

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA “ANTONIO NARRO”



DIVISIÓN EN CIENCIA ANIMAL

DEPARTAMENTO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

Obtención y caracterización de nanocelulosa a partir de fibras de lechuguilla como refuerzo de un biocomposito

POR

IGNACIO ANTONIO HERNÁNDEZ PÉREZ

TESIS

Presentada como requisito parcial para poder obtener el título profesional de:

INGENIERO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

Buenavista, Saltillo, Coahuila, México

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA ANTONIO NARRO

DIVISIÓN DE CIENCIA ANIMAL

DEPARTAMENTO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

Obtención y caracterización de nanocelulosa como refuerzo de un biocómposito

POR

IGNACIO ANTONIO HERNÁNDEZ PÉREZ

TESIS

Que se somete a consideración del H. Jurado Examinador como requisito parcial para obtener el título profesional de:



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA ANTONIO NARRO

DIVISIÓN DE CIENCIA ANIMAL

DEPARTAMENTO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

Obtención y caracterización de nanocelulosa como refuerzo de un biocóposito

POR


IGNACIO ANTONIO HERNÁNDEZ PÉREZ

TESIS

Que se somete a consideración del H. Jurado Examinador como requisito parcial para obtener el título profesional de:

INGENIERO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

Fue dirigida por el siguiente comité



Dra. Maria Hernández González
Director



Dra. Ana Margarita Rodríguez Hernández
Co-director



MP. Francisco Hernández Centeno
Co-director



MC. Haydee Yajaira López De la Peña
Co-director

Saltillo, Coahuila, México, Diciembre 2021

Declaración de no plagio

El autor quien es responsable directo, jura bajo protesta decir la verdad, que no se incurrió en plagio o conducta académica incorrecta en los siguientes aspectos:

Reducción de fragmentos o textos sin citar la fuente o autor original (copiado y pegado); reproducir un texto propio publicado anteriormente sin hacer referencia al documento original (auto plagio); comprar, robar o pedir prestados los datos o la tesis para presentarla como copia; omitir referencias bibliográficas o citar textualmente sin comillas; utilizar material digital como imágenes, videos, ilustraciones, graficas, mapas o datos sin citar al autor original y/o fuente.

En este sentido, lo anterior puede ser confirmado por el lector, estando consciente de que, en caso de comprobarse plagio en el texto, no respetar los derechos de autor, edición o modificación, será sancionado por las autoridades correspondientes.

Por lo anterior me responsabilizo de las consecuencias generadas en caso de existir cualquier tipo de plagio y declaro que este trabajo es original.

ATENTAMENTE

Ignacio Antonio Hernández Pérez

AGRADECIMIENTOS

Especialmente a **Dios** que me permitió concluir con esta etapa de mi vida de una forma correcta.

A mis papás, **Angela Pérez Barrientos** y **Mauro Hernández Pérez** que siempre me han apoyado incondicionalmente a lo largo de mi crecimiento profesional y a mi hermana y abuelos que siempre me mostraron su apoyo.

A mi segunda casa, a la **Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro**, por formarme profesionalmente y por darme una segunda familia que me acompañaron en todo momento.

A todos mis maestros que fueron clave para mi desarrollo académico.

A la **Dra. María Hernández González** por brindarme sus conocimientos antes y durante el desarrollo de esta investigación, por su paciencia, dedicación y sobre todo por su confianza que me mostro al dejarme formar parte de este trabajo.

Al **centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA)** por su apoyo en la realización de esta tesis, al facilitar sus instalaciones, laboratorios y equipos de trabajo, en especial al **Ing. Rodrigo Cedillo García** por su apoyo técnico al usar el microesxtrusor en planta piloto, a la **Dra. Yolanda Ortega Ortega** igualmente por su apoyo técnico en las pruebas realizadas en el laboratorio de Agrobiotecnología y al **Dr. Uriel Alejandro Sierra Gómez** y al **Ing. Jesús Alfonso Mercado Silva** por su apoyo técnico en las pruebas realizadas en el Laboratorio Nacional de Materiales Gráfenicos.

A las **Dras. Haydee Yajaira López de la Peña, Ana Margarita Rodríguez Hernández** y al **M.P. Francisco Hernández Centeno** por permitirme trabajar con algunos de sus equipos y por el apoyo que me mostraron durante el desarrollo de esta investigación.

A la **Ing. Ana María Ángel Sánchez** y a la **Ing. Irma Flores Cortés** por brindarme sus conocimientos y apoyarme en el uso de los diferentes equipos.

A mis amigos: **Ali Diaz, Jorge Rdz, Antonia Villafan, Danery Camargo, Luz Elena Rdz, Fernanda Mtz, Aldo Diaz, Saul Israel, Aldahir Rosales, Luis Calderón y Aranza Haro** por siempre brindarme su apoyo, por las aventuras que vivimos y sobre todo por mostrarme una sincera amistad que, sin duda alguna, será por mucho tiempo a pesar de los diferentes caminos que tomemos.

DEDICATORIAS

No ha sido nada fácil el camino para llegar a concluir esta etapa de mi vida, sin embargo, gracias a su ayuda, su cariño, bondad, y sobre todo por su gran apoyo es que este camino a sido menos complicado. Agradezco a toda mi familia que, sin duda alguna, mis amigos mas cercanos ya forman parte de ella.

Dedico esta tesis a mis padres, Angela Pérez Barrientos y Mauro Hernández Pérez por haberme educado y formarme como la persona que soy, gracias por guiarme por el buen camino. Este logro no es solo mío, también es de ustedes ya que realizaron muchos sacrificios para que yo pudiera alcanzar esta meta, no me queda más que decir gracias.

ÍNDICE GENERAL

AGRADECIMIENTOS	5
DEDICATORIAS	6
ÍNDICE DE TABLAS	10
ÍNDICE DE FIGURAS	11
RESUMEN	12
I. INTRODUCCIÓN	14
II. JUSTIFICACIÓN.....	16
III. HIPÓTESIS	18
IV. OBJETIVOS	18
4.1. Objetivo general	18
4.2. Objetivos específicos	18
V. MARCO DE REFERENCIA	19
5.1. Generalidades de los materiales biobasados	19
5.1.1 Usos.....	19
5.1.2 Ventajas y desventajas en su uso.....	20
5.1.3 Biocompósitos	20
5.1.4 Materiales de refuerzo	21
5.1.5 Influencia del tamaño de partícula	22
5.2 Generalidades de la celulosa.....	22
5.2.1 Usos.....	23
5.2.2 Fuentes.....	23
5.2.2.1 Lechuguilla.....	24
5.2.3 Tratamientos para la extracción de celulosa.....	24
5.2.3.1 Microcelulosa y nanocelulosa	26
5.3 Polisuccinimida (PSI)	27
5.4 Agentes plastificantes	28
5.5 Caracterización química.....	29
5.5.1 Espectroscopía infrarroja por transformadas de Fourier FTIR	29

5.6. Caracterización física.....	29
5.6.1 Densidad.....	30
5.6.2 Color	30
5.6.3 Microscopía electrónica de barrido	30
5.7 Propiedades mecánicas.....	30
5.7.1 Resistencia a la tensión	31
5.7.2 Por ciento de Elongación	31
5.7.3 Módulo Elástico.....	32
5.7.4 Fracturabilidad	32
5.7.5 resistencia a la tracción	32
VI. MATERIALES Y METODOS	33
6.1. Equipo, materiales y reactivos	33
6.2. Etapa 1. Obtención de los materiales base.....	34
6.2.1. Polisuccinimida (PSI)	34
6.2.2. Microcelulosa (MC)	34
6.2.3. Nanocelulosa (NC).....	38
6.2.4. Aceite esencial de orégano (AEO).....	40
6.2.5. Cristales de timol (CT)	40
6.3. Etapa 2. Obtención de probetas.....	41
6.3.1. Preparación de las formulaciones.....	41
6.3.2. Extrusión.....	41
6.3.3. Termoconformación	42
6.4. Caracterización físico-química-mecánica de los productos obtenidos.....	42
6.4.1. Física	42
6.4.1.1. Densidad.....	42
6.4.1.2. Color	43
6.4.1.3. Morfología microscópica	43
6.4.2. Química	43
6.4.2.1. Espectroscopía infrarroja por transformadas de Fourier (FTIR)	43
6.4.3. Mecánica	43
VII. RESULTADOS Y DISCUSIONES	45
7.1. Obtención y caracterización de los materiales base	45

7.1.1 Caracterización química de la PSI.....	45
7.1.2. Caracterización química de la microcelulosa.....	46
7.1.3 Caracterización química del AEO.....	46
7.1.3. Caracterización química de nanocelulosa.....	47
7.2.1. Caracterización física de las probetas.....	48
7.2.1.1 Evaluación de color de las probetas.....	48
7.2.1.3. Evaluación de densidad de las probetas.....	49
7.2.1.4. Microscopia electrónica de barrido (SEM) para nanocelulosa.....	50
7.3.1 Caracterización mecánica de las probetas obtenidas.....	52
7.3.1.1. Evaluación de tensión.....	52
7.3.1.2. Evaluación de porcentaje de elongación.....	53
7.3.1.3. Evaluación del módulo elástico.....	55
7.3.2.1. Evaluación de dureza.....	56
7.3.2.2. Porcentaje de deformación según dureza.....	57
7.3.2.3. Resistencia a la tracción.....	58
VIII. CONCLUSIONES.....	60
IX. BIBLIOGRAFIA.....	62
X. ANEXOS.....	68
10.1. Estudio estadístico de pruebas mecánicas.....	68
10.1.1 Anexo 1. Tabla de comparación de medias de resistencia a la tensión...	68
10.1.2 Anexo 2. Tabla de comparación de medias de porcentaje de elongación.	68
10.1.3 Anexo 3. Tabla de comparación de medias del modulo elástico.....	68
10.1.4 Anexo 4. Tabla de comparación de medias de la fracturabilidad.....	69
10.1.5. Anexo 5. Tabla de comparación de medias del porcentaje de deformación según dureza.....	69
10.1.6. Anexo 6. Tabla de comparación de medias de la resistencia a la tracción.	69

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Equipo, materiales y reactivos empleados en la investigación	33
Tabla 2. Formulaciones de las probetas realizadas.....	41
Tabla 3. condiciones de extrusión.....	41
Tabla 4. parámetro de las pruebas mecánicas	44
Tabla 5. evaluación de color de materiales base y de las probetas MC-AEO, MC-CT, NC-AEO y NC-CT	48
Tabla 6. Análisis de Densidad.....	50

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Fibras de lechuguilla enteras.....	35
Figura 2. Fibras de lechuguilla cortadas y secas.....	35
Figura 3. Fibras de lechuguilla en contacto con Ac sulfúrico.....	35
Figura 4. Cloración de fibras a 30 °C.....	36
Figura 5. Fibras en contacto con solución de NaOH al 5%.	36
Figura 6. Neutralidad de las fibras de lechuguilla.....	37
Figura 7. Secado de fibras a 60 °C.....	37
Figura 8. Molino marca "El crisol".....	37
Figura 9. Tamiz con muestra.....	37
Figura 10. Microcelulosa empleada para los tratamientos de obtención de nanocelulosa	38
Figura 11. Muestra en contacto con Ac clorhídrico a 70 °C.....	38
Figura 12. Agitación de muestra con Ac sulfúrico en baño de agua fría.....	39
Figura 13. Muestra en baño ultrasonico	39
Figura 14. formula para calcular densidad	43
Figura 15. espectroscopia de la PSI.....	45
Figura 16. espectroscopia de la microcelulosa (MC).....	46
Figura 17. espectroscopia del AEO.....	47
Figura 18. espectroscopia de la nanocelulosa (NC)	47
Figura 19. grafica que muestra ubicacion de color de los materiales base y de las probetas obtenidas. Δ Microcelulosa. Δ Nanocelulosa. Δ PSI. ΔMC-AEO. Δ MC-CT, NC-AEO. Δ NC-CT	49
Figura 20 Micrografias de nanocelulosa vista a diferentes magnificaciones.	50
Figura 21. Gráfico de resistencia a la tensión.....	52
Figura 22. Gráfico de % de elongación	54
Figura 23. Gráfico del módulo elástico.....	55
Figura 24. Gráfico de fracturabilidad.....	56
Figura 25. Gráfico del % de deformación según dureza.....	57
Figura 26. Gráfico de resistencia a la tracción.....	58

RESUMEN

En la actualidad, existe una gran demanda de productos biodegradables, esto debido a la creciente contaminación que generan los productos derivados del petróleo. Los biopolímeros son materiales que, en su mayoría, están formados por materiales naturales y generalmente biodegradables. Sin embargo, una de las principales desventajas que presentan dichos materiales es que no poseen las propiedades mecánicas para su manipulación por lo que se buscan diversas fuentes naturales proporcionen el refuerzo necesario para lograr dichas propiedades.

El objetivo del presente estudio fue evaluar el desempeño mecánico de un biocompósito a base de polisuccinimida reforzado con micro y nanocelulosa provenientes de fibras de lechuguilla, para lograr un adecuado desempeño mecánico. La integración del material se realizó mediante un proceso de extrusión para posteriormente ser moldeado por termoconformación. Se realizaron y evaluaron 4 diferentes formulaciones identificadas como Microcelulosa y aceite esencial de orégano (MC-AEO), microcelulosa y cristales de timol (MC-CT), nanocelulosa y aceite esencial de orégano (NC-AEO) y nanocelulosa y cristales de timol (NC-CT) cuya diferencia predomina en el agente plastificante (AEO y CT) con proporciones del 3.5% según sea el caso, así como en el tamaño de partícula del agente reforzante (micro y nanométrico) con cantidades correspondientes a un 22% para cada caso.

Las probetas obtenidas fueron analizadas en aspectos de densidad, espectroscopía infrarroja por transformadas de Fourier (FTIR), color y su desempeño mecánico mediante el uso de un textuómetro Brookfield C3.

Para densidad se encontraron valores entre de 0.814 a 0.956 g/cm³ que se encuentran en el rango de lo reportado para un polímero similar a base de fibras de coco.

En cuanto al atributo de color se obtuvieron valores en las coordenadas de "a" de 5.390 a 5.623 y en "b" de 10.440 a 12.480 lo que lo sitúa en una coloración café intenso y en la cual el factor luminosidad se ve influenciado por el tipo de plastificante empelado ya que las probetas que continen CT presentan luminosidades más elevadas que los que contienen AEO, 35.926 contra 40.466.

En lo referente a las propiedades mecánicas se tiene que tanto la influencia del agente plastificante como del tamaño de partícula son de gran importancia para el desempeño mecánico teniendo como valores encontrados en el parámetro de resistencia a la tensión en la probeta NC-CT un valor promedio de 2.302 MPa, así también para el porcentaje de elongación con la probeta MC-CT con un 12.197% y finalmente en el módulo elástico el mayor valor se obtuvo con la muestra NC-AEO con 17.739 MPa seguido por la NC-CT con 12.157 MPa así como para las cuestiones de dureza se vio reflejado el efecto positivo del tamaño de partícula y el agente plastificante encontrando valores para el parámetro de fracturalidad de 45.274 N en la probeta identificada como NC-AEO, seguido de NC-CT con 45.130 N, en cuestión del porcentaje de deformación según dureza la muestra con mayor resistencia fue la NC-AEO seguida de NC-CT con 2.50% y 2.43% respectivamente, y para finalizar en el parámetro de resistencia a la tracción el valor más destacado fue el presentado por la probeta NC-CT con 3.930 MPa seguida de la NC-AEO con 3.770 MPa.

Palabras clave: polisuccinimida, microcelulosa, nanocelulosa, aceite esencial de orégano pruebas mecánicas.

I. INTRODUCCIÓN

En la actualidad existe una gran demanda de los materiales biodegradables, esto debido a que la mayor producción de materiales plásticos son de desecho, es decir, que tienen una vida corta útil y por consiguiente generan una mayor contaminación con el paso del tiempo; es por ello que se buscan alternativas de polímeros biodegradables que pueden lograr reemplazar materiales comunes, satisfacer las necesidades básicas de los consumidores y al mismo tiempo degradarse en el medio ambiente fácilmente (Maite & Encalada, 2020).

Los biocompuestos, como también se nombran los materiales biodegradables, están formados por un material reforzante y un material que ayude a la polimerización dicho material que ayuda a reforzar es sintetizado a partir de otro. En la presente investigación se evaluaron las propiedades mecánicas de un biocomposito con diferentes tamaños de partícula del material reforzante (micrométrica y nanométrica).

Existe una gran cantidad de especies naturales de las cuales se pueden extraer los materiales de refuerzo, mismos que son incorporados al producto base como en el caso de la paja que se introduce en los adobes de arcilla con el fin de reducir el agrietamiento. Se han realizado diversos estudios a diferentes plantas silvestres como lo es el bagazo de caña de azúcar, los residuos de madera y diversos agaves con el único fin de obtener la mayor información posible acerca de las propiedades que confiere cada uno de ellos (Morton *et al.*, 2018).

Las fibras de lechuguilla se obtienen a partir del agave de lechuguilla que se explota en diversos lugares del centro y norte de México. Con dichas fibras se pueden elaborar hilos, papel o detergentes naturales (Profesional & Civil, 2020).

Investigaciones recientes han reportado procesos para la obtención de micro celulosa y posteriormente llevarla hasta nano celulosa; mediante procesos de hidrólisis semi acida con el fin de romper la pared celular de las fibras y eliminar impurezas ajenas a la especie, y la posterior hidrólisis alcalina que se realiza con el fin de eliminar hemicelulosa, azúcares y oxidantes y, finalmente, se llevan a cabo una serie de cloraciones para eliminar la lignina y colorantes naturales (Isidro Luis, 2019).

Tanto la micro como la nano celulosa son derivadas de diversas fuentes que se han implementado como material de refuerzo en diferentes biocompositos.

Existen agentes plastificantes que ayudan a mejorar las propiedades mecánicas, el más ampliamente reconocido y utilizado es el glicerol ya que este en interacción con el almidón, genera disminución en las fuerzas intermoleculares lo cual brinda mejoras al biopolímero. sin embargo, especial atención ha tomado el timol ya que además de conferir al producto propiedades antimicrobianas, al entrar en contacto con el glicerol confiere una mejora considerable en las propiedades mecánicas del biocomposito esto debido a la formación de enlaces nuevos que se generan a raíz del mezclado (Nordin *et al.*, 2020).

El objetivo de la presente investigación, fue la obtención del material reforzado con celulosa de tamaño micro y nanométrico basado en polisuccinimida (PSI) y almidón (ST), empleando adicionalmente como agentes plastificantes al glicerol y aceite esencial de orégano (AEO), en su forma completa y como cristales de timol (CT) con la finalidad de mejorar sus propiedades mecánicas.

II. JUSTIFICACIÓN

En la actualidad, se ha tratado de generar conciencia acerca de la contaminación que generan los materiales sintéticos en el medio ambiente. A raíz de esto, se han realizado investigaciones a diferentes plantas naturales que predominan en el ecosistema con el fin único de buscar un reemplazo para los derivados del petróleo. No obstante, un biomaterial en comparación con un material sintético, cuenta con la principal desventaja de no poseer las propiedades mecánicas necesarias para sustituir al polímero sintético. Para ello se tiene el interés de incorporar materiales que sean naturales con propiedades similares a las que brinda un polímero sintético. Existe una amplia gama de especies silvestres sin ser estudiadas ni aprovechadas adecuadamente por falta de conocimiento de sus propiedades, es por ello que es de suma importancia mostrar el interés hacia estas especies que pudieran conferir mejores propiedades y de esta manera incorporarlas a la industria.

La industria de los alimentos depende de la ciencia de los materiales ya que en conjunto se mejoran y se desarrollan nuevos empaques otorgando seguridad en sus aplicaciones y que sean amigables con el medio ambiente.

Los nuevos materiales que surgen deben ser seguros, ya que es el principal requisito con el que deben cumplir aquellos productos u objetos que entren en contacto de manera directa o indirecta con el alimento, además de que deben de ser lo suficientemente inertes para evitar el intercambio de sustancias ajenas al alimento que pudieran causar daños a la salud humana. Por otro lado, la FAO hace referencia a la inocuidad alimentaria en los empaques por el contacto directo que tienen con el alimento, es por ello que es de interés dar un proceso adecuado cuando se produce el empaque o cuando se adiciona un agente que actúe otorgándole una función.

La celulosa es uno de los biopolímeros más abundantes ya que se encuentra en gran parte de la vegetación. Los materiales a base de celulosa presentan dominios cristalinos y amorfos que se encuentran en las fibras es por ello que las propiedades de la celulosa dependen de la fuente de la misma (Bolio-López *et al.*, 2011).

Se cuenta con una amplia variedad de métodos para la extracción de microfibras basadas en la interacción de biopolímeros naturales; el método que arrojó resultados prometedores fue el que emplea hidrólisis ácida proporcionando producto con alto

grado de cristalinidad lo que confiere mejores propiedades mecánicas al momento de ser empleada en biopolímeros.

La obtención de nanocelulosa se realiza con en el empleo de hidrólisis ácidas, con el fin de romper los enlaces de las regiones amorfas de las cadenas de celulosa cuidando no exceder los tiempos de residencia ya que esto provoca daños a la pureza del material reforzante y, al incorporarse a un biopolímero, mejora considerablemente las propiedades mecánicas (Rica, 2018).

En los 4 tratamientos propuestos en la presente investigación, se busca evaluar el desempeño mecánico de un biocomposito reforzado con micro y nano celulosa comparando dichos resultados con los de polímeros comerciales.

III. HIPÓTESIS

La integración de micro o nanocelulosa al biocomposito derivado de la polisuccinimida y almidón con aceite esencial de orégano o cristales de timol como plastificante, les otorgará propiedades mecánicas competitivas con respecto a los materiales derivados del polivinilo.

La integración de micro o nanocelulosa al biocomposito derivado de la polisuccinimida y almidón con aceite esencial de orégano o cristales de timol como plastificante no influirá en las propiedades mecánicas del mismo.

IV. OBJETIVOS

4.1. Objetivo general

Evaluar el desempeño mecánico de un biocomposito a base de polisuccinimida reforzado con micro y nanocelulosa provenientes de fibras de lechuguilla.

4.2. Objetivos específicos

- Establecer las condiciones para la obtención de nanocelulosa a partir de fibras de lechuguilla.
- Caracterizar fisicoquímicamente la nanocelulosa obtenida.
- Establecer las condiciones para la incorporación de la nanocelulosa en un biocomposito a base de polisuccinimida.
- Caracterizar física y mecánicamente el producto obtenido.

V. MARCO DE REFERENCIA

5.1. Generalidades de los materiales biobasados

Los materiales biobasados son aquellos que se fabrican teniendo como base principal materia orgánica extraída a partir de recursos naturales tal como diversas plantas, hongos y diversos microorganismos. Existen diferentes biopolímeros que se originan directamente de la naturaleza, tal es el caso de diversas proteínas, la lignina o el quitosano, pero la diferencia entre los materiales biobasados y los polímeros generados en la naturaleza radica en que los primeros necesitan de tratamientos químicos antes de poder ser empleados.

En la actualidad, los materiales biobasados han tomado mucho interés debido a las alteraciones climáticas que generan los materiales derivados del petróleo y por las restricciones que se han generado a plásticos convencionales tal es el caso de las prohibiciones de bolsas de plásticos en los supermercados. (Vinod *et al.*, 2020).

La implementación de nuevas tecnologías ha generado una demanda de envases en la industria alimentaria es por ello que se buscan alternativas de embalaje que sean sostenibles tanto en la vida útil como en el medio ambiente y al mismo tiempo sean eficientes y efectivas (Isidro Luis, 2019).

5.1.1 Usos

Los materiales biobasados se han empleado en diferentes áreas, una de ellas es la alimenticia, ya que por las cuestiones medioambientales por las que se vive en la actualidad, se ha enfocado al empleo de dichos materiales para sustituir a polímeros derivados del petróleo, sin embargo, muestran algunas limitaciones en cuestiones de rendimiento y estabilidad en contacto con diversos productos alimenticios.

Existen investigaciones recientes en el campo de la ciencia de los polímeros, en las cuales se enfocan en la necesidad de mejorar la microestructura, las propiedades fisicoquímicas y la biodegradabilidad del material de embalaje.

Por otra parte, existen empaques comestibles llamados biopelículas o recubrimientos, estos ayudan a prolongar la vida de anaquel de un producto fresco en donde se emplea como agente antimicrobiano diversos aceites esenciales. (Zinoviadou *et al.*, 2016).

5.1.2 Ventajas y desventajas en su uso

La principal ventaja de los materiales biobasados es su biocompatibilidad y biodegradabilidad, pero estas propiedades pueden modificarse de acuerdo al mezclado que se le brinde con otros polímeros. Otras características que se destacan son su resistencia a alimentos lácteos y grasos, su termosellabilidad y su resistencia superficial. El empleo de estos materiales se ha ido extendiendo en diversas industrias como lo es la alimentaria, médica y electrónica.

El manejo de estos materiales trae consigo ciertas desventajas a considerar ya que dichos compuestos son propensos al ataque de hongos y bacterias, por lo que es de suma importancia adicionar componentes antimicrobianos y antifúngicos, biopolímeros a base de almidón son sensibles al agua por lo que se debe agregar agentes plastificantes para disminuir esta sensibilidad. Otra desventaja es el costo de fabricación a la baja productividad y la poca resistencia física, química y mecánica (Vinod *et al.*, 2020).

5.1.3 Biocompósitos

Los biocompositos también son conocidos como biopolímeros o materiales biodegradables que son unidos molecularmente por un material reforzante, y el material ya entrecruzado, es decir, ya unido molecularmente, se comporta como un material único con propiedades físico-químico mejoradas. La principal característica de un biocomposito es la forma en la que está elaborada, consta de varios elementos y la peculiaridad es que la mayoría de estos son orgánicos, cuyo objetivo principal es la biodegradabilidad. La industria biomédica es la principal demandante de estos materiales llamados también materiales bioartificiales, biosintéticos o plásticos híbridos (Joana Rodríguez Sepúlveda & Eduardo Orrego Alzate, 2016).

Los biocompositos son un tipo de material que está compuesto por una o varias redes poliméricas en las cuales se encuentra un agente biológico que puede estar o no en forma de micro o nano partícula. El término *bio* proviene del simple hecho de que la mayor parte de sus componentes son fuentes naturales como lo son fibras vegetales, fibras de papel o madera e incluso subproductos alimenticios.

Los biocompositos pueden obtenerse mediante varios métodos de síntesis, los cuales permiten obtener sistemas de tamaño a escala nanométrica, micrométrica o una mezcla de ambos. El polímero orgánico resultante constituye una fase continua mientras que el componente bioactivo genera una fase dispersa. Una de las formas más usadas para la obtención de biocompositos es por el entrecruzamiento dado por los compuestos poliméricos o matriz polimérica, los materiales de refuerzo y los agentes plastificantes (Morales, 2016).

Existen diferentes clasificaciones de biopolímeros las cuales se diferencian de acuerdo a la forma de elaboración:

- Biopolímeros a partir de recursos renovables: los que son sintetizados naturalmente de plantas y animales, o totalmente sintetizados a partir de recursos renovables.
- Biopolímeros a base de petróleo: son materiales derivados del petróleo, pero son biodegradables al final de su funcionalidad.
- Biopolímeros a partir de fuentes mixtas: fabricados de combinaciones de base biológica y monómeros derivados del petróleo.

En la industria alimentaria se han empleado para reforzar los empaques y las películas en los que vienen los alimentos dando una mejor estructura física y mecánica (Joana Rodríguez Sepúlveda & Eduardo Orrego Alzate, 2016).

5.1.4 Materiales de refuerzo

Las industrias han ido cambiando su enfoque hacia la producción de compuestos verdes debido a la demanda del consumidor, esto con el objetivo de reducir el uso de material sintético, mayor sostenibilidad, biodegradabilidad, respetuosos con el medio ambiente y reciclable, económico, de baja densidad, etc. Las fibras naturales empleadas como materiales de refuerzo son aquellos que mejoran las condiciones físicas, químicas y mecánicas de los biopolímeros y son principalmente fuentes que consten, en su mayoría, de celulosa. Existen tres clasificaciones para las fibras naturales: animal, vegetal y mineral (Lalit *et al.*, 2018).

Las propiedades mecánicas de las fibras naturales dependen de diferentes factores como la ubicación de la planta de donde se extraen, la madurez de dicha planta, las

condiciones climáticas, el método utilizado para la extracción de las fibras y los tratamientos químicos y físicos que se le den para poder implementarlos en la matriz polimérica, los factores mencionados pueden ser detonantes al momento de implementarlos en los biopolímeros ya que las mejoras esperadas no se presentan.

El empleo de fibras naturales en materiales de construcción o embalajes para granos ha resultado satisfactorio al mejorar los costos, propiedades físico-químico-mecánicas y al ser amigable con el medio ambiente, es por ello que su uso es positivo para disminuir el uso de materiales sintéticos y así reducir la contaminación ambiental (Cruz Espinoza, 2019).

5.1.5 Influencia del tamaño de partícula

El uso de partículas orgánicas e inorgánicas con resinas poliméricas es común en las industrias plásticas con la finalidad de mejorar las propiedades mecánicas, térmicas y reológicas. Sin embargo, los efectos de dichas partículas dependen de muchos factores tales como el tamaño, las características de la fuente y su grado de dispersión. Estos agentes son incorporados a la matriz polimérica como agente reforzador de textura por lo que se ha determinado que la adición a tamaños nanométricos arroja mayores incrementos en las propiedades mecánicas, comparadas con las de tamaño micrométrico esto debido a su área superficial y esto es atribuible a que la mayoría de estas partículas son empleadas como refuerzos. Sin embargo, agregar excedentes de material reforzante incrementa la rigidez del material y deteriora su resistencia al impacto (Tantaleán Jara & Abanto Leyva, 2019).

5.2 Generalidades de la celulosa

La celulosa es un polisacárido hidrófilo que consta de una cadena macromolecular de 1 Ñ 4 unidades de B-D- glucopiranosilo enlazadas para formar cadenas lineales en la pared celular (Wei & Mcdonald, 2016).

La celulosa es uno de los principales componentes de la biomasa lignocelulósica, junto con la lignina y la hemicelulosa, por lo que se considera una fuente principal para reemplazar polímeros sintéticos esto debido a su abundancia y a sus propiedades

ecológicas como la renovabilidad, biocompatibilidad y biodegradabilidad (Shaghaleh & Xu, 2021).

La lignina como parte fundamental de la biomasa, es un polímero fenólico derivado de la pared celular de diferentes plantas, por lo que se considera como uno de los principales polímeros encontrados en la naturaleza por su estructura amorfa que surge a raíz de una polimerización deshidrogenativa iniciada por alcoholes de coniferilo y sinapilo (Remya *et al.*, 2016).

5.2.1 Usos

La celulosa es el polímero renovable más abundante de la tierra, sus fibras o sus derivados han sido utilizados en diferentes aplicaciones, productos y materiales a lo largo de 150 años. En los últimos años ha tomado interés debido a la gran demanda como material de refuerzo en las matrices poliméricas en tamaños micro y nanométrico debido a que posee características bastante atractivas por ser ligera, fuerte y rígida (Pulido Barragán *et al.*, 2016).

5.2.2 Fuentes

El surgimiento y desarrollo de la nanotecnología ha revolucionado diversos sectores de la vida humana esto debido a la exitosa explotación de micro y nano partículas encontradas en diversas fuentes naturales en su forma de celulosa ya que esta es considerada como una fuente inagotable de materia prima que satisface la demanda de productos ecológicos y biocompatibles.

La explotación de la celulosa se conoce desde el principio de la civilización, desde la ropa y el papel, hasta el empleo que se le dio en la elaboración de materiales de construcción, sin embargo, en los últimos años se ha tomado mucha atención debido a su abundancia en la naturaleza y a su versatilidad cuando se procesa a tamaños más pequeños (micro y nano métrico) y esto se debe gracias a su estructura semicristalina.

La celulosa como tal se encuentra en la naturaleza en diversas fuentes como lo pueden ser algas, células bacterianas, fibras de líber, borras de algodón, pulpa de madera, entre otras. Existe una gran gama de fuentes de celulosa que comparten

características biofísicoquímicas tales como la biocompatibilidad, biodegradabilidad, peso ligero, no toxicidad, rigidez, renovabilidad, sostenibilidad, transparencia óptica, baja expansión térmica, impermeabilidad a los gases y propiedades mecánicas mejoradas (Trache *et al.*, 2017).

5.2.2.1 Lechuguilla

En México, existen diferentes plantas silvestres de donde se pueden aprovechar sus componentes de manera satisfactoria para los seres humanos y para el planeta, una de ellas es el agave lechuguilla. Esta planta es común en las áreas semiáridas y áridas del centro y norte de México y suroeste de Estados Unidos. Las fibras están constituidas principalmente del 80% de celulosa, 15% de lignina y 5% de hemicelulosa, por lo que se puede considerar como una fuente importante de celulosa. Estas fibras son utilizadas en la fabricación de cepillos, brochas, tapetes, cuerdas, entre otros.

Al norte de México, una de las principales actividades económicas en las zonas áridas y semiáridas es la recolección y venta de productos de origen vegetal. La aplicación principal del agave de lechuguilla se centra en la obtención de material fibroso (ixtle) a partir de sus hojas, dejando de lado la pulpa resultante denominada guishe como el principal contaminante en las regiones del tallado.

Las fibras de lechuguilla para fines comerciales se obtienen del cogollo, formado por las hojas más tiernas de la planta, que se encuentran agrupadas al centro de esta, y del cual proviene la fibra de mayor calidad y valor comercial, ya que poseen una menor lignificación en comparación con las hojas laterales (Pérez Berumen, 2017).

5.2.3 Tratamientos para la extracción de celulosa

Las aplicaciones comerciales de la celulosa están relacionadas con su obtención y empleo de manera eficiente en cuanto a calidad y cantidad. Existen diferentes métodos de obtención de celulosa, uno de los más usados es la hidrólisis ácida, en donde se emplean diferentes ácidos fuertes como lo es el ácido sulfúrico y ácido clorhídrico. Recientemente también se han empleado ácidos minerales y orgánicos para la obtención de este biopolímero.

Hidrolisis acida

La hidrolisis acida consta de una concentración dada de ácido clorhídrico y se incorpora con agua desionizada y a su vez con las fibras de celulosa. Este proceso implica un rompimiento inducido por el ácido durante el curso del cual la hidrolisis acida implica la difusión de moléculas de ácido en las microfibras de celulosa. Finalizado este proceso, la mezcla se somete a una serie de pasos de separación y lavado/enjuague con agua desionizada para retirar residuos de ácido clorhídrico. Posteriormente se realiza una serie de blanqueos en los cuales se utiliza hipoclorito de sodio. Una vez realizado este proceso se somete a secar y a una posterior molienda para la reducción de tamaño.

Varios ácidos como el ácido sulfúrico, ácido bromhídrico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido maleico y peróxido de hidrogeno se han empleado para extraer celulosa, sin embargo los más frecuentes son el ácido clorhídrico y el ácido sulfúrico debido a su accesibilidad. Las condiciones fisicoquímicas, térmicas y mecánicas se han analizado de acuerdo a los siguientes factores: temperaturas, tiempos de residencia, procedimiento y naturaleza de la fuente de celulosa, concentración del ácido y suma importancia a la relación fibra-acido ya que de esto depende el tamaño de partículas, morfología, cristalinidad, estabilidad térmica y propiedades mecánicas (Ng *et al.*, 2015).

Tratamiento mecánico

Los métodos mecánicos se han empleado ampliamente para la producción de partículas de celulosa utilizando diferentes combinaciones de ácido hidrolítico, oxidativo y tratamiento enzimático. En estos tratamientos incluyen micro fluidización, ultrasonificación, homogenización a alta presión y la molienda. La morfología arrojada de la celulosa obtenida con este tratamiento y el aspecto de la misma es muy similar a la obtenida con hidrolisis acida (Abdul Khalil *et al.*, 2012).

Método de oxidación

Este método consiste en introducir grupos carboxilato a materiales con gran cantidad de celulosa con el fin de desintegrarlos hasta alcanzar un tamaño más pequeño, este

método utiliza una entrada de energía mucho menor a los mencionados anteriormente. La reacción ocurre en la superficie de las fibras de celulosa y en los dominios amorfos del material y, a medida que el carboxilo aumenta, la celulosa comienza a dispersarse en solución acuosa pero las regiones cristalinas permanecen intactas (Leung *et al.*, 2011).

Hidrolisis enzimática

Este método, comparado con la hidrolisis acida, es una técnica menos costosa que elimina la necesidad de emplear productos químicos agresivos y requiere mucho menos energía para la fabricación mecánica y el calentamiento. Para llevar a cabo este método se necesitan enzimas que degradan selectivamente los dominios amorfos de fibras de celulosa y no digieren las áreas cristalinas, esto da como resultado celulosa que preservan una superficie de grupo hidroxilo que permite una manipulación química más fácil y, por lo tanto, un potencial comercial ampliado. Una de las enzimas empleadas para la hidrolisis de la celulosa es la celulasa (mezclas de endoglucanasas, exoglucanasas y celobiohidrolasas) (Anderson *et al.*, 2014).

Tratamiento de líquido iónico

Los líquidos iónicos han recibido una atención cada vez mayor por la comunidad científica específicamente por las propiedades reciclables, altamente estables, reactivos de bajo punto de fusión y baja presión de vapor, lo que lleva a soluciones innovadoras y sostenibles. La morfología de la celulosa arrojada por este método tiene similitud con la morfología que tiene la celulosa derivada de la hidrolisis acida (Trache *et al.*, 2017).

5.2.3.1 Microcelulosa y nanocelulosa

Microcelulosa

La celulosa microcristalina o microcelulosa como también se conoce, ha tomado reciente interés debido a su capacidad de incorporación a polímeros que ayudan en su composición física y mecánica. La microcelulosa es extraída a partir de fuentes naturales ricas en celulosa y por medio de diversos tratamientos y posteriores

trituras a las que se somete, es como se llega a un tamaño micrométrico. Se caracteriza por ser un polvo fino de color blanco, inerte e insoluble en agua y se emplea en diferentes áreas como lo es la biomedicina, la industria alimentaria, embalaje de papel, en dispositivos electrónicos, entre otros (Nie *et al.*, 2019).

Nanocelulosa

La nanocelulosa es un tipo de fibra natural que se puede extraer a partir de materiales con abundante celulosa. La característica principal es su tamaño, ya que generalmente contiene menos de 100 nm de diámetro y varios micrómetros de longitud, además de ser biodegradable, de peso ligero y baja densidad que oscila alrededor de 1.6 g/cm³. La nanocelulosa posee propiedades que la vuelven atractiva a la vista de diferentes investigadores, ya que por sus características esta es empleada en materiales nanocompuestos, materiales de superficies modificadas y papel transparente con funciones especiales.

La extracción de nanocelulosa consta de una serie de hidrólisis ácida, en donde se emplean diferentes ácidos como lo es el Ac. Sulfúrico y clorhídrico, una cloración y por último una serie de lavados hasta alcanzar la neutralidad.

En la actualidad, la nanocelulosa es empleada en matrices poliméricas como relleno, esto debido a las propiedades mecánicas y térmicas que proporciona (Phanthong *et al.*, 2018).

Como se ha mencionado el uso de las fibras como refuerzo para la elaboración de biocompuestos es un sistema prometedor, la incorporación de las mismas no puede ir sola ya que requiere de otros componentes para lograr dicha integración y mejora en las propiedades que se desea otorgar al material resultante, entre los compuestos utilizados para estos fines están los agentes plastificantes que como su nombre lo indican darán este tipo de propiedad.

5.3 Polisuccinimida (PSI)

La polisuccinimida, también conocida como polianhidroaspartico o poliaspartimida, es un polímero biodegradable, inocuo, amigable ambientalmente, reconocido como material verde no tóxico e insoluble en agua, pero soluble en disolventes apróticos.

Estos materiales se pueden utilizar como reemplazo de materiales derivados de petróleo y a su vez como matriz polimérica con materiales naturales reforzantes con el objetivo de reducir los problemas ambientales a los que se enfrentan las industrias en la actualidad (Silva Saldaña & Joan, 2020).

El poliácido aspártico es un poliaminoácido que consiste en unidades de aminoácidos unidos mediante enlace amida. Es un polímero lineal y flexible que contiene grupos carboxílicos hidrofílicos, el cual lo hace hidrosoluble.

El ácido L-aspártico es un aminoácido no esencial se puede producir por síntesis química o biológica. Entre los polímeros derivados se encuentran las poliaspartamidas, micelas poliméricas, hidrogeles de poliácido aspártico y reticulaciones solubles de poliácido aspártico (Ángel, 2019).

5.4 Agentes plastificantes

Un plastificante es un material que se incorpora a los plásticos para facilitar su manejo y mejorar su flexibilidad. La adición de estos puede reducir la viscosidad de fusión, el módulo elástico y la temperatura de transición vítrea de los plásticos. Los plastificantes son moléculas de bajo peso molecular y baja volatilidad que pueden cambiar la estructura de las proteínas empleadas en la elaboración de los polímeros. El glicerol se ha convertido en el plastificante más utilizado en la industria de polímeros, por su buena eficiencia plastificante, amplia disponibilidad y costos accesibles.

Por otra parte, se encuentra el sorbitol que de igual manera se considera como agente plastificante debido a su capacidad de interacción con las moléculas de almidón, provocando disminución en la movilidad de las cadenas formando la matriz de películas y, a su vez, reduciendo su interacción con el agua (Moyano *et al.*, 2021).

Más recientemente se han estudiado otros agentes que además de contribuir con las propiedades plastificantes confieren modificaciones en factores como la modificación de la polaridad en la superficie de los biocompositos generados reduciendo los contenidos de humedad, por ejemplo, o ejerciendo efectos sinérgicos con la combinación de estos. En este sentido se destaca el timol, el cual en conjunción con el glicerol han demostrado tener los efectos antes mencionados además de mejorar el

desempeño mecánico y de presentar un mejor desempeño térmico en general (Nordin *et al.*, 2020).

5.5 Caracterización química

La información química sobre la composición de un material se obtiene a raíz de diversos análisis que brindan la interacción molecular de los componentes base. Así para un polímero se debe dar a detalle de la composición química de cada uno de los elementos presentes en este, así como de los aditivos empleados durante el proceso de obtención de dicho material. La identificación de los constituyentes de un material nuevo permite evaluar algún riesgo tóxico que pueda generar tanto el material obtenido como alguno de sus componentes (Estatal De Equipos Médicos, 2014).

5.5.1 Espectroscopía infrarroja por transformadas de Fourier FTIR

Esta técnica de caracterización se basa en la absorción que presentan las moléculas con respecto a la radiación infrarroja. El FTIR arroja resultados del tipo cualitativo, lo cual permite la identificación de grupos funcionales de una molécula de manera que se presentan bandas características en regiones específicas del espectro generado por la prueba, esto permite identificar si existe alguna interacción y modificación de los grupos funcionales característicos de las muestras al momento de ser combinados o sometidos a diversos tratamientos (Pulido Barragán *et al.*, 2016).

5.6. Caracterización física

Las características físicas permiten identificar diferencias superficiales entre los materiales encontrando así resultados cualitativos que permiten un posterior análisis químico para identificar dichos resultados de manera más concreta. Entre los parámetros físicos a considerar se encuentran la forma del material, densidad, color, expansión o reducción a cambios de temperaturas. (Estatal De Equipos Médicos, 2014).

5.6.1 Densidad

La densidad de un sólido es una propiedad convenientemente medible que con frecuencia es útil como un medio para continuar con los cambios físicos en una muestra, como una indicación de uniformidad entre las muestras y como un medio de identificación. Existen diferentes formas de calcular la densidad, la más utilizada es la relación del peso del objeto entre el volumen que ocupa (García, 2020).

5.6.2 Color

La escala de color se determina empleando un equipo llamado colorímetro, el cual arroja 3 valores: luminosidad (L) que va de una escala de 0 a 100 donde 0 es negro y 100 es blanco, cromaticidad A indica una proporción rojo (a+) / verde (a-) y cromaticidad B que indica una proporción amarillo (b+) / azul (b-), las cuales proporcionan unas coordenadas (A y B), que posteriormente son graficadas para determinar el color final de las muestras analizadas (Espina & Cruz-Tirado, 2016).

5.6.3 Microscopía electrónica de barrido

Esta técnica explora la superficie de la muestra punto por punto. Su funcionamiento se basa en recorrer la muestra con un haz muy concentrado de electrones haciendo un barrido sobre la muestra, y genera la imagen a partir de los electrones dispersados sobre la misma. Este tipo de micrografías otorga información acerca de la morfología de la muestra, el tamaño micro o nanométrico y si existen algunos otros elementos indeseables (Pulido Barragán *et al.*, 2016).

Dentro de las propiedades físicas que mayor impacto tienen en el buen desempeño de los biomateriales y los biocompositos están las propiedades mecánicas, ya que estas son el principal reto cuando son comparados con los polímeros sintéticos que comúnmente se emplean en las diversas industrias que afectan el quehacer humano.

5.7 Propiedades mecánicas

El término propiedades mecánicas se usa comúnmente para denotar relaciones tensión-deformación para sistemas poliméricos. Es importante tener bien claros los parámetros de tiempo, dimensiones y temperatura que caracterizan a las propiedades

mecánicas de los biopolímeros ya que estos deben ser precisos para una mejor estabilidad (Narisawa, 2016).

Actualmente, se emplean diversos materiales para mejorar las propiedades mecánicas de los biopolímeros como lo es el caso del quitosano y la goma xanthan generando así un entrecruzamiento molecular que otorgue una mayor resistencia a la tensión y elongación (Alarcón Cavero & Arroyo Benites, 2016).

Las propiedades flexibles de los biopolímeros se ven influenciadas por el agente plastificante utilizado. El plastificante empleado por excelencia es el glicerol, como anteriormente se mencionó, ya que este aumenta el volumen libre entre las cadenas de amilasa y amilopectina liberadas, reduciendo las interacciones entre ambas y favoreciendo el movimiento de una relación con la otra, es decir el movimiento y la flexibilidad al tener el producto finalizado. Existen diferentes factores estructurales que influyen en los ensayos mecánicos de los materiales como lo son: el peso molecular, el efecto de los plastificantes, el efecto de la copolimerización y de las mezclas, el peso molecular y la cristalinidad (Bejarano, 2018).

Las principales propiedades mecánicas que se determinan en los polímeros dirigidos a la industria alimentaria son las siguientes.

5.7.1 Resistencia a la tensión

Se define como la relación de la carga máxima durante la prueba entre el área de la sección transversal original. Al continuar con este comportamiento, llegará un punto en el cual el área transversal disminuirá ocasionado por la carga de cedencia y en ese momento la carga máxima que la probeta resiste comienza a decrecer generando la ruptura del material.

5.7.2 Porcentaje de Elongación

Elongación o extensión es el máximo esfuerzo en la relación a la carga sobre el área de la sección transversal inicial y se expresa en Pa (Pascuales) o MPa (Megapascuales). La extensión o aumento en longitud se expresa en porcentaje de largo inicial. Los datos experimentales se expresan en curvas típicas que muestran los valores reales. La elongación es un tipo de deformación. Dicho comportamiento es simplemente el

cambio en la forma que experimenta cualquier cosa bajo tensión. Cuando se habla de tensión, la muestra se deforma por estiramiento, volviéndose más larga y a eso se le llama elongación (Ángel, 2019).

5.7.3 Módulo Elástico

El módulo de elasticidad, módulo elástico o módulo de Young es una constante que relaciona, en la zona elástica-lineal, el esfuerzo de tensión con la deformación. Se han empleado sistemas optoelectrónicos para investigar el comportamiento de recuperación de los materiales inmiscibles y sus mezclas al momento de determinar el Módulo de Yong (Hernández & Gómez, 2010).

5.7.4 Fracturabilidad

Este parámetro, como su nombre lo indica, es la fuerza necesaria para que el material sea fracturado, o bien, es la fuerza de la primera caída en la curva de fuerza, de aquí que la muestra debe ser sometida con un equipo el cual perfora la muestra e inmediatamente arroja valores numéricos de fuerza. Dependiendo del material y del análisis específico, la muestra es sometida a uno o dos ciclos (Espinoza Sánchez, 2019).

5.7.5 resistencia a la tracción

La resistencia a la tracción indica un valor característico para evaluar el comportamiento de resistencia. La resistencia a la tracción es definida como el esfuerzo de tracción mecánico máximo, con el que se puede someter a carga una probeta. La absorción de fuerzas disminuye hasta que la probeta de material se rompe. Sin embargo, antes de alcanzar la resistencia a la tracción, el material empieza a experimentar una deformación plástica permanente (ZwickRoell GmbH & Co. KG, 2010).

VI. MATERIALES Y METODOS

La presente investigación se llevó a cabo en el laboratorio de inocuidad y empaques y en el de caracterización del departamento de Ciencia y Tecnología de Alimentos de la Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro (UAAAN), así como en la planta piloto de plásticos del Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA) y el instituto de Ingeniería y Física de la Universidad Autónoma de Ciudad Juárez.

6.1. Equipo, materiales y reactivos

En la tabla 1 se muestran los materiales, equipos y reactivos utilizados en la presente investigación.

Tabla 1. Equipo, materiales y reactivos empleados en la investigación

Equipos	materiales	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"> Balanza analítica marca "Roca". Molino de alta potencia marca El crisol. Horno de secado ecoshel modelo 9023A Potenciómetro pHep by HANNA Espectro FTIR PerkinElmer Texturómetro Broockfield C3 Baño ultrasónico CentrifugaCAPP 	<ul style="list-style-type: none"> Embudos de vidrio Espátulas Matraz Erlen Meyer Agitadores magnéticos Vasos de precipitado diferentes tamaños Termómetros de mercurio Tubos de ensayo Papel filtro Tijeras Indicadores de pH 	<ul style="list-style-type: none"> H₂SO₄ (Ácido sulfúrico) al 98% (J. T: Baker) NaOH (Hidróxido de sodio) Jalmek. NaClO (Hipoclorito de sodio) Analytyca Agua destilada HCl (Ácido clorhídrico) NaHCO₃ (Bicarbonato de sodio)

-
- Parrillas de calentamiento thermo scientific
 - Colorímetro Konica minolta sensing inc
 - Extruder Micro compunder Xplore IM.
 - Termoconformadora PHI
-

6.2. Etapa 1. Obtención de los materiales base.

6.2.1. Polisuccinimida (PSI)

Fue sintetizada en el laboratorio de inocuidad y empaques y en el de caracterización del departamento de ciencia y tecnología de alimentos de la UAAAN, mediante la técnica de policondensación térmica de acuerdo a la metodología que establece Neri (Bennett, 2005).

Posteriormente fue caracterizada mediante Espectroscopia infrarroja por transformadas de Fourier (FTIR), como se describe posteriormente.

6.2.2. Microcelulosa (MC)

Para la obtención de microcelulosa, se reduce el tamaño de partículas mediante el cortado con tijeras, esto con la finalidad de facilitar la agitación cuando entre en contacto con las soluciones que a continuación se mencionan.

Una vez cortadas las fibras se someten a un proceso de secado para eliminar la humedad residual a una temperatura de 30 °C por 12 horas. La figura 1 muestra las fibras enteras y la figura 2 muestran las fibras cortadas y secas.



Figura 1. Fibras de lechuguilla enteras



Figura 2. Fibras de lechuguilla cortadas y secas.

Posteriormente, las fibras se ponen en contacto con una solución al 0.4% de ácido sulfúrico manteniéndolas en agitación por 1 h teniendo en cuenta que, por cada gr de fibras, se adicionan 20 mL de dicha solución tal como lo muestra la figura 3. Transcurrido el tiempo se deja sedimentar y se retira sobrenadante para seguir con una serie de lavados con agua destilada hasta llegar a un pH neutro. Este paso se realiza con la finalidad de romper la pared celular de las fibras y eliminar impurezas.



Figura 3. Fibras de lechuguilla en contacto con Ac sulfúrico.

Una vez las fibras se encuentren en un pH neutro, se someten a un proceso de cloración empleando NaClO al 3.5% a 30 °C por 1 h en agitación constante manteniendo la proporción de 20 ml de solución preparada por cada gramo de fibra. Una vez terminado el tiempo, retirar el sobrenadante y lavar con agua destilada hasta alcanzar el pH neutro, la figura 4 muestra este proceso. Este tratamiento tiene la finalidad de eliminar la lignina presente, así como colorantes naturales.



Figura 4. Cloración de fibras a 30 °C.

A continuación, se llevó a cabo una hidrolisis alcalina con NaOH al 5% agregando 20 mL de la solución por cada gramo de fibra a una temperatura de 60 °C por 2 h en agitación como puede observarse en la figura 5. Con esto se elimina hemicelulosa, azúcares y oxidantes presentes en las fibras. Después se realizan nuevamente los lavados hasta alcanzar la neutralidad.



Figura 5. Fibras en contacto con solución de NaOH al 5%.

Enseguida se realiza el proceso de cloración al 0.5% en agitación durante 1 h. Transcurrido el tiempo, se realizan los lavados con agua destilada hasta alcanzar el pH neutro, la figura 6 ilustra el procedimiento.

Los últimos pasos consisten en secar y moler el producto obtenido. Para el secado, las fibras son guardadas en un recipiente de vidrio y se llevan a la estufa por 12 h a 60 °C como se puede observar en la figura 7.

Figura 6. Neutralidad de las fibras de lechugilla.

Figura 7. Secado de fibras a 60 °C

La molienda se llevó a cabo en 2 fases una mediante un molino de aspas “El crisol”, ilustrado en la figura 8 y en un equipo nutribullet para después tamizar a través de una criba de malla numero 150 con abertura de 105 micrones equivalentes a 0.0105 centímetros como se puede apreciar en la figura 9.

Figura 8. Molino marca "El crisol".

Figura 9. Tamiz con muestra.

37

6.2.3. Nanocelulosa (NC)

Una vez obtenida la microcelulosa, se procede a obtener la nanocelulosa, para ello se trabajó con 10g de microcelulosa para los tratamientos posteriores.

Una vez pesada la MC requerida, se pone en contacto con una solución de ácido clorhídrico 4N teniendo en cuenta que por cada gramo de MC se deben agregar 10 mL de la solución. El proceso se llevó a una temperatura de entre 70-80 °C con agitación constante por 3 h. Transcurrido el tiempo, se deja sedimentar y se retira sobrenadante, posteriormente se realizan lavados con agua destilada hasta alcanzar pH neutro. Las figuras 10 y 11 muestran dicho proceso.



Figura 10. Microcelulosa empleada para los tratamientos de obtención de nanocelulosa



Figura 11. Muestra en contacto con Ac clorhídrico a 70 °C

A continuación, se llevó a cabo una hidrolisis acida con ácido sulfúrico al 23% como puede apreciarse en la figura 12, teniendo que, por cada gramo de MC, se deben agregar 10 mL de solución. Se mantuvo en agitación por una hora cuidando que la temperatura no sobrepasara los 50 °C, para ello se sometió la solución en contacto con un baño de agua fría durante todo este proceso.



Figura 12. Agitación de muestra con Ac sulfúrico en baño de agua fría

Posteriormente, se pasó la mezcla a baño ultrasónico durante 15 minutos manteniendo la temperatura inferior a los 50 °C. pasado el tiempo se deja sedimentar, se retira agua residual y se procede a lavados continuos hasta alcanzar pH neutro. La figura 13 muestra dicho proceso.



Figura 13. Muestra en baño ultrasónico

El sobrenadante es retirado y se pasa a tubos de ensayo para ser centrifugados a 2500 r.p.m. por 10 minutos, decantar el sobrenadante, almacenar en recipiente de vidrio y secar a 40 °C por 24 h.

Una vez obtenida la nanocelulosa se caracterizó mediante espectroscopia infrarroja por transformadas de Fourier (FTIR), Difracción de rayos X (DRX) y por microscopia electrónica de barrido (SEM), como se describe posteriormente.

6.2.4. Aceite esencial de orégano (AEO)

Fue proporcionada por el CIRENA (Centro de Investigación en Recursos Naturales de Salaíces Jiménez Chihuahua), el cual fue obtenido mediante arrastres por vapores y caracterizado como una muestra alta en timol, mediante una cromatografía de gases

6.2.5. Cristales de timol (CT)

El timol es uno de los componentes principales del AEO, que de igual forma fue proporcionado y caracterizado por el CIRENA.

6.3. Etapa 2. Obtención de probetas.

6.3.1. Preparación de las formulaciones

Para realizar la presente investigación, se realizaron 4 formulaciones que se describen en la tabla 2.

Tabla 2. Formulaciones de las probetas realizadas

Mezclas				
Materiales	M1	M2	M3	M4
Microcelulosa	22.000	22.000	0.000	0.000
Nanocelulosa	0.000	0.000	22.000	22.000
AEO	3.500	0.000	3.500	0.000
Glicerol	0.500	30.500	30.500	30.500
Almidón	22.000	22.000	22.000	22.000
CT	0.000	3.500	0.000	3.500
PSI	22.000	22.000	22.000	22.000

6.3.2. Extrusión

La extrusión del material se llevó a cabo en la planta piloto 1 del CIQA en el equipo extruder micro compounder Xplore IM 15 bajo las siguientes condiciones establecidas por (Cruz Espinoza, 2019) que se mencionan en la tabla 3.

Tabla 3. condiciones de extrusión

PARAMETROS EMPLEADOS
Temperatura: 125 °C
Velocidad de husillo: 60 r.p.m
Tiempo de residencia: 3 minutos

Las mezclas se realizaron por separado; primeramente, se mezclaron los líquidos (glicerol, AEO y CT), seguido de los sólidos (PSI, almidón, MC y NC) una vez que se cuenta con las mezclas homogéneas se juntan hasta formar una sola masa, que posteriormente se alimenta la tolva para dar inicio con la extrusión.

6.3.3. Termoconformación

El material se moldeó en la planta piloto 1 del CIQA empleando una termoconformadora marca PHI.

Las probetas obtenidas son de 1 mm de espesor, el proceso empleado fue el moldeado por compresión, en una prensa de placa caliente a 80 °C a 25 ton de presión por 3 minutos, una vez pasado el tiempo, se pasaron a una placa de enfriamiento con circulación de agua a 25 ton de presión por 3 minutos, tal como lo menciona (Cruz Espinoza, 2019).

6.4. Caracterización físico-química-mecánica de los productos obtenidos.

La caracterización tanto de los materiales base como de las probetas obtenidas se llevó a cabo en los laboratorios de caracterización de la UAAAN y del Instituto de Ingeniería y Física de la UACJ.

6.4.1. Física

La caracterización física se llevó a cabo en el laboratorio de inocuidad y empaques ubicados en el departamento de Ciencia y Tecnología de Alimentos de la Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro.

6.4.1.1. Densidad

La densidad es la relación de la masa y el volumen que ocupa el material. Dicha propiedad fue calculada con la fórmula que se muestra en la figura 14 utilizando un vernier digital marca Husky para determinar las longitudes, así como un micrómetro para determinar su espesor y a su vez empleamos una balanza analítica marca Roca para establecer el peso.

Masa	$m = F / a$
Volumen	$V = L * A * H$
Densidad	$\rho = \frac{m}{V}$

Figura 14. formula para calcular densidad

6.4.1.2. Color

La determinación de color se determinó con un colorímetro (Minolta CR 400), el sistema proporciona 3 componentes de color; L (luminosidad), y coordenadas de cromaticidad; a (componente +rojo a – verde) y b (+amarillo a -azul).

6.4.1.3. Morfología microscópica

La morfología microscópica se realizó en un microscopio electrónico de barrido ubicado en la Universidad Autónoma de Ciudad Juárez.

6.4.2. Química

La caracterización química nos indica la interacción molecular de los materiales y aditivos involucrados en la elaboración de las probetas.

6.4.2.1. Espectroscopía infrarroja por transformadas de Fourier (FTIR)

Se realizó la determinación química de las materias primas y de las probetas obtenidas por el entrecruzamiento realizado en el extruder mediante espectroscopia infrarroja por transformadas de Fourier con un equipo PerkinElmer UATR Two del laboratorio de caracterización de la UAAAN.

6.4.3. Mecánica

Las pruebas mecánicas se determinaron una vez obtenido el material extruido, en probetas fraccionadas a un tamaño uniforme (6 cm * 1 cm). El equipo empleado para estas mediciones fue un texturometro Brookfield modelo C3 acoplado las sondas correspondientes para cada una de las mediciones a realizar como se muestra en la tabla 4.

Tabla 4. parámetro de las pruebas mecánicas

SONDA	PARAMETRO	OBJETIVO	CARGA DE ACTIVACION	VELOCIDAD DE TEST	CORRECCION
TA-DGA	TENSION % ELONGACION MODULO ELASTICO	50%	6.8 g	0.50 mm/s	0 g
TA15/1000	%DE DEFORMACION SEGÚN DUREZA FRACTURABILIDAD RESISTENCIA A LA TRACCION	0%	1.0 g	0.50 mm/s	50.0 g
TA7	FRACTURABILIDAD	0%	1.0 g	0.50 mm/s	50 g

VII. RESULTADOS Y DISCUSIONES

7.1. Obtención y caracterización de los materiales base

Los materiales base se caracterizaron de acuerdo a sus propiedades físicas y químicas y una vez que se realizó la extrusión fueron analizadas como a continuación se presenta.

7.1.1 Caracterización química de la PSI.

La figura 15 muestra las bandas más representativas de la PSI.

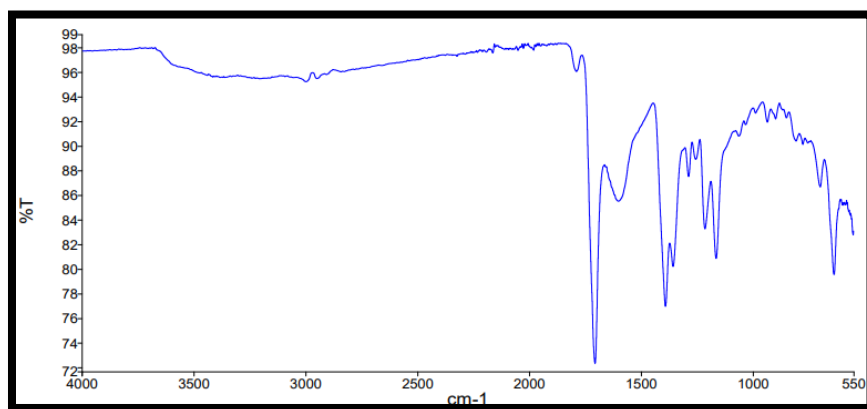


Figura 15. espectroscopia de la PSI.

Como se puede observar en la figura 15 se muestran las bandas más representativas de la PSI, lo que indica una similitud con las reportadas por (Ángel, 2019) para la PSI, estando las bandas similares alrededor de 1708.36 cm^{-1} correspondiente a la vibración de C = O de las amidas cíclicas; la banda en 1590.84 cm^{-1} indica vibraciones de NH y C-N, en 1215.18 cm^{-1} indica vibraciones entre C-N, la banda ubicada a los 2954.72 representa el tramo asimétrico de C-H y de CH₂ y por último la banda ubicada en el punto 1164.51 corresponde a la flexión C-H desde el CH₂ (Hernández-González *et al.*, 2017).

7.1.2. Caracterización química de la microcelulosa.

La figura 16 muestra las bandas más representativas de la microcelulosa.

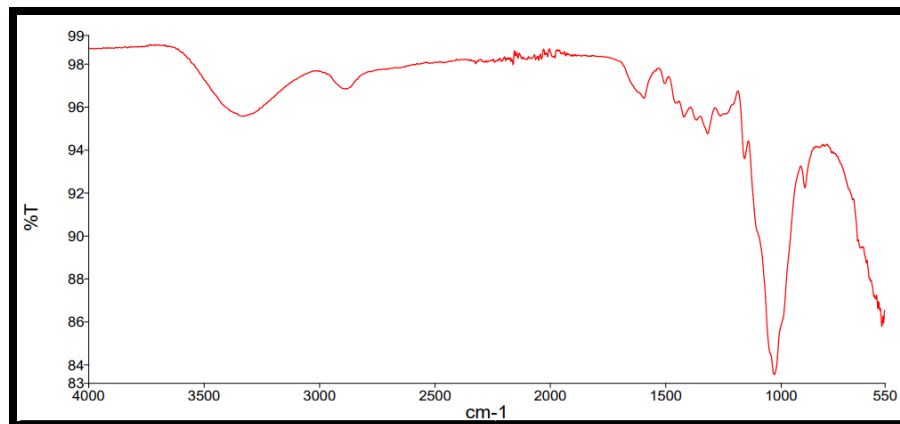


Figura 16. espectroscopia de la microcelulosa (MC)

Como se puede observar, la banda ubicada 3330.64 corresponde a la tensión OH de los puentes de hidrogeno intermoleculares. La banda ubicada a los 1317.66 corresponde a las flexiones de los enlaces C-H y C-O de los anillos aromáticos de la celulosa. Y por último la banda ubicada a los 1028.25 corresponde a las vibraciones de los estiramientos C-O dicho comportamiento presente en la mayoría de las fibras naturales. las bandas mencionadas anteriormente se asemejan a las reportadas por (Ángel, 2019) para microcelulosa extraída de la misma fuente y que a su vez menciona que tiene características químicas similares a las de la celulosa comercial por lo que la MC empleada en este tratamiento, es eficiente. A su vez las bandas son similares a las reportadas por (Isidro Luis, 2019) la cual hace referencia a microcelulosa extraída de la misma fuente que la que se presenta en esta investigación.

7.1.3 Caracterización química del AEO

La figura 17 muestra las bandas más representativas del aceite esencial de orégano (AEO).

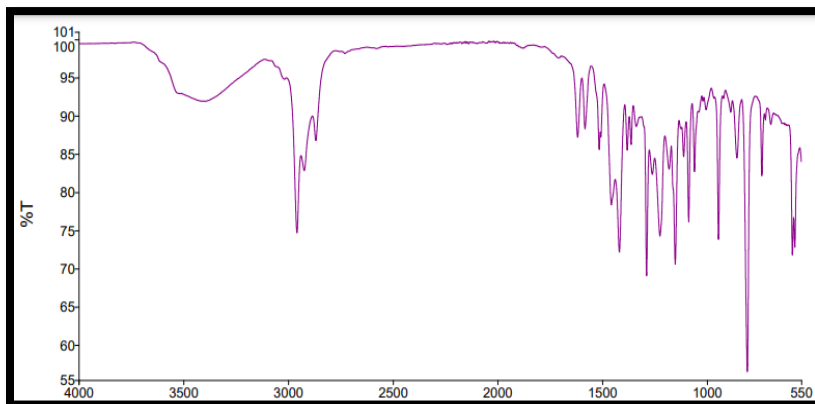


Figura 17. espectroscopia del AEO.

Como se puede observar en la figura 17 se muestran las bandas representativas del AEO, entre las cuales se encuentran las ubicadas entre 1618.63 y 1457.88 cm^{-1} en donde se presentan los anillos fenólicos. La banda que se encuentra en los 3400.20 cm^{-1} corresponde a grupos OH en donde se presenta una frecuencia más baja debido a la tensión de O-H del enlace de hidrogeno (Hernández-González *et al.*, 2017).

7.1.3. Caracterización química de nanocelulosa

La figura 18 muestra las bandas más representativas de la NC.

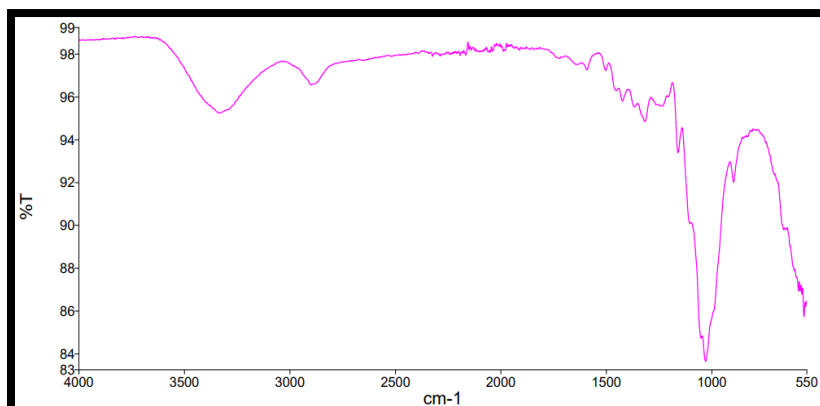


Figura 18. espectroscopia de la nanocelulosa (NC)

En la figura 18 se puede observar las bandas más representativas de la nanocelulosa las cuales son una a 3340.00 cm^{-1} correspondiente a la tensión OH de los puentes de hidrógeno intermoleculares. Otra más localizada a 1027.94 cm^{-1} correspondiente a las vibraciones de los estiramientos C-O, reportado para la mayoría de las fibras naturales, concordado con lo reportado por Isidro Luis, 2019 en un estudio con esta misma fuente

de fibras y con lo realiza por Sangeetha *et al.*, 2019, en muestra analizadas mediante espectroscopias infrarroja para nanocelulosa extraída de algodón de desecho donde se pueden apreciar las bandas antes mencionadas.

7.2.1. Caracterización física de las probetas.

Las probetas elaboradas identificadas como MC-AEO, MC-CT, NC-AEO Y NC-CT, fueron evaluadas físicamente en lo referente a los parámetros de color y densidad, cuyos datos se presentan a continuación.

7.2.1.1 Evaluación de color de las probetas

Las probetas fueron evaluadas mediante el uso de un colorímetro Konica minolta sensing inc, en cuanto a los parámetros de luminosidad y cromaticidad a y b. La tabla No. 5 muestra los resultados para dichas determinaciones.

Tabla 5. evaluación de color de materiales base y de las probetas MC-AEO, MC-CT, NC-AEO y NC-CT

MUESTRA	L	A	B
MATERIALES BASE			
MICROCELULOSA	83.807 ± 0.059	-1.092 ± 0.016	18.622 ± 0.044
NANOCELULOSA	81.465 ± 0.133	0.577 ± 0.031	21.760 ± 0.093
PSI	78.525 ± 0.501	8.867 ± 0.226	16.082 ± 0.080
PROBETAS			
MC-AEO	36.586 ± 0.202 C	5.500 ± 0.094 A	11.473 ± 0.193 B
MC-CT	40.466 ± 0.202 A	5.623 ± 0.094 A	12.480 ± 0.193 A
NC-AEO	35.926 ± 0.202 C	5.623 ± 0.094 A	10.440 ± 0.193 C
NC-CT	37.766 ± 0.202 B	5.396 ± 0.094 A	11.063 ± 0.193 BC

Como se puede apreciar la probeta que presenta la tonalidad más clara es la identificada como MC-CT, seguida de la NC-CT, presentando diferencias estadísticamente significativas entre ambas para finalmente encontrar a un mismo nivel de luminosidad a las muestras MC-AEO y NC-AEO. Dicho comportamiento puede ser atribuible a la presencia del agente plastificante CT o AEO ya que de acuerdo a la coloración original de estos materiales base se puede apreciar que los CT son traslucidos, a diferencia del AEO que tiene una tonalidad café ocre.

Tocante a las coordenadas de cromaticidad en A y B, la figura 19 presenta la ubicación de dichos puntos para cada una de las probetas en la escala de cromaticidad.

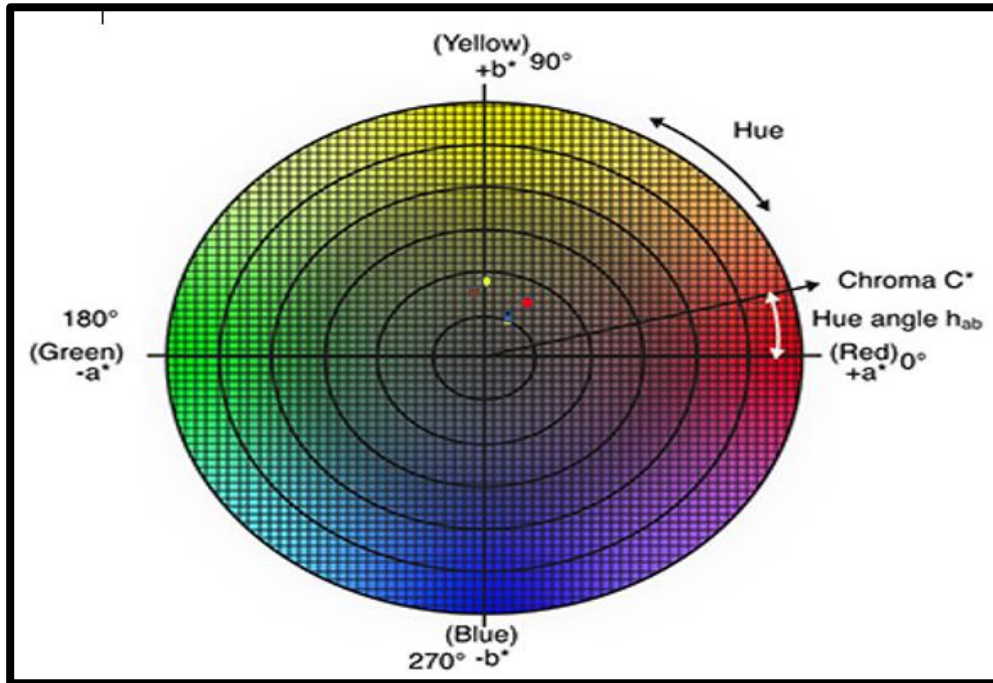


Figura 19. grafica que muestra ubicacion de color de los materiales base y de las probetas obtenidas. Δ Microcelulosa. Δ Nanocelulosa. Δ PSI. Δ MC-AEO. Δ MC-CT, NC-AEO. Δ NC-CT

Como menciona (Cárdenas & Janeth, 2017) el color es una característica fundamental y esta varía de acuerdo a los materiales empleados en su elaboración, es por ello que las diferencias presentadas en este trabajo numéricamente son percibidas ya que los componentes iniciales para la elaboración de las muestras son diferentes.

7.2.1.3. Evaluación de densidad de las probetas

El parámetro densidad de las probetas fue analizado utilizando una balanza analítica Roca y un vernier digital Husky, los resultados obtenidos se muestran en la tabla 6.

Tabla 6. Análisis de Densidad.

MUESTRA	ANÁLISIS DE DENSIDAD g/cm ³
MC-AEO	0.814 ± 0.004 D
MC-CT	0.881 ± 0.004 B
NC-AEO	0.956 ± 0.004 A
NC-CT	0.838 ± 0.004 C

Como se puede observar, las 4 probetas muestran diferencias estadísticamente significativas entre sí, siendo la de mayor densidad la muestra NC-AEO, similares a las densidades reportadas por (García, 2020) en donde realizaron un biopolímero a base de fibras de coco donde el rango oscilaba entre 0.822 y 1.332 g/cm³, además se puede deducir que las diferencias que se muestran en la tabla 6, pueden ser atribuibles al agente plastificante y al tamaño de partícula, sin embargo la diferencia numérica presentada entre las muestras está dentro de los rangos presentados en la investigación antes mencionada.

7.2.1.4. Microscopia electrónica de barrido (SEM) para nanocelulosa.

Las figuras 20 a, b y c muestran las imágenes para la microscopía electrónica de transmisión realizadas a muestras de nanocelulosa obtenidas de las fibras de lechuguilla mediante los procesos realizados en este proyecto.

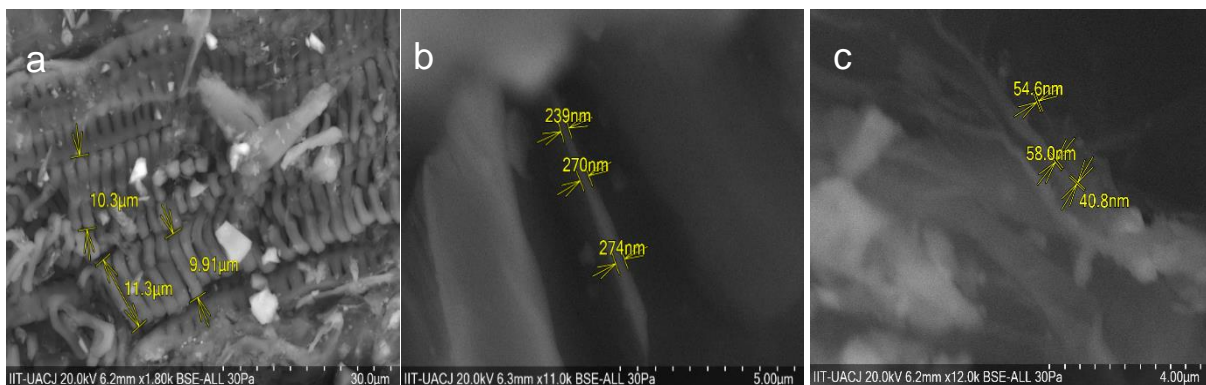


Figura 20 Micrografías de nanocelulosa vista a diferentes magnificaciones.

Como es posible apreciar de la figura 20 a una magnificación de 1.8K las muestras presentan una estructura enroscada con una longitud de entre 9.91 y 11.30 μm. Esta

forma de acomodo en las fibras ha sido reportada por fuentes por diversos autores (Owi et al., 2016; Suhas *et al.*, 2016) atribuyendo a la misma la capacidad de conferir las propiedades de flexibilidad al ser incorporada en diversos materiales (Cataldi *et al.*, 2014).

Las figuras 16 b y c presentan la magnificación a 11.0 K y 12.0 K respectivamente donde a este mayor acercamiento es posible observar los tramos constitutivos de la espiral previamente descrita. La estructura observada tiene forma de agujas y al realizar las mediciones de ancho se encuentran tamaños de entre 239 y 274 nm, para la magnificación de 11.0 K y para la magnificación de 12.0 K se hacen evidentes tamaños de entre 40.8 y 54.6 nm (Owi *et al.*, 2016).

7.3.1 Caracterización mecánica de las probetas obtenidas.

Las probetas obtenidas como MC-AEO, MC-CT, NC-AEO y NC-CT se caracterizaron mecánicamente empleando un texturómetro Brockfield C3 con diferentes sondas y accesorios para la medición de tensión, elongación, dureza y resistencia al corte cuyos resultados se muestran a continuación.

7.3.1.1. Evaluación de tensión.

El parámetro tensión fue evaluado bajo las condiciones previamente mencionadas en el apartado de metodología a partir de dicho análisis fue posible obtener los parámetros de porcentaje de elongación y el módulo elástico. Los datos de resistencia a la tensión se muestran en el anexo no. 1 y se expresan gráficamente en la figura 21.

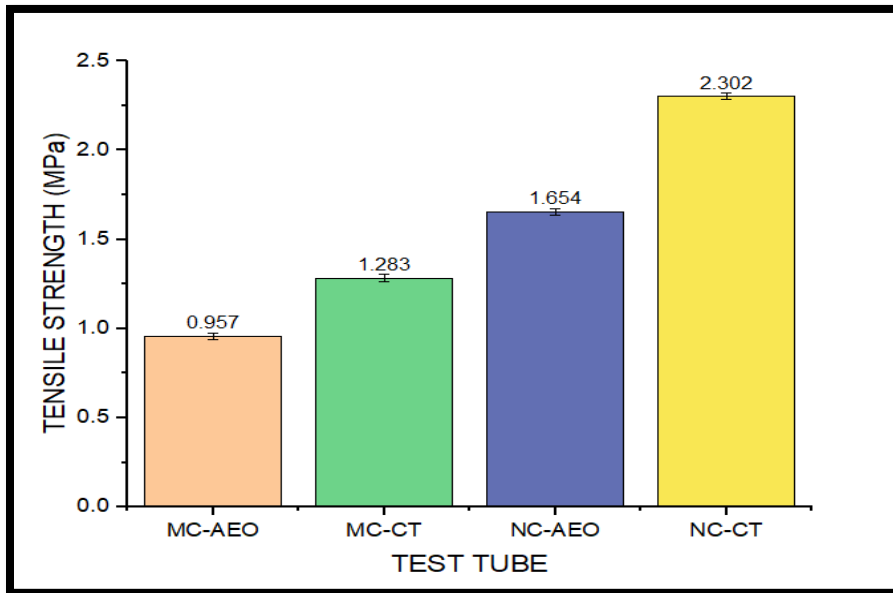


Figura 21. Gráfico de resistencia a la tensión

Como se puede apreciar, las 4 probetas muestran diferencias estadísticamente significativas entre sí, siendo que la de mayor resistencia a la tensión presentó fue la probeta identificada como NC-CT con un valor promedio de 2.302 MPa, seguida de la NC-AEO con un valor promedio de 1.654 MPa, dicha mayor resistencia con respecto a las probetas elaboradas con microcelulosa, puede ser atribuida a que el tamaño de partícula influye en el comportamiento de tensión debido a que partículas con tamaños más pequeños presentan mayor disponibilidad para establecer enlaces con otros

compuestos (Tantaleán Jara & Abanto Leyva, 2019). Otro factor que se destaca es la influencia del agente plastificante el cual es el glicerol en conjunción con el AEO o los CT donde es posible apreciar que las probetas que se plastifica con la mezcla glicerol CT, presentaron mayor resistencia a la tensión que las que contenían la mezcla glicerol AEO para cada uno de los materiales bases (PSI-MC y PSI-NC), esto concuerda con lo reportado por (Nordin *et al.*, 2020) quien hace mención a el efecto sinérgico entre el glicerol y los CT para mejorar las propiedades mecánicas de una película a base de almidón de maíz. En cuanto a los valores presentados para la resistencia a la tensión de las probetas MC-AEO con valor promedio de 0.957 MPa y MC-CT con 1.283 MPa, se puede apreciar que son similares a los reportados por (Rodríguez-macías *et al.*, 2020) para un biopolímero a base de fibras de nopal reportando valores de resistencia a la tensión de entre 0.17 y 1.42 MPa, Por otro lado, las probetas a base de NC presentaron una mejor resistencia a la tensión, teniendo valores similares a los reportados en un estudio realizado por Peralta & Daniel, en 2019, quienes trabajaron en un material a base de alcohol poliláctico (PLA) reforzado a diferentes concentraciones de bagazo de yuca reportando valores de entre 1.87 y 3.33 MPa. En el mismo trabajo se reportan valores de 2.52 y 2.88 MPa, para el polibutileno adipato co tereftalato (PEBAT) que es un co-polímero sintético con buenas propiedades mecánicas. Lo cual es de importancia ya que las probetas a base de nanocelulosa realizadas en el presente trabajo presentan un desempeño mecánico similar a los del copolímero antes mencionado el cual es un producto comercial.

7.3.1.2. Evaluación de porcentaje de elongación

El porcentaje de elongación fue obtenido con la relación de la deformación máxima alcanzada entre la longitud inicial del material obteniendo como resultado los datos presentados en el anexo 2 y representados gráficamente en la figura 22.

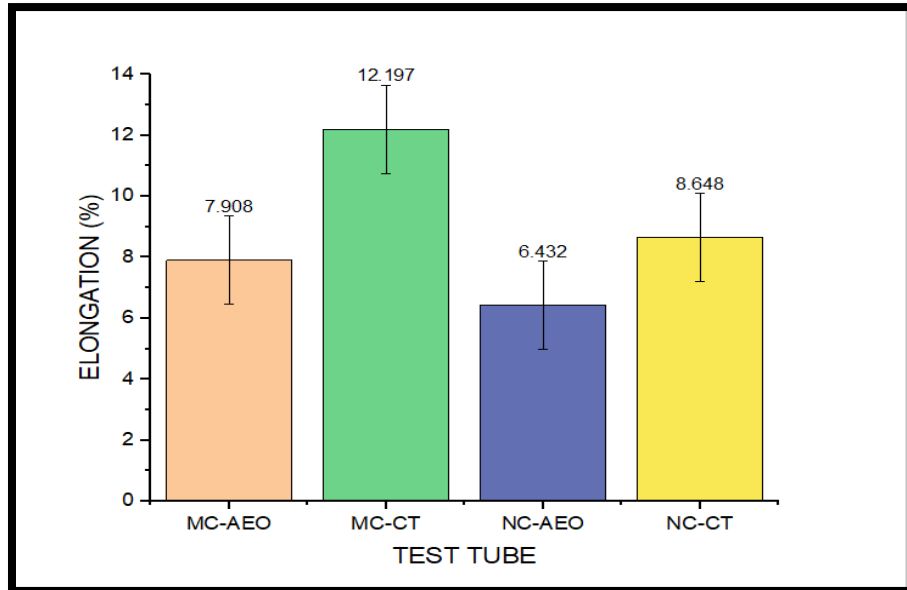


Figura 22. Gráfico de % de elongación

En la figura 22 se observa que existen diferencias entre las muestras, siendo la que mejor porcentaje de elongación mostró, la identificada como MC-CT siendo este valor promedio de 12.197 %, seguida de la identificada como NC-CT con un porcentaje promedio de 8.648 existiendo diferencias estadísticamente significativas entre ambas, seguida de la identificada como MC-AEO con un valor promedio de 7.908% y por último la probeta NC-AEO con 6.432%. Una investigación realizada por (Díaz Escriche, 2012) menciona un porciento de elongación para un biocomposito a base de resina y fibra de lino de un rango entre 3.1 y 5.3, lo que indica que los valores encontrados en esta investigación se encuentran por encima de los antes mencionados para los 4 tratamientos esto debido a que, como menciona (Cárdenas & Janeth, 2017), la cantidad del agente plastificante mejora las propiedades mecánicas de los biopolímeros, cabe señalar que en su estudio emplearon únicamente al glicerol como agente plastificante en porcentajes del 4 al 10, a diferencia de lo realizado en el presente estudio que además de presentar mayores concentraciones de glicerol este se encontró realizando sinergia con los cristales de timol con la consecuente mejora de la propiedad mecánica.

7.3.1.3. Evaluación del módulo elástico.

El módulo elástico fue calculado con la relación del esfuerzo elástico entre la deformación elástica obteniendo como resultado los datos que se muestran en el anexo 3 y gráficamente representado en la figura 23.

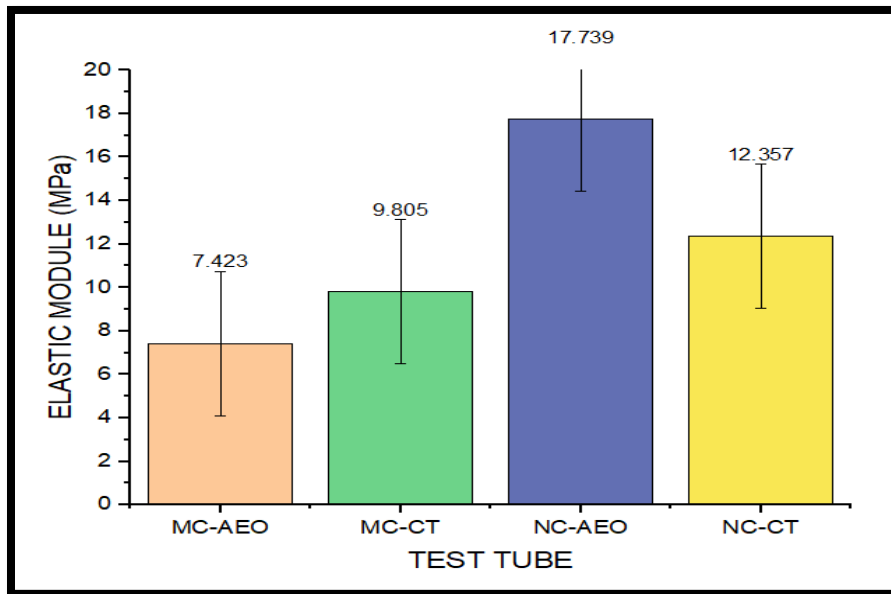


Figura 23. Gráfico del módulo elástico.

Como se puede observar, la muestra con un mayor comportamiento elástico fue la NC-AEO con valor de 17.739 MPa, seguida de la identificada como NC-CT con un valor promedio de 12.357 MPa mostrando diferencias estadísticamente significativas, seguidas de las MC-AEO y MC-CT con valores promedio de 7.423 y 9.805 MPa respectivamente, que se encuentran a un mismo nivel de significancia. Una de las principales áreas a producción de los biocompositos es precisamente el nivel de plasticidad que como se puede ver en el presente estudio con la incorporación de los materiales base aquí propuestos (PSI, MC, NC, AEO y CT) se ve francamente favorecida ya que si se compara con otros estudios recientemente reportados como el de (Rodríguez-macías *et al.*, 2020) quien determino las propiedades mecánicas de un biopolímero a base y refiere un módulo elástico promedio de 1.42 MPa, la diferencia es altamente significativa con respecto a los cuatro tratamientos aquí utilizados. Por otro lado, el estudio realizado por (Águila Avilés, 2017) hace referencia a un módulo de elasticidad de 2.38 MPa para polímeros con refuerzos naturales a tamaño micrométrico lo que confirma que los agentes plastificantes y el tamaño de partícula

influyen positivamente en las propiedades mecánicas de diversos polímeros, ya que como se puede apreciar las probetas a base de NC presentaron un módulo elástico superior al de las muestras con MC.

7.3.2.1. Evaluación de dureza.

Los materiales obtenidos y etiquetados como MC-AEO, MC-CT, NC-AEO y NC-CT fueron analizados con la sonda TA15/1000. De esta manera se obtuvo la resistencia a la tracción, la fracturabilidad y el porcentaje de deformación según dureza. Las condiciones por las cuales se sometieron dichas probetas fueron mencionadas en el apartado de metodología. En la figura 24 se muestra gráficamente el comportamiento de la fracturabilidad para las 4 probetas y en el anexo 4, se presenta la tabla comparativa de medias.

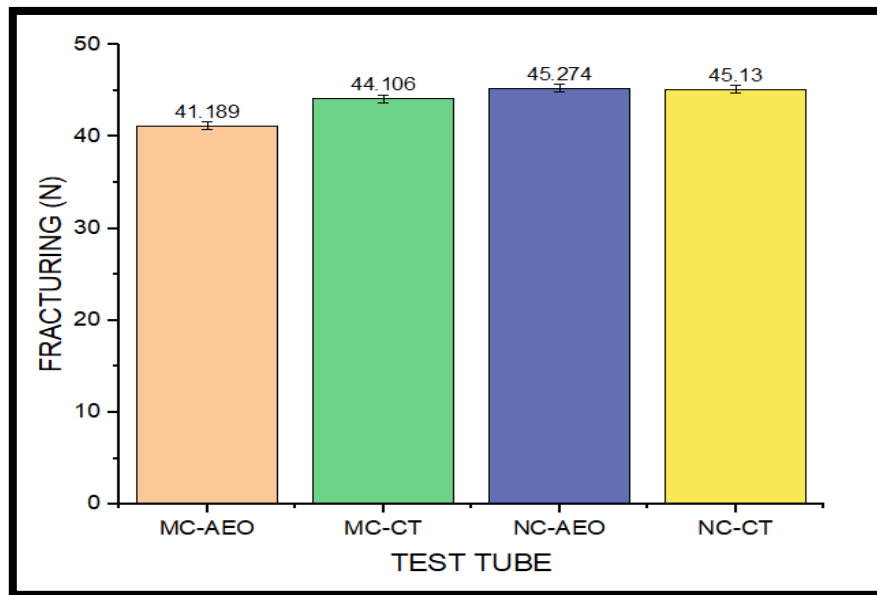


Figura 24. Gráfico de fracturabilidad.

En la figura anterior se puede observar las diferencias que existen entre los tratamientos, para lo cual tenemos que la muestra señalada como NC-AEO requieren una mayor fuerza a la fractura teniendo un valor de 45.274 N, junto con las NC-CT con 45.130 N ya que no presentan diferencias estadísticamente significativas entre ambas. Datos de fracturabilidad reportados por (Cárdenas & Janeth, 2017) para una bandeja

biodegradable de maíz, almidón y soya con concentraciones similares de glicerol a las presentadas en este trabajo, menciona un rango de fracturabilidad de 18.92-47.66 N teniendo que los valores máximos coinciden con los presentados en este trabajo y encontrándose por arriba de los mínimos arrojados en la investigación de referencia.

7.3.2.2. Porcentaje de deformación según dureza.

El porcentaje de deformación es la relación de las dimensiones originales antes de someter el material a una fuerza y las dimensiones finales causadas por la fuerza aplicada expresada en porcentaje. En la figura 25 se expresa dicho comportamiento, así como en el anexo 5 se tabla de comparación de medias para este atributo.

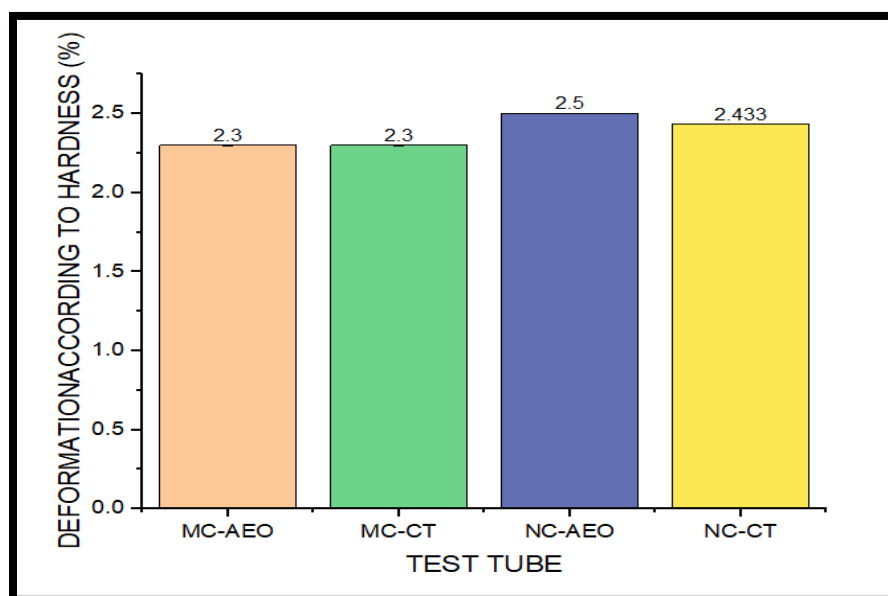


Figura 25. Gráfico del % de deformación según dureza

La probeta que mostro un porcentaje de deformación más elevado fue la marcada como NC-AEO con 2.50%, seguida de la NC-CT con 2.43% existiendo diferencias estadísticamente significativas entre los tratamientos, esto puede ser atribuido al agente plastificante empleado, en este caso, los cristales de timol y el aceite esencial de orégano. Respecto a las otras 2 probetas, no existieron diferencias estadísticamente significativas entre ambas, pero si con respecto a las probetas elaboradas con NC lo anterior como se mencionado es debido a la influencia del

tamaño de partícula empleado para la elaboración de las probetas. Los datos obtenidos en el presente trabajo concuerdan con los rangos reportados por (Díaz Escriche, 2012) para un biocomposito a base de resina y fibra natural de lino donde menciona un rango de % de deformación entre 1.9 y 2.8.

7.3.2.3. Resistencia a la tracción

Este parámetro nos indica la carga máxima de fuerza que puede resistir un material. En la figura 26 se puede observar el comportamiento para este parámetro por las 4 probetas evaluadas, así también en el anexo 6 se puede apreciar el comparativo de medias para cada tratamiento.

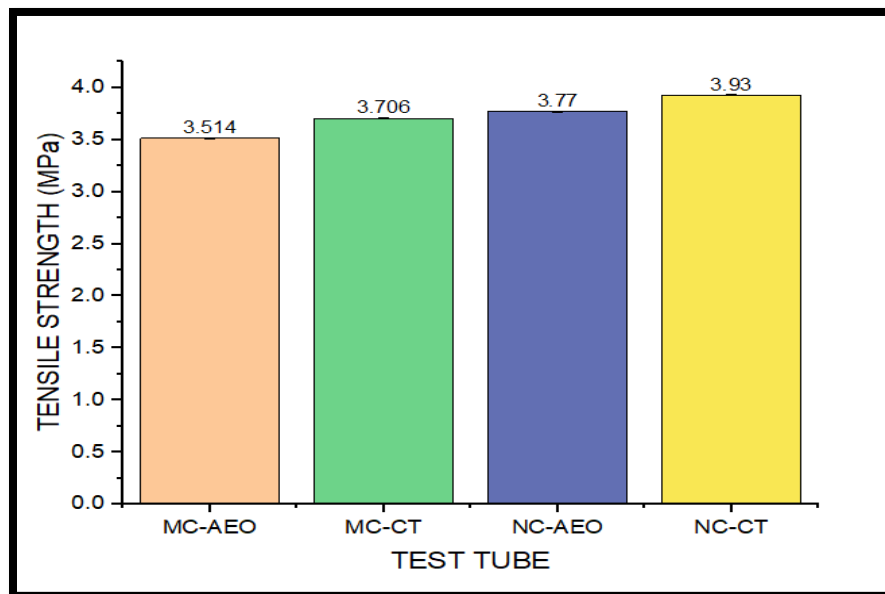


Figura 26. Gráfico de resistencia a la tracción

Como es posible apreciar de la figura 26 la probeta identificada como NC-CT tiene una mejor resistencia a la tracción con un valor promedio de 3.930 MPa, seguida de la NC-AEO con 3.770 MPa, existiendo entre si diferencias estadísticamente significativas, la probeta que tuvo menos resistencia a la tracción fue la identificada como MC-AEO con 3.514 MPa. La investigación realizada por (Mancilla *et al.*, 2018) menciona una resistencia a la tracción de 2.85 MPa para un polímero a base de almidón de papa y fibras de madera sin agente plastificante y una resistencia de 3.42 MPa adicionando como plastificante glicerol a una concentración similar a la presentada en esta

investigación, por lo que se deduce que considerando las propiedades plastificantes del AEO y CT interactuando con las propiedades del glicerol, se obtiene una resistencia a la tracción más elevada, como lo es en este caso, ya que la muestra con menor resistencia fue de 3.514 MPa mientras que la de mayor resistencia fu de 3.930 MPa, en el presente estudio.

VIII. CONCLUSIONES

Es posible obtener nanocelulosa continuando con los procesos químico mecánicos correspondientes al tratamiento para la obtención de microcelulosa y añadiendo el proceso de sonicación durante 15 min a temperaturas no mayores a 50°C.

La nanocelulosa obtenida de las fibras de lechuguilla presenta las bandas más representativas reportadas para este producto comercial a los 3340 cm^{-1} y a los 1027.94 cm^{-1} correspondientes a la tensión del O-H y a las vibraciones de los estiramientos C-O, así como su morfología microscópica evidenció el acomodo enrollado característico de las fibras de diferentes fuentes reportadas con largos de 9.91 a 11.30 μm de longitud y de 239 a 274 nm, con formas de aguja.

El proceso de extrusión a 125°C con una velocidad de husillo de 60 r.p.m. con un tiempo de residencia de 3 min seguido de un termoconformado en placa caliente a 80°C y 25 ton de presión por 3 min y placa de enfriamiento con circulación de agua a 25 ton de presión por 3 min, fue adecuado para lograr el entrecruzamiento de los materiales base (PSI-ST-MC o NC-AEO o CT) para la formación de un biocomposito.

Las 4 probetas obtenidas identificadas como MC-AEO, MC-CT, NC-AEO y NC-CT, se presentan como materiales con densidad de entre 0.814 a 0.956 g/cm^3 que se encuentran en el rango de lo reportado para un polímero a base de fibras de coco

En cuanto al atributo de color se obtuvieron valores en las coordenadas de "a" de 5.396 a 5.623 y en "b" de 10.440 a 12.480 lo que lo sitúa en una coloración café intenso y en la cual el factor luminosidad se ve influenciado por el tipo de plastificante empelado ya que las probetas que contienen CT presentan luminosidades más elevadas que los que contienen AEO, 35.926 contra 40.466.

De los parámetros concernientes a la plasticidad de los compositos obtenidos se puede apreciar la influencia que tiene el agente plastificante ya que los mayores valores se presentaron al incluir el CT en la probeta como lo fue en el parámetro tensión con la probeta NC-CT con un valor promedio de 2.302 MPa, así también para el porcentaje de elongación con la probeta MC-CT con un 12.197% y finalmente en el

módulo elástico el mayor valor se obtuvo con la muestra NC-AEO con 17.739 MPa seguido por la NC-CT con 12.157 MPa.

En cuanto a las propiedades referentes a la dureza se puede apreciar que en general el efecto tanto del tamaño de partícula como del tipo de plastificante tendrán un efecto positivo para que el material presente mejor desempeño. En cuanto al parámetro de fracturalidad la probeta que evidenció mayor resistencia fue la identificada como NC-AEO con 45.274 N seguido de la NC-CT con 45.130 N, en cuestión del porcentaje de deformación según dureza la muestra con mayor porcentaje fue NC-AEO seguida de NC-CT con 2.50% y 2.43% respectivamente, y para finalizar en el parámetro de resistencia a la tracción el valor mayor fue presentado por la probeta NC-CT con 3.930 MPa seguida de la NC-AEO con 3.770 MPa.

La influencia del tamaño de partícula es fundamental en el estudio del comportamiento de las propiedades mecánicas en un biocompósito, así como su interacción con el agente plastificante empleado, mostrando un mejor desempeño mecánico las probetas elaboradas con partículas de tamaño nanométrico.

IX. BIBLIOGRAFIA

Abdul Khalil, H. P. S., Bhat, A. H., & Ireana Yusra, A. F. (2012). Green composites from sustainable cellulose nanofibrils: A review. *Carbohydrate Polymers*, 87(2), 963–979. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.08.078>

Águila Avilés, K. P. (2017). Efecto de la incorporación de refuerzos naturales en las propiedades mecánicas de polímeros termoestables. *Occupational Medicine*, 53(4), 130.

Alarcón Cavero, H. A., & Arroyo Benites, E. (2016). Evaluación De Las Propiedades Químicas Y Mecánicas De Biopolímeros a Partir Del Almidón Modificado De La Papa. *Revista de La Sociedad Química Del Perú*, 82(3), 315–323. <https://doi.org/10.37761/rsqp.v82i3.92>

Anderson, S. R., Esposito, D., Gillette, W., Zhu, J. Y., Baxa, U., & McNeil, S. E. (2014). Enzymatic preparation of nanocrystalline and microcrystalline cellulose. *Tappi Journal*, 13(5), 35–42. <https://doi.org/10.32964/tj13.5.35>

Ángel, S. A. M. (2019). Síntesis , caracterización y optimización de las propiedades mecánicas de un biomaterial activo de tercera generación para el envasado alimentario. 1–88.

Bejarano, N. (2018). “Rendimiento del proceso de extracción de almidón a partir de frutos de plátano (*Musa paradisiaca*). Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa, 50–80. <http://repositorio.unsa.edu.pe/handle/UNSA/7578>

Bennett, G. D. (2005). A green polymerization of aspartic acid for the undergraduate organic laboratory. *Journal of Chemical Education*, 82(9), 1380–1381. <https://doi.org/10.1021/ed082p1380>

Bolio-López, G. I., Valadez-González, A., Veleza, L., & Andreeva, A. (2011). Whiskers de celulosa a partir de residuos agroindustriales de banano: Obtención y caracterización. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 10(2), 291–299.

Cárdenas, D., & Janeth, X. (2017). Caracterización y optimización de una bandeja biodegradable a partir maíz, papa, soya y glicerol por el método de termoprensado. 53.

Cruz Espinoza, J. E. (2019). Evaluación de las propiedades de barrera de un bioenvase activo a base de polisuccinimida reforzado con microcelulosa JOSUÉ ESAÚ CRUZ ESPINOZA.

Díaz Escriche, E. (2012). Fabricación y caracterización de green composites con bioresina y tejido de fibra natural de lino mediante moldeo por transferencia de resina. Espina, M., & Cruz-Tirado, J. P. (2016). Mechanical prÁngel, S. A. M. (2019).

Síntesis , caracterización y optimización de las propiedades mecánicas de un biomaterial activo de tercera generación para el envasado alimentario. 1–88.

Cataldi, A., Dorigato, A., Deflorian, F., & Pegoretti, A. (2014). Thermo-mechanical properties of innovative microcrystalline cellulose filled composites for art protection and restoration. *Journal of Materials Science*, 49(5), 2035–2044. <https://doi.org/10.1007/s10853-013-7892-6>

Hernández-González, M., Pérez Berumen, C. M., Sánchez Ruíz, H., Ruíz Salazar, C. V., Hernández Paz, J. F., Olivas-Armendáriz, I., Martel-Estrada, S. A., & Rodríguez González, C. A. (2017). Polysuccinimide functionalized with oregano's essential oil extracts, an antimicrobial extended release bio-material. *Materials Letters*, 191, 73–76. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.01.035>

Nordin, N., Othman, S. H., Rashid, S. A., & Basha, R. K. (2020). Effects of glycerol and thymol on physical, mechanical, and thermal properties of corn starch films. *Food Hydrocolloids*, 106(December 2019), 105884. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.105884>

Owi, W. T., Lin, O. H., Sam, S. T., Chia, C. H., Zakaria, S., Mohaiyiddin, M. S., Villagracia, A. R., Santos, G. N., & Akil, H. M. (2016). Comparative study of microcelluloses isolated from two different biomasses with commercial cellulose. *BioResources*, 11(2), 3453–3465. <https://doi.org/10.15376/biores.11.2.3453-3465>

Silva Saldaña, F. M., & Joan, T. C. (2020). Estudio de estructuras y propiedades de un hidrogel interpenetrado.

Suhas, Gupta, V. K., Carrott, P. J. M., Singh, R., Chaudhary, M., & Kushwaha, S. (2016). Cellulose: A review as natural, modified and activated carbon adsorbent. *Bioresource Technology*, 216, 1066–1076. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.05.106>

Tantaleán Jara, G. S., & Abanto Leyva, V. R. (2019). Influencia del porcentaje en peso de carboximetilcelulosa en la resistencia mecánica del biopolímero obtenido a base de almidón de cáscara de Musa paradisiaca (plátano). 0–100.

operties of trays based on starch of native plant species and fiber of agroindustrial wastes. *Scientia Agropecuaria*, 07(02), 133–143. <https://doi.org/10.17268/sci.agropecu.2016.02.06>

Espinoza Sanchez, S. A. (2019). Caracterización reológica y determinación del perfil de textura del tofu. 1, 105–112.

Estatad De Equipos Medicos, C. D. C. (2014). Guia para la caracterización química, físico-química y mecánica de los biomateriales. http://www.eqmed.sld.cu/Documents/Documentos_regulatorios/Guias/gt10.pdf

García, A. (2020). Diseño innovador para la obtención y caracterización de un bioplástico utilizando como materia base la fibra de la cáscara de coco y papaya (Vol. 3).

Hernández, R., & Gómez, G. (2010). Análisis del Módulo Elástico y Resistencia a la Ruptura en Mezclas de Nanocompuestos de ABS/TPU. *Conciencia Tecnológica*, 39, 5–11.

Isidro Luis, A. G. (2019). Universidad autónoma agraria “antonio narro.”

Joana Rodríguez Sepúlveda, Lady, & Eduardo Orrego Alzate, C. (2016). Aplicaciones de mezclas de biopolímeros y polímeros sintéticos: revisión bibliográfica Applications of biopolymers and synthetic polymers blends: literature review Aplicações de misturas de biopolímeros e polimeros sintéticoc: revisão da literatura. *Revista Científica*, 25, 252–264. <https://doi.org/10.14483/udistrital.jour.RC.2016.25.a9>

Lalit, R., Mayank, P., & Ankur, K. (2018). Natural fibers and biopolymers characterization: A future potential composite material. *Strojnický Casopis*, 68(1), 33–50. <https://doi.org/10.2478/scjme-2018-0004>

Leung, A. C. W., Hrapovic, S., Lam, E., Liu, Y., Male, K. B., Mahmoud, K. A., & Luong, J. H. T. (2011). Characteristics and properties of carboxylated cellulose nanocrystals prepared from a novel one-step procedure. *Small*, 7(3), 302–305. <https://doi.org/10.1002/sml.201001715>

Maite, V., & Encalada, T. (2020). Revisión de literatura y propuesta de un laboratorio de innovación y desarrollo de materiales biodegradables en la Escuela Agrícola Panamericana Zamorano.

Mancilla, Y. M. G., Sarmiento, J. R. S., & Flórez, J. A. V. (2018). Uso de almidón de papa modificado como agente acoplante en compuestos polímero-fibras de madera. *Prospectiva*, 16(1), 107–113.

Morales, Y. G. (2016). Universidad de sonora.

Morton, J. H., Cooke, T., & Akers, S. A. S. (2018). Performance of slash pine fibers in fiber cement products. *Construction and Building Materials*, 24(2), 165–170. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.08.015>

Moyano, P., Camila, D., Maxi, A., & Alberto, A. (2021). Estudio de la obtención de un material polimérico biodegradable a partir de los desechos de la yuca por adición de agentes plastificantes. 1–177.

Narisawa, I. (2000). Mechanical properties of polymers. Reports on Progress in Polymer Physics in Japan, 43, 347–368. <https://doi.org/10.1201/b11597-6>

Ng, H. M., Sin, L. T., Tee, T. T., Bee, S. T., Hui, D., Low, C. Y., & Rahmat, A. R. (2015). Extraction of cellulose nanocrystals from plant sources for application as reinforcing agent in polymers. Composites Part B: Engineering, 75, 176–200. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.01.008>

Nie, K., Song, Y., Liu, S., Han, G., Ben, H., Ragauskas, A. J., & Jiang, W. (2019). Preparation and characterization of microcellulose and nanocellulose fibers from Artemisia vulgaris bast. Polymers, 11(5). <https://doi.org/10.3390/polym11050907>

Nordin, N., Othman, S. H., Rashid, S. A., & Basha, R. K. (2020). Effects of glycerol and thymol on physical, mechanical, and thermal properties of corn starch films. Food Hydrocolloids, 106(December 2019), 105884. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.105884>

Peralta, A., & Daniel, B. (2019). Desarrollo y caracterización física de materiales biodegradables a base de bagazo de yuca (Manihot esculenta) por inyección termoplástica.

Peréz Berumen, C. (2017). Química Joven.

Phanthong, P., Reubroycharoen, P., Hao, X., Xu, G., Abudula, A., & Guan, G. (2018). Nanocellulose: Extraction and application. Carbon Resources Conversion, 1(1), 32–43. <https://doi.org/10.1016/j.crcon.2018.05.004>

Profesional, E., & Civil, D. E. I. (2020). Facultad de ingeniería y arquitectura. 0–2.

Pulido Barragán, E., Morales Cepeda, B., Zamudio Aguilar, M., & Lugo del Angel, F. (2016). Obtención y caracterización de nanocelulosa a partir de tule (Typha domingensis). Artículo Revista de Energía Química y Física Marzo, 3(6), 31–38. www.ecorfan.org/bolivia

Remya, V. R., Patil, D., Abitha, V. K., Rane, A. V., & Mishra, R. K. (2016). Biobased materials for polyurethane dispersions. Chemistry Internatioanl, 2(3), 158–167. <https://doi.org/10.5281/zenodo.1471227>

Rica, U. D. C. (2018). Proyecto de Graduación.

Rodríguez-macías, R., Robledo-ortiz, J. R., Salcedo-pérez, E., & Zamora-natera, J. F. (2020). TIP . Revista especializada en ciencias químico- biológicas Identificación de propiedades presentes en jugo megacantha Salm-Dyck importantes para la producción de biopolímeros Identification of important properties present in juice of Opuntia megacantha Salm-Dyck for the production of biopolymers. 1–12.

Sangeetha, V. H., Varghese, T. O., & Nayak, S. K. (2019). Isolation and characterisation of nanofibrillated cellulose from waste cotton: effects on thermo-mechanical properties of polylactic acid/MA-g-SEBS blends. Iranian Polymer Journal (English Edition), 28(8), 673–683. <https://doi.org/10.1007/s13726-019-00733-3>

Shaghaleh, H., & Xu, X. (2021). Current progress in production of biopolymeric materials based on cellulose, cellulose nanofibers, and cellulose derivatives. 1–37.

Tantaleán Jara, G. S., & Abanto Leyva, V. R. (2019). Influencia del porcentaje en peso de carboximetilcelulosa en la resistencia mecánica del biopolímero obtenido a base de almidón de cáscara de Musa paradisiaca (plátano). 0–100.

Trache, D., Hussin, M. H., Haafiz, M. K. M., & Thakur, V. K. (2017). Recent progress in cellulose nanocrystals: Sources and production. Nanoscale, 9(5), 1763–1786. <https://doi.org/10.1039/c6nr09494e>

Vinod, A., Sanjay, M. R., Suchart, S., & Jyotishkumar, P. (2020). Renewable and sustainable biobased materials: An assessment on bio fibers, bio films, biopolymers and biocomposites. Journal of Cleaner Production, 258, 120978. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.120978>

Wei, L., & McDonald, A. G. (2016). A Review on Grafting of Biofibers for Biocomposites. <https://doi.org/10.3390/ma9040303>

Zinoviadou, K. G., Gougouli, M., & Biliaderis, C. G. (2016). Innovative Biobased Materials for Packaging Sustainability. In Innovation Strategies in the Food Industry: Tools for Implementation. Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803751-5.00009-X>

ZwickRoell GmbH & Co. KG. (2010). Prüfmaschinen und Prüfsysteme für Kunststoffe und Gummi Intelligent Testing.

X. ANEXOS

10.1. Estudio estadístico de pruebas mecánicas

10.1.1 Anexo 1. Tabla de comparación de medias de resistencia a la tensión.

PROBETA	RESISTENCIA A LA TENSION MPa
MC-AEO	0.957 ± 0.033 D
MC-CT	1.283 ± 0.033 C
NC-AEO	1.654 ± 0.033 B
NC-CT	2.302 ± 0.033 A

10.1.2 Anexo 2. Tabla de comparación de medias de porcentaje de elongación.

PROBETA	RESULTADOS DE ELONGACION (%)
MC-AEO	7.908 ± 0.591 BC
MC-CT	12.197 ± 0.591 A
NC-AEO	6.432 ± 0.591 C
NC-CT	8.648 ± 0.591 B

10.1.3 Anexo 3. Tabla de comparación de medias del modulo elástico.

MUESTRA	M.E (MPa)
MC-AEO	7.423 ± 0.751 C
MC-CT	9.805 ± 0.751 C
NC-AEO	17.739 ± 0.75 A
NC-CT	12.357 ± 0.751 B

10.1.4 Anexo 4. Tabla de comparación de medias de la fracturabilidad

PROBETA	RESULTADOS DE FRACTURABILIDAD (N)
MC-AEO	41.189 ± 0.218 C
MC-CT	44.106 ± 0.218 B
NC-AEO	45.274 ± 0.218 A
NC-CT	45.130 ± 0.218 A

10.1.5. Anexo 5. Tabla de comparación de medias del porcentaje de deformación según dureza.

PROBETA	RESULTADOS DE % DE DEFORMACION
MC-AEO	2.300 ± 0.016 C
MC-CT	2.300 ± 0.016 C
NC-AEO	2.500 ± 0.016 A
NC-CT	2.433 ± 0.016 B

10.1.6. Anexo 6. Tabla de comparación de medias de la resistencia a la tracción.

PROBETA	RESULTADOS RESISTENCIA A LA TRACCION (MPa)
MC-AEO	3.514 ± 0.030 C
MC-CT	3.706 ± 0.030 B
NC-AEO	3.770 ± 0.030 B
NC-CT	3.930 ± 0.030 A