,16
PP6T	304,72	149,67
PP1CC	308,93	149,17
PP3CC	307,10	148,02
PP6CC	323,38	148,81
PP1CC-A	332,08	151,0

Las propiedades mecánicas la resistencia a la flexión del compuesto de PP1CC en la primera generación aumentan en un 18,18%, y el PP1T 34,18%. La resistencia a la tensión disminuye en 6,79% para PP1T y 4,43% en para PP1CC.

## Conclusiones

El estudio realizado por reometría de torque proporcionó información relevante sobre las condiciones de procesabilidad y proporciones que requieren las diferentes mezclas de PP con carbonato de calcio y PP con talco. Adicionalmente, genera un criterio para las proporciones a utilizar de agente de acople debido a que disminuye en un 20% el torque. Por otro lado, los resultados térmicos encontrados oscilan entre 330-300 °C, mientras el



comportamiento mecánico muestra un mejor desempeño en los materiales que contienen la carga.

**Agradecimientos:** Este trabajo fue desarrollado gracias al apoyo del Centro Astin, SENA y GIDEMP, así como al departamento de Biotecnología del Tecnoparque Nodo Cali. C. C. agradece el soporte económico del contrato de financiamiento de recuperación contingente No. FP44842-259-2015, COLCIENCIAS-SENA.

## Referencias

- Demjen, Z.; Pukanszky, B.; Nagy, J. (1998). Evaluation of Interfacial Interaction in Polypropylene/Surface Treated CaCO<sub>3</sub> Composites. *Composites A: Applied science and manufacturing*. 29, 3, 323-329.
- Guerrica-Echevarria, G.; Eguiazabal J. I.; Nazabal, J. (1998). Influence of Moulding Conditions and Talc Content on the Properties of Polypropylene Composites. *European Polymer Journal*. 34, 8, 1213-1219.
- Hoffman, J. Polypropylene beginning to show signs of strength. (2002). *Chemical market Reporter*. 8.
- Thio, Y. S.; Argon, A. S.; Cohen, R. E.; Weinberg, M. (2002). Toughening of Isoactic Polypropylene with CaCO<sub>3</sub> Particles. *Polymer*. 43, 13, 3661-3674.
- Xu, T.; Lei, H.; Xie, C. S. (2002). Investigation of Impact Fracture Process with Particle-Filled Polymer Materials by Acoustic Emission. *Polymer Testing*. 21, 3, 319-324.
- 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. *Composite Science and Technology*. 68, 14, 2858-2863.

# Efecto del compatibilizante sobre las propiedades mecánicas de compuestos PP/fibra de cedro

Carolina Caicedo\*  
Aldo Vázquez Arce  
Lina M. Crespo  
Hever de la Cruz  
Omar Hernán Ossa

\* Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria, Astin-SENA. Grupo de investigación en Materiales y Productos-GIDEMP, Calle 52 No. 2 Bis -15 Cali, Valle – Colombia. \*Correo: ccaicedo60@misena.edu.co

## Resumen

Se evaluaron las propiedades térmicas y mecánicas de una nueva serie de Compuestos de Madera y Plástico (CMP) con 20% de fibra mediante la técnica inyección. La mezcla se realizó en una extrusora co-rotante en la cual se disminuyó en un 50% el tiempo de residencia de la fibra con respecto al polímero. Los productos finales presentaron una pérdida de ~3.4% asociada al segundo proceso térmico que sufrió el material. El análisis mecánico presentó un aumento en la resistencia a la tensión del 20.3% en el nuevo CMP, mientras que la resistencia a la flexión alcanzó un 46.2%. En el análisis micro-estructural de los productos finales se observó la incorporación de la fibra en la matriz mediante microscopía electrónica de barrido.

**Palabras claves:** Compuesto de madera y plástico, PPMA, inyección, propiedades mecánicas; análisis térmico.

## Introducción

La obtención de materiales compuestos sugiere un desafío en el control de los parámetros asociados a los componentes como tamaño, contenido de fibra y agente de acople que mejore la adhesión superficial en la interface fibra-matriz (Kang, H. *et al.*, 2015; Kissel, W. J. *et al.*, 2003; Kuo, P. Y. *et al.*, 2009). La función de la interface fibra-matriz es un factor determinante porque a través de esta se transfiere la carga aplicada de la matriz a las fibras; esto constituye una relación directa entre el nivel de disipación de energía y la resistencia al impacto como resultado del refuerzo (Moritomi, S. *et al.*, 2010). No obstante, el proceso de homogeneización en los compuestos es de gran importancia debido a que los puntos de falla ocurren por los concentradores de esfuerzos, es decir, en regiones de aglomerados de fibra (Caicedo, C. *et al.*, 2015; Zhang, J. P. *et al.*, 2009). En este estudio, se presentan cinco nuevas mezclas de material compuesto de matriz termoplástica (PP) con material particulado de fibra de cedro al 20% y diferentes proporciones del agente compatibilizante PP-g-MA mediante inyección. El material fue mezclado inicialmente en una extrusora de doble husillo co-rotante



utilizando dos tolvas de alimentación en diferentes puntos del cilindro con el fin de disminuir el tiempo de residencia de la fibra durante el proceso. Se determinaron las propiedades térmicas del material extruido e inyectado. Finalmente, se lograron estudiar las propiedades mecánicas y micro-estructurales de la nueva serie de CMP.

## Parte Experimental

Se utilizó 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/cm<sup>3</sup> y alta cristalinidad. La fibra de madera de cedro utilizada es proveniente de Mokufun Co. Ltd., Japón, con un tamaño de partículas entre 70 – 120 µm acorde a la norma ASTM C136- 05.

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. Los sistemas de alimentación fueron ubicados sobre el cilindro en la posición 4D para el polímero y posición 24D para la fibra. A continuación se presenta una imagen (Figura 1) fidedigna del proceso de extrusión:

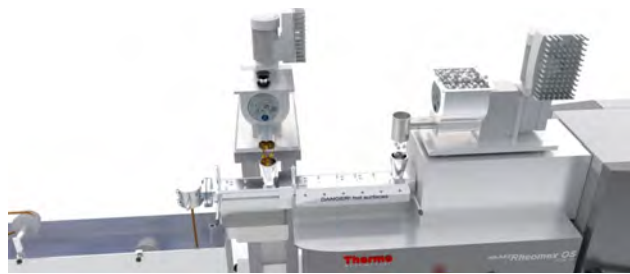


Figura 1. Foto del proceso de extrusión utilizado.

El CMP 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.

## Resultados y discusiones

### Caracterización

Las propiedades térmicas se determinaron en un analizador termogravimétrico TGA/DSC 2 STAR System,

Mettler Toledo. Rango de temperatura entre 25 °C a ~300 °C bajo atmosfera de nitrógeno (50 cm<sup>3</sup>/min).

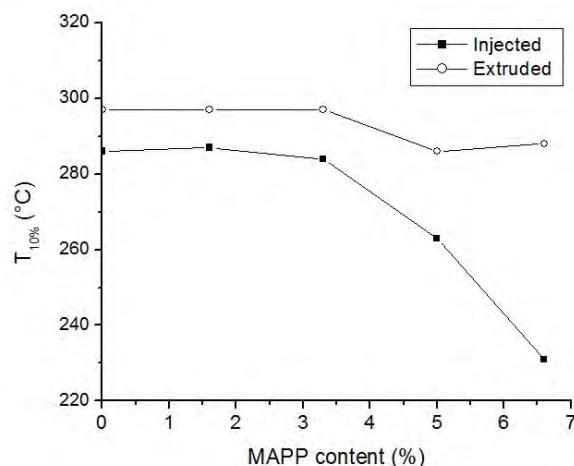


Figura 2. Índice de desempeño térmico de los CMP.

Los resultados de los análisis termogravimétricos obtenidos de los productos extruidos de CMP presentaron una temperatura de degradación con valores intermedios de T<sub>10</sub> ~295 °C respecto a los componentes de partida (Fibra, PP). Los productos finales presentaron una pérdida de ~3.4% asociada al segundo proceso térmico que sufrió el material.

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 10 con una velocidad de ensayo de 5 mm/min y una celda de 50 kgf.

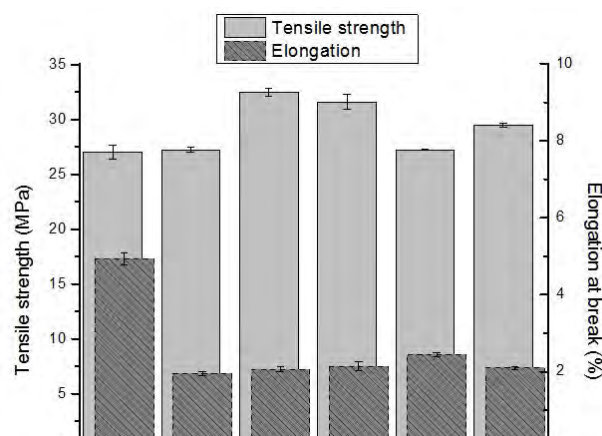
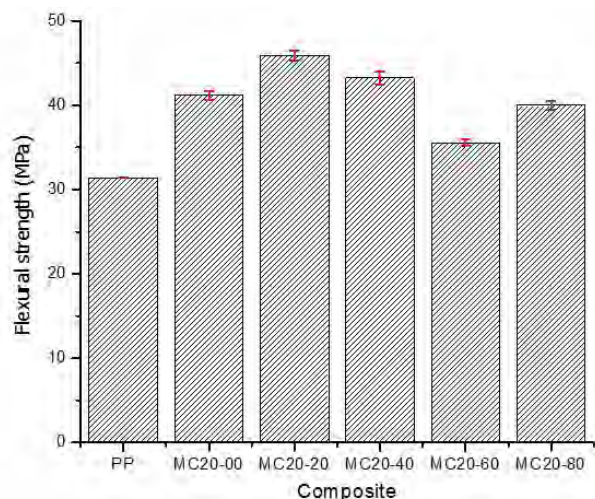


Figura 3. Comportamiento mecánico de tensión del CMP.





**Figura 4.** Comportamiento mecánico de flexión del CMP.

El análisis mecánico presentó un aumento en la resistencia a la tensión del 20.3% en el nuevo CMP.

Mientras que la resistencia a la flexión alcanzó un 46.2%.

## Conclusiones

El MC20-00 no representa desventaja termomecánica frente al PP-R. De acuerdo con lo anterior, se puede considerar como relleno la adición de material particulado de fibra de cedro. Los CMP desarrollados con valores superiores a 5% p/p de PPMA tienen una mayor afinidad por el agua (hidrófilos) debido a que el remanente de PP-g-MA en la matriz puede inundar la superficie de la madera generando compuestos con características térmicas y mecánicas inferiores.

## Agradecimientos

Este trabajo fue desarrollado gracias al apoyo del Centro Astin, SENA y GIDEMP, así como al departamento de Biotecnología del Tecnoparque Nodo Cali. C. C. agradece el soporte económico del contrato de financiamiento de recuperación contingente No. FP44842-259-2015, COLCIENCIAS-SENA.

## Referencias

- Caicedo, C.; Vázquez-Arce A.; Crespo L. M.; De la Cruz, H.; Ossa, O. H. (2015). Material compuesto de matriz polipropileno y fibra de cedro: influencia del compatibilizante PP-g-MA. *Informador técnico*. 79(2): 118-126.
- Kang, H.; Lu, X.; Xu, Y. (2015). *Polymer Testing* 43: 173-181
- Kissel, W. J.; Han, J. H.; Meyer, J. A. (2003). *Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composites*, second ed., Taylor and Francis, N. Y.
- Kuo, P. Y.; Wang, S. Y.; Chen, J. H.; Hsueh, H. C.; Tsai, M. J. (2009). *Materials and Design*. 30: 3489-3496
- Moritomi, S.; Watanabe, T.; Kanzaki, S. (2010). Polypropylene compounds for automotive applications. *Sumitomo Kagaku* 1: 1.
- Zhang, J.; Park, C. B.; Rizvi, G. M.; Huang, H.; Guo, Q. (2009). Investigation on the uniformity of high-density polyethylene/wood fiber composites in a twin-screw extruder. *J. Appl. Polym. Sci.* 113(4): 2081-2089.

# Evaluación de las propiedades físicas de un compuesto vulcanizado de caucho natural en cauchos industriales especiales s.a.s. para su empleo como soporte en la industria automotriz

Jorge Iván Chávez Mejía<sup>1</sup>  
Edward Ramírez Caicedo<sup>1</sup>  
Edwin Flórez López<sup>1</sup>  
Carlos David Grande T<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Universidad Santiago de Cali, calle 5 # 62-00, Cali, Colombia. jorge.chavez00@usc.edu.co

<sup>2</sup> Universidad de San Buenaventura, Avenida 10 de mayo, la umbría, Vía a Pance. Cali, Colombia.

## Resumen

Este trabajo de investigación llevó a cabo la evaluación de las propiedades físicas de un compuesto vulcanizado de caucho natural con aplicación en un soporte automotor. Se diseñaron cuatro compuestos de caucho natural empleando como principal ingrediente reforzante, el negro de humo y la sílica en calidad de mejoradores de las propiedades físicas en los cauchos. Se realizaron ensayos de resistencia al desgarro, deformación permanente por compresión y dureza. Los valores obtenidos fueron justificados de acuerdo al tipo y concentración de carga reforzante dentro de la matriz de caucho y se confrontaron de acuerdo a la norma ASTM D 2000.

**Palabras claves:** *Caucho natural, elastómeros, propiedades físicas.*

## Introducción

Los productos vulcanizados a base de caucho natural (CN) poseen buena resistencia mecánica y se caracterizan por una excelente elasticidad o capacidad para regresar a su forma original. El CN es el material con más frecuencia utilizado en el diseño de soportes elastoméricos debido a una alta resistencia a la fatiga, resistencia al corrimiento o fluencia lenta y resistencia al desgarro, convirtiéndose en un material ideal para muelles de goma y soportes antivibratorios (De silva, C. W. 2005).

El CN tiene una importante aplicación en la industria automotriz, en lo que respecta a suprimir las vibraciones en un automóvil. Los soportes amortiguadores que se encuentran sujetos a cargas cíclicas durante su servicio, están relacionados con la fractura y la compresión de la pieza de caucho (Schaefer, R. J. 2002).

Un delicado diseño para la formulación de un compuesto de CN es necesario para la obtención de las

mejores propiedades finales de un artículo de caucho. El empleo de cargas reforzantes dentro de la formulación como el negro de humo (NH), mejoran la resistencia al desgarramiento, la deformación permanente por compresión (DPC) y aumentan la dureza del compuesto de caucho (Billmeyer, F. W. 2004; Muter, M. A. y Mugar, Q. K. 2014). Por lo tanto, este estudio se basa en la evaluación de la dureza, la resistencia al desgarramiento y la DPC de un compuesto de caucho vulcanizado para su empleo en un soporte automotor.

## Parte Experimental

Se diseñaron cuatro compuestos de CN (Tabla 1). Los ensayos de las propiedades físicas evaluadas fueron con base a las normas ASTM. Para el análisis de dureza se empleó un durómetro Tipo I según ASTM D-2240. El ensayo de DPC fue realizado en un dispositivo de compresión de acuerdo a la ASTM D-395. El ensayo de resistencia al desgarramiento fue efectuado en un tensiómetro Testometric M350-5kN con método de acuerdo a ASTM D-624.

**Tabla 1.** Formulaciones de los compuestos de CN.

Ingredientes	Mezclas en partes por cien de caucho (ppcc)			
	M09	M12	M13	M15
Caucho Natural	100.0	100.0	100.0	100.0
Negro de humo HAF	75.0	50.0	75.0	50.0
Sílica precipitada	–	30.0	–	30.0
Aceite Nafténico	–	5.0	–	5.0
Oxido de Zinc	5.0	5.0	5.0	5.0
Ácido Esteárico	1.0	1.0	1.0	1.0
Coagente	–	2.0	–	2.0
Neutralizante	–	2.0	–	2.0
Antidegradantes	3.5	3.5	3.5	3.5
Ayuda de proceso	2.0	2.0	3.5	3.5
Acelerantes	1-4	1-4	1-4	1-4
Azufre	2.0	2.0	2.0	2.0

## Resultados y discusiones

Los resultados de las propiedades evaluadas se ilustran en la Tabla 2.

**Tabla 2.** Resultados obtenidos de las propiedades físicas evaluadas.

Ensayo de Dureza - ASTM D 2240			
Compuesto	Valor Obtenido, Shore A	Desviación Estándar	*Valor Requerido, Shore A
M09	70	0	75 ± 5
M12	80	0	
M13	75	0	
M15	77	0	
Ensayo de Deformación Permanente por Compresión, Método de Ensayo D 395, Método B, 22 h a 70 °C – ASTM D 395			
Compuesto	Valor Obtenido, %	Desviación Estándar	Valor Requerido, máx. % (ASTM D 2000)
M09	20,78	± 0,36	25
M12	29,46	± 0,17	
M13	24,11	± 0,50	
M15	26,87	± 0,45	
Ensayo de Resistencia al Desgarramiento, Método A, Dado C - ASTM D 624			
Compuesto	Valor Obtenido, kN/m	Desviación Estándar	Valor Requerido, kN/m (ASTM D 2000)
M09	122,85	± 6,22	22 - 26
M12	109,47	± 6,80	
M13	143,05	± 6,09	
M15	95,55	± 1,54	

\* Valor solicitado por la industria automotriz.

Los resultados obtenidos fueron confrontados con la designación ASTM D 2000 titulada como Sistema de Clasificación Estándar para Productos de Caucho en Aplicaciones Automotrices.

El valor de ensayo de dureza obtenido se encontró en el rango solicitado por la industria automotriz.

En los valores de DPC obtenidos, los compuestos M09 y M13 cumplieron con lo solicitado por la ASTM D 2000 generando un valor de 20,78 % y 24,11 % respectivamente. Estos resultados se encuentran relacionados con el tipo y cantidad de carga empleada en la formulación. También las características de las partículas deben ser tenidas en cuenta al momento del diseño de un compuesto de caucho. En los compuestos que contenían sólo NH mostraron valores de DPC cumpliendo con la normatividad, mientras que los que estaban formulados con NH y sílica arrojaron porcentajes de DPC superiores, lo cual no es recomendable para esta propiedad.



Los ensayos de desgarro evaluados para todos los compuestos superaron lo establecido por la norma ASTM D 2000.

## Conclusiones

Las cargas empleadas como el NH y la sílica para el desarrollo de los compuestos de CN, proporcionan importantes características de procesamiento y propiedades físicas al producto final. Aunque los valores de dureza y resistencia al desgarro cumplieron de acuerdo a la ASTM D 2000 para todos los compuestos, el valor de DPC fue la propiedad limitante la cual le dio aprobación a los compuestos M09 y M13 para la aplicación en soportes automotrices.

Los estudios obtenidos de los compuestos M09 y M13 proporcionan información importante para la optimización de las propiedades de los compuestos de CN con aplicación en soportes de caucho para la industria automotriz.

## Agradecimientos

Los autores agradecen a la Universidad Santiago de Cali, y a la empresa Cauchos Industriales Especiales S.A.S. por el apoyo económico, técnico y tecnológico en el desarrollo de las formulaciones y ensayos.

## Referencias

- Billmeyer, F. W. (2004). *Ciencia de los polímeros*. España: Editorial Reverté.
- De silva, C. W. (Ed.). (2005). *Vibration and shock handbook*. USA: Taylor & Francis Group.
- Muter, M. A. y Mugar, Q. K. (2014). The study of the development of Natural Rubber blends using different types of polymers and fillers on the mechanical and chemical properties of the vulcanizates. *Journal of Natural Sciences Research, volumen (4)*, 60-73.
- Schaefer, R. J. (2002). Mechanical Properties of Rubber. En C. M. Harris & A. G. Piersol. (Eds.), *Harris' Shock and Vibration Handbook* (pp. 33.1-33.18). U.S.A.: McGRAW-HILL.

# Desarrollo de un Almidón Termoplástico (ATP) mediante Extrusión Reactiva para Fabricación de Empaques

Omar Hernan Ossa\*  
Carolina Caicedo  
Italo Charry  
Hevert de la Cruz  
Lina M. Crespo  
Fernando Luna

\* Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria, Astin-SENA. Grupo de investigación en Materiales y Productos-GIDEMP, Calle 52 No. 2 Bis -15 Cali, Valle – Colombia. \*Correo: omar.ossa@sena.edu.co

## Resumen

En el siguiente estudio se evaluaron las propiedades térmicas y reológicas del almidón de papa y glicerol como agente plastificante, en diferentes concentraciones mediante el proceso de extrusión reactiva. Para determinar las condiciones ideales del material termoplástico para la elaboración de empaques se utilizaron técnicas de caracterización como: calorimetría diferencial de barrido, análisis termogravimétrico, determinación de humedad y análisis por reometría de torque. Los resultados mostraron una óptima interacción entre los componentes para las mezclas 70:30 y 65:35. Asimismo, se proponen condiciones para el proceso de extrusión (perfil de temperaturas de 95 °C hasta 140 °C, velocidad de trabajo 50 rpm hasta 150 rpm en husillos).

**Palabras claves:** Plastificante, Reometría, Análisis térmico, Almidón de papa.

## Introducción

En los últimos años, los polímeros biodegradables han surgido como una gran alternativa al uso de materiales derivados del petróleo (Akrami, M. *et al.*, 2016). Buscando otras alternativas para disminuir la contaminación, por ejemplo, la que se presenta debido a la utilización de los empaques y bolsas plásticas. Para este asunto el gobierno colombiano creó una ley y se ha ideado una campaña para fomentar la cultura de no utilizar este tipo de recipientes, y cambiarlos por empaques de corta duración. Una alternativa para esto sería sustituir estos empaques por materiales de origen biodegradable, obtenido por diferentes fuentes. Actualmente existen materiales poliméricos mejorados con biopolímeros obtenidos a partir de almidones, el almidón es un polímero natural que ofrece varias ventajas para la sustitución de polímeros sintéticos debido a su bajo costo y disponibilidad (Mendes, J.F. *et al.*, 2016), pero estos productos aun presentan falencias en su proceso de producción en especial problemas debidos a la humedad. La extrusión reactiva utiliza extrusores de doble husillo





generalmente para hacer procesos de modificación de almidones y obtención de almidones termoplásticos como alternativa sostenible para la elaboración de empaques de corta duración, por otra parte, la extrusión reactiva presenta algunas ventajas como: Mayor eficiencia en su procesamiento y genera menor número de aguas residuales contaminantes (Qiao, D. *et al.*, 2012).

## Parte Experimental

### Materiales

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

### Caracterización y análisis: Análisis Termo gravimétrico y Calorimetría Diferencial de Barrido

Este análisis se realizó en un equipo METTLER TOLEDO TGA/DSC 1, modelo STAR 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.

### Análisis por reometría de torque

Este proceso se realizó en un equipo HAAKE modelo Rheomix OS. Con los siguientes parámetros de trabajo: Volumen de llenado 70% de la cámara de 120 cm<sup>3</sup>. Temperatura de trabajo 140 °C, velocidad de rotación 40 rpm, tiempo de ensayo 6 min.

## Resultados y discusiones

### Análisis Térmico

El material, se dispuso en dos grupos para su análisis. El primer grupo tuvo un proceso de pre acondicionamiento en un horno de calentamiento durante 72 h, a una temperatura de 50 °C, y una humedad relativa de 60%. Mientras al segundo no le realizo se ningún tratamiento.

Cada grupo se dividió en cinco diferentes tipos de mezclas entre almidón y plastificante: 60/40, 65/35, 70/30, 75/25 y 80/20. Por último, ambos grupos pasaron al reómetro para su procesamiento. Todas las mezclas fueron elaboradas a partir de almidón de papa procedente de la industria alimenticia y glicerol grado analítico. El comportamiento térmico en el material tratado mostró una óptima interacción entre los componentes con proporción 65:35 y 70:30 como se observa en la figura 1.

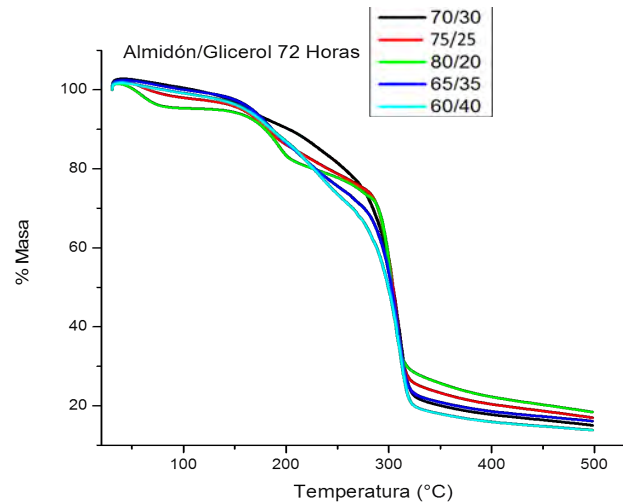


Figura 1. Termograma de las mezclas de almidón-glicerol con tratamiento de 72 h.

Mientras el material sin previo tratamiento (Figura 2) no presenta variación significativa en las temperaturas de degradación respecto al material que con 72 h de acondicionamiento.

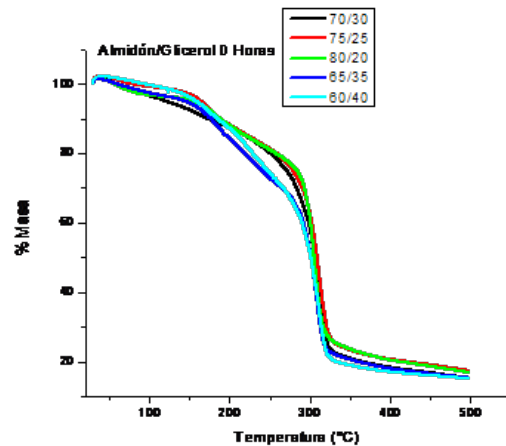


Figura 2. Termograma de las mezclas de almidón-glicerol sin tratamiento.

### Análisis por reometría de torque

Este proporcionó las condiciones óptimas de mezcla que favorecen el proceso de extrusión. En este punto se observó que en las muestras sin tratamiento previo a medida que se reduce el nivel de glicerol se aumenta el torque medio, el torque máximo de procesamiento y el tiempo. Este valor máximo se alcanza cuando ocurre interacción entre el almidón y el plastificante. Es decir, que la velocidad de reacción es mayor, aumentando la cantidad de plastificante.

**Tabla 1.** Resultados de las reometrías en las pruebas de campo

Muestra	Preparación	Torque máx. (Nm)	Tiempo T máx. (min)	Torque medio (Nm)
5 (40/60)	0 h	4,2	1,20	2,33
4 (35/65)	0 h	6,4	1,63	3,42
1 (30/70)	0 h	14,0	2,43	9,15
2 (25/75)	0 h	17,0	2,80	11,66
3 (20/80)	0 h	26,0	3,65	12,3
5 (40/60)	72 h	4,2	1,58	2,17
4 (35/65)	72 h	6,1	2,0	3,24
1 (30/70)	72 h	9,5	2,50	5,73
2 (25/75)	72 h	18	3,85	9,46
3 (20/80)	72 h	1,4	1,0	0,66

## Conclusiones

La combinación de almidón y plastificante (glicerol) ocurre a una concentración de 70/30, como se observa en los análisis térmicos. Los cuales muestran con claridad una mejor interacción de la mezcla generando un solo compuesto (ATP) y no la mezcla de dos componentes.

Por otro lado, en los resultados reológicos se observó que a medida que se incrementa la velocidad de trabajo se reduce la variabilidad del torque, se recomienda operar el sistema doble husillo a la mayor velocidad posible, de tal manera que el torque se mantenga estable. Los valores propuestos son: perfil de temperaturas de 95 °C hasta 140 °C, velocidad de trabajo 50 rpm hasta 150 rpm en husillos, velocidad de alimentador doble tornillo hasta 12%, velocidad de alimentación glicerol hasta 10 ml/min (bomba de química).

## Referencias

- Akrami, M., Ghasemi, I., Azizi, H., Karrabi, M., & Seyedabadi, M. (2016). *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). *Carbohydrate Polymers*, 137, 452-458.
- Qiao, D., Zou, W., Liu, X., Yu, L., Chen, L., Liu, H., & Zhang, N. (2012). *Starch-Stärke*, 64(10), 821-825.

# Evaluación de las propiedades Físicoquímicas de la uchuva (PHYSALIS PERUVIANA) con recubrimiento aplicado por el método de aspersión

Jaqueline García Celis<sup>1\*</sup>  
 Yesenia Vásquez Guevara<sup>2</sup>  
 Angie Dayana Córdoba<sup>2</sup>  
 Daniela Bustos Pizarro<sup>2</sup>  
 Ana Cristina Muñoz Rodas<sup>2</sup>  
 Yenifer Ramírez Millán<sup>2</sup>

<sup>1\*</sup> Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria, Astin-SENA. Grupo de investigación en Materiales y Productos-GIDEMP, Calle 52 No. 2 Bis -15 Cali, Valle – Colombia. Correo: jrgarcia75@misena.edu.co.

<sup>2</sup> Semilleros de Investigación, Centro de Asistencia Técnica a la Industria - ASTIN, SENA. Complejo Salomía, Calle 52 N° 2 Bis - 15, Cali, Colombia.

## Resumen

Se estudia el efecto de la aplicación de quitosano y gel de aloe vera en proporciones 80:20 como recubrimiento comestible en el fruto de la uchuva (*Physalis peruviana*), para ello, se lleva a cabo la parte experimental donde se aplica el recubrimiento por aspersión y mediante un seguimiento durante 28 días, se identifican comportamientos como: caída del 12% en la acidez titulable para el fruto recubierto vs a la muestra control con una caída del 32 %; mientras que el pH reporto un incremento del 4% para los frutos recubiertos y del 5% para la muestra control; en la pérdida de peso la variación es del 27% para la muestra con recubrimiento y del 29% sin recubrimiento. El uso del método de aspersión para la aplicación permite que el secado del recubrimiento sobre la superficie se dé a condiciones ambientales y con los resultados obtenidos se observa que el recubrimiento aporta a la conservación de las propiedades del fruto.

**Palabras claves:** Conservación, respiración, acidez, carotenoides.

## Introducción

El uso de recubrimientos comestibles es una de las alternativas dentro de las tecnologías actuales que permiten extender la vida útil de los alimentos frescos. La tendencia para la obtención de recubrimientos comestibles es la utilización de polisacáridos de origen natural como el Quitosano y el Aloe Vera que se caracterizan por su facilidad para formar películas, además de sus propiedades antimicrobianas y anti-fúngicas (Khoshgozaran-Abras, *et al.*, 2012). Adicionalmente, diversos estudios previos han demostrado que estos recubrimientos ayudan a prevenir la pérdida de humedad y firmeza, reducir a tasa respiratoria y tener control en el desarrollo de la maduración, retrasar

el pardeamiento oxidativo y reducir la proliferación de microorganismos en frutas y hortalizas (Kaviani, M. *et al.*, 2015).

Este tipo de materiales actúan como capa protectora en la superficie del alimento dado que reducen la pérdida de agua y permiten el control respiratorio, retrasan el envejecimiento y mejoran la calidad y valor comercial de los mismos, manteniendo sus atributos de calidad y valor nutritivo (Fernández-Valdés, *et al.*, 2015).

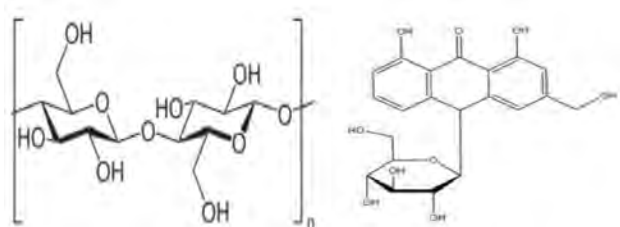


Fig. 1 Estructura quitosano (der.) y aloe vera (izq.)

## Parte Experimental

Se utilizaron uchuvas (*physalis peruviana*) provenientes de cultivos de la zona de Silvia (Cauca, Colombia), entregadas con su capacho, directamente por indígenas de la zona. Se seleccionaron por tamaños de 1 cm aproximadamente. Las muestras seleccionadas fueron desinfectadas con hipoclorito de sodio al 1% y se procedió a hacer la aplicación del recubrimiento, por medio de aspersión usando un compresor industrial. El recubrimiento fue preparado con una mezcla de Aloe Vera previamente extraída y estabilizada y Quitosano disuelto en Vinagre al 1%, en una relación 20:80, respectivamente. Durante el proceso experimental, los frutos fueron evaluados en una primera corrida durante 28 días, realizando un control cada 7 días, es decir, en los tiempos 0, 7, 14, 21 y 28 en las propiedades mencionadas anteriormente.

La acidez total titulable se realiza mediante la metodología de titulación con NaOH al 0,1 M, para la determinación del pH se utiliza un pH-metro marca HANNA 5522 y la pérdida de peso se realiza mediante una balanza analítica marca Precisa XB220A.

## Resultados y discusiones

Con los resultados hasta el día 28 de seguimiento, se han identificado los siguientes comportamientos: la

acidez titulable presenta una caída del 32% en los frutos sin recubrimiento, mientras que en los que tienen el recubrimiento solo es del 12%, lo que está de acuerdo con lo expuesto por Fischer & Martínez (1999), debido que la disminución de los ácidos indica que se están utilizando como sustrato de respiración, esto quiere decir que el recubrimiento ha ayudado a disminuir la tasa de respiración y por tanto ha retrasado el proceso de maduración. Así mismo el pH presenta un incremento del 5% en los frutos sin recubrimiento y 4% en los que tienen el recubrimiento, dado que la relación porcentual no se mantiene vs el resultado de la acidez es una variable que debe ser nuevamente evaluada. Respecto a la pérdida de peso, al día 28 no se detecta diferencia apreciable entre los frutos con recubrimiento y los sin recubrimiento, siendo del 27% con recubrimiento y del 29% sin recubrimiento.

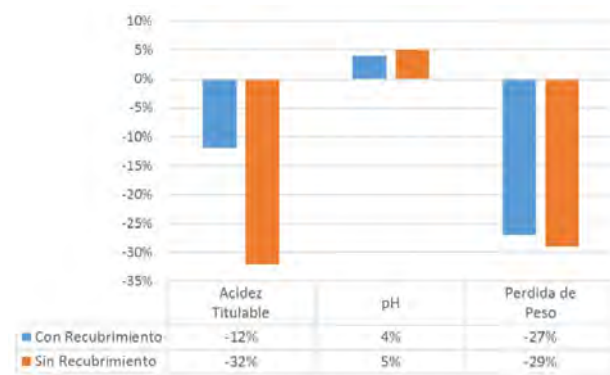


Gráfico 1. % Incremento o Disminución de Acidez, pH y Peso

## Conclusiones

La aplicación de recubrimientos por el método de aspersión favorece a la uniformidad del recubrimiento, así como la disminución en el tiempo de secado.

El recubrimiento aporta propiedades de barrera, lo que se puede observar con el comportamiento obtenido en la evaluación de acidez, la cual presenta una menor caída en los frutos con recubrimiento vs los frutos sin recubrimiento, esto muestra claramente una reducción de la tasa de respiración.

Es necesario realizar una nueva evaluación de la variable de pH el cual debió haber mantenido la relación porcentual de aumento respecto a la acidez.

En posterior estudio se incluirán variables como contenido de sólidos solubles y contenido de carotenoides, variables que también permiten evaluar la madurez del fruto.



## Agradecimientos

Se confiere un agradecimiento especial al Ing. Marcelo Alexander Guancha, a la Dra. Carolina Caicedo por las orientaciones y aportes que ha dado para el desarrollo de esta investigación, así como al Dr. Fernando Luna e Ing. Cesar Amaya por la gestión de recursos y espacios para su ejecución.

## Referencias

- Fernández Valdés, D., Bautista Baños, S., Fernández Valdés, D., Ocampo Ramírez, A., García Pereira, A., & Falcón Rodríguez, A. (2015). Películas y recubrimientos comestibles : una alternativa favorable en la conservación poscosecha de frutas y hortalizas. *Revista Ciencias Técnicas Agropecuarias*, 24, 52-57.
- Fischer, G., & Martinez, O. (1999). Calidad y madurez de la uchuva (*Physalis peruviana* L.) en relación con la coloración del fruto. *Agronomía Colombiana*, 16, 35 - 39.
- Kaviani, M., Shariati, M. A., Joshevska, E., Tomovska, J., & Vanaei, M. (2015). Effects of Chitosan and Aloe Vera Gel Coating on Quality Characters of Pistachio. *Journal of Nutritional Health & Food Engineering*, 2, 1-4.
- Khoshgozaran-Abras, S., Azizi, M. H., Hamidy, Z., & Bagheripoor-Fallah, N. (2012). Mechanical, physicochemical and color properties of chitosan based-films as a function of Aloe vera gel incorporation. *Carbohydrate Polymers*, 87, 2058-2062.



# Películas de Quitosano con Cu(II), Co(II), Mn(II) y Ag(I) como potenciales Agentes Antimicrobianos

Esteban García<sup>1</sup>  
Yeraldín Serna<sup>1</sup>  
Didier Gómez<sup>1</sup>  
Melisa Suárez<sup>1</sup>  
Carolina Caicedo<sup>2</sup>  
Yenny Avila<sup>\*</sup>

<sup>1</sup> Universidad Tecnológica de Pereira, Programa de Química Industrial. GI-QCOAMMSB, Álamos, La Julita, Pereira, Colombia. [www.utp.edu.co](http://www.utp.edu.co).

<sup>2</sup> Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria, Astin-SENA. Grupo de investigación en Materiales y Productos-GIDEMP, Calle 52 No. 2 Bis -15 Cali, Valle – Colombia.

\* Correo: [yennypatricia.avila@utp.edu.co](mailto:yennypatricia.avila@utp.edu.co)

## Resumen

El presente trabajo de investigación tuvo como objetivo el desarrollo de películas de quitosano de bajo y mediano peso molecular embebida en una matriz de alcohol polivinílico y enriquecida con metales de cobre(II), cobalto(II), manganeso(II) y plata(I). Las condiciones adecuadas de electrohilado que permitieron la estructuración de las membranas fueron las siguientes: DC 11 cm, VB 0,01 mL/hr, V 16 Kv, T 70 min y 16 % de PVA. Posteriormente, la evaluación de la actividad microbiológica utilizando la técnica de impregnación de discos, con sustrato de aluminio sobre agar Muller- Hilton y las bacterias *Escherichia coli* y *Staphylococcus aureus*, con control hipoclorito de sodio; permitieron encontrar actividad bactericida asociada únicamente a la matriz de quitosano con PVA al 16%, no es significativo el aporte del metal a la actividad biológica a una concentración de 0.02 %.

**Palabras claves:** *Actividad antimicrobiana, centros metálicos, polímeros, quitosano.*

## Introducción

El quitosano (Q) se ha utilizado como agente antimicrobiano de manera satisfactoria sobre: *Botrytis cinerea*, *Fusarium oxysporum*, *Drechtera sorokiana*, *Micronectriella nivallis*, *Piricularia oryzae*, *Rhizoctonia solanii*, *Trichophyton equinum*, algas y algunas bacterias Gram positivas y negativas como: *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Enterococcus faecalis*, *Staphylococcus saprophyticus* (Feng, Q. L. et al., 2000). La acción antimicrobiana está influenciada por factores intrínsecos como: tipo de quitosano, peso molecular, pH del medio de cultivo, condiciones ambientales, el hospedero, la composición química y nutritiva del sustrato, grado de despolimerización y la presencia o ausencia de sustancias que interfieran como lípidos y proteínas. Se ha demostrado que la actividad inhibitoria del quitosano contra hongos fitopatógenos es más efectiva a pH 6 o menor que pH de 7.5, los grupos aminos se encuentran protonados y por lo



tanto con carga positiva. Se ha observado que existe una relación entre la capacidad antimicrobiana del quitosano y el grado de desacetilación que presenta, siendo a mayor grado, mayor actividad antibacteriana, tanto contra bacterias gram positivas como gram negativas (Varma, A.J. *et al.*, 2004). Por otro lado, el mecanismo de acción de la actividad antibacteriana del quitosano contra Gram negativas ha mostrado un incremento del ion potasio liberado al medio y una disminución de la cuenta bacteriana en presencia de quitosano (Sudarshan N. R. *et al.*, 1992). La interacción de los grupo amino libre protonado con la pared celular, interfiere con las propiedades de barrera de la pared celular, provocando pérdida de constituyentes intracelulares y la muerte de la bacteria.<sup>3</sup>En el caso de los iones metálicos asociados a actividades antimicrobianas, se ha reportado que los iones de plata ( $Ag^+$ ) son una fuente de inhibidores bacterianos. Sin embargo, su uso se ha visto seriamente limitado por la toxicidad de los iones en los seres humanos. No obstante la nanotecnología ha permitido la producción de pequeñas partículas de plata con una superficie cada vez mayor de área por volumen, lo que presenta una eficacia contra las bacterias, y lo más importante, una menor toxicidad (Sudarshan N. R. *et al.*, 1992). Teniendo en cuenta que el quitosano es un biopolímero así como la plata es un metal que se caracteriza por su coordinación con otros elementos o moléculas, este trabajo muestra la evaluación de películas de quitosano enriquecidas con alcohol polivinílico (PVA) y coordinadas con diferentes metales de transición, evaluando la sinergia entre la matriz orgánica e inorgánica en *Escherichia coli* (EC) y *Staphylococcus aureus* (SA).

## Parte Experimental

Reactivos:  $Cu(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ,  $CoSCN$ ,  $MnCO_3$ ,  $AgNO_3$ . Quitosano BPM, Quitosano MPM, marca aldrich. Disolventes: metanol, agua destilada, agar Mueller-Hinton, Infusión-Cerebro-Corazón (BHI).

Inicialmente se llevó a cabo la síntesis de los óxidos metálicos, a partir de las diferentes sales metálicas. En una relación estequiométrica 1:1 de la sal con respecto a NaOH 0.1 M se preparó el hidróxido metálico intermedio. Posteriormente, se calentó a 120 °C por 2 h cada disolución hasta obtener el óxido sólido característico. Finalmente, se calentó a 400°C por 24 h cada sólido eliminando la materia orgánica aún presente en cada compuesto. Cada óxido al 0.02% fue mezclado con las disoluciones de quitosano de bajo y mediano peso molecular (QBPM y QMPM) al 2% y con alcohol polivinílico al 16 % (PVA) a temperatura

ambiente, pH de 3.5, disolvente agua y agitación por 30 min. El diseño de experimentos que permitió encontrar las mejores condiciones de electrohilado se encuentran reportados en la tabla 1.

**Tabla 1.** Condiciones de electrohilado en películas de Q-PVA-MO.

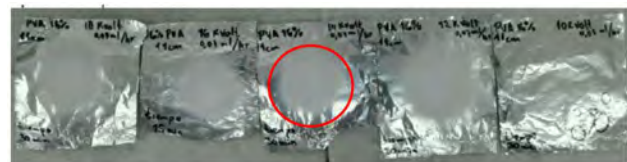
Condiciones	Variables
Quitosano	BPM, MPM
Distancia del colector	11 cm
Velocidad del bombeo	0.07 -0.01 mL/hr
Voltaje variable	10, 12, 14, 16, 18 Kv.
Tiempo	30, 45, 60, 70 min.
% PVA	16%
Metal	Cu(II), Co(II), Mn(II), Ag(I)

En la evaluación microbiológica se llevó a cabo la técnica de discos sobre agar MH, inoculando los microorganismos EC y SA por 48 h. Posteriormente, se colocaron discos por triplicado de las siguientes películas: QBPM-PVA-MO y QMPM-PVA-MO. Finalmente se estimó la actividad a las 72 h de incubación, utilizando como control negativo hipoclorito de sodio al 10%.

## Resultados y discusiones

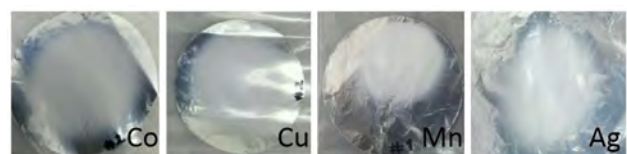
Las mejores condiciones de electrohilado fueron las siguientes: DC 11 cm, VB 0,01 mL/hr, V 16 Kv, T 70 min y 16 % de PVA.

Como se observa en la **figura 1** es necesario utilizar PVA para obtener el hilado, el quitosano a estas condiciones no estabiliza las películas. El voltaje ideal al 16 % de PVA fue 14 KV.



**Figura 1.** Películas de Q a 18 Kv, 16 Kv, 14 Kv, 12 Kv y 10 Kv.

En el proceso de electrohilado se preparó una emulsión con la matriz de quitosano y con el respectivo ion metálico, como se observa en la figura 2.



**Figura 2.** Películas de QBPM- PVA- MO.

En la determinación de los halos de inhibición o actividad bacteriostática o bactericida a las concentraciones de MO implementadas con EC y SA, no se encontraron

halos significativos para QMPM-PVA-MO, como se muestra en la figura 3.

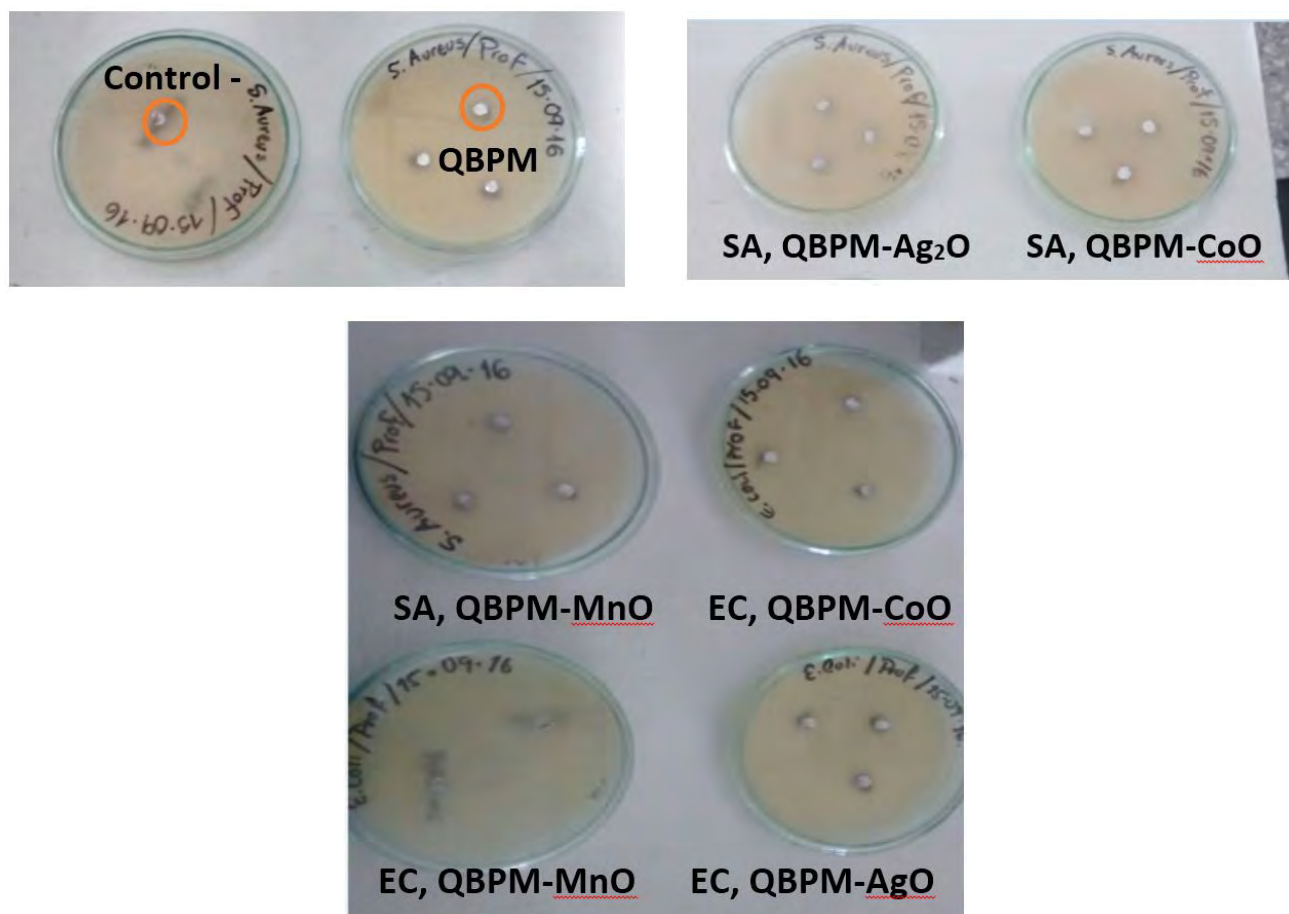


Figura 3. Pruebas microbiológicas para QBPM en EC y SA

## Conclusiones

Es necesario encontrar una concentración adecuada de los óxidos metálicos sobre la matriz del quitosano, ya que a las condiciones optimizadas la actividad bactericida no existe.

## Agradecimientos

A la Universidad Tecnológica de Pereira, Semillero QIAMMSB y al grupo GIDEMP del centro Astin, Sena por el apoyo con la utilización de la técnica de electrospinnig.

## Referencias

- Feng, Q. L., Wu, J., Chen, G. Q., Cui, F. Z., Kim, T. N., & Kim, J. O. (2000). A mechanistic study of the antibacterial effect of silver ions on *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*. *Journal of biomedical materials research*, 52(4), 662-668.
- Sudarshan, N. R., Hoover, D. G., & Knorr, D. (1992). Antibacterial action of chitosan. *Food Biotechnology*, 6(3), 257-272.
- Varma, A. J., Deshpande, S. V., & Kennedy, J. F. (2004). Metal complexation by chitosan and its derivatives: a review. *Carbohydrate Polymers*, 55(1), 77-93.

# Estudio a Tracción de un Material Compuesto Encolado Laminado elaborado a partir de Corteza de Palma de Lata (*BACTRIS GUINEENSIS*)

Daniel G. Chávez P.<sup>1</sup>  
Fausto A. García P.<sup>2</sup>  
Alberto D. Pertuz C.<sup>3</sup>  
German A. Díaz R.<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Universidad Industrial de Santander,  
Cra 27 # 9, Bucaramanga, Colombia.  
Correo: danichav89@hotmail.com

<sup>2</sup> Correo: fausto.andresgarcia@gmail.com

<sup>3</sup> Correo: apertuzc@uis.edu.co

<sup>4</sup> Correo: german.diaz1@correo.uis.edu.co

## Resumen

El presente trabajo investiga sobre los materiales de origen orgánico que se utilizan para la creación de materiales compuestos con el fin de ser usados en ingeniería. El estudio se basa en el análisis de la corteza de la palma de lata (*Bactris Guineensis*), como constituyente esencial para la elaboración de un material compuesto laminado. Para ello es necesario que se conozcan las propiedades mecánicas de este, por lo cual se le realizan pruebas de tracción. En consecuencia, se busca caracterizar mecánicamente el compuesto de palma de lata y de este modo evaluar su potencial uso como constituyente de compuestos laminados, de tal manera que estos datos brinden una base para aplicaciones en el campo de las ingenierías.

**Palabras claves:** *Materiales compuestos, palma de lata, tracción.*

## Introducción

La presente investigación se refiere al tema de los materiales compuestos hechos a partir de materiales de origen natural y tiene como objeto de estudio el análisis del comportamiento mecánico de la palma de lata (*Bactris guineensis*) para la fabricación de los mismos. Este tipo de palma se encuentra de manera silvestre en las regiones cálidas de Colombia y es reconocida por los nativos por su alto grado de dureza (Gil-González & Parada-Garzón R. G. 2008).

En este trabajo se busca analizar de manera científica, la posibilidad que puede tener la palma de lata como un material de uso para fines ingenieriles. Esto se llevará a cabo a partir de la realización de ensayos estáticos de tracción a probetas las cuales son catalogadas como un material compuesto encolado laminado fabricado con la corteza del tallo de la palma de lata como componente principal. Con base en los resultados obtenidos se pretende analizar el posible efecto que pueden tener variables como la densidad de fibras en la sección transversal del tallo.



## Parte Experimental

### A. Dimensionamiento de las probetas

En la Figura 1, se presentan las dimensiones en milímetros para la construcción de las probetas estáticas basadas en la norma ASTM D 3039/D 3039M – 07, 2008.

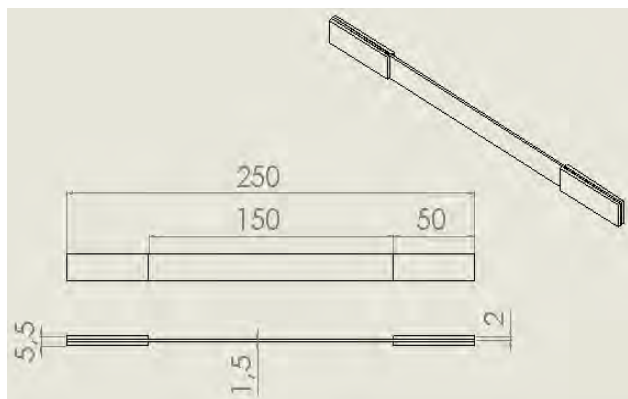


Figura 1. Dimensiones de las probetas, medidas en milímetros.

### B. Caracterización del material compuesto

#### 1) Ensayo de tracción por tipo de fibra

Se realizaron ensayos de tracción estática bajo la norma ASTM D 3039/D 3039M – 07, 2008. Se realizaron probetas teniendo en cuenta las diferentes concentraciones de fibras que componen el tallo de la palma de lata, como se muestra en la Figura 2. Dichos ensayos se realizaron en la máquina universal de ensayos MTS-bionix.

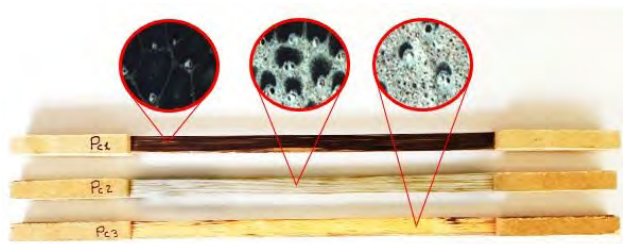


Figura 2. Probetas según tipo de fibra

#### 2) Ensayo de tracción del material compuesto

De la misma manera se llevaron a cabo pruebas de tracción estática bajo la norma ASTM D 3039/D 3039M – 07, 2008, al material compuesto laminado (Figura 3). La ejecución del ensayo se realizó en la máquina universal de ensayos MTS-bionix.



Figura 3. Probetas ensayo de tracción

## Resultados y discusiones

#### 1) Ensayo de tracción según el tipo de fibra

Se observa en la Figura 4 que para la probeta que contenía fibras únicamente de la corteza se obtuvo un esfuerzo último de resistencia a la tracción promedio de 354 [MPa]. Para las fibras blancas, las cuales corresponden a la interfaz entre la corteza y el interior del tallo, el esfuerzo último promedio sólo fue de 177 [MPa] y finalmente las fibras de la parte interna del tallo presentaron un esfuerzo último promedio de resistencia a la tracción de 51 [MPa].

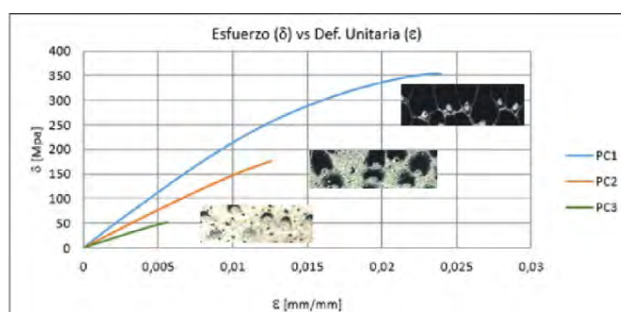


Figura 4. Resultado del ensayo de tracción según tipo de fibra

#### 2) Ensayo de tracción del material compuesto.

Los resultados de las pruebas estáticas presentaron valores los cuales sólo tienen un rango de 22 [MPa] de diferencia entre los valores de esfuerzo último de resistencia a la tracción. El valor promedio obtenido de este fue de 247 [MPa]. Como se puede observar en la Figura 5.

Comparando con otros materiales fue posible observar que el esfuerzo último de resistencia a la tracción del material elaborado con palma de lata es mucho mayor al registrado en los estudios realizados a materiales compuestos hechos con fibras naturales, siendo un 466% más resistente que el cáñamo [2], el cual era el material que mejor comportamiento presentaba. En cuanto a otras



maderas laminadas, se puede observar que el material que más se acerca a la resistencia última a la tracción de la palma de lata es el bambú (Wambua, P. *et al.*, 2003), sin embargo este alcanza, en promedio, tan sólo 120 [MPa], el cual es un valor cercano al 50% de la resistencia de la primera.

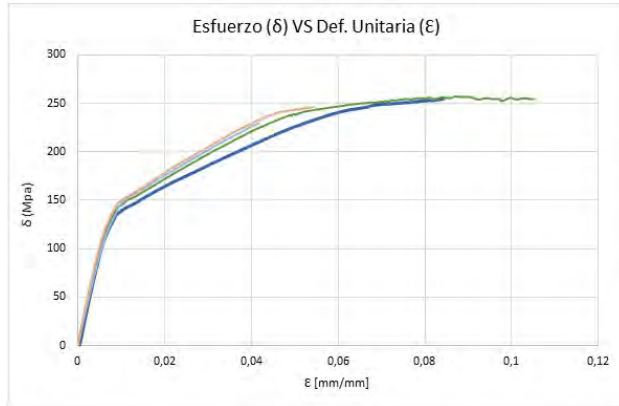


Figura 5. Resultados del ensayo de tracción estático

## Conclusiones

Con base a los resultados se puede observar que existe una relación entre el tipo de fibra del tallo y las resistencia de estas a los esfuerzos de tracción; pues se evidenció que las fibras de la corteza del tallo presentan una una mayor resistencia a la tracción; y mientras se alcanzan fibras de

una parte más interior del tallo estas propiedades se ven degradadas, obteniéndose valores menores resistencia.

A partir de los resultado obtenidos en los ensayos de tracción se puede aseverar que con una previa selección de materia prima y métodos de manufactura depurados se puede obtener un esfuerzo último de tracción de 247 [MPa] con una variabilidad de +/- 7% en las probetas. El módulo de elasticidad promedio calculado fue de 22,7 [GPa]

## Referencias

- ASTM Committee D-30 on Composite Materials. (2008). Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials. ASTM International.
- Gil-González, I. J. & Prada-Garzón, R. G. (2008). Análisis y caracterización de las propiedades físicas y mecánicas de la palma de lata. Trabajo de grado(Ingenieros Civiles). Universidad Industrial de Santander. 203.
- Wambua, P., Ivens, J., & Verpoest, I. (2003). Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics?. *composites science and technology*, 63(9), 1259-1264.



# Aplicación de residuos de cáscara de huevo como alternativa de Biorelleno en compuestos de Polipropileno

Daniela Castillo<sup>1</sup>  
Alejandro Tovar<sup>1</sup>  
Ingrid Marín<sup>1</sup>  
Maikol Vargas<sup>1</sup>  
Marcelo Guancha<sup>2</sup>  
Carolina Caicedo<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Semilleros de Investigación, Centro de Asistencia Técnica a la Industria - ASTIN, SENA. Complejo Salomia, Calle 52 N° 2 Bis - 15, Cali, Colombia.

<sup>2</sup> Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria, Astin-SENA. Grupo de investigación en Materiales y Productos-GIDEMP, Calle 52 No. 2 Bis -15 Cali, Valle - Colombia. Correo: marceloguancha@misena.edu.co.

## Resumen

En este trabajo se reporta la utilización de residuos de cáscara de huevo para obtener un material compuesto en polipropileno. La cáscara de huevo se trata utilizando calcinación y con hidróxido de sodio (NaOH), el material obtenido se caracteriza utilizando espectroscopia Raman y análisis FITR. Se realizaron ensayos preliminares de cáscara de huevo con polipropileno utilizando el proceso de extrusión e inyección. Se determinaron las propiedades mecánicas resistencia a la tracción y flexión.

**Palabras claves:** Carbonato de calcio, cáscara de huevo, polipropileno, materiales compuestos.

## Introducción

Los polímeros como el propileno se mezclan con aditivos como cargas minerales que son añadidas a la matriz de polímero para mejorar las propiedades mecánicas, estabilidad dimensional y dureza superficial. El efecto de las cargas minerales en las propiedades mecánicas depende en gran medida de la forma, distribución del tamaño de partícula, área superficial y el grado de dispersión (Lu, Lu, Li, Xu, & Li, 2015; Rungruang, Grady, & Supaphol, 2006). Dentro de las cargas minerales más utilizadas como refuerzo en termoplásticos se encuentra el carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) el cual mejora la conductividad térmica del material facilitando el mezclado durante el proceso de extrusión obteniendo un producto con mayor homogeneidad. Además, la incorporación de  $\text{CaCO}_3$  mejora las propiedades mecánicas y de barrera en materiales utilizados para producir película plástica (Pradittham, Charitngam, Puttajan, & Atong, 2014). Generalmente, el incremento de la resistencia mecánica del material se debe a las interacciones moleculares con las cadenas de polímero por el establecimiento de enlaces químicos y/o la oclusión de cadenas con la estructura macroporosa del



agregado mineral (Lu *et al.*, 2015). Sin embargo, el  $\text{CaCO}_3$  utilizado proviene de fuentes no renovables. Por lo tanto, esta investigación pretende utilizar residuos de cascará de huevo y estudiar el efecto de su adición en polipropileno sobre las propiedades fisicomecánicas del producto final.

## Metodología

**1. Materiales:** Polipropileno Copolímero Random (PP), cáscara de huevo (CH),  $\text{CaCO}_3$  comercial, NaOH (grado técnico).

**2. Modificación de la CH:** Inicialmente las cascaras de huevo se lavaron y secaron a  $90^\circ\text{C}$  durante 24 horas hasta peso constante. Posteriormente, se trituraron utilizando un molino de alto impacto. A continuación se tamizaron y se seleccionó un tamaño de taño de  $63\mu\text{m}$ . Se realizaron tratamientos con NaOH al 10% relación (1:20  $\text{CaCO}_3$ :NaOH) y por calcinación a  $400^\circ\text{C}$  y  $500^\circ\text{C}$  a 2 y 3 horas respectivamente.

La CH obtenido por los dos tratamientos se modificara con ácido isoftálico al 6% en etanol en relación 1:15, 1:20, 1:30. El producto obtenido se seca en un horno de convección forzada a  $80^\circ\text{C}$  hasta peso constante. Se realizarán ensayos de espectroscopia infrarroja (FITR) para verificar el grado de modificación.

**3. Obtención de material compuesto:** Se estudiarán diferentes niveles de adición de  $\text{CaCO}_3$  previamente obtenido en polipropileno. La mezcla de los materiales se realizará en la extrusora co-rotante de doble husillo; se analizarán las propiedades térmicas, mecánicas, morfológicas. Los compuestos de PP/CH<sub>3</sub> serán moldeados por inyección en una máquina inyectora DEMAG de 150 toneladas, modelo 1991, hidráulica y de válvulas insertables, donde se obtendrán las probetas tipo 1b "hueso" de acuerdo a la norma ISO 527-2. Se obtendrán 5 muestras considerando la incorporación del, 10%, 20% y 30% sobre PP virgen.

## Resultados y discusión

**1. Espectroscopia Raman:** Para verificar la presencia de carbonato de la muestra tratada con NaOH y las muestras calcinadas se realizó utilizando la técnica de espectrometría

Raman utilizando como fuente de excitación un láser a una longitud de onda de  $532\text{nm}$ . La gama espectral se obtuvo entre  $100$  y  $3500\text{cm}^{-1}$  (Ver figura 1). De acuerdo a lo reportado por (White, 2009) el carbonato de calcio tiene una estructura poliforme por la presencia de dos minerales aragonita y calcita los cuales se identifican en bandas de  $286$  y  $1086\text{cm}^{-1}$  para calcita y de  $704$  y  $1085\text{cm}^{-1}$  para aragonita. En este trabajo se observa la presencia de estos picos para las muestras obtenidas. Sin embargo se obtuvo una mayor intensidad (picos más pronunciados) para las muestras tratadas con NaOH y las muestras calcinadas a  $500^\circ\text{C}$  por 2 horas. Además las muestras se compararon con una muestra comercial de Carbonato de Calcio anhidro grado analítico.

Por lo tanto, para realizar los procesos de modificación con ácido isoftálico se realizarán con las muestras tratadas con NaOH y calcinadas a  $500^\circ\text{C}$  por 2 horas. Es importante resaltar que las muestras de Cascara de huevo sin tratar presentan un espectro similar al carbonato de calcio comercial. Por lo tanto, para criterios de comparación es necesario realizar la modificación de los residuos de la cáscara de huevo sin haber realizado ningún tratamiento.

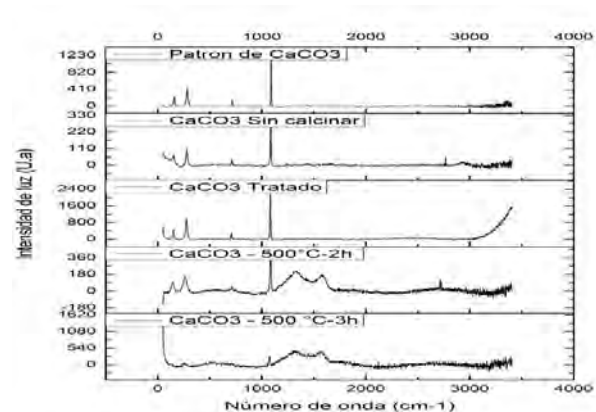


Figura 1. Resultados Espectros Raman

**2. Análisis termo gravimétrico:** En la figura 2 se muestran los resultados del análisis termogravimétrico de las muestra de CH, CH tratada con NaOH y  $\text{CaCO}_3$  comercial. Los análisis muestran mayor pérdida de peso y una menor temperatura de descomposición para la muestra CH tratada con NaOH con Comparación con el  $\text{CaCO}_3$  comercial debido a la pérdida de materia orgánica y los compuestos volátiles.

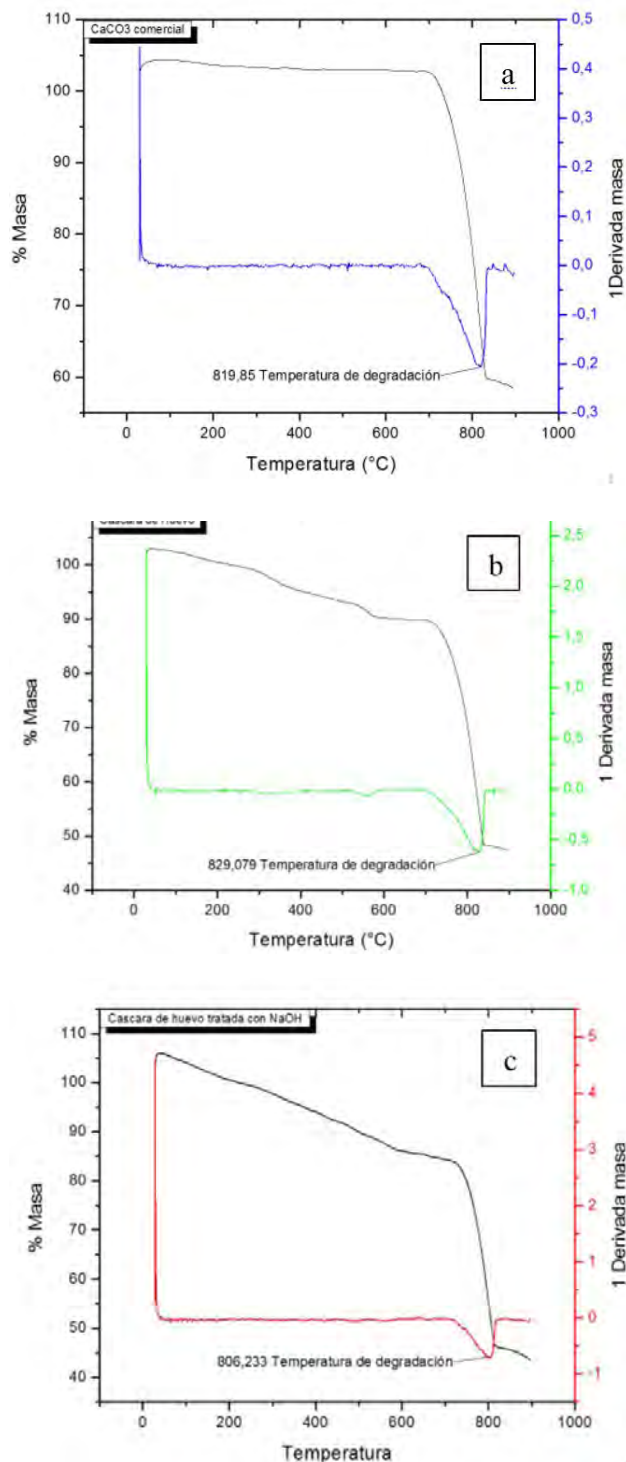


Figura 2. Análisis TGA (a)  $\text{CaCO}_3$  - Comercial (b) CH (c) CH-NaOH

## Conclusiones

Según los ensayos realizados se puede afirmar que las muestras tratadas con hidróxido de sodio y calcinadas a  $500^\circ\text{C}$  por 2 horas son las más recomendables para obtener  $\text{CaCO}_3$  a partir de los residuos de cascara de huevo.

## Agradecimientos

Los autores agradecen a los miembros del Grupo de Investigación en de Desarrollo de Materiales y Productos (GIDEMP) del Centro ASTIN – Sena, a los Laboratorios de Tecnoparque Nodo Cali y al Ingeniero Omar Ossa por facilitar los ensayos de extrusión

## Referencias

- FENAVI. (2016). Producción público Huevo en Colombia. Retrieved from [http://www.fenavi.org/index.php?option=com\\_content&view=article&id=2472&Itemid=1330](http://www.fenavi.org/index.php?option=com_content&view=article&id=2472&Itemid=1330)
- Li, Q., Ma, Z., Yue, Q., Gao, B., Li, W., & Xu, X. (2012). Synthesis, characterization and swelling behavior of superabsorbent wheat straw graft copolymers. *Bioresource Technology*, 118, 204–209.
- 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.
- 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.
- Posada, J., Herrera, J., Trujillo, R., Lopez, M., & Perez, L. (2012). Evaluación del desempeño mecánico del mármol sintético basado en materiales compuestos de poliéster - Carbonato de Calcio. *Revista Colombiana de Materiales*, 2, 1–12.
- Pradittham, A., Charitngam, N., Puttajan, S., & Atong, D. (2014). Surface modified  $\text{CaCO}_3$  by palmitic acid as nucleating agents for polypropylene film: mechanical, thermal and physical properties. *Energy Procedia*, 56, 264–273.
- Rungruang, P., Grady, B. P., & Supaphol, P. (2006). Surface-modified calcium carbonate particles by admicellar polymerization to be used as



filler for isotactic polypropylene. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 275(1), 114-125.

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.

# Desarrollo de Agentes Coagulantes/ Floculantes Naturales a partir de almidones modificados

Diana Isabel León Castiblanco<sup>1</sup>  
Sandra María Piedrahita Aristizabal<sup>2</sup>  
Merly Alexandra Rivera Pillimue<sup>2</sup>  
Natalia González Mosquera<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria, Astin-SENA. Grupo de investigación en Materiales y Productos-GIDEMP, Calle 52 No. 2 Bis -15 Cali, Valle - Colombia.

<sup>2</sup> Semilleros de Investigación, Centro de Asistencia Técnica a la Industria - ASTIN, SENA. Complejo Salomia, Calle 52 N° 2 Bis - 15, Cali, Colombia. e-mail: dianaleon@misena.edu.co

## Resumen

Este proyecto investigativo está basado en los procedimientos necesarios para modificar catiónicamente almidones nativos de papa, yuca, plátano y maíz mediante la sal de amonio cuaternaria EPTAC, para su posible uso como coagulante/floculante de aguas crudas y residuales. Los almidones son grado comercial excepto el de plátano, que fue aislado por método húmedo. Asimismo, se realizaron determinaciones fisicoquímicas de los almidones nativos para evaluar sus propiedades y características y lograr su modificación, teniendo en cuenta variables como temperatura, tiempo y concentración.

**Palabras claves:** Almidones, Modificación, Cationización, Floculación, Coagulación.

## Introducción

El almidón es el más abundante polisacárido de reserva vegetal. Está compuesto por moléculas de amilosa y amilopectina (Aristizábal, & Sánchez, 2007); éste contiene una determinada cantidad de grupos hidroxilo, los cuales interactúan con el medio acuoso, y es por medio de estos grupos activos que es posible la cationización del almidón como se muestra en la fig.1. Esta cationización consiste en sustituir los grupos hidroxilo de las unidades glicosil por grupos funcionales de la sal de amonio cuaternaria EPTAC (Tara, Berzin, Tighzert, & Vergnes, 2004).

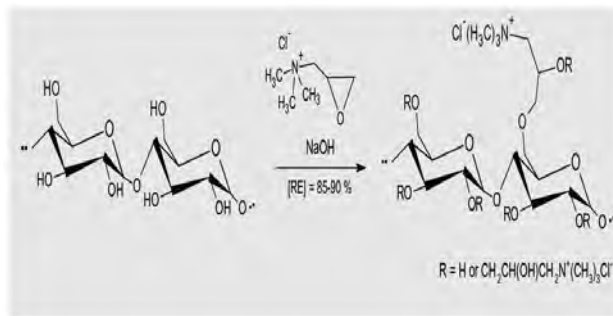


Figura 1. Esquema de reacción de cationización del almidón





## Parte Experimental

Los almidones nativos de plátano obtenidos y los comerciales de papa, yuca y maíz, fueron caracterizados respecto al contenido de materia seca, ceniza, fibra bruta, azúcares reductores, proteína y humedad y sus propiedades funcionales como temperatura de gelatinización e índice de absorción (Aristizábal & Sánchez, 2007). Se realizó la modificación del almidón con la sal amino cuaternaria EPTAC, utilizando como catalizador NaOH y temperaturas por debajo del punto de gelatinización. Se realizaron pruebas RAMAN a los almidones obtenidos luego del proceso de modificación para revisar posibles cambios en la estructura de la molécula.

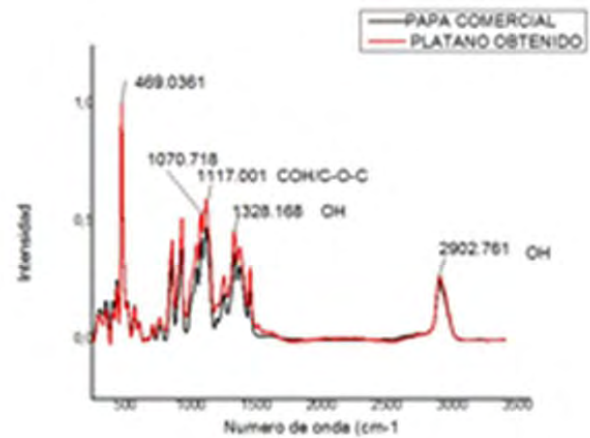
## Resultados y discusiones

Inicialmente se realizó la extracción del almidón de plátano por vía seca y vía húmeda y se efectuó su caracterización fisicoquímica al igual que a los almidones de papa, yuca y maíz. Así, se evidenció que el almidón de plátano, obtenido por el método húmedo, presenta características apropiadas para su modificación como se ve en la tabla 1, donde en la determinación de azúcares reductores fue negativo. La presencia de azúcares reductores en almidones indica un proceso de extracción poco eficiente. Además, fue necesario utilizar la espectroscopia RAMAN para comprobar los anteriores análisis. Como se muestra en la fig. 2, las longitudes de ondas pertenecientes al almidón de plátano corresponden a las del almidón comercial de papa, tales como los enlaces: O-H: (2902,761  $\text{cm}^{-1}$ ), C-O-C: (1117,001  $\text{cm}^{-1}$ ), propios de la molécula de almidón. Es importante conocer los resultados de estas las caracterizaciones fisicoquímicas para poder realizar una posterior comparación con los almidones modificados con EPTAC (Larkin, 2011).

**Tabla 1.** Resultados de las determinaciones realizadas a los almidones nativos.

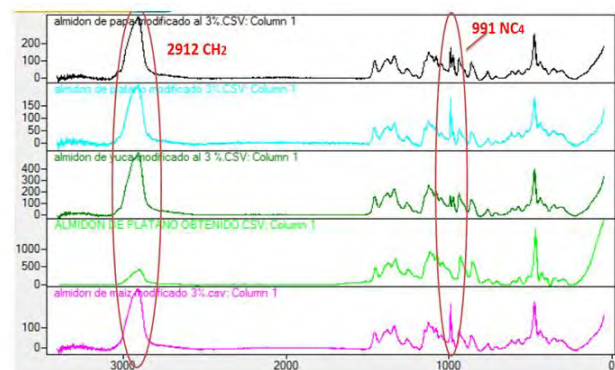
Tipo	Plátano	Papa	Yuca	Maíz
% Proteína	1,38	1,66	1,23	1,26
Azúcares reductores	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
T° gelatinización	70	59	62	65
% Cenizas	0,02	0,2	0,06	0,0098
Índice de absorción de agua	1,98	1,91	1,72	1,66
% humedad	10,51	16,5	10,8	12,0

Fuente: Autores



**Figura 2.** Comparación de espectros Raman de almidón de papa comercial y plátano extraído. Fuente: Autores

La modificación de los almidones nativos tratados con el agente modificador EPTAC se logró, esto se ve evidenciado con la espectroscopia Raman aplicada a los almidones modificados con EPTAC al 3%, como se presenta en la fig. 3. Los almidones exhibieron cambios en las longitudes de onda correspondientes a los enlaces del grupo amino cuaternario  $\text{N}(\text{CH}_3)_4$ : (991  $\text{cm}^{-1}$ ), característico de agente modificador EPTAC (Larkin, 2011).



**Figura 3** Espectros Almidones nativos tratados con EPTAC y espectro de EPTAC. Fuente: Autores

## Conclusiones

De acuerdo a lo anteriormente planteado, se determinó que el método húmedo a partir del fruto, es un proceso de extracción de almidón eficiente comparado con el método seco mediante los análisis de azúcares reductores, espectroscopia Raman, y demás análisis fisicoquímicos. Respecto a la modificación en los almidones evidenciada en la espectroscopia Raman, se continuará con la caracterización de los almidones modificados, y se harán modificaciones en el proceso hasta lograr un alto grado de sustitución.



## Agradecimientos

Los autores agradecen a los aprendices de la ficha 923635 del programa de Química Aplicada a la Industria del centro ASTIN, a Tecnoparque Nodo Valle, Ingredion Colombia S.A, Grupo GIDEMP y al Sena – Centro Astin.

## Referencias

Aristizábal, J., Sánchez, T., & Mejía-Lorío, D. J. (2007). *Guía técnica para producción y análisis de almidón de yuca*. Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación.

Larkin, P. (2011). *Infrared and Raman spectroscopy; principles and spectral interpretation*. Elsevier. 135-177.

Sánchez, T., Marín, J. A., Dufour, D. L., Morante, N., & Ceballos, H. (2008). *Caracterización fisicoquímica del primer almidón natural de yuca ceroso (libre de amilosa) descubierto en CIAT*.

Tara, A., Berzin, F., Tighzert, L., & Vergnes, B. (2004). Preparation of cationic wheat starch by twin-screw reactive extrusion. *Journal of applied polymer science*, 93(1), 201-208.

# Evaluación del uso de PET reciclado como componente de mezclas poliméricas para producción de perfiles plásticos

Nadja Marcela Gómez<sup>1,2</sup>  
Gildardo Gutiérrez<sup>1,2</sup>  
Fernando Luna Vera<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Layco S.A.S, Diagonal 21 No TV-30-91, Cali, Colombia. produccion@laycolimitada.com

<sup>2</sup> Grupo de Investigación en Desarrollo Tecnológico e Innovación Industrial, Balabs S.A.S, Cr 66B No 9-97, Cali, Colombia, director@balabs.co

<sup>3</sup> Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria, Astin-SENA. Grupo de investigación en Materiales y Productos-GIDEMP, Calle 52 No. 2 Bis -15 Cali, Valle -Colombia. e-mail: fluna29@misena.edu.co

## Resumen:

La mezcla de polímeros provenientes de empaques post-industriales mediante aglutinado-extrusión y su conformación en forma de perfiles es una alternativa eficiente para el reciclaje de materiales plásticos. En este trabajo se estudió la incorporación de Polietilentereftalato (PET) no-transparente post-consumo a mezclas de polietileno y polipropileno reciclado y su efecto en las propiedades mecánicas de flexión de perfiles extruidos. Se estudió el efecto de dos tamaños de partícula (Escamas irregulares de ~5-12 mm y polvo de ~ 0,2- 2 mm) y la concentración en peso (40 y 60%) en la mezcla. Los resultados muestran que la adición de PET particulado a 40 y 60 % no tiene una incidencia significativa ni el esfuerzo máximo ni el esfuerzo a la fluencia, en comparación con mezclas que no contenían PET. Por el contrario, el uso de PET en escamas mostró que esfuerzos máximos y a la fluencia disminuyen a concentración de 40% y resultan 10,7 % mayores en resistencia máxima en comparación con mezclas sin PET. Estos resultados implican que, aunque el PET no es compatible con polietilenos y polipropilenos, su inclusión en polvo a mezclas para perfiles no influencia significativamente el comportamiento mecánico a la flexión, cuando es usado en concentraciones de 40% p/p.

**Palabras claves:** Madera plástica, PETr, residuos Post Industriales

## Introducción

La industria del reciclaje de materiales plásticos posee diversas formas y procesos para dar valor a excedentes y desechos industriales y de consumo. La mayor generación de valor proviene de la efectiva separación y

acondicionamiento de materiales plásticos en sus diversas clases tales como polietilenos (PE), Polipropileno, (PP), Poliestireno, (PS) y Policloruro de vinilo, (PVC), con el objeto de producir resinas recicladas de alta pureza que pueden ser conformadas en productos semejantes a aquellos de los que originalmente provienen (Salleh, S. *et al.*, 2013). En otra aproximación la separación efectiva de materiales reciclados es obviada y se producen en cambio mezclas de polímeros en forma de aglutinados, los cuales pueden usarse para conformar por medio de extrusión e inyección productos cuyos usos no son restrictivos a materiales puros. Uno de estos productos que ha tenido un gran auge en los últimos años es la llamada “madera plástica”, la cual consiste en perfiles plásticos a partir de los cuales se pueden ensamblar una gran variedad de productos clásicamente producidos con listones de madera, tales como mobiliario exterior, cercas y cerramientos, estibas para operaciones logísticas, entre otros. Debido a la variabilidad de los precios de los materiales reciclados, los cuales tienen a escasear debido a su actual alta demanda es necesario para la industria de extrusión de perfiles plásticos reciclados, explorar nuevos materiales que puedan ser incluidos en las mezclas clásicamente usadas para su fabricación, sin que se altere en gran medida las condiciones de proceso actualmente utilizadas. Una alternativa de material que potencialmente puede ser usado es el PETr no-transparente o coloreado (Dimitrova, T.L., 2000), el cual tiene baja demanda dentro de los procesos de reciclaje de materiales puros debido al difícil tratamiento para la eliminación de su color, hecho que lo hace competitivo en cuanto que costo por kg es bajo. En el presente trabajo se estudió el efecto de la inclusión de PETr no-transparente en la formulación de mezclas de polímeros usados para fabricar perfiles de madera plástica en la fabricación de estibas.

## Parte Experimental

Para la obtención de mezclas de polímeros se usaron etiquetas y empaques post-industriales de productos de consumo masivo consistentes primordialmente de polietilenos y polipropilenos suministrados en forma de aglutinados por parte de un proveedor local. En el caso de PETr en escamas (tamaño 5-12 mm) dicho aglutinado fue mezclado manualmente en proporciones de 40 y 60% en peso con el PETr. Para el caso del PETr en polvo (tamaño 5-0,2 mm) fue mezclado en las mismas proporciones directamente en la aglutinadora junto con los demás materiales. En todos los casos el PETr fue dejado a temperatura ambiente (aproximadamente 27 °C) durante dos días para eliminar humedad superficial. Las mezclas de

polímeros fueron extruidas luego en extrusora monohusillo usando perfiles de temperatura entre 170 y 250 °C) para producir perfiles mediante intrusión en moldes metálicos enfriados por inmersión en agua. Los perfiles obtenidos fueron luego cortados en su dirección axial para obtener al menos 6 probetas para flexión según norma ASTM D638 de cada tipo de mezcla. Las probetas fueron ensayadas a la flexión en una máquina para ensayos mecánicos (Instron). Los resultados reportados corresponden al promedio de 6 mediciones por perfil.

## Resultados y discusiones

Se evaluó el efecto en las propiedades mecánicas de flexión de perfiles plásticos en cuya formulación fue incluido PETr no-transparente en dos tamaños de partícula y proporciones p/p diferentes.

La Figura 1 muestra los resultados del esfuerzo a la fluencia de las diferentes mezclas. Se puede observar que para el caso del PETr pulverizado al 40% no hay diferencias significativas en comparación con el caso de 0% PETr ( $25,0 \pm 10,2$  MPa y  $23,0 \pm 4,7$  MPa respectivamente). Sin embargo, al 60% se observa una ligera disminución en el esfuerzo a la fluencia ( $18 \pm 3,79$  MPa). El caso de PETr en escamas presentó un comportamiento inverso en el que al 40% se dieron esfuerzos menores ( $16,0 \pm 1,2$  MPa) a los del 60% ( $28 \pm 1,8$  MPa). Estos resultados implican que la inclusión de PETr en escamas al 40% y de pulverizado al 60% disminuyen la capacidad del perfil para sufrir deformaciones elásticas de modo que a dichas condiciones los perfiles sufrirán deformaciones permanentes con menores cargas. Sin embargo, también se observa que la inclusión de PETr pulverizado al 40% y en escamas al 60% no produce cambios significativos en el comportamiento elástico de perfiles.

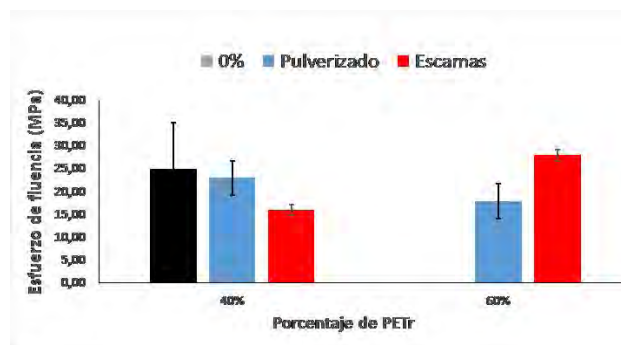
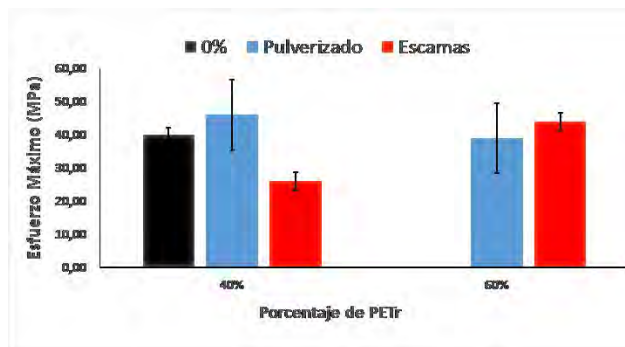


Figura 1. Esfuerzo a la fluencia para perfiles fabricados con diferentes mezclas de PETr.



En cuanto al esfuerzo máximo a la flexión, Figura 2, se observa que el PETr en escamas al 40 % disminuye el esfuerzo máximo que el perfil resiste antes de la rotura comparado con el caso donde no se usó PETr ( $26,0 \pm 1$  MPa y  $40,0 \pm 2,0$  MPa respectivamente), en cambio al 60% no hubo cambios significativos ( $44,0 \pm 2,7$  MPa). Para el caso de PETr pulverizado, teniendo en cuenta las grandes variaciones obtenidas no hubo cambios significativos con respecto a 0% PETr, ni para 40 ni 60% ( $46 \pm 10,6$  MPa y  $39 \pm 11,39$  MPa). Esto implica que la adición de PETr en escamas no altera considerablemente el esfuerzo máximo a la flexión antes de rotura que el perfil puede soportar. Estos resultados en general pueden ser explicados al considerar que el material particulado sufre un mejor mezclado con el material aglutinado convencional que el caso donde se usa en escamas. A 60% de PETr en escamas pareciera existir una inversión de fase donde la capacidad elástica del perfil es determinada por el PET quien en general posee mayor rigidez que PP y PE, provenientes de las etiquetas y películas usadas.



**Figura 2.** Esfuerzo máximo de flexión para perfiles fabricados con diferentes mezclas de PETr.

## Conclusiones

La inclusión de PETr en mezclas de polímeros para fabricación de perfiles de madera plástica en el rango de 40 y 60% no representa una mejoría a las propiedades mecánicas de flexión del material. Sin embargo, en general la inclusión del PETr pulverizado al 40% tampoco representa pérdidas considerables del comportamiento mecánico. Esto implica que es posible incluir PETr hasta el 40% en formulaciones para extrusión de madera plástica.

## Agradecimientos

Tecnoparque Nodo Cali, del SENA por brindar el uso de instrumentación para la realización de pruebas mecánicas.

## Referencias

- Salleh, M. N., Ahmad, S., Ab Ghani, M. H., & Chen, R. S. (2013, November). *Effect of compatibilizer on impact and morphological analysis of recycled HDPE/PET blends*. In THE 2013 UKM FST POSTGRADUATE COLLOQUIUM: Proceedings of the Universiti Kebangsaan Malaysia, Faculty of Science and Technology 2013 Postgraduate Colloquium (Vol. 1571, No. 1, pp. 70-74). AIP Publishing.
- Dimitrova, T. L., La Mantia, F. P., Pilati, F., Toselli, M., Valenza, A., & Visco, A. (2000). On the compatibilization of PET/HDPE blends through a new class of copolyesters. *Polymer*, 41(13), 4817-4824.

# Obtención de Materiales Compuestos a partir de fibras de Bagazo y Quitosano

Lizeth Borrero<sup>3</sup>  
Sebastian García<sup>3</sup>  
Paola Acosta<sup>2</sup>  
Jaime Gálvez<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria, Astin-SENA. Grupo de investigación en Materiales y Productos-GIDEMP, Calle 52 No. 2 Bis -15 Cali, Valle – Colombia. Correo: jagalvez39@misena.edu.co

<sup>2</sup> Tecnoparque Nodo Cali, Calle 5 # 11-68, Cali, Colombia

<sup>3</sup> Semilleros de Investigación, Centro de Asistencia Técnica a la Industria - ASTIN, SENA. Complejo Salomia, Calle 52 N° 2 Bis - 15, Cali, Colombia.

## Resumen

Los materiales biocompuestos son una solución a la problemática generada por los plásticos derivados del petróleo, estos se pueden obtener mezclando quitosano con fibras naturales de bagazo de caña las cuales deben de ser sometidas a un proceso de funcionalización con anhídrido maléico, este proceso se realizó bajo irradiación de microondas y en condiciones libres de disolvente, lo cual es un aspecto positivo tanto económico como ecológico ya que se disminuye la cantidad de reactivos a utilizar y los residuos generados. A partir de una matriz polimérica como quitosano y fibra de bagazo funcionalizada y no funcionalizada se obtuvieron diferentes películas que mostraron una ganancia en hidrofobicidad respecto al quitosano debido a la presencia de la fibra; y por otro lado, se observó una disminución en la temperatura de degradación indicando la generación de un material con mayor potencial de degradación.

**Palabras claves:** *Funcionalización, Quitosano, Bagazo, Bagazo funcionalizado, Biocompuesto*

## Introducción

Los biocompuestos corresponden a una clase de materiales biodegradables producidos a partir de una matriz polimérica compostable y reforzada con fibras naturales, que resultan ser ligeros, no tóxicos y de resistencia relativa.

Por su parte, las fibras naturales de tipo lignocelulósico han mostrado ser sustitutos eficientes de fibras sintéticas o artificiales debido a su fácil y económica manufactura, son un material liviano, ambientalmente amigable, inofensivo para la salud, con alta rigidez y resistencia específica; pero presentan problemas como material de refuerzo en una matriz polimérica debido a su relativa hidrofiliidad, poca adhesión fibra-matriz que genera fragilidad y pobre estabilidad térmica; por lo tanto se ha optado por la modificación o funcionalización superficial de las fibras para mejorar dichas propiedades (Hudson, R. *et al.*, 2015).



De éste modo, en el presente trabajo se planteó la obtención de materiales compuestos biodegradables a partir de quitosano y fibra de bagazo de caña funcionalizada, mediante la funcionalización de la fibra de bagazo de caña a través de un proceso mediado por radiación microondas. Finalmente se establecieron las condiciones más favorables para la generación de materiales compuestos entre el biopolímero quitosano y fibra de bagazo mediante la aplicación de procesos de mezclado en solución. Los materiales se caracterizaron a través de la determinación y análisis de sus propiedades térmicas y espectroscópicas.

## Parte Experimental

*Preparación solución de quitosano.* Se preparó una solución de quitosano 3,5% en una solución de ácido acético ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) al 1%, la mezcla se debe de agitar 200 rpm y 50 °C hasta obtener una mezcla homogénea.

*Funcionalización de fibra de bagazo de caña.* La fibra pretratada se funcionalizó con anhídrido maléico (1:0.5; 1:1; 1:1.5; 1:2) en un reactor microondas a 80 °C durante 5 min, con una potencia de 300W. Posteriormente, la fibra se lavó con agua-etanol y se caracterizó mediante análisis de TGA, DSC e IR.

*Preparación de películas a partir de quitosano y fibra.* Inicialmente, se realizaron mezclas de quitosano-fibra natural al 20 y al 40%, las mezclas se agitaron a 70 °C durante un hora. Posteriormente, se adicionó glicerol al 1% de la mezcla y se agitó por 30 min. Finalmente, se adicionaron 12 mL de la mezcla de material compuesto en una caja Petri de 9 mm y se puso a secar durante 24 h a 30 °C. Las películas se caracterizaron por espectroscopía IR y análisis TGA.

## Análisis de resultados

La fibra funcionalizada fue caracterizada usando espectroscopía de IR donde se pudo observar la aparición de una banda alrededor de los 1725  $\text{cm}^{-1}$  que corresponde a la vibración de tensión del carbonilo ( $\text{C}=\text{O}$ ) Figura 1 (Vaidya, A. A. *et al.*, 2016).

Para las películas obtenidas, la espectroscopía IR mostró que alrededor de los 3400  $\text{cm}^{-1}$  aparecen las bandas de vibración de tensión del enlace O-H y a 2900  $\text{cm}^{-1}$  se encuentra la vibración de tensión del enlace C-H. Figura 2.

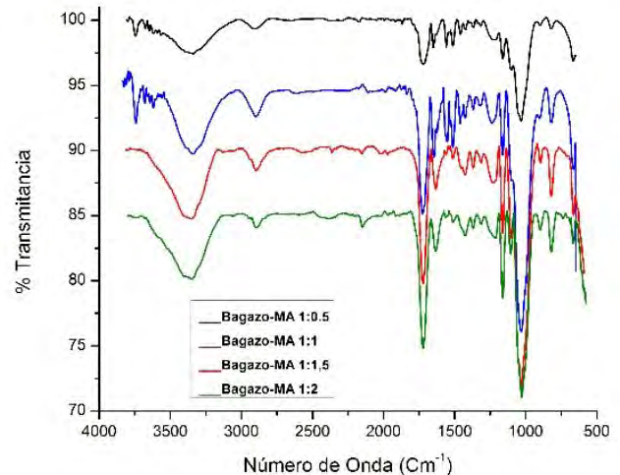


Figura 1. Espectros IR de los bagazos funcionalizados.

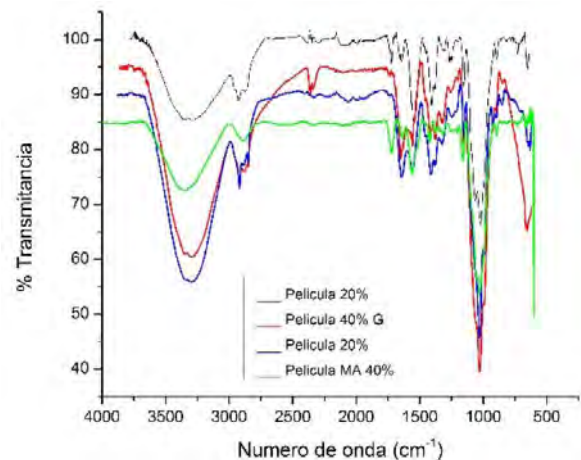
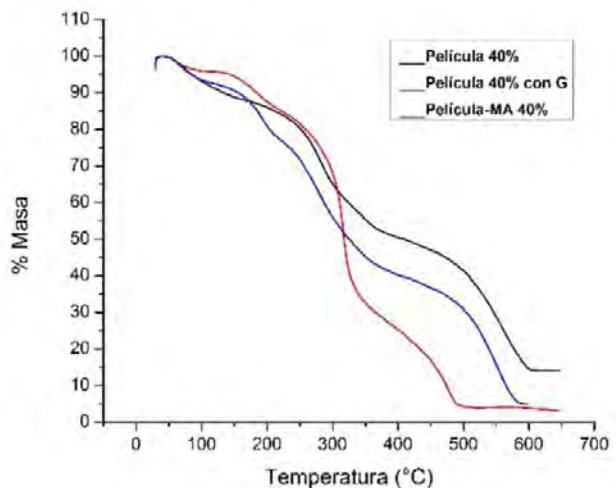


Figura 2. Espectros IR de películas obtenidas.

A 1598  $\text{cm}^{-1}$  se observa la banda correspondiente al enlace C-N-H, a 1316  $\text{cm}^{-1}$  aparece la banda correspondiente del enlace C-N del grupo amida y a 1154  $\text{cm}^{-1}$  la vibración de tensión asimétrica del puente C-O-C.

Los estudios termogravimétricos (Figura 3) de las películas de material compuesto, indican que tienen un pequeño porcentaje de agua; dicho porcentaje va disminuyendo cuando se prepara ya sea con un plastificante como glicerol (7,49%) o con la fibra funcionalizada (9,23%) respecto a las películas de fibra no funcionalizada y quitosano (12,28%), por lo anterior se encuentra que utilizando el plastificante y la fibra funcionalizada disminuye la absorción de agua ya que hay una mejor interacción entre los componentes del material compuesto. Por otro lado, la temperatura de degradación de las películas de fibra sin funcionalizar y sin platificante (355,3 °C) es mayor que la encontrada para las películas con plastificante (278,8 °C) y con fibra funcionalizada (309,9 °C) figura 3 (Fernandez, J. G.; Ingber, D. E. (2014).





**Figura 3.** Comparación de los Análisis termogravimétrico (TGA) de las películas con fibra funcionalizada y sin funcionalizar.

## Conclusiones

La fibra de bagazo funcionalizada aumenta su hidrofobicidad y disminuye la temperatura de degradación de las películas de material compuesto.

## Agradecimientos

Los autores agradecen al CDT ASTIN SENA, a Tecnoparque Nodo Cali y a la Universidad del Valle.

## Referencias

- Hudson, R., Glaisher, S., Bishop, A., & Katz, J. L. (2015). From lobster shells to plastic objects: a bioplastics activity. *Journal of Chemical Education*, 92(11), 1882-1885.
- Fernandez, J. G., & Ingber, D. E. (2014). Manufacturing of Large-Scale Functional Objects Using Biodegradable Chitosan Bioplastic. *Macromolecular Materials and Engineering*, 299(8), 932-938.
- Muthuraj, R., Misra, M., & Mohanty, A. K. (2015). Injection molded sustainable biocomposites from poly (butylene succinate) bioplastic and perennial grass. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 3(11), 2767-2776.
- Vaidya, A. A., Gaugler, M., & Smith, D. A. (2016). Green route to modification of wood waste, cellulose and hemicellulose using reactive extrusion. *Carbohydrate polymers*, 136, 1238-1250.

# Evaluación de dos Sustratos Agroindustriales para Fermentación sumergida en la producción de PHA'S

Ana Carolina Lemos Delgado <sup>1,2,3</sup>  
Lazmy Alexandra Arboleda Correa<sup>2</sup>  
Amber Yuliana Guerra <sup>3</sup>

<sup>1</sup> Tecnoacademia Cali, Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria, Astin-SENA. Grupo de investigación en Materiales y Productos-GIDEMP, Calle 52 No. 2 Bis -15 Cali, Valle – Colombia. aclemos3@misena.edu.co

<sup>2</sup> Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria ASTIN, Calle 52 # 2bis-15, Cali, Colombia.

## Resumen

El uso de sustratos económicos y de fácil adquisición tales como los residuos agroindustriales podrían abrir una oportunidad para disminuir los costos de producción a nivel industrial de los biopolímeros de tipo Polihidroxialcanoatos (PHA's). El objetivo de este trabajo es contribuir a la búsqueda de sustratos alternativos que permitan la producción de PHA's a escala industrial bajo un menor costo, para ello se realizaron pruebas de crecimiento bacteriano con la bacteria *Ralstonia eutropha* sobre los hidrolizados de cascara de naranja y bagazo de caña. Los resultados obtenidos permitieron determinar que para ambos sustratos la bacteria presentó crecimiento y acumulación del biopolímero de tipo PHA.

**Palabras claves:** *Polihidroxialcanoatos, biopolímeros, residuos agroindustriales.*

## Introducción

A nivel mundial, los plásticos de origen petroquímico son ampliamente utilizados debido a su fácil moldeamiento y alta resistencia química, sin embargo se han convertido en un grave problema ambiental debido a que por su alto peso y su conformación molecular, son materiales recalcitrantes dado que no se descomponen por acción del medio ambiente y presentan resistencia a la acción degradadora de los microorganismos en los ecosistemas, permaneciendo así durante largos periodos de tiempo (Castillo Franco, D. A. 2008).

Si bien, en la actualidad los Polihidroxialcanoatos (PHA's) ha sido reconocidos como candidatos para diezmar y reemplazar los plásticos petroquímicos, aún tienen como limitación para su producción a gran escala su alto precio en comparación con los plásticos convencionales por ello es necesario buscar una alternativa amigable con el medio ambiente y económicamente justificable para producirlos.

El uso de sustratos económicos y de fácil adquisición tales como los residuos agroindustriales podrían abrir una oportunidad para disminuir los costos de producción a nivel industrial de los biopolímeros de tipo Polihidroxicanoatos (PHA's) teniendo en cuenta que Colombia es un país agrícola cuya estimación en producción de residuos agrícolas y derivados es de 71.943.813 toneladas por año (UPME, s.f.), el uso de estos desechos biodegradables procedentes de las actividades agrícolas y/o industriales se podría considerar como una posible solución para la obtención de PHA's que además de tener un bajo costo puesto que la principal materia prima se obtiene de residuos.

## Parte Experimental

### Etapa de Selección del sustrato

A partir de la búsqueda bibliográfica realizada sobre la producción de residuos agroindustriales en el departamento del Valle del Cauca, se seleccionaron los dos residuos a trabajar.

### Etapa de pre-tratamiento al sustrato

A los residuos seleccionados se les realizó un pre-tratamiento para garantizar que la bacteria pueda acceder a los azúcares fermentables del sustrato; para ello se realizó esterilización, secado, molienda e hidrólisis ácida con  $H_2SO_4$  al 2%.

### Activación de la Cepa bacteriana

La bacteria *Ralstonia eutropha* ATCC17697 adquirida por el laboratorio de Biotecnología de la Tecnoacademia Cali, fue suspendida y activada en caldo nutritivo durante 24 horas a 30° C y agitación constante; seguidamente fue sembrada en Agar nutritivo.

### Etapa de evaluación de crecimiento bacteriano

En esta etapa se evaluó el crecimiento bacteriano en placa, donde se determinó si los sustratos cascara de naranja y bagazo de caña permitían el crecimiento y adaptación de la *Ralstonia eutropha* para su posterior producción de PHA's.

## Resultados y discusiones

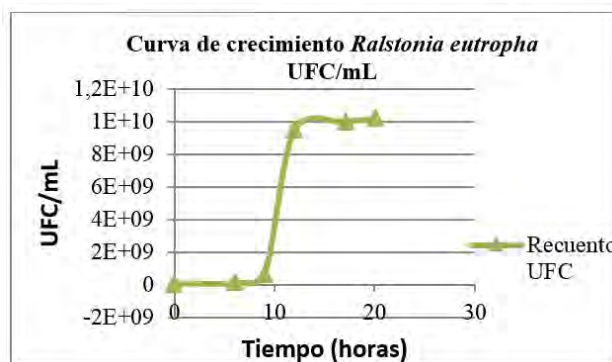
El crecimiento bacteriano para la producción de

PHA's se ve altamente influenciado en el proceso de activación y crecimiento de la bacteria, así como las condiciones nutricionales a las que son sometidas, por ello para disminuir el impacto de crecimiento, se realizó curva de crecimiento tal como muestra la tabla 1, para garantizar que al inocular los sustratos a evaluar con la bacteria esta se encontraba en óptimas condiciones poblacionales entre las  $9,5 \times 10^9 - 1,02 \times 10^{10}$  UFC/mL.

**Tabla 1.** Datos de crecimiento bacteriano en medio cultivo Caldo nutritivo de *Ralstonia eutropha*

Tiempo	Horas	Dilución	UFC/mL
0	0	$10^{-5}$	$8,5 \times 10^7$
1	6	$10^{-6}$	$1,11 \times 10^8$
2	9	$10^{-7}$	$7,13 \times 10^8$
3	17	$10^{-7}$	$9,5 \times 10^9$
4	17	$10^{-7}$	$1,0 \times 10^{10}$
5	20	$10^{-7}$	$1,02 \times 10^{10}$

En la figura 2, se registra la curva de crecimiento de la bacteria *Ralstonia eutropha* como control de la experimentación. En esta curva, se observa claramente las tres fases: adaptación, exponencial y estacionaria.



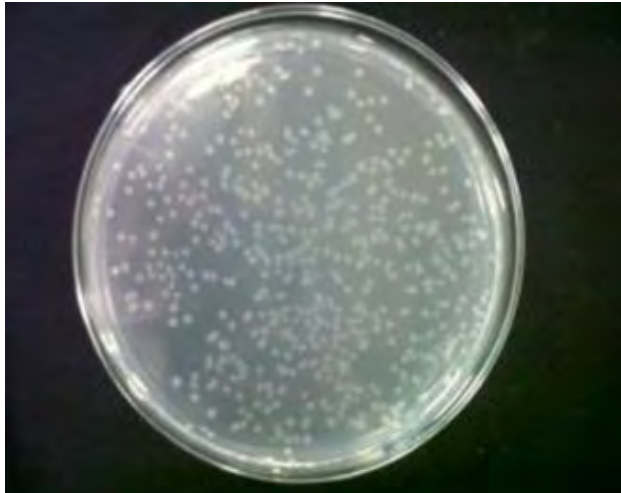
**Figura 2.** Curva de crecimiento *Ralstonia eutropha*

Conocer el tiempo de crecimiento de la bacteria, es importante para lograr la activación de la cepa y su máximo tiempo en la producción del biopolímero, ya que se han reportado tiempos de producción de hasta 72 horas; en el caso de *Ralstonia eutropha* la acumulación de PHA se lleva a cabo en fase exponencial de crecimiento.

En la evaluación del crecimiento bacteriano sobre los hidrolizados de los sustratos de cascara de naranja y bagazo de caña (Figura 3 y 4), se presentó crecimiento positivo bajo observación directa en presencia de turbidez y crecimiento en placa.



**Figura 3.** Evaluación de los hidrolizados de los sustratos cascara de naranja y bagazo de caña en la producción de PHA's



**Figura 4.** Evaluación del crecimiento en placa hidrolizado de cascara de naranja.

## Conclusiones

Los resultados parciales obtenidos, permiten determinar que los sustratos de bagazo de caña y cascara de naranja son promisorios para el crecimiento bacteriano y su posible aplicación en la obtención de biopolímeros PHA's.

## Agradecimientos

- Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria ASTIN
- Tecnoacademia Cali, Laboratorio de Biotecnología y Nanotecnología

## Referencias

- Castillo Franco, D. A. (2008). *Efecto del gen fadH1 en la producción de pha contenido monómeros insaturados por pseudomonas putida* (Bachelor's thesis).
- UPME. (s.f.). *Unidad de Planeación Minero Energética*. Consultado el 08 de 11 de 2016, de [www.upme.gov.co: http://www.upme.gov.co/sites/default/files/article/1768/files/Atlas%20de%20Biomasa%20Residual%20Colombia\\_\\_.pdf](http://www.upme.gov.co/sites/default/files/article/1768/files/Atlas%20de%20Biomasa%20Residual%20Colombia__.pdf) 14

# Obtención de un compuesto polimérico a partir de polipropileno reforzado con fibras del bagazo de la caña de azúcar

Edward Martínez Culchac<sup>1</sup>  
Juan Sebastián Mosquera<sup>1</sup>  
Karen Sofía Ospina<sup>1</sup>  
Angee Catalina Castro<sup>1</sup>  
Édgar Rivera Tafurt<sup>1</sup>  
Juan Manuel González<sup>2</sup>

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

<sup>2</sup> Tecnoparque Nodo Cali, Línea de biotecnología y nanotecnología.

## Resumen

Utilizando moldeo por inyección se elaboraron probetas de polipropileno (PP) y mezclas con 20% y 30% de bagazo de caña. Se determinó la granulometría del bagazo, la densidad de materias primas y materiales extruidos. 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

Este proyecto se lleva a cabo con el propósito de dar una solución a la problemática generada por la contaminación de plásticos y obtener un material polimérico biodegradable, utilizando el bagazo de la caña de azúcar como refuerzo de un compuesto polimérico, con el fin de darle uso a este residuo de la elaboración de azúcar, el cual es utilizado como combustible para las calderas causando más contaminación.

Diferentes investigaciones han podido demostrar que se puede obtener un compuesto formado por polipropileno con la adición de hasta un 30% de material lignocelulósico proveniente de una actividad agroindustrial, de tal forma que permita obtener materiales con propiedades mecánicas de resistencia a la tensión y con una densidad aparente baja, lo que le permite ser utilizada en una amplia variedad de aplicaciones (Cevallos García, 2008; Brown, A., et al., 2006; Salvador, M.D., et al., 2008).



La utilización de desechos de la actividad agroindustrial de la caña de azúcar, permite elaborar materiales compuestos con propiedades adecuadas a las aplicaciones requeridas en la industria del embalaje. De igual forma, el material adquiere características de ser potencialmente biodegradable, y se da un uso más adecuado a los materiales considerados como residuos.

### Detalles experimentales

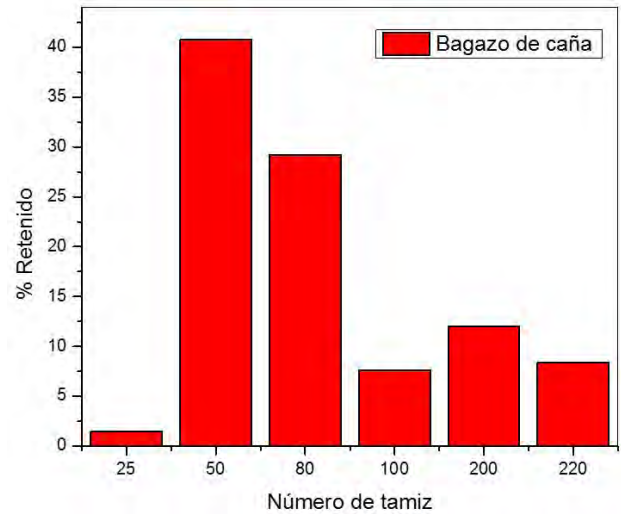
Se fabricaron probetas tipo hueso de polipropileno tipo random obteniendo muestras correspondientes a mezclas de 20% y 30% de bagazo, utilizando el método de moldeo por inyección, antes de realizar la inyección se procedió a determinar la distribución granulométrica del bagazo, utilizando una tamizadora 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 las 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 N<sub>2</sub>, 50 SCCM. La resistencia de la tracción se determinó a través de una prueba de tracción 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 utilizada como materia prima. La distribución es multimodal para tamices 50 y 80 (300 y 180 μm respectivamente). Los resultados obtenidos indican una granulometría adecuada para ser utilizada durante el proceso de extrusión (Cevallos García, 2008; Brown, A., et al., 2006; Salvador, M.D., et al., 2008).

La tabla 1 muestra los resultados obtenidos de densidad promedio 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 (Salvador, M.D., et al, 2008).



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

**Tabla1.** 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<sup>-1</sup>, la cual se atribuye a la presencia de lignina (grupos fenilo) (Chandel, A. K., 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.



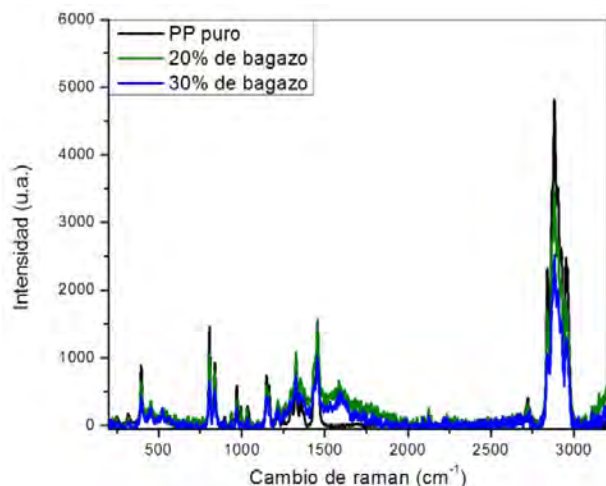


Figura 2. Espectroscopía Raman del PP y las mezclas realizadas.

## Conclusiones

Entre el tamiz 50 y 80 se encuentra la mayor cantidad de la muestra y el 70% del material retenido, el resto de la distribución se ubica en tamices mayores indicando menor tamaño. La utilización del método de desplazamiento de agua no 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 Eliecer Gaitán de Palmira por financiar parcialmente el proyecto.

## Referencias

- Cevallos García, J. M. (2008). *“Estudio Comparativo De Las Propiedades Mecánicas y Reológicas De Compuestos De Polietileno De Alta Densidad Con Cascarilla De Arroz y Bagazo De Caña”*
- Brown, A. Serantes, M.; Álvarez, A.; Matellanes, L.; Momeñe, E., Txarroalde, J. R.; Leal, J. A.; Renté, A. (2006). *“Desarrollo de nuevos composites termoplásticos a partir de fibra de bagazo ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar”*, Revista ICIDCA vol. XL, núm. 3, (pp 23-34.)
- Salvador, M.D., Nuez, A., Amigó, V, Sahuquillo, O, Llorens, R., Martí, F. (2008) *“Caracterización de Fibras Vegetales utilizadas como Refuerzo en Matrices Termoplásticas”*
- Chandel, A. K., Antunes, F., Anjos, V., Valenzuela, M. J., Rodrigues, L. N., Polikarpov, I., Deazevedo, E. R. (2014). *Biotechnology for Biofuels* 7(1):63,

# Síntesis y Caracterización de Biopolímeros Inhibidores de Hongos mediante Microscopia SEM y AFM

Samuel Plazas<sup>1\*</sup>  
 Caterin Olaya<sup>2\*</sup>  
 Tania Y. Perez<sup>3\*</sup>  
 Santiago Rodriguez<sup>4\*</sup>  
 Rosa Mazonas<sup>5\*</sup>  
 Hanner Ortiz<sup>6\*</sup>  
 July A. Rincón<sup>7\*</sup>

\* Tecnoacademia Nodo Cazuca Autp Sur  
 Transversal 7 # 8 – 40, Entrada 3, Soacha,  
 Colombia.

<sup>1</sup> samuelcamilo99@gmail.com

<sup>2</sup> olayahernandezd@gmail.com

<sup>3</sup> yulaidy2000@gmail.com

<sup>4</sup> santirodriguez0325@gmail.com

<sup>5</sup> rosva4j@hotmail.com

<sup>6</sup> hannersebastian@gmail.com

<sup>7</sup> alexandra.rch@misena.edu.co

## Resumen

En este trabajo se llevó a cabo la síntesis y caracterización de biopolímeros inhibidores de hongos. Para la síntesis se empleó cáscaras de papa, separada de desechos producidos en el Centro Industrial y de Desarrollo Empresarial CIDE-Soacha del SENA. Se adicionaron dos inhibidores naturales de hongos, ajo (*Allium sativum*) y semillas de sandía (*Citrullus lanatus*) durante la fabricación de los biopolímeros en distintas cantidades para evaluar su actividad en tres hongos, *Fumigarium oxysporum*, *Rhizoctonia solani* y *Ramularia cyclaminicola*. Los biopolímeros fueron caracterizados morfológicamente empleando microscopia electrónica de barrido (SEM) y microscopia de fuerza atómica (AFM).

**Palabras claves:** *Biopolímero, Inhibición, Microscopia electrónica de barrido, Microscopio electrónico de barrido, Empaques.*

## Introducción

En los últimos años se ha incrementado el interés en producir empaques biodegradables y con actividad biológica, como una alternativa favorable para el medio ambiente. Estos empaques constituidos por biopolímeros, no requieren el uso de fuentes no renovables y derivados del petróleo para su fabricación, y su potencial actividad biológica intrínseca o generada a través de aditivos de origen natural, podría disminuir significativamente el uso de agentes químicos en la preservación de alimentos.

Una de las estrategias para obtener biopolímeros consiste en emplear materia orgánica rica en polisacáridos, lípidos y o proteínas. Específicamente el almidón se puede modificar química, física y estructuralmente para producir empaques biodegradables. Por ejemplo la esterificación del almidón con ácido acético lo vuelve menos hidrofílico, y la adición de glicerina durante la obtención del biopolímero, otorga características plásticas al material.

Adicionalmente, la resistencia del material termoplástico puede mejorarse considerablemente si se adiciona biomasa celulósica, cuyas regiones cristalinas cuentan con propiedades mecánicas incluso mejores que las de la fibra de vidrio. Los empaques basados en biopolímeros también son susceptibles de modificarse, para obtener actividad biológica y/o antimicrobiana. Por ejemplo, son compatibles con sustancias de origen natural como aceites esenciales, muchos de ellos con actividad antimicrobiana y/o antioxidante (Fabra, M. J. et al., 2016; Zhong, Q. P., & Xia, W. S. 2008; Joshi, S. V. et al., 2004).

En este trabajo se fabrica un biopolímero a base de almidón y celulosa, usando cáscaras de papa separada de desechos orgánicos, producidos en el Centro Industrial y de Desarrollo Empresarial CIDE-Soacha del SENA. El almidón se esterifica usando vinagre como fuente de ácido carboxílico y se implementan dos inhibidores naturales de hongos, ajo (*Allium sativum*) y semillas de sandía (*Citrullus lanatus*). El biopolímero se caracterizó morfológicamente, usando las técnicas SEM (microscopía electrónica de barrido) y AFM (microscopía de fuerza atómica). La actividad inhibidora se estudia empleando tres hongos, *Fumasarium oxysporum*, *Rhizoctonia solani* y *Ramularia cyclaminicola*

## Parte Experimental

### Obtención del biopolímero

La cáscara de papa (100,0 g), inicialmente lavada, se licua en agua (350 mL) y se adiciona a un recipiente que contenga 300 mL de una mezcla al 10% en almidón, 8% en glicerina y 15% en vinagre calentada previamente a 140 °C durante 10 min con agitación constante. A la nueva mezcla se le adiciona el inhibidor (ajo o semilla de sandía) triturado en las cantidades especificadas más abajo, se licúa y se envasa en recipientes de almacenaje a temperatura ambiente durante 24 h.

### Caracterización morfológica

La morfología y propiedades superficiales del polímero se evalúan mediante dos técnicas, microscopía electrónica de barrido (SEM) que muestra textura, topografía, tamaño de grano y defectos superficiales, y microscopía de fuerza atómica (AFM, NanoSurf 2 FlexScan AFM) para establecer una relación entre las propiedades morfológicas y mecánicas (dureza del material y fuerza de fricción).

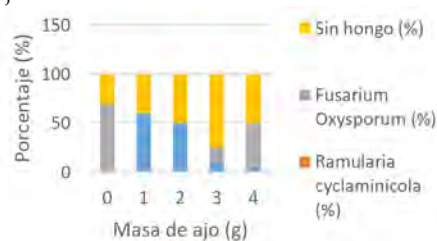
### Evaluación de la actividad inhibidora de hongos

Los hongos estudiados (*Fumasarium oxysporum*, *Rhizoctonia solani* y *Ramularia cyclaminicola*) se inoculan en APD (agar de patata y Dextrosa), los cultivos se cubren con los biopolímeros que contienen los inhibidores en distintas cantidades y se aíslan durante ocho días para permitir el crecimiento de los hongos. La biodiversidad de hongos en los cultivos se establece a través de microscopía óptica. Además se cuantifica de forma aproximada la actividad inhibidora, usando una cuadrícula en las cajas de Petri que contienen los cultivos para estimar el porcentaje de área de crecimiento de los distintos hongos.

## Resultados y discusiones

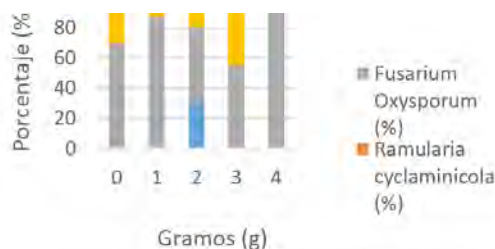
### Ensayos de Inhibición

En la Fig. 1 se observa que la actividad de inhibición incrementa con la cantidad de ajo empleada, sin embargo después de 3,0g el hongo *Fumasarium Oxysporum* alcanza un crecimiento considerable. El área de crecimiento del hongo *Rhizoctonia Fragarie* disminuye del 60% al 10% entre 0,0 y 3,0 g de ajo.



**Figura 1.** Porcentaje de área de distribución de los hongos en los cultivos, en función de la cantidad de ajo adicionado como inhibidor durante la fabricación del biopolímero.

En la Fig. 2 se observa que el hongo *Fumasarium Oxysporum*, no se ve afectado por la presencia del inhibidor. Además se puede concluir de las dos figuras que el hongo *Rhizoctonia Fragarie* se ve fuertemente inhibido por la presencia del hongo *Fumasarium Oxysporum*.

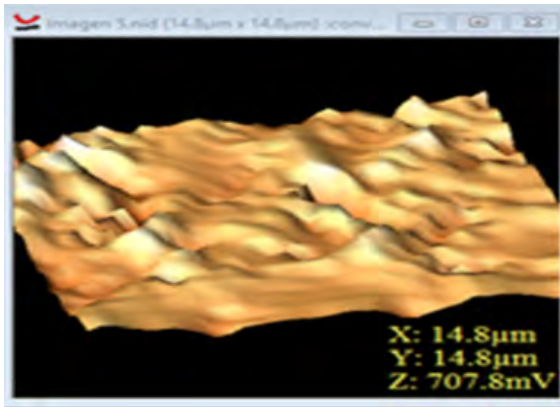


**Figura 2.** Porcentaje de área de distribución de los hongos en los cultivos, en función de la cantidad de semilla triturada de sandía adicionada como inhibidor durante la fabricación del biopolímero.



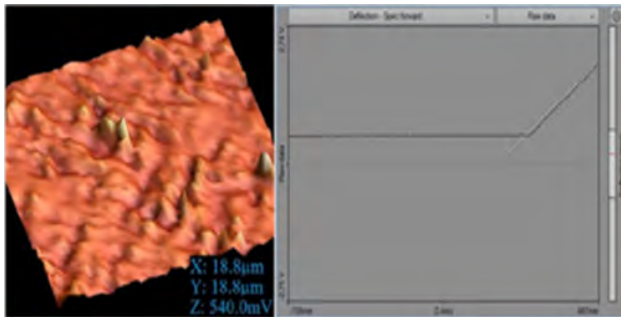
### Caracterización morfológica de los polímeros.

La Fig. 3 expone una imagen AFM-modo contacto del biopolímero obtenido con cáscara de papa. Se observa una muestra con baja rugosidad, característica de muestras poliméricas.



**Figura 3.** Imagen de AFM del biopolímero obtenido con cáscara de papa modo contacto.

En la Fig. 4 se observa la curva de esfuerzo del biopolímero obtenido con cáscara de papa. La pendiente que se observa al final de la curva permite concluir que se trata de un material con propiedades elásticas, donde el esfuerzo es proporcional a la deformación



**Figura 4.** Imagen de AFM del biopolímero obtenido con cáscara de papa modo no contacto con curva de fuerza

### Conclusiones

Se fabricó un polímero con propiedades elásticas a partir de cáscara de papa, almidón comercial y glicerina como plastificante.

Se logró inhibir el crecimiento de dos hongos *Rhizoctonia Fragariae* y *Fusarium Oxysporum* usando ajo como aditivo.

Los experimentos realizados no permiten concluir nada acerca de la actividad inhibidora de las semillas de sandía.

### Referencias

- Atarés, L., & Chiralt, A. (2016). Essential oils as additives in biodegradable films and coatings for active food packaging. *Trends in Food Science & Technology*, 48, 51-62.
- González, A., & Igarzabal, C. I. A. (2013). Soy protein-Poly (lactic acid) bilayer films as biodegradable material for active food packaging. *Food Hydrocolloids*, 33(2), 289-296.
- Fabra, M. J., López-Rubio, A., & Lagaron, J. M. (2016). Use of the electrohydrodynamic process to develop active/bioactive bilayer films for food packaging applications. *Food Hydrocolloids*, 55, 11-18.
- Zhong, Q. P., & Xia, W. S. (2008). Physicochemical properties of edible and preservative films from chitosan/cassava starch/gelatin blend plasticized with glycerol. *Food Technology and Biotechnology*, 46(3), 262-269.
- Joshi, S. V., Drzal, L. T., Mohanty, A. K., & Arora, S. (2004). Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?. *Composites Part A: Applied science and manufacturing*, 35(3), 371-376.

# Modificación Química del Alginato con Cisteína para la remoción de Pb (II) en soluciones acuosas

Ronny Genaro Huamani Palomino <sup>1</sup>  
Ana Valderrama Negrón <sup>1</sup>  
Christian Jacinto Hernández <sup>1</sup>  
Hugo Alarcón Cavelero <sup>1</sup>  
Ily Maza Mejía <sup>1</sup>  
Rosario López Cisneros <sup>1</sup>  
Denise de Oliveira Silva <sup>2</sup>  
Eder Cavalheiro <sup>3</sup>  
Juan Dávalos <sup>4</sup>

<sup>1</sup> Grupo de Investigación de Análisis Instrumental y Medio Ambiente, Universidad Nacional de Ingeniería, Av. Túpac Amaru s/n, Rímac, Lima 25, Perú, rohuamanip@uni.pe.

<sup>2</sup> Instituto de química de la Universidad de Sao Paulo, Universidad de Sao Paulo, Brasil

<sup>3</sup> Instituto de química de San Carlos, Universidad de Sao Paulo, Brasil

<sup>4</sup> Instituto de química física Roca Solano, CSIC, España

## Resumen

En el presente trabajo se realizó la modificación química del alginato con cisteína para la remoción de Pb<sup>+2</sup> en solución acuosa. Se caracterizó el biopolímero de partida así como el modificado mediante técnicas de análisis y espectroscópicas, FTIR, TGA/DSC, DRX, <sup>13</sup>C RMN Solid State. El análisis espectroscópico FTIR muestra para el alginato modificado la presencia de picos característicos a (3335 cm<sup>-1</sup> ν(N-H<sub>2</sub>); 1659 cm<sup>-1</sup> ν(C=N) y 1571 cm<sup>-1</sup> ν(N-H)). En el análisis por <sup>13</sup>C RMN Solid State del modificado, tenemos los picos a 174.8 ppm δ(COO<sup>-</sup>) de la cisteína y 181.2 ppm δ(COO<sup>-</sup>) del alginato que indicarían la modificación química del alginato. El material modificado presentó un Q max de 770 mg/g para la sorción de Pb<sup>+2</sup>.

Palabras clave: Alginato, Modificación Química, sorción.

## Introducción

En la actualidad cada día es de mayor interés la remediación ambiental y en particular la purificación de aguas provenientes de efluentes de la industria minero/metalúrgica. En los últimos años el trabajo con biomasa, matrices biopoliméricas han mostrado importantes resultados, a ello la modificación química de este último, el cual se busca que presente una alta selectividad en la sorción de metales tóxicos (Jeon, C., & Höll, W. H. 2004; Ruiz, M., et al., 2001). En este trabajo se propone como alternativa de remoción de metales tóxicos, la modificación química de biopolímeros insertando moléculas tioladas (SH) que generan mayor estabilidad entre la cadena polimérica y el metal. La modificación química con moléculas azufradas permite el aumento de la interacción del alginato, esto gracias al carácter de interacción blando-blando entre el grupo tiol y los metales.

## Parte Experimental

Disolver 2-3% de alginato de sodio en 100 ml de agua y agregar metaperyodato de sodio (NaIO<sub>4</sub>) 0.1M y mantener en agitación por un periodo de 24 horas a oscuras.

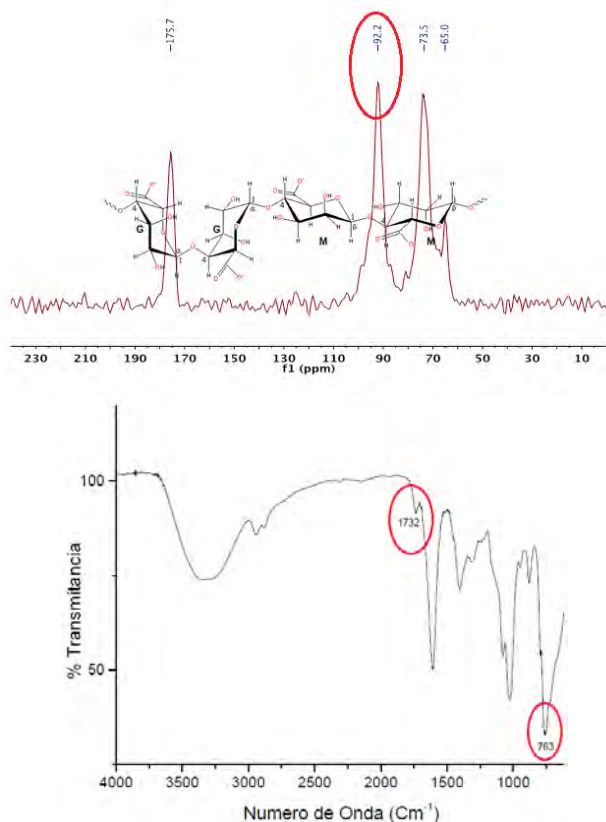




Agregar etilenglicol 2-5% v/v y dejar agitar por 1 hora. Precipitar la solución en etanol y secar por 12 horas obteniendo el alginato oxidado. El grado de oxidación se determina mediante una titulación potenciométrica, tomando 0.1 g del alginato oxidado en una solución de hidroxilamina hidrociorhídrica 0.25 M en naranja de metilo y valorar en NaOH 0.1 M. Tomar 1g del alginato oxidado y disolver en la mínima cantidad de buffer a pH= 4.5 (PBS). Agregar de cisteína 0.35 M y mantener en agitación por 5 horas. Finalmente, adicionar borohidruro de sodio ( $\text{NaBH}_4$ ) a 0.45 M y dejar reaccionar por 24 h. Precipitar con etanol/isopropanol y secar por 12 horas.

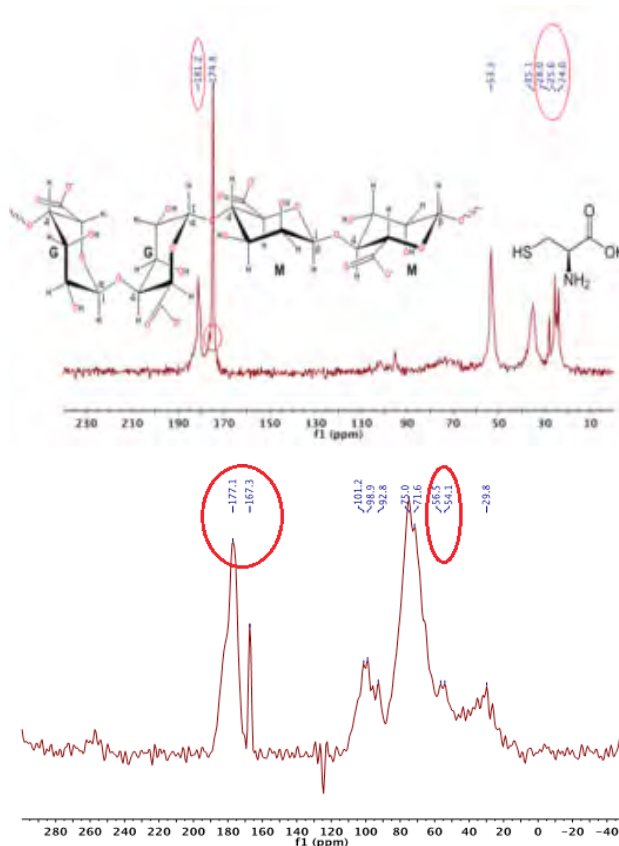
## Resultados y Discusiones

El alginato oxidado presentó un grado de oxidación del 90%, además en el espectro de  $^{13}\text{C}$ -CP-MAS NMR se observa un pico a 92 ppm lo que indica la presencia de grupos hemiacetales, producto de la interacción de los grupos aldehídos con los grupos alcohólicos presentes en el alginato (Painter, T. E. R. E. N. C. E., & Larsen, B. 1970), y además en el espectro FTIR tenemos el pico  $1732\text{ cm}^{-1}$   $\nu(\text{C}=\text{O})$ , Fig.1.



**Fig.1.** Espectros de alginato oxidado.  $^{13}\text{C}$ -CP-MAS NMR (izquierda) y FTIR (derecha).

El  $\text{NaBH}_4$  se usa para reducir de imina a amina, además esta se usa para evitar la oxidación de los grupos tioles de la cisteína. El espectro FTIR presenta la modificación química del alginato debido a la presencia de picos atribuidos a la cisteína ( $3335\text{ cm}^{-1}$   $\nu(\text{N}-\text{H}_2)$ ;  $1659\text{ cm}^{-1}$   $\nu(\text{C}=\text{N})$  y  $1571\text{ cm}^{-1}$   $\nu(\text{N}-\text{H})$ ). En el análisis por  $^{13}\text{C}$  CP-MAS NMR del modificado, tenemos los picos a  $174.8\text{ ppm}$   $\delta(\text{COO}^-)$  de la cisteína y  $181.2\text{ ppm}$   $\delta(\text{COO}^-)$  del alginato que indicarían la modificación química del alginato. La mejor elucidación de los picos son observados en el modificado cargado con plomo observando aquí el desplazamiento del pico  $\delta(\text{COO}^-)$  y además se logra visualizar el ambiente químico de la piranosa ( $50 - 80\text{ ppm}$ ) no afectado, Fig.2.



**Fig.2.** Espectros  $^{13}\text{C}$  CP-MAS NMR del alginato modificado (izquierda) y cargado con  $\text{Pb}^{2+}$  (derecha).

En el estudio de la sorción de  $\text{Pb}^{2+}$  tenemos que la adsorción se trataría de una químisorción el cual se ajusta un modelo de Langmuir con un  $Q_{\text{max}}$  de  $770\text{ mg/g}$ ,

## Conclusión

Se logró modificar el alginato de sodio con cisteína, el cual mostró una alta capacidad de adsorción ( $Q_{\text{max}} = 770\text{ mg/g}$ ).

**Agradecimientos:** A Innóvate Perú por financiar el proyecto FINCyT 187-IB-2013 y a los doctores Luis Demetrio Miranda y Braulio R. Molina del instituto de Química de la UNAM por los espectros de  $^{13}\text{C}$  CP-MAS NMR.

## Referencias

- Jeon, C., & Höll, W. H. (2004). Application of the surface complexation model to heavy metal sorption equilibria onto aminated chitosan. *Hydrometallurgy*, 71(3), 421-428.
- Painter, T. E. R. E. N. C. E., & Larsen, B. (1970). Formation of hemiacetals between neighbouring hexuronic acid residues during the periodate oxidation of alginate. *Acta Chem. Scand*, 24(3), 813-833.
- Ruiz, M., Sastre, A. M., Zikan, M. C., & Guibal, E. (2001). Palladium sorption on glutaraldehyde-crosslinked chitosan in fixed-bed systems. *Journal of applied polymer science*, 81(1), 153-165.

# Modificación química del Alginato de Sodio con Tiosemicarbazida para la remoción de Plomo (II) y Cadmio (II)

Bryan Manuel Córdova Vélez<sup>1</sup>  
 Christian Jacinto Hernández<sup>1</sup>  
 Ana Valderrama Negrón<sup>1</sup>  
 Hugo Alarcón Cavelero<sup>1</sup>  
 Ily Maza Mejía<sup>1</sup>  
 Rosario López Cisneros<sup>1</sup>  
 Denise de Oliveira Silva<sup>4</sup>  
 Eder Cavalheiro<sup>5</sup>  
 Juan Dávalos P<sup>6</sup>

<sup>1</sup> Grupo de Investigación de Análisis Instrumental y Medio Ambiente, Universidad Nacional de Ingeniería, Lima 25, Perú. E-mail: bcordovav@uni.pe

<sup>4</sup> Instituto de Química de la Universidad de Sao Paulo, Brasil.

<sup>5</sup> Instituto de Química de San Carlos, Universidad de Sao Paulo, Brasil.

<sup>6</sup> Instituto de Química Física Roca Solano, CSIC, España.

## Resumen

La presencia de metales pesados en los sistemas acuosos naturales, se ha convertido en un grave problema medio ambiental debido a que industrias como las de manufactura de baterías, pinturas, petroquímica y minería no le dan un adecuado tratamiento a sus efluentes acuosos. El uso de biopolímeros es una alternativa de solución a este problema teniendo en cuenta que el plomo y el cadmio son ácidos blandos afines a bases blandas que pueden ser soportadas sobre éstos. Se realizaron pruebas de sorción tanto para el plomo y cadmio con el objetivo de evaluar el pH adecuado para realizar una máxima sorción de éstos metales, siendo el para el plomo un pH = 3 el óptimo y para el caso del cadmio un valor de pH = 7 así como la caracterización del polímero de partida y modificado mediante espectroscopía FTIR, RMN en estado sólido y DSC/TGA.

## Introducción

La presencia de metales pesados en los sistemas acuosos naturales, se ha convertido en un grave problema medio ambiental debido a que industrias como las de manufactura de baterías, pinturas, petroquímica y minería no le dan un adecuado tratamiento a sus efluentes acuosos. El Plomo (II), un agente contaminante muy nocivo, es una amenaza para el medioambiente por su impacto negativo en los seres vivos (Örneke, A., et al., 2007). Hoy en día, la adsorción se ha convertido en una técnica ampliamente usada debido a su simplicidad, bajo costo y efectividad para remover iones plomo (Pb<sup>2+</sup>) en diferentes concentraciones. El uso de biopolímeros es una alternativa de solución a este problema teniendo en cuenta que el plomo es un ácido blando y es afín a bases blandas que pueden ser soportadas sobre éstos. La modificación química del alginato de

sodio con tiosemicarbazida es una propuesta basada en el principio de Pearson y que podría ser una alternativa de solución a este problema.

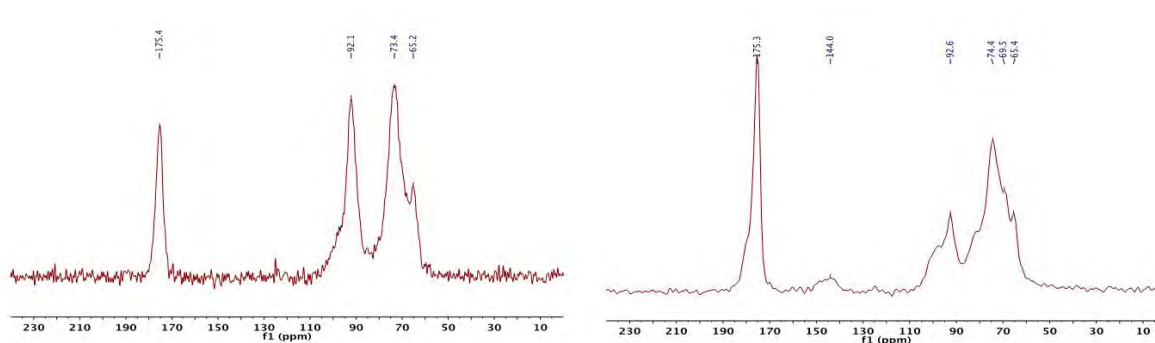
## Parte Experimental

Disolver 4 g de alginato de sodio en 100 mL de agua y agregar cantidades adecuadas de  $\text{NaIO}_4$  0,01 M y agitar por un lapso de 6 horas en total oscuridad. La solución obtenida se precipita en etanol; el alginato oxidado (OSA) se filtra al vacío y el precipitado se disuelve en una mínima cantidad de agua para precipitarlo nuevamente en etanol. Después de liofilizar por 12 horas, se prepara una solución

de OSA al 3% (w/v) (buffer pH = 7) a la que se agrega tiosemicarbazida (TSC) 0.1 M manteniendo en agitación por 2 horas. Finalmente, se adiciona  $\text{NaBH}_4$  0.01 M, se precipita en etanol, obteniéndose un precipitado de color amarillo pálido.

## Resultados y Discusiones

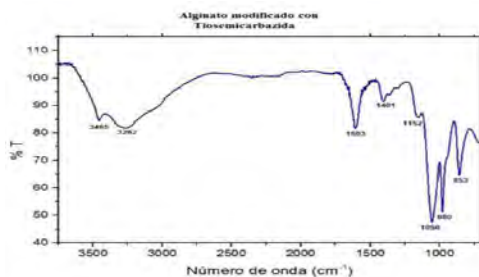
El espectro de  $^{13}\text{C}$  CP-MAS NMR muestra un pico a 92 ppm correspondiente al hemiacetal producto de la oxidación con peryodato. Este pico disminuye en intensidad luego de la modificación con TSC debido a que ésta reacciona con los hemiacetales del polímero formando



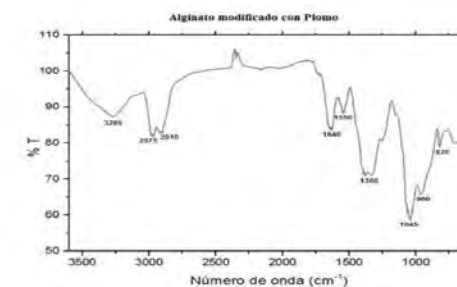
**Fig.1** Espectros del OSA (izq) y del alginato modificado con TSC (der)

probablemente una imina (Fig.1).

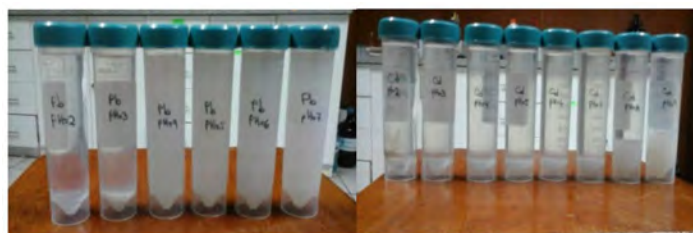
El espectro FTIR sustenta la modificación química



del alginato debido a la presencia de picos atribuidos a la tiosemicarbazida ( $3465\text{ cm}^{-1}$   $\nu(\text{N-H}_2)$ ;  $1350\text{ cm}^{-1}$   $\nu(\text{C=S})$  y  $853\text{ cm}^{-1}$   $\delta(\text{C=S})$ ). La ausencia del pico correspondiente a la amina y el desplazamiento del  $\delta(\text{C=S})$  indican la probable



**Fig.2** Espectros FTIR: (izq) alginato modificado con TSC, (der) alginato modificado con plomo coordinado.



**Fig.3** Fotografía de las soluciones de Plomo (500 ppm) y de Cadmio (500 ppm) a diferentes pH luego de la sorción con el polímero modificado.



coordinación del polímero modificado a los iones  $Pb^{2+}$  (Fig.2).

El estudio de la sorción de  $Pb^{2+}$  muestra que la isoterma de tipo I obtenida se ajusta al modelo de Langmuir con un  $Q_{max}$  de 638 mg de Pb/g de polímero, valor coherente al obtenido de la ecuación linealizada ( $q_m = 714$  mg/g). Para el Cadmio, existe un buen ajuste de los datos, evidenciando una posible interacción entre el biopolímero y el metal. El valor de la constante  $q_m = 588$  mg/g, es un valor coherente con el valor máximo de 550 mg de Cd/ g de polímero funcionalizado. La buena correlación existente es una propuesta para la posible formación de enlaces químicos entre el metal y el alginato funcionalizado.

## Conclusión

Se modificó exitosamente el alginato de sodio con

tiosemicarbazida, el cual muestra buena capacidad de sorción del ión  $Pb^{2+}$ .

## Agradecimientos

A Innóvate Perú por financiar el proyecto FINCyT 187-IB-2013 y a los doctores Luis Demetrio Miranda y Braulio R. Molina del instituto de Química de la UNAM por los espectros de  $^{13}C$  CP-MAS NMR.

## Referencias

1. Örnek, A., Özacar, M., & Şengil, İ. A. (2007). Adsorption of lead onto formaldehyde or sulphuric acid treated acorn waste: equilibrium and kinetic studies. *Biochemical Engineering Journal*, 37(2), 192-200.



# Desarrollo de Hidrogeles con Fibras Naturales para Aplicaciones Agrícolas

Marcelo Alexander Guancha<sup>1</sup>  
Cerón Gomez<sup>1</sup>  
Evelin Katherin Bastidas Mosquera<sup>1</sup>  
German Andrés Duran Villamil<sup>1</sup>  
Juan David Fiscue<sup>1</sup>  
Karen May<sup>1</sup>  
Nathalia Riascos Zuluaga<sup>1</sup>  
Nicolás Santiago González Obonaga<sup>1</sup>  
Olívio Ordoñez<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria, Astin-SENA. Grupo de investigación en Materiales y Productos-GIDEMP, Calle 52 No. 2 Bis -15 Cali, Valle – Colombia. Correo: marceloguancha@misena.edu.co

## Resumen

En el presente estudio se propone obtener nanofibras de fique para aplicarlas como refuerzo en hidrogeles base acrílica para mejorar sus propiedades mecánicas (resistencia a la compresión y módulo elástico). Inicialmente se han realizado ensayos de deslignificación y blanqueamiento de la fibra para su posterior hidrólisis utilizando diferentes ácidos. De acuerdo a los ensayos de caracterización termo gravimétrica (TGA) de las fibras hidrolizadas; las muestras tratadas con ácido sulfúrico a una concentración al 55% muestran mejores resultados. Actualmente se está desarrollando la etapa de caracterización de las nanofibras obtenidas para la posterior síntesis del hidrogel.

**Palabras claves:** *Hidrogeles, nanofibras, fique, resistencia mecánica.*

## 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; Pourjavadi & Mahdavinia, 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 (Journal the Business, 2015; 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 (Guilherme et al., 2015; 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 nanofibras de fique que permita mejorar su resistencia mecánica.

## Parte Experimental

### Pretratamiento y deslignificación de las fibras

Inicialmente las fibras de fique se lavan con agua potable para la remoción de impurezas y posteriormente se hará un lavado con agua destilada. Las fibras se secarán a 60 °C en horno de convección forzada hasta alcanzar peso constante. Posteriormente, las muestras secas se cortarán en trozos entre 2 y 5 mm de longitud y se someterán a deslignificación, el cual se realizó de acuerdo a la metodología propuesta por (Zhang et al., 2014) para lo cual las muestras de fique se colocan en reflujo en solución de hidróxido de sodio 2% p/v por 4 horas a una temperatura 90°C relación 1:25, por duplicado. Posteriormente se procedió a un blanqueamiento utilizando clorito de sodio al 1,7% p/v y buffer acetato (27 g NaOH y 75 ml de ácido acético por litro). La solución de clorito y buffer se mezclaron en relación 1:1 y en proporción 1:20 (fibra solución). A continuación se lleva a un reflujo a 80 °C durante 6 horas, por duplicado. Posteriormente las fibras se filtraron y lavaron hasta pH neutro. Por último, las muestras se secaron en horno de convección forzada a 50 °C hasta peso constante.

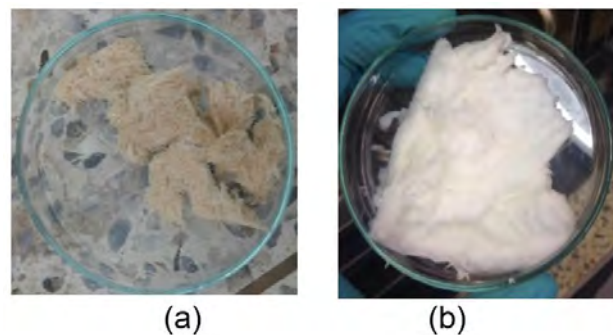
### Obtención de las nanofibras

El método de aislamiento de las nanofibras a partir de las fibras de fique deslignificadas se realizaron de acuerdo a la metodología propuesta por (Zhang et al., 2014). Las muestras se trataron con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 55% (p/V) y se dejaron en agitación durante 2 horas a 60°C a una relación 1:25 (fibra – solución). Seguidamente, las muestras se centrifugaron a 8000rpm por 15 minutos y se lavaron con agua destilada hasta obtener una suspensión con pH entre 5 y 6. Para reducir el tamaño de las nanofibras las muestras se sometieron a tratamiento en ultra turrax a 10000 rpm por 15 minutos, posteriormente se llevarán a ultrasonido a un frecuencia 40kHz durante 20 minutos. La suspensión de nanofibras obtenidas se secarán en un liofilizador y se

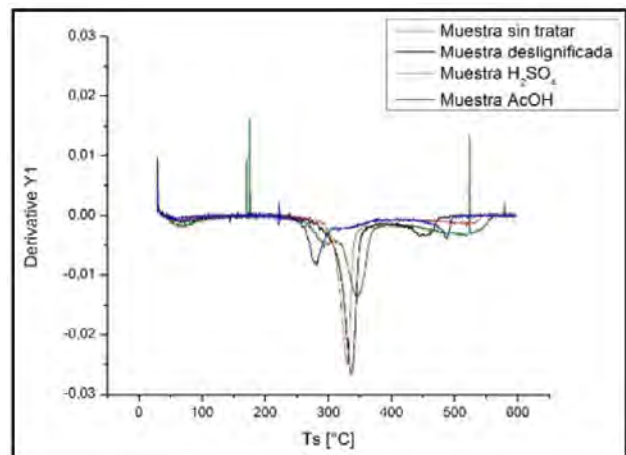
almacenaron en recipientes herméticos a 5°C.

## Resultados y discusiones

En la figura 1 Se muestra la fibra de fique sin tratar y la muestra obtenida luego del tratamiento con hidróxido de sodio y el blanqueamiento, se puede afirmar que hubo remoción de lignina y hemicelulosa confirmado por el cambio de color de la fibra. Para confirmarlo se realizó un análisis TGA (termogravimétrico) para la muestra de fique sin tratar y la muestra tratada. Como se observa en la figura 2 el pico de degradación de celulosa (el cual se encuentra alrededor de 340 °C) es más pronunciado para la muestra deslignificada en comparación con la muestra sin tratar (Rebouillat & Pla, 2013).



**Figura 1.** Muestras de fibra de fique.  
(a) Fibra de fique sin tratar (b) Muestra deslignificada

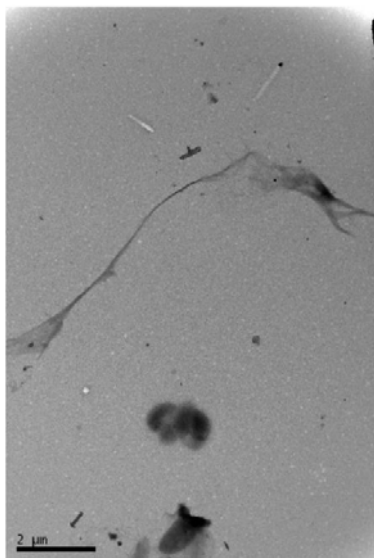


**Figura 2.** Análisis TGA muestras tratadas con CH<sub>3</sub>COOH- HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, deslignificada y sin tratar

### Obtención de las nanofibras

Para el proceso de hidrólisis ácida se realizó ensayos con soluciones al 15% de: CH<sub>3</sub>COOH – HNO<sub>3</sub> (1:1 v/v), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> y HCl. El proceso de hidrólisis ácida se

realiza para individualizar las fibras cuyo mecanismo consiste en romper los puentes de hidrogeno existentes en las fibras de celulosa que las mantienen unidas. En las curvas del análisis TGA para las muestras tratadas con  $H_2SO_4$  y  $CH_3COOH - HNO_3$ . El ácido sulfúrico para el proceso de hidrólisis es el más utilizado porque conduce a la formación de una superficie cargada con el grupo sulfato en las cadenas de celulosa promoviendo dispersión de las nanofibras, por lo tanto, una mayor cristalinidad (Zhang et al., 2014) esto se confirma en el análisis TGA dado que el pico es más pronunciado y cercano a la temperatura de degradación de celulosa en comparación con la curva obtenida para el tratamiento con  $CH_3COOH - HNO_3$ . En la figura 3 se muestra una micrografía de las muestras tratadas con  $H_2SO_4$  donde pueden observarse fibrillas de diversos tamaños.



**Figura 3.** Micrografías del material lignocelulósico tratado con  $H_2SO_4$

Actualmente se está trabajando en el proceso de caracterización las nanofibras obtenidas (tamaño) y análisis FITR (infrarojo) por lo que no se reportan en el trabajo para proseguir con el proceso de síntesis de hidrogeles.

## Conclusiones

Por medio del análisis del TGA se pudo comprobar la remoción de la hemicelulosa y lignina en el proceso de deslignificación

Se observó que para la obtención de la nanofibra, en el proceso de hidrólisis ácida, el ácido sulfúrico es el más adecuado para individualizar las fibras

## Agradecimientos

Se agradece al Ing. Químico Marcelo Guancha

## Referencias

- Arias, F. J., Gómez, L. M., Suarez, E., & Rendón, S. (2015). Inteligencia de mercados para la cadena de uchuva colombiana (*Physalis Peruviana*). *Revista OIDLES*, 18.
- Guilherme, M. R., Aouada, F. A., Fajardo, A. R., Martins, A. F., Paulino, A. T., Davi, M. F., ... & Muniz, E. C. (2015). Superabsorbent hydrogels based on polysaccharides for application in agriculture as soil conditioner and nutrient carrier: A review. *European Polymer Journal*, 72, 365-385.
- Journals The Business. (2015). Super Absorbent Polymer Market by Type , by Application, by Region - Trends & Forecasts to 2020. Retrieved from <http://www.rnrmarketresearch.com/super-absorbent-polymers-market-by-type-sodium-polyacrylate-polyacrylatepolyacrylamide-copolymer-others-by-application-baby-diapers-adult-diapers-women-sanitary-napkins-agriculture-oth-market-report.html>
- 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.
- 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.
- Pourjavadi, A., & Mahdavinia, G. R. (2006). Superabsorbency , pH-Sensitivity and Swelling Kinetics of Partially Hydrolyzed Chitosan-g-poly ( Acrylamide ) Hydrogels, 30, 595-608.
- 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.
- 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.
- Sannino, A., Demitri, C., & Madaghiele, M. (2009). Biodegradable cellulose-based hydrogels: Design and applications. *Materials*, 2(2), 353–373.
- 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.
- 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.
- 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.
- 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.

# Cementos Óseos Acrílicos Bioactivos con Aplicación en Ortopedia

Jose Mina<sup>1</sup>  
Carlos Valencia<sup>2</sup>  
Isabel Arango<sup>1</sup>  
Angélica Castaño<sup>1</sup>  
Mayra Valencia<sup>1</sup>  
Natalia Hurtado<sup>1</sup>  
Karen Lozano<sup>1</sup>  
Juan Rodríguez<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Grupo de Materiales Compuestos, Escuela de Ingeniería de Materiales, Facultad de Ingeniería, Universidad del Valle, Cali (Colombia). jose.mina@correounivalle.edu.co, isabel\_arangog@hotmail.com, ankasgo@gmail.com, maelvaza@hotmail.com, natahu@hotmail.com, kajeloni@hotmail.com, sebastian.rodriguez@correounivalle.edu.co.

<sup>1</sup> Grupo de Biomateriales en Odontología, Departamento de Odontología, Facultad de Salud, Universidad del Valle, Cali (Colombia). carvalenc@gmail.com.

## Resumen

Se formularon cementos óseos modificados, empleando un co-monómero alcalino y Quitosano como carga bioactiva. Se efectuaron ensayos de caracterización físico-química, térmica y mecánica siguiendo la norma ISO 5833. Mediante el empleo de un diseño de experimentos de superficie de respuesta, se optimizó la composición del cemento y se complementó el estudio con pruebas en condiciones *in vitro* por inmersión del material en un fluido biológico simulado e *in vivo* utilizando el cemento para fijar vástagos de titanio en el canal medular del fémur izquierdo de bio-modelos (conejos).

**Palabras claves:** Cemento óseo, Regeneración ósea, Co-monómeros Alcalinos, Hidroxiapatita, pruebas *in vitro*, pruebas *in vivo*.

## Introducción

Los cementos óseos son materiales poliméricos tolerados por el organismo con el fin de fijar prótesis metálicas, sin embargo, no solo sirven como material de relleno, sino que también deben tener la capacidad de transferir cargas mecánicas de la prótesis al hueso y funcionar como amortiguador entre estos (Cardoso, J. 2005). Debido a que los cementos óseos convencionales exhiben alto calor de reacción, alta contracción y elevado contenido de monómero residual; generando un comportamiento mecánico inadecuado que contribuye al aflojamiento de las prótesis fijadas con los mismos; (Islas-Blancas, M. et al., 2001) se adicionan fosfatos de calcio, que son capaces de fraguar en contacto con los fluidos orgánicos sin experimentar fenómenos de descohesión ni contracción, tiempos de fraguado y endurecimiento reducidos, reacciones isotérmicas o exotérmicas limitadas, carecen de toxicidad local o general y presentan propiedades bioactivas (Hench II. 1998). También se implementa el Quitosano para mejorar la respuesta biológica de los cementos, debido a su biocompatibilidad, biodegradabilidad de productos inocuos, no toxicidad, inercia fisiológica, carácter antibacteriano, fungistático y antitumoral (Singla, AK. & Chawla, M. 2001). Adicionalmente, la incorporación de co-monómeros con grupos amino conducen a una mejora en la biocompatibilidad del material ya que las





células generadoras de hueso (osteoblastos) se depositan y proliferan mejor en superficies parcialmente hidrófilas cargadas positivamente (Islas-Blancas, M. et al., 2001). Debido a la necesidad de mejorar la zona interfacial entre el hueso-cemento-vástago y buscando incrementar el tiempo de fijación entre estos, en el presente trabajo se estudió la influencia del quitosano como carga bioactiva y un co-monomero polar con el fin de incrementar la hidrofiliabilidad del material, mediante el empleo de un diseño de experimentos de superficie de respuesta, dejando constante los reactivos convencionales que se utilizan para la fabricación de cementos óseos.

## Metodología Experimental

### Materiales Empleados

*Fase sólida (S):* Polimetacrilato de Metilo adquirido en Veracril®, (New Stetic). Peróxido de Benzoilo adquirido en Merck Schuchardt OHG. Sulfato de Bario, adquirido en Alfa Aesar®, (Johnson Matthey Company). Quitosano adquirido en Aldrich®.

*Fase líquida (L):* Metacrilato de metilo adquirido en Merck Schuchardt OHG. N, N-dimetil p-toluidina adquirido en Merck Schuchardt OHG. Metacrilato del 2 (dimetilamino etilo) (DMAEM) adquirido en Merck Schuchardt OHG.

### Preparación de los Cementos Óseos

Se preparó el cemento incorporando el componente líquido (L) a la fase sólida (S), llevando a cabo un mezclado manual; en todos los casos se manejó una relación S/L constante de 2 y una temperatura de  $23 \pm 2$  °C aproximadamente. De igual manera, se utilizó como análisis estadístico un diseño de experimentos de superficie de respuesta, tomando como factores: el contenido del co-monomero alcalino (DEAEM) y la cantidad de Quitosano.

### Caracterización Térmica

La temperatura y el tiempo de curado se calcularon siguiendo la norma ISO 5833, en una muestra de 25 g de cemento.

### Caracterización Mecánica

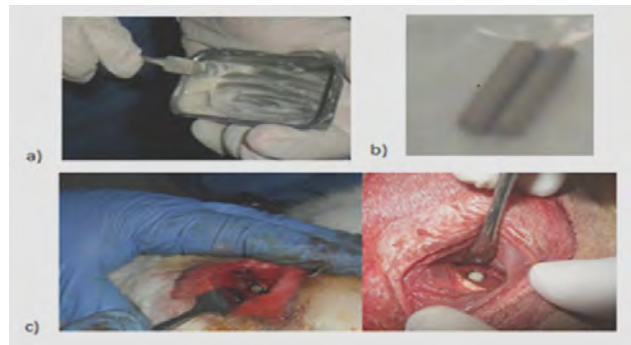
Las muestras de cemento óseo destinadas a ensayos de compresión fueron conformadas de acuerdo con la norma ISO 5833 y se evaluaron en un equipo de marca Tinius Olsen modelo H50KS, a una rapidez de desplazamiento del cabezal de  $20 \pm 1$  mm/min.

### Pruebas in Vitro

Se sumergieron 3 réplicas de cemento óseo en un Fluido Biológico Simulado (FBS), durante 7 y 30 días. El FBS fue preparado según la formulación planteada por Kim et.al., Kim, S. B., y colaboradores (2004). El análisis de la superficie del material se llevó a cabo mediante SEM y EDS.

### Pruebas in Vivo

Se *implantaron vástagos* de titanio fijados con cementos óseos, en el canal medular del fémur izquierdo de bio-modelos animales (Fig. 1). El análisis e identificación de la posible formación de calcio y fósforo en las interfaces, se llevó a cabo mediante SEM y EDS.



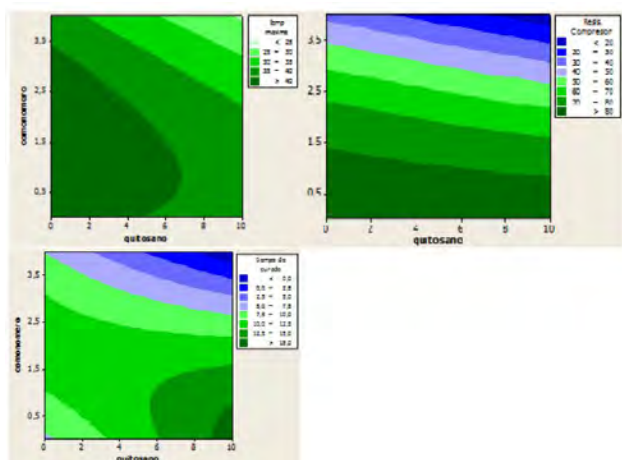
**Figura 1.** (a) Preparación in situ del cemento óseo, (b) vástagos de titanio, (c) Implantación del mismo.

## Resultados y discusiones

El tiempo de curado del cemento óseo se encuentra influenciado tanto por el contenido de Quitosano como del DMAEM, tal como se puede observar en la Figura 2; aquí se infiere que una mayor proporción de Quitosano (aproximadamente 10%) y un bajo contenido de DMAEM (2%) generan incrementos en el tiempo de curado, a valores cercanos a 12,5 min, lo cual lo hace más útil en la manipulación del cemento durante los procedimientos quirúrgicos; cumpliéndose con la norma ISO 5833 (tiempo de curado 6-5 minutos). Por otro lado, el que el Quitosano posea un mayor tamaño de partícula que el PMMA, lo hace responsable de un tiempo de curado mayor y una menor temperatura máxima. La temperatura máxima alcanzada puede ser de  $90 \pm 5$  °C, cumpliendo con esta condición todos los tratamientos del diseño experimental.

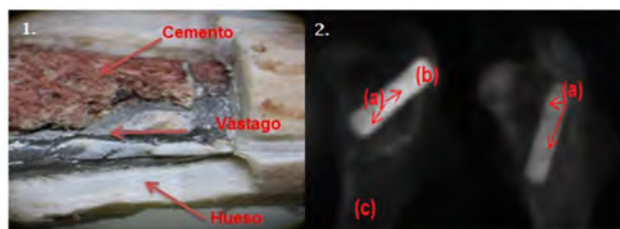
La cantidad de co-monomero incorporada influyó considerablemente en la resistencia a la compresión del material (Figura 2), encontrándose que para contenidos menores al 2%, se alcanza a cumplir con la resistencia

establecida por la norma ISO 5833 (70 MPa); así mismo, se pudo observar que el Quitosano incluido en la formulación del cemento tuvo poca influencia en este intervalo de trabajo.



**Figura 2.** Graficas de contorno de la temperatura máxima de curado, tiempo de curado y la resistencia a la compresión, correspondientes a los cementos óseos modificados con DMAEM y Quitosano.

De las radiografías se puede inferir que no hubo lisis ósea, ni daño tisular ocasionado por exotermia, patología conocida como necrosis térmica, debido a que no se observa la desintegración del hueso que se encuentra en contacto con el cemento óseo, ni aflojamiento de la prótesis o pérdida del implante.



**Figura 3.** Interface hueso-cemento-vástago de una muestra implantada: (1). Estereoscopio, (2). Radiografía ((a) cemento óseo, (b) vástago de titanio, (c) hueso)

## Conclusiones

Con la incorporación de DMAEM y Quitosano, se alcanzó una disminución en la temperatura máxima de curado de los cementos óseos modificados, además de alcanzar la resistencia a compresión especificada en la norma ISO 5833 para bajos porcentajes de comonomero.

Finalmente, algunas de las formulaciones desarrolladas en esta investigación se caracterizaron por su buen comportamiento bio-activo, según los resultados del estudio *in vitro* e *in vivo*; por lo que se puede inferir que algunas formulaciones son susceptibles de ser empleadas para la fijación de prótesis.

## Agradecimientos

Los autores expresan su agradecimiento a la Vicerrectoría de Investigaciones de la Universidad del Valle y al Fondo de Ciencia Tecnología e Innovación del Sistema General de Regalías, por el apoyo otorgado.

## Referencias

- Cardoso, J. (2005) Foro académico de investigación en CBI, Materiales avanzados énfasis en biomateriales.
- Islas-Blancas, M., Cervates, J. & Cauch-Rodriguez, V. (2001). Characterization of bone cements prepared with functionalized methacrylates and hydroxyapatite. *J. biomater sci: polym*, 12, 893–9107.
- Hench II. (1998). A biomechanical analysis of fixation of intra-articular distal radial fractures with calciumphosphate bone cement, Bioceramics. *J Am Ceram Soc* 81, 1705-1728.
- Singla, A. K. & Chawla, M. (2001). Chitosan: some pharmaceutical and biological aspects—an update. *Pharm Pharmacol*, 53:1047–67.
- Iso 5833. (1992). International Organization for Standardization. *Implants for surgery - Acrylic resin cements*.
- Kim, S. B., Kim, Y. J., Yoon, T. L., Park, S. A., Cho, I. H., Kim, E. J., ... & Shin, J. W. (2004). The characteristics of a hydroxyapatite–chitosan–PMMA bone cement. *Biomaterials*, 25(26), 5715-5723.