



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

Estudio de biodegradabilidad de un material bicapa

TESIS

Que para obtener el título de

Ingeniero Mecánico

P R E S E N T A

Josué Alexis Rivera Mejorada

DIRECTOR DE TESIS

Magdalena Trujillo Barragán



Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2017



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Contenido

Motivación.....	4
Objetivos.....	4
Alcances.....	4
Hipótesis.....	5
Capítulo 1. Estado del arte.....	6
Materiales multicapa.....	6
Poliácido láctico.....	6
Plásticos compostables.....	8
Capítulo 2. Marco teórico.....	10
Características del poliácido láctico.....	10
Obtención de PLA.....	10
Propiedades físicas y químicas del PLA.....	11
Celulosa.....	13
Papel.....	13
Tipos de degradación de plásticos.....	15
Biodegradación de PLA.....	18
Biodegradación.....	18
Degradación bajo composta.....	20
Biodegradación de celulosa.....	21
Microrganismos.....	22
Tipos de microrganismos.....	22
Factores que favorecen la presencia de los microrganismos.....	24
Metabolismo.....	25
Extrusión de películas.....	26
Extrusión.....	26
Proceso de extrusión de película.....	27
Métodos de obtención de película.....	27
Dado de extrusión.....	28
Método de obtención del material bicapa.....	29
Técnicas de caracterización.....	31
Difracción de rayos X.....	31
Prueba de adhesión.....	34

Prueba de tracción.	34
Capítulo 3. Desarrollo experimental.	36
Extrusión de película de PLA.	36
Material.	36
Secado de PLA.	37
Procesamiento.	38
Difracción de Rayos X.	43
Proceso de adhesión.	44
Ensayo de adhesión para el material bicapa.	46
Material de referencia PE-Papel.	47
Prueba de tracción.	48
Prueba de degradación aerobia.	49
Compostas utilizadas.	50
Preparación de los tratamientos.	52
Muestras para prueba de biodegradación.	52
Compostaje de las muestras.	53
Capítulo 4. Resultados.	56
Cristalinidad en el PLA.	56
Adhesión del material bicapa.	58
Material de referencia.	61
Prueba de tracción en película de PLA.	64
Biodegradación del material bicapa.	66
Microscopía.	80
Capítulo 5. Análisis de resultados y conclusiones.	88
Análisis de resultados.	88
Conclusiones.	90
Referencias.	93
Índice de ilustraciones.	95
Índice de tablas.	96
Índice de gráficas.	96
Índice de ecuaciones.	97

Motivación.

El consumo mundial de plásticos ha presentado un constante crecimiento en los últimos años, pasando de 1.5 millones de toneladas en el año 1950 a 250 millones de toneladas en el 2010; y al finalizar 2015, su incremento se situó en alrededor de 330 millones de toneladas. Del que el 5% del consumo mundial del mercado es latinoamericano [1].

De la mano de este crecimiento en el consumo de plásticos se tiene como consecuencia la generación de desechos sólidos al terminar la vida útil del producto; lo cual se traduce en contaminación ambiental, problemas de almacenaje y manejo de los mismos.

Se estima que solo el 5% del consumo mundial de plásticos es de carácter biodegradable [2]. De lo anterior, surge la necesidad de desarrollar materiales y productos menos agresivos con el medio ambiente, por lo que el PLA (poliácido láctico) resulta ser una buena opción como un material alternativo a los actualmente usados, ya que ofrece la ventaja de ser biodegradable y con un buen nivel de procesamiento. Por ende el presente trabajo muestra la forma de producir película biodegradable y se enfatiza en estudiar el proceso de biodegradación del PLA.

El presente trabajo se realizó en colaboración con el Laboratorio de Biología de Suelos del Instituto de Geología de la Universidad Nacional Autónoma de México.

Objetivos.

Obtener una película biodegradable para la fabricación de un material bicapa PLA-papel por el método dado en la tesis de maestría *Análisis e implementación del proceso de fabricación para una película biodegradable empleada en empaques multicapa* [3] (patente en trámite); trabajo realizado con el apoyo del proyecto CONACYT número 199132, convocatoria C003V-2013-01.

Determinar el espesor adecuado que permita la mejor unión PLA-papel a través del método antes citado, bajo las condiciones del equipo del Laboratorio de Procesamiento de Plásticos. Determinar la capacidad de biodegradación y compostaje del material bicapa PLA-papel mediante las pruebas de biodegradabilidad pertinentes, con lo cual será posible demostrar la capacidad del material de ser amigable y menos nocivo con el medio ambiente en comparación con los empaques y materiales actualmente utilizados para dicho fin.

Alcances.

El trabajo que se realiza en esta tesis por un lado, demostrará la unión eficiente entre un material de celulosa (papel) y uno de base almidón (PLA) después de aplicar el método propuesto en la tesis de maestría *Análisis e implementación del proceso de fabricación para una película biodegradable empleada en empaques multicapa* [3]. Dado que este método es de reciente creación se buscará el espesor adecuado para la unión PLA-papel dado que solo se cuenta con una máquina de laminación bicapa de presión fija.

Una vez obtenido el material bicapa éste se caracterizará por ensayos mecánicos para proporcionar las condiciones y propiedades iniciales del material bicapa.

Finalmente, se mostrará la capacidad de biodegradación del material bicapa elaborado haciendo uso de diferentes compostas.

Hipótesis.

El PLA y el papel pueden unirse mediante un proceso de anclaje mecánico. Se espera que el material bicapa PLA-papel sea biodegradable, ya que es conocido que los dos materiales que conforman dicho bicapa poseen esta propiedad. El bicapa PLA-papel además de ser biodegradable podría tener la cualidad de ser compostable.

Introducción.

El presente trabajo tuvo como principal objetivo evaluar la biodegradabilidad de un material bicapa PLA-papel, fabricado con una película plástica de poliácido láctico obtenida en las instalaciones del Laboratorio de Procesamiento de Plásticos de la Facultad de Ingeniería de la UNAM.

Una vez obtenidas las condiciones de procesamiento para la película de poliácido láctico en función de diferentes espesores, se procedió a encontrar las mejores condiciones para poder generar una adhesión por anclaje mecánico entre la película plástica y papel, tomando en consideración que solo se tiene una presión en la máquina de laminado.

Como el material bicapa tiene el propósito de ser empleado como un empaque para gránulos secos es necesario conocer sus propiedades mecánicas mediante ensayos de tracción y de adhesión, esta última para determinar las capacidades de adhesión por anclaje mecánico, método de adhesión con el que no requiere del uso de alguna sustancia adhesiva; las pruebas de tracción con el objetivo de determinar la máxima resistencia del material bicapa a emplear y también se obtuvieron datos de un análisis de difracción de rayos X para conocer la cristalinidad del material.

La capacidad del papel, la película plástica y el material bicapa de ser compostable y biodegradable fue determinada mediante la realización de un ensayo de biodegradación al incubar los materiales en contacto con dos compostas, que actuaron como inóculo o fuente de los microorganismos potencialmente biodegradadores de este material. El proceso de biodegradación de los materiales se determinó por la pérdida de peso, a través del tiempo de incubación, generada por la acción metabólica de los microorganismos presentes en el inóculo de las dos diferentes compostas.

Se corroboró la presencia de una biopelícula sobre el material bicapa y la acción del consorcio microbiano (bacterias y hongos), con la observación de las muestras sometidas a la incubación a través de un microscopio óptico, buscando el rastro de la biodegradación y la pérdida del material bicapa al ser utilizado por los microorganismos como fuente de carbono.

Dicha observación permitió ver un consorcio microbiano mutidiverso y multiespecífico incrustado sobre la superficie de la película plástica, lo cual es indicativo de que el material fue objeto del metabolismo de los microorganismos, al utilizar el carbono de los materiales como posible fuente de alimento (carbono).

Capítulo 1. Estado del arte.

Materiales multicapa.

En ocasiones el empleo de un solo material para determinados usos no permite ofrecer una solución satisfactoria a los requerimientos de una aplicación en particular, es por ello que se pueden emplear diferentes familias de materiales, o bien, materiales con diferentes propiedades mecánicas y/o químicas que al combinarse ofrezcan un resultado deseado.

En los últimos años los materiales multicapa biodegradables han adquirido una gran demanda y han desplazado a los materiales plásticos convencionales, como podría ser el polietilentereftalato o PET, por las ventajas que ofrecen. Estos materiales se están empleando principalmente en la industria alimenticia.

Como ejemplo de estos materiales compuestos en capas se tienen los envases Tetra Pak[®], el cual se encuentra fabricado por capas de cartón, aluminio y polietileno. En donde cada uno de los tres componentes tiene una función específica, en el caso del aluminio es usado para proteger a los productos del oxígeno, los sabores y la luz; el polietileno con el fin de sellar, evitar que se viertan los líquidos y protegerlos de la humedad externa y finalmente el cartón que le da la rigidez suficiente al envase.

En este sentido el PLA (PLA por sus siglas en inglés, polylactic acid) se presenta como una alternativa a los materiales tradicionalmente usados como podría ser el caso del PET, PE (polietileno) o PP (polipropileno). Los materiales biodegradables ofrecen una ventaja frente a los plásticos que han sido utilizados por años, ya que al ser obtenidos de recursos renovables y de tener la capacidad de reintegrarse rápidamente al medio ambiente los hace sustentables, reduciendo con esto su impacto negativo en el planeta. Otra gran ventaja es que sus costos comienzan a ser más competitivos ya que sus precios cada vez se acercan más a los materiales tradicionales.

Poliácido láctico.

El PLA es un material biodegradable que se puede obtener de diversas especies vegetales y/o desechos de las mismas, ya que proviene de la fermentación microbiana de recursos naturales como el almidón, por ello su producción puede lograrse a partir de maíz, yuca, plátano, caña de azúcar, etc.

Desde 1990, la producción de PLA se basa en la fermentación de carbohidratos empleando bacterias pertenecientes al género de los *lactobacillus* o mediante hongos, lo que ofrece una opción más económica y amigable con el medio ambiente en comparación con la obtención de PLA a partir de acetileno o etileno [4].

Mediante la fermentación de carbohidratos para obtener PLA se abre una gran oportunidad de producir el poliácido láctico a partir de casi cualquier fuente de carbohidratos. Es decir, se puede hacer uso de residuos o subproductos agrícolas para su producción, ya que en ocasiones para la obtención de este tipo de materiales o como es el caso de algunos biocombustibles, su obtención

se realiza empleando productos comestibles, lo que ha provocado que sea criticado el empleo de alimentos para este tipo de aplicaciones.

Debido a los argumentos mostrados, es común observar que la mayor parte de los estudios sobre el PLA estén dirigidos en la obtención del polímero mediante el empleo de residuos o desechos regionales, con el objetivo de hacer una mejor disposición de estos desechos y a su vez ofrecer un polímero que sea amigable con el medio ambiente. Por ello la gama de fuentes para la obtención de PLA se vuelve muy amplia y variada.

Como ejemplo de la versatilidad en la obtención del poliácido láctico se ha logrado producir PLA a partir de almidón de yuca modificado con plastificante y agente antimicrobiano para poder elaborar películas biodegradables. Las modificaciones al material obtenido permitieron desarrollar un polímero con mejores propiedades mecánicas que las muestras sin aditivos. Además su rapidez de biodegradación se encuentra en buena medida restringida al agente inhibidor microbiano y al espesor del material obtenido, lo que da lugar a un mejor control del tiempo de vida de la película resultante [5].

En algunos países, se aprovechan los desechos del plátano para poder producir PLA. Esto se logra por la presencia de una gran cantidad de carbohidratos en la cascara del plátano, con lo que al realizar un proceso de policondensación directa se ha podido obtener poli(ácido láctico) con un peso molecular de $10,685 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, una temperatura de descomposición de $384 \text{ }^\circ\text{C}$ y un punto de fusión doble en 133°C y $140 \text{ }^\circ\text{C}$ [6].

Las propiedades del PLA están relacionadas con la proporción de dos enantiómeros D y L, que en función de esta proporción se traduce en diferentes propiedades mecánicas. Es decir, una presencia mayor de la mesoforma L ofrece un material con mejores propiedades mecánicas como pueden ser, un punto de fusión más alto, mayor resistencia a tracción, entre otras. Comercialmente, se puede encontrar PLA 100% L, de alta cristalinidad, y copolímeros de PLA formados por la unión de PLA con diferentes porcentajes de mesoformas D y L. En estos copolímeros, se ven afectadas propiedades como el punto de fusión y la cristalinidad [7].

Estos enantiómeros D-lactida y L-lactida son los primeros productos que se generan en la obtención del PLA, así como una mesoforma (meso-lactida), la proporción de los enantiómeros se modifica mediante los procesos de condensación para la obtención de un PLA con una presencia mayor de enantiómero L.

Las aplicaciones actuales del PLA son muy variadas ya que se puede emplear desde la producción de envases y empaques para alimentos, vasos, platos, entre otros productos. Esto gracias a que ofrece una buena capacidad de barrera a gases y estabilidad durante su vida útil. Por otro lado se puede emplear en el sector biomédico ya que se sabe que posee una alta biocompatibilidad por lo cual es usado para fabricar suturas, implantes, prótesis, matrices de liberación controlada de medicamentos, etc. [8].

Después de ser utilizado el PLA sigue ofreciendo ventajas, ya que no sólo se considera biodegradable lo que le permite terminar su vida útil bajo composta, sino que también puede ser reciclado y reutilizado, incinerado para producir energía o hidrolizado para obtener nuevamente ácido láctico, reduciendo en todos los casos el volumen de residuos sólidos en los rellenos sanitarios. En la medida

de poder llevar a cabo su recuperación, el PLA proporcionará un ciclo de vida con un impacto ambiental mínimo [4].

Plásticos compostables.

De acuerdo a la Real Academia Española, composta se define como: *humus obtenido artificialmente por descomposición bioquímica en caliente de residuos orgánicos* [9]. Con base en lo anterior, los plásticos compostables son una nueva generación de plásticos que pueden ser degradados con el uso de compostas [10]. Estos plásticos generalmente provienen de fuentes renovables como desechos orgánicos, celulosa, soya, ácido láctico (como el PLA), maíz, entre otras. Aunque actualmente existen plásticos derivados del petróleo que poseen la característica de ser biodegradables.

La característica principal de un plástico biodegradable es que su proceso de degradación es causado principalmente por la acción de microorganismos, lo que tiene como consecuencia la pérdida de peso molecular, el aumento de la solubilidad en agua y que otros tipos de degradación ocurran en paralelo [11]. El objetivo de incubar un plástico bajo composta es proveer de los microorganismos que posee la composta, para que el plástico sea utilizado como fuente de alimento por dichos microorganismos y de esta manera el plástico sea degradado.

En la *Figura 1* se observa una gráfica que muestra la diferencia en términos de la biodegradación bajo composta de algunos materiales biodegradables y compostables frente algunos que no lo son.

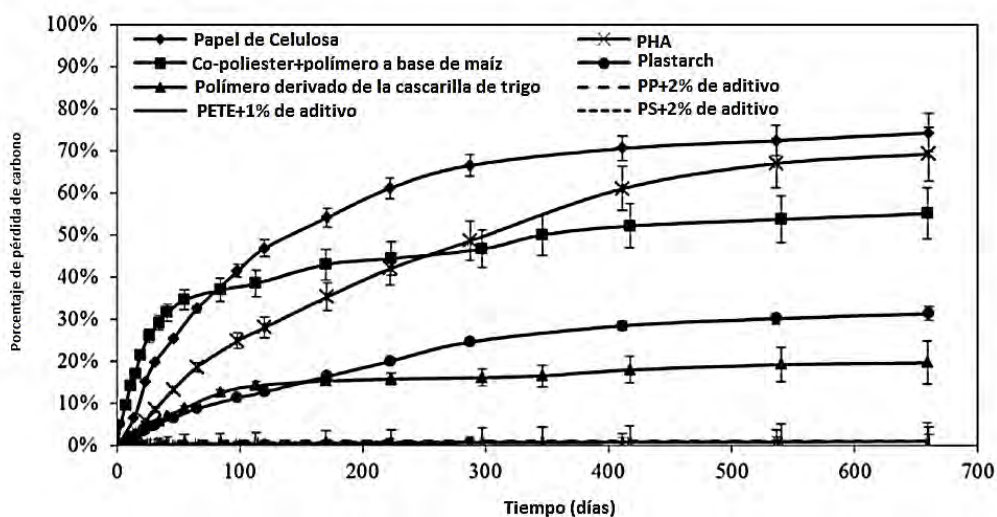


Figura 1. Degradación bajo composta de diferentes tipos de plásticos [11].

La *Figura 1* permite observar el comportamiento de diferentes tipos de plástico después de 650 días de incubación bajo composta. La composta utilizada fue hecha de una mezcla de 43% de un suelo orgánico, 43% de residuos agrícolas y 14% de arena. Se introdujeron dos tipos de plásticos, un primer grupo biodegradable, compuesto por: papel de celulosa, PHA (polihidroxialcanoatos), co-poliéster + polímero a base de maíz, polímero obtenido de la cascarilla de trigo y plastarch (combinación de almidón con diferentes tipos de plásticos biodegradables).

El segundo grupo de plásticos no son biodegradables y está conformado por: PS (poliestireno) y PP (polipropileno), ambos con un 2% de ECM MasterBatch Pellets. Aditivo utilizado en los plásticos con el objetivo de hacer biodegradable al material [12]. Un tercer material es PETE o PET (polietilentereftalato) con 1% de EcoPure, aditivo que se utiliza para favorecer la degradación de un plástico por medio de procesos químicos y biológicos dispuesto en un relleno sanitario [13].

Teniendo como parámetro de referencia la pérdida de carbono de las muestras, como evidencia del proceso de biodegradación de los plásticos, se observa que los materiales no biodegradables después de 650 días su proceso de biodegradación es casi nulo, situándose en valores cercanos a cero. Los aditivos utilizados como promotores de biodegradación no cumplen con esta función como se puede observar.

Por otro lado los materiales biodegradables presentan una pérdida de carbono de hasta el 80% después de 650 días de incubación. Sirviendo de ejemplo del comportamiento de un material biodegradable frente a uno que no lo es. En la *Figura 2* se puede observar el comportamiento bajo una composta del PLA con un periodo de incubación de 12 meses [14].

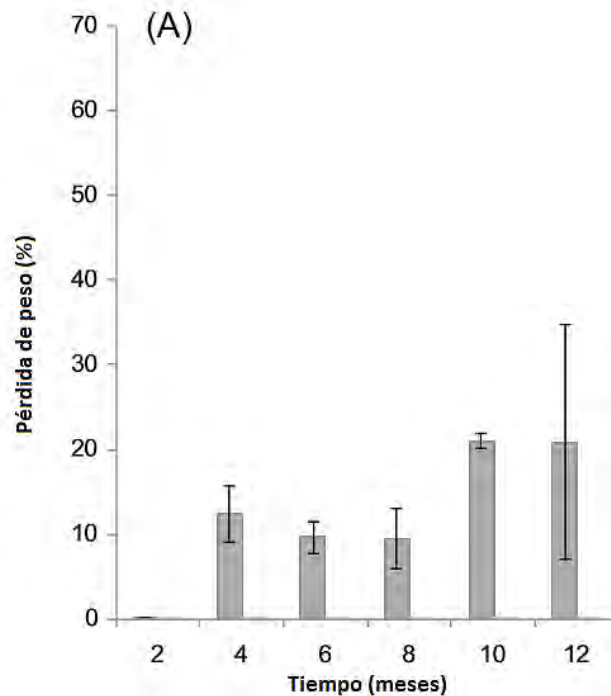


Figura 2. Tiempo de biodegradación de PLA bajo composta [14].

La gráfica de la *Figura 2* permite observar que después de un periodo de incubación de 12 meses el PLA presentó una pérdida de peso del 20%. La pérdida de peso es la evidencia del proceso de biodegradación que llevan a cabo los microorganismos presentes en la composta. Cabe destacar que, en el estudio citado no se describen las características de la composta.

El PLA que se muestra en la *Figura 2* tiene un comportamiento parecido al de la celulosa de la *Figura 1*, por lo que el material bicapa que se pretende obtener en este trabajo muestra su potencial para derivar en un empaque biodegradable y compostable. Con este hecho será posible ofrecer un empaque amigable con el medio ambiente.

Capítulo 2. Marco teórico.

Características del poliácido láctico.

El poliácido láctico es un polímero termoplástico. Es un poliéster alifático biodegradable que como gran peculiaridad tiene la característica de ser un material renovable, debido a que su obtención es a través del procesamiento del almidón de diversas especies vegetales. Presenta propiedades mecánicas, térmicas y de barrera comparables a las de polímeros como el poliestireno y el polietileno tereftalato [15].

El ácido láctico (ácido 2-hidroxi-propanoico) es una molécula quiral de las más simples, se presenta en dos estereoisómeros, los cuales se definen como: L- y D-ácido láctico [16].

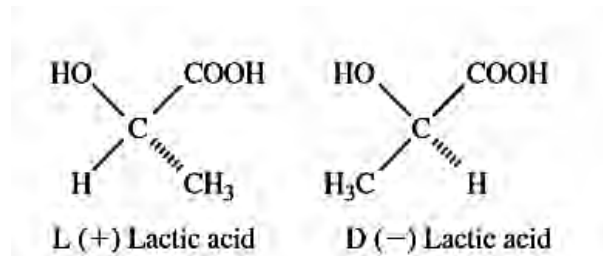


Figura 3. Representación del estereoisómero de ácido láctico [3].

Obtención de PLA.

La forma en que se obtiene el PLA es a través de un proceso de policondensación con lo cual se busca que el ácido láctico se pueda transformar en poliácido láctico y esto puede ocurrir de dos maneras: una es por el método de policondensación directa, o bien, por policondensación por apertura del anillo.

El primer paso en la obtención de poliácido láctico es la formación de oligómeros. Estos son moléculas que comienzan a unirse, pero poseen un bajo grado de polimerización y con cadenas muy cortas. En esta etapa del proceso aún no se cuenta con un polímero y es vital buscar incrementar el peso molecular y el tamaño de las cadenas hasta el punto en que se pueda considerar una macromolécula. Debido a que la energía de activación en este tipo de reacciones químicas es elevada, se requieren altas temperaturas para el proceso.

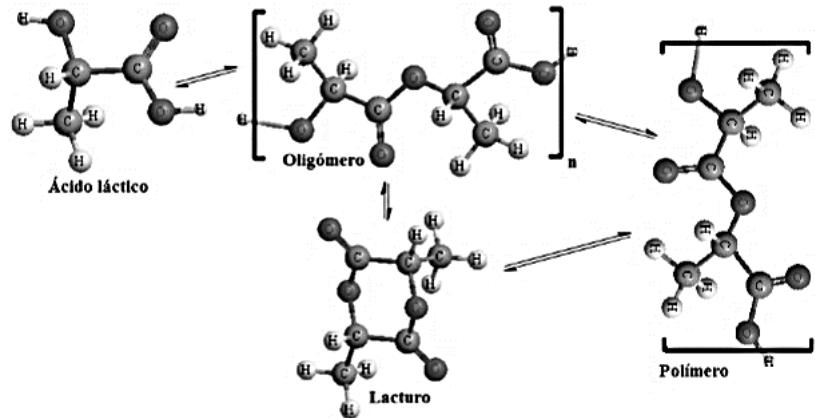


Figura 4. Esquema de obtención de PLA [4].

En el proceso de policondensación directa se inicia con una oligomerización o deshidratación, donde se esterifica por medio de una destilación reactiva al vacío. Posteriormente, se realiza una segunda etapa de polimerización, en presencia de una sustancia catalítica a alta temperatura y vacío. La policondensación por apertura del anillo se produce luego de una oligomerización homóloga, donde el oligómero sintetizado se despolimeriza con ayuda de un catalítico, al tiempo que por destilación azeotrópica (con un disolvente) o sublimación (puro) se obtiene el dímero cíclico del ácido láctico (lacturo), el cual, posteriormente es polimerizado con calor, vacío y en presencia de un catalizador [6].

La condensación directa del ácido láctico es una reacción de equilibrio que presenta dificultades para separar el agua del medio de reacción en las últimas etapas de la polimerización, lo que limita el peso molecular obtenido. El polímero obtenido es, por tanto, de bajo peso molecular, frágil y de escasa aplicación industrial [7]. Aunque en los últimos años el PLA de bajo peso molecular ha tenido gran aceptación en las aplicaciones biomédicas.

La manipulación de la composición estequiométrica del PLA provoca que se puedan modificar diversas propiedades del material tales como; punto de fusión o el grado de cristalinidad, propiedades que pueden modificar las condiciones de procesamiento del material y la biodegradación.

Propiedades físicas y químicas del PLA.

Las principales propiedades físicas del PLA se ven determinadas en gran medida por el grado de cristalinidad del material y su peso molecular. En otras palabras, al presentar bajo peso molecular se tiene como consecuencia una menor temperatura de fusión, menor resistencia mecánica y una menor resistencia a la degradación. Por otro lado, el PLA amorfo posee gran transparencia y brillo, lo que para el caso del mercado de los empaques resulta de gran utilidad.

La temperatura de procesado, como en cualquier plástico, es un factor de gran importancia. Por ello se deben conocer las temperaturas indicadas para su procesamiento y el poder garantizar que sus propiedades mecánicas no se vean afectadas. Las temperaturas de transición vítrea y de fusión son susceptibles a la presencia del isómero D, ya que su presencia resta pureza al material. Se conoce que, para procesos de inyección o de extrusión se recomienda alrededor de 96% de pureza en el

polímero a procesar. En la *Tabla 1* se muestra como es que la presencia del isómero D modifica las propiedades termodinámicas del PLA [17].

% ISÓMERO L EN PLA	T_G (°C)	T_M (°C)
100	60	184
98	61.5	176.2
92.2	60.3	158.5
87.5	58	ND
80	57.5	ND
45	49.2	ND

Tabla 1. Pureza óptica del PLA y propiedades [17].

La descomposición del PLA por alta temperatura ocurre normalmente entre los 230°C y los 260°C, aunque estos valores pueden variar por diversos factores como la permeabilidad, la presencia de aditivos actuando como catalizadores, el pH, peso molecular, pureza o la presencia de enzimas o bacterias.

La resistencia mecánica del poliácido láctico muestra el mismo comportamiento que sus propiedades termodinámicas. Es decir, la presencia de un mayor porcentaje de isómero L, mayor peso molecular y mayor cristalinidad traen como consecuencia la obtención de un material con mejores propiedades mecánicas.

El módulo de elasticidad bajo tensión del PLA muestra una resistencia muy parecida a la que tienen otros plásticos como el poliestireno. En la *Tabla 2* se muestra una comparación del PLA con 96% de pureza óptica y otros termoplásticos de uso común.

Material	Módulo de Young (MPa)	Módulo de flexión (MPa)	Deformación a la ruptura (%)
PLA 96%L	3834	3689	4
Poliestireno	3400	3303	2
iPP (Polipropileno isostático)	1400	1503	400
Polietileno de alta densidad	1000	800	600

Tabla 2. Propiedades mecánicas del PLA (96%L) y otros termoplásticos [17].

Como ya se ha mencionado la capacidad del material bicapa de absorber la menor cantidad de agua posible es vital para garantizar la preservación del producto en gránulos secos. La presencia de algunos elementos químicos en los polímeros puede favorecer la absorción de agua.

La existencia de átomos de Carbono, Hidrógeno y Flúor no repercuten en una gran absorción de agua. Por otro lado la presencia de átomos de Oxígeno y Cloro incrementan ligeramente este fenómeno. Al tener nitrógeno en las cadenas del polímero la absorción de agua se ve aumentada en gran medida. Además, el arreglo en las cadenas poliméricas influye en el proceso de transportación de la humedad, por ejemplo, el Nylon por la presencia de Nitrógeno en sus cadenas poliméricas tiene una capacidad de absorción de agua de hasta un 8.5%, pero el Nylon 6,6 presenta mayor capacidad de absorción que el Nylon 6,10 debido a que los átomos de nitrógeno no tienen la misma alineación.

Celulosa.

La celulosa es un material conformado a base de fibras vegetales obtenidas principalmente de las plantas superiores. Aunque también está presente en las algas, en muchos tipos de hongos y en los quistes de algunos protozoarios, lo que lo hace un material sumamente abundante.

En caso de las plantas superiores el grosor de dichas fibras puede variar dependiendo la especie de donde provenga la materia prima. Estructuralmente la celulosa está constituida por meros de glucosa ($C_6H_{12}O_6$), los cuales se pueden agrupar en cadenas largas lineales, lo que convierte a la celulosa en un polímero.

El contenido de celulosa de las plantas superiores no es fijo, su concentración tiene variaciones de acuerdo a la edad y el tipo de planta. El carbohidrato es especialmente abundante en materiales leñosos, en paja, rastrojos y hojas. Por ejemplo en pastos jóvenes y legumbres la celulosa representa alrededor del 15% del peso seco, mientras que en materiales leñosos puede ser del 50%.

Existen entre 2,000 y 10,000 (y en ocasiones más de 15,000) unidades de glucosa en la molécula de celulosa, pero el número de unidades de azúcar por cadena y el peso molecular de la celulosa varía en función de las especies vegetales de donde proceden. El peso molecular de la celulosa varía entre 200,000 hasta cerca de 2,4 millones [18].

Algunas de las principales características de la celulosa es que es un material insoluble en agua, presenta reacción química a oxidantes fuertes y es combustible. La poca solubilidad de la celulosa hace que se puedan obtener esteres de celulosa, a los cuales se le pueden dar múltiples aplicaciones como los acetatos de celulosa. Estos se pueden emplear como barniz o adhesivo, entre otros usos.

La celulosa se puede utilizar como aditivo para proporcionarle a un material la capacidad de ser biodegradable, por ejemplo en blísteres, empaques transparentes y otros tipos de empaque [19].

Papel.

El papel es un producto de fibras vegetales elaborado partir de la pulpa de celulosa tratada mecánica o químicamente. Además, estas fibras son afieltradas, es decir, unidas entre sí después de un amplio proceso industrial.

En la actualidad se fabrica papel a partir de madera, de bagazo de caña y de desperdicio de papel y de cartón y del reciclado de otros tipos de papel. La obtención de papel mediante la recuperación y

el reciclaje está dejando en desuso el resto de los materiales mencionados por razones económicas, de calidad y de disponibilidad [20].

Debido a que el papel proviene de una fuente renovable es posible el poder emplearlo en empaques biodegradables. Aunque es sabido, que en ocasiones es necesario agregar carbonato de calcio, caolina o talco, entre otros compuestos, para mejorar la calidad de impresión del papel, lo cual podría modificar algunos aspectos durante los procesos de biodegradación.

Su proceso de fabricación comienza con la obtención de las fibras de celulosa que hay en la madera; estas fibras pueden ser vírgenes (fibras que se utilizan por primera vez) o fibras recuperadas o recicladas, que en realidad son las mismas fibras en momentos diferentes de su ciclo de vida [21].

Una vez obtenidas las fibras de celulosa se determina el uso o aplicación que tendrá el papel mediante la adición de colorantes, aglutinantes u otros aditivos. Dependiendo de la aplicación o características del papel este se puede distinguir en base a su aplicación, su gramaje, la estructura superficial, el acabado o las materias primas con las que fue hecho.

Existen una gran variedad de papel y sus aplicaciones son aún más variadas. Ya que se pueden emplear desde embalajes, para impresión, higiene personal, empaques para alimentos, etc., y hasta como moneda en el caso del papel hecho con algodón. De la gran variedad de papeles que existen en el mercado se decidió utilizar papel estucado que también puede ser conocido como papel encapado, coated paper o por su designación más común de papel couché.

El papel estucado o papel couché es un papel que posee una superficie recubierta con el objetivo de darle diferentes cualidades al papel, incluyendo peso, determinado acabado superficial, brillo, suavidad o reducir la absorción de la tinta. El recubrimiento generalmente está hecho por sustancias minerales, aglutinantes y otros aditivos necesarios, tales como; endurecedores y dispersantes. Las sustancias inorgánicas utilizadas para el estucado comprenden principalmente el sulfato de bario, el carbonato de calcio, el silicato de magnesio, el óxido de cinc, el caolín y polvo metálico. Estos materiales se aplican generalmente con aglutinantes tales como adhesivos, gelatina, materias amiláceas (por ejemplo, almidón o dextrina), goma laca, albúmina o látex sintético [21].

El papel estucado es principalmente empleado en artes gráficas por su alta calidad de impresión y por ello se utiliza en la impresión de revistas, empaques, carteles, etc. Dado que, su superficie es no reflejante ofrece buena legibilidad y un brillo natural en las imágenes.

Otra de las grandes ventajas que ofrece este tipo de papel es que puede ser empleado en capas con la aplicación de adhesivos, con una excelente adhesión final en la mayoría de los sustratos de uso común entre los que se incluyen: papel corrugado, vidrio, metal, plásticos (PET, PP, LDPE, HDPE) entre otros.

Comercialmente el papel couché se vende en diferentes presentaciones y características, por ejemplo, con gramaje de 70 g/m² hasta los 350 g/m², con un acabado superficial mate, brillante o satinado; en bobinas (de hasta 6000m) de largo o en formatos pequeños.

En la *Tabla 3* se muestran algunas características de este tipo de papel, aunque debe tomarse en cuenta que existe una gran variedad de productores de papel couché, de presentaciones y aditivos

empleados. En consecuencia los datos que se muestran en la tabla, son una referencia de las características más comunes de este papel.

Propiedad	Especificación
Proporción de carbonato de calcio (CaCO ₃) [%]	20 o más
Coefficiente de fricción estática	De 0.35 a 0.67
Contenido de humedad [%]	3.7 a 5.5
Resistencia superficial [Ω]	5×10^9 a 1×10^{12}

Tabla 3. Características generales del papel couché [20].

Tipos de degradación de plásticos.

La degradación de un plástico se entiende como una serie de cambios en la estructura física y/o química que repercute directamente en las propiedades originales del polímero como pueden ser el color, resistencia mecánica, solubilidad, rigidez, pérdida de peso molecular, etc. Estos cambios son causados por diferentes factores entre los que se pueden mencionar la luz solar, oxidación, la radiación térmica del sol, cambios de temperatura o la degradación que es provocada por microorganismos.

La propia composición química es un factor importante en los procesos de degradación. La existencia de determinados grupos químicos que pueden estar presentes en la cadena principal, o bien, en las ramificaciones, según se trate de un polímero de estructura lineal o ramificada influye en la pérdida o en la conservación de las propiedades de un cierto polímero. Como es sabido, cualquier reacción química que afecte a un compuesto orgánico implica una ruptura de enlaces covalentes, por tanto, el valor de las energías de enlace puede dar información sobre la estabilidad de una cierta unión o grupo químico [22].

Sabiendo que las causas de la degradación en los polímeros son variadas a continuación se muestran los principales mecanismos de degradación en los polímeros y sus características principales.

➤ Fotodegradación.

Es la pérdida de peso molecular de un material por la acción de ondas electromagnéticas principalmente en el rango de la luz visible, es decir, que la degradación del material puede llevarse a cabo mediante la acción del sol sobre el polímero.

Existen diferentes factores que intervienen en el comportamiento de un polímero durante el proceso de degradación, algunos de tipo ambiental, como los que ya han sido mencionado y otros que son característicos de determinados polímeros como: su fabricación o procesado, tipo de catalizador, presencia de grupos carbonilo, hidroperóxido e instauraciones, morfología, propiedades del material y la cristalinidad. En el caso específico de los polímeros semicristalinos, la ruptura de cadenas se produce en la zona amorfa, lo que conduce a una reestructuración del material, con aumento de la fase cristalina y de grietas superficiales. La combinación de la división de cadenas y la acumulación de esfuerzos favorece la propagación de grietas que conducen a la fragilidad del polímero [23].

Según la naturaleza del grupo funcional cromóforo (moléculas responsables de la absorción de luz y del color), los polímeros se pueden clasificar en dos grupos:

Tipo A: no absorben directamente la luz solar, pues los grupos cromóforos son impurezas en la cadena principal, cadenas laterales o en los extremos de la cadena. Se suelen incorporar durante el procesado.

Tipo B: sí la absorben directamente, pues los grupos cromóforos son parte de la constitución química básica.

Estos grupos son los responsables en cierta medida de la fotodegradación en los polímeros debido a su mayor o menor reactividad con la luz.

➤ Degradación térmica.

Este tipo de degradación se presenta por el constante cambio de temperaturas, pese a que no es necesario llegar a las temperaturas de transición vítrea (T_g) o de fusión (T_m), ya que el prolongado cambio de temperatura, genera la disminución de las fuerzas de atracción entre moléculas lo que se ve reflejado en la pérdida de propiedades mecánicas del material; estos cambios de temperatura son los que se pueden dar por la exposición a los rayos solares durante el día y el enfriamiento durante la noche.

La temperatura de transición vítrea (T_g) es una propiedad muy importante en los polímeros, debido a que es la temperatura a la cual recibe la energía térmica suficiente para que sus cadenas experimenten un cierto desplazamiento relativo; a medida que esta energía aumenta (es decir, se produce un aumento de temperatura) este desplazamiento se intensifica, hasta que finalmente el polímero funde [23]. Por lo tanto un polímero que se encuentra por debajo de T_g presenta un estado reactivo bajo y de poca vibración de sus moléculas; mientras que en el caso contrario, al estar a una temperatura más alta que la T_g la reactividad de las moléculas que conforman el polímero es mayor así como la vibración de las mismas.

Tanto la fotodegradación como la degradación térmica, en esencia, degradan los polímeros bajo el mismo principio, que es provocar la ruptura de los enlaces de las cadenas poliméricas.

La pérdida de propiedades mecánicas causada por la degradación térmica se puede reducir al tener polímeros termoestables, que presentan grupos rígidos como lo son los anillos. Como consecuencia dotan de mayor cristalinidad y rigidez al polímero lo que se traduce en una mayor resistencia a los cambios térmicos.

Otra variable que puede intervenir en este tipo de degradación es la viscosidad, ya que durante el procesamiento de un polímero es posible que la viscosidad del fundido sea tal, que los esfuerzos cortantes o de cizalla provoquen un aumento en la temperatura dando como resultado la pérdida de propiedades mecánicas y de peso molecular.

➤ Oxidación.

Es el proceso de degradación generado por oxidantes, siendo los más usuales el ozono y el oxígeno de la atmósfera. Este proceso provoca una pérdida de propiedades mecánicas, siendo los elastómeros los plásticos más susceptibles a este tipo de degradación. Los cambios químicos ocasionados por la oxidación pueden estar combinados con la temperatura (termo-oxidación) o con la luz (foto-oxidación).

Los procesos de oxidación de los polímeros siguen un mecanismo en etapas de tipo radicalico. La primera etapa (iniciación) es promovida por una fuente de energía (térmica o radiante). Los radicales libres así formados experimentan sucesivos procesos de oxidación en la etapa de propagación. Como consecuencia, se forman peróxidos e hidroperóxidos, ambos inestables. Finalmente, en la etapa de terminación, estos compuestos químicos reaccionan entre sí y dan lugar a productos estables [23]. La oxidación de los polímeros es debida generalmente al grupo carbonilo, ya que tiende a formar productos estables, trayendo como consecuencia que las cadenas poliméricas se rompan, debilitando el polímero debido a la pérdida de peso molecular.

➤ Hidrólisis.

Es la degradación causada por la acción conjunta del agua y ácidos o bases fuertes. Los polímeros con grupos acetal, ester, amida, uretano y carbonato son susceptibles de sufrir procesos de hidrólisis. Esta reacción supone la adición de agua catalizada por ácidos y ruptura del grupo químico [24]. En este sentido la degradación por hidrólisis es el principal mecanismo de degradación del PLA, debido a que pertenece a la familia de los poliésteres, familia higroscópica.

La degradación por este mecanismo se presenta por el rompimiento de los grupos funcionales de las cadenas principales de un polímero que como consecuencia inmediata produce la pérdida de peso molecular.

Por lo tanto, para que este tipo de degradación polimérica tenga lugar, es necesario que en la cadena principal del polímero o en sus ramificaciones existan grupos hidrolizables. Tal es el caso de los poliésteres y poliamidas. Considerando lo anterior, el PLA es altamente susceptible a la degradación por hidrólisis debido al grupo ester que presenta en sus cadenas. También hay que señalar, que este tipo de proceso no es significativo a temperatura ambiente y pH neutro [23].

Si bien el pH neutro y la temperatura ambiente no son iniciadores de la degradación por hidrólisis, la variación del pH trae como consecuencia un cambio en la velocidad de degradación del polímero pudiendo acelerar o ralentizar las reacciones de hidrólisis. En relación a la temperatura, la velocidad de hidrólisis aumenta de forma significativa cuando el polímero se encuentra por encima de su temperatura de transición vítrea, T_g .

Dependiendo del carácter hidrofílico (permeabilidad al agua y solubilidad) de los grupos funcionales, del número de éstos, y de su accesibilidad (factor de vital importancia). Cuando la velocidad de absorción de agua es superior a la velocidad de hidrólisis, ocurre una degradación en masa. Al revés, tiene lugar una degradación superficial.

De igual manera la cristalinidad del polímero juega un papel importante, debido a que la fase amorfa de los polímeros es más susceptible a la degradación que la fase cristalina; los polímeros biodegradables por lo general son semicristalinos y es frecuente que en las primeras fases de degradación aumente el porcentaje de cristalinidad del polímero [25].

➤ Biodegradación.

Un polímero biodegradable hace referencia a un material que al estar bajo la acción de factores naturales tales como: diversos tipos de microorganismo (bacterias, hongos, algas, etc.) y procesos hidrolíticos presentan un cambio en sus propiedades mecánicas y químicas. Estos cambios que se pueden observar con la pérdida de resistencia mecánica y pérdida de peso molecular, entre otras.

La biodegradación de un polímero puede tener lugar de diferentes maneras, ya sea que al desechar un producto biodegradable su disposición en un relleno sanitario aporte los microorganismos necesarios para su proceso de degradación, o bien, que sea dispuesto bajo composta y de esta manera ser biodegradado. Estas compostas pueden ser de tipo industrial o de tipo caseras.

Basado en lo anterior se han hecho materiales mezclando polímeros con compuestos orgánicos para darles un carácter biodegradable. Como ejemplo, en películas de polietileno se puede encontrar un contenido del 5 al 10 % de maicena, que es un almidón, la cual le permite al polietileno ser biodegradable parcialmente. Recordando que la base del PLA es el almidón, se puede advertir que el material bicapa PLA-papel que se estudiará en este trabajo presenta un gran potencial para poder ser biodegradable en su totalidad [19].

Otro ejemplo que busca ofrecer productos amigables con el medio ambiente, son una serie de materiales como oxos y foto degradables que son aditivos que se emplean en los plásticos con la finalidad de darles el carácter de biodegradables, y que en efecto se pueden degradar por acción de factores ambientales, pero que apegados al término de plástico biodegradable se incumple con el mayor de los requisitos de la biodegradación que sería la acción predominante de organismos vivos en el proceso de degradación del material, por lo cual diversos autores no consideran a estos materiales como biodegradables.

Biodegradación de PLA.

Biodegradación.

Para que un material pueda ser considerado como biodegradable debe de ser capaz de descomponerse, como consecuencia de la acción de microorganismos, en dióxido de carbono o metano, agua, compuestos inorgánicos o biomasa. Si en adición al requisito anterior se es capaz de garantizar que los productos de la biodegradación no presentan toxicidad para el medio ambiente, podemos hablar de un material compostable. Debido a esta última restricción no todo material biodegradable es compostable.

Existen dos principales formas de biodegradación de un biopolímero las cuales están definidas por la presencia o la falta de oxígeno en el proceso. La biodegradación anaerobia se lleva a cabo en ausencia de oxígeno, caracterizándose principalmente por la producción de metano. Con la presencia de oxígeno se tiene lugar a una biodegradación aerobia en la cual se libera dióxido de carbono como subproducto principalmente. Cabe mencionar que en ambos casos la degradación del material debe llevarse a cabo principalmente por la acción de microorganismos como hongos, bacterias, etc.

Al ser un proceso que depende de la acción de microorganismos la velocidad de degradación se ve afectada por factores como la temperatura, presión, pH, tamaño de la muestra y tiempo. La biodegradación de los bioplásticos se presenta de forma irregular ya que al aumentar la concentración de enzimas la velocidad de degradación aumenta hasta un valor máximo para luego disminuir gradualmente.

Este cambio en la velocidad de degradación es causado por el crecimiento microbiano, debido a que dicho crecimiento se presenta de forma logarítmica como se observa en la *Figura 5* [26]. Ya que la biodegradación de los polímeros depende de los microorganismos, la velocidad a la que se lleva a cabo esta en función de dichos organismos.

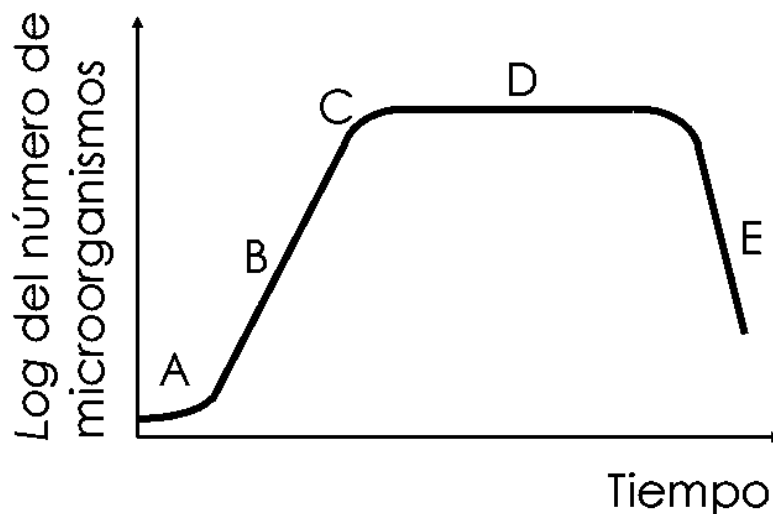


Figura 5. Representación de la curva de la curva de crecimiento [26].

La curva de crecimiento de la *Figura 5* está formada por cinco puntos principales los cuales se caracterizan por:

- A. Periodo de latencia o adaptación: no hay aumento significativo de la densidad celular, el crecimiento es asincrónico.
- B. Periodo de crecimiento exponencial, el crecimiento es sincrónico y se alcanza la máxima velocidad de crecimiento.
- C. Periodo de retardo desaparece el crecimiento exponencial, los microorganismos entran en estrés.

- D. Periodo estacionario: no hay cambios significativos de la densidad celular con respecto al tiempo, existe un equilibrio entre los microorganismos vivos y muertos.
- E. Fase en la que el equilibrio desaparece y predominan los microorganismos muertos. No hay nutrientes para el recambio y las condiciones del medio de cultivo son adversas para el crecimiento.

Para el caso del PLA se sabe que las regiones con un menor grado de cristalinidad presentan una mayor susceptibilidad a la degradación de microorganismos, lo que se puede observar en la tasa de pérdida de peso molecular, que es un 43% menor en las zonas cristalinas de este material.

La biodegradación del poliácido se puede realizar en tres principales medios: en un medio acuoso, bajo *compost* (o composta) o en suelo, en conjunto con la acción microbiana. Esta capacidad de biodegradación se debe en gran medida a la hidrólisis del propio material, ya que la hidrólisis provoca la ruptura al azar de los enlaces éster, lo cual se traduce en la difusión de oligómeros de PLA y del ácido láctico hacia la superficie, en donde son metabolizados por microorganismos, lo cual genera dióxido de carbono, agua y biomasa [4].

Degradación bajo composta.

El PLA al ser un biopolímero, durante su proceso de biodegradación se requiere la presencia de microorganismos que sean capaces de bioasimilar el material como hongos, bacterias o enzimas. Para el caso de las enzimas, por ejemplo, se sabe que el proceso de degradación enzimática se presenta principalmente en la superficie, debido a que como anteriormente se explicó oligómeros de PLA y ácido láctico son difundidos a la superficie. Existen enzimas como la llamada proteinasa K, la cual es obtenida a partir de un hongo, que son empleadas en estos procesos de biodegradación como el agente biológico encargado de metabolizar el material que se busca degradar.

Una vez dicho lo anterior parece posible biodegradar el PLA bajo composta (o *compost*) al ser este un proceso que se lleva a cabo de manera natural. La composta se puede definir como un abono orgánico que se forma por la degradación microbiana de materiales sometidos a un proceso de descomposición. Los microorganismos que llevan a cabo la descomposición o mineralización de los materiales lo realizan de manera natural como parte de su ciclo de vida [25].

Como ejemplo de la capacidad de biodegradación del PLA, se puede mencionar las pruebas realizadas en botellas obtenidas de este material (usando PLA NatureWorks®), las cuales se sometieron a degradación bajo composta hecha con excreta de bovino, virutas de madera y desperdicios de alimentos. Dichas pruebas mostraron que las botellas de PLA habían sido biodegradadas por completo después de 30 días [19].

Se ha observado que en condiciones de enterramiento en suelo la biodegradación no se presenta como en los casos documentados, ya que después de seis semanas no se ha iniciado el proceso de degradación. Esto es justificable por el hecho de que las pruebas de biodegradación en general son realizadas en condiciones favorables y controladas a una temperatura regulada de hasta 60°C lo cual a veces no es reproducible en condiciones no controladas.

La biodegradación de un polímero no solo depende de la reactividad de los microbios. Ya que la degradación química del polímero, puede afectar la degradabilidad antes de ser consumido por células vivas. Hay que tener presente que durante la biodegradación se pueden generar productos resultado de la degradación que pueden inhibir los procesos microbianos de la biodegradación. Otros factores que pueden modificar el tiempo de degradación que no tienen que ver con las condiciones experimentales, son aquellos propios del material como: la cristalinidad, masa molar promedio y distribución, la presencia de grupos hidroxilo. Otras variables a tener en cuenta que dependen directamente de las condiciones del experimento son: el pH, la temperatura, humedad, el uso de catalizadores, cargas en el material (como fibras de refuerzo o partículas metálicas), etc.

Biodegradación de celulosa.

La celulosa al ser un polisacárido, resulta ser un material que puede ser degradado por factores bióticos y ambientales. Ya que diversos microorganismos pueden metabolizar el carbono que contienen las cadenas del polisacárido, haciéndolo un material biodegradable. Por lo tanto, el empleo en conjunto con el PLA parece un factor favorable para obtener un empaque biodegradable.

La celulosa puede presentar cadenas largas y ordenadas unidas mediante enlaces tipo puente de hidrogeno, por lo que esta cristalinidad presente en el material se traduce insolubilidad, rigidez y resistencia al ataque enzimático. No obstante estas regiones cristalinas se pueden convertir en amorfas debido a la pérdida de algún enlace, lo cual propicia la hidrólisis de la celulosa permitiendo que la acción de enzimas se lleve a cabo y degrade paulatinamente el material.

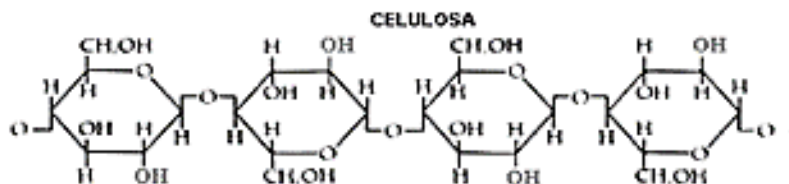


Figura 6. Representación de meros de glucosa presentes en la celulosa [27].

Tanto el almidón como la celulosa son polisacáridos de la misma unidad constitutiva, glucosa, pero las características individuales de cada compuesto tienen como consecuencia que el ataque microbiano que puedan presentar sea más fácil en el caso de la celulosa. El almidón es más resistente a la descomposición microbiana y enzimática. Debido a estas diferencias estructurales, de composición, se promueven dos poblaciones completamente diferentes en función del polisacárido [18].

Diferentes factores pueden afectar la tasa a la cual se metaboliza la celulosa por microorganismos. Los principales factores del medio ambiente que afectan la transformación son el nivel de nitrógeno disponible, la temperatura, aireación, humedad, pH, la presencia de otros carbohidratos y la proporción relativa de lignina [18].

La descomposición biológica de la celulosa puede llevarse a cabo a temperaturas cercanas al punto de congelación del agua hasta cerca de los 65°C. Los microorganismos celulolíticos son afectados de diferentes maneras por la temperatura.

La cantidad de aire disponible también afecta a la flora activa. Si bien la biodegradación se puede llevar a cabo en presencia y en ausencia de O₂ el metabolismo anaerobio es significativamente más lento que el metabolismo aerobio.

En medios alcalinos o de pH neutro, muchos microorganismos son capaces de crecer y liberar las enzimas apropiadas para la hidrólisis del polisacárido; mientras que en condiciones ácidas la biodegradación se debe en su mayor parte a la presencia de hongos.

Como se había mencionado la lignina afecta la descomposición de la celulosa. La lignina se encuentra en la pared celular de las plantas superiores, en íntima relación con la celulosa. La lignina por sí misma no es tóxica, pues si se agrega en al cultivos no se observa inhibición. La influencia de la lignina para reducir la susceptibilidad de la celulosa a la descomposición probablemente es un efecto físico resultado del entrecruzamiento estructural de la celulosa y la lignina [18].

Microrganismos.

Un microorganismo es un ser vivo o sistema biológico que solo es visible con la ayuda de un microscopio. En este grupo se incluyen, además de las bacterias, los hongos, virus, algas, levaduras, los protozoos y las rickettsias. Los microorganismos son seres vivos, lo que significa que son capaces de llevar a cabo funciones tales como comer, metabolizar, excretar, respirar, moverse, crecer, reproducirse y responder a estímulos externos [28].

Tipos de microorganismos.

Los microorganismos se presentan en la mayoría de los casos de una forma multivariada y multidiversa. Prácticamente todo lo que hacemos está influido por los microorganismos y su actividad en la tierra.

Para poder identificar y clasificar a un microorganismo, deben determinarse, con cierto grado de precisión, las características del mismo. Entre ellas, las principales son la siguientes [29]:

1. Características de cultivo: las sustancias nutritivas necesarias para el desarrollo y las condiciones físicas de un medio que lo favorezcan.
2. Características morfológicas: el tamaño de las células, su forma de agrupación, diferenciación en tinción e identificación de las estructuras.
3. Características metabólicas: la manera por la cual el microorganismo lleva a cabo sus procesos químicos biológicos.
4. Características de la composición bioquímica: la identificación de las principales características de los componentes de una célula.
5. Características antigénicas: la detección de los componentes especiales (químicos) que dan pruebas de similitud entre las especies.
6. Características genéticas: el análisis de la composición del ácido desoxirribonucleico (ADN) así como la determinación de la reacción que ocurre entre el ADN de los diferentes microorganismos.

Basado en lo anterior se hará a continuación una descripción general de los principales tipos de microorganismos que intervienen en el proceso de compostaje.

- Protozoos. Son organismos unicelulares que disponen de núcleo celular y mitocondrias. Son fagotróficos, lo que significa que ingieren a sus presas rodeándolos y envolviéndolos en su membrana celular. Son los animales más simples y abundantes en la naturaleza. Son capaces de alimentarse de sustancias inorgánicas y orgánicas disueltas, así como de otros organismos.

Tienen efectos sobre la estructura y función de las comunidades microbianas. Su eliminación disminuye la descomposición de la materia orgánica a nivel de suelo.

- Algas, cromistas. Son organismos fotosintetizadores que producen oxígeno y que disponen de clorofila similar a la de las plantas y otros pigmentos fotosintéticos. Su tamaño resulta extremadamente variable, desde las algas marianas que forman filamentos de 40m de longitud, a las especies microscópicas que viven en el suelo. Si bien son principalmente acuáticas, habitan en todos los ambientes terrestres.

Las algas son capaces de asociarse con los hongos para formar organismos complejos denominados líquenes.

- Hongos. Son esencialmente terrestres, aunque hay algunos que viven en el agua. Su nutrición es heterótrofa y carecen de clorofila. Según sean sus medios de vida se pueden clasificar en: los saprófitos, que viven en sustancias ricas en desechos tanto vegetales como animales en descomposición en sitios húmedos y temperatura media. Los parásitos, tienen diferentes anfitriones que incluyen animales y vegetales [30].

Los hongos están constituidos por masas de filamentos, llamados hifas, cuyo conjunto forma el micelio, producen cuerpos fructíferos o esporangios donde se forman las esporas.

En la mayor parte de los suelos bien ventilados, los hongos constituyen la fracción más grande de biomasa microbiana presente. Su distribución está determinada por la disponibilidad de carbono orgánico y precisan de agua para su actividad metabólica. Por lo tanto, los hongos son los principales agentes de descomposición de la materia orgánica, degradando moléculas complejas como la celulosa y el almidón.

- Bacterias, procariota. Son prácticamente omnipresentes ya que habitan casi todos los hábitats de la Tierra. Los científicos las consideran como los seres más numerosos del planeta. Una de las razones por las cuales son tan prolíficas es porque pueden utilizar una amplia variedad de fuentes de alimento. Algunas bacterias llevan a cabo la fotosíntesis, proceso mediante el cual utilizan la energía lumínica y el dióxido de carbono para sintetizar su alimento (autótrofas), algo parecido a lo que realizan las plantas. Otras obtienen su energía de moléculas inorgánicas como azufre, amoníaco o nitritos (quimiolitótrofas) y

algunas más se alimentan de la materia orgánica en descomposición (quimioorganótrofas) [31]. Las bacterias son capaces de descomponer materia orgánica e inorgánica (tanto de origen natural como sintético).

Las bacterias son organismos unicelulares procariontes, esto quiere decir que están formados por una sola célula carente de núcleo. Su ácido desoxirribonucleico (ADN) se encuentra libre en el citoplasma y no tienen organelos, como las mitocondrias, cloroplastos o aparato de Golgi. A pesar de su sencilla organización celular, cuentan con una pared celular (capa de polisacáridos) que envuelve la célula proporcionándole rigidez y protección. Son tan pequeñas que es imposible verlas a simple vista, solamente cuando llegan a agruparse formando colonias es cuando las podemos reconocer [31].

Las bacterias presentan muchas formas básicas. Fundamentalmente son esféricas (cocos), con forma de bastón (bacilos) y con forma helicoidal. Los espirilos forman espirales fijas y largas. Las espiroquetas forman espirales muy largas y no fijas.

- Saprófitos. Se denominan saprófitos todos aquellos organismos que viven sobre otros seres muertos, alimentándose de sus sustancias orgánicas en descomposición [32].

Frecuentemente son hongos o bacterias, pero también los hay que son protozoarios o plantas. Su función es esencial para degradar la materia orgánica y convertirla en componentes sencillos que pueden ser utilizados nuevamente por los organismos autótrofos. También se les llama organismos descomponedores ya que para su nutrición de los residuos procedentes de otros organismos, tales como hojas muertas, cadáveres o excrementos, con una digestión extracelular y externa [33].

- Organotrófos. Organismos que obtienen su alimento a partir de otros organismos o de los compuestos (hidratos de carbono, hidrocarburos, lípidos, proteínas, alcoholes) [34].
- Virus. Son los microorganismos más pequeños, mucho más reducidos que las bacterias. La mayor parte de los virus tiene un tamaño de 20nm a 30nm, incluso hasta menor. No se tiene la seguridad de sus funciones en el suelo, pero al tener la capacidad de infectar bacterias y demás microorganismos pueden interferir en los procesos que realizan dichos organismos.

Factores que favorecen la presencia de los microorganismos.

Un microorganismo presenta ciertos requerimientos básicos para su supervivencia [35]:

- Un ambiente favorable, con un pH adecuado, una temperatura apropiada y condiciones redox propicias.

La concentración de iones hidrógeno es de gran relevancia tanto para la vida como para el crecimiento de los microorganismos. En consecuencia, lo ácido o lo básico que sea el medio se traduce en efectos muy importantes para ellos. La mayoría de los microorganismos presentan un mejor crecimiento cuando la concentración de H^+ y OH^- es equilibrada (pH 7).

La temperatura es otro factor relevante que afecta a los microorganismos, aunque estos presentan distintos comportamientos en función de su valor. En este sentido la mayoría de las bacterias del suelo y del agua son mesófilas, es decir, la temperatura favorable para su desarrollo oscila entre 20°C y 45°C.

➤ Agua.

Los microorganismos al igual que los demás seres vivos del planeta están compuestos en su mayor parte por agua. Un microorganismo contiene entre un 70% a 85% de agua, su restante es materia seca. Además consta de un 50% de proteínas, de 10% a 20% de pared celular, 10% lípidos, entre 10% y 20% de ARN y de 3% a 4% de ADN [35]. Considerando lo descrito, deben tener una cantidad mínima de agua a su disposición para su correcto desarrollo.

➤ Nutrientes minerales.

Los microorganismos requieren una pequeña cantidad de nutrientes, aunque muy diversa, a los cuales se les llama micronutrientes. Reciben este nombre debido a esta pequeña cantidad requerida generalmente por las enzimas.

También existen microorganismos que requieren factores de crecimiento, aunque no todos, estos factores de crecimiento pueden ser, por ejemplo, vitaminas, nucleótidos, etc.

➤ Fuentes de energía.

La fuente de energía principal casi siempre es el carbono orgánico. Los microorganismos al igual que todos los seres vivos se pueden caracterizar por sus fuentes de carbono y energía. En este sentido se tienen dos principales grupos de microorganismos: los autótrofos y los heterótrofos.

Los organismos autótrofos obtienen todo el carbono para su biosíntesis a partir de CO_2 o HCO_3^- (bicarbonato). Mientras que los organismos heterótrofos, obtienen el carbono para la biosíntesis a partir de carbono orgánico.

Metabolismo.

El término metabolismo denota a todas las actividades químicas organizadas de una célula. Estas comprenden dos aspectos generales, la producción de energía y la utilización de energía [29]. En este contexto se espera que los microorganismos presentes en las compostas sean capaces de utilizar como fuente de energía el material bicapa.

Los microorganismos pueden agruparse de acuerdo a la clase de actividad metabólica que desarrollan como se muestra en la *Tabla 4*.

Tipo metabólico	Organismo
Fermentación	Procariontas, unos cuantos hongos
Respiración aerobia	La mayor parte de las procariontas, hongos y todos los animales
Respiración anaerobia	Solo las procariontas

Tabla 4. Caracterización de los organismos según su tipo metabólico [35].

La respiración aerobia es aquella que utiliza la oxidación de una fuente de electrones orgánica o inorgánica asociada a la reducción de oxígeno como último receptor de electrones para generar energía, es decir, el donador de electrones, un compuesto reducido, se oxida, a la vez que el receptor de electrones (generalmente el O₂) se reduce.

La respiración anaerobia en esencia se rige por el mismo principio, salvo que el aceptor de electrones no es el oxígeno, sino un ion inorgánico.

En el caso de la fermentación, hace referencia a las reacciones de oxidación-reducción internamente equilibradas de los compuestos orgánicos en las células que generan energía. Este proceso no requiere un aceptor de electrones externo, por lo que no necesariamente puede darse en presencia de oxígeno. Cabe destacar que el metabolismo respiratorio genera más energía que la fermentación lo que provoca que si un organismo es capaz de respirar invariablemente respirará para producir energía [35].

El proceso metabólico de los microorganismos se produce a elevada velocidad debida a su tamaño, ya que todos los puntos se encuentran relativamente cerca, por lo que el transporte de sustancias es rápido.

Extrusión de películas.

Extrusión.

La extrusión es un proceso de conformado en el cual un polímero fundido de alta viscosidad es impulsado a través de un cabezal. La forma del perfil extrudido dependerá directamente de la geometría de la sección transversal de la boquilla del cabezal [36]. Con este proceso podemos obtener productos tales como tubos, placas, hilos, etc.

Existen dos principales tipos de máquinas extrusoras: extrusora de pistón, la cual funciona como una bomba de desplazamiento positivo, en donde el flujo al reducir su volumen genera un aumento de presión. El otro de tipo extrusora es la extrusora de husillo, la cual se basa en los gradientes de presión, esfuerzo y energía potencial del flujo para lograr su objetivo.

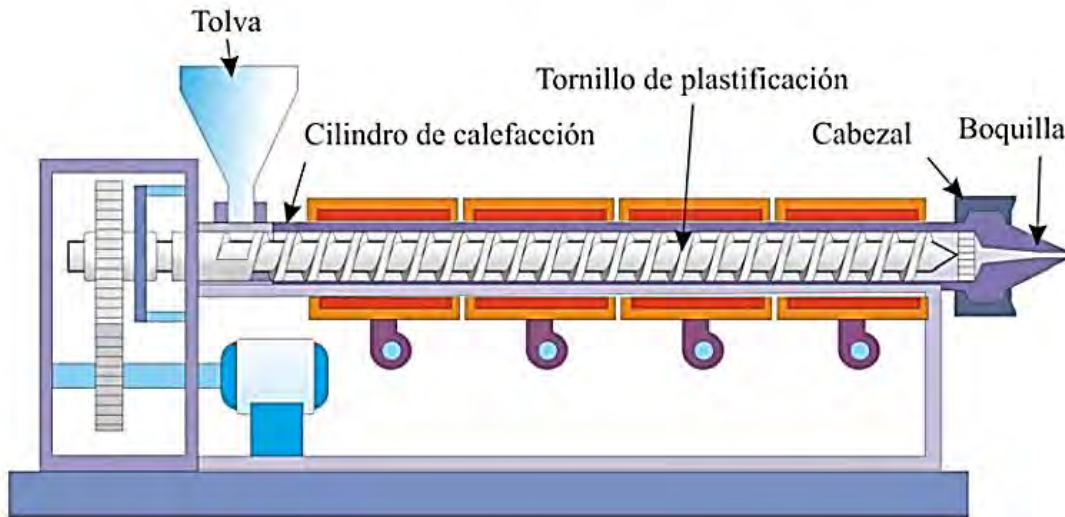


Figura 7. Esquema de máquina extrusora monohusillo [3].

Proceso de extrusión de película.

La extrusión de película delgada polimérica, consiste en obtener un perfil plano de material extrudido, el cual se logra al hacer pasar el material fundido por un cabezal para posteriormente pasar a los procesos de estirado y enfriado. Cabe mencionar que el espesor de la película depende en gran medida de la velocidad con la cual es tensado el perfil extrudido.

Dicho lo anterior, es posible que se presenten algunas inestabilidades en la película que se intenta obtener, tales como son ruptura frágil presente cuando el esfuerzo en la dirección axial supera la resistencia del polímero durante el tensado, o bien, la resonancia de estiramiento (vibración causada por el tensado de la película plástica) producida por diversos factores que dan como resultado la obtención de diferentes espesores en la película.

Métodos de obtención de película.

Existen dos principales formas de obtener películas plásticas:

A. Extrusión de película por dado plano.

Este proceso consiste en hacer pasar el plástico fundido por un dado plano para poder obtener la película o lamina deseada. Posteriormente la película pasa por un sistema de rodillos refrigerados. El espesor del perfil obtenido determina si trata de una lámina o una película, ya que si se superan los 250 μm de espesor se considera una lámina [36].

El espesor se determina en gran medida por la rapidez de tensado que se obtiene de los rodillos debido a que existe una relación inversamente proporcional entre la rapidez a la que se tensa la película y el espesor. Es decir, una alta rapidez de tensado implica un menor espesor, mientras una baja rapidez de tensado se verá reflejada en un espesor mayor.

B. Extrusión de película soplada.

Para esta forma de obtención de película, se hace uso de un cabezal anular; con lo cual el perfil obtenido es un tubo, al que se le llama burbuja. Posterior a la extrusión de la burbuja, se procede a introducir aire en la misma y finalmente ser jalada por unos rodillos.

A diferencia del primer proceso descrito, la extrusión de película soplada genera esfuerzos biaxiales en el material por la presión ejercida por el aire y la tensión producida. Esto se traduce en una mejor resistencia mecánica.

Dado de extrusión.

El dado de extrusión utilizado para obtener la película de PLA fue el desarrollado por medio del proyecto CONACYT número 199132, convocatoria C003V-2013-01. Como se puede observar en la *Figura 8*, es un dado de extrusión tipo percha, compuesto por dos placas.

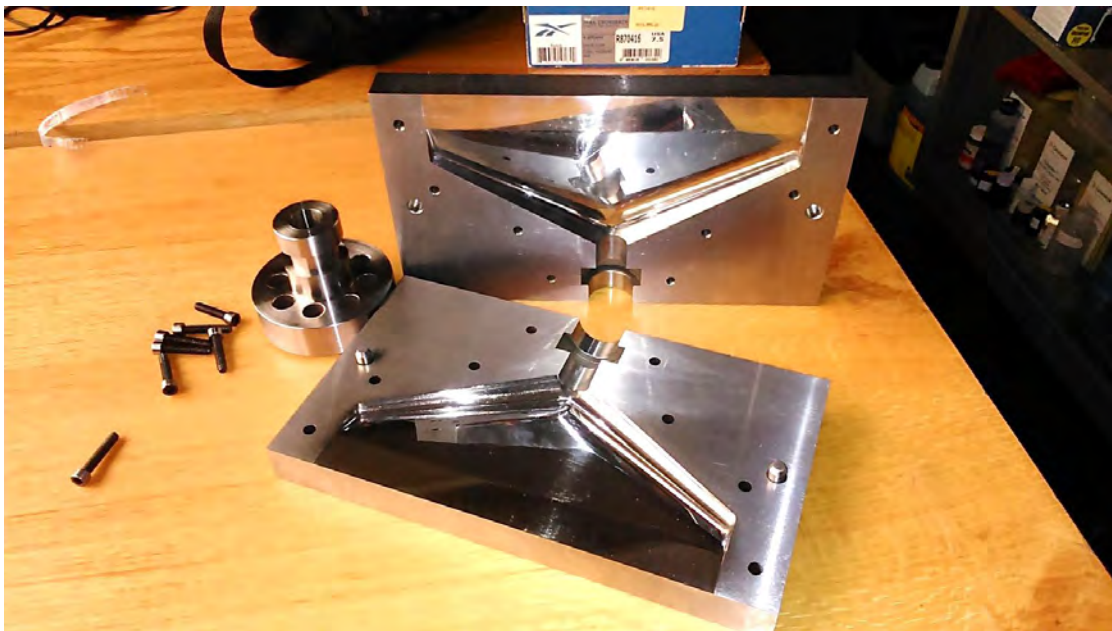


Figura 8. Dado de extrusión de película de la Facultad de Ingeniería, UNAM [3].

El método de enfriamiento que se utiliza para este sistema es por convección forzada, con aire a temperatura ambiente. De esta manera se genera una transferencia de calor desde el plástico, que sale del dado a una mayor temperatura que la temperatura ambiente y el aire que lo enfría. Con esto se logra el sustituir un sistema más complejo y costoso como lo sería un sistema de rodillos refrigerados.

La transferencia de calor por convección se realiza mediante dos mecanismos: transferencia de energía debida al movimiento molecular aleatorio (difusión) y transferencia mediante el movimiento global o macroscópico del fluido. El movimiento del fluido se asocia con el hecho de

que, en cualquier instante, grandes números de moléculas se mueven de forma colectiva o como agregados. Tal movimiento, en presencia de un gradiente de temperatura, contribuye a la transferencia de calor. Como las moléculas en el agregado mantienen su movimiento aleatorio, la transferencia total de calor se debe entonces a una superposición de transporte de energía por el movimiento aleatorio de las moléculas y por el movimiento global del fluido [3].

Método de obtención del material bicapa.

Para poder producir el material bicapa es necesario generar la unión entre la película plástica de PLA y el papel. Por tal motivo se requiere buscar el mecanismo más apropiado a dicho propósito, tomando en cuenta que dicho proceso de adhesión no debe comprometer la capacidad de permeabilidad y biodegradabilidad del material bicapa obtenido.

En la industria es posible encontrar una gran cantidad de adhesivos, los cuales tienen como función generar la unión superficial de otro material. Además, la presencia de adhesivos químicos podrían provocar un cambio en la capacidad de biodegradación del material bicapa. Aunque existen algunos adhesivos biodegradables se tiene la desventaja de que son a base agua, lo cual resulta contraproducente debido a la naturaleza hidrofílica del PLA.

Para poder lograr la unión entre ambos materiales es necesario identificar los principales mecanismos con los cuales se puede obtener la unión entre estas capas, estos son:

- Adhesión, la cual consiste en la fuerza de unión del adhesivo con el sustrato.
- Cohesión, es la fuerza interna del adhesivo.

Una vez dicho lo anterior se observa que existe una diferencia clara entre adhesión y cohesión. Por lo que en determinado momento al evaluar la unión de los materiales, esta diferencia puede dar cabida a que se presenten diferentes tipos de falla en la unión o desprendimiento.

En el caso del material bicapa PLA-Papel de este trabajo, no se utiliza ningún adhesivo. En esta tesis el papel y la película plástica se denominarán los sustratos de la unión, mientras que la interfase PLA-Papel del bicapa será designada como adhesivo.

Es posible evaluar la adhesión de dos sustratos simplemente realizando un ensayo de fractura de la unión adhesiva. Así, el fallo de una unión adhesiva puede ocurrir según tres posibles modos [37]:

1. Separación por adhesión: cuando la separación se produce en la interfase sustrato-adhesivo.
2. Separación por cohesión: cuando se produce la ruptura del adhesivo.
3. Ruptura de sustrato: cuando el propio sustrato rompe antes que la unión adhesiva o que la interfase sustrato-adhesivo.

Al momento de diseñar una unión adhesiva se busca que la rotura no sea en ningún caso adhesiva. Es decir, que la separación nunca se produzca en la interfase sustrato-adhesivo. Los modos de ruptura adhesiva no son nunca predecibles, debido a que la magnitud de la fuerza de adhesión

depende de un gran número de factores rara vez controlables en su totalidad. Mediante el conocimiento de las características mecánicas del adhesivo es posible saber bajo que valores de esfuerzo puede producirse la falla del adhesivo. En la *Figura 9* se ejemplifican las posibles fallas que se pueden presentar:

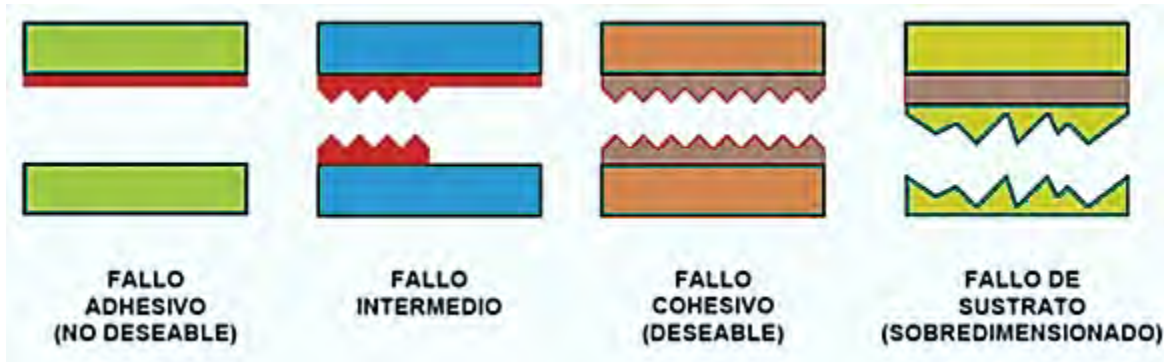


Figura 9. Representación de los tipos de falla de las uniones adhesivas [8].

Cuando se hace referencia a los mecanismos de adhesión producidos en la unión de materiales se observa que existen diversos tipos o modelos, como por ejemplo: adhesión mecánica, adhesión eléctrica, por difusión, por adsorción termodinámica, por uniones químicas y por cohesión, entre otros [38].

Considerando la problemática antes expuesta, en relación a lo que significa el uso de adhesivos químicos, uno de los objetivos fundamentales de este trabajo fue investigar un mecanismo fisicoquímico alternativo; de tal manera que, al generar la adhesividad requerida para producir el material bicapa, no se afecte la biodegradabilidad del PLA y no se interfiera con su naturaleza hidrofílica. En este sentido se ha optado por la opción de emplear el anclaje mecánico para poder generar la unión entre el papel y la película plástica

El anclaje mecánico hace uso de la rugosidad y la porosidad de las superficies de los materiales para poder lograr la adhesión de los materiales que se busca unir. En otras palabras el propio polímero funge como adhesivo en los poros del sustrato, que en este caso sería el papel.

Otra de las grandes ventajas que ofrece este tipo de adhesión es que no se toma en consideración la compatibilidad química entre el sustrato y el adhesivo. Por lo tanto, el éxito de la unión entre materiales por anclaje mecánico radica principalmente en la morfología de las superficies los materiales.

La manera en que se obtuvo el anclaje mecánico en este estudio, fue mediante método de laminado térmico ya propuesto en la tesis *Análisis e implementación del proceso de fabricación para una película biodegradable empleada en empaques multicapa* [3], con el que se buscó aumentar la temperatura y la presión en la película de PLA y el papel, para que de esta manera sea posible unir los sustratos y así obtener el material bicapa PLA-papel.

El equipo que se utilizó para el laminado térmico se muestra en la *Figura 10*. Este equipo permite regular la temperatura del laminado y la velocidad a la cual se realiza el mismo. En este equipo el laminado se realiza con una presión constante ya que este parámetro no se puede regular.



Figura 10. Laminadora JHC Lamimex 330-T usada en este trabajo.

Técnicas de caracterización.

Difracción de rayos X.

Los materiales (sólidos) pueden ser clasificados en función de su regularidad y repetitividad de sus átomos. Se define como un material cristalino aquel con una disposición repetitiva o periódica a lo largo de muchas distancias atómicas. Es decir, existe un orden de largo alcance tal que, los átomos se sitúan según un patrón tridimensional repetitivo, en el que cada átomo está enlazado con su vecino más próximo. Los metales, muchas cerámicas y ciertos polímeros adquieren estructuras cristalinas en condiciones normales de solidificación [39]. En el caso opuesto, donde no es posible identificar un arreglo repetitivo de los átomos o de largo alcance se habla de un material no cristalino o amorfo.

Los plásticos son formados por monómeros que se unen repetitivamente para formar cadenas largas. La repetitividad de los arreglos que pueden presentar los plásticos se traduce en una estructura de tipo cristalina. De acuerdo a la estructura se tienen tres principales configuraciones en los polímeros: polímero lineal, ramificado y entrecruzado [40].

Los arreglos que presentan los polímeros debido a su estructura y geometría regular, dan lugar a que se utilice el término de polímero cristalino. Este término en realidad hace referencia a un material semicristalino ya que los polímeros de este tipo no son completamente cristalinos. La presencia de ramificaciones en las cadenas o la copolimerización de varios monómeros presentan una limitante a la cristalización.

En los polímeros hay diferentes estructuras con variaciones de densidad electrónica. Por ejemplo, los polímeros semicristalinos pueden presentar estructuras de laminillas, las cuales se caracterizan

por tener una densidad electrónica superior en comparación a las regiones amorfas. El grosor de estas laminillas se encuentra en un rango de 10nm a 30nm y generalmente se ubican apiladas dando lugar a una estructura periódica en forma de esferas. Dicha disposición recibe el nombre de esferulitas.

Las regiones subyacentes a las laminillas son amorfas por lo que su densidad electrónica es menor. Este hecho hace posible estimar el diámetro de las esferulitas, con valores en un rango entre 1 μm y 1000 μm .

Otro caso de estudio es el que presentan los copolímeros de bloque. Estos sistemas se separan en dos fases formando estructuras ordenadas (laminillas, cilindros, esferas, etc.), dentro de la matriz del otro componente. Estas fases no necesariamente tienen la misma densidad electrónica.

El PLA semicristalino presenta estructura cristalina del tipo laminillas como las que han sido descritas. En la *Figura 11* es posible apreciar dicha distribución en una imagen obtenida por un microscopio de fuerza atómica (AFM, de sus siglas en inglés Atomic Force Microscope) [41].

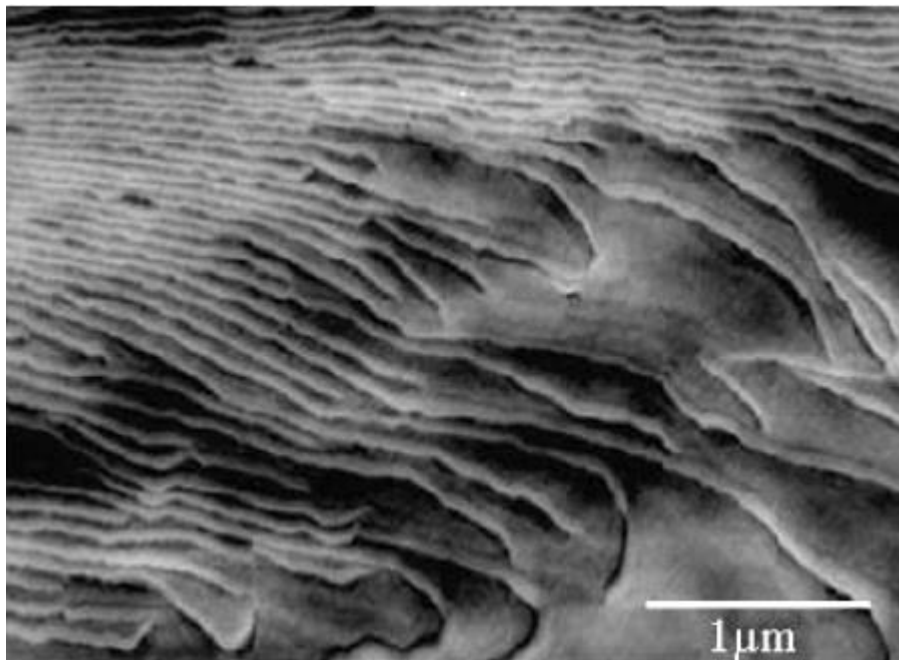


Figura 11. Estructura de laminillas en el PLA visto con AFM [41].

Teniendo en cuenta los argumentos anteriormente mencionados es necesario conocer el grado de cristalinidad del PLA y para tal efecto se puede hacer uso de la difracción de rayos X. Este estudio se basa en el fenómeno de difracción el cual ocurre cuando una onda encuentra una serie de obstáculos separados regularmente. Dichos obstáculos son capaces de dispersar la onda y están separados por distancias comparables en magnitud a la longitud de onda. Las ondas pueden presentar dos tipos de interacciones, una de tipo constructiva en donde las ondas se refuerzan y suman sus amplitudes (fenómeno de difracción) y la otra destructiva, donde las ondas no están en fase, por lo que las amplitudes se anulan [39].

Al hacer incidir un haz de rayos X, de alta energía y de corta longitud de onda, parte de esta radiación electromagnética se dispersa en todas direcciones por efecto de los electrones o iones que se encuentran en su trayecto.

En la *Figura 12* se presenta un diagrama donde se puede observar el fenómeno de difracción de rayos X. se observa que en el haz incidente se difracta al entrar en interferencia constructiva. Además, se observa que el ángulo con el cual entra la onda es el mismo ángulo con el cual sale difractada, cumpliendo con esto la Ley de Bragg. En el caso contrario, es decir, cuando no se presenta este fenómeno de difracción se puede hablar de una zona o material amorfo. La Ley de Bragg es una expresión matemática, la que permite modelar matemáticamente las direcciones donde se dan las interacciones constructivas sobre la superficie de un material.

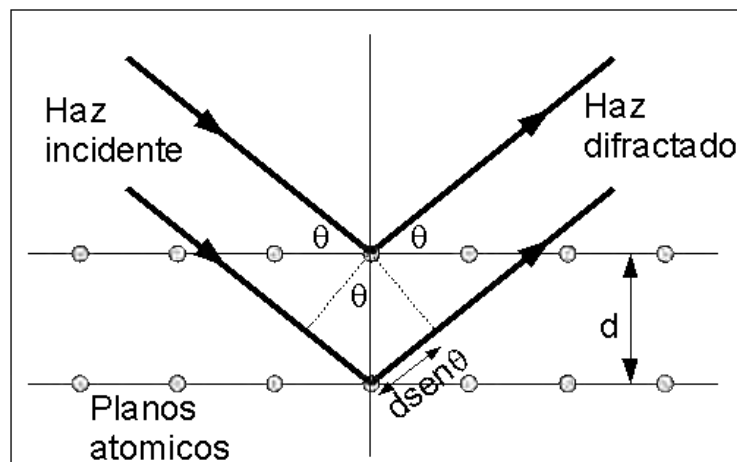


Figura 12. Representación del proceso de difracción de rayos X.

Haciendo uso de la *Figura 10* es posible explicar la Ley de Bragg. Se observan dos planos paralelos separados por una distancia d , donde un haz incidente de rayos X con una longitud de onda λ y un ángulo de entrada θ es difractado debido a una interferencia constructiva. De esta manera es posible obtener una expresión matemática que se conoce como Ley de Bragg (*Ecuación 1*), donde n es el orden de difracción que puede ser cualquier número entero, siempre que θ no exceda la unidad. La ecuación relaciona la longitud de onda de los rayos X y la distancia interatómica d con el ángulo del haz difractado.

$$n\lambda = 2d\text{sen}\theta$$

Ecuación 1. Modelo matemático de la Ley de Bragg.

Haciendo uso de la ecuación de Bragg es posible estimar el ángulo de difracción en sistemas semicristalinos, observando valores de periodicidad en una estructura de laminillas de $d=20\text{nm}$. Si utilizamos rayos X correspondientes a la radiación $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1.542 \text{ \AA}$). El ángulo de difracción θ será

igual a 0.22° . La técnica permite el estudio de defectos estructurales y superficies de ruptura de materiales poliméricos.

De acuerdo a lo anterior el estudio de difracción de rayos X hace uso de la Ley de Bragg y la difracción para poder determinar la cristalinidad o la no cristalinidad de los materiales sólidos monocristalinos analizados. También es posible analizar la distancia interplanar de los sólidos cristalinos. Otro de los métodos de difracción permite el empleo de una muestra pulverizada o policristalina.

El método de polvo cristalino es uno de los más utilizados y permite poder obtener datos de distancias e intensidades de una manera rápida y sencilla. Para ello es necesario llevar la muestra de material al tamaño de un polvo fino con la finalidad de obtener una gran cantidad de cristales de que sean capaces de difractar el haz de rayos X incidente.

Prueba de adhesión.

La adhesión es un conjunto de fuerzas o mecanismos que mantiene unidos un sustrato con una sustancia denominada adhesivo. Es decir se produce una fina capa, una interfase, existente entre el sustrato y el propio adhesivo. Las fuerzas o mecanismos se refieren tanto a las fuerzas creadas por las fuerzas intermoleculares, los enlaces químicos así como mecanismos de anclaje mediante rugosidad, adsorción y difusión [42].

Es necesario conocer la capacidad de la adhesión que se logra entre la película de PLA y el papel que conforman el sistema bicapa PLA-papel. Sabiendo que, el empaque bicapa no utiliza alguna sustancia adhesiva, en este trabajo se hará referencia como sustratos al papel y la película plástica, mientras que la interfase del sistema se denominará como adhesivo.

Para evaluar la adhesión del sistema bicapa se hará uso de la norma ASTM D1876-95 (la cual será detallada en el siguiente capítulo). Con la norma mencionada se busca obtener parámetros que permitan evaluar si es que se ha logrado la adhesión por anclaje mecánico y con ello evitar el uso de adhesivos.

La manera en que se realiza la prueba es similar a una prueba de tracción. Aplicando dos fuerzas en sentido contrario, como se haría en la prueba de tracción, se sujetan los extremos libres de una probeta, conformados por el papel y la película plástica respectivamente. Al aplicar la carga a la probeta, la sección adherida del sistema bicapa comienza a ser ensayada, salvo que la referencia en esta prueba no es el esfuerzo en la probeta debido a que la interfase sustrato-adhesivo es muy pequeña. Por tal motivo el parámetro que permite evaluar la adhesión es la carga por unidad de ancho de la probeta.

Prueba de tracción.

Con el objetivo de poder conocer el comportamiento mecánico de un material, se lleva a cabo un ensayo o prueba de tracción con el que puede obtener un diagrama esfuerzo-deformación. Para ello se utiliza una probeta a la que se le determina exactamente su sección transversal.

Los diagramas esfuerzo-deformación de los materiales varían en forma considerable. En un mismo material con diferentes probetas se pueden tener diferentes resultados, dependiendo de la temperatura de la probeta y de la velocidad de aplicación de la carga. Sin embargo, es posible

distinguir algunas características comunes entre los datos obtenidos de esta prueba y poder dividir los materiales en dos principales categorías. Teniendo así, materiales dúctiles y frágiles [43].

Los materiales dúctiles se caracterizan por su capacidad de fluir a temperaturas normales. Al someter la probeta a una carga que aumenta, su longitud se incrementa primero linealmente con la carga y a una tasa muy lenta. Después de cierto valor de esfuerzo la probeta experimenta gran deformación con una carga relativamente pequeña [43].

Los materiales frágiles se caracterizan por el fenómeno de que la fractura ocurre sin un cambio notable previo de la tasa de alargamiento. Es decir, no es observable una diferencia entre la resistencia última del material y la resistencia a la fractura.

Otra característica que se puede conocer de esta prueba es el módulo de elasticidad o módulo de Young, que relaciona el esfuerzo y la deformación de un material que está sometido a una carga. En otras palabras, se puede evaluar la rigidez o capacidad para resistir una deformación dentro del rango lineal.

Capítulo 3. Desarrollo experimental.

Extrusión de película de PLA.

Para poder obtener la película de PLA deseada se hará uso de la máquina extrusora con que se cuenta en el Laboratorio de Procesamiento de Plásticos de la Facultad de Ingeniería. Este equipo posee las siguientes características: máquina analógica marca *NIETO*, con una capacidad de procesamiento promedio de 30 kg/h de polietileno de alta densidad. Esta máquina opera con un motor de corriente alterna trifásica controlada por un variador de frecuencia, con el cual es posible modificar las velocidades de giro del husillo dentro del cañón. El husillo es para procesar polietileno cuyas dimensiones son: 104.3 cm de longitud y un diámetro de 4.97 cm, con ángulo cuadrado de 17° de inclinación y relación de longitud/diámetro (L/D) de 21:1.

El extrusor cuenta con cuatro zonas de control de temperatura, las cuales se denominan: alimentación, compresión, dosificación y dado. Las temperaturas de cada zona son reguladas según los requerimientos de procesamiento de la película a obtener. En la *Figura 13* se muestra la máquina extrusora con la que se realizó la obtención de la película plástica de PLA.



Figura 13. Máquina extrusora marca Nieto.

Material.

Se utilizó PLA comercial de grado extrusión, dicho material posee la capacidad de ser empleado en productos que requieran grado alimenticio, tiene una presentación de gránulos o “pellets” y listo para su conformado en el extrusor, previo secado. El material utilizado en este trabajo proviene de

la empresa Nature Works LLC, la cual designa al material como Ingeo Biopolymer 2003D y es distribuido por la empresa PromoPlast en México.

El PLA grado extrusión Ingeo Biopolymer 2003D cuenta con las características que se muestran la *Tabla 5*. Los datos mostrados son proporcionados por el fabricante.

Gravedad específica	1.24
Módulo de Young	3500 MPa
Porcentaje de elongación	6.0 %
Esfuerzo de cadencia	60 MPa
Temperatura de fusión	210°C
Temperatura de deformación bajo carga	55°C
Claridad	Transparente

Tabla 5. Características del PLA Ingeo Biopolymer 2003D [44].

Secado de PLA.

Para poder procesar el PLA es necesario retirar el contenido de agua en los pellets dadas sus características hidrosópicas. Esto, se traduce en una pérdida de propiedades mecánicas si se procesa como dicho contenido de agua medioambiental. Usualmente se emplea un secador de tiro forzado que permite el secado del material empleando aire caliente. Este proceso consiste en hacer pasar aire seco a una cierta temperatura por los pellets para que retire la humedad. Después de hacer pasar el aire caliente este es enfriado y la humedad que queda atrapada en el aire es condensada. De esta manera se consigue desecar el aire y así se puede volver a pasar de nuevo el aire por los pellets.

El tiempo de secado de los pellets de PLA depende de la temperatura a la cual se pretenda realizar este proceso, en otras palabras, a menor temperatura de secado se requiere un mayor tiempo y a mayor temperatura menor tiempo de secado; la temperatura de secado puede ser de hasta 100°C para el PLA comercial, ya que presenta una morfología molecular semicristalina y permite reducir el tiempo de secado. Para el caso de PLA con morfología molecular amorfa deben secarse por debajo de su temperatura de transición vítrea ($T_g = 60^\circ\text{C}$) ya que de lo contrario los pellets se comenzarán a fundir y unirse antes de ser procesados [45].

Respecto al secado, el fabricante Nature Works LLC, recomienda que el PLA tenga un contenido de agua menor a 250 ppm (0.025 %w/w) con un flujo de aire de 0.5 cfm/lb (minuto pie cubico por libra).

El proceso de secado no es posible llevarlo a cabo según recomienda el fabricante en las instalaciones del Laboratorio de Procesamiento de Plásticos, ya que no se cuenta con el equipo necesario para dicha función. Por lo cual, el secado se efectuó en una estufa de cultivo marca *Riosa* modelo EC51, la cual ofrece una temperatura máxima de 120 °C en 12 h de rampa de calentamiento, con tiro inducido. Con base en lo anterior y sabiendo que las condiciones de secado no se pueden cumplir a especificación del fabricante es necesario realizar un secado equivalente. Por tal motivo y haciendo uso del equipo existente, el secado se hace en un tiempo de 8 horas a una temperatura de 80 °C. Los tiempos de secado que se emplearon se tomaron de la tesis *Diseño y validación de un*

molde prototipo para un producto de plástico biodegradable [45]. En la Figura 14 se pueden apreciar los pellets de PLA Ingeo Biopolymer 2003D del lado derecho y del lado izquierdo la estufa de cultivo utilizada para realizar el proceso de secado descrito.



Figura 14. Proceso de secado de PLA y estufa donde se realizó.

Procesamiento.

En la *Figura 15* se muestra el dado plano tipo percha montado en la máquina de extrusión marca Nieto. A la salida del dado se observa el sistema de enfriamiento por aire con el cual se busca generar convección forzada para poder reducir la temperatura de la resina fundida.

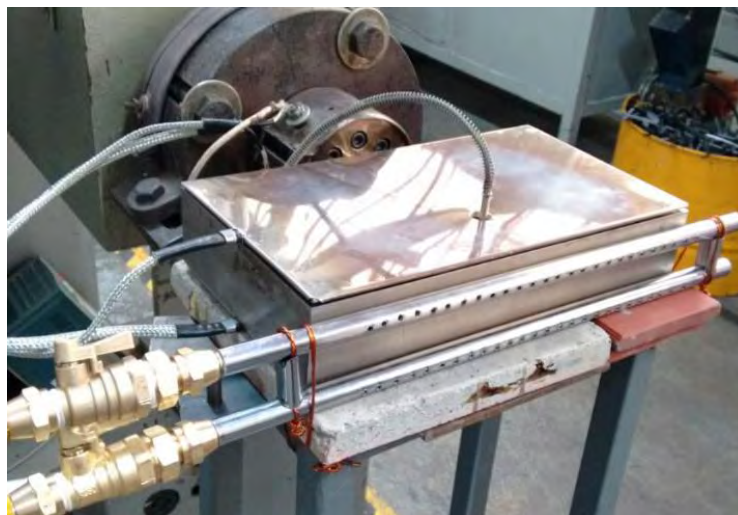


Figura 15. Dado de extrusión de película y sistema de enfriamiento por aire [3]

Los tubos que se encuentran a la salida del dado son los encargados de enfriar la película al suministrar aire a temperatura ambiente de manera continua. El enfriamiento por aire tiene un doble propósito el primero radica en enfriar el polímero y el segundo en conseguir un acabado superficial adecuado. Debido a que también es el responsable de producir irregularidades sobre la superficie de la película. Estas irregularidades serán aprovechadas en el proceso de adhesión según el método propuesto en la tesis *Análisis e implementación del proceso de fabricación para una película biodegradable empleada en empaques multicapa* [3].

El siguiente paso fue obtener la película plástica en las instalaciones de la Facultad de Ingeniería, que para tal efecto se requiero efectuar el proceso que se detalla a continuación.

La *Tabla 6* muestra las temperaturas recomendadas por Nature Works LLC para el proceso de extrusión de PLA Ingeo Biopolymer 2003D:

Zona	Temperatura (°C)
Alimentación	45
Compresión	190
Dosificación	200
Dado	190

Tabla 6. Temperaturas recomendadas por Nature Works LLC [44].

Como datos adicionales se recomienda que la relación L/D del extrusor sea 24:1 a 32:1 a una velocidad de giro del husillo de 20-100 rpm.

Sabiendo que la máquina de extrusión del Laboratorio de Procesamiento de Plásticos no cumple con la relación L/D recomendada, ya que el extrusor marca Nieto posee un relación L/D 21:1, fue necesario obtener un perfil de procesamiento acorde a las condiciones existentes.

En primer lugar se buscó determinar las temperaturas de procesamiento de cada zona del extrusor, para tal objetivo el extrusor se configuró a una velocidad constante del husillo (18 rpm) y así comenzar a variar las temperaturas de las cuatro zonas del extrusor cuidando de no llegar a la temperatura de descomposición del material. Con este proceso se buscó un rango de temperaturas dentro del cual no se observaran residuos sólidos en la película y evitando llegar a la temperatura de degradación del PLA. Los resultados obtenidos se muestran en la *Tabla 7*.

Prueba	Zona	Temperatura (°C)	Velocidad del husillo (rpm)	Observación
1	Alimentación	80	18	Alta resistencia del material a fluir , se observan partículas sólidas en la película
	Compresión	120		
	Dosificación	160		
	Dado	160		
2	Alimentación	80	18	Material con una menor resistencia a fluir, se observan pequeños fragmentos solidos
	Compresión	120		
	Dosificación	170		
	Dado	170		
3	Alimentación	100	18	La fluencia del material permite un buen procesamiento, no es posible obtener película con poco espesor
	Compresión	150		
	Dosificación	180		
	Dado	180		
4	Alimentación	100	18	El material se observa con buena calidad óptica y con buen manejo en el proceso de tensado
	Compresión	150		
	Dosificación	190		
	Dado	190		
5	Alimentación	100	18	Es posible obtener espesores menores y la película posee buena apariencia
	Compresión	150		
	Dosificación	200		
	Dado	200		

Tabla 7. Obtención de perfil de procesamiento.

Una vez determinado el perfil de temperaturas que permitiera obtener una película plástica que ópticamente no tuviera residuos sólidos y una fluencia que proporcionara una ventaja durante el proceso de tensado, se comenzó a variar la velocidad de procesamiento del extrusor regulando la velocidad de giro del husillo. Lo anterior con la finalidad de obtener diferentes espesores y de esta forma poder determinar el espesor que permita tener el mejor anclaje mecánico, así como conocer la influencia del espesor en el proceso de biodegradación.

Al tratar de obtener diferentes espesores fue de vital importancia el tener durante el procesamiento del PLA una fluencia adecuada, debido a que el proceso de tensado determina en gran medida el espesor final de la película, por lo cual si el material que sale del dado presenta gran resistencia a fluir sólo es posible obtener espesores grandes. Cuando tienes un polímero de baja fluencia al tensar rápidamente el material para reducir el espesor lo que se provoca es la ruptura de la película que se ha obtenido. El cambiar la velocidad del husillo no resulta útil tampoco en la búsqueda de película con espesores pequeños en el caso del material con poca capacidad de fluir.

En este sentido, para poder obtener una película de menor espesor, se procedió a elevar la temperatura del dado con la finalidad de obtener un material con mejor capacidad de fluir y con ello reducir la resistencia del material fundido durante el proceso de tensado, bajo estas consideraciones se reguló la velocidad del husillo a fin de reducir en la medida de lo posible el espesor. A continuación se muestra en la *Tabla 8* los espesores obtenidos y las condiciones bajo las cuales se procesó dicha película en la búsqueda de poder obtener un rango amplio de espesores y con ello evaluar cual es la mejor opción para el material bicapa biodegradable.

Espesor (μm)	Zona	Temperatura (°C)	Temperatura de masa fundida (°C)	Velocidad del husillo (rpm)
100	Alimentación	100	182	20
	Compresión	150		
	Dosificación	200		
	Dado	180		
90	Alimentación	100	183	19
	Compresión	150		
	Dosificación	200		
	Dado	180		
80	Alimentación	100	185	18
	Compresión	150		
	Dosificación	200		
	Dado	180		
70	Alimentación	100	191	17
	Compresión	150		
	Dosificación	190		
	Dado	190		
60	Alimentación	100	193	16
	Compresión	150		
	Dosificación	200		
	Dado	195		
50	Alimentación	100	194	15
	Compresión	150		
	Dosificación	200		
	Dado	200		
40	Alimentación	100	195	14
	Compresión	150		
	Dosificación	200		
	Dado	200		
30	Alimentación	100	196	12
	Compresión	150		
	Dosificación	200		
	Dado	205		
20	Alimentación	100	198	11
	Compresión	150		
	Dosificación	200		
	Dado	205		
10	Alimentación	100	206	10
	Compresión	150		
	Dosificación	200		
	Dado	205		

Tabla 8. Condiciones de procesamiento para la obtención de diferentes espesores.

En la *Figura 16* es posible apreciar la película de PLA saliendo del dado de extrusión, justo en el momento que se enfría por el aire que proporciona el sistema de enfriamiento para poder ser manipulada. El aire del sistema de enfriamiento cuenta con una presión máxima de 3.6 bar para el caso de la película con el mayor espesor. Para el caso de los espesores menores se reduce esta presión debido a que al entrar en contacto el aire con la película, la presión del aire provocaba el desgarre de la película plástica.



Figura 16. Película obtenida en el Laboratorio de Procesamiento de Plásticos.

El espesor de la película plástica con el uso de un micrómetro marca Mitutoyo 293-721-10, el cual se puede observar en la Figura 17.



Figura 17. Micrómetro Mitutoyo 293-721-10.

El procedimiento para determinar el espesor fue realizado de la siguiente manera: se efectuó una medición cada 5cm a lo largo de la parte central de la película. Es decir, se retiraron 3cm a cada lado de la película extrudida con el objetivo de reducir las variaciones de espesor. Cada medición conllevó una repetición por triplicado. Con este procedimiento fue posible obtener muestras del material extrudido donde la variación del espesor no afectara las pruebas a las que sería sometido.

El comportamiento térmico de la película de PLA al salir del extrusor y entrar en contacto con el aire se muestra en la siguiente tabla (*Tabla 9*):

Prueba Zona	Salida del dado (°C)	Salida del sistema de enfriamiento (°C)	A 30cm del dado (°C)	A 60cm del dado (°C)	A 90cm del dado (°C)
1	212	145	60	54	37
2	192	140	65	49	38
3	195	151	66	49	37
Promedio	199.67	145.33	63.67	50.67	37.33

Tabla 9. Comportamiento térmico de la película plástica

La primera temperatura fue medida a la salida del dado, justo antes de pasar por los tubos del sistema de enfriamiento. La segunda temperatura que se registró fue justo después de que la película pasó por el aire de los tubos, las medidas restantes de temperatura son en referencia al dado, ya que la distancia que se necesita entre la salida del dado y el aire de enfriamiento es mínima para que se enfrié lo suficiente para poder manipular la película.

Las condiciones de procesamiento a las cuales se obtuvieron los datos mostrados en la *Tabla 9* son las siguientes:

Zona	Temperatura (°C)
Alimentación	100
Compresión	150
Dosificación	190
Dado	190

Tabla 10. Condiciones de procesamiento.

A una velocidad del constante del husillo de 11 rpm, correspondiente al perfil de procesamiento de la película plástica de 20µm.

Difracción de Rayos X.

Como se mencionó, el PLA puede presentar cierto grado de cristalinidad, por tal motivo se realizó una prueba de difracción de rayos X con la finalidad de poder determinar el grado de cristalinidad presente en el PLA que se procesó para el presente trabajo.

La prueba consistió en preparar una muestra de PLA en polvo al moler los pellet de este material; para poder procesar la muestra fue necesario enfriarla con nitrógeno líquido antes de pulverizar los pellets para posteriormente ser pasada por una criba #60 la cual permitió tener un tamaño de partícula adecuado para realizar la difracción de rayos X.

La prueba se basó en hacer incidir un haz de rayos X con una longitud de onda determinada y observar si existía algún punto en el cual existiera difracción de este haz de Rayos X, lo cual significaría que se presentó una interferencia constructiva y por lo tanto el PLA tendría cristalinidad.

Proceso de adhesión.

La forma en que se busca obtener la unión entre el papel y la película es mediante adhesión por anclaje mecánico por tal motivo es necesario realizar un proceso de laminación en caliente para poder generar dicha adhesión; para tal efecto se utilizó una laminadora JHC LAMINEX modelo A3-330T, cuyos datos técnicos se muestran a continuación:

Laminadora JHC LAMINEX	
Modelo	A3-330T
Dimensiones (largo/ancho/alto)[cm]	590/330/185
Velocidad de laminado [mm/min]	15-160
Temperatura de operación [°C]	90-180

Tabla 11. Datos técnicos, laminadora A3-330

Se utilizó papel estucado o couché. El papel couché es fabricado por la empresa Torras Papel y distribuido por la empresa Pochteca. El papel está fabricado con celulosa en cuya superficie se aplica un recubrimiento de estuco y algunos componentes minerales para dotar al papel de una mejor imprimibilidad. Cuenta con recubrimiento multicapa en ambas caras del papel de acabado brillante [46]. Los datos que ofrece el proveedor del papel se muestran a continuación en la *Tabla 12*:

Característica	Unidad
Gramaje	150 [g/m²]
Espesor	110 [µm]
Humedad relativa	50 %
Opacidad	73 %

Tabla 12. Principales características del papel couché utilizado [46].

El proceso para poder realizar el laminado térmico se lleva a cabo por dos rodillos que ejercen una fuerza de compresión entre el papel y el PLA, en dicho proceso es necesario elevar la temperatura para poder generar la adhesión entre el sustrato y el adhesivo, para para este caso el papel ofrece la función de sustrato y el PLA de adhesivo.



Figura 18. Proceso de laminado.

El equipo de laminación permite regular dos variables durante su operación; una es la temperatura, cuyos intervalos de operación se muestran en la *Tabla 11* y la otra variable es la velocidad a cual se realiza el laminado. En la *Tabla 13* se especifican los parámetros utilizados para el proceso de laminado térmico.

Temperatura (°C)	Velocidad de laminado (cm/s)	Observaciones
140	2	La adherencia es pobre y no es uniforme
145	2	Adherencia baja
150	2	Mejora la adherencia pero no es uniforme
155	2	Presenta buena adherencia en los extremos aunque la parte central no la posee
160	2	En espesores menores a 40µm la adhesión es uniforme pero débil
165	2	En los espesores menores a 40µm la adhesión disminuye
170	2	Se mejora la adhesión en espesores mayores a 40µm pero baja en espesores menores
175	2	Se presenta la mejor adhesión para película mayor 40µm
180	2	La adhesión no es uniforme

Tabla 13. Condiciones favorables para laminado térmico.

Como se puede observar en la *Tabla 13* se realizaron incrementos de cinco grados buscando la temperatura que permitiera la mejor adhesión posible para posteriormente realizar las pruebas

mecánicas de adhesión y comprobar cual de las condiciones son las mejores, según sea el caso. En todos los casos la velocidad de laminado se mantuvo constante ya que al utilizar una velocidad menor la adhesión generada era poco uniforme, sobre todo en el caso de los espesores menores. En el caso de utilizar una velocidad mayor a la reportada y en específico en los espesores mayores a 40µm no era posible obtener una correcta adhesión.

Ensayo de adhesión para el material bicapa.

Para poder determinar el espesor que presentará mejor adhesión entre el papel y la película de PLA fue necesario hacer un ensayo de adhesión, dicho ensayo fue realizado bajo los términos establecidos en la norma ASTM D-1876 (Standard test method for peel resistance of adhesives T-peel test), por cual las fue necesario obtener muestras del material bicapa bajo las siguientes especificaciones:

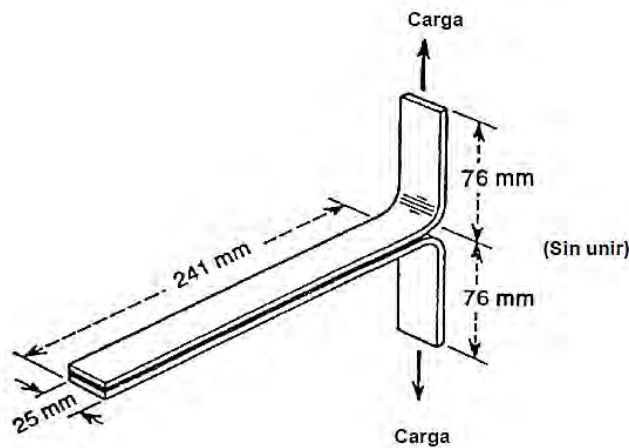


Figura 19. Dimensiones de las muestras según la norma ASTM D-1876.

La velocidad a la cual fue realizado el ensayo fue a un valor constante de 254 mm/min, según indica la norma antes mencionada.

Se realizó la prueba a cinco probetas, las cuales estaban clasificadas de acuerdo a su espesor, es decir, se obtuvieron diez grupos muestra comenzando con un espesor de 10 µm e incrementos de 10 µm hasta llegar a 100 µm. Todas las probetas fueron probadas bajo las mismas condiciones, las cuales se muestran en la *Tabla 14*.

Temperatura	22° [C]
Humedad [%]	59
Distancia entre mordazas	152.00 [mm]
Frecuencia de muestreo	10 [puntos/s]
Distancia interna de la probeta	101.20 [mm]

Tabla 14. Condiciones de la prueba de adhesión.

El ensayo se realizó en una máquina universal Instron 5500R, utilizando una celda de carga de 50 kg. Para poder efectuar la prueba fue necesario utilizar unas mordazas para sujetar los extremos sin adherir de las probetas con una capacidad máxima de cierre de 620.5 kPa como se muestra en la *Figura 20*.



Figura 20. Máquina de ensayos Instron 5500R con detalle de las mordazas utilizadas.

Material de referencia PE-Papel.

Con la finalidad de poder evaluar el comportamiento mecánico de adhesión entre el PLA y el papel utilizados en el presente trabajo fue necesario conocer el comportamiento de un empaque bicapa PE-Papel y así poder ofrecer un parámetro de referencia. Se hace referencia a este bicapa debido a que es un empaque comúnmente empleado para el mismo propósito que el que pretende sustituir el bicapa PLA-Papel. Es decir, ofrecer un empaque para productos con una presentación de gránulos secos.

Se realizó la caracterización del empaque de referencia polietileno-papel [8]. En dicho material de referencia se hace uso de un adhesivo para lograr la unión entre el polietileno y el papel. Cabe destacar que el bicapa PLA-Papel se produce debido a la adhesión por anclaje mecánico entre los sistemas implicados.

El método de ensayo utilizado para el bicapa PE-papel fue de acuerdo a la norma ASTM D-1876-95 *Standard test method for peel resistance of adhesives (T-peel test)*, a una rapidez de separación de 254 mm/min. Para dicha prueba se ocuparon velocidad y dimensiones (ver *Figura 19*) que establece la norma y que son las mismas que se ocuparon para el sistema PLA-Papel.

Prueba de tracción.

Como no se tenía antecedente de la resistencia mecánica de la película obtenida (por el método en patente [3]) se caracterizó bajo las condiciones que se presentan en la norma ASTM D638-14 (Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics). Para dicho efecto fue necesario cortar la película de PLA conforme a las especificaciones que la norma antes mencionada.

En este punto cabe mencionar que la norma D638-14 propone cinco tipos de probetas. Para este trabajo se seleccionó la del *tipo IV* ya que sus dimensiones eran las más apropiadas en función de las características de la película. Esto debido a que se reduce el error en los resultados a obtener; ya que se minimizan las posibles irregularidades en el espesor de la película plástica.

Las probetas a ensayar fueron obtenidas cortando la película con ayuda de un suaje con las dimensiones antes mencionadas y con la ayuda de una prensa que proporcionaba una fuerza de compresión de 4 toneladas. Se procuró que el corte no presentará ningún tipo de defecto que pudiera afectar el comportamiento mecánico de las probetas durante el ensayo de tensión; en la *Figura 21* se muestra el equipo usado para el corte de las probetas.



Figura 21. Imagen de la prensa y detalle del suaje utilizados para corte de película.

Las pruebas se efectuaron en una en una máquina universal Instron 5500R, utilizando una celda de carga de 50 kg, la misma utilizada en la prueba de adhesión y haciendo uso de las mismas mordazas (ver *Figura 20*).

La prueba se realizó a varias probetas de película de PLA con espesores de 60 μ m hasta 100 μ m. Se obtuvieron cinco grupos distintos que se ensayaron con diez repeticiones cada uno y bajo las mismas condiciones. Dichas condiciones que se muestran en la *Tabla 15*.

Temperatura	23° [C]
Humedad [%]	67
Distancia entre mordazas	25.40 [mm]
Frecuencia de muestreo	1 [puntos/s]
Distancia interna de la probeta	25.40 [mm]
Velocidad de cruceta	5 mm/min

Tabla 15. Condiciones de la prueba de tensión.

Prueba de degradación aerobia.

Como se explicó en el marco teórico, la degradación aerobia es aquella en donde se requiere la presencia de oxígeno para poder llevar a cabo los procesos metabólicos pertinentes de los microorganismos. Por tal motivo se recurre a hacer una prueba de biodegradación basado en el método ASTM D5338-96 (Standar test method for determining aerobic biodegradation of plastics materials under controlled composting conditions).

Esta prueba propone determinar el porcentaje de biodegradación del material bicapa bajo condiciones de composta mediante la medición del dióxido de carbono liberado después del proceso metabólico que llevan a cabo los microorganismos.

En este método lo que se busca es una forma acelerada y controlada de recrear las condiciones presentes en un relleno sanitario. Lugar en donde deberá ser dispuesto el empaque una vez finalizada su vida útil, esto con el fin de que sea objeto de un proceso de compostaje en dichos lugares.

El método no permite medir la toxicidad del empaque, el método solo permite medir y recrear la capacidad de biodegradación de un plástico. Aunque es sabido que el PLA y la celulosa no generan toxicidad en agua o suelo al ser degradados en compostaje.

Este método de prueba no resulta ser el más adecuado en la manera que se determina el porcentaje de biodegradación, debido a que propone que este parámetro sea calculado en base a la conversión de carbono en dióxido de carbono. Es decir, no toma en consideración que la composta por si misma aportaría dióxido de carbono a las mediciones, por lo que no sería posible determinar qué cantidad de dióxido de carbono pertenece a cada muestra y que cantidad proviene de la composta.

Tomando en consideración que el objetivo principal de esta prueba es recrear las condiciones de relleno sanitario, serán sometidos a biodegradación los componentes del sistema PLA-Papel, así como el bicapa obtenido. Con ello se determinará la capacidad individual y conjunta de los materiales. Las condiciones y características de las muestras serán descritas a detalle posteriormente.

Debido a la situación descrita, donde los materiales utilizados y el material bicapa se encuentran juntos en la misma prueba, se decidió que la mejor manera de saber la capacidad de biodegradación

de los materiales incubados sería mediante la pérdida de peso, por lo cual únicamente se estaría evaluando directamente el papel, la película y el bicapa, dando mayor certeza a los resultados.

Con el objetivo de determinar el porcentaje de biodegradación de los sistemas PLA-Papel, película de PLA y el papel couché, se requiere medir la masa de las muestras antes de ser incubadas y observar si existe pérdida de masa causada por la acción de los microorganismos. Para determinar la capacidad de biodegradación se empleará la *Ecuación 2*.

$$\%biodegradación = \left(\frac{m_i - m_f}{m_i} \right) \times 100$$

Ecuación 2. Obtención del porcentaje de biodegradación de las muestras estudiadas.

Donde:

m_i : masa inicial.

m_f : masa una vez transcurrido el tiempo de incubación.

Con los datos que se obtengan de la pérdida de masa de la prueba de biodegradación bajo composta, se obtendrá la velocidad de degradación. Esto con el objetivo de tener un parámetro adicional que permita analizar y observar lo que ocurre con el sistema bicapa.

La velocidad de degradación (v_d) se obtendrá mediante la *Ecuación 4*, que se muestra a continuación:

$$v_d = \frac{m_i - m_f}{\text{día de incubación}}$$

Ecuación 3. Velocidad de degradación.

Compostas utilizadas.

La prueba consistió en determinar el porcentaje de biodegradación del material bicapa, la película de PLA y el papel, por separado, haciendo uso de dos tipos de compostas (Composta 1 y Composta 2) como fuente de microorganismos degradadores, las cuales se diferencian por su tiempo de maduración.

Las compostas fueron proporcionadas por el Instituto de Geología de la U.N.A.M; obtenidas a través de pilas de una mezcla de residuos de jardinería y residuos orgánicos domésticos. Ambas compostas proceden de la planta de compostaje de Bordo Poniente.

En el caso de la Composta 1 se tiene un tiempo de 1 a 2 años de maduración, mientras que en el caso de la composta 2 su maduración es de 2 a 3 meses. Las compostas fueron mezcladas al 50% en masa, teniendo en cuenta el contenido de humedad de cada muestra para garantizar esta proporción.

Las compostas fueron mezcladas debido a que al tener diferentes tiempos de maduración, los microorganismos presentes tienen una mayor diversidad. Al mezclarlas se buscó tener un consorcio

microbiano diverso que proporcionara compostas con mayor efectividad en el proceso de biodegradación.

El porcentaje de humedad de cada composta se obtuvo mediante un secado a 40°C durante un periodo de tres horas con el objetivo de poder comparar la pérdida de peso al secar las muestras, este procedimiento se realizó hasta obtener peso constante por duplicado para la Composta 1 y la Composta 2, respectivamente. En la *Figura 22* se observan las muestras de compostas utilizadas para obtener el porcentaje de humedad.

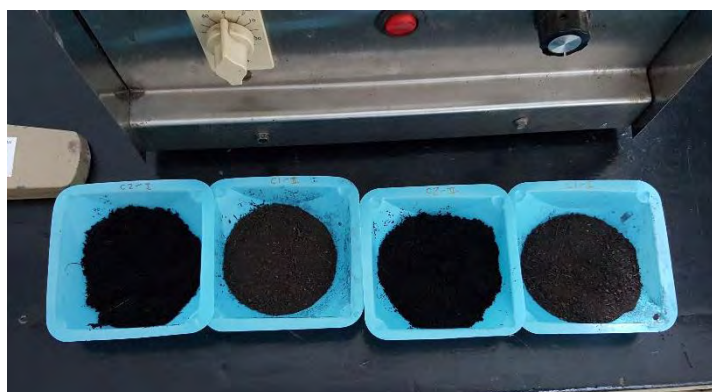


Figura 22. Obtención del porcentaje de humedad de las compostas.

El porcentaje de humedad se obtuvo con la *Ecuación 3*.

$$\% \text{ humedad} = \left(\frac{m_h - m_s}{m_h} \right) \times 100$$

Ecuación 4. Porcentaje de humedad de las compostas.

Donde:

m_h : masa sin secar.

m_s : masa seca.

En la *Tabla 16* se muestran los porcentajes de humedad obtenidos para cada composta.

Muestra	Masa del molde [g]	Masa inicial [g]	Masa final [g]	% Humedad
C1-I	2.09	14.66	13.77	7.08
C1-II	2.09	13.45	12.62	7.30
C2-I	2.09	19.26	17.87	26.02
C2-II	2.09	22.21	22.21	29.98

Tabla 16. Porcentajes de humedad de las compostas. .

Preparación de los tratamientos.

Una vez obtenidos los porcentajes de humedad de ambas compostas se procedió a realizar una mezcla homogénea de las compostas mencionadas para poder obtener dos tipos de tratamientos a partir de esta mezcla como se muestra en la *Tabla 17*.

Tratamiento	Descripción
1	Mezcla de la Composta 1 y Composta 2 al 50%
2	Mezcla de la Composta 1 y Composta 2 al 50%, con la adición de una solución al 50% de una mezcla de excretas 1:1 de bovino y caprino a partir de una mezcla homogénea tamizada de ambas excretas.

Tabla 17. Tratamientos utilizados en la prueba de biodegradación.

Al igual que la mezcla de las compostas fue necesario determinar el porcentaje de agua en ambas excretas para poder mantener la relación 1:1, los porcentajes se presentan en la *Tabla 18*.

Muestra	Masa del molde [g]	Masa inicial [g]	Masa final [g]	% Humedad
BO 1	2.09	3.77	3.24	31.55
BO 2	2.09	3.09	2.74	35.0
CA 1	2.09	2.88	2.5	48.10
CA 2	2.09	3.16	2.7	42.99

Tabla 18. Porcentajes de humedad de las excretas.

Muestras para prueba de biodegradación.

Como es sabido el PLA y la celulosa son materiales biodegradables, pero era necesario conocer los efectos que tiene la interacción de ambos materiales en el material bicapa, para tal efecto se requirió obtener muestras de la película de PLA, papel y el material bicapa y así poder determinar la capacidad conjunta y particular de biodegradación de los materiales mencionados en composta.

Para realizar la prueba se procedió a obtener muestras de cada material de 1cm² cada una, las cuales fueron introducidas en bolsas de organza 100% nylon con la finalidad de poder recuperar las muestras durante el compostaje para ser evaluadas. Cada bolsa contenía cinco muestras de película, papel o material bicapa según fuese el caso y se hizo por cuadruplicado para cada tratamiento. En la *Figura 23* se puede observar la bolsa y los cuadros de 1cm, en este caso de papel.



Figura 23. Muestra de papel y bolsa de organza utilizada en la prueba.

Para poder analizar el proceso de biodegradación se determinó que los tiempos de incubación serían de 4, 8, 16 y 32 días. Por lo que se requirieron muestras suficientes de cada material para cada uno de los tratamientos y controles para cada uno de los días mencionados, así como su repetitividad. Tomando en cuenta lo anteriormente mencionado, se utilizaron cuatro bolsas con cinco muestras para cada espesor de película, de material bicapa y de papel. Antes de esta prueba se determinaron dimensiones y pesos de cada muestra.

Compostaje de las muestras.

Una vez hechos los tratamientos (que se especifican en la Tabla 17) y con las muestras necesarias, el siguiente paso consistió en poner bajo compostaje los materiales a estudiar. Para este propósito se requirió el uso de frascos de vidrio para que de esta forma fuera posible hacer capas alternadas de los tratamientos y los materiales.

Se comenzó colocando una capa de los tratamientos en el fondo del frasco de vidrio seguido de la bolsa con los materiales a analizar, para posteriormente cubrir con la composta la muestra y así sucesivamente hasta tener los cinco diferentes espesores de película, material bicapa y papel como se observa en la Figura 24.



Figura 24. Siembra de muestras de capas alternadas en Tratamiento 1.

Las muestras fueron impregnadas con una solución para cada tratamiento. A partir de una mezcla homogénea tamizada de 50 g de la mezcla correspondiente a cada tratamiento, la mezcla se diluyó hasta tener 100 ml. Esto con la finalidad de que todos los materiales estuvieran cubiertos por el inóculo correspondiente de cada tratamiento. En la *Tabla 19* se presenta la suspensión empleada para cada tratamiento.

Tratamiento	Tipo de suspensión
Tratamiento 1	Suspensión hecha de la mezcla de las Compostas 1 y 2
Tratamiento 2	Suspensión hecha de la mezcla de las Compostas 1 y 2, con la adición de las excretas 1:1 de caprino y bobino

Tabla 19. Suspensiones utilizadas en los tratamientos de la prueba de biodegradación.

Al terminar de colocar todas las capas necesarias se requirió hidratar el contenido de los frascos, haciendo uso de las suspensiones antes mencionadas para cada tratamiento; se agregaron 20ml de suspensión a cada frasco evitando la saturación del mismo, ya que al saturar las compostas con la suspensión, el oxígeno presente es desplazado por lo cual se induce una biodegradación anaerobia.

En la *Figura 25* se muestran las suspensiones utilizadas en cada tratamiento y el proceso mediante el cual se impregnaron las muestras con el inóculo.



Figura 25. Suspensiones e impregnación del inoculo.

Finalmente todas las muestras fueron cubiertas con papel aluminio para evitar la pérdida excesiva de humedad y puestas en un ambiente controlado a 37°C, en una cámara de calor y secado marca Binder.

Capítulo 4. Resultados.

Cristalinidad en el PLA.

La prueba de difracción de rayos X hecha al PLA Ingeo Biopolymer D2003 arroja como resultado que su estructura atómica presenta cristalinidad, ya que como se puede observar en la *Figura 26* hay presentes crestas en la gráfica lo cual se traduce en una interferencia constructiva y por lo tanto en un región cristalina como era de esperarse para este material. Cabe mencionar que esta prueba fue realizada en PLA antes de ser procesado.

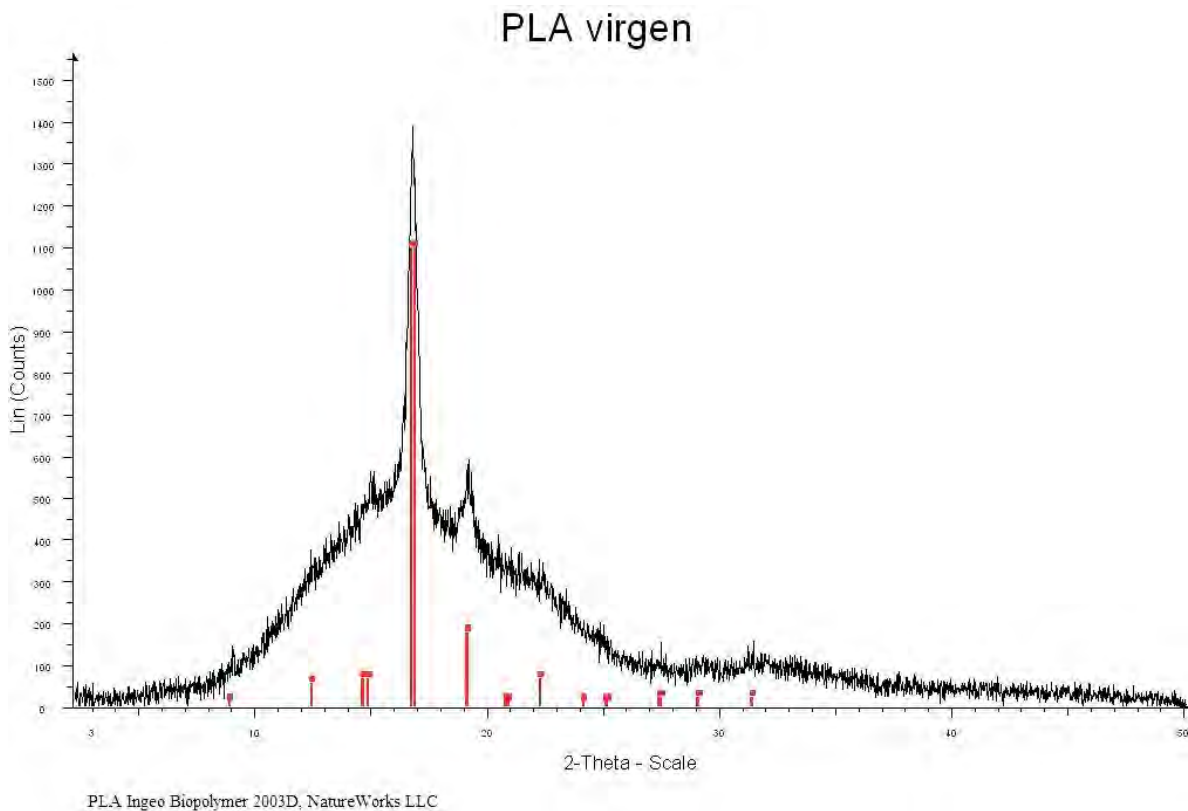
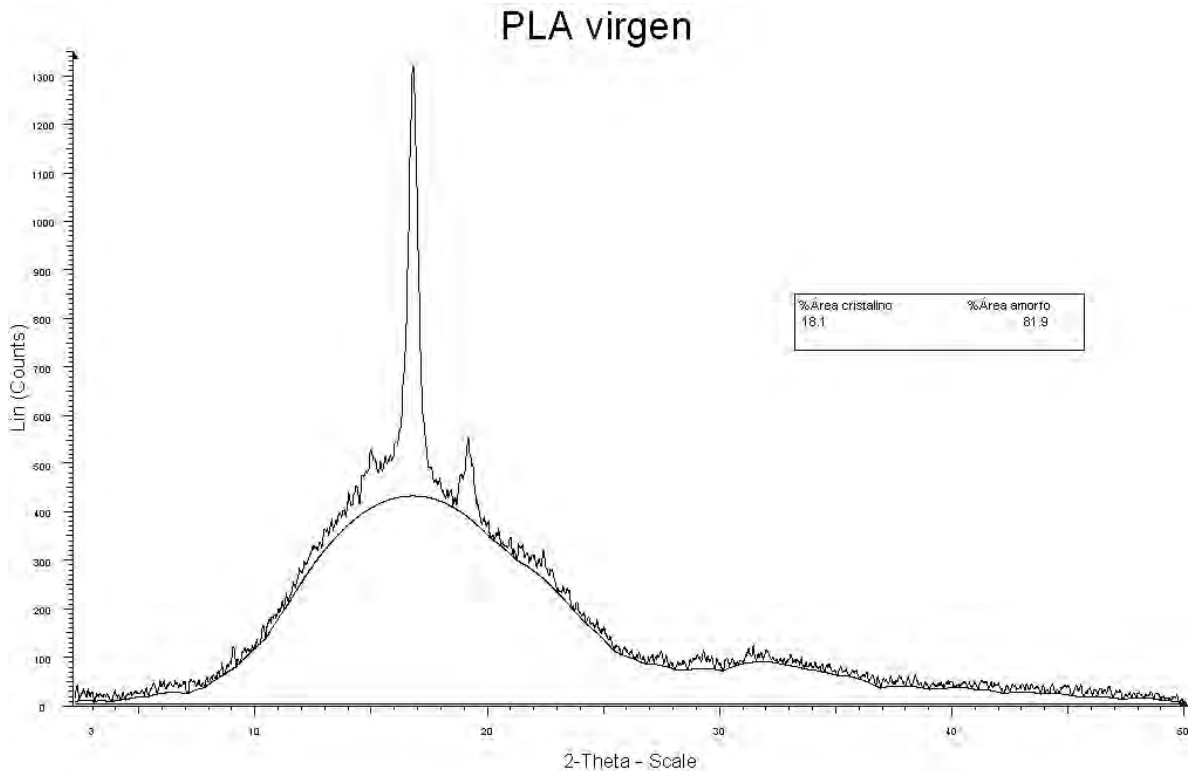


Figura 26. Cristalinidad del PLA Ingeo Biopolymer D2003.

A diferencia de un material con mayor de grado de cristalinidad como podría ser un material metálico, el PLA virgen que se estudió presenta una sola cresta lo cual es indicativo que si bien posee cristalinidad no la posee en gran medida. Se observa una banda ancha característica de materiales mayoritariamente amorfos. En torno a los 17° destaca la presencia de una banda de alta intensidad que coincide con el pico característico del PLA cristalino.

Por lo anterior fue necesario conocer la proporción de cristalinidad presente en el PLA a procesar para la obtención de la película plástica, para dicho propósito en la *Figura 27* se observa el análisis realizado a la difracción de rayos X para conocer el porcentaje de cristalinidad. El análisis realizado

permite saber que el 18.1 % de área de la muestra presenta cristalinidad, mientras que el 81.9 % del área se encuentra en fase amorfa.



PLA Ingeo Biopolymer 2003D, NatureWorks LLC

Figura 27. Análisis del porcentaje de cristalinidad de la muestra.

El enfriamiento por aire de la película de PLA extrudida en dado plano, como fue propuesto en la tesis *Análisis e implementación del proceso de fabricación para una película biodegradable empleada en empaques multicapa* [3], tiene como consecuencia que la película plástica no presente cristalinidad. Lo que es posible observar en la *Figura 28*.

En la *Figura 28* se observan tres muestras de película de PLA extrudidas bajo las condiciones aquí descritas. Tras la realización de la prueba de difracción de rayos X es posible determinar que no hay ningún tipo de interferencia constructiva, solo bandas anchas características de materiales de naturaleza amorfa, con lo que se puede afirmar que en la película extrudida predomina la fase amorfa.

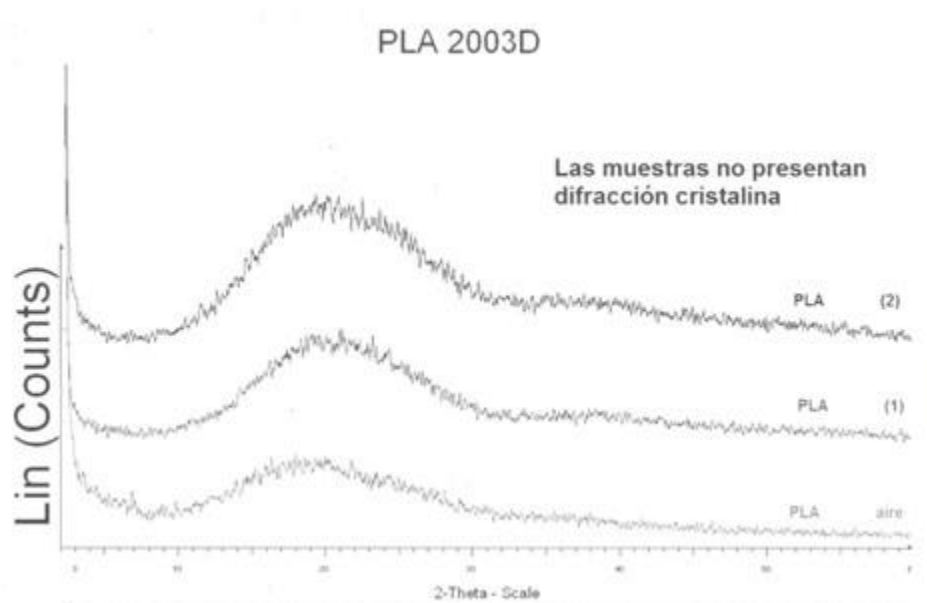


Figura 28. Difracción de Rayos X a muestras de película de PLA enfiada por aire.

Adhesión del material bicapa.

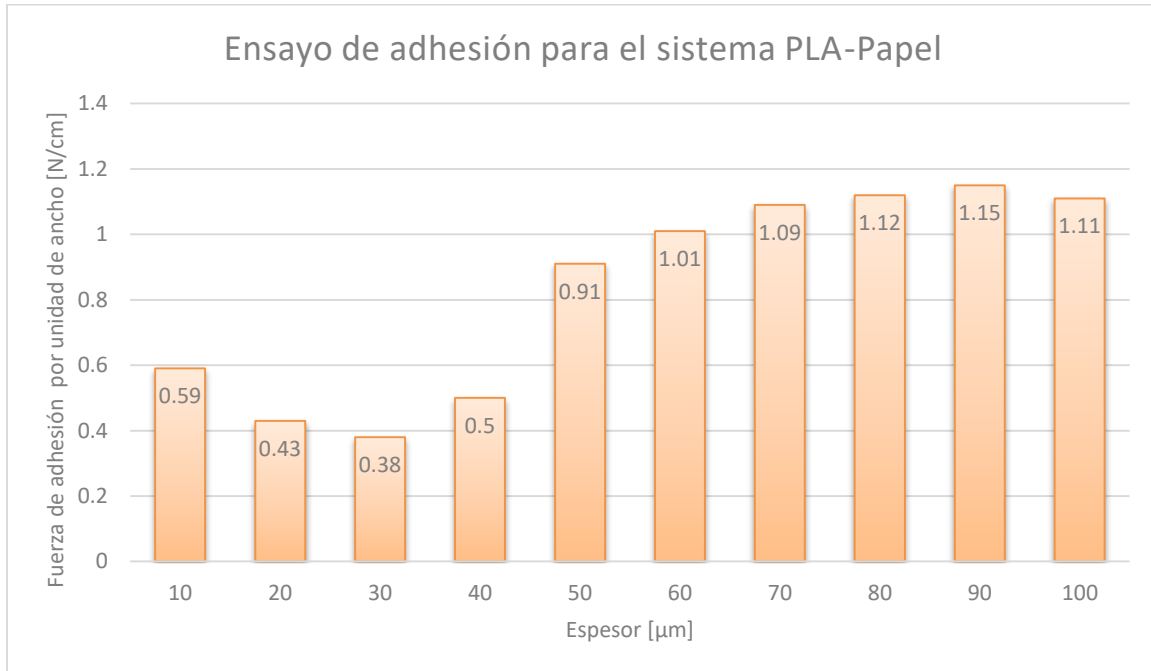
La prueba realizada bajo las condiciones de la norma ASTM D-1876 tuvo como principal objeto determinar la adherencia mediante la obtención de la carga/ancho [N/cm]. Es decir la fuerza necesaria para generar una falla de adherencia en el material bicapa.

De la prueba de adhesión fue posible obtener los resultados que se compilan en la *Tabla 20*. Cabe destacar que los sistemas se distinguen en función de los espesores de la película plástica de PLA:

Espesor [μm]	Esfuerzo en la carga máxima [MPa]	Módulo de Young [MPa]	Deformación máxima [mm/mm]	Carga/ancho en la carga máxima [N/cm]
10	5.97	108.52	1.74	0.59
20	2.14	60.84	4.36	0.43
30	1.28	26.68	4.67	0.38
40	1.25	26.07	4.67	0.50
50	1.82	18.15	4.22	0.91
60	1.68	12.72	3.72	1.01
70	1.55	11.86	3.09	1.09
80	1.35	12.44	2.65	1.12
90	1.28	13.74	3.64	1.15
100	1.11	16.64	3.73	1.11

Tabla 20. Media de resultados obtenidos en los ensayos de adhesión.

Como se puede observar los espesores mayores a 60 μm muestran un comportamiento superior en términos de adhesión. Como antes se mencionó el parámetro con mayor relevancia de esta prueba era la carga por unidad de ancho, que de acuerdo a la *Gráfica 1* es posible ver el incremento de este parámetro conforme el espesor aumenta. Con las observaciones anteriores las pruebas subsiguientes serán hechas solo con la película con espesor entre 60 μm hasta 100 μm .



Gráfica 1. Ensayo de adhesión sistema PLA-Papel, media de carga/ancho [N/cm].

También fue posible identificar tres tipos de falla de adhesión del PLA con el papel las cuales se clasificaron de la siguiente manera:

- Falla tipo 1. Separación por falta de adhesión, se observa la falta de adhesión en la interfase sustrato-adhesivo por lo cual la película de PLA se desprende.



Figura 29. Imagen donde se muestra la falla tipo 1.

- Falla tipo 2. Separación por cohesión, la falla se caracteriza por la separación del papel y la película, con la peculiaridad de que se observan rastros de papel sobre la superficie del PLA. La falla es producida por la ruptura en la zona de adhesión entre el papel y el polímero.



Figura 30. Imagen donde se muestra la falla tipo 2.

- Falla tipo 3. Ruptura de sustrato, se alcanza el punto de ruptura del papel dejando la interfase PLA-Papel intacta. Este tipo de falla es representativo de sistemas con buena adherencia ya que la o que falla es el propio sustrato.

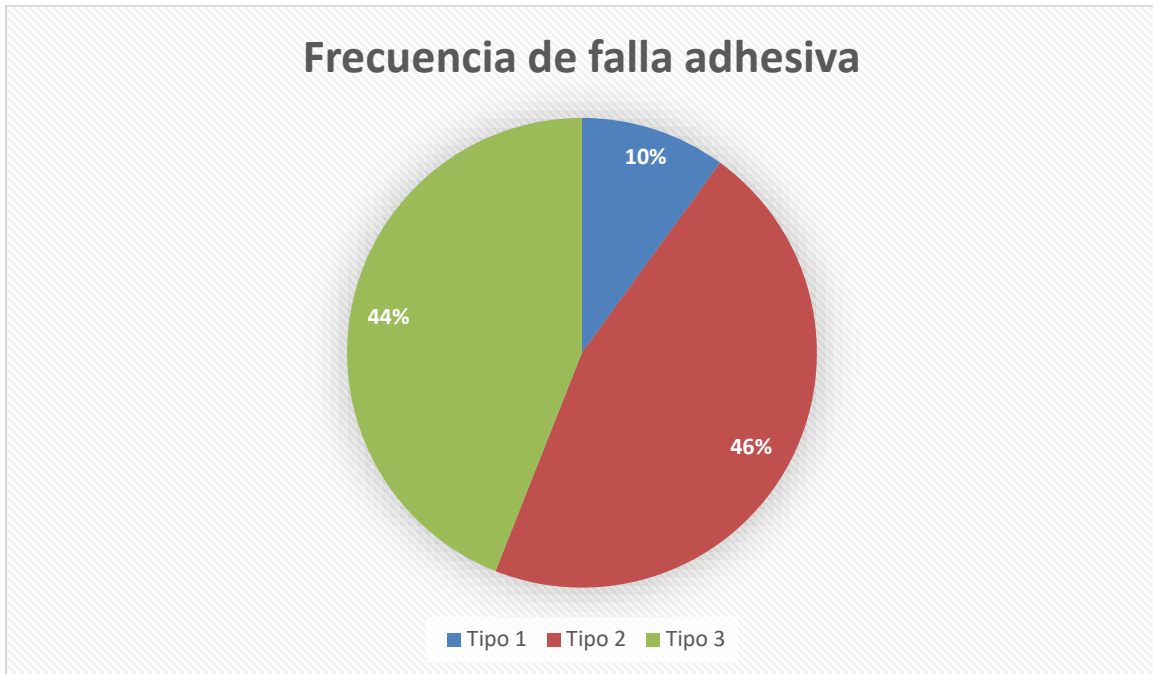


Figura 31. Imagen donde se muestra la falla tipo 3.

Una vez clasificados los diferentes tipos de falla, es posible mostrar la tendencia de adhesión en el material bicapa. Dicha tendencia se muestra en la *Tabla 21* y la *Gráfica 2*.

Falla	Frecuencia [# probetas]
Tipo 1	5
Tipo 2	23
Tipo 3	22

Tabla 21. Frecuencia de falla adhesiva.



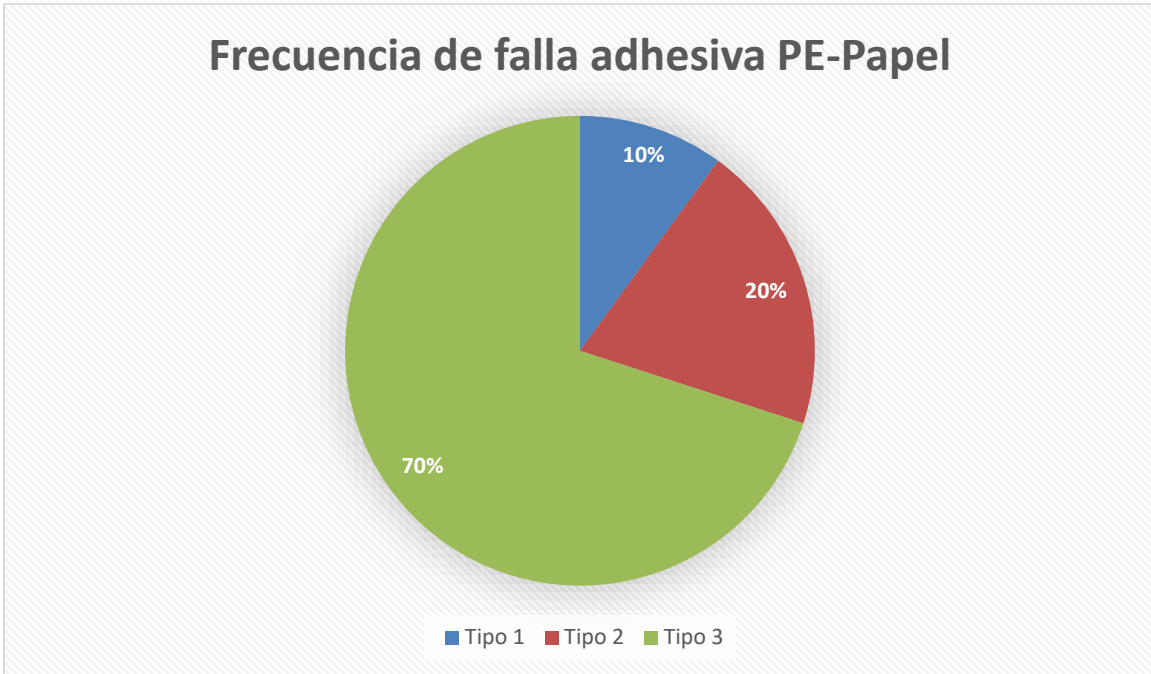
Gráfica 2. Frecuencia de falla adhesiva.

La falla del Tipo 1 únicamente se presentó en las probetas de 10 μ m esto debido posiblemente a una falta de compresión durante el proceso de laminado. La falla Tipo 2 prevaleció en el intervalo de 20 μ m hasta los 50 μ m. Finalmente la falla Tipo 3 se presentó en los espesores de 60 μ m a 100 μ m. Lo anterior implica que cuanto mayor es la capa de PLA, se obtiene un mejor anclaje con el papel, quizá relacionado con la presión que se maneja durante el proceso de laminado. Ya que la laminadora utilizada no permite variar la distancia entre rodillos, con lo que cuanto más espesor del sistema a laminar, mayor será la presión.

Material de referencia.

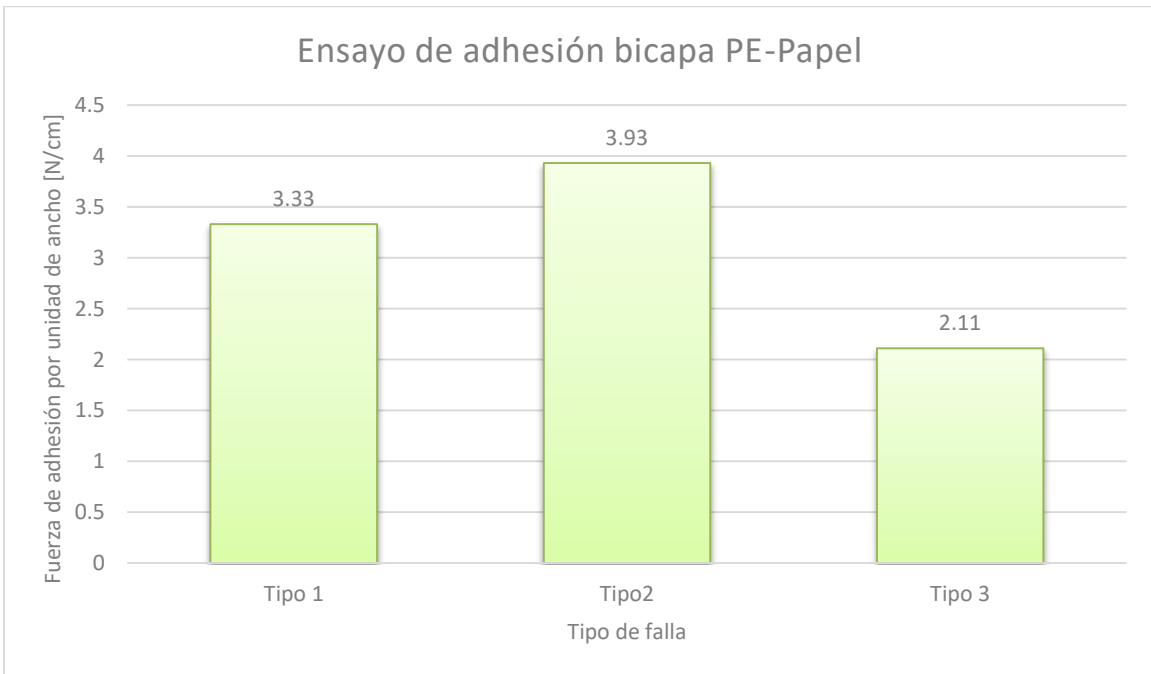
De la prueba de adhesión realizada al material de referencia se obtuvieron los siguientes datos:

En la *Gráfica 3* se muestra la frecuencia de falla que se presentó en el material de referencia. Los tipos de falla encontrados en el material de prueba son los mismos tipos de falla que se presentaron en el sistema bicapa PLA-Papel.



Gráfica 3. Frecuencia de falla adhesiva PE-Papel [8].

En el caso del bicapa PE-Papel no hay una clasificación de acuerdo al espesor de la película plástica como se hizo para el material bicapa PLA-Papel, ya que el espesor del bicapa de referencia es el mismo para todas las muestras que se ensayaron, por lo cual los datos reportados para dicho material se realizó en función del tipo de falla como se muestra a continuación:



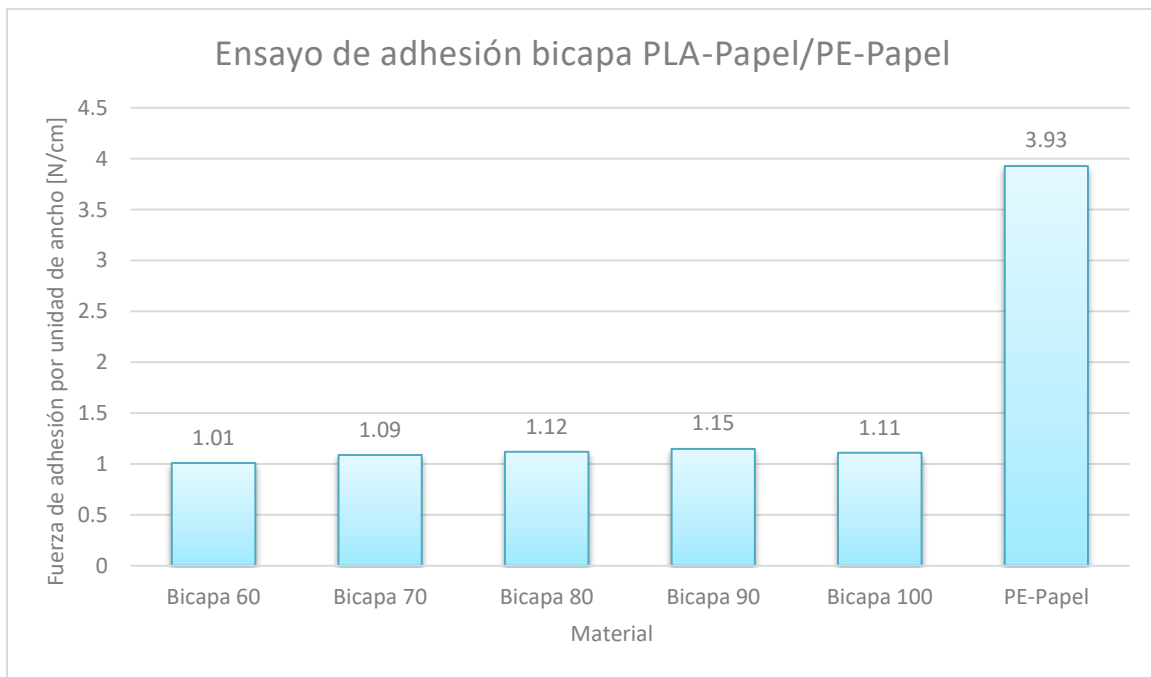
Gráfica 4. Ensayo de adhesión PE-Papel, carga/ancho [N/cm] [8].

En promedio las capas que componen el sistema PE-Papel tienen las dimensiones que se muestran en la *Tabla 22*:

Capa	Espesor (μm)
Polietileno	20
Papel	110
Adhesivo	10

Tabla 22. Dimensiones de los componentes del sistema PE-Papel.

Observando los datos de la *Gráfica 1*; los espesores de la película de PLA que muestran una mejor adhesión son aquellos que se encuentran por arriba de $60\mu\text{m}$, por lo cual este rango de espesores serán los empleados a efecto de poder realizar una comparación y evaluación de la adhesión lograda en el material bicapa. Una vez dicho lo anterior y tomando en cuenta que la clasificación de los resultados difiere, se seleccionó del bicapa PE-Papel los valores de la falla Tipo 2 debido a su mayor frecuencia, por lo que es posible realizar la siguiente comparación:



Gráfica 5. Valores de comparación PLA-Papel/PE-Papel.

Con la ayuda de la *Gráfica 5* es posible observar que el material bicapa PLA-Papel se encuentra a un 29.26% de la fuerza de adhesión que posee el bicapa de referencia PE-Papel. Dicho porcentaje se obtuvo al comparar el comportamiento de la película de $90\mu\text{m}$ con el sistema referencia.

Prueba de tracción en película de PLA.

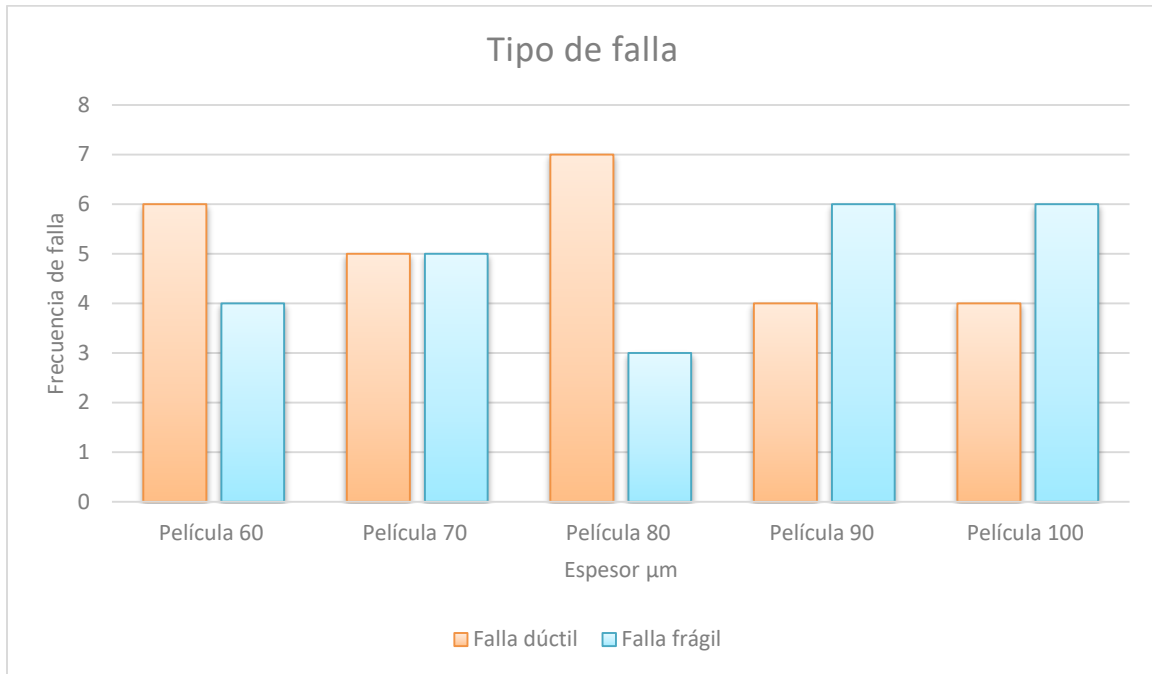
Con la realización de esta prueba fue posible obtener datos útiles para la observación del comportamiento mecánico de la película de PLA. Se hizo siguiendo las indicaciones de la norma ASTM D638-14.

En una primera instancia la prueba permitió determinar dos tipos de falla en el material sometido a tracción. Las fallas que se pudieron identificar son una falla de tipo dúctil y una de tipo frágil las cuales se presentan en la *Tabla 23* en función de la frecuencia para los sistemas PLA-Papel con distinto espesor:

Espesor [μm]	Frecuencia de falla	
	Dúctil	Frágil
60	6	4
70	5	5
80	3	7
90	4	6
100	4	6
Total	22	28

Tabla 23. Frecuencia de falla, según la prueba de tracción.

De acuerdo a los datos obtenidos en la *Tabla 23* se puede observar que a partir de $80\mu\text{m}$ el tipo de falla que prevalece es la de tipo frágil; mientras que en el caso de los espesores menores a este valor la falla con mayor frecuencia es la de tipo dúctil. La *Gráfica 6* permite observar esta transición en el comportamiento mecánico del material en función del espesor de la película.



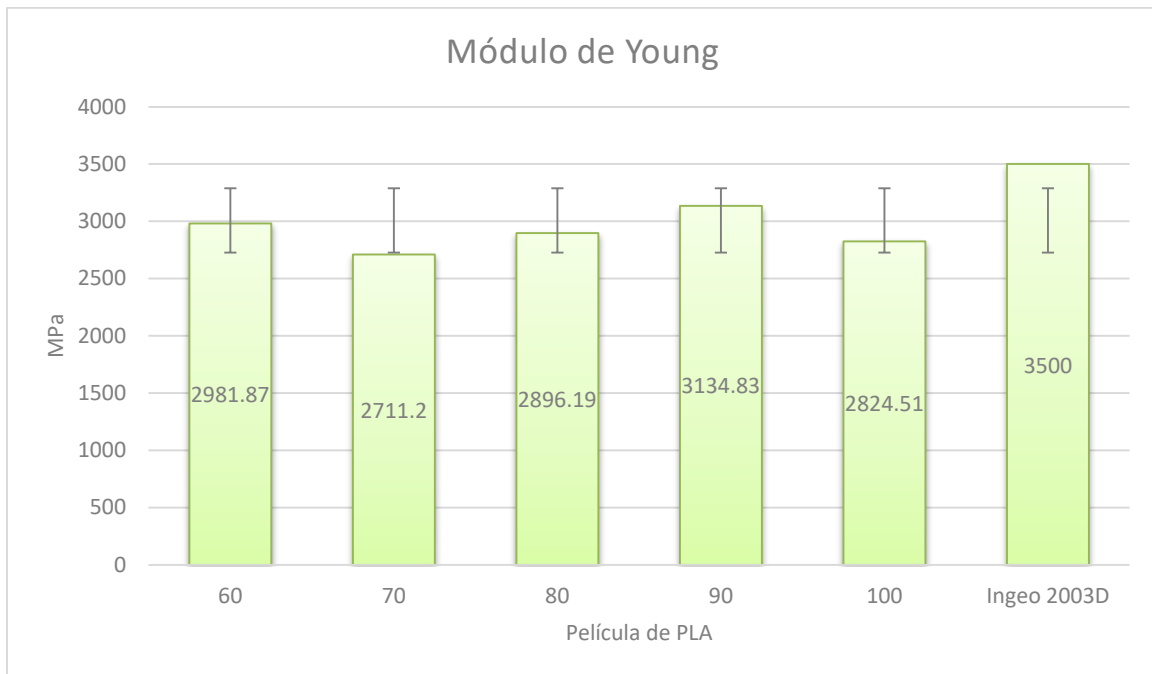
Gráfica 6. Frecuencia de falla dúctil y frágil.

En segundo lugar, como parte del comportamiento mecánico fue posible obtener los siguientes datos de las pruebas de tracción realizadas:

Espesor [μm]	Módulo de Young [MPa]	Tenacidad [N]	Esfuerzo último [MPa]	Esfuerzo de cedencia [MPa]	Def. carga máxima [mm/mm]
60	2981.87	9.87	50.75	57.00	0.026
70	2711.20	9.44	50.43	52.90	0.025
80	2896.19	4.90	51.19	50.20	0.025
90	3134.83	1.86	55.77	51.00	0.023
100	2824.51	4.97	53.00	51.30	0.024

Tabla 24. Valores promedio de las propiedades mecánicas de la prueba de tracción.

De los datos que ofrece el fabricante Nature Works LLC sobre el polímero PLA Ingeo Biopolymer D2003 se sabe que el Módulo de Young es de 3500MPa [44], por lo cual esta propiedad es empleada en esta prueba como factor de comparación para la película obtenida en el presente trabajo. En la Gráfica 7 se muestra la comparación entre el valor del fabricante y la película de PLA que se obtuvo en esta tesis.



Gráfica 7. Módulo de Young.

Biodegradación del material bicapa.

Mediante la medición del peso inicial y final de las muestras analizadas en esta prueba, fue posible obtener un porcentaje de biodegradación del material bicapa. Los datos obtenidos como referencia al principio de la prueba, es decir, antes de introducir las muestras a los tratamientos.

Anteriormente se explicó que la forma en que el porcentaje de biodegradación se obtendría, era mediante la pérdida de peso de las muestras. Por tal motivo se requiere obtener la masa de las muestras antes de ser incubadas y después de cumplir sus respectivos tiempos de incubación. La diferencia de masa es la que permite obtener el porcentaje de biodegradación de los materiales estudiados. En la *Tabla 25* se observan los promedios de medición de masa de las muestras del Tratamiento 1. Mientras que en la *Tabla 26* se observan los valores promedio de las muestras utilizadas en el Tratamiento 2, cabe mencionar que, en ambos casos la medición se realizó por triplicado.

Espesor [μm]	Muestra	Día 4 [g]	Día 8 [g]	Día 16[g]	Día 32[g]	Promedio [g]	Desviación estándar
60	Bicapa	0.065	0.090	0.083	0.083	0.080	0.009
	Película	0.043	0.048	0.043	0.050	0.044	0.006
70	Bicapa	0.080	0.080	0.085	0.088	0.084	0.003
	Película	0.040	0.050	0.048	0.048	0.046	0.004
80	Bicapa	0.095	0.088	0.085	0.098	0.091	0.005
	Película	0.043	0.048	0.038	0.040	0.042	0.004
90	Bicapa	0.103	0.095	0.090	0.088	0.094	0.006
	Película	0.048	0.038	0.043	0.043	0.043	0.004
100	Bicapa	0.118	0.098	0.115	0.105	0.109	0.008
	Película	0.053	0.065	0.053	0.063	0.058	0.006
	Papel	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.000

Tabla 25. Valores promedio obtenidos para las muestras en el Tratamiento 1.

Espesor [μm]	Muestra	Día 4 [g]	Día 8 [g]	Día 16 [g]	Día 32 [g]	Promedio [g]	Desviación estándar
60	Bicapa	0.088	0.083	0.080	0.080	0.083	0.003
	Película	0.035	0.025	0.030	0.028	0.029	0.004
70	Bicapa	0.080	0.083	0.090	0.085	0.084	0.004
	Película	0.043	0.040	0.043	0.043	0.042	0.001
80	Bicapa	0.093	0.098	0.093	0.090	0.093	0.003
	Película	0.050	0.048	0.055	0.043	0.049	0.005
90	Bicapa	0.100	0.093	0.088	0.093	0.093	0.004
	Película	0.043	0.048	0.038	0.033	0.040	0.006
100	Bicapa	0.108	0.110	0.115	0.105	0.105	0.004
	Película	0.053	0.058	0.053	0.068	0.058	0.006
	Papel	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.000

Tabla 26. Valores promedio obtenidos para las muestras en el Tratamiento 2.

Una vez alcanzados los tiempos establecidos de incubación de las muestras, se procedió a retirarlas de la composta, lavar las bolsas que contenían los materiales y secarlos para poder pesarlos y determinar el porcentaje de biodegradación en función de la pérdida de masa como se había mencionado. La *Tabla 27* y *Tabla 28* muestran los datos promedio de las mediciones obtenidas después de someter las muestras de material al proceso de biodegradación.

Espesor [μm]	Muestra	Día 4 [g]	Día 8 [g]	Día 16[g]	Día 32[g]
60	Bicapa	0.060	0.083	0.065	0.063
	Película	0.038	0.043	0.033	0.038
70	Bicapa	0.093	0.073	0.070	0.070
	Película	0.033	0.033	0.038	0.038
80	Bicapa	0.093	0.085	0.065	0.080
	Película	0.035	0.035	0.030	0.030
90	Bicapa	0.100	0.085	0.075	0.065
	Película	0.038	0.030	0.035	0.023
100	Bicapa	0.110	0.093	0.075	0.088
	Película	0.050	0.058	0.043	0.048
	Papel	0.040	0.028	0.03	0.003

Tabla 27. Valores promedio del Tratamiento 1, después de la biodegradación.

Espesor [μm]	Muestra	Día 4 [g]	Día 8 [g]	Día 16[g]	Día 32[g]
60	Bicapa	0.083	0.065	0.068	0.053
	Película	0.033	0.020	0.025	0.020
70	Bicapa	0.075	0.070	0.073	0.055
	Película	0.038	0.030	0.035	0.030
80	Bicapa	0.088	0.078	0.078	0.060
	Película	0.043	0.038	0.038	0.023
90	Bicapa	0.090	0.065	0.065	0.060
	Película	0.043	0.040	0.028	0.015
100	Bicapa	0.098	0.080	0.095	0.073
	Película	0.050	0.050	0.038	0.055
	Papel	0.035	0.013	0.000	0.003

Tabla 28. Valores promedio del Tratamiento 2, después de la biodegradación.

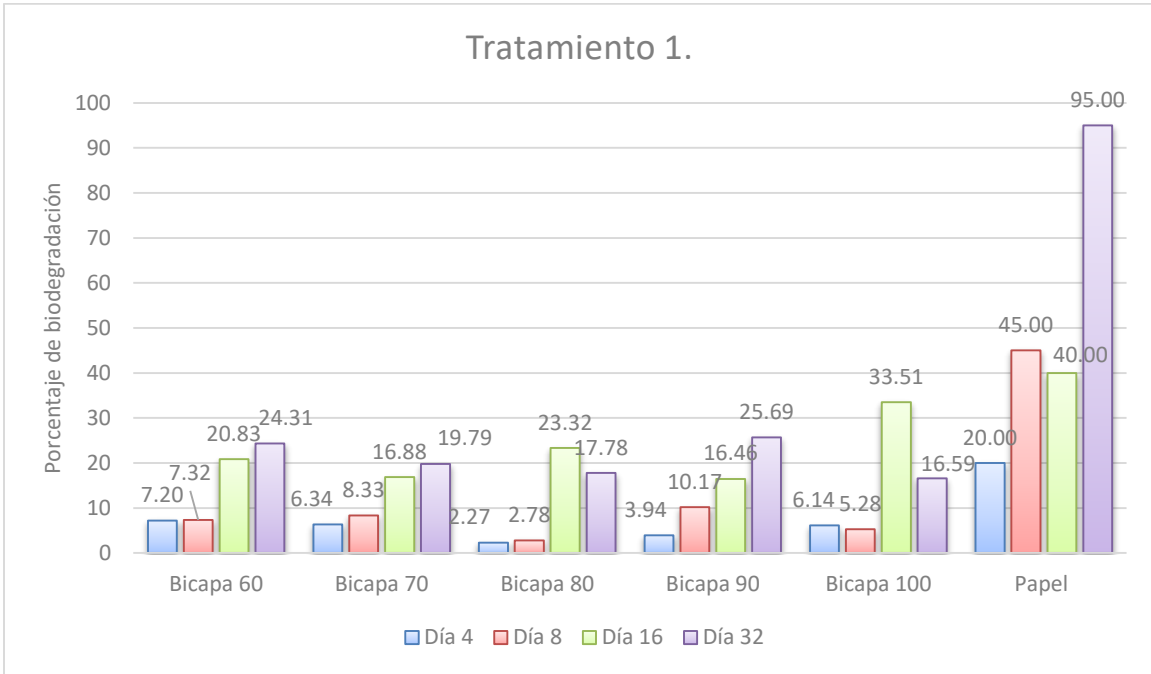
Con los datos obtenidos de las *Tabla 25* a la *Tabla 28* es posible determinar los porcentajes de biodegradación del material bicapa, película plástica y papel; empelando la *Ecuación 3*. Los porcentajes de biodegradación para cada tratamiento se muestran en la *Tabla 29* y *Tabla 30*.

Espesor [μm]	Muestra	Día 4 [%]	Día 8 [%]	Día 16[%]	Día 32[%]
60	Bicapa	7.292	7.323	20.833	24.306
	Película	9.167	9.167	23.750	24.583
70	Bicapa	6.349	8.333	16.875	19.792
	Película	18.750	35.000	21.250	20.417
80	Bicapa	2.273	2.778	23.323	17.778
	Película	17.500	23.750	18.750	25.000
90	Bicapa	3.936	10.170	16.458	25.694
	Película	18.333	20.833	17.500	47.500
100	Bicapa	6.142	5.278	33.505	16.591
	Película	4.167	12.500	19.167	24.881
	Papel	20.000	45.000	40.000	95.000

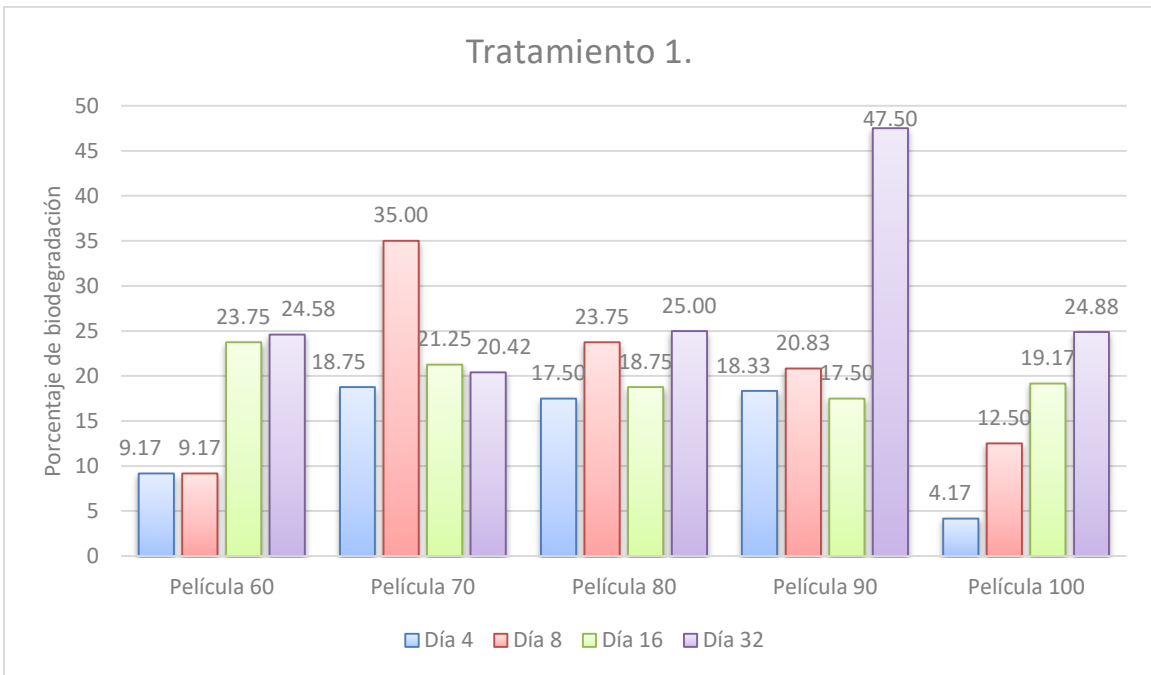
Tabla 29. Porcentajes de biodegradación, Tratamiento 1.

Espesor [μm]	Muestra	Día 4 [%]	Día 8 [%]	Día 16[%]	Día 32[%]
60	Bicapa	5.278	20.486	15.625	34.375
	Película	6.250	20.833	16.667	25.000
70	Bicapa	5.923	15.476	19.444	35.000
	Película	10.000	25.000	17.500	28.750
80	Bicapa	5.556	20.278	15.903	32.917
	Película	15.000	14.286	30.298	47.500
90	Bicapa	9.545	29.444	25.694	35.000
	Película	0	14.583	24.583	54.167
100	Bicapa	9.091	26.553	17.424	30.985
	Película	4.167	13.571	28.333	18.294
	Papel	30.00	75.000	100.00	95.000

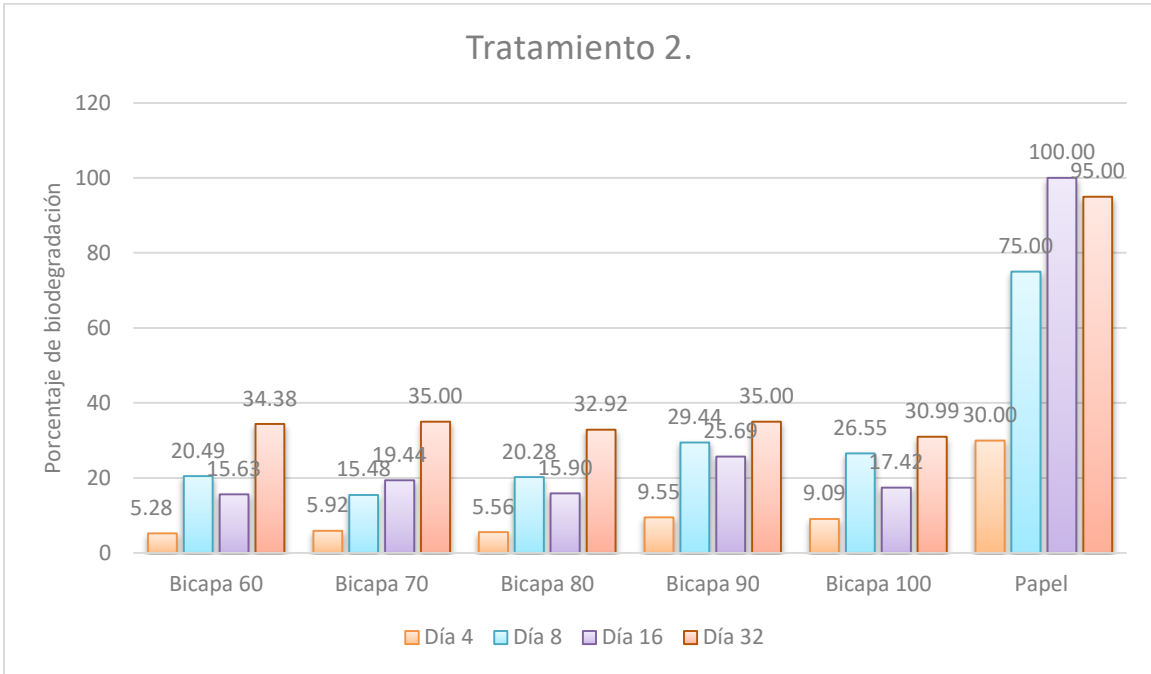
Tabla 30. Porcentajes de biodegradación, Tratamiento 2.



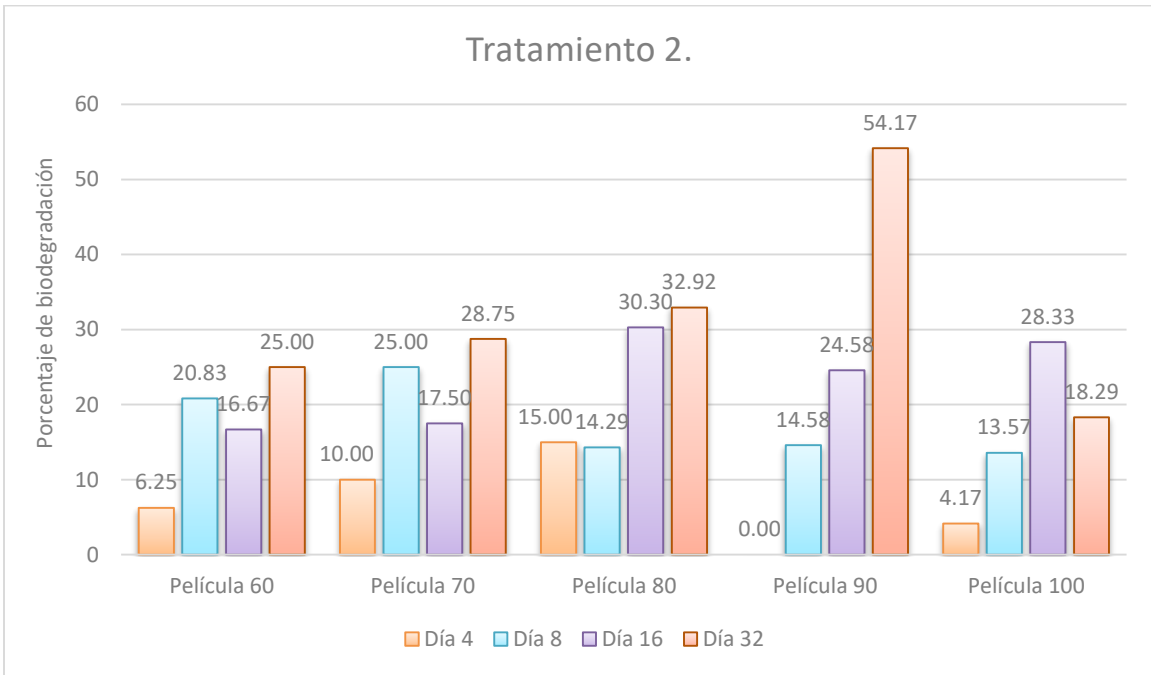
Gráfica 8. Biodegradación del material bicapa y papel, Tratamiento 1.



Gráfica 9. Biodegradación de la película de PLA, Tratamiento 1.



Gráfica 10. Biodegradación del material bicapa y papel, Tratamiento 2.



Gráfica 11. Biodegradación de la película de PLA, Tratamiento 2.

Con la ayuda de las gráficas 8 a la 11 se pueden hacer las siguientes observaciones:

Respecto a la efectividad de los tratamientos se observó que en caso del material bicapa el mayor porcentaje de biodegradación está presente el Tratamiento 2. Presentando un porcentaje de biodegradación de hasta 35% de pérdida de peso después de 32 días de incubación.

Para el caso de las muestras de película es posible observar que el Tratamiento 2 resultó nuevamente el que provocó un mayor porcentaje de biodegradación. Con un 54.17% a los 32 de exposición.

En ambos tratamientos se observa que los microorganismos de las compostas muestran una gran afinidad hacia el papel, ya que las muestras de papel que se sometieron al proceso de biodegradación resultaron con una pérdida de peso importante, tal fu el caso que en la mayoría de las muestras se obtuvo una biodegradación total o casi total.

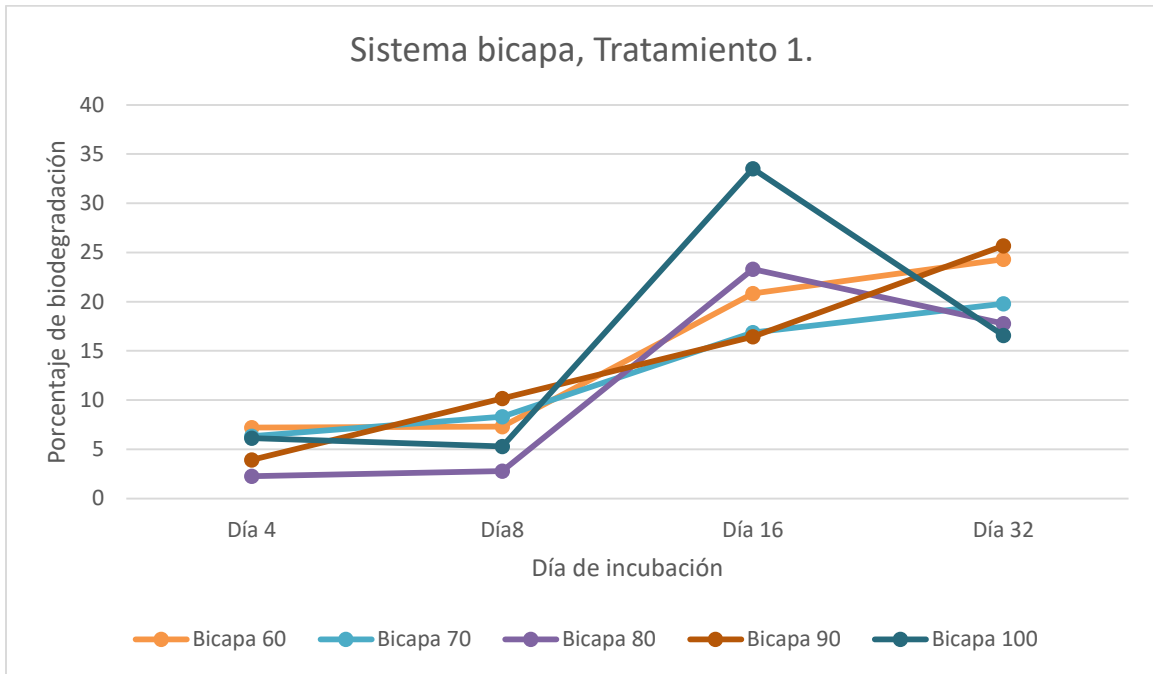
La mayor afinidad de los microorganismos hacia el papel de los tratamientos empleados en esta prueba debe de obedecer en gran medida al tipo de residuos empelados en la fabricación de las compostas por lo cual el inculo presente muestra un mejor desempeño metabolizando la celulosa que con la película plástica que es a base de almidón.

Las muestras de papel son las que obtuvieron un mayor porcentaje de biodegradación, a tal punto que la manipulación ocasionaba que el material se rompiera en partículas muy pequeñas después de 16 días bajo composta. En la *Figura 32* se observa en la parte superior las muestras incubadas en el Tratamiento 1 y en la parte inferior las muestras de papel en el Tratamiento 2.

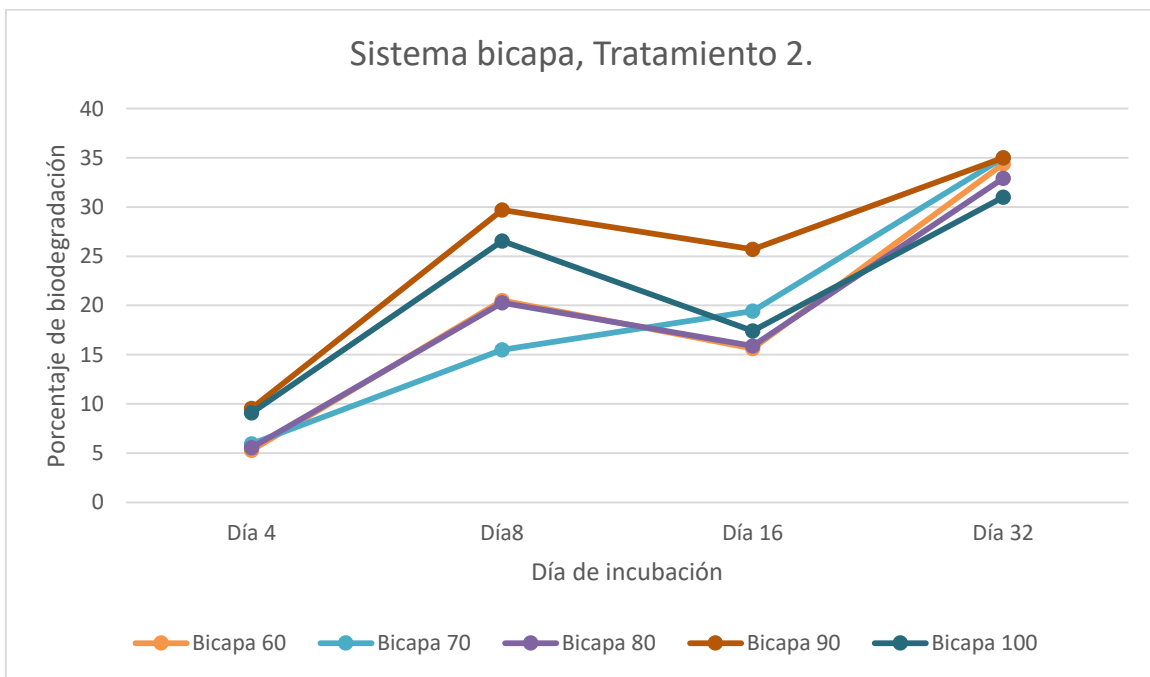


Figura 32. Imagen donde se muestra el proceso de biodegradación del papel.

En la *Gráfica 12* y *Gráfica 13* se presenta el comportamiento del sistema bicapa en los diferentes tiempos de incubación que fueron establecidos para los dos tratamientos utilizados.



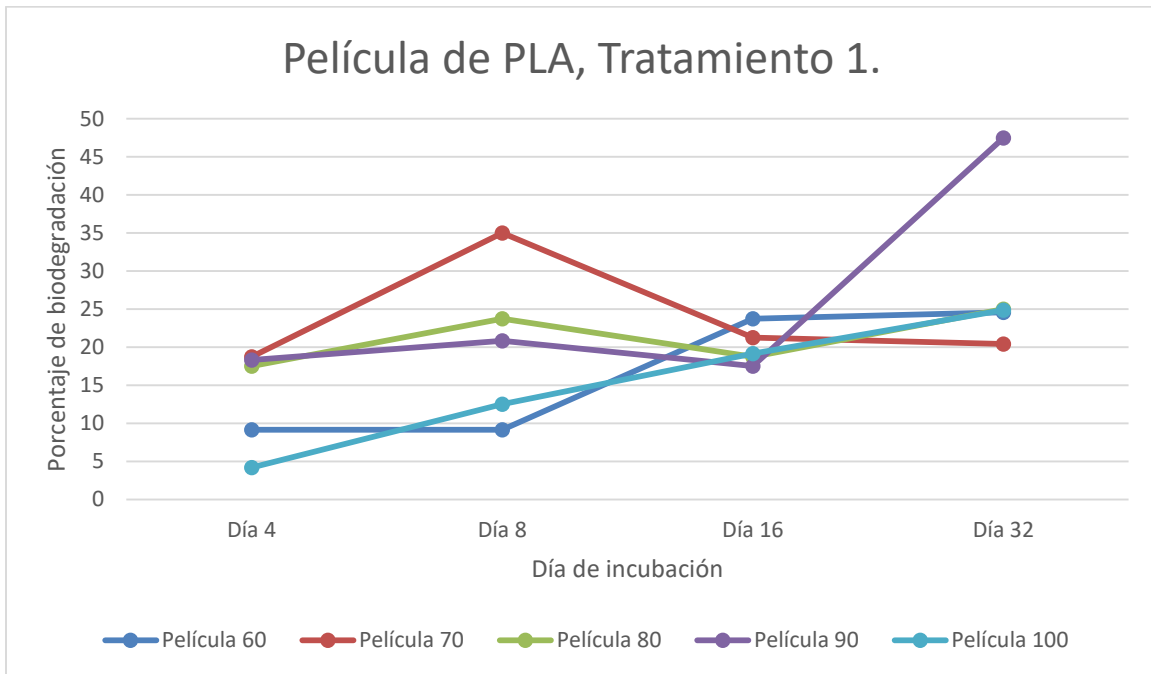
Gráfica 12. Biodegradación del sistema bicapa, Tratamiento 1.



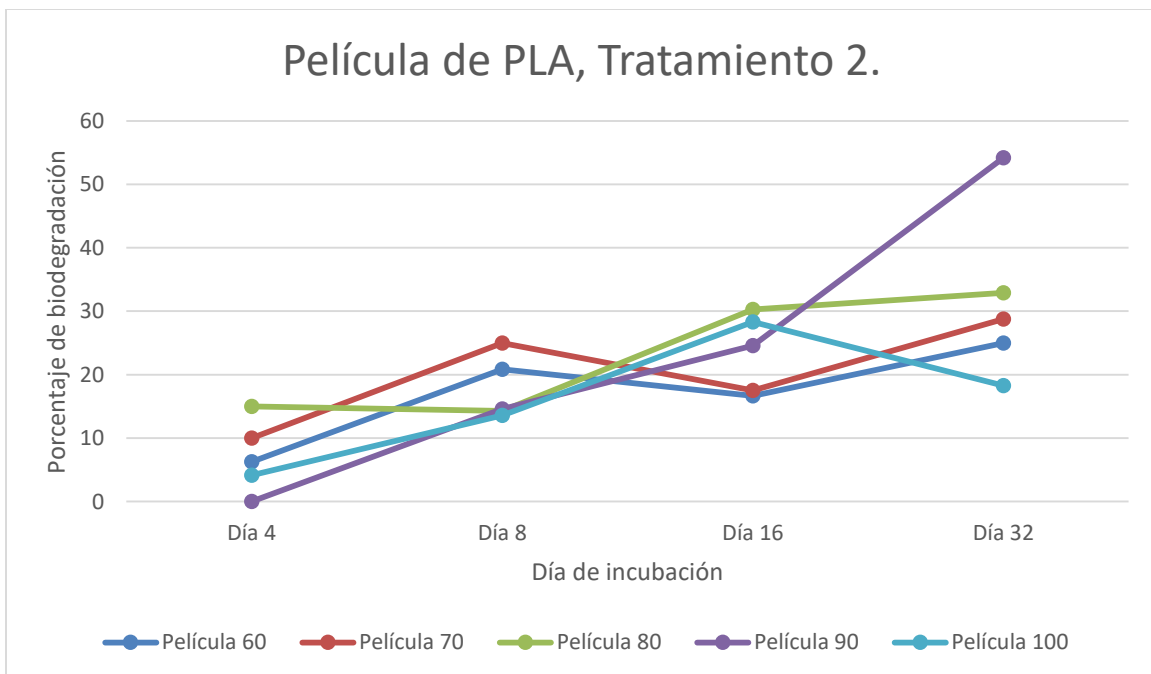
Gráfica 13. Biodegradación del sistema bicapa, Tratamiento 2.

El sistema bicapa, en el Tratamiento 2, muestra el mayor porcentaje de biodegradación de todas las muestras en el día 32 de incubación. Por otro lado, en el Tratamiento 1 las muestras del sistema bicapa elaborado con película de PLA de 80µm y 100µm presentan el valor máximo de biodegradación en el día 16 de incubación, mientras que el resto de las muestras lo presenta en el día 32.

La *Gráfica 14* y la *Gráfica 15* permiten observar que el proceso de biodegradación en la película de PLA se lleva a cabo de forma más irregular, en comparación con el sistema bicapa. En ambos tratamientos la película de 90µm posee un porcentaje de biodegradación superior al resto de las muestras.

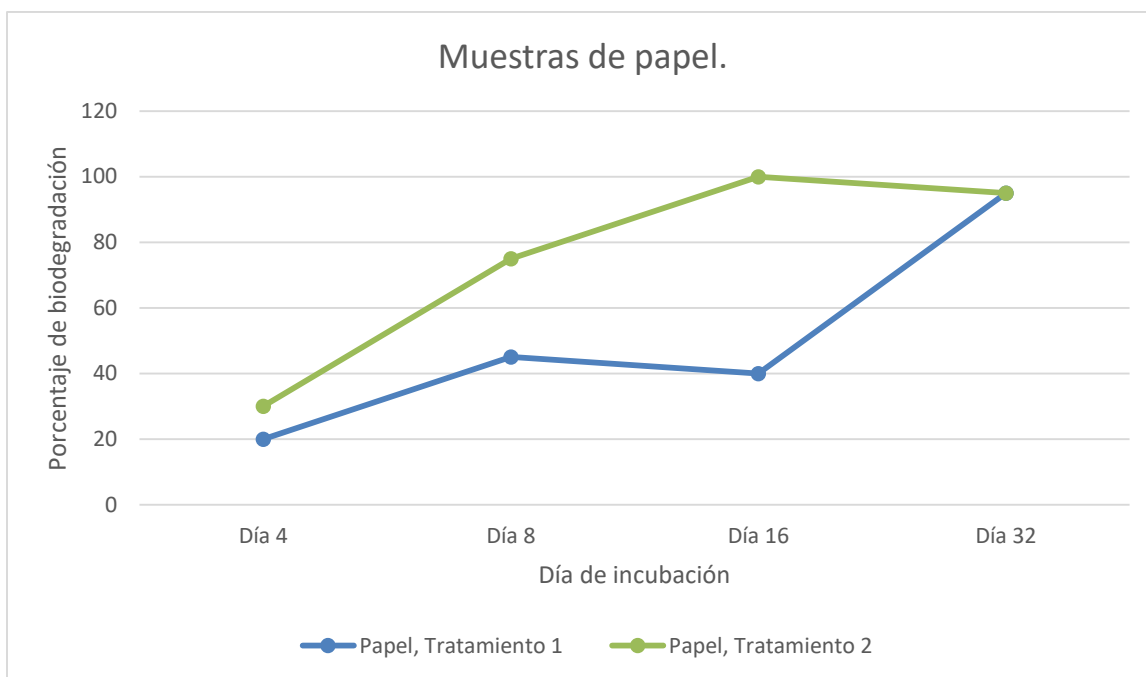


Gráfica 14. Biodegradación de película de PLA, Tratamiento 1.



Gráfica 15. Biodegradación de película de PLA, Tratamiento 2.

En la *Gráfica 16* se observa el comportamiento del papel couché o estucado. En este caso se observa que los valores de biodegradación convergen, aunque el comportamiento de las curvas a lo largo del periodo de incubación no es mismo. El Tratamiento 2, durante la mayor parte de los tiempos de incubación establecidos, se encuentra por encima de los porcentajes de biodegradación que ofrece el Tratamiento 1. Finalmente los dos tratamientos convergen en 95% de biodegradación.



Gráfica 16. Porcentaje de biodegradación del papel couché.

Con los datos obtenidos de la prueba de biodegradación, pérdida de masa, es posible obtener la velocidad de degradación. La velocidad de degradación se obtuvo utilizando la *Ecuación 3*. En la *Tabla 31* y *Tabla 32* se observa la velocidad de degradación del sistema bicapa, así como su comportamiento en los dos tratamientos en función al espesor de la película de PLA con la que el sistema fue hecho.

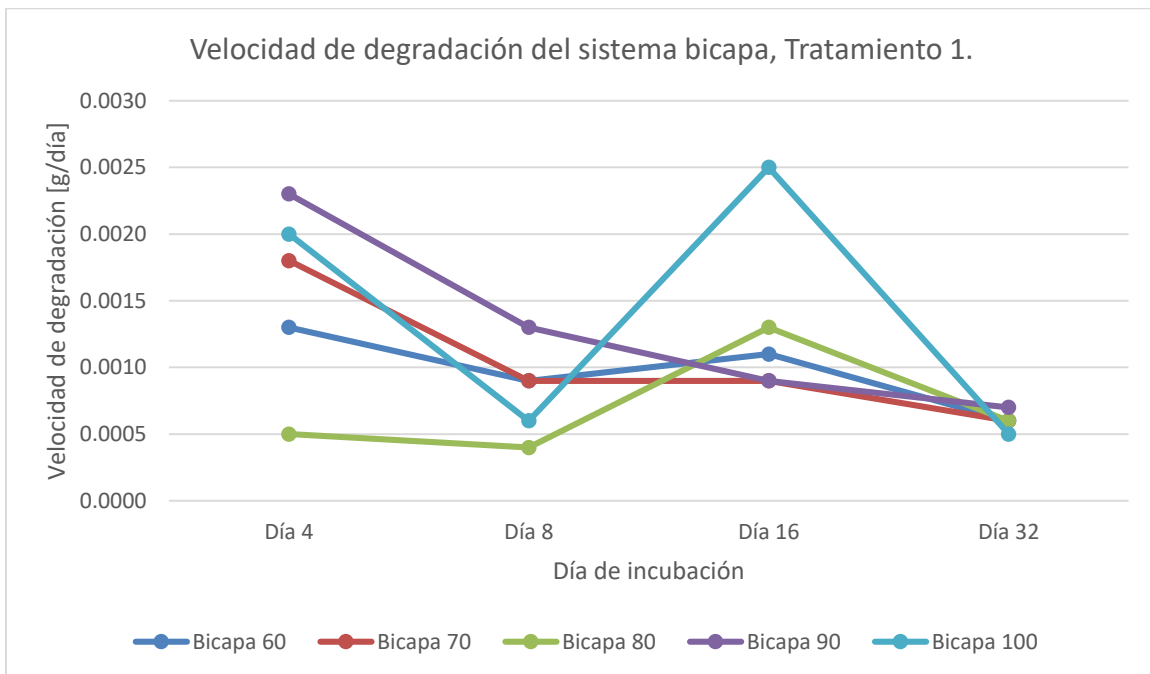
Bicapa	v_d [g/día] Día 4	v_d [g/día] Día 8	v_d [g/día] Día 16	v_d [g/día] Día 32
60	0.0013	0.0009	0.0011	0.0006
70	0.0018	0.0009	0.0009	0.0006
80	0.0005	0.0004	0.0013	0.0006
90	0.0023	0.0013	0.0009	0.0007
100	0.0020	0.0006	0.0025	0.0005

Tabla 31. Velocidad de degradación para el sistema bicapa, Tratamiento 1.

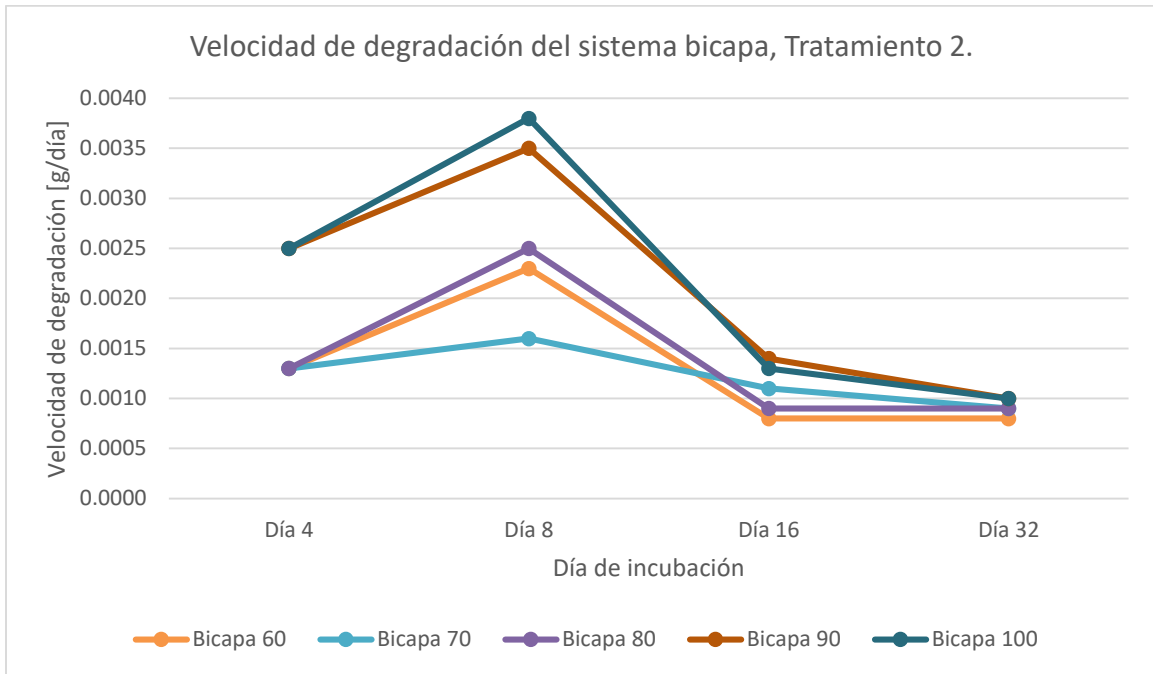
Bicapa	v_d [g/día] Día 4	v_d [g/día] Día 8	v_d [g/día] Día 16	v_d [g/día] Día 32
60	0.0013	0.0023	0.0008	0.0008
70	0.0013	0.0016	0.0011	0.0009
80	0.0013	0.0025	0.0009	0.0009
90	0.0025	0.0035	0.0014	0.0010
100	0.0025	0.0038	0.0013	0.0010

Tabla 32. Velocidad de degradación para el sistema bicapa, Tratamiento 2.

Con los datos obtenidos de la *Tabla 31* y *Tabla 32*, se pueden observar los cambios en la velocidad de degradación en función de los días de incubación de la prueba para el sistema bicapa. En la *Gráfica 17* se observa la velocidad de degradación del sistema bicapa en el Tratamiento 1. Mientras que en la *Gráfica 18* se presenta la velocidad de degradación del mismo sistema, pero en el Tratamiento 2.



Gráfica 17. Velocidad de degradación para el sistema bicapa, Tratamiento 1.



Gráfica 18. Velocidad de degradación para el sistema bicapa, Tratamiento 2.

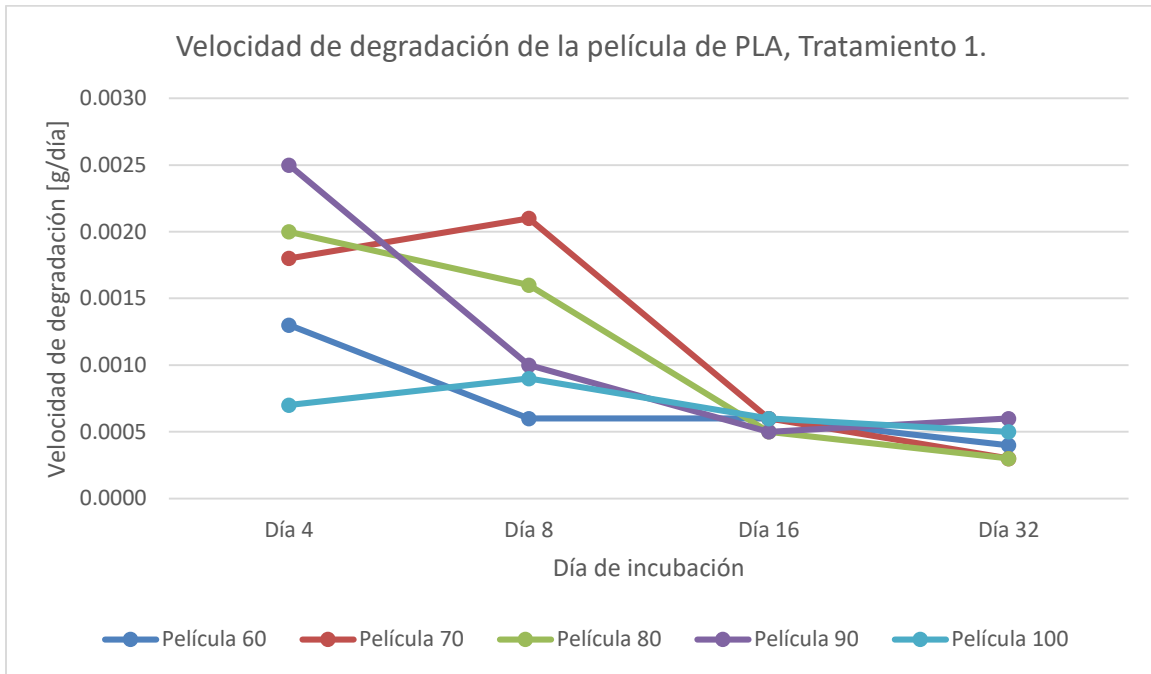
Llegando al día 32, la velocidad de degradación del sistema bicapa, muestra una tendencia hacia un cierto valor para todas las muestras. En el caso del Tratamiento 1 las muestras tienden a una velocidad de degradación de 0.0006 g/día. Por otro lado, en el Tratamiento 2 la velocidad de degradación de los sistemas tiende a 0.0008 g/día.

El mismo análisis fue hecho para la película plástica, teniendo como resultado los datos de la *Tabla 33*, en la cual se presenta la velocidad de degradación de la película en el Tratamiento 1.

Película [μm]	v_d [g/día] Día 4	v_d [g/día] Día 8	v_d [g/día] Día 16	v_d [g/día] Día 32
60	0.0013	0.0006	0.0006	0.0004
70	0.0018	0.0021	0.0006	0.0003
80	0.0020	0.0016	0.0005	0.0003
90	0.0025	0.0010	0.0005	0.0006
100	0.0007	0.0009	0.0006	0.0005

Tabla 33. Velocidad de degradación para la película de PLA, Tratamiento 1.

Con los valores obtenidos en la tabla anterior, la Gráfica 19 ofrece la posibilidad de ver como se comporta la película de PLA en el Tratamiento 1.

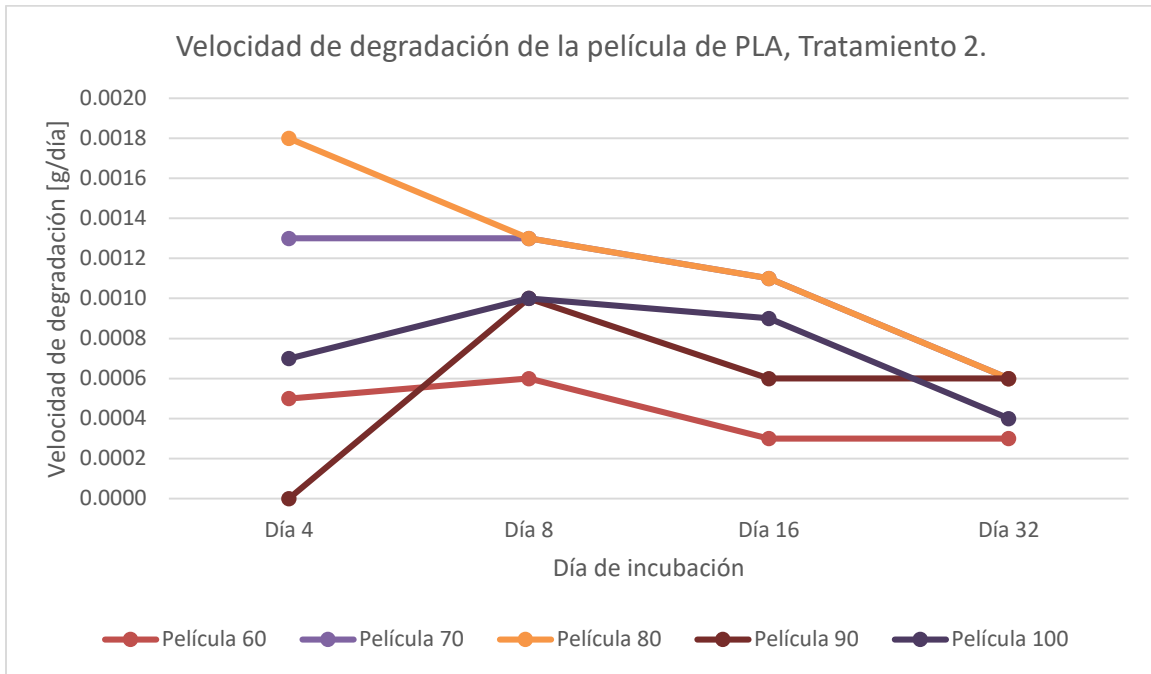


Gráfica 19. Velocidad de degradación para la película de PLA, Tratamiento 1.

En la *Tabla 34* y la *Gráfica 20*, se muestra el comportamiento de la película plástica en el Tratamiento 2, con sus respectivas velocidades de degradación en función de su espesor.

Película [μm]	v_d [g/día] Día 4	v_d [g/día] Día 8	v_d [g/día] Día 16	v_d [g/día] Día 32
60	0.0005	0.0006	0.0003	0.0003
70	0.0013	0.0013	0.0005	0.0004
80	0.0018	0.0013	0.0011	0.0006
90	0	0.0010	0.0006	0.0006
100	0.0007	0.0010	0.0009	0.0004

Tabla 34. Velocidad de degradación para la película de PLA, Tratamiento 2.

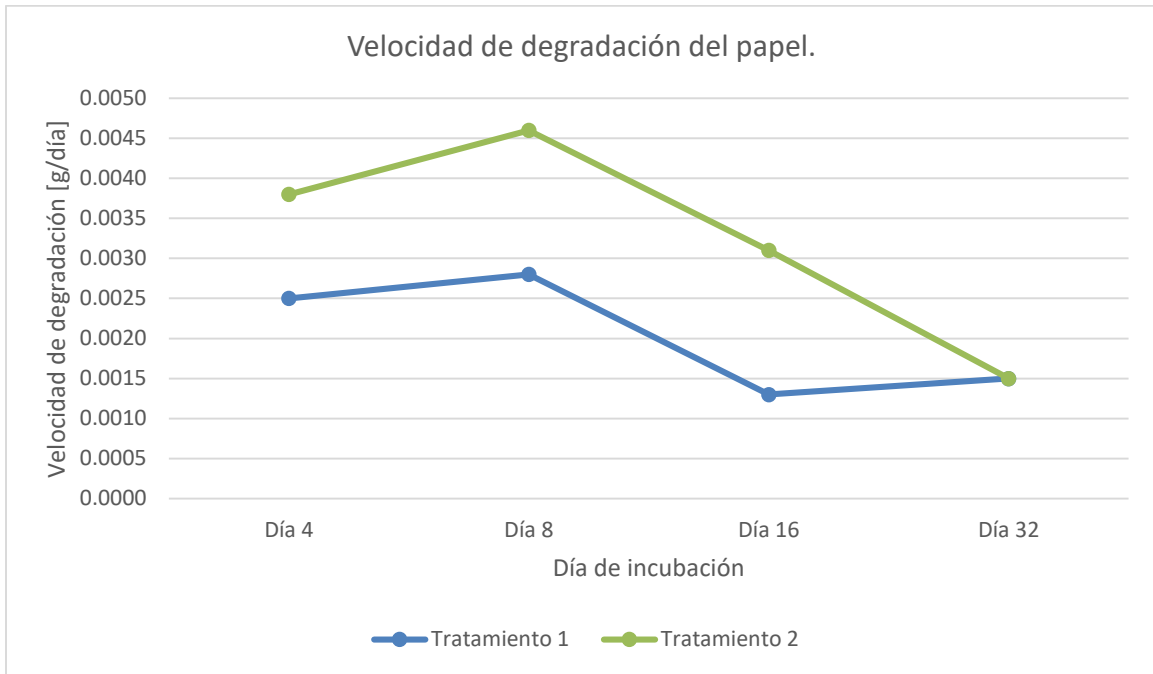


Gráfica 20. Velocidad de degradación para la película de PLA, Tratamiento 2.

Finalmente, se calculó la velocidad de degradación para las muestras de papel, permitiendo obtener los datos de la *Tabla 35* y su respectiva gráfica (*Gráfica 21*) para poder observar como afecta al material el proceso de biodegradación bajo composta.

Papel	v_d [g/día]	v_d [g/día]	v_d [g/día]	v_d [g/día]
	Día 4	Día 8	Día 16	Día 32
Tratamiento 1	0.0025	0.0028	0.0013	0.0015
Tratamiento 2	0.0038	0.0046	0.0031	0.0015

Tabla 35. Velocidad de degradación del papel.



Gráfica 21. Velocidad de degradación del papel.

De la misma manera que los demás materiales, sistema bicapa y película de PLA, el papel tiende a converger a un valor, según sea el caso, en el día 32 de incubación. En todos los casos se observa que la velocidad de degradación tiende a disminuir y tener un mínimo en este día de muestreo.

Microscopía.

Como parte de un análisis comparativo se realizó la observación bajo microscopio óptico de algunas muestras sometidas al proceso de biodegradación bajo composta con el objetivo de poder identificar cambios en la morfología de la película plástica, así como detectar las variaciones en el proceso de biodegradación al tener el papel y la película de PLA unidos.

Para dicha observación se hizo uso de un microscopio Nikon Eclipse L150 el cual cuenta con una iluminación mediante una lámpara de halógeno; con este equipo fue posible realizar aumentos de 50X, 100X y 200X. En la *Figura 33* se puede observar el microscopio mencionado.



Figura 33. Imagen del microscopio Nikon L150 utilizado en el análisis.

Las muestras que se sometieron a observación fueron seleccionadas basándose en el comportamiento con mayor uniformidad durante la prueba de biodegradación. En otras palabras, los grupos seleccionados para su observación fueron aquellos que como resultado de graficar su porcentaje de biodegradación mostraron una pendiente con poca variación. Como resultado de esta selección las muestras observadas fueron:

Tratamiento 1	Tratamiento 2
Película 60 μm	Película 90 μm
Bicapa 90 μm	Bicapa 90 μm

Tabla 36. Muestras observadas en el microscopio.



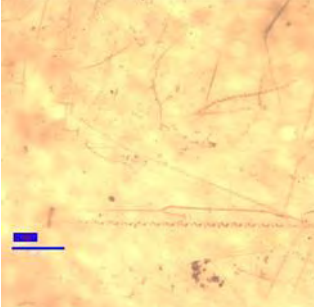
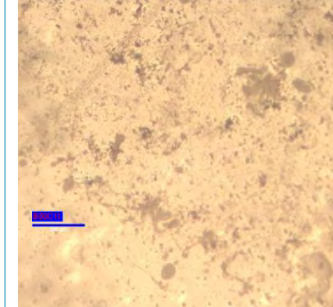

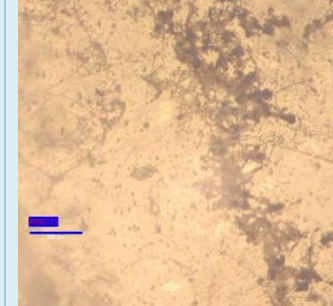
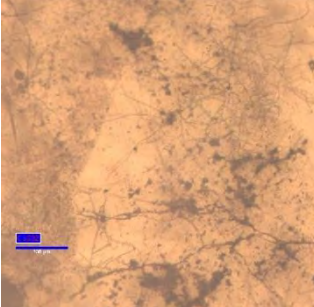
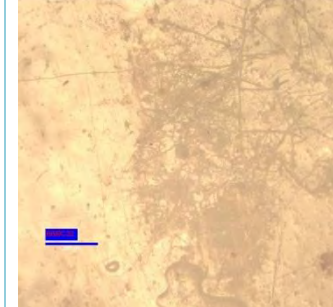
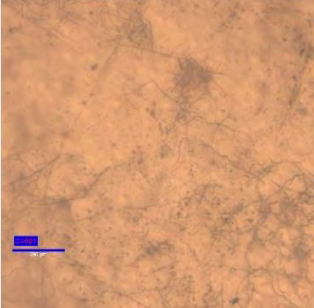

Día de incubación	Película	Bicapa
Inicio		
4		
8		
16		
32		

Tabla 37. Microscopia de muestras en el Tratamiento 1, 50X.

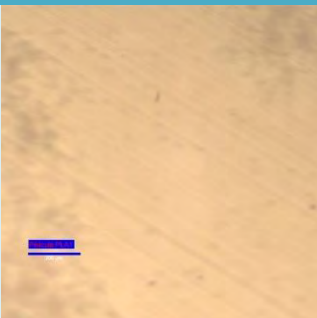
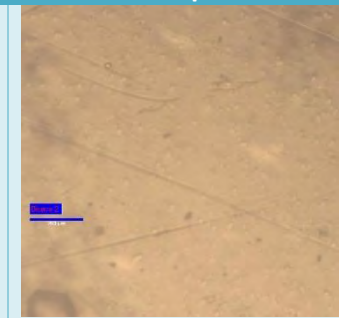


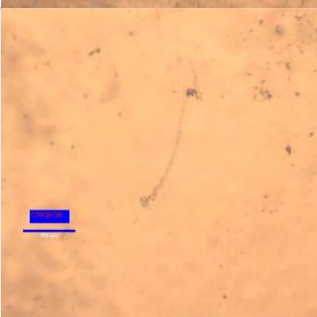

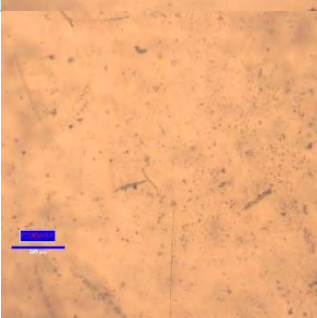
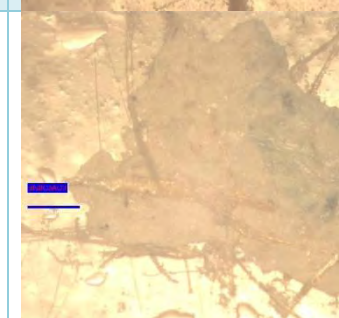
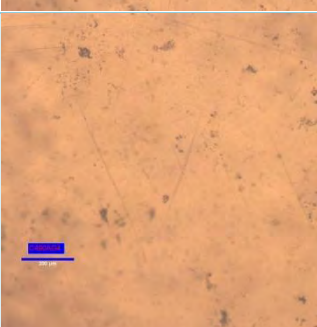
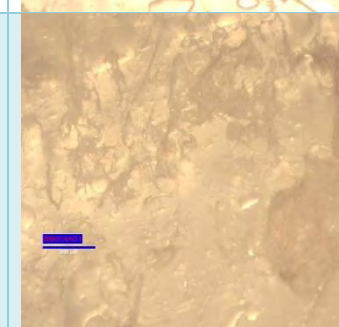
Día de incubación	Película	Bicapa
Inicio		
4		
8		
16		
32		

Tabla 38. Microscopia de muestras en el Tratamiento 2, 50X.

En la *Tabla 37* se muestra el avance de la biodegradación de la película y el material bicapa PLA-Papel que fueron colocados bajo la composta del Tratamiento 1. Se muestra una secuencia que comienza con la observación bajo el microscopio de los materiales antes de ser sometidos a la acción de los microorganismos presentes en la composta; posteriormente en la Figura 34, 35 y 36 se observan muestras elegidas al azar de los materiales que fueron extraídos en los tiempos de incubación previamente establecidos (4, 8, 16 y 32 días respectivamente).

En el caso de la *Tabla 38* se tiene el mismo orden cronológico, con la diferencia de que las muestras de esta tabla son las que estuvieron bajo la acción del Tratamiento 2, que como anteriormente se especificó este tratamiento es una composta a la cual se le adicionó excreta de bobino y caprino.

En ambos tratamientos es posible observar con la ayuda del microscopio la aparición de un consorcio microbiano mutidiverso y multiespecífico, formado por hongos filamentosos, hongos levaduriformes y bacterias, en ambos materiales, película y bicapa.

Desde el día 4 de compostaje se observa en la superficie de los materiales la aparición de agregados microbianos anclados a la película formando un consorcio microbiano que es el responsable del proceso de biodegradación, al utilizar el Carbono de los materiales para los procesos metabólicos de los microorganismos de dicho consorcio.

Los crecimientos microbianos que se observan sobre los materiales están compuestos por bacterias, levaduras, sarcinas, hifas y un desarrollo fúngico de tipo filamentoso, entre otros. En ambos tratamientos se puede observar que conforme el tiempo de incubación era mayor la presencia de sobre la superficie de los microorganismos aumentaba de tal manera que en el día 4 bajo compostaje fue posible apreciar que dichos microorganismos ocupan alrededor del 40% de la superficie; mientras que para el día 32, por ejemplo la muestra de material bicapa del Tratamiento 2 (ver *Tabla 38*) el área afectada es de alrededor del 95%. Este hecho va asociado a una pérdida de peso de la muestra lo que es indicativo de un proceso de degradación asistido por la presencia de microorganismo.

Debe hacerse notar que en algunas muestras, como es el caso del bicapa en el Tratamiento 1 (ver *Tabla 37*), se observa en el día 32 de incubación que existe una región en la que la luz del microscopio pasa por el material bicapa debido a que el ataque de los microorganismos es tal que el papel en ciertas regiones ya no existe.

No obstante de que en las muestras de bicapa se aprecia un proceso de biodegradación importante, el papel adherido a la película no poseía el mismo nivel de ataque por biodegradación que presentaron las muestras de papel puesto bajo composta y aunado a este hecho la observación de la cara de papel en el bicapa no mostró señales de la presencia de microorganismos incrustados sobre su superficie. Por lo que el porcentaje de biodegradación calculado es el resultado de la degradación del PLA.

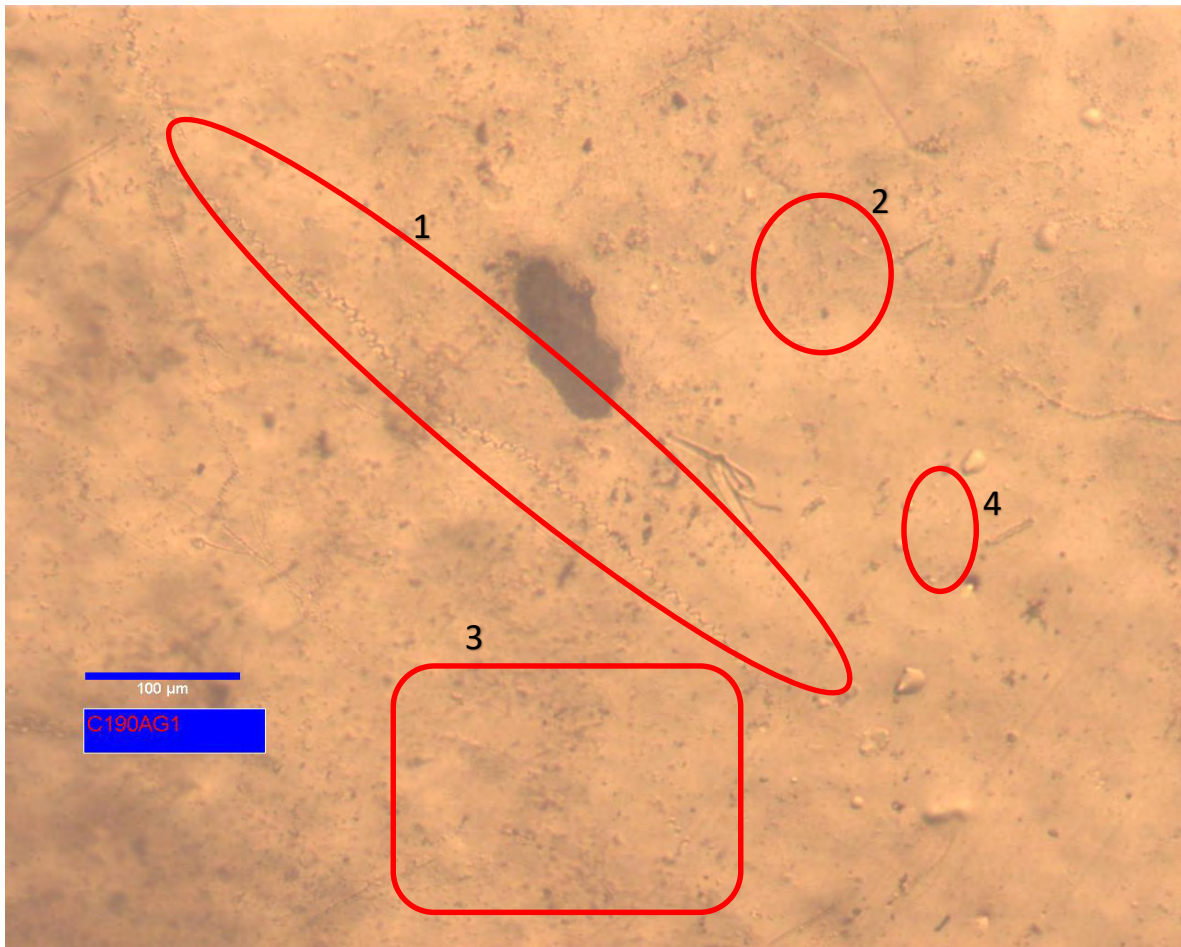


Figura 34. Micrografía de la película de PLA 90μm, Tratamiento 2, día de incubación 4, 100X.

La *Figura 34* es un ejemplo de las señales de la acción del consorcio microbiano sobre la superficie de la película de PLA. Dichas marcas se encuentran en todas las muestras de película y material bicapa. En esta figura es posible observar el consorcio mutidiverso y multiespecífico del que se había hablado anteriormente. Principalmente se muestran cuatro diferentes regiones sobre la superficie de película de PLA que fue sometida a biodegradación en la composta del Tratamiento 2 en un periodo de incubación de 4 días, estas regiones muestran los diferentes microorganismos que estaban creciendo y metabolizando el carbono de la película.

- Región 1. Es posible observar la aparición de bacterias del tipo espiroqueta las cuales dejan sobre la superficie del material una marca en forma de espiral, con una longitud aproximada de 600 μm.
- Región 2. Las marcas oscuras y de mayor tamaño que se aprecian en esta región son causadas por la presencia de levaduras, las cuales tienen una forma ovalada.

- Región 3. En esta zona de la muestra las regiones que se observan de manera oscurecida en relación a las zonas circundantes son crecimientos de bacterias. Las cuales debido a su tamaño no se aprecian de forma directa, pero el efecto de su presencia es visible por dichas zonas oscurecidas. Además, ocupan una buena parte del área total de la muestra.
- Región 4. En esta zona de la película se pueden ver claramente dos protuberancias con borde redondo y bien definido las cuales son formadas por la presencia de una colonia de bacterias.

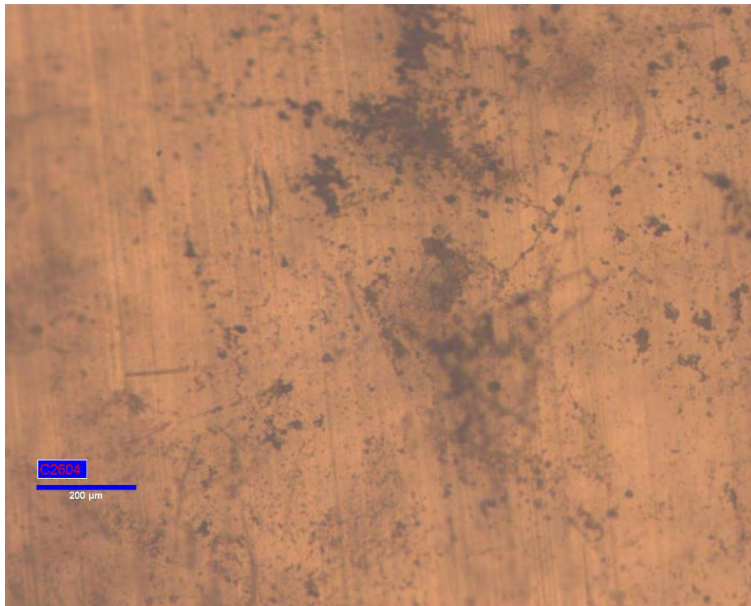


Figura 35. Micrografía de la película de PLA 60µm, Tratamiento 1, día de incubación 8, 50X.

En la *Figura 35* se observa una muestra de película de 60µm de espesor la cual estuvo en incubación durante un periodo de 8 días y vista bajo el microscopio óptico con un aumento de 50X. La película muestra una superficie incrustada por microorganismos en un 80%, aproximadamente del área total de observación. Donde predomina un crecimiento de bacterias que se agrupan formando sarcinas.

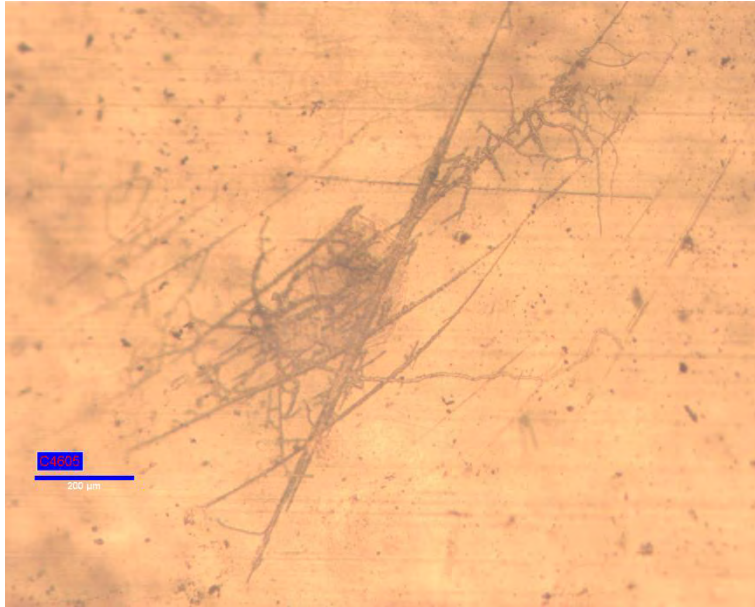


Figura 36. Micrografía de la película de PLA 60µm, Tratamiento 1, día de incubación 32, 50X.

Para el caso de la *Figura 36*, se tiene una muestra película de 60µm de espesor que permaneció en incubación durante 32 días y vista bajo el microscopio óptico con un aumento de 50X. Se aprecia un crecimiento de bacterias sobre la mayor parte de la superficie del material predominando en el centro de la imagen el desarrollo de un micelio constituido por hifas largas así como un desarrollo fúngico, en general, de tipo filamentoso. Se observa también algunos esporangios, los cuales corresponden a las células reproductivas del hongo.

Capítulo 5. Análisis de resultados y conclusiones.

Análisis de resultados.

Mediante la variación de temperatura, velocidad de procesamiento y velocidad de tensado fue posible obtener un perfil de procesamiento que permitiera obtener una película plástica de PLA biodegradable y compostable en las instalaciones del Laboratorio de Procesamiento de Plásticos de la Facultad de Ingeniería. Además, estas películas pudieron unirse a papel, obteniendo de esta forma un material bicomponente cuya adhesión está limitada por la que marca la máquina de laminación.

Para realizar el laminado térmico se modificó la temperatura y la velocidad hasta encontrar una relación adecuada. El espesor de la película fue una variable a considerar para la obtención del material bicapa, ya que se observó que los espesores menores a 40 μ m requerían condiciones diferentes de laminado a los espesores mayores a este grosor.

De acuerdo a los resultados obtenidos de la prueba adhesión se puede saber que existen dos causas probables por las cuales los espesores menores a 40 μ m presentan una adhesión pobre en relación a los espesores por encima de este:

La primer causa es debido al procesamiento; durante la obtención de la película plástica se requirió de condiciones diferentes para cada espesor, para los espesores menores a 40 μ m fue necesario tener valores de temperatura más elevadas durante el proceso y las velocidades más bajas durante el mismo como se puede ver en la *Tabla 8* del *Capítulo 3*.

Resultado del empleo de una temperatura de procesamiento cercana a la temperatura de degradación del PLA. Durante el procesado la temperatura de la masa fundida varió entre 195°C y 206°C, cuando la temperatura de degradación que indica el fabricante es de 210°C. Este hecho aunando con un mayor tiempo de permanencia del PLA dentro de la maquina extrusora, debido a que la velocidad de procesamiento fue la menor de acuerdo al rango de espesor (10 rpm y 14 rpm) son una de las causas de la disminución de las propiedades mecánicas al momento de obtener el anclaje mecánica del papel con la película plástica extrudida con las características de procesamiento descritas.

La segunda causa se relaciona con el proceso de laminación, como previamente ha sido mencionado la máquina de laminación tiene la limitante de no poder regular la presión de laminación, por consecuencia en los espesores menores a 40 μ m la presión ejercida por los rodillos sobre el material bicapa PLA-papel resulta insuficiente y por ende la fuerza de adhesión se ve afectada resultando inferior a la que se consigue en los sistemas con espesores mayores como lo demuestran los resultados de la prueba de adhesión.

Respecto a la prueba de tracción, se tuvo la hipótesis de que la película de PLA presentaría una gran ductilidad y por lo tanto una deformación plástica alta, lo que al momento de realizar la prueba se observó que esta propiedad no era considerable para la película plástica ensayada, los puntos de fluencia superior e inferior no mostraron el comportamiento característico de la ductilidad de un material. En este sentido no se contaba con el precedente de la prueba, por este motivo la comparación realizada fue hecha con los datos que el fabricante del material ofrece.

La prueba de biodegradación permitió comprobar la capacidad del bicapa susceptible de ser de biodegradable y compostable. Lo cual se comprobó por la pérdida de peso de los materiales y por la observación de un consorcio microbiano en la superficie de los mismos.

El papel adherido a la película de PLA no mostró el mismo nivel de biodegradación que las muestras de papel solo, debido a que los pigmentos utilizados sobre una de las caras de este material resultaron ser un inhibidor microbiano, por lo tanto no son biodegradables, lo cual se confirmó al no observarse actividad microbiana sobre la superficie del mismo.

Por lo anterior el papel que se encuentra en las muestras de material bicapa no pudo tener el mismo nivel de biodegradación que el papel sin adherir debido a que la cara que estaba expuesta a los tratamientos era la cara con los pigmentos.

A pesar del efecto negativo de los pigmentos, se obtuvo un alto porcentaje de éxito, respecto a la degradación obtenida en ambos tratamientos utilizados en la prueba ya que la biodegradación fue total. Si bien, no se alcanza el 100% de biodegradación en algunos casos, si es posible afirmar que es totalmente biodegradable y compostable, sobre todo el caso del papel, ya que bajo la manipulación mecánica los materiales pueden romperse en pequeños fragmentos, lo cual en condiciones reales de relleno sanitario el material sería imperceptible, reafirmando así su carácter biodegradable y de ser compostable. Respecto a la película de PLA y el sistema bicapa a pesar que no se degradó totalmente se puede observar que a los 32 días hay sistemas ($90\mu\text{m}$) que presentan un 57% de biodegradación.

Siguiendo la tendencia (de forma lineal) de las gráficas que muestran la pérdida de peso en función de los días de los días de incubación se puede afirmar lo siguiente:

- Empleando el Tratamiento 1, la película de PLA presentaría una biodegradación total después de alrededor de 67 días de incubación; el bicapa después de 125 días.
- Con la utilización del Tratamiento 2, la película de PLA presentaría una biodegradación total después de alrededor de 59 días de incubación; el bicapa después de 92 días.

Las gráficas por puntos permitieron observar que los materiales bajo compostaje tienden a converger conforme el periodo de incubación aumenta, especialmente el sistema bicapa. Lo mismo que ocurre con la velocidad de degradación.

La velocidad de degradación de todas las muestras presentó un comportamiento similar de convergencia en todos los materiales estudiados. Teniendo en el día 8 de incubación su valor máximo, para la mayoría de los casos. Mientras que para el día 32 de incubación presentaba los valores mínimos.

Los valores de velocidad de degradación más altos de la prueba, fueron los obtenidos en las muestras de papel incubadas en el Tratamiento 2. Por otro lado el sistema bicapa obtuvo una mayor velocidad de degradación en el mismo tratamiento. En el caso de la película de PLA se observó que en ambos tratamientos las velocidades eran similares. Cabe destacar que, en la representación gráfica se observa mayor homogeneidad en las muestras de película incubada en el tratamiento 2.

Conclusiones.

En este trabajo se lograron obtener películas bicapa siguiendo el método propuesto en la tesis *Análisis e implementación del proceso de fabricación para una película biodegradable empleada en empaques multicapa* [3].

Los parámetros de conformado obtenidos variaron en función de los espesores que se pretendían obtener, debido a que para poder obtener espesores pequeños es necesario que el material tenga poca resistencia a fluir. Mientras que en los espesores mayores, el polímero fundido debe tener una mayor resistencia a fluir.

También para el caso del laminado térmico, que permitió realizar la adhesión por anclaje mecánico, se buscaron las mejores condiciones para cada caso y así tener las mejores condiciones de adhesión.

El equipo de laminado térmico no permitía determinar y/o modificar la presión que ejercían los rodillos sobre el papel y la película plástica en la obtención del bicapa, por lo cual no fue posible observar los efectos que tiene esta variable sobre la adhesión (que en el caso de los espesores menores se debe traducir en una mejor adhesión a la lograda), esto es una hipótesis. Sin embargo, las pruebas mecánicas demostraron que la adhesión fue buena para los sistemas con espesores mayores a 60 μ m.

La manera de poder evaluar el material obtenido en el Laboratorio de Procesamiento de Plásticos fue mediante la aplicación de diferentes pruebas mecánicas, con lo cual se pudo conocer de forma objetiva y veraz las capacidades de la película de PLA y el material bicapa, estas pruebas fueron las de adhesión y de tracción.

La prueba de adhesión permitió observar que a pesar de que no se igualaron los valores del sistema de referencia PE-Papel, se había alcanzado la capacidad adhesiva suficiente para evitar emplear algún tipo de adhesivo, corroborando a su vez la efectividad del método propuesto. Cabe destacar, que el sistema PE-Papel se une a través de un adhesivo.

Considerando los resultados de la prueba de adhesión se determinó que los espesores de 60 μ m hasta 100 μ m ofrecían un mejor anclaje mecánico, por lo que se tomó la decisión de evaluar las demás propiedades del sistema bicapa PLA-papel (prueba de tracción y biodegradación) solamente en este rango de espesores mayores a 60 μ m. Ya que ofrecen una ventaja mecánica en relación a la película plástica por debajo de estos valores de espesor.

Con el ensayo de tracción se obtuvieron datos del comportamiento mecánico de la película como el módulo de elasticidad y el tipo de falla del material.

En primera estancia se determinó, el tipo de falla que presentaron las probetas de película de PLA, de donde se concluye que en función del espesor el tipo de falla cambia. Es decir, en espesores menores a 80 μ m la falla de tipo dúctil tiene una mayor frecuencia. Mientras que la falla con mayor frecuencia en los espesores de 90 μ m y 100 μ m, es la de tipo frágil. Este comportamiento tiene lugar por el cambio en la rigidez de la película, a mayor espesor menos deformación permite la película de PLA y por ello las probetas rompen por una falla de tipo frágil.

Con respecto al módulo de elasticidad del material, se determinó que el módulo de Young de la película plástica de PLA de 90 μ m se encuentra 10.4% por debajo de los datos reportados por el

fabricante. La causa de este comportamiento puede ser consecuencia de las condiciones de procesamiento al momento de extrudir la película.

Para el caso de las películas de 60 μ m y 70 μ m. Las temperaturas de procesamiento se encuentran en el rango de temperatura recomendado por el fabricante (190°C). Hay que recordar que no se alcanza la relación L/D del extrusor recomendado por el proveedor del PLA (Nature Works). En cambio para la película de 90 μ m con temperatura de masa fundida de 183°C dista de la temperatura recomendada. Sin embargo se procesó a 18rpm, es decir, a una velocidad más cercana a la que se recomienda y con ello se alcanza una mejor compresión del material fundido. Este hecho se tradujo en un mejor comportamiento mecánico en el ensayo de tracción.

La difracción de rayos X permitió saber que el PLA sin procesar presentaba cierto grado de cristalinidad. Lo que implica una buena capacidad de procesamiento, resistencia térmica necesaria, así como que el proceso de secado empleado pudiera ser llevado a cabo. Cabe destacar, que si el material no presentara la cristalinidad necesaria el secado no se podría haber realizado con las condiciones en las que fue hecho.

El proceso de conformado aquí seguido produce un cambio en las propiedades cristalinas del polímero. De tal forma, que se pasa de tener una sustancia parcialmente cristalina (18.1%) a una sustancia amorfa.

El principal efecto que conlleva la morfología del polímero obtenida tras el procesamiento enfriado por aire, es que gracias a la morfología superficial de la película, es posible obtener una buena adhesión entre el papel y el PLA. Sin embargo, el desarrollo de la fase amorfa en la película reduce en cierto grado las propiedades mecánicas de la misma, lo que en suma con las razones antes mencionadas, da como resultado un material con prestaciones mecánicas por debajo a las reportadas por el fabricante.

Los procesos de biodegradación, a los que fueron sometidos mediante la incubación bajo compostaje, permitieron determinar que la película de PLA, el papel utilizado y el sistema bicapa son biodegradables y compostables. El factor que permitió aseverar que los materiales poseen la capacidad de biodegradación y de ser compostables fue la pérdida de peso. Posteriormente la degradación se confirmó ópticamente por medio de un microscopio. Quedando determinado, que la causa de degradación es provocada por acción del inóculo presente en los tratamientos empleados.

En las muestras analizadas se observó la presencia de un consorcio microbiano mutidiverso y multiespecífico sobre la superficie de la película plástica. Esto es un indicativo de que el material fue objeto del metabolismo de los microorganismos, sirviendo como fuente de carbono para los procesos metabólicos de los organismos incrustados en los materiales.

Se debe tener en consideración que la prueba de biodegradación se realizó en condiciones estáticas, lo cual no sucedería en condiciones reales de compostaje o en un relleno sanitario, ya que el material bicapa podría estar bajo condiciones dinámicas lo cual provocaría que su periodo de permanencia pudiera ser menor al observado.

Las muestras de papel presentaron el porcentaje de biodegradación más elevado, situándose por encima del material bicapa y las muestras de película de PLA. No obstante, el papel presente en el

material bicapa, PLA-Papel, no presenta el mismo nivel de ataque biológico, lo que se atribuye a la presencia de tinta en la cara expuesta al tratamiento. Causado por las tintas empleadas en la impresión al no ser biodegradables.

La tendencia de convergencia de los porcentajes de biodegradación y velocidad de degradación de las diferentes muestras son efecto del ciclo de crecimiento de los microorganismos. Este crecimiento exponencial y subsecuente decrecimiento es el que se ejemplifica en la curva de los microorganismo.

En la primera etapa hay un crecimiento asincrónico de los microorganismo, lo que se observa en las gráficas de velocidad de degradación, ya que se puede apreciar que hay una alta disparidad de los datos obtenidos.

En la siguiente etapa tiene lugar un crecimiento exponencial del inóculo aportado por las compostas, lo cual se tradujo en que las muestras del día 8 de incubación tengan los valores más altos en términos de la velocidad de degradación, en la mayoría de los materiales.

La etapa final de la curva de crecimiento se caracteriza por un estancamiento en la tasa de crecimiento y un periodo de letargo. Estas características tienen como consecuencia de las velocidades de degradación disminuyan a sus valores mínimos, de acuerdo a los días de incubación. Esta estabilidad en las tasas de crecimiento es la causa de que los porcentajes de biodegradación y velocidad de degradación respectivamente tiendan a converger después de 32 días de incubación.

En este trabajo de tesis se comprobó la capacidad de biodegradación y composteabilidad de los materiales empleados así como la presencia de diferentes consorcios de microorganismos degradando los materiales. Sin embargo, en trabajos posteriores, es preciso realizar una identificación más precisa y caracterización por los estudios pertinentes a dicho efecto de los microorganismos presentes.

Por otro lado, la efectividad de los tratamientos empleados quedó demostrada en comparación con los datos reportados en el *Capítulo 1*, ya que en el caso de la celulosa después de 32 días de compostaje las muestras de papel alcanzaron una biodegradación total, mientras que el trabajo referido después de 50 días tiene una pérdida de carbono cercana al 30%.

La película de PLA mostró la misma efectividad de biodegradación con los tratamientos, debido a que en los mismos 32 días se pudo obtener un porcentaje de biodegradación de 54.17%, comparado con 20% de pérdida en masa en un periodo de 12 meses.

Finalmente, al observar los resultados de las pruebas mecánicas y de la prueba de biodegradación, se concluye que el espesor con mejores propiedades tanto mecánicas como de biodegradación es la película de PLA de 90µm, debido a que su comportamiento mecánico permite obtener el material bicapa con mejor adhesión y un porcentaje de biodegradación por el encima del rango que muestran los otros espesores estudiado.

Referencias

- [1] M. Conde, «Pemex Petroquímica,» Junio 2011. [En línea]. Available: <http://goo.gl/o22j4B>. [Último acceso: Septiembre 2015].
- [2] P. Quigley, «ASTM Interantional,» Junio 2009. [En línea]. Available: http://www.astm.org/SNEWS/SPANISH/SPMJ09/quigley_spmj09.html. [Último acceso: Septiembre 2015].
- [3] A. Vargas, Análisis e implementación del proceso de fabricación para una película biodegradable empleada en empaques multicapa, México, D.F. : Tesis, Facultad de Ingeniería, UNAM, 2015.
- [4] N. Burgos, Desarrollo de bionanocompuestos en base poi(ácido láctico) y plastificante de alta compatibilidad para envasado de alimentos, Alicante : Tesis. Universidad de Alicante , 2013.
- [5] M. Enríquez y R. Mosquera, «Desarrollo de un biomaterial a partir de almidón modificado de yuca, agente antimicrobiano y plastificante,» *Biotecnología en el sector agropecuario y agroindustria* , vol. 11, nº 2, 2013.
- [6] P. Bonilla Jiménez y M. Ballester Sibaja, Síntesis y caracterización de poli(ácido L-láctico) por policondensación directa, obtenido del fermento de desechos agroindustriales de banano en Costa Rica, Costa Rica, 2012.
- [7] Observatorio Industrial del Sector Químico , «Bioplásticos,» España, 2007.
- [8] M. D. Morales Moctezuma, Desarrollo de una película de celulosa y polímeros compostables para la elaboración de un empaque biodegradable, México, D.F. : Tesis, Facultad de Química, UNAM, 2014.
- [9] R. A. Española. [En línea]. Available: <http://dle.rae.es/?id=A2THKVu>. [Último acceso: enero 2017].
- [10] W. Centric. [En línea]. Available: <https://goo.gl/v7LTpu>. [Último acceso: enero 2017].
- [11] E. Gómez y M. Frederick, «Polymer degradation and stability,» *Department of food, Agricultural and biological engineering, The Ohio State University* , p. 9, 2013.
- [12] E. biofilms, «ECM biofilms,» [En línea]. Available: <https://goo.gl/sKZ6cc>. [Último acceso: enero 2017].
- [13] Bio-Tec, «Bio-Tec Enviromental,» [En línea]. Available: <https://goo.gl/hNWCoF>. [Último acceso: enero 2017].
- [14] M. Karamanlioglu y G. Robson, «The influence of biotic and abiotic factors of the rate of degradation of poly(lactic) acid (PLA9 coupons buried in compost and soil,» *Polymer Degradation and Stability* , p. 8, 2013.
- [15] M. Rubio-Anaya, «Polímeros utilizados para la elaboración de películas biodegradables,» *Temas selectos de ingeniería en alimentos* , 2012.
- [16] E. Rudnik, Compostable polymer materials, Oxford: Elsevier, 2008.
- [17] S. Huang, Poly(Lactic Acid) and Copolyesters.
- [18] M. Alexander, Inntroducción a la microbiología del suelo, México : AGT Editor S.A., 1980.
- [19] C. Harper, Modern Plastics Handbook, United States of America: McGraw-Hill , 2000.
- [20] «Cámara del papel,» [En línea]. Available: <http://goo.gl/Sqd8QU>. [Último acceso: marzo 2016].

- [21] «Cámara Argentina de papel y afines,» [En línea]. Available: <https://goo.gl/0ltsOh>. [Último acceso: Octubre 2016].
- [22] c. y. d. d. E. Ministerio de educación, «Factores responsables de la degradación química de los polímeros. Efectos provocados por la radiación lumínica sobre algunos materiales utilizados en conservación,» [En línea]. Available: <https://goo.gl/7EGviO>. [Último acceso: Octubre 2016].
- [23] U. P. d. Catalunya, «Introducción a los polímeros,» [En línea]. Available: <https://goo.gl/0uAtIW>. [Último acceso: Octubre 2016].
- [24] González-Prolongo, Propiedades químicas y físicas de polímeros, Madrid : E.T.S.I.A.Universidad Politécnica de Madrid .
- [25] g. d. r. p. y. a. Secretaria de agricultura. [En línea]. Available: <http://goo.gl/yQ7eal>. [Último acceso: Enero 2016].
- [26] U. Facultad de Química, «Facultad de Química,» [En línea]. Available: <https://goo.gl/hR9iGY>. [Último acceso: Enero 2017].
- [27] U. N. d. Nordeste, «Hipertextos del área de biología,» [En línea]. Available: <https://goo.gl/oRA7V6>. [Último acceso: Septiembre 2016].
- [28] S. Camacho Garrido, Ensayos microbiológicos, España : Edotorial Síntesis , 2014.
- [29] M. Pelczar, Microbiología, México : McGraw-Hill, 1982.
- [30] E. Barajas y B. Romo, Bios-Vida, México : Herrero S.A. .
- [31] C. n. p. e. y. u. d. l. biodiversidad, «Biodiversidad mexicana,» [En línea]. Available: <https://goo.gl/jFK7IT>. [Último acceso: Octubre 2016].
- [32] «Infobiología,» [En línea]. Available: <https://goo.gl/deuoEs>. [Último acceso: Enero 2017].
- [33] E. Cubana, «Ecured,» [En línea]. Available: <https://www.ecured.cu/Saprofitos>. [Último acceso: Enero 2017].
- [34] U. A. Metropolitana, «La enciclopedia de las ciencias y la tecnología en México,» [En línea]. Available: <https://goo.gl/4OYcuu>. [Último acceso: Enero 2017].
- [35] M. Coyne, Microbiología del suelo: un enfoque exploratorio, España : Paraninfo , 1999.
- [36] T. Osswald y E. Giménez, Procesado de Polímeros, Fundamentos, Colombia : Guaduales , 2008.
- [37] M. Madrid y J. M. Martín, Tecnología de la adhesión, España : Departamento Técnico de Loctite, 2009.
- [38] E. Dávila y M. Candal, «Estudio de la adhesión de uniones poliméricas sobreinyectadas rígido-rígido (ABS/SAN),» *Revista Iberoamericana de Polímeros* , vol. 14, nº 6, 2013.
- [39] W. Callister, Ciencia e Ingeniería de los materiales, México : Limusa-Wiley , 2009.
- [40] A. Ram, Fundamentals of polymer engineering, New York: Plenum press, 1997.
- [41] G. Strobl, The physics of polymers, Berlín: Springer, 2007.
- [42] L. adhesivos, «Los adhesivos,» [En línea]. Available: <http://www.losadhesivos.com/adhesion.html>. [Último acceso: Agosto 2016].
- [43] F. Beer y R. Johnston, Mecánica de materiales, China : McGraw-Hill , 2009.
- [44] N. Works, «Nature Works,» [En línea]. Available: <https://goo.gl/fAFdZI>. [Último acceso: Enero 2017].
- [45] V. Hernández y A. Chávez, Diseño y validación de un molde prototipo para un producto de plástico biodegradable, México D.F.: Tesis, Facultad de Ingeniería , UNAM, 2013.

- [46] Pochteca, «Pochteca papel,» [En línea]. Available: <https://goo.gl/X7Qduy>. [Último acceso: Enero 2017].
- [47] A. Birley y B. Haworth, *Physics of plastics, processing, properties and materials engineering*, Alemania , 1992.
- [48] D. Baird y D. Collias, *Polymer processing. Principles and desing*, John Wiley & sons, Inc., 1998.
- [49] M. Ortenzi y L. Basilissi, «Evaluation of crystallinity and gas barrier properties of film obtained from PLA nanocomposites synthesized via in situ polymerization of L-lactide with silane-modified nanosilica and montmorillonite,» *European Polymer Journal* , nº 66, 2015.

Índice de ilustraciones.

Figura 1. Degradación bajo composta de diferentes tipos de plásticos [11].	8
Figura 2. Tiempo de biodegradación de PLA bajo composta [14].	9
Figura 3. Representación del estereoisómero de ácido láctico [3].	10
Figura 4. Esquema de obtención de PLA [4].	11
Figura 5. Representación de la curva de la curva de crecimiento [26].	19
Figura 6. Representación de meros de glucosa presentes en la celulosa [27].	21
Figura 7. Esquema de máquina extrusora monohusillo [3].	27
Figura 8. Dado de extrusión de película de la Facultad de Ingeniería, UNAM [3].	28
Figura 9. Representación de los tipos de falla de las uniones adhesivas [8].	30
Figura 10. Laminadora JHC Lamimex 330-T usada en este trabajo.	31
Figura 11. Estructura de laminillas en el PLA visto con AFM [41].	32
Figura 12. Representación del proceso de difracción de rayos X.	33
Figura 13. Máquina extrusora marca Nieto.	36
Figura 14. Proceso de secado de PLA y estufa donde se realizó.	38
Figura 15. Dado de extrusión de película y sistema de enfriamiento por aire [3].	38
Figura 16. Película obtenida en el Laboratorio de Procesamiento de Plásticos.	42
Figura 17. Micrómetro Mitutoyo 293-721-10.	42
Figura 18. Proceso de laminado.	45
Figura 19. Dimensiones de las muestras según la norma ASTM D-1876.	46
Figura 20. Máquina de ensayos Instron 5500R con detalle de las mordazas utilizadas.	47
Figura 21. Imagen de la prensa y detalle del suaje utilizados para corte de película.	48
Figura 22. Obtención del porcentaje de humedad de las compostas.	51
Figura 23. Muestra de papel y bolsa de organza utilizada en la prueba.	53
Figura 24. Siembra de muestras de capas alternadas en Tratamiento 1.	54
Figura 25. Suspensiones e impregnación del inoculo.	55
Figura 26. Cristalinidad del PLA Ingeo Biopolymer D2003.	56
Figura 27. Análisis del porcentaje de cristalinidad de la muestra.	57
Figura 28. Difracción de Rayos X a muestras de película de PLA enfriada por aire.	58
Figura 29. Imagen donde se muestra la falla tipo 1.	59
Figura 30. Imagen donde se muestra la falla tipo 2.	60
Figura 31. Imagen donde se muestra la falla tipo 3.	60
Figura 32. Imagen donde se muestra el proceso de biodegradación del papel.	72

Figura 33. Imagen del microscopio Nikon L150 utilizado en el análisis.....	81
Figura 34. Micrografía de la película de PLA 90µm, Tratamiento 2, día de incubación 4, 100X. 85	
Figura 35. Micrografía de la película de PLA 60µm, Tratamiento 1, día de incubación 8, 50X. 86	
Figura 36. Micrografía de la película de PLA 60µm, Tratamiento 1, día de incubación 32, 50X. 87	

Índice de tablas.

Tabla 1. Pureza óptica del PLA y propiedades [17].....	12
Tabla 2. Propiedades mecánicas del PLA (96%L) y otros termoplásticos [17].	12
Tabla 3. Características generales del papel couché [20].	15
Tabla 4. Caracterización de los organismos según su tipo metabólico [35].....	26
Tabla 5. Características del PLA Ingeo Biopolymer 2003D [44].	37
Tabla 6. Temperaturas recomendadas por Nature Works LLC [44].	39
Tabla 7. Obtención de perfil de procesamiento.	40
Tabla 8. Condiciones de procesamiento para la obtención de diferentes espesores.	41
Tabla 9. Comportamiento térmico de la película plástica	43
Tabla 10. Condiciones de procesamiento.	43
Tabla 11. Datos técnicos, laminadora A3-330.....	44
Tabla 12. Principales características del papel couché utilizado [46].	44
Tabla 13. Condiciones favorables para laminado térmico.	45
Tabla 14. Condiciones de la prueba de adhesión.	46
Tabla 15. Condiciones de la prueba de tensión.	49
Tabla 16. Porcentajes de humedad de las compostas.	51
Tabla 17. Tratamientos utilizados en la prueba de biodegradación.....	52
Tabla 18. Porcentajes de humedad de las excretas.....	52
Tabla 19. Suspensiones utilizadas en los tratamientos de la prueba de biodegradación. 54	
Tabla 20. Media de resultados obtenidos en los ensayos de adhesión.	58
Tabla 21. Frecuencia de falla adhesiva.....	60
Tabla 22. Dimensiones de los componentes del sistema PE-Papel.....	63
Tabla 23. Frecuencia de falla, según la prueba de tracción.	64
Tabla 24. Valores promedio de las propiedades mecánicas de la prueba de tracción.....	65
Tabla 25. Valores promedio obtenidos para las muestras en el Tratamiento 1.	67
Tabla 26. Valores promedio obtenidos para las muestras en el Tratamiento 2.	67
Tabla 27. Valores promedio del Tratamiento 1, después de la biodegradación.....	68
Tabla 28. Valores promedio del Tratamiento 2, después de la biodegradación.....	68
Tabla 29. Porcentajes de biodegradación, Tratamiento 1.	69
Tabla 30. Porcentajes de biodegradación, Tratamiento 2.	69
Tabla 31. Velocidad de degradación para el sistema bicapa, Tratamiento 1.....	75
Tabla 32. Velocidad de degradación para el sistema bicapa, Tratamiento 2.....	76
Tabla 33. Velocidad de degradación para la película de PLA, Tratamiento 1.....	77
Tabla 34. Velocidad de degradación para la película de PLA, Tratamiento 2.....	78
Tabla 35. Velocidad de degradación del papel.....	79
Tabla 36. Muestras observadas en el microscopio.	81
Tabla 37. Microscopia de muestras en el Tratamiento 1, 50X.....	82
Tabla 38. Microscopia de muestras en el Tratamiento 2, 50X.....	83

Índice de gráficas.

Gráfica 1. Ensayo de adhesión sistema PLA-Papel, media de carga/ancho [N/cm].....	59
---	----

Gráfica 2. Frecuencia de falla adhesiva.....	61
Gráfica 3. Frecuencia de falla adhesiva PE-Papel [8].....	62
Gráfica 4. Ensayo de adhesión PE-Papel, carga/ancho [N/cm] [8].....	62
Gráfica 5. Valores de comparación PLA-Papel/PE-Papel.....	63
Gráfica 6. Frecuencia de falla dúctil y frágil.....	65
Gráfica 7. Módulo de Young.....	66
Gráfica 8. Biodegradación del material bicapa y papel, Tratamiento 1.....	70
Gráfica 9. Biodegradación de la película de PLA, Tratamiento 1.....	70
Gráfica 10. Biodegradación del material bicapa y papel, Tratamiento 2.....	71
Gráfica 11. Biodegradación de la película de PLA, Tratamiento 2.....	71
Gráfica 12. Biodegradación del sistema bicapa, Tratamiento 1.....	73
Gráfica 13. Biodegradación del sistema bicapa, Tratamiento 2.....	73
Gráfica 14. Biodegradación de película de PLA, Tratamiento 1.....	74
Gráfica 15. Biodegradación de película de PLA, Tratamiento 2.....	74
Gráfica 16. Porcentaje de biodegradación del papel couché.....	75
Gráfica 17. Velocidad de degradación para el sistema bicapa, Tratamiento 1.....	76
Gráfica 18. Velocidad de degradación para el sistema bicapa, Tratamiento 2.....	77
Gráfica 19. Velocidad de degradación para la película de PLA, Tratamiento 1.....	78
Gráfica 20. Velocidad de degradación para la película de PLA, Tratamiento 2.....	79
Gráfica 21. Velocidad de degradación del papel.....	80

Índice de ecuaciones.

Ecuación 1. Modelo matemático de la Ley de Bragg.....	33
Ecuación 2. Obtención del porcentaje de biodegradación de las muestras estudiadas....	50
Ecuación 3. Velocidad de degradación.....	50
Ecuación 4. Porcentaje de humedad de las compostas.....	51