

UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO



FACULTAD DE INGENIERÍA EN SISTEMAS, ELECTRÓNICA E INDUSTRIAL

MAESTRÍA EN QUÍMICA, MENCIÓN QUÍMICA – FÍSICA

Tema: “SÍNTESIS DE UN POLÍMERO COMPOSTABLE A PARTIR DE ALMIDÓN, COMO UNA ALTERNATIVA PARA PREPARAR PLÁSTICOS DE PRIMER USO”

Trabajo de Titulación previo a la obtención del Grado Académico de
Magíster en Química, mención en Química - Física
Modalidad de titulación Proyecto de desarrollo

Autor: Ingeniero, Carlos Jeanpier Yagos Arias.

Director: Doctor, Fernando Augusto Novillo Logroño, PhD.

Ambato- Ecuador

2022

APROBACIÓN DEL TRABAJO DE TITULACIÓN

A la Unidad Académica de Titulación de la Facultad de Ingeniería en Sistemas, Electrónica e Industrial.

El Tribunal receptor de la Defensa del Trabajo de Titulación presidido por la Ingeniera. Elsa Pilar Urrutia Urrutia, Magíster, e integrado por los señores: Licenciado Jorge Alexander Briceño Carrasquel, PhD. y Licenciada Noroska Gabriela Salazar Mogollón, PhD., designados por la Unidad Académica de Titulación de la Facultad de Ingeniería en Sistemas, Electrónica e Industrial de la Universidad Técnica de Ambato, para receptor el Trabajo de Titulación con el tema: “SÍNTESIS DE UN POLÍMERO COMPOSTABLE A PARTIR DE ALMIDÓN, COMO UNA ALTERNATIVA PARA PREPARAR PLÁSTICOS DE PRIMER USO”, elaborado y presentado por el Ingeniero Carlos Jeanpier Yagos Arias, para optar por el Grado Académico de Magíster en Química, mención Química - Física; una vez escuchada la defensa oral del Trabajo de Titulación el Tribunal aprueba y remite el trabajo para uso y custodia en las bibliotecas de la Universidad Técnica de Ambato.

Ing. Elsa Pilar Urrutia Urrutia, Mg.
Presidente y Miembro del Tribunal de Defensa

Lic. Jorge Alexander Briceño Carrasquel, PhD.
Miembro del Tribunal de Defensa

Lic. Noroska Gabriela Salazar Mogollón, PhD.
Miembro del Tribunal de Defensa

AUTORÍA DEL TRABAJO DE TITULACIÓN

La responsabilidad de las opiniones, comentarios y críticas emitidas en el Trabajo de Titulación presentado con el tema: “SÍNTESIS DE UN POLÍMERO COMPOSTABLE A PARTIR DE ALMIDÓN, COMO UNA ALTERNATIVA PARA PREPARAR PLÁSTICOS DE PRIMER USO”, le corresponde exclusivamente al Ingeniero Carlos Jeanpier Yagos Arias, Autor bajo la Dirección del Doctor Fernando Augusto Novillo Logroño, PhD., Director del Trabajo de Titulación; y el patrimonio intelectual pertenece a la Universidad Técnica de Ambato.

Ingeniero Carlos Jeanpier Yagos Arias.

AUTOR

Doctor Fernando Augusto Novillo Logroño, PhD.

DIRECTOR

DERECHOS DE AUTOR

Autorizo a la Universidad Técnica de Ambato, para que el Trabajo de Titulación, sirva como un documento disponible para su lectura, consulta y procesos de investigación, según las normas de la Institución.

Cedo los Derechos de mi Trabajo de Titulación, con fines de difusión pública, además apruebo la reproducción de este, dentro de las regulaciones de la Universidad Técnica de Ambato.

Ingeniero Carlos Jeanpier Yagos Arias
C.C. 0502888134

ÍNDICE GENERAL

CONTENIDO

| | |
|--|-------------|
| PORTADA | i |
| APROBACIÓN DEL TRABAJO DE TITULACIÓN | ii |
| AUTORÍA DEL TRABAJO DE TITULACIÓN..... | iii |
| DERECHOS DE AUTOR..... | iv |
| ÍNDICE GENERAL | v |
| ÍNDICE DE TABLAS | ix |
| ÍNDICE DE FIGURAS | x |
| AGRADECIMIENTO..... | xi |
| DEDICATORIA | xii |
| RESUMEN EJECUTIVO..... | xiii |
| EXECUTIVE SUMMARY | xiv |
| CAPÍTULO I..... | 1 |
| 1. EL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN | 1 |
| 1.1. Introducción | 1 |
| 1.2. Justificación | 2 |
| 1.3. Objetivos..... | 5 |
| 1.3.1. Objetivo General..... | 5 |
| 1.3.2. Objetivos Específicos | 5 |
| CAPÍTULO II..... | 6 |
| 2. ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS..... | 6 |
| 2.1. Generalidades..... | 6 |
| 2.2. Plásticos de un solo uso | 7 |
| 2.2.1. Políticas sobre la producción de plásticos de un solo uso | 8 |
| 2.2.2. Impactos de las bolsas de plástico y las bolsas de papel | 9 |
| 2.3. Bioplásticos..... | 11 |

| | | |
|-----------------------------------|--|-----------|
| 2.3.1. | Clasificación de los bioplásticos..... | 11 |
| 2.4. | Biopolímero a partir de residuos de plátano (Cáscara)..... | 15 |
| 2.4.1. | Obtención de biopolímeros de almidón..... | 15 |
| 2.4.2. | Determinaciones que se realizan al almidón | 16 |
| 2.5. | Reacción de acetilación..... | 17 |
| 2.6. | Descripción del plátano..... | 18 |
| 2.6.1. | Cáscara de verde y su estructura..... | 19 |
| 2.6.2. | Usos de la cáscara de plátano | 19 |
| 2.7. | Polímeros compostables..... | 20 |
| 2.7.1. | Características de un biopolímero compostable | 21 |
| CAPÍTULO III | | 22 |
| 3. MARCO METODOLÓGICO..... | | 22 |
| 3.1. | Tipo de investigación..... | 22 |
| 3.2. | Reactivos, materiales y equipos | 23 |
| 3.2.1. | Materiales | 23 |
| 3.2.2. | Equipos | 23 |
| 3.2.3. | Reactivos | 23 |
| 3.3. | Materia prima..... | 24 |
| 3.4. | Obtención del almidón..... | 24 |
| 3.5. | Análisis del almidón..... | 24 |
| 3.5.1. | Determinación de la humedad | 24 |
| 3.5.2. | Granulometría del almidón de las cáscaras de verde..... | 25 |
| 3.5.3. | Características estructurales (FT-IR)..... | 26 |
| 3.6. | Diseño experimental | 26 |
| 3.6.1. | Enfoque..... | 28 |
| 3.6.1. | Hipótesis | 28 |
| 3.7. | Elaboración del biopolímero..... | 28 |

| | | |
|-------------------------|--|-----------|
| 3.7.1. | Gelatinización..... | 29 |
| 3.7.2. | Retrogradación..... | 29 |
| 3.7.3. | Secado del biopolímero sintetizado..... | 30 |
| 3.8. | Pruebas fisicoquímicas..... | 30 |
| 3.8.1. | Solubilidad (%)..... | 30 |
| 3.8.2. | Contenido de humedad (%)..... | 31 |
| 3.8.3. | Espesor..... | 31 |
| 3.8.4. | Apariencia de la película después del secado..... | 31 |
| 3.9. | Técnicas de análisis térmico..... | 31 |
| 3.9.1. | Calorimetría diferencial de barrido y análisis termogravimétrico..... | 31 |
| 3.10. | Características estructurales..... | 32 |
| 3.10.1. | Espectrómetro infrarrojo de transformada de Fourier (FTIR)..... | 32 |
| 3.11. | Compostabilidad..... | 32 |
| CAPÍTULO IV..... | | 33 |
| 4. | RESULTADOS Y DISCUSIÓN..... | 33 |
| 4.1. | Acondicionamiento de la materia prima y análisis de granulometría..... | 33 |
| 4.1.1. | Determinación del rendimiento..... | 33 |
| 4.1.2. | Análisis de la humedad del almidón..... | 34 |
| 4.1.3. | Resultados del análisis IR del almidón..... | 35 |
| 4.2. | Análisis de diseño experimental..... | 35 |
| 4.2.1. | Matriz de diseño..... | 35 |
| 4.2.2. | Rendimiento de la reacción en la síntesis del biopolímero..... | 36 |
| 4.2.3. | Análisis de la varianza..... | 37 |
| 4.2.4. | Análisis de los efectos estandarizados..... | 38 |
| 4.2.5. | Análisis de la superficie de respuesta..... | 40 |
| 4.2.6. | Optimización de las condiciones en la síntesis del biopolímero..... | 41 |
| 4.3. | Apariencia de la película después del secado..... | 42 |

| | |
|---|-----------|
| 4.4. Espesor de las películas..... | 43 |
| 4.5. Solubilidad | 44 |
| 4.6. Porcentaje de humedad | 45 |
| 4.7. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)..... | 46 |
| 4.8. Análisis termogravimétrico..... | 47 |
| 4.9. Análisis FT-IR..... | 49 |
| 4.10. Estudio de compostabilidad | 50 |
| CAPÍTULO V | 53 |
| 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES | 53 |
| 5.1. Conclusiones | 53 |
| 5.2. Recomendaciones..... | 54 |
| REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 56 |
| 6. BIBLIOGRAFÍA | 56 |

ÍNDICE DE TABLAS

| | Pág. |
|---|-------------|
| Tabla 1. Impactos y efectos de las bolsas de plástico y las bolsas de papel. | 9 |
| Tabla 2. Bioplásticos representativos y sus propiedades. | 12 |
| Tabla 3. Serie de tamices usados para el análisis granulométrico del almidón. | 25 |
| Tabla 4. Factores y niveles de estudio. | 27 |
| Tabla 5. Diseño experimental para la elaboración del biopolímero. | 27 |
| Tabla 6. Condiciones experimentales constantes para la elaboración del biopolímero. | 28 |
| Tabla 7. Rendimiento obtenido aplicado en un proceso en seco. | 34 |
| Tabla 8. Resultados experimentales para la elaboración del biopolímero. | 36 |
| Tabla 9. Análisis de varianza (ANOVA) del diseño experimental 2 a la k=3. | 38 |
| Tabla 10. Apariencia de las películas después del secado. | 42 |
| Tabla 11. Espesor de las películas biodegradables. | 43 |
| Tabla 12. Solubilidad en el agua de los ensayos del diseño experimental. | 44 |
| Tabla 13. Temperatura de transición vítrea y de fusión en los ensayos. | 47 |
| Tabla 14. Porcentaje de pérdida de masa total en el análisis termogravimétrico. | 49 |
| Tabla 15. Picos de absorción característicos del análisis FTIR. | 49 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | Pág. |
|---|-------------|
| Figura 1. Impactos ambientales de bolsas de transporte. | 10 |
| Figura 2. Plásticos biobasados..... | 13 |
| Figura 3. Plásticos biodegradables | 14 |
| Figura 4. Reacción de acetilación del almidón..... | 18 |
| Figura 5. Equipo de tamizado con las mallas utilizadas en el análisis granulométrico. 26 | |
| Figura 6. Análisis de humedad del almidón por el método en seco. | 34 |
| Figura 7. Espectro FTIR del almidón en el intervalo de 4000-600 cm ⁻¹ | 35 |
| Figura 8. Porcentaje de rendimiento en cada muestra del diseño experimental..... | 37 |
| Figura 9. Diagrama de Pareto Estandarizado para el efecto de las variables sobre la síntesis del biopolímero | 38 |
| Figura 10. Efectos de las variables sobre el rendimiento de la síntesis del biopolímero. | 39 |
| Figura 11. Superficies estimadas generadas a partir de un modelo 2 a la k=3..... | 40 |
| Figura 12. Porcentaje de solubilidad en las películas del diseño experimental..... | 45 |
| Figura 13. Porcentaje de humedad en los ensayos propuestos. | 46 |
| Figura 14. Termogramas del análisis DSC en los ensayos 4 y 7..... | 46 |
| Figura 15. Termograma de ensayos 4 y 7 del diseño experimental. | 48 |
| Figura 16. Espectro FTIR de las muestras 4 y 7 de los biopolímeros sintetizados en un intervalo de 4000-400 cm ⁻¹ | 50 |
| Figura 17. Pérdida de masa de los biopolímeros en función del tiempo..... | 51 |
| Figura 18. Porcentaje de carbono convertido en CO ₂ en un periodo de tiempo. | 52 |

AGRADECIMIENTO

En primer lugar, a Dios por concederme la salud, vida y oportunidad de lograr este objetivo a nivel académico y profesional.

A mis padres y mi hermana por su apoyo incondicional en todo momento y ser esa guía permanente para lograr esta maestría.

A las instituciones que me facilitaron sus instalaciones para el desarrollo de la investigación y a sus analistas que me apoyaron durante la investigación.

Al Dr. Fernando Novillo, PhD. por su perseverancia, colaboración y aportes al desarrollo de esta investigación.

A mis amigos y compañeros que me apoyaron en esta investigación.

Muchas gracias.

DEDICATORIA

Este logro se lo dedico a mi familia que siempre ha estado en los malos y buenos momentos, en especial a mi madre Elsita que siempre me fomento aspectos muy buenos en mi vida. A mi padre que gracias a su trayectoria y vivencias personales me permitió observar unos ideales claros y objetivos. A mi hermana Brigieth, por su ánimo, paciencia, cariño y fortaleza para afrontar todos los problemas que se pueden presentar. En sí, para todas las personas que hicieron posible este sueño y que ahora gracias a todo ese apoyo se refleja este sacrificio de años.

UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO
FACULTAD DE INGENIERÍA EN SISTEMAS, ELECTRÓNICA E
INDUSTRIAL
MAESTRÍA EN QUÍMICA, MENCIÓN QUÍMICA – FÍSICA

TEMA:

“SÍNTESIS DE UN POLÍMERO COMPOSTABLE A PARTIR DE ALMIDÓN,
COMO UNA ALTERNATIVA PARA PREPARAR PLÁSTICOS DE PRIMER USO”

AUTOR: Ingeniero Carlos Jeanpier Yagos Arias

DIRECTOR: Doctor Fernando Augusto Novillo Logroño, PhD.

LÍNEA DE INVESTIGACIÓN: Medio Ambiente

FECHA: 04 de febrero del 2022

RESUMEN EJECUTIVO

Los plásticos de un solo uso se han convertido en un problema mundial. La alternativa a estos plásticos son los polímeros compostables. El presente estudio tuvo como objetivo el desarrollo de polímeros compostables a partir de almidón proveniente de la cáscara de verde (*Musa paradisíaca*) mediante el método en seco. El almidón nativo que se obtiene es una fuente viable y de bajo costo para la obtención de polímeros compostables y biodegradables. Se elaboraron biopolímeros, conservando constante la cantidad de ácido acético de 29,4 g y 80 g de agua, mediante un diseño experimental factorial 2 a la $k=3$, formado por 3 factores y 2 niveles de estudio. Los factores más significativos en la obtención de las películas fueron: relación másica de almidón con hidroxietilcelulosa y cantidad de glicerina. El rendimiento fue de un 69,63% para la síntesis de los biopolímeros sintetizados a una temperatura de 80°C, con una relación másica de almidón con hidroxietilcelulosa de 1:4 y una cantidad de glicerina de 40,32 g. Además, se caracterizó los biopolímeros mediante técnicas de FTIR, TGA y DSC en propiedades físico-químicas como espesor, humedad y solubilidad. En los ensayos se encontró una solubilidad entre 10% y 17% con una humedad entre 9% y 37%. Para finalizar este estudio se evaluó su grado de compostabilidad con guía de la norma ASTM D 6400, lo cual determinó que son polímeros compostables.

Descriptor: Biopolímero, almidón, compostabilidad, películas, polímero compostable.

UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO
FACULTAD DE INGENIERÍA EN SISTEMAS, ELECTRÓNICA E
INDUSTRIAL
MAESTRÍA EN QUÍMICA, MENCIÓN QUÍMICA - FÍSICA

THEME:

"SYNTHESIS OF A COMPOSTABLE POLYMER FROM STARCH AS AN
ALTERNATIVE FOR PREPARING FIRST-USE PLASTICS".

AUTHOR: Engineer, Carlos Jeanpier Yagos Arias

DIRECTED BY: Doctor, Fernando Augusto Novillo Logroño, PhD.

LINE OF RESEARCH: Environment

DATE: February 04, 2022

EXECUTIVE SUMMARY

Single-use plastics have become a global problem. The alternative to these plastics are compostable polymers. The objective of the present study was to develop compostable polymers from starch from green (*Musa paradisiaca*) peel using the dry method. The native starch obtained is a viable and low-cost source for obtaining compostable and biodegradable polymers. Biopolymers were elaborated, keeping constant the amount of acetic acid of 29.4 g and 80 g of water, by means of a 2 factorial experimental design at $k=3$, formed by 3 factors and 2 levels of study. The most significant factors in obtaining the films were: mass ratio of starch to hydroxyethylcellulose and amount of glycerin. The yield was 69.63% for the synthesis of the biopolymers synthesized at a temperature of 80°C, with a mass ratio of starch to hydroxyethylcellulose of 1:4 and an amount of glycerin of 40.32 g. In addition, the biopolymers were characterized by FTIR, TGA and DSC techniques in physicochemical properties such as thickness, moisture and solubility. In the tests, solubility was found to be between 10% and 17% with humidity between 9% and 37%. To conclude this study, their degree of compostability was evaluated according to the ASTM D 6400 standard, which determined that they are compostable polymers.

Keywords: Biopolymers, starch, compostability, films, compostable polymer

CAPÍTULO I

1. EL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

1.1. Introducción

El uso de plásticos derivados de petróleo constituye una industria de auge a nivel mundial. Sin embargo, conlleva una problemática ambiental una vez que ya es utilizado, ya que pasa a formar parte de las 200000000 toneladas de desechos anuales a nivel mundial [1]. En la superficie terrestre estos desechos permanecen como contaminantes por largos períodos de tiempo, lo que ha impulsado a la búsqueda y generación de biopolímeros, sintetizados de recursos renovables y amigables al medio ambiente, siendo como una alternativa para disminuir el impacto al medio que conlleva el uso indiscriminado del plástico [2], [3]. Los polímeros sintéticos que son muy utilizados presentan tiempos de degradación tardíos, esto se debe al tamaño de sus moléculas en presencia de microorganismos responsables de la desintegración de muchos desechos que no son capaces de modificar a los mismos [4].

Los polímeros naturales han contribuido al medio ambiente por la facilidad de adaptarse a cambios moleculares en distintas condiciones. El uso, análisis y estudio de estos permite el desarrollo de materiales novedosos con distintas propiedades, tales como tiempo de degradación, biocompatibilidad y resistencia mecánica, aportando a la disminución de desechos por cientos de años [4].

Un polímero de cierto peso molecular que alcanza el proceso de desintegración (menor peso molecular) al ser eliminado al medio ambiente y que no sea tóxico a condiciones normales se le denomina un polímero biodegradable [5]. Un biopolímero es una macromolécula con cierto peso molecular que puede ser degradado por microorganismos a compuestos de menor peso y no tóxicos por lo que pueden ser eliminados al ambiente y no causar daño. [5]. Los polímeros biodegradables comprenden dos tipos de moléculas: las moléculas que provienen de un proceso de polimerización derivada de una fuente natural y las moléculas obtenidas por aceites vegetales o seres vivos. La alternativa es tratar la estructura de un biopolímero con diferentes aditivos para mejorar sus propiedades fisicoquímicas convirtiéndole en un bioplástico [6], [7].

Los bioplásticos se obtiene por medio de recursos renovables de origen natural como el almidón. El almidón es la sustancia más abundante de la biomasa residual en la agroindustria después de la celulosa y el carbohidrato principal de almacenamiento de energía en la vegetación por lo que hay gran abundancia en el ambiente [8]. El almidón se conforma principalmente por glucosa y dos tipos de polisacáridos, la amilopectina y la amilosa, que pueden polimerizarse para el desarrollo de películas biodegradables y compostables. Sin embargo, las propiedades fisicoquímicas deben ser modificadas porque no son las más adecuadas para una amplia aplicación. Por esta razón, se ha propuesto la elaboración de un biopolímero a partir de almidón obtenido de la cascara de plátano verde con el fin de desarrollar un producto biodegradable y amigable al medio ambiente, reduciendo la contaminación y siendo un aporte al suelo, ya que se pretende desarrollar un polímero compostable [9].

Rendón *et al.* [10] sustentan que a partir del almidón de plátano se generan bioplásticos de buena calidad. Conjuntamente, propone una metodología para la obtención de almidón con un tratamiento especial a la materia prima. Posteriormente, se lo modifica con anhídrido acético a una temperatura de 123 °C por 90 min. Para su caracterización se utiliza la técnica de difracción de rayos x.

El biopolímero se obtiene en varias etapas que consiste en el tratamiento previo de la materia prima hasta la caracterización y validación del polímero. En primer lugar, se acondiciona el plátano verde a través del lavado, pelado y rallado. Posteriormente, se extrae el almidón y se realiza un proceso de sedimentación y secado. Una vez acondicionado el almidón se prepara varias formulaciones del polímero donde se añade reactivos como glicerina, alcohol, agua y catalizadores. Por último, se evalúa la compostabilidad del polímero.

1.2. Justificación

En la actualidad la industrialización del plástico, presenta beneficios, y a su vez, los mismos se transforma en residuos contaminantes. La población se ha visto necesitada por adquirir estos polímeros para uso diario. Sin embargo, sus propiedades físico químicas como mecánicas son consideradas como ventajas y desventajas en los mismos, haciendo que sean materiales de gran preocupación, ya que, la mayoría de polímeros son de difícil

degradación y se acumulan en territorios contaminando gran parte de la superficie y el ambiente que nos rodea [11].

Se pretende elaborar un producto que aporte soluciones amigables al medio ambiente, por lo cual, el presente trabajo se enfatiza en alternativas sostenibles a plásticos sintéticos. Se busca adquirir propiedades similares a los plásticos convencionales, pero con la ventaja que sean polímeros compostables y provenga de fuentes naturales. Además, se pretende innovar la producción de un polímero idóneo para su uso en distintas aplicaciones cotidianas como: fundas, envases, películas, fibras textiles entre otros [12].

Actualmente, Ecuador es un país que ha incursionado la cultura del reciclaje ya sea por contrarrestar la contaminación del medio ambiente o por necesidad económica, por tal motivo, se impulsa la creación de microempresas que exportan pellets de plásticos reciclados y objetos de uso diario, lo cual incentiva al desarrollo de un polímero compostable a partir del almidón realizando modificaciones para mejorar sus propiedades, especialmente de dureza cuando esté expuesto a condiciones ambientales y de esa forma se reemplazará a los plásticos convencionales y se incentivará su uso en la población [10], [13].

Los biopolímeros son termoplásticos que continúan en crecimiento y como una alternativa verde y sostenible. El desarrollo del proyecto se asocia perfectamente al principio #10 de la química verde, el mismo que sugiere generar productos de materias biodegradables y utilizar materias renovables, ya que, se pretende usar almidón de plátano de origen vegetal con facilidad de degradarse y a su vez ser compostable, logrando un beneficio a la contaminación y acumulación de plásticos en el medio ambiente. Además, resultan más ecológicos ya que reducen el consumo del petróleo y huella de carbono [14].

Se ha elegido la cáscara de plátano para obtener el almidón porque es el subproducto agrícola que más se produce y que menos se aprovecha. Ecuador es un país que por sus características geográficas permite la producción y crecimiento de este alimento que posee un alto contenido en carbohidratos y proteínas por lo que puede ser doblemente aprovechado tanto para la industria agropecuaria-alimentaria como en la industria química para aportar en el desarrollo sostenible de la humanidad tanto a nivel de economía circular, ambiental y social, su aplicación en diversas actividades se debe implementar como un principio productivo del país [15].

Rendon *et al.* [10] resaltan la obtención y caracterización de almidón de plátano, en varias etapas. La primera es el tratamiento de la materia prima donde se aísla el plátano “macho”

en estado fisiológico. Luego se modifica químicamente con anhídrido acético y la presencia de una base para mejorar las propiedades funcionales del almidón a una temperatura de 123 °C y en un tiempo de 90 min. Se utilizó técnicas como difracción de rayos X para su caracterización [16].

López *et al.* [17] resaltan al almidón como modelo para la preparación de biopolímeros y las ventajas de estos en los últimos años por su capacidad de biodegradación en condiciones controladas. Se empleó un método novedoso mediante radiación microondas y agentes de refuerzo para mejorar las propiedades mecánicas como paja de cebada y hollejos de uva.

La contribución científica que brinda el proyecto es importante para futuras investigaciones pues dicha metodología será la base para la producción de polímeros compostables a partir de otras fuentes naturales y nuevas formulaciones. Por otra parte, favorece al pueblo ecuatoriano, ya que, el estudio, análisis y aplicación genera fuentes de trabajo en el sector agrícola, además, se reduce el costo de productos de consumo diario porque la materia prima es más económica y se mitiga daños en la salud. En sí, gracias a este proyecto innovador se impulsará la matriz productiva y se cumplirá con los objetivos 3, 11 y 12 del Plan Nacional de Desarrollo que indican “Fomentar la productividad y competitividad en los sectores agrícola, industrial, acuícola y pesquero, bajo el enfoque de la economía circular”, “Conservar, restaurar, proteger y hacer un uso sostenible de los recursos naturales” y “Fomentar modelos de desarrollo sostenibles aplicando medidas de adaptación y mitigación al Cambio Climático” [18], [19].

El uso de materias primas naturales ha generado varios beneficios, por ejemplo, Castillo *et al.* [20] indican que su uso ha reducido entre un 0,8 y 3,2 la emisión de dióxido de carbono que normalmente se generaría durante la obtención de polímeros a partir de crudo de petróleo.

Según Pilla [21] los bioplásticos son una alternativa ecológica pues pueden ser degradados completamente por bacterias, hongos y algas. En su estudio obtuvo películas de material termoplástico de alta resistencia y buenas propiedades térmicas a partir de almidón de oca por lo que pueden ser utilizados para la elaboración de diversos materiales plastificantes.

En la actualidad en Chile se están elaborando envases bioplásticos a partir de azúcares provenientes de residuos agroindustriales los mismos que se los usa como envases

biodegradables de alimentos a nivel nacional y para exportación, dicha aplicación constituye un ejemplo para ser aplicado en nuestro país [22].

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivo General

- SINTETIZAR UN POLÍMERO COMPOSTABLE A PARTIR DE ALMIDÓN, COMO UNA ALTERNATIVA PARA PREPARAR PLÁSTICOS DE PRIMER USO.

1.3.2. Objetivos Específicos

- Extraer el almidón de plátano verde para utilizar como base en la síntesis de un polímero compostable a escala de laboratorio.
- Caracterizar las propiedades físico-químicas del polímero natural, tales como solubilidad, densidad, peso molecular, FTIR, y propiedades microscópicas.
- Establecer las condiciones de síntesis del polímero compostable, considerando la temperatura, la cantidad de glicerina, porcentaje de catalizador y de otros aditivos.
- Evaluar las propiedades físico-químicas del polímero compostable a partir del almidón de plátano verde con: FTIR “Espectroscopía de transmisión de infrarrojo con transformada de Fourier”, DSC “Calorimetría Diferencial de Barrido”, TGA “Análisis termogravimétrico”.
- Evaluar al producto obtenido a partir del almidón del plátano verde como polímero compostable.

CAPÍTULO II

2. ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS

Este capítulo detalla una revisión general de las temáticas que están implicadas dentro de la investigación y a su vez sostienen la importancia del proyecto. La investigación busca sintetizar un polímero compostable a partir de almidón, como una alternativa para preparar plásticos de primer uso.

2.1. Generalidades

Según Serafi *et al.* [23] mencionan que las complicaciones medioambientales producidas por plásticos derivados del crudo de petróleo generan complicaciones en largos periodos de tiempo afectando la naturaleza. Según Chivrac *et al.* [24] actualmente la industria ha comenzado a reemplazar los materiales del petróleo por sustancias de fibras naturales, asegurando que estos polímeros son considerados como sustancias que favorezca al medio ambiente, haciendo énfasis en el tiempo de degradación de los mismos. Castillo *et al.* [20] sugieren una reducción de 0,8 y 3,2 toneladas de dióxido de carbono con la producción de biopolímeros.

La presencia de los plásticos en el medioambiente está ocasionando problemas a la flora y fauna terrestre y acuática, debido a que éstos permanecen en el ambiente por largo tiempo [25]. La ONU Medio Ambiente, estima que a principios de 1950 se ha producido 8300 millones de toneladas de plástico y el 60% de éste termina en el medio natural (8 millones de toneladas de todo el mundo termina cada año en el océano). Además, el 99% de los plásticos provienen del petróleo, el carbón o el gas natural [26]. Por tal motivo en la actualidad se está desarrollando plásticos, a partir de fibras naturales que sean biodegradables o compostables [24]. El problema principal se da porque la mitad del plástico producido tiene como fin usarse una sola vez y desecharse [26].

Además, los fenoles se emplean en recipientes como: envases de comida precocinada, botellas de plásticos, en la elaboración de resinas epoxi que cubren algunas latas de conserva (espárragos, atún, cereales), botellas de agua, cosméticos o productos capilares. Existen estudios epidemiológicos que manifiestan que los fenoles (utilizados para la

resistencia y forma del plástico) incrementa el riesgo de fertilidad, enfermedades cardiovasculares, diabetes y cáncer de próstata, entre otros efectos [27].

En realce a la investigación e importancia del estudio y la obtención de un producto sustituto a los derivados del crudo de petróleo este capítulo procura mostrar conceptos básicos y temáticas como punto de partida en el desarrollo experimental de la producción de un polímero compostable a partir de cascara de plátano con el objetivo de dar a conocer al lector las definiciones más concisas, datos y características generales para comprender el procedimiento, la parte experimental y los saberes del estudio planteado.

2.2. Plásticos de un solo uso

La ONU, (2018) define a los plásticos de un solo uso como “los plásticos que se suelen utilizar para envases plásticos e incluyen artículos destinados a ser utilizados una sola vez antes de ser descartados o reciclados” [26].

Meneses, (2020) menciona que los plásticos que son considerados de un solo uso son:

- a) Bolsas de punto de pago para transportar, embalar o cargar paquetes.
- b) Rollos y bolsas de película extensible para el empaque de alimentos a granel.
- c) Rollos de película extensible y de burbuja utilizados para proteger objetos a transportar.
- d) Recipientes y envases para contener o llevar alimentos de consumo inmediato.
- e) Recipientes y envases para contener alimentos (leche, aceite, etc.).
- f) Envases y tapas de botellas de agua y demás bebidas.
- g) Cuchillos, bandejas, platos, tenedores, vasos y cucharas.
- h) Recipientes para líquidos calientes.
- i) Mezcladores y sorbetes para bebidas.
- j) Soportes plásticos para las bombas de inflar.
- k) Fundas plásticas de un solo uso cuando su utilización sea necesaria por razones de higiene o salud, de conformidad con las normas sanitarias.
- l) Pitillos plásticos utilizados en establecimientos médicos y los que son necesarios para niños, niñas, personas con discapacidad o incapacidad temporal y personas adultas mayores [26].

2.2.1. Políticas sobre la producción de plásticos de un solo uso

A nivel mundial los plásticos de un solo uso están generando problemas ambientales. Colombia determinó que el mayor impacto ambiental es en la etapa final de la vida útil del plástico ya que éste no se recicla y, por lo tanto, se dirige a las fuentes hídricas o los rellenos sanitarios. Además, Colombia ha establecido políticas (Proyecto 080 - Ley 175, 2018) que permitan la reducción en el consumo y producción de plásticos. Hasta mayo 2020, otros países no tienen políticas que prohíba el uso de los plásticos de un solo uso, la mayoría están enfocados a las bolsas plásticas y a los productos de polipropileno expandido. [26].

En el 2012, el profesor David Tyler concluye que los efectos del plástico causan menor contaminación frente a los efectos del papel, ya que, el plástico causa menor cantidad de gases de efecto invernadero, disminuye el consumo de agua y se emplea menos químicos para su producción; el Proyecto 080, primero debe realizar un análisis del ciclo de vida de las bolsas y evaluar su efecto para tomar una decisión de prohibición, además debe dar a conocer el sustituto del plástico una vez que se apruebe la Ley. Sin embargo, muchas instituciones rechazan dicha Ley que prohíbe “en el territorio nacional (Colombia) la fabricación, importación, venta y distribución de plásticos de un solo uso” y no se considera el impacto y las consecuencias ambientales (aspectos sociales y económicos) como son: los recicladores de oficio, los vendedores ambulantes, el incremento en el desperdicio de alimentos, la desaparición de industrias de polímeros y por ende el desempleo [26].

La Unión Europea prohíbe ciertos plásticos de un solo uso desde el 2021. En octubre de 2018 el Parlamento Europeo prohíbe el uso de los plásticos como: bastoncillos para oídos, cubiertos, pajitas de plástico. Debido a que el 70% de la basura marina contamina las costas europeas. Para los plásticos que no existan alternativa, su reducción se debe ser al menos en un 25% hasta el 2025. Por tal motivo la UE que conforman 28 países deben establecer planes para incentivar el uso de materiales reciclables y reutilizables. Por ejemplo, para el 2025 se debe reciclar el 90% de botellas, reducir el 50% de filtros de cigarro, recuperar el 15% aparejos de pesca [28].

El 6 de Julio de 2019, el ministro de ambiente el Sr. Marcelo Mata encamina a la eliminación de los plásticos de un solo uso. Ya que la “Alianza del Pacífico” propone esta idea a muchos países donde también se incluye Ecuador. La ONU para el medio ambiente

establece que solo el 10% de los plásticos son reciclados. El grupo de defensa ambiental Ocean Conservancy ayuda a formular políticas en beneficio de los océanos. Por lo tanto, el ministerio del ambiente de Ecuador está trabajando en la construcción de políticas y estrategias nacionales para la protección y conservación de los recursos naturales, alineándose con la Declaración de Lima [29].

2.2.2. Impactos de las bolsas de plástico y las bolsas de papel

Hoy en día se ha demostrado que uno de los sustitos del plástico no es el papel, como se describe en la Tabla 1.

Tabla 1. Impactos y efectos de las bolsas de plástico y las bolsas de papel.

| Categoría | Bolsas de plástico | Bolsas de papel |
|-------------------------------|---|---|
| Descomposición | Pueden tardar entre 400 y 1000 años en descomponerse | No se descompone ni se degrada más rápido que el plástico. Ocupa más espacio que una funda plástica en un relleno sanitario. El papel se recicla en mayor cantidad. |
| Proceso de fabricación | Se producen a partir de la refinación de petróleo. Es decir, que el impacto está asociado desde el proceso de extracción de petróleo, la fabricación, refinación, y obtención de productos. | Se requiere 4 veces más energía, se usa más químicos tóxicos en la fabricación por lo tanto su producción contamina en el aire, el agua (50 veces más contaminantes) y provoca la lluvia ácida. |
| Reusabilidad | Una bolsa puede transportar 2.500 veces su propio peso, es fuerte inclusive cuando se moja, se pueden reutilizar n veces y son de fácil manejo ya que son compactas (guardar en bolsos o bolsillos). | No tiene características para reusarse. |

| | | |
|------------------|--|--|
| Reciclaje | <p>El reciclado contribuye a la reducción del consumo de energía en dos tercios, producción de solo un tercio del SO₂ y la mitad del óxido nitroso, reducción del consumo de agua en casi un 90%.</p> | <p>Se necesita un 91% más de energía para reciclar una libra de papel que para reciclar una libra de plástico.</p> |
|------------------|--|--|

Fuente: [26].

Evaluando el impacto que producen diferentes bolsas de plástico y de papel, se determina que las bolsas de LDPE (Low Density Polyethylene) generan menos impacto que las bolsas HDPE (High Density Polyethylene) o las de papel, como se visualiza en la figura 1, donde el lado izquierdo representa el nivel de impacto que tienen estas bolsas en función del material que los conforma [26]. Por ende, las bolsas que presentan mayor incremento del impacto ambiental son las del papel, las cuales ocasionan:

- Eutrofización de cuerpos de agua.
- Mayor consumo de agua
- Mayor emisión gases, causando efecto invernadero
- Generan residuos sólidos.

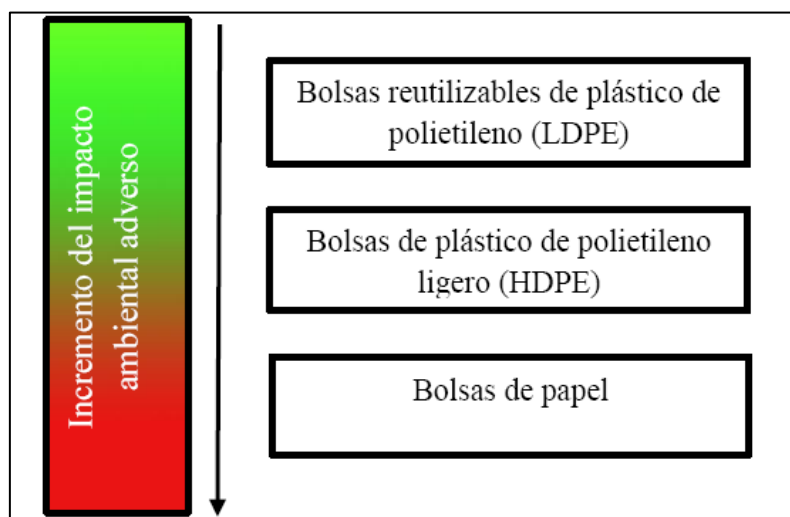


Figura 1. Impactos ambientales de bolsas de transporte.

Fuente: [30]

2.3. Bioplásticos

“European Bioplastics define los bioplásticos como plásticos que son de base biológica, biodegradables o ambos” [30].

Son macromoléculas que se han desarrollado de organismos, de forma directa o procesada de forma indirecta. Las propiedades de los bioplásticos, dependen de las propiedades químicas de estos compuestos. Para poder obtener un bioplástico es necesario que la base biológica contenga proteínas, lípidos, carbohidratos, almidones termoplásticos y grupos funcionales que dé como resultado; ácido poliláctico, poliésteres (polihidroxialcanoatos) [26].

Un bioplástico en su constitución se obtiene de:

- a) Materias primas de origen renovable y es biodegradable
- b) Materias primas de origen renovable y no es biodegradable, o
- c) Materias primas de origen petroquímico y es biodegradable [30].

Los bioplásticos muestran ciertas características importantes dentro de la rama de los polímeros, por ejemplo, presentan un alto peso molecular, además provienen de fuentes naturales como los hidrocoloides con un carácter biodegradable y son atribuidos como la solución para disminuir la contaminación en el medio por los plásticos comunes. Se recalca que el uso del almidón como bioplástico no ofrece las características óptimas para la industria [31].

2.3.1. Clasificación de los bioplásticos

Los bioplásticos pueden ser: biobasados o biodegradables o pueden reunir ambas características.

Las propiedades y observaciones que puede reportar un bioplástico se puede evidenciar en la tabla 2.

Tabla 2. Bioplásticos representativos y sus propiedades.

| Bioplásticos | Biobasado | Biodegradable | Propiedades | Observaciones |
|--------------------------|------------------|----------------------|--|--|
| Ácido poliláctico (PLA) | ✓ | ✓ | Similares a las del PET. Menor resistencia a la temperatura | Generalmente se fabrica partir de maíz. Más usado. |
| Bio-polietileno (BIO-PE) | ✓ | ✗ | Idénticas a las del PET convencional | Generalmente se fabrica a partir de caña de azúcar, con bioetanol como producto intermedio. |
| Policaprolactonas (PCL) | ✗ | ✓ | Resistente al aceite, agua, solventes y cloros. | Se emplea en la fabricación de poliuretanos. |
| Polihidroxicanoato (PHA) | ✓ | ✓ | Dependiente del polímero específico. Sensibles a condiciones de procesamiento. | Se extraen de las células de plantas y organismos. Su costo es hasta 10 veces mayor al de los plásticos convencionales |

Fuente: [26].

- **Plásticos biobasados**

“Los plásticos biobasados son aquellos que se fabrican a partir de la biomasa, la materia orgánica que compone a los seres vivos, de recursos naturales renovables, generalmente plantas, algas y microorganismos” [30].

Para la generación de estos plásticos se requiere de etapas de procesamiento químico, que se describe a continuación:

1. Cuando se procesa químicamente algún componente extraído de plantas (caña de azúcar, soya, cassava, maíz), mediante el proceso de fermentación del almidón de las plantas se produce etanol, ácido láctico; para finalmente obtener los monómeros. De este proceso se obtiene el PLA (ácido poliláctico), polietileno, polipropileno, nylon, etc. que su estructura es semejante a los obtenidos del petróleo [30].

2. Se extrae los monómeros y precursores los cuales se generan o se almacenan en el interior de las células de algunas plantas y microorganismos. Por ejemplo, “algunos pastos pueden producir polihidroxicanoatos hasta en un 3,7% de su peso, y el proceso es costoso y complejo” [30].

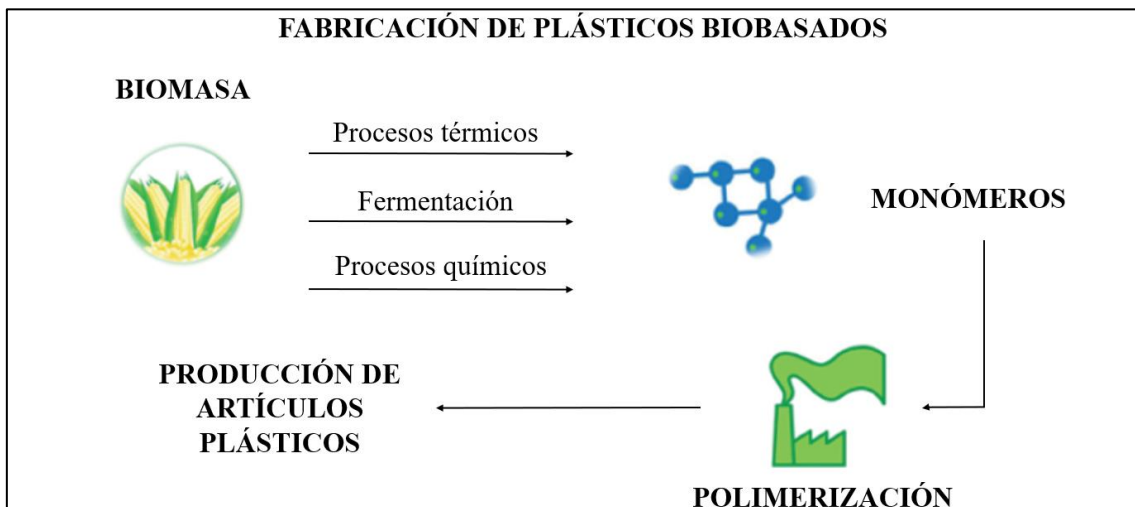


Figura 2. Plásticos biobasados

Fuente: [30]

Para determinar que un plástico tiene material biobasado, se realiza la medición del carbono 14 por medio de la norma ASTM 6866-12. Este método permite “diferenciar entre los materiales fabricados a partir de plantas cosechadas en los últimos diez años y los que provienen de combustibles fósiles, que se originaron de la desintegración de seres vivos hace millones de años y prácticamente no contienen Carbono” [30].

- **Plásticos biodegradables**

“Son aquellos que están fabricados a partir de fuentes naturales o de poliésteres sintéticos que se degradan a través de la acción enzimática de los microorganismos (bacterias, hongos y algas), esencialmente pudriéndose como la materia vegetal” [30].

El principal propósito de la biodegradación es disminuir la permanencia de los plásticos a través de su bioasimilación. Los plásticos biodegradables pueden provenir de combustibles fósiles o recursos renovables, ya que, la biodegradación no depende del material de origen sino de la estructura química del plástico [30].

La biodegradación de un plástico ocurre mediante un proceso de mineralización (presencia de microorganismos, presencia o ausencia de oxígeno y condiciones ambientales), donde el carbono presente en la molécula se transforma en CO_2 y CH_4 . Este proceso puede ser medido por métodos estandarizados bajo condiciones y tiempos específicos, en el cual existe influencia de otros factores como la luz UV, la humedad, la temperatura y la fricción, pero finalmente se puede decir que la biodegradación de un plástico ocurre cuando se da una mineralización completa en un tiempo dado [30].

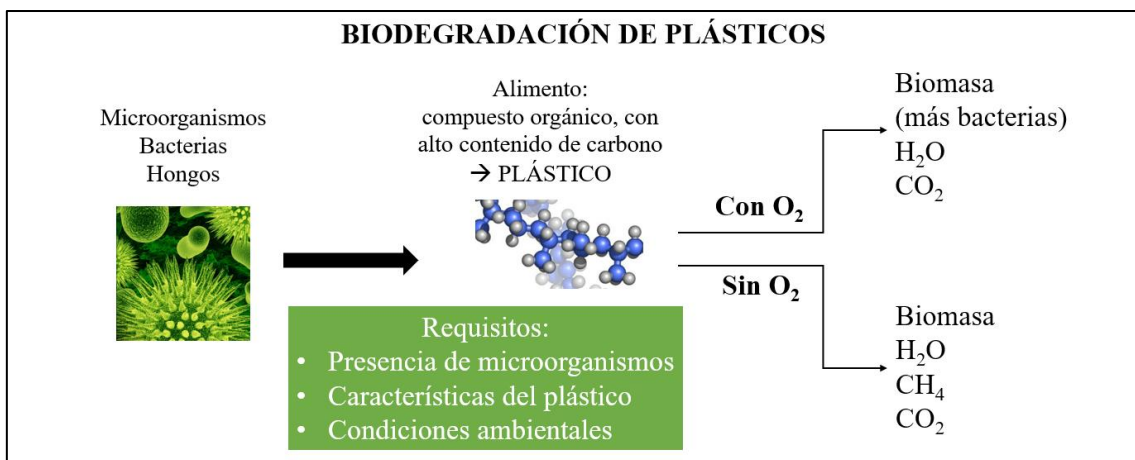


Figura 3. Plásticos biodegradables

Fuente: [30]

Los plásticos se biodegradan en ambientes específicos, por lo tanto, las pruebas se deben realizar en ambientes controlados (laboratorio) lo cual hace impredecible determinar cómo se da la degradación en condiciones reales. Es por esto que es recomendable comparar la degradación de un material con otro muy biodegradable como la celulosa [30].

2.4. Biopolímero a partir de residuos de plátano (Cáscara)

En el Ecuador el cultivo de plátano tiene una gran importancia, ya que es un fruto que se encuentra en la dieta diaria de las familias ecuatorianas por su alto contenido de almidón y potasio. Los principales generadores de residuos son los restaurantes, mercados, producción y cosecha. Existen diferentes variedades de plátano (*Musa paradisíaca*) que se produce en la zona tropical húmedo (18,5 a 35,5 °C) ocupando uno de los primeros lugares que aportan a la economía agrícola del país. Durante la cosecha se generan residuos como son las hojas, raquis, frutos con deformaciones y cáscaras.

Los residuos de plátano son ricos en almidón, el cual se puede extraer para su comercialización ya que tiene aplicaciones en la industria papelera, farmacéutica, textil, alimentos, adhesivo, tratamiento de agua y polímeros. El contenido de almidón en la cáscara es del 50% en base seca, mientras que en el fruto se encuentra entre un 70 – 80%. Se puede decir que en el plátano verde el contenido de almidón es más rico que en el plátano maduro y el banano, porque mientras va madurando el fruto el almidón se va rompiendo en azúcares [25].

Los gránulos de almidón están compuestos por capas externas de amilopectina (molécula ramificada, soluble en agua, 70 a 85%) y capas internas de amilosa (molécula lineal, insoluble, 15 a 30%), la proporción es variable dependiendo de la fuente del almidón. [32]. “Al existir un mayor contenido de amilopectina se incrementan las propiedades adhesivas, mientras que la amilosa aumenta la capacidad de gelatinización” [33], [34].

El almidón que se extrae del maíz, la papa, el trigo y el arroz se pueden emplear en la industria de polímeros para mejorar las propiedades del material (como aditivo) o para la elaborar biopolímeros [25]. A nivel industrial el gránulo de almidón gelatinizado se incorpora para formar películas de empaque o barrera, es decir que en la producción de polímeros del 70 al 80% provienen del almidón [35].

2.4.1. Obtención de biopolímeros de almidón

Los procesos para la obtención de biopolímeros de almidón son:

- Polímeros derivados de almidón parcialmente fermentado.
- Polímeros derivados de almidón puro.

- Polímeros derivados de almidón modificado.

- **Polímeros derivados de almidón parcialmente fermentado**

Como materia prima se utiliza el fluido del desecho (almidón es aproximadamente del 72%, la proteína 12%, los aceites y grasas 3%, la celulosa 3% y compuestos inorgánicos el 10%) producto de fermentación por varias semanas (fermentación parcial). En la segunda etapa el producto se seca y se somete a proceso de extrusión añadiendo aditivos (TiO_2 y CaCO_3) y aceites para mejorar sus propiedades termoplásticas. Finalmente se somete al secado para estabilizar al material.

- **Polímeros derivados de almidón puro**

Los polímeros que se obtienen del almidón puro, son materiales que no han sido alterados en la primera etapa, y se han convertido en termoplástico en la segunda etapa.

- **Polímeros derivados de almidón modificado**

Los polímeros obtenidos no son de uso comercial ya que tiene alta reactividad.

2.4.2. Determinaciones que se realizan al almidón

Existen una serie de determinaciones que se deben realizar al almidón obtenido de los residuos de banano, los mismos que se describen a continuación:

Granulometría del almidón de banano: El equipo que se utiliza es un tamiz el cual separa los distintos tamaños de almidón en una escala granulométrica, es importante ya que la homogeneidad de la mezcla depende del tamaño del material.

Análisis proximal químico: Determina las características que tiene un alimento principalmente la humedad (determina la cantidad de materia seca luego que la muestra se somete a secado).

Contenido de Amilosa: Se realiza por espectrofotometría y durante el análisis se forma un complejo amilosa – yodo, donde las dispersiones de almidón toman una coloración azul. Con esta determinación se obtiene la relación amilosa / amilopectina y se da a conocer cuál de los dos predomina. Como resultado también se obtiene el tipo de almidón; almidón resistente RS, almidón rápidamente digerible RDS o almidón lentamente digerible SDS.

Análisis DSC (Calorimetría diferencial de barrido): Con este método se determinan las transiciones endotérmicas y exotérmicas de la muestra. (Entalpía vs. temperatura). Da a conocer su comportamiento térmico, además si cambia la estructura química, la estabilidad, la forma, y el comportamiento del almidón.

Análisis de espectroscopía infrarrojo (IR): Se produce cuando las moléculas se encuentran en vibración una vez que se da la absorción de radiación infrarroja, es decir la molécula vibra dependiendo de la luz infrarroja que se suministra causando así la posición de los elementos. Además, para que se produzca una vibración en la molécula debe haber momento dipolar, si este momento es nulo no hay absorción de energía y viceversa. A la región de 1400 y 600 cm^{-1} se la denomina la región de huellas dactilares porque cada compuesto tiene una absorción característica de estar en esta región. En la región de 4000 y 1400 cm^{-1} se determina grupos funcionales que da a conocer estructuras de los compuestos y sus propiedades físico – químicas. Es una de las técnicas más empleadas en varias investigaciones como lo reporta Sayavedra [11], Lambis [35], Holguin [36], Cárdenas [37], entre otros.

2.5. Reacción de acetilación

La modificación del almidón se da por el entrecruzamiento Di-éster o esterificación donde existe una sustitución de los grupos hidroxilos (OH) por los grupos acetilos ($\text{CH}_3\text{-C=O}$) en la molécula de almidón, como se evidencia en la Figura 4. La mejor vía para el proceso depende de la concentración del reactivo, fuente de almidón, tiempo de reacción, pH, de relación amilosa/amilopectina y la presencia de algún tipo de catalizador que brinde mayor estabilidad a la materia prima [36].

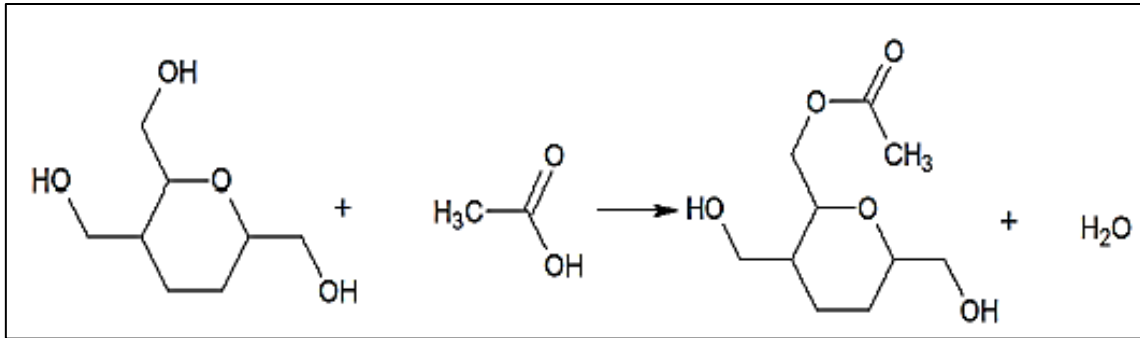


Figura 4. Reacción de acetilación del almidón

Fuente: [36]

La acetilación del almidón, es una reacción sencilla y de un solo paso cuando ocurre con ácido acético (no ocurre lo mismo si la reacción se da con anhídrido acético o el acetaldehído). Es decir que depende de la concentración del reactivo para que se dé un determinado grado de sustitución, concluyendo que los grados de sustitución cambian las propiedades fisicoquímicas del almidón proporcional al grado de acetilación del mismo [36].

Por ejemplo: “una molécula con bajo grado de sustitución presenta características como alto poder de hinchamiento, mejor solubilidad en agua y baja temperatura de gelificación, el grado de sustitución mediano o alto (0,5 - 2,5), muestra gran aplicabilidad como aglutinantes para tabletas, adhesivos termoplásticos, colillas para cigarrillos y materiales de revestimientos” [36].

2.6. Descripción del plátano

EL plátano es un fruto de origen asiático que se comercializa ahora en la mayor parte del planeta. Se cultiva en las regiones tropicales durante todo el año, siendo un gran aporte para la economía de muchos países en vías de desarrollo. Según Armando Rosero, es el cuarto cultivo alimentario más importante del mundo, seguido del arroz, trigo y maíz [38]. Además, presenta altos contenidos de carbohidratos, potasio y fósforo. El potasio es el elemento más abundante que se encuentra en este fruto, mineral que aporta al equilibrio electrolítico, función muscular y transmisión de impulsos nerviosos [39].

2.6.1. Cáscara de verde y su estructura

La cáscara de plátano es un desecho orgánico que se cultiva de forma cuantiosa en la región costa debido al elevado consumo en productos comerciales, fuente de alimentación y materia prima para la industria.

Los residuos de la cosecha del verde son ricos en almidón, mismo que puede ser extraerse para su comercialización o materia prima para diferentes aplicaciones como la generación de polímeros de fuentes naturales. El almidón presenta gran aplicabilidad en la industria de papel, alimentos (como espesante), textil, tratamiento de agua (coagulante), adhesivos y polímeros. En el fruto del verde la cantidad es aproximadamente 70-80% en base seca, mientras que la piel puede contener hasta un 50% [35].

A medida que el verde madura incrementa la ruptura del almidón en azúcares, por lo cual, el plátano verde es más rico en almidón, mientras que el maduro en azúcares. La composición del almidón es una mezcla de las macromoléculas amilosa (15-30%) y amilopectina (70-85%), las cuales varían según la especie vegetal. La presencia de amilosa aumenta la capacidad de gelatinización, mientras que la amilopectina genera propiedades adhesivas [16].

Los almidones de diversas fuentes naturales, en su mayoría son utilizados en el mundo de los polímeros, como materia prima para la elaboración de películas o como aditivos para mejorar propiedades de polímeros convencionales.

2.6.2. Usos de la cáscara de plátano

La cascara de plátano se puede utilizar en diversas fuentes como:

- a) Materia prima para la fabricación de bioplásticos
- b) Fuente para extraer pectina
- c) Alimento del compost
- d) Actuar como fertilizante para los cultivos
- e) Repelente de áfidos y pulgones

2.7. Polímeros compostables

Son polímeros que contiene materiales biodegradables (ASTM D6400) que se pueden descomponer en CO₂, agua, metano, componentes inorgánicos o biomasa por la acción de microorganismos. A su vez, experimentan la degradación en un medio de compost con una cinética de reacción similar a los polímeros compostables conocidos [40].

Un polímero compostable se caracteriza por la biodegradación en condiciones ambientales específicas como es el pH, la humedad, la materia prima entre otros, ya que, si no existe estos parámetros el proceso no se llevará a cabo y se puede considerar como un polímero común debido a su comportamiento y reportes de vertederos donde se han encontrado vegetales y periódicos vírgenes después de 10 años sin ocurrir su biodegradación.

Un ejemplo de un polímero compostable es la Policaprolactona (PCL) que es de origen petroquímico, donde es un poliéster alifático que es biodegradable sin necesidad previa a una fotodegradación. A su vez, en un ambiente de compost la PCL es asimilada en su totalidad por microorganismos y su velocidad de degradación es directamente proporcional a factores como: espesor de la muestra, temperatura, humedad, cantidad de oxígeno, entre otros [41].

Compostar un plástico significa degradar la materia con la que fue elaborado en abono orgánico que permita enriquecer suelos con nutrientes, sin embargo, los polímeros compostables se degradan en componentes antes mencionados sin dejar residuos tóxicos visibles o distinguibles, es decir, que un plástico compostable se trata de compostaje en plantas de compostaje industrial que someten el mismo a unas condiciones concretas como ocurre con el PLA (bioplástico de ácido poliláctico). Para que las plantas se puedan nutrir necesitan de plásticos compostables y condiciones específicas [42].

Los estándares internacionales más utilizados para validar la compostabilidad industrial de un plástico son: ISO 17088 (Internacional), EN 13432 (Europa), AS 47336 (Australia) y ASTM D6400. Estas normas validan un producto y no materiales, ya que, los materiales pueden poseer un comportamiento distinto en su forma de presentación.

2.7.1. Características de un biopolímero compostable

Los productos fabricados con un material biodegradable deben cumplir con las siguientes características:

Desintegración: es la degradación física que sufre el material al desintegrarse en un 90% en fragmentos menores a un tamaño de 2 x 2 mm, en un intervalo según especificaciones de la norma, usualmente (12 semanas).

Biodegradación inherente: es la degradación química que debe cumplir con un nivel de conversión del carbono orgánico en dióxido de carbono (CO₂), en un intervalo de 180 días a una temperatura de 58°C. La mayoría de normativas definen como un compostaje industrial cuando existe una degradación del 90% con las condiciones mencionadas.

Ecotoxicidad: es cuando se compara el desarrollo de plantas en un compost control (muestra que se obtiene de residuos orgánicos que no contienen material de estudio) con una muestra de compost del mismo residuo orgánico que contiene 10% de material de estudio añadido al comienzo del compostado. En la evaluación no debe presentar diferencias significativas en las plantas en ambas muestras. Este aspecto es muy exigente en la norma australiana (AS 4736), donde se involucra la prueba de lombriz, en la cual se utiliza un compost con presencia de estos animales y estas deben sobrevivir a lo largo del ensayo.

Características químicas: el producto compostable debe tener concentraciones de metales pesados (As, Se, Cr, Cu, Zn, Mo, Ni, Pb, Cd, Hg) inferiores al 50 % de las establecidas en un inicio. En este aspecto se destaca la normativa europea EN 13432 más que la estadounidense, ya que, incluye más elementos en la lista de restricciones.

A nivel mundial, existen instituciones que certifican mediante logos que un producto cumpla los estándares de compostabilidad o biodegradabilidad. Algunos ejemplos son: BPI (Instituto de productos biodegradables) en Estados Unidos, Vincotte en Europa, entre otros. Estos establecimientos permiten a los clientes identificar los productos cumplan las especificaciones necesarias de compostabilidad y biodegradabilidad. Estos logos muestran las indicaciones del tipo de tratamiento y las condiciones climáticas que requieren para su disposición y así conocer si es un material apto para un proceso de biodegradación o compostaje en el hogar, en la industria, cultivo, agua, etc.

CAPÍTULO III

3. MARCO METODOLÓGICO

En este capítulo se describen los reactivos, materiales, equipos y procesos que se utilizarán en la elaboración del presente proyecto, para el tratamiento de la materia prima. A continuación, se enumeran las actividades desde el tratamiento de la materia prima hasta obtener el biopolímero compostable para su posterior evaluación en cada uno de los ensayos pertinentes.

3.1. Tipo de investigación

La investigación de acuerdo al objetivo propuesto requiere de una investigación proyectiva, ya que, se enfoca en la propuesta de una alternativa que permita sintetizar un biopolímero compostable a partir de residuos del verde.

Una investigación proyectiva implica un factor innovador para relacionar elementos y articulados de forma adecuada a la realidad de un problema.

“Las investigaciones proyectivas involucran un factor innovador indispensable para relacionar elementos y articularlos de forma adecuada a la situación de una dificultad generando una propuesta a la investigación que podría incluso implementarse” [43]. Es así que, la metodología para el producto final de este proyecto se ajusta a la realidad que suscita el uso de materiales de primer uso en varios ámbitos como la industria, alimentación, entre otros.

El diseño de la investigación es experimental, ya que, se realiza pruebas a nivel de laboratorio que evalúan el tratamiento de la materia prima hasta la obtención del polímero compostable sintetizado. Esta investigación permite el tratamiento de una o más variables no comprobadas bajo condiciones establecidas con el objetivo de sintetizar un polímero compostable y evaluar el mismo. La finalidad es lograr la compostabilidad del polímero a partir de cáscara de verde y obtener resultados óptimos como lo reporta Pagga *et al.* [44] con un análisis de un polímero a partir de celulosa.

3.2. Reactivos, materiales y equipos

3.2.1. Materiales

- Pipetas graduadas de 1ml, 5ml, 10 ml y 25 ml
- Papel filtro.
- Vasos de precipitación de 50 ml, 100ml, 250 ml, 600 ml.
- Probetas de 50 ml y 100 ml.
- Balones aforados de 100 ml y 500 ml.
- Tubos para centrifugas de 50 ml.
- Embudos de plástico y de vidrio.
- Soporte universal.
- Termómetros de -20 a 300°C.

3.2.2. Equipos

- Balanza analítica digital.
- Horno Incucell
- DSC (Calorimetría Diferencial de barrido) Perkin Elmer STA 8000.
- Espectrofotómetro de infrarrojo por transformada de Fourier FT-IR ATR Perkin Elmer.
- Analizador termogravimétrico Perkin Elmer STA 8000.
- Agitador magnético Boeco.
- pH metro Boeco

3.2.3. Reactivos

- Agua destilada.
- Ácido acético.
- Glicerina.
- Hidroxietilcelulosa.
- Almidón de cáscara de verde
- Etanol

3.3. Materia prima

Se utilizó la cáscara de plátano para la obtención del biopolímero. Se recolectaron 3000 gramos de pieles de plátano del sector costero del Ecuador, del cual se procedió a extraer el almidón. Se escogió las mejores cáscaras considerando el porcentaje de almidón y disponibilidad de cortezas.

Se consideró la glicerina vegetal, o glicerol como plastificante en el desarrollo del biopolímero.

Se utilizó el ácido acético con la finalidad de disminuir la absorción de agua.

Otra sustancia a considerar fue el agua destilada y la hidroxietilcelulosa como medio para realizar la mezcla del biopolímero.

3.4. Obtención del almidón

La obtención del almidón se realizó *in situ* mediante un proceso detallado por Jairo *et al* [45]. En primer lugar, se recolectó y se retiró la cascara de los plátanos verdes y se pesó. Posteriormente, se transformó en polvo y se adicionó agua en relación 1:1 para licuar a 6000 r.p.m durante 1 minuto y se pasó a través de una malla de 100 μm , con adición de gran cantidad de agua destilada. Consecuentemente, la mezcla fue centrifugada a 25 °C y 10,000 r.p.m durante 1 min. Posteriormente, el precipitado se filtró con el uso de una membrana de tamaño de poro de 100 μm y el producto que contenía el almidón se secó a 40 °C en estufa de recirculación por 48 h.

3.5. Análisis del almidón

3.5.1. Determinación de la humedad

La técnica consiste en eliminar mediante el proceso de vaporización del agua presente en el almidón. Para determinar el porcentaje de humedad se guio en la NORMA INEN 1462, la cual permite la determinación de humedad en harinas.

Se estableció el horno durante 45 minutos para alcanzar una temperatura de 105-130 °C. Consecuente a esto, se pesó 2 g de muestra para llevarlo al horno a una temperatura de 130 °C durante el tiempo de 1 hora. Una vez enfriada la misma, se registró el residuo del almidón como cantidad de sólidos totales y pérdida de masa como humedad.

3.5.2. Granulometría del almidón de las cáscaras de verde

Para determinar el diámetro del almidón se realizó un análisis granulométrico de acuerdo a la metodología estandarizada con los tamices Tyler, en la cual, se empleó 14 tamices diferentes compuestos por mallas estandarizadas ensambladas a un equipo vibromatriz cómo se puede observar en la tabla 3.

Tabla 3. Serie de tamices usados para el análisis granulométrico del almidón

| Número de malla | Diámetro de orificio de malla, μm |
|-----------------|--|
| 20 | 841 |
| 30 | 595 |
| 40 | 420 |
| 50 | 297 |
| 60 | 250 |
| 70 | 210 |
| 80 | 177 |
| 100 | 150 |
| 150 | 106 |
| 200 | 75 |
| 270 | 53 |
| 325 | 45 |
| 400 | 38 |

Elaborado por: El investigador.

Para la determinación del tamaño de partícula (d_{80}) correspondiente al 80% del material pasado, se coloca 300 gramos en un tamiz vibratorio en húmedo con la malla N° 20 y N°

400 para determinar qué cantidad se deposita en la malla 400 y saber si se continua con el análisis. De no existir un sobrante en la malla 400, se debe realiza un análisis granulométrico en láser, el cual permite analizar diámetros menores a 38 μm .

Se colocó aproximadamente 90 gramos de almidón en el tamiz superior de la serie. Después de 15 minutos, se recogen las fracciones retenidas en cada tamiz y se procede a pesar (P retenido) para la determinación del diámetro. El sistema mostrado en la figura 5, se empleó en el análisis.



Figura 5. Equipo de tamizado con las mallas utilizadas en el análisis granulométrico.

3.5.3. Características estructurales (FT-IR)

Se utilizó un espectrómetro infrarrojo de transformada de Fourier Perkin Elmer para evaluar la relación de los componentes presentes en el almidón proveniente de la cascara de verde donde se analizó las estructuras compuestas en la materia prima procesada. La muestra se calentó a 50 $^{\circ}\text{C}$ y se procedió al análisis. Los espectros FT-IR fueron reportados en transmitancia en la región de 4000-400 cm^{-1} a condiciones ambientales [46].

3.6. Diseño experimental

Con el objetivo de valorar la elaboración del biopolímero se optó por el diseño experimental factorial 2^3 , lo cual, permitió estudiar el efecto individual y la interacción de varios factores sobre una o varias respuestas (Tabla 4). Las variables que se mantienen constantes, cantidad de catalizador, agua destilada.

Tabla 4. Factores y niveles de estudio

| Factores | Niveles de estudio |
|---|---------------------------|
| A: Temperatura, °C | 60 °C |
| | 80 °C |
| B: Relación másica almidón: hidroxietilcelulosa, g | 1:1,5 |
| | 1:4 |
| C: Glicerina, g | 30.24 g |
| | 40.32 g |

En la tabla 5, se aprecia las combinaciones experimentales del diseño utilizado en el proyecto de investigación.

Tabla 5. Diseño experimental para la elaboración del biopolímero

| Ensayo | Codificación | T, °C | Relación almidón:hidroxi etilcelulosa, g | Glicerina, g | Porcentaje de rendimiento, % |
|---------------|---------------------|--------------|---|---------------------|-------------------------------------|
| 1 | M1 | 60 | 1:1,5 | 30,24 | |
| 2 | M2 | 80 | 1:1,5 | 30,24 | |
| 3 | M3 | 60 | 1:4 | 30,24 | |
| 4 | M4 | 80 | 1:4 | 30,24 | |
| 5 | M5 | 60 | 1:1,5 | 40,32 | |
| 6 | M6 | 80 | 1:1,5 | 40,32 | |
| 7 | M7 | 80 | 1:4 | 40,32 | |
| 8 | M8 | 60 | 1:4 | 40,32 | |

Se utilizó el software de STATGRAPHICS Centurion para realizar el análisis estadístico. Esta matriz constata la elección de un bloque de 8 experimentos con mayor énfasis en la temperatura del proceso, cantidad de glicerina y la relación hidroxietilcelulosa con almidón con una variable de respuesta que es el rendimiento de la reacción determinada en porcentaje.

3.6.1. Enfoque

El enfoque es cuantitativo y se enfatizó en el rendimiento de la síntesis del biopolímero a través de la combinación de los factores y niveles planteados. Se desarrolló un análisis ANOVA para corroborar su veracidad en el software Statgraphics Centurion.

3.6.1. Hipótesis

Hipótesis alternativa (H_A)

Es posible alcanzar un rendimiento mayor al 50% en la síntesis del biopolímero proveniente de las cáscaras de verde en función de la temperatura, relación másica almidón: hidroxietilcelulosa y cantidad de glicerina.

Hipótesis nula (H_0)

No es posible alcanzar un rendimiento mayor al 50% en la síntesis del biopolímero proveniente de las cáscaras de verde en función de la temperatura, relación másica almidón: hidroxietilcelulosa y cantidad de glicerina.

3.7. Elaboración del biopolímero

Mediante este proceso se mezcló el almidón en polvo con las otras sustancias para realizar el biopolímero. En la tabla 6, se visualiza la cantidad que se mantuvo constante en cada muestra para la fabricación del biopolímero de acuerdo al diseño experimental planteado anteriormente.

Tabla 6. Condiciones experimentales constantes para la elaboración del biopolímero.

| Variables | Cantidad |
|-------------------|-----------------|
| constantes | (g) |
| Ácido acético | 29,4 |
| Agua destilada | 80 |

Se calentó 80 g de agua destilada en cada muestra hasta llegar a la temperatura del diseño experimental y se empezó a adicionar el polvo de almidón, hidroxietilcelulosa, glicerina y el ácido acético con la finalidad de obtener la masa del mezclado.

Se realizó una agitación del almidón ya que en su estado nativo es insoluble en el agua y presenta una suspensión temporal de las partículas.

3.7.1. Gelatinización

Este proceso consistió en suministrar calor al medio acuoso para que los gránulos de almidón se hidraten. Al calentarse provocó una ruptura del orden molecular y generó unos cambios irreversibles del granulo de almidón en las propiedades tales como las zonas cristalinas del granulo, solubilidad de las moléculas y perdida de birrefringencia que conforma el almidón [47].

Vaclavick, (1998), menciona algunos factores que influyen en la gelatinización, los cuales son:

- **Temperatura:** Este proceso se completa en un rango de temperatura que comprende desde los 60 a 95 °C. cabe recalcar que los almidones varían en su temperatura de gelatinización [48].
- **Agitación:** Este proceso permite a los gránulos de almidón hincharse independientemente y crea una mezcla más uniforme y sin grumos. No obstante, al existir una agitación excesiva después de que se complete la gelatinización se pueden romper los gránulos y aumentar la fluidez de las mezclas de almidón.
- **Ácido:** Se emplea un ácido que provoque la hidrólisis ácida durante el calentamiento y la agitación del almidón, lo que genera la formación de dextrinas o polímeros en cadena corta. Este proceso logra una menor absorción de agua por el gránulo de almidón.

3.7.2. Retrogradación

Este proceso describe los cambios que se generan cuando las moléculas de almidón gelatinizado empiezan a reorganizarse, lo cual forma una o más estructuras ordenadas, es

decir, existe un cambio de un estado amorfo a un estado más cristalino. Se describe como un fenómeno opuesto a la gelatinización [47].

En el proceso de gelatinización del almidón se liberan la amilosa y la amilopectina, lo que permite que se vuelvan a asociar e incrementen la rigidez entre y dentro de los gránulos hinchados, lo que genera una red. Por lo general, la amilosa gelifica fuera del gránulo inmediatamente después de la gelatinización y la amilopectina se mantiene en el gránulo hinchado donde lentamente recrystaliza [47].

El proceso consiste en dos pasos, el primero es la gelación de las moléculas de amilosa lixiviadas en el proceso de gelatinización y posteriormente la recrystalización de la amilopectina [49].

3.7.3. Secado del biopolímero sintetizado

Este proceso se realizó a una temperatura de 35 °C durante 48 h, donde se consideró la reducción de aire utilizando una bolsa hermética para un mejor resultado en el biopolímero, ya que, su descomposición no genera ninguna problemática al medio ambiente por los componentes naturales como lo menciona la bibliografía. Luego se procede a seccionar con ayuda de una matriz (probeta) para realizar ensayos respectivos.

3.8. Pruebas fisicoquímicas

3.8.1. Solubilidad (%)

Se empleó el método desarrollado por el equipo de Wu *et al.* [50] en las distintas muestras. Se prepararon muestras de biopolímero de 2 x 2 cm², se secaron a una temperatura de 50 °C durante media hora, se midió el peso de las mismas (P_i) y se bañaron en 5 ml de agua destilada con una temperatura de 25 °C durante 5 minutos a 50 rpm y las muestras se separaron cuidadosamente a medida que no se pierda su forma. Posterior, se secó en un horno a 100 °C hasta obtener un peso constante (P_f). La solubilidad en agua se determinó con la siguiente ecuación:

$$SA(\%) = \frac{P_i - P_f}{P_i} * 100\%$$

3.8.2. Contenido de humedad (%)

Este análisis se realizó en el equipo Mettler Toledo, el cual trabaja con el principio termogravimétrico, donde, el contenido de humedad se concentra en la pérdida progresiva de la masa en una muestra por efecto del calentamiento.

Se estableció una temperatura final de 100 °C y se procedió a extraer de 3 a 5 gramos del biopolímero, aproximadamente un cuadrado con un área de 3 cm². Se pesó la muestra al inicio del análisis y se calentó el equipo con la unidad de calentamiento halógena [51].

3.8.3. Espesor

Para determinar el espesor se escogió aleatoriamente 6 posiciones en las muestras de los biopolímeros sintetizados mediante un calibrador digital. Posterior a ello, se calculó el promedio en cada una.

3.8.4. Apariencia de la película después del secado

Este proceso se desarrolló de forma visual al producto de cada diseño experimental y se reportó el aspecto que presenta al finalizar el proceso de secado como lo reporta Sayavedra *et al.* [11] en la obtención de un polímero con distintas velocidades y cantidades de goma en su preparación.

3.9. Técnicas de análisis térmico

3.9.1. Calorimetría diferencial de barrido y análisis termogravimétrico

Los análisis TGA-DSC fueron desarrollados con un equipo Perkin Elmer STA 8000. El análisis se realizó bajo una atmósfera de nitrógeno con un flujo de 20 mL/min y el método de calentamiento constó de tres etapas:

- Etapa isotérmica a 30 °C por 5 minutos.
- Etapa rampa de calentamiento de 30 °C a 800 °C a una velocidad de 10 °C/min.

- Etapa isotérmica a 800 °C por 10 minutos.

Después de la creación del método se colocó la muestra con un peso aproximado de 5 a 9 mg, adentro de una capsula metálica para que se acoja al gancho de la micro balanza integrada en el equipo y se ejecutó el ensayo.

3.10. Características estructurales

3.10.1. Espectrómetro infrarrojo de transformada de Fourier (FTIR)

Se utilizó un espectrómetro infrarrojo de transformada de Fourier con muestreo de Reflectancia Total Atenuada (ATR-FTIR) PerkinElmer para determinar la interacción de los componentes de los biopolímeros sintetizados. Mediante este equipo, se analizó las estructuras que conforman estas muestras. Los biopolímeros se secaron a 50 °C y se convirtió en polvo durante el análisis. Los espectros FT-IR fueron reportados en transmitancia en la región de 4000-400 cm^{-1} a condiciones ambientales [46].

3.11. Compostabilidad

La prueba de compostabilidad del biopolímero se llevó a cabo en macetas que contenían 200 g de tierra con compost proveniente de alimentos, productos orgánicos de jardín y microorganismos. En cada maceta se insertó películas de polímero con un espesor de 3 a 6 mm con longitudes de 2 cm de largo y ancho por un tiempo de 12 semanas de compostaje bajo condiciones controladas ($T=40$ °C, $HR=60-70\%$). La incubadora de temperatura y humedad se controló mediante el uso de una solución de cloruro de sodio sobresaturada. Para evitar la pérdida de agua en el proceso de evaporación, se añadió al suelo una cantidad de agua cada 3 días.

Para evaluar la tasa de biodegradación se extrajeron muestras de los biopolímeros en un intervalo de tiempo predeterminado de cada semana. En cada pesaje, se retiraba el resto del suelo y la suciedad. El grado de biodegradación de las muestras en cada etapa se evaluó midiendo la pérdida de peso, la morfología de la superficie, la apariencia y estructura de cada biopolímero sintetizado.

CAPÍTULO IV

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Acondicionamiento de la materia prima y análisis de granulometría

El acondicionamiento se realizó mediante la extracción y trituración de las cáscaras de verde con el fin de obtener un tamaño de partícula adecuado para la producción de almidón, por lo cual, se tamizó y se determinó el diámetro de la misma mediante el tamizado vibratorio que permite separar las partículas menores a 2 mm de diámetro. El diámetro de la partícula se ve influenciado por el tiempo de molienda y el tipo de proceso desarrollado. Para este proyecto de investigación se efectuó un tamizado en seco con las mallas N° 20 y N° 400, ya que, al ser lavada la muestra de almidón con agua en el tamiz, esta se homogeniza y hay un desperdicio de la misma, además, se obtuvo una cantidad de almidón que se depositó en la malla N° 400, lo cual indicó que no se debe proceder a realizar un análisis granulométrico láser, ya que, este análisis es cuando la partícula tiene un diámetro menor a 38 μm .

El proceso de la molienda y el tamizado en la metodología permitió obtener un tamaño de partícula 71,96 μm (d_{80}), correspondiente al 80% del almidón pasado.

4.1.1. Determinación del rendimiento

Se determinó el rendimiento de la obtención del almidón a partir de la cáscara de verde por el método en seco, ya que, Cárdenas *et al.* [37] estima un mejor rendimiento y en esta investigación se constató ello.

Como se puede observar en la tabla 7 del rendimiento para la obtención del almidón mediante la metodología empleada, se obtiene un rendimiento de 59,33% en comparación al método en húmedo reportado Cárdenas *et al.* [37] de un 22,30%, por ende, se constata que la muestra al contener una mayor cantidad de agua existe una mayor retención de almidón en la muestra [35].

Tabla 7. Rendimiento obtenido aplicado en un proceso en seco.

| Repeticiones | Peso inicial, g | Peso final, g |
|--------------|-----------------|---------------|
| 1 | 300 | 178,67 |
| 2 | 300 | 178,59 |
| 3 | 300 | 177,32 |
| 4 | 300 | 177,08 |
| 5 | 300 | 178,26 |
| Rendimiento | | 59,33% |

4.1.2. Análisis de la humedad del almidón

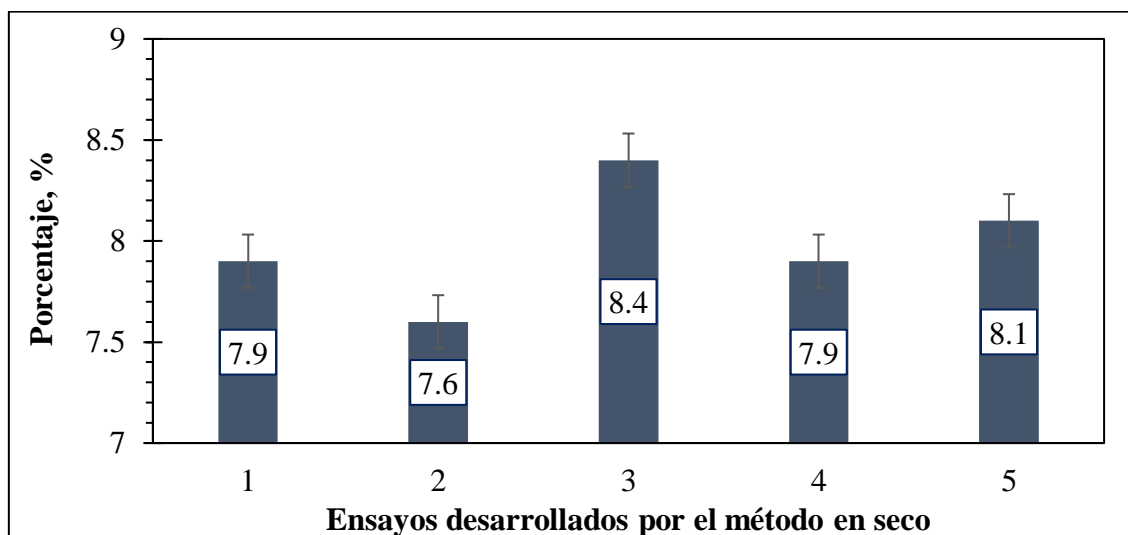


Figura 6. Análisis de humedad del almidón por el método en seco.

En la figura 6, se observa que, mediante la metodología en seco para la obtención del almidón, a una temperatura de 110°C el porcentaje de humedad se encuentra entre un rango de 7 a 10. Este método se puede considerar como la mejor forma de extracción frente al análisis desarrollado en Cárdenas *et al* [37], ya que, sus muestras poseen menor retención de agua, lo que permite un rango exacto de 7,5 a 8,5% de humedad. Esto se debe a que el agua presente afecta en el proceso de obtención del almidón, ya que, altera su forma debido al hinchamiento de los granos por la mayor captación de agua en su interior.

4.1.3. Resultados del análisis IR del almidón

Este análisis se realizó con el fin de conseguir información sobre la estructura del almidón proveniente de las cáscaras de verde. El análisis FTIR se enfoca en las posiciones de los picos de absorción característicos para la materia prima establecida.

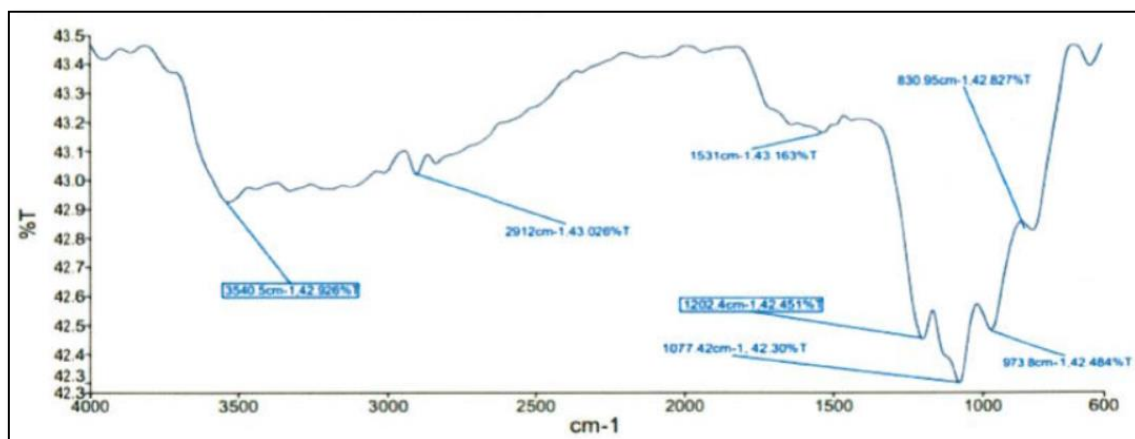


Figura 7. Espectro FTIR del almidón en el intervalo de 4000-600 cm^{-1} .

En la figura 7, se observa el espectro IR del almidón, donde se evidencia un pico a una longitud de onda de $3540,5 \text{ cm}^{-1}$, lo que significa la tensión de un grupo hidroxilo (OH) [52]. A una longitud de onda de 2912 cm^{-1} existe un grupo C – H debido a la tensión del grupo OH. En el pico de $1077,42 \text{ cm}^{-1}$ se muestra una tensión del grupo C – O; en el pico de 1531 cm^{-1} se atribuye al agua reticulada que existe en el almidón [53]. Además, se puede apreciar que el almidón posee un doble enlace entre C y C a una longitud de onda de 2100 cm^{-1} donde se evidencia la presencia de carbonos insaturados [54].

Este análisis permite identificar los grupos funcionales característicos de la amilosa y amilopectina, sustancias que se encuentran en el almidón, como lo reporta Cárdenas [37] en su estudio para la elaboración de un biopolímero a partir de banano.

4.2. Análisis de diseño experimental

4.2.1. Matriz de diseño

En la tabla 8, se muestran los resultados del porcentaje de rendimiento de la reacción en la síntesis del biopolímero al evaluar los factores establecidos con cada nivel planteado.

El diseño experimental factorial 2 a la k=3, está conformado por un bloque con 3 factores y 2 niveles de estudio. Las combinaciones son establecidas de acuerdo al diseño elegido en el software STATGRAPHICS.

Tabla 8. Resultados experimentales para la elaboración del biopolímero.

| Ensayo | Codificación | T, °C | Relación almidón:hidroxi etilcelulosa, g | Glicerina, g | Rendimiento, % |
|---------------|---------------------|--------------|---|---------------------|---------------------------|
| 1 | M1 | 60 | 1:1,5 | 30,24 | 39,474 |
| 2 | M2 | 80 | 1:1,5 | 30,24 | 47,303 |
| 3 | M3 | 60 | 1:4 | 30,24 | 53,732 |
| 4 | M4 | 80 | 1:4 | 30,24 | 66,513 |
| 5 | M5 | 60 | 1:1,5 | 40,32 | 63,684 |
| 6 | M6 | 80 | 1:1,5 | 40,32 | 63,687 |
| 7 | M7 | 80 | 1:4 | 40,32 | 69,272 |
| 8 | M8 | 60 | 1:4 | 40,32 | 67,234 |

Se constata en la tabla 8, el porcentaje de rendimiento de la síntesis de biopolímero alcanzado por los 3 factores planteados, lo que denota una recuperación hasta de un 70% aproximadamente, por lo cual, se acepta la hipótesis alternativa.

4.2.2. Rendimiento de la reacción en la síntesis del biopolímero

En la figura 8, se visualiza un gráfico estadístico donde se relaciona el porcentaje de rendimiento alcanzado en cada combinación planteada en la matriz de diseño con el número de ensayos. A su vez, se identifica cual es la mejor combinación en el diseño experimental.

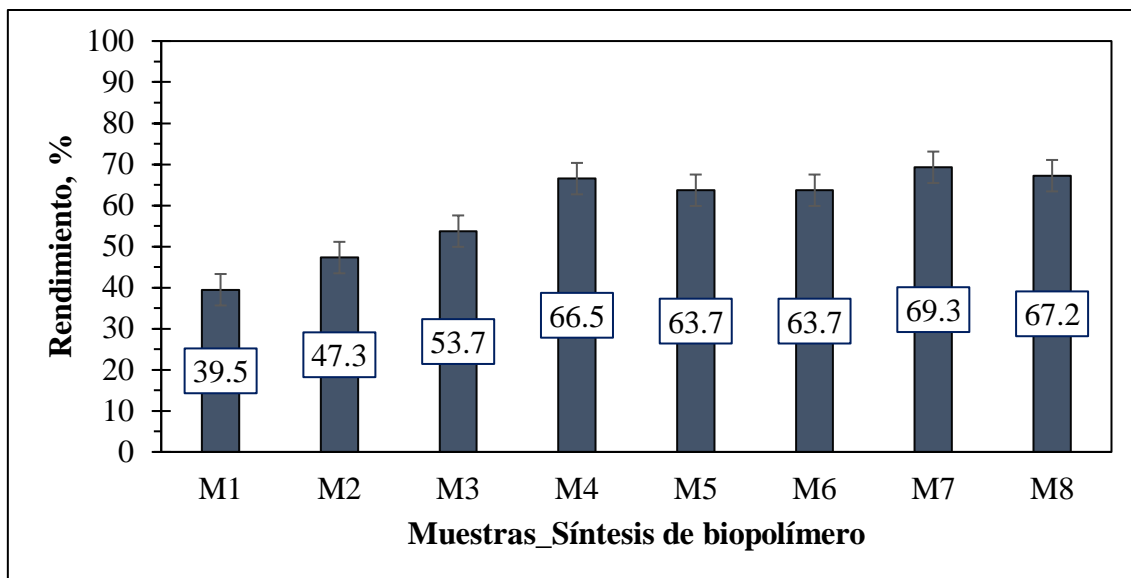


Figura 8. Porcentaje de rendimiento en cada muestra del diseño experimental.

Se observa en la figura 8, el mejor rendimiento de la reacción en la síntesis del biopolímero con un valor del 69,27% de acuerdo a las combinaciones que se estableció en la matriz. El ensayo de la muestra 7 (M7) presenta la mayor recuperación al trabajar con una temperatura de 80 °C, una relación másica de almidón hidroxietilcelulosa de 1 a 4 respectivamente y una cantidad de glicerina de 40,32 g.

4.2.3. Análisis de la varianza

Una vez determinado el porcentaje del rendimiento en la síntesis del biopolímero se utilizó el software STATGRAPHICS, para evaluar el diseño experimental factorial 2 a la $k=3$, el cual interviene las combinaciones de 3 factores con 2 niveles y una variable de respuesta.

En la tabla 9, se describe los efectos e interacciones que fueron significativas (B, C) ya que, presentaron una probabilidad menor que 0,05. Las demás variables e interacciones no son significativas a un nivel de probabilidad del 95%. Se analiza el coeficiente R^2 con un valor de 99,87% lo que indica un grado alto de correlación entre los factores establecidos en la matriz de diseño.

Tabla 9. Análisis de varianza (ANOVA) del diseño experimental 2 a la k=3.

| Fuente | Suma de cuadrados | de Gl | Cuadrado medio | Razón-F | Valor-P |
|---------------------------|-------------------|-------|----------------|---------|---------|
| A: Temperatura | 64,1335 | 1 | 64,1335 | 60,30 | 0,0815 |
| B: Relación másica A:H | 226,877 | 1 | 226,877 | 213,31 | 0,0435 |
| C: Glicerina | 404,061 | 1 | 404,061 | 379,90 | 0,0326 |
| AB | 6,10227 | 1 | 6,10227 | 5,74 | 0,2518 |
| AC | 43,101 | 1 | 43,101 | 40,52 | 0,0992 |
| BC | 74,0119 | 1 | 74,0119 | 69,59 | 0,0760 |
| Error total | 1,06361 | 1 | 1,06361 | | |
| Total (corr.) | 819,351 | 7 | | | |

R²= 99,8702%; R² ajustado= 99,0913%; Desviación estándar= 1,03132

4.2.4. Análisis de los efectos estandarizados

La interpretación de los factores en la tabla 9, se puede corroborar con el diagrama de Pareto (Figura 9) proporcionado por el software, en donde se evidencia que tienen gran aporte significativo la cantidad de glicerina y la relación másica almidón con hidroxietilcelulosa en la obtención del biopolímero.

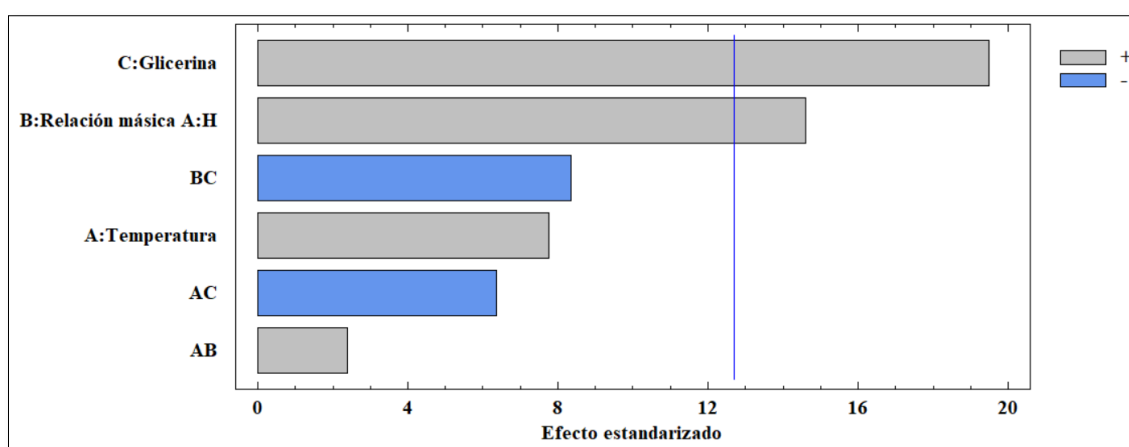


Figura 9. Diagrama de Pareto Estandarizado para el efecto de las variables sobre la síntesis del biopolímero

Este gráfico de Pareto indica cada uno de los efectos estimados en orden decreciente de importancia. El signo positivo a cada factor significa que el rendimiento de la reacción fue favorecido por la cantidad de glicerina y la relación de almidón con hidroxietilcelulosa. La longitud de cada barra tiene relación directa con el efecto estandarizado, el cual es el efecto estimado dividido entre su error estándar lo que equivale al cálculo estadístico-t para cada efecto. La línea de color azul que es de forma vertical es para juzgar cuales son los efectos más significativos, lo que indica que el efecto que supere esta línea corresponde a los efectos que presentan mayor relevancia con un 95% de nivel de confianza. En este caso son los factores B y C.

El efecto de las variables sobre el rendimiento de la síntesis del biopolímero en función de sus factores también se evidencia en la figura 10, la cual, muestra los valores estimados para el rendimiento como una función de los factores establecidos en el diseño. En cada gráfica, el factor de interés varía de un nivel bajo a uno alto. El factor que mayor influye es la cantidad de glicerina y la relación másica almidón con hidroxietilcelulosa, mismos que alcanzan un porcentaje aproximado del 67%, mientras que, la temperatura también influye, pero se observa solo un rendimiento del 63%.

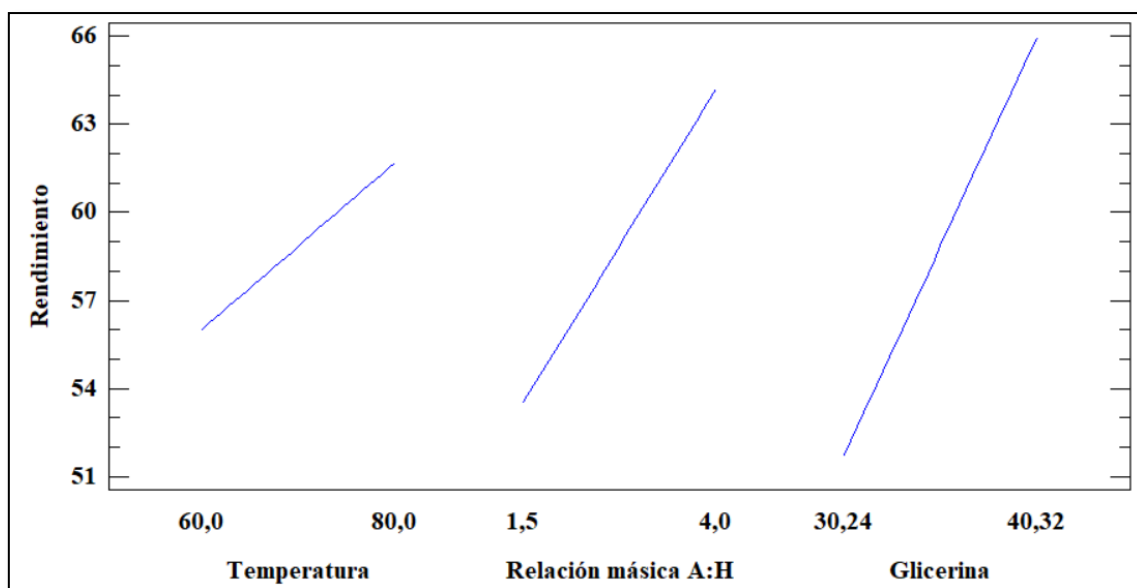


Figura 10. Efectos de las variables sobre el rendimiento de la síntesis del biopolímero.

4.2.5. Análisis de la superficie de respuesta

La figura 11, muestra las diferentes gráficas de superficie de respuesta del diseño experimental 2 a la $k=3$ con relación a 3 factores y 2 niveles en función del porcentaje de rendimiento en la síntesis del biopolímero. Para construir una gráfica se mantiene constante un nivel intermedio (0) de un factor que no se observa, mientras que los demás si se visualizan y varían entre los límites establecidos (-1, +1).

Las unidades de los 3 factores son: Temperatura ($^{\circ}\text{C}$), Relación másica almidón con hidroxietilcelulosa (g) y cantidad de glicerina (g). La variable de respuesta se expresa en el porcentaje de rendimiento de la síntesis del biopolímero.

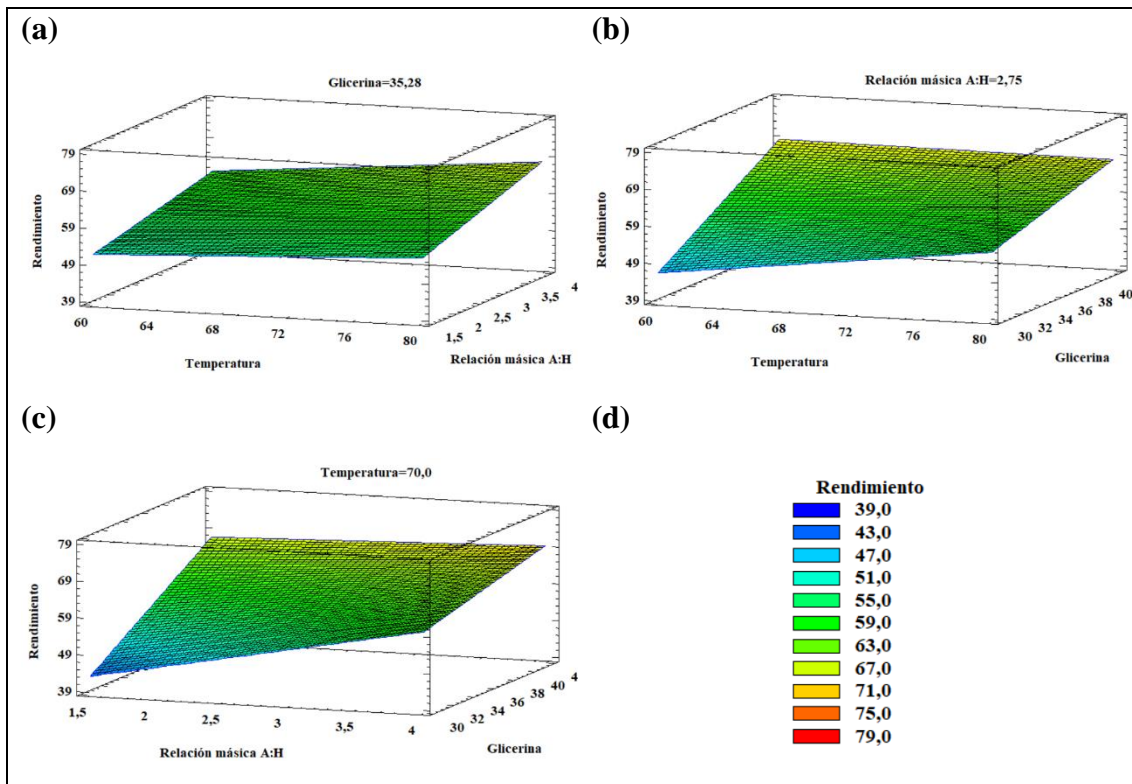


Figura 11. Superficies estimadas generadas a partir de un modelo 2 a la $k=3$

En la figura 11 (a), se muestra el efecto de la temperatura y la relación másica entre el almidón y la hidroxietilcelulosa con un factor intermedio (Cantidad de glicerina) sobre el rendimiento de la reacción. Esta gráfica presenta el máximo rendimiento en la zona donde la temperatura es superior a los $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ y la relación másica mayor a 3, por lo que se recomienda trabajar a temperaturas superiores a los $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ para que se dé el proceso de gelatinización en la síntesis del biopolímero.

En el literal (b), se representa la relación entre la temperatura y la cantidad de glicerina, mismas que son significantes en la obtención del biopolímero, ya que, la glicerina actúa como plastificante y entre mayor contenido posea mejores propiedades físico químicas presenta el producto final. También, se observa que a medida que disminuye la temperatura, disminuye el porcentaje de rendimiento, esto se da porque el proceso necesita de temperaturas superiores a 60 °C, ya que, a menor temperatura no hay un buen proceso para que los gránulos del almidón se mezclen y se provoque una ruptura del orden molecular con unos cambios irreversibles en las propiedades tales como las zonas cristalinas del granulo, solubilidad de las moléculas y pérdida de birrefringencia que conforma el almidón.

En el literal (c), se observa los factores que tienen mayor relevancia en el rendimiento de la reacción. Los dos factores son directamente proporcionales y se evidencia que con una cantidad de glicerina superior a 38 gramos presenta un rendimiento mayor al 65%. A su vez, la temperatura se mantiene constante y esta no influye tanto en el proceso debido al punto de ebullición que tienen los componentes con los cuales se elaboró el biopolímero. La diferencia de la relación másica que existe en esta gráfica se observa a detalle en los resultados proporcionados por la calorimetría diferencial de barrido y el análisis termogravimétrico, sin embargo, este factor influye directamente en la compostabilidad del biopolímero, ya que, se conoce que la hidroxietilcelulosa es una sustancia que si cumple con parámetros de compostabilidad.

4.2.6. Optimización de las condiciones en la síntesis del biopolímero

Para optimizar el diseño experimental 2 a la $k=3$ para la síntesis de un biopolímero a partir de la cáscara de verde, se utilizó el software STATGRAPHICS con la opción de analizar diseño y seleccionar optimizar la respuesta, misma que nos indica los puntos óptimos para la maximización de la síntesis y la combinación adecuada para alcanzar un rendimiento máximo en la obtención del biopolímero.

Las condiciones proporcionadas por el software para un mejor rendimiento es trabajar a una temperatura de 80 °C, relación másica de almidón con hidroxietilcelulosa de 1:4 y una cantidad de glicerina de 40,32 g.

Al realizar el experimento con los puntos óptimos, se puede verificar la veracidad de la optimización del proceso, donde se logró un porcentaje de 69,63% de rendimiento en la síntesis del biopolímero.

4.3. Apariencia de la película después del secado

Las películas se obtuvieron a partir de la mezcla de almidón e hidroxietilcelulosa con las condiciones planteadas en el diseño experimental. Para determinar la apariencia se observaron los productos finales de las 8 muestras de forma superficial. En la tabla 10, se muestran los resultados de las pruebas con distintos factores y niveles de estudio. Se puede observar que a menor temperatura no se forma una película con una superficie regular, ya que, la temperatura afecta directamente al proceso de gelatinización del almidón y a su vez a la insolubilidad del almidón en su estado nativo. La temperatura permitió que los gránulos del almidón se hidraten en el medio y al calentarse provocó una ruptura del orden molecular, lo cual, ayuda en las propiedades cristalinas del gránulo, la solubilidad y pérdida de birrefringencia [47].

Tabla 10. Apariencia de las películas después del secado.

| Ensayo | Codificación | T, °C | Relación almidón:hidro xietilcelulosa (g) | Glicerina, g | Apariencia |
|--------|--------------|-------|--|-----------------|---|
| 1 | M1 | 60 | 1:1,5 | 30,24 | Superficie irregular |
| 2 | M2 | 80 | 1:1,5 | 30,24 | Superficie irregular con pocas burbujas de aire |
| 3 | M3 | 60 | 1:4 | 30,24 | Superficie irregular |
| 4 | M4 | 80 | 1:4 | 30,24 | Buena |
| 5 | M5 | 60 | 1:1,5 | 40,32 | Gelatinosa con pequeñas incrustaciones de aire |

Continuación de la tabla 10.

| | | | | | |
|---|----|----|-------|-------|--|
| 6 | M6 | 80 | 1:1,5 | 40,32 | Quebradiza |
| 7 | M7 | 80 | 1:4 | 40,32 | Buena |
| 8 | M8 | 60 | 1:4 | 40,32 | Superficie con incrustaciones pequeñas de aire |

4.4. Espesor de las películas

El espesor se midió en 6 lugares distintos de forma aleatoria para cada biopolímero sintetizado. Los resultados se muestran en la tabla 11.

Sharma [55] manifiesta que el espesor se mantuvo en 0,12mm con una prensa como ayuda. En este experimento el espesor vario entre 3 mm y 6 mm, ya que, no se utilizó una bomba de vacío para disminuir al máximo la cantidad de aire que se encuentra en las películas. Esto puede ser por la presencia en ciertos casos de la relación másica que se aumenta [56].

Tabla 11. Espesor de las películas biodegradables.

| Ensayo | Código | Espesor (mm) |
|-----------------|--------|--------------|
| 1 | M1 | 5,5±0,01 |
| 2 | M2 | 6±0,01 |
| 3 | M3 | 4,5±0,01 |
| 4 | M4 | 5±0,01 |
| 5 | M5 | 5±0,01 |
| 6 | M6 | 6±0,01 |
| 7 | M7 | 3±0,01 |
| 8 | M8 | 5±0,01 |
| Promedio | | 4,89mm±0,01 |

De acuerdo con los resultados presentados en la tabla 11, no se notó diferencia significativa en cada formulación de los biopolímeros con un nivel de confianza del 95%.

El espesor de cada muestra es una medida bastante variable, ya que, depende de muchos factores, como: la temperatura, relación másica de almidón con hidroxietilcelulosa y la cantidad de glicerina. Además, están los factores relacionados al proceso de secado (tiempo y temperatura). El promedio del espesor calculado para los polímeros sintetizados fue de 4,89 mm. Este valor tiene relación directa con la hidrofiliidad del polímero y genera un estudio a futuro en función de los problemas causados por la hidrofiliidad en polímeros compostables [11], [57].

4.5. Solubilidad

La solubilidad en los polímeros sintetizados es un parámetro muy importante, ya que, determina la resistencia al agua y humedad de una película que debe requerir cierta insolubilidad para mejorar la integridad de la película obtenida. Nemet *et al.* [58] menciona que en algunos casos la solubilidad en agua de las películas puede ser beneficiosa antes del consumo del producto. En la tabla 12, se presenta los resultados de solubilidades de todas las muestras sintetizadas. Sayavedra [11] reporta un rango de 11 a 22% de solubilidad en su estudio para la preparación de películas biodegradables, lo cual indica que no existe diferencia significativa con este estudio.

Tabla 12. Solubilidad en el agua de los ensayos del diseño experimental.

| Ensayo | Código | Solubilidad, % |
|-----------------|--------|----------------|
| 1 | M1 | 13,75 |
| 2 | M2 | 16,44 |
| 3 | M3 | 10,14 |
| 4 | M4 | 14,55 |
| 5 | M5 | 15,13 |
| 6 | M6 | 18,02 |
| 7 | M7 | 10,53 |
| 8 | M8 | 15,08 |
| Promedio | | 14,20% |

En la figura 12, se aprecia una ligera tendencia a disminuir el porcentaje de solubilidad conforme aumenta la cantidad de glicerina y la relación másica de hidroxietilcelulosa con almidón, esto se debe al proceso de compactación en la película final, a su vez, está relacionado directamente con el plastificante que es parte importante en la síntesis del biopolímero [32].

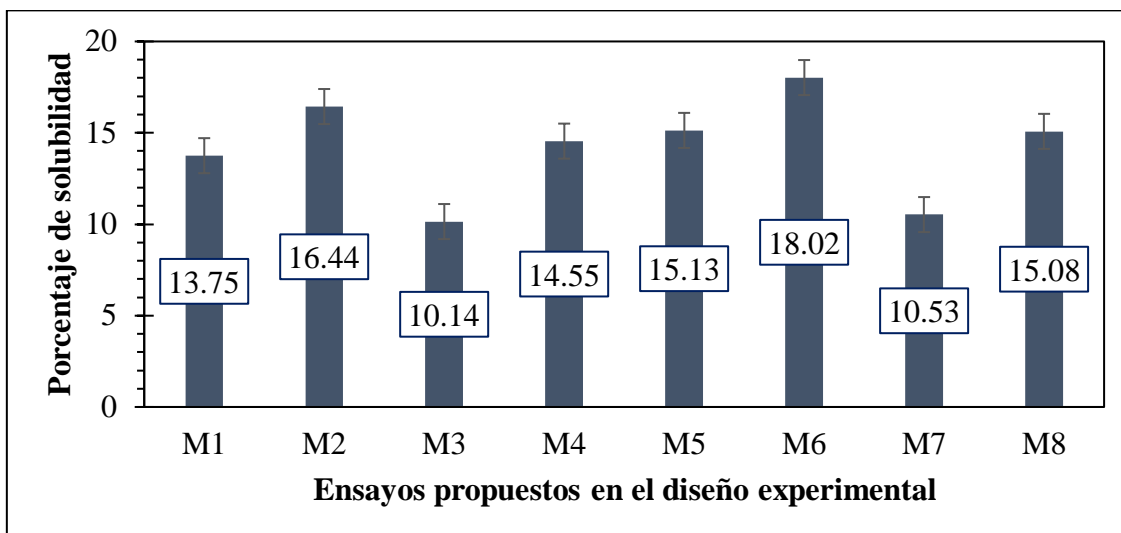


Figura 12. Porcentaje de solubilidad en las películas del diseño experimental.

4.6. Porcentaje de humedad

El análisis de humedad presente en los tratamientos según Lambis [35] estima un rango de 8,5 a 24% para la formación de películas a partir de plátano. A su vez, Sayavedra [11] reporta valores que figuran entre 16,79 a 20,80 % para la obtención de polímeros biodegradables. En esta investigación se obtuvo un rango de 9 a 37% en el porcentaje de humedad en los tratamientos planteados en el diseño experimental, lo cual al compararlos no hay diferencia significativa en los mismos.

En la figura 13, se observa una tendencia relativamente menor en el contenido de humedad en los ensayos que fueron sintetizados a una temperatura de 80°C, ya que, al momento de llevar las muestras al proceso de secado existe una evaporación previa de una gran cantidad de vapor de agua al ambiente. A su vez, se puede inferir que entre menor relación existe con la cantidad de almidón, mayor contenido de humedad presenta la película formada. Con una relación másica de 1:4 se presenta menor porcentaje de humedad, con excepción en la muestra 8, esto se debe a la temperatura planteada en el diseño.

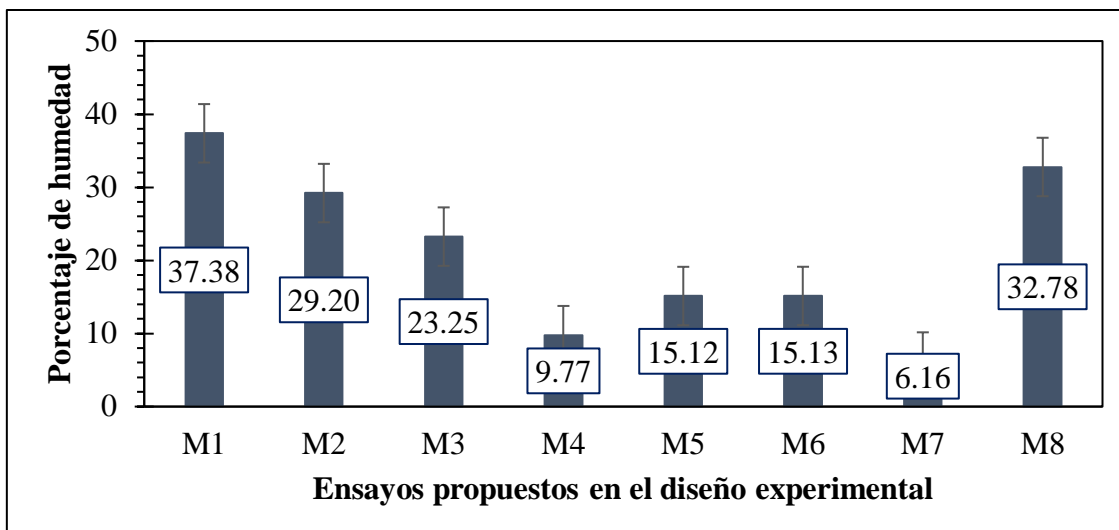


Figura 13. Porcentaje de humedad en los ensayos propuestos.

4.7. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Este análisis térmico permitió hallar cambios en las propiedades físicas y químicas de los biopolímeros sintetizados en función del factor más importante (cantidad de glicerina) en el diseño experimental como se puede visualizar en la figura 14. Se graficó los ensayos 4 y 7 debido a que son los más significativos. Estos ensayos fueron sintetizados con una temperatura de 80 °C, una relación másica de 1:4 y con distinta cantidad de glicerina. En el eje “x” se observa la temperatura en °C y en el eje “y” el flujo de calor en W/g.

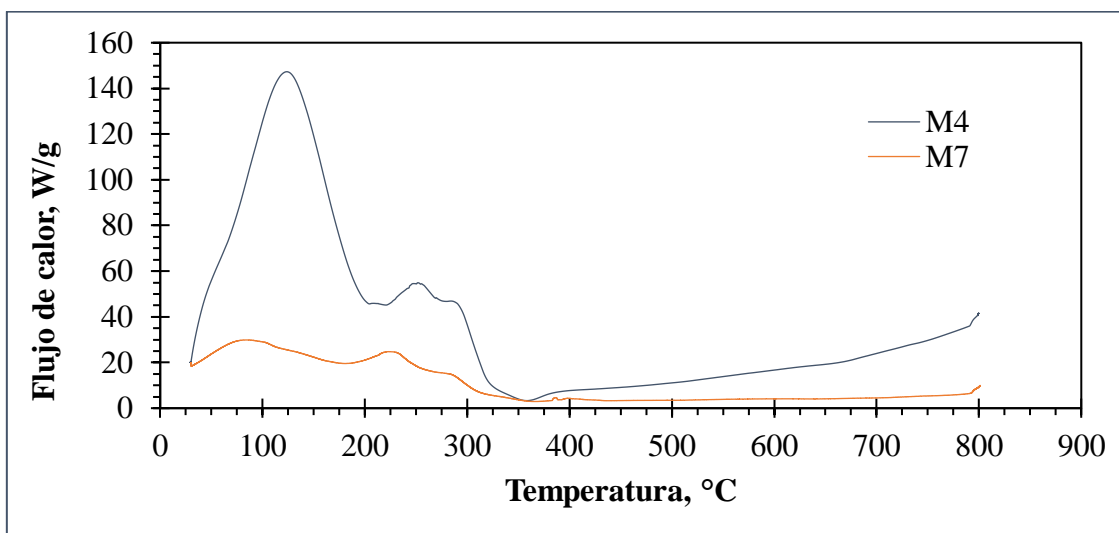


Figura 14. Termogramas del análisis DSC en los ensayos 4 y 7.

En el ensayo 4 (M4), la curva DSC mostró una pérdida de masa que está asociada a un proceso endotérmico. Se detectó una segunda pérdida de masa en el rango de 200 °C a

330 °C que también está asociada a un proceso endotérmico. A continuación, se detectó una pérdida de masa en el rango de temperaturas de 330 °C a 400 °C, que según la curva DSC, es un proceso exotérmico. No se registraron pérdidas de masa a temperaturas superiores a los 400 °C.

Por otra parte, en el ensayo 7 (M7) mostró que esta pérdida de masa está asociada a un proceso endotérmico. Se detectó una segunda pérdida de masa en el rango de 150 °C a 320 °C que también está asociada a un proceso endotérmico. A continuación, se detectó una pérdida de masa en el rango de temperaturas de 320 °C a 400 °C, que según la curva DSC, es un proceso exotérmico. No se registraron pérdidas de masa a temperaturas superiores a las 400 °C.

En la tabla 13, se observa los resultados estimados en cada ensayo con referencia a la temperatura de transición vítrea (T_g) y la temperatura de fusión (T_m).

Tabla 13. Temperatura de transición vítrea y de fusión en los ensayos.

| Ensayo | T_g , °C | T_m , °C |
|--------|------------|------------|
| M4 | 200 | 353 |
| M7 | 190 | 353 |

Se evidencia una mayor T_g en el ensayo 4. Esto se debe a la red formada en la matriz del polímero correspondiente a las interacciones entre los componentes de los biopolímeros sintetizados. [55] En este análisis se reporta una T_g , lo que indica que existió una buena compatibilidad del almidón e hidroxietilcelulosa con el plastificante y la mezcla de los reactivos que se utilizaron [59], caso contrario, se debería reportar dos o más T_g en los ensayos como menciona López *et al.* [60] que si dos polímeros, polímero y plastificante o mezcla de varios componentes son inmiscibles el resultado será dos o más T_g .

4.8. Análisis termogravimétrico

Los resultados del análisis termogravimétrico se evidencian en la figura 15, donde se muestra las curvas de comparación entre el ensayo 4 y 7 del diseño experimental. Allí, se evidencia la pérdida porcentual de masa en el eje “y”, por el efecto del incremento de la temperatura a una velocidad de calentamiento uniforme presentada en el eje “x”.

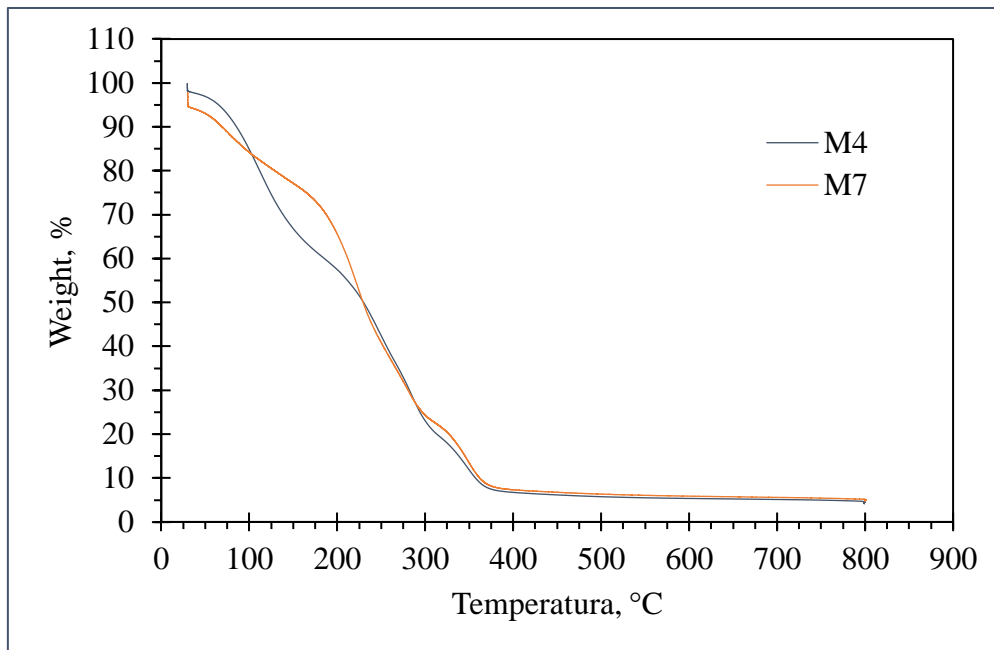


Figura 15. Termograma de ensayos 4 y 7 del diseño experimental.

En la gráfica 15, el ensayo 4 registró una pérdida de masa centrada en 132 °C que se puede atribuir a la eliminación de humedad y/o solventes utilizados en la síntesis del biopolímero, posteriormente, existe una segunda pérdida de masa en el rango de 200 a 300 °C que se atribuye a la presencia del plastificante [56]. Este ensayo presenta una estabilidad térmica hasta los 300 °C, mientras que en el ensayo 7, se evidencia una pérdida de masa centrada en 95 °C, que se puede atribuir a la eliminación de humedad y/o solventes utilizados y una segunda pérdida de masa en el rango de 150 °C a 320 °C, que también está asociada a la adición de un plastificante en el proceso. El ensayo 7 presente una mayor estabilidad térmica hasta la temperatura de 320 °C y esto se debe al factor que influye directamente en el diseño experimental, la cantidad de glicerina [59].

En el siguiente intervalo de 320 °C a 400 °C, se observa el proceso de descomposición de las películas en un menor porcentaje de peso perdido con respecto a los niveles anteriores, ya que, en esta etapa se fragmentan los polisacáridos, aminoácidos y el resto del plastificante presente en las mismas [61].

En una temperatura superior a los 400 °C no se registraron pérdidas de masa considerables en ambos ensayos, lo que corresponde al material combustible de los termoplásticos, por ende, la incineración de estos no es relevante en esta síntesis [62], [63].

La pérdida de masa total al final del análisis se observa en la tabla 14, lo cual denota una mayor pérdida en la muestra 4.

Tabla 14. Porcentaje de pérdida de masa total en el análisis termogravimétrico.

| Ensayo | Pérdida de masa, % |
|--------|--------------------|
| M4 | 95,9 |
| M7 | 95,2 |

4.9. Análisis FT-IR

Este análisis se realizó con el fin de obtener la información sobre la estructura de los biopolímeros y las interacciones que existen en ella. El análisis FTIR se realizó en la materia prima como se discutió anteriormente y en los ensayos 4 y 7 del diseño experimental, ya que, en esos se observa el límite inferior y superior del factor que más influyó en el rendimiento de la síntesis.

En la tabla 15, se recopila las posiciones de los picos de absorción de los ensayos ejecutados. Esto se utilizó para confirmar si existe un cambio en la estructura con respecto a la materia prima.

Tabla 15. Picos de absorción característicos del análisis FTIR

| Ensayo | Número de onda de picos de absorción característicos (cm^{-1}) | | | | | |
|---------|--|------|------|------|------|------|
| Almidón | 3540 | 2912 | 2110 | 1531 | 1202 | 1077 |
| M4 | 3270 | 2939 | 2110 | 1643 | 1211 | 1039 |
| M7 | 3270 | 2939 | 2110 | 1643 | 1211 | 1039 |

Al realizar la comparación de la materia prima con los polímeros sintetizados se observó variaciones en las posiciones como se aprecia en la figura 16. Con el proceso de plastificación, la banda correspondiente al estiramiento en tensión del grupo OH del almidón de verde se desplazó desde 3540 a 3270 cm^{-1} debido a la combinación de almidón con la glicerina y demás reactivos. De igual manera, el pico de absorción característico al estiramiento asimétrico y simétrico del grupo metileno (-CH₂) establecido en 2912 cm^{-1} existe un desplazamiento a 2939 cm^{-1} , esto puede deberse al cambio de estructura molecular por el efecto del calentamiento en la materia prima [64]. Otro cambio relevante, se da en la variación de 1077 a 1039 cm^{-1} , que se puede atribuir a la disociación del almidón e hidroxietilcelulosa, con el cambio de estructura del enlace C-C de la estructura de anillo y del enlace glucosídico C-O [65]. Este comportamiento se debe a la

incorporación de la glicerina que actuó como plastificante, lo que modifica las interacciones iniciales de los grupos hidroxilos al interior del material y se establecen nuevas uniones tipo puentes de hidrógenos. Dichas uniones generan mayor flexibilidad en los polímeros debido a que por su tamaño las moléculas de glicerol presentaron menos impedimentos estéricos que el almidón, y, por tanto, esas interacciones repercutieron en una mayor separación de las cadenas y un incremento en la capacidad de rotación de la nueva estructura [66].

En la figura 16, se puede observar un pico característico que radica en el pico 3270 cm^{-1} , que indica la combinación de la materia prima con la glicerina, ácido o agua adquirida durante el proceso de formación de la película. A su vez, se evidencia en el intervalo de inferior a 1000 cm^{-1} está relacionado con la región desordenadas (amorfos) que presenta el polímero y superior a ello se encuentra las zonas ordenadas (cristalinas) [67].

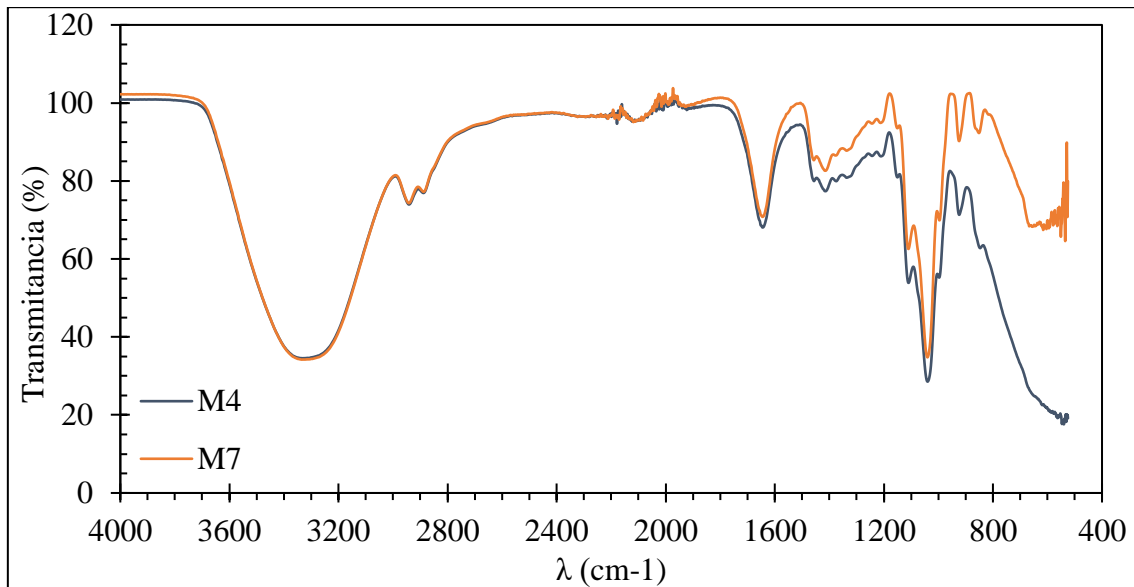


Figura 16. Espectro FTIR de las muestras 4 y 7 de los biopolímeros sintetizados en un intervalo de $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$.

4.10. Estudio de compostabilidad

Este estudio se realizó con el fin de determinar si el polímero es compostable bajo las condiciones planteadas en la metodología. En la figura 17, se observa la pérdida de masa (desintegración) de cada ensayo propuesto en el diseño experimental en función del tiempo como establece la norma ASTM D6400.

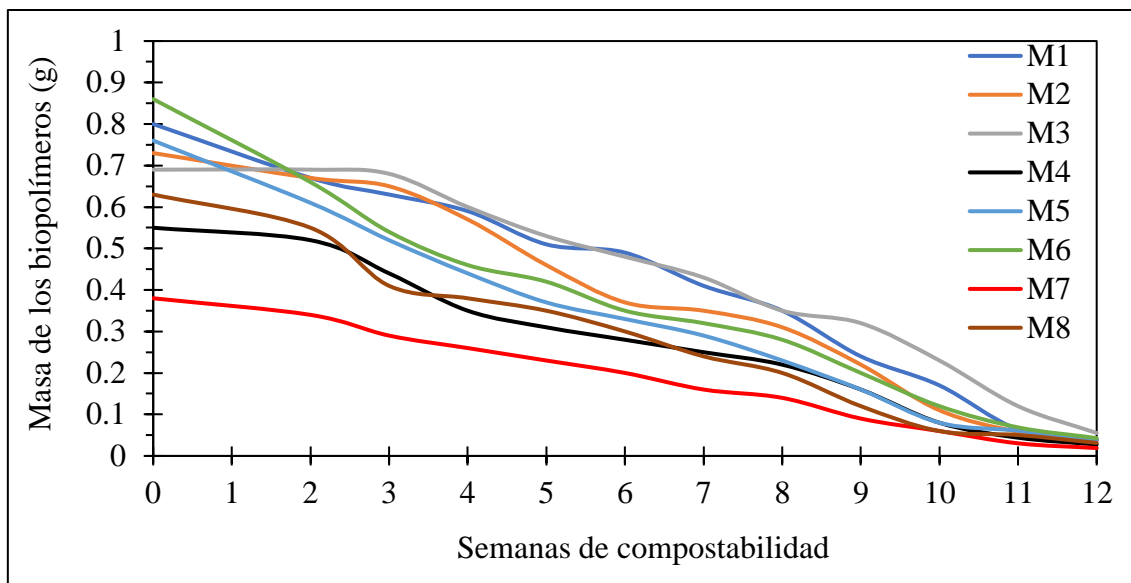


Figura 17. Pérdida de masa de los biopolímeros en función del tiempo.

La desintegración de los biopolímeros superó el 92% en todas las muestras durante las 12 semanas de compost, lo cual, denota que los biopolímeros sintetizados supera el valor de 90% establecido en la norma ASTM D 6400. El mayor ensayo presentó un 95% de pérdida de masa en el tiempo establecido. Esto se debe al emplear hidroxietilcelulosa con almidón nativo y no sufrir ninguna modificación el mismo. Este resultado indica que la mayor parte del biopolímero se degradó, siendo un valor adecuado si se compara con la prueba de biodegradabilidad realizada en un estudio con almidón de maíz [68] y en otro con almidón de guisante y alcohol polivinílico [69]. Adicionalmente, si se tiene en cuenta que un polímero compostable para que se degrade por completo por la acción de microorganismos como microalgas, hongos y bacterias en un periodo superior a 3 meses, es válido señalar que los resultados obtenidos fueron satisfactorios [70].

Por otra parte, a partir de la sexta semana se evidencia un cambio total en la superficie de los biopolímeros sintetizados, ya que, estos presentan zonas quebradizas en su estructura. Además, se observó un cambio de color en las muestras durante las semanas, lo cual, se asemeja al color negro oscuro que esta presenta en la tierra negra donde fueron colocados los biopolímeros [71].

En un inicio se mantuvo el aspecto físico del biopolímero, pero con el pasar del tiempo estos se deshidrataron completamente y presentaron una estructura muy rígida, lo cual permitió que pueda romperse rápidamente en el medio e incrementa la velocidad de desintegración del mismo.[72]

Un análisis que también aporta al análisis de la compostabilidad de un biopolímero es el proceso de biodegradación como manifiesta la norma ASTM D 6400, la cual, indica que el 60% del carbono orgánico debe convertirse en dióxido de carbono al final de la prueba en comparación con la celulosa. La figura 18 muestra la cantidad de carbono convertido en dióxido de carbono en el transcurso de los días. Para esta prueba se tomó en consideración la muestra 4 y 7 del diseño experimental, ya que, son las muestras donde se evidencia un cambio en la cantidad del factor más significativo (glicerina) en el diagrama de Pareto. Ambos polímeros cumplen con la normativa indicada y se necesitó un promedio de 126 días para que el 69% del carbono orgánico del polímero se convierta en dióxido de carbono en comparación al control que existe de referencia (celulosa) [44].

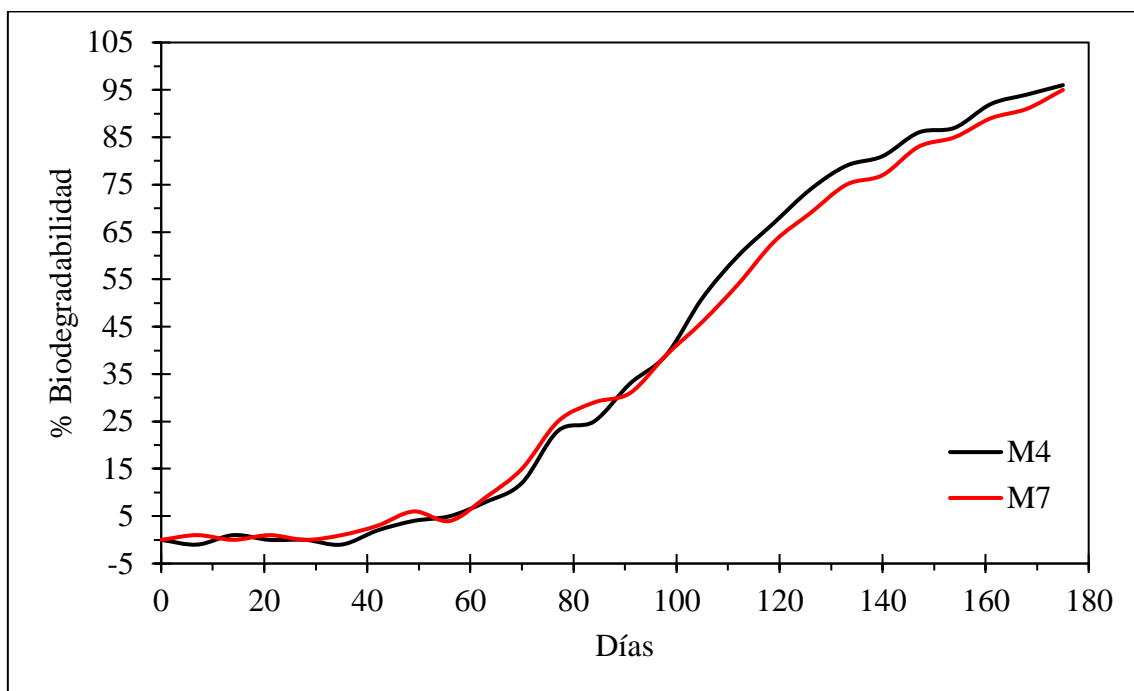


Figura 18. Porcentaje de carbono convertido en CO₂ en un periodo de tiempo.

CAPÍTULO V

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. Conclusiones

- Se desarrolló polímeros compostables a base de almidón nativo proveniente de la cascara de verde mediante la adición de hidroxietilcelulosa, agua, ácido acético y glicerina. Estos polímeros cumplen con los parámetros importantes de la Norma ASTM D 6400 como es la desintegración y la biodegradación de las muestras.
- El rendimiento de extracción de almidón fue del 59,33% a partir de la cáscara de plátano verde en medio seco y este almidón se utilizó como materia prima para la síntesis del polímero compostable a escala de laboratorio.
- Se caracterizó el almidón mediante un análisis FTIR, donde, se pudo evidenciar las respectivas bandas características de la amilosa y amilopectina presentes en su estructura. Mediante el análisis granulométrico se determinó el diámetro de partícula es de 71,94 μm y el porcentaje de humedad mediante el metodo seco es de 7,5 a 8,5%.
- Se realizó un análisis de diseño experimental factorial 2 a la $k=3$ que está formado por 3 factores y 2 niveles de estudio. El factor más significativo en el rendimiento de la reacción fue la cantidad de glicerina que se presentó en la muestra 4 y 7 del diseño. El mejor rendimiento se alcanzó en la muestra M7 con un valor de 69,27% al trabajar con una temperatura de 80°C, una relación másica de almidón con hidroxietilcelulosa de 1 a 4 respectivamente y una cantidad de 40,32 g de glicerina. Cabe recalcar que se mantuvo constante los 29,4 g de ácido acético y 80 g de agua en todos los ensayos.
- En el análisis de la varianza muestra que fueron significativos los factores B: relación másica y C: cantidad de glicerina, ya que, presentaron una probabilidad menor que 0,05. Los demás factores no son significativos a un nivel de probabilidad del 95% como se puede comprobar en el diagrama de Pareto y la gráfica de probabilidades. Además, se obtuvo un coeficiente de 99,87% lo que indica un grado alto de correlación entre los factores establecidos.

- Las condiciones óptimas para la síntesis del polímero compostable fueron: temperatura de 80 °C, relación almidón-hidroxietilcelulosa de 1:4 y 40,32 g de glicerina, donde se logró alcanzar un rendimiento del 69,63%.
- Se evaluó las propiedades físico-químicas del polímero compostable mediante el análisis FTIR, donde se observó variaciones en la banda correspondiente al grupo OH, en el pico de absorción del grupo metileno y en la disociación de la materia prima con el cambio estructural del enlace C-C y C-O.
- En el análisis DSC y TGA, se registró una pérdida de masa centrada en 132 °C que se puede atribuir a la eliminación de humedad y/o solventes utilizados en la síntesis del material. La curva DSC mostró que esta pérdida de masa está asociada a un proceso endotérmico. Se detectó una segunda pérdida de masa en el rango de 200 a 330 °C que también está asociada a un proceso endotérmico. A continuación, se detectó una pérdida de masa en el rango de temperaturas de 330 a 400 °C, que según la curva DSC, es un proceso exotérmico. No se registraron pérdidas de masa a temperaturas superiores a los 400 °C.
- Se determinó que el polímero sintetizado es compostable al cumplir parámetros establecidos en la NORMA ASTM D 6400 como la desintegración y biodegradabilidad en un tiempo de 12 semanas. Se alcanzó un 95% de pérdida de masa y un 95% de conversión del carbono orgánico en dióxido de carbono con referencia a un análisis de control efectuado con celulosa.

5.2. Recomendaciones

- Verificar que el estado de maduración de las cáscaras de verde sea similar al momento de extraer el almidón del mismo, ya que, esto perjudica en la variación del contenido de amilosa y amilopectina afectando a las propiedades físico-químicas del almidón.
- Realizar pruebas mecánicas y morfológicas de los biopolímeros sintetizados con el propósito de generar productos con una mayor diversidad de aplicaciones en la industria.
- Para cumplir el 100% de la normativa ASTM D 6400 se debe desarrollar un análisis del contenido de metales pesados en el proceso de compostaje para no

causar efectos adversos en la calidad del compost con el crecimiento de las plantas.

- Proponer un diseño experimental donde se puedan evaluar niveles intermedios y mayor cantidad de factores para un análisis preciso de los mismos en la síntesis de los polímeros compostables.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

6. BIBLIOGRAFÍA

- [1] R. Cruz-Morfin, R. Martínez-Tenorio, and A. López-Malo, “Biopolímeros y su integración con polímeros convencionales como alternativa de empaque de alimentos,” *Temas Selección Ing. Aliment.*, pp. 42–52, 2013, Accessed: Feb. 22, 2020. [Online]. Available: <https://tsia.udlap.mx/biopolimeros-y-su-integracion-con-polimeros-convencionales-como-alternativa-de-empaque-de-alimentos/>.
- [2] T. Tovar, “Caracterización Morfológica Y Térmica Del Almidón De Maíz (Zea mays L) Obtenido por Diferentes Métodos de Aislamiento,” ICBI-BD-UAEH, 2008.
- [3] B. Antonio, “Presente y futuro del PET como material de envase,” 2017.
- [4] V. M. Huitrón, R. R. Fuentes, M. AL Hernández, and M. K. Sánchez, “Síntesis de polímeros híbridos biodegradables a partir de fibras de nylon y moléculas de queratina y colágeno,” 2007.
- [5] M. José, V. Ulloa, I. Juan, and C. Romero, “Desarrollo de biolímeros a partir de almidón de corteza de yuca (Manihot esculenta),” 2012.
- [6] J. Aristizábal, T. Sánchez, and L. D. Mejía, “Guía técnica para producción y análisis de almidón de yuca,” p. 153, 2007.
- [7] M. M. Kane, Joseph W.; Sternheim, *Física - Joseph W. Kane, Morton M. Sternheim - Google Books*. 2007.
- [8] S. Tovar *et al.*, “Preparación de biopolímeros a partir del almidón de trigo,” 2008.
- [9] M. Charro, “Obtención de plástico biodegradable a partir de almidón de patata,” Quito: UCE, 2015.
- [10] R. Rendón-Villalobos, E. García-Hernández, M. Güizado-Rodríguez, R. Salgado-Delgado, and N. A. Rangel-Vázquez, “Obtención y caracterización de almidón de plátano (Musa paradisiaca L.) acetilado a diferentes grados de sustitución,” *Afinidad*, vol. 67, no. 548, pp. 294–300, 2010.
- [11] J. J. Sayavedra Delgado, “Desarrollo de películas biodegradables a base de proteínas de tortas residuales de semillas oleaginosas y goms naturales para su aplicación como recubrimiento de alimentos,” Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE Extensión Latacunga. Carrera de Ingeniería en Petroquímica.,

- Latacunga, 2018.
- [12] C. Baillie, *Green composites: Polymer composites and the environment*. Elsevier, 2004.
- [13] E. Instituto Petroquímico, “Industria del plástico,” 2015. .
- [14] P. T. Anastas and J. C. Warner, “Green Chemistry: Theory and Practice - Paul T. Anastas, John Charles Warner - Google Books,” 1998. https://books.google.com.ec/books/about/Green_Chemistry.html?id=SrO8QgAACAAJ&redir_esc=y (accessed Jul. 01, 2021).
- [15] U. Enfoque, “Caracterización bromatológica y evaluación de la actividad antimicrobiana en cáscara de banano Ecuatoriano (*Musa paradisiaca*) (Bromatological characterization and evaluation of the antimicrobial activity of Ecuadorian banana peel (*Musa paradisiaca*) ,” *Scielo*, no. 2, pp. 48–58, 2018, [Online]. Available: <http://ingenieria.ute.edu.ec/enfoqueute/>.
- [16] H. Pizá, S. Rolando, C. Ramirez, S. Villanueva, and A. Zapata, “Análisis experimental de la elaboración de bioplástico a partir de la cáscara de plátano para el diseño de una línea de producción alterna para las chifleras de Piura, Perú,” Feb. 2017, Accessed: Jul. 05, 2021. [Online]. Available: <https://pirhua.udep.edu.pe/handle/11042/3224>.
- [17] A. López, F. S. Belluci, M. Ardanuy, M. Rodriguez, and J. Saja, “Almidón termoplástico celular reforzado con fibras naturales: Una opción biodegradable para el envasado de alimentos,” *Rev. plásticos Mod.*, vol. 104, pp. 115–125, 2012, Accessed: Jul. 05, 2021. [Online]. Available: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=4226960>.
- [18] L. Moreno, “Plan Nacional de Desarrollo 2017-2021-Toda una Vida 4,” 2014. Accessed: Jul. 05, 2021. [Online]. Available: www.planificacion.gob.ec.
- [19] I. C. Calderón, “Plan Nacional De Desarrollo 2021, 2025,” 2021. [Online]. Available: <http://www.eeq.com.ec:8080/documents/10180/36483282/PLAN+NACIONAL+DE+DESARROLLO+2021-2025/2c63ede8-4341-4d13-8497-6b7809561baf#:~:text=El Plan de Creación de,Integral%2C Transición Ecológica e Institucional.>
- [20] R. Castillo, E. Escobar, and Fernandez.D, “Bioplástico a base de la cáscara de arroz,” *J. Undergrad. Res.*, 2015.

- [21] I. Pilla, “Desarrollo de un material termoplástico obtenido a partir de almidón de oca (*Oxalis tuberosa*) y plastificantes,” 2017.
- [22] F. Diaz, “Nuevos Envases Bioplásticos de Phb Elaborados a Partir de Azúcares de Aguas Residuales de Industrias,” 2018. .
- [23] L. S. Serafi, P. C. Lemos, M. a M. Reis, C. Requiñte, F. C. T. Unl, and Q. Torre, “Produção de Bioplásticos por Culturas Microbianas Mistas,” *Biotecnol. Microbiana*, pp. 16–21, 2000, Accessed: Feb. 16, 2020. [Online]. Available: https://www.researchgate.net/publication/242420217_Producao_de_Bioplásticos_por_Culturas_Microbianas_Mistas.
- [24] F. Chivrac, E. Pollet, and L. Avérous, “Progress in nano-biocomposites based on polysaccharides and nanoclays,” *Materials Science and Engineering R: Reports*, vol. 67, no. 1. Elsevier, pp. 1–17, Dec. 15, 2009, doi: 10.1016/j.mser.2009.09.002.
- [25] M. A. Cárdenas Freire, “Extracción de almidón a partir de residuos de banano (*Musa paradisiaca*) para la elaboración de un biopolímero,” Universidad Politécnica Salesiana Sede Cuenca, Cuenca, 2018.
- [26] L. Meneses, “Impactos y consecuencias de la prohibición de plásticos de un solo uso,” pp. 1–29, 2020, [Online]. Available: <https://repository.unimilitar.edu.co/handle/10654/36104>.
- [27] La Vanguardia, “Un estudio halla una amplia presencia de plastificantes en el cuerpo humano,” Dec. 03, 2020. <https://www.lavanguardia.com/natural/20201203/49854267048/plastico-cuerpo-humano-estudio-presencia-restos.html> (accessed Jul. 05, 2021).
- [28] El Comercio, “La Unión Europea prohibirá ciertos plásticos de un solo uso en 2021 - El Comercio,” *Ambiente*, Oct. 24, 2018. <https://www.elcomercio.com/tendencias/ambiente/union-europea-prohibicion-plasticos-ambiente.html> (accessed Jul. 07, 2021).
- [29] El Comercio, “Ecuador se fija un plazo de tres meses para lograr acuerdos y eliminar el plástico de un solo uso - El Comercio,” *AMBIENTE*, Jul. 09, 2019. <https://www.elcomercio.com/tendencias/ambiente/ecuador-plazo-eliminacion-plastico.html> (accessed Jul. 07, 2021).
- [30] A. Vázquez, R. Espinosa, M. Beltrán, and M. Velasco, “Bioplásticos y plásticos degradables,” *Degrad. Plast.*, 2015, doi: 10.13140/RG.2.1.1294.4241.
- [31] J. A. Chariguamán C., J. Ruano, and J. Cardona, “Caracterización de bioplástico

- de almidón elaborado por el método de casting reforzado con albedo de maracuyá (*Passiflora edulis* spp.),” <https://bdigital.zamorano.edu>, pp. 18–20, 2015, Accessed: Jul. 09, 2021. [Online]. Available: <https://bdigital.zamorano.edu/bitstream/11036/4560/1/AGI-2015-014.pdf>.
- [32] J. Meneses, C. Corrales, and M. Valencia, “Síntesis y caracterización de un polímero biodegradable a partir del almidón de yuca,” *Síntesis y Caracter. un polímero Biodegrad. a partir del almidón yuca*, vol. 4, no. 8, pp. 57–67, 2007, doi: 10.24050/reia.v4i8.185.
- [33] M. Hernández Medina, J. G. Torruco Uco, L. Chel Guerrero, and D. Betancur Ancona, “Physical-chemical characterization of starch from cultivated tubers in Yucatan, Mexico,” *Cienc. e Tecnol. Aliment.*, vol. 28, no. 3, pp. 718–726, 2008, doi: 10.1590/s0101-20612008000300031.
- [34] S. Khoramnejadian, J. J. Zavareh, and S. Khoramnejadian, “Bio-based plastic a way for reduce municipal solid waste,” in *Procedia Engineering*, 2011, vol. 21, pp. 489–495, doi: 10.1016/j.proeng.2011.11.2042.
- [35] H. Lambis, F. Hernández, Y. Morales, L. Marín, and J. Pasqualino, “Extracción de almidón a partir de residuos de piel de plátano,” no. October 2015, 2016.
- [36] J. Holguin, “Obtención de un bioplástico a partir del almidón de papa,” Univesidad de América Bogotá, 2019.
- [37] M. Cárdenas, “Extracción de almidón a partir de residuos de banano (*Musa paradisiaca*) para la elaboración de un biopolímero,” Universidad Politécnica Salesiana Sede Cuenca, 2018.
- [38] C. A. Romero, “El Banano Peruano, Producto Estrella de Exportación, Tendencias de la Producción, el Comercio del Banano en el Mercado Internacional y Nacional,” *MINAGRI - DGPA*, Nov. 2014. <https://llibrary.co/document/z12ko4dy-producto-estrella-exportacion-tendencias-produccion-comercio-internacional-nacional.html> (accessed Aug. 12, 2021).
- [39] L. F. Casallas Malaver, “Evaluación del análisis fisicoquímica del banano común (*Musa sapientum* l) tranformado por acción de la levadura *Candida guilliermondii*,” *Pontif. Univ. Javeriana*, p. 26, 2010, Accessed: Aug. 12, 2021. [Online]. Available: <https://repository.javeriana.edu.co/handle/10554/8650>.
- [40] J. Campuzano, I. López, and C. Álvarez, “Normativas y regulaciones para polímeros biodegradables y compostables,” *Tecnología del Plástico*, Feb. 28,

2018. <http://adapt.mx/es/normativas-y-regulaciones-para-polimeros-biodegradables-y-compostables/> (accessed Aug. 16, 2021).
- [41] S. Mojo, “Plásticos Biodegradables, ¿Qué son ? y su relación con los RSU,” *Rev. El Empaque*, no. 25, pp. 1–8, 2009, Accessed: Aug. 16, 2021. [Online]. Available: <http://ecoplas.org.ar/pdf/25.pdf>.
- [42] M. Villén, “¿Son los plásticos reciclables, biodegradables o compostables?,” *CONASI*, Mar. 19, 2019. <https://www.conasi.eu/blog/consejos-de-salud/consejos-de-salud-consejos-de-salud/plasticos-reciclables-biodegradables/> (accessed Aug. 17, 2021).
- [43] G. Mousalli-Kayat, “Métodos y Diseños de Investigación Cuantitativa,” *Mérida*, no. June, pp. 1–39, 2015, doi: 10.13140/RG.2.1.2633.9446.
- [44] U. Pagga, D. B. Beimborn, J. Boelens, and B. De Wilde, “Determination of the aerobic biodegradability of polymeric material in a laboratory controlled composting test,” *Chemosphere*, vol. 31, no. 11–12, pp. 4475–4487, 1995, doi: 10.1016/0045-6535(95)00326-4.
- [45] J. C. Lucas, V. D. Quintero, and C. A. C. Valencia, “Characterization of flour and starch from guineo plantain AAAea (*Musa sapientum* L.),” *Acta Agronómica*, vol. 62, no. 2, pp. 83–96, 2013, Accessed: Dec. 09, 2020. [Online]. Available: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=169929772002>.
- [46] C. Sui, W. Zhang, F. Ye, X. Liu, and G. Yu, “Preparation, physical, and mechanical properties of soy protein isolate/guar gum composite films prepared by solution casting,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 133, no. 18, May 2016, doi: 10.1002/app.43382.
- [47] F. G. Torres, O. P. Troncoso, C. Torres, D. A. Díaz, and E. Amaya, “Biodegradability and mechanical properties of starch films from Andean crops,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 48, no. 4, pp. 603–606, May 2011, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2011.01.026.
- [48] M. Hernández-Medina, J. G. Torruco-Uco, L. Chel-Guerrero, and D. Betancur-Ancona, “Physical-chemical characterization of starch from cultivated tubers in Yucatan, Mexico,” *Cienc. e Tecnol. Aliment.*, vol. 28, no. 3, pp. 718–726, 2008, doi: 10.1590/s0101-20612008000300031.
- [49] C. G. Biliaderis, C. M. Page, T. J. Maurice, and B. O. Juliano, “Thermal Characterization of Rice Starches: A Polymeric Approach to Phase Transitions of Granular Starch,” *J. Agric. Food Chem.*, vol. 34, no. 1, pp. 6–14, 1986, doi:

- 10.1021/jf00067a002.
- [50] J. Wu, F. Zhong, Y. Li, C. F. Shoemaker, and W. Xia, "Preparation and characterization of pullulan-chitosan and pullulan-carboxymethyl chitosan blended films," *Food Hydrocoll.*, vol. 30, no. 1, pp. 82–91, Jan. 2013, doi: 10.1016/j.foodhyd.2012.04.002.
- [51] METTLER TOLEDO, "Instrucciones de manejo: Analizador de humedad," 2014. Accessed: Dec. 19, 2021. [Online]. Available: https://www.mt.com/es/es/home/library/product-brochures/laboratory-weighing/moisture/02_Advanced/Operating_Instructions_HB43-S_Download_Template.html.
- [52] A. Velásquez, "Síntesis y caracterización de polímeros biodegradables a partir del ácido cítrico y el glicerol," *Univ. Técnica Federico St. María*, pp. 2–42, 2018, Accessed: Feb. 22, 2020. [Online]. Available: <http://hdl.handle.net/11673/41433>.
- [53] J. B. Amaya Pinos, "Estudio de la dosificación del almidón extraído del banano en un polímero de tipo termoplástico," *Rev. Colomb. Química*, vol. 48, no. 1, pp. 43–51, 2019, doi: 10.15446/rev.colomb.quim.v48n1.74469.
- [54] G. Cantellano Jarrillo, M. L. Rodríguez Marín, A. D. Román Gutiérrez, and F. A. Guzmán Ortiz, "Evaluación de las propiedades fisicoquímicas de almidones de diferentes cereales," *PÄDI Boletín Científico Ciencias Básicas e Ing. del ICBI*, vol. 3, no. 6, 2016, doi: 10.29057/icbi.v3i6.573.
- [55] L. Sharma and C. Singh, "Sesame protein based edible films: Development and characterization," *Food Hydrocoll.*, vol. 61, pp. 139–147, Dec. 2016, doi: 10.1016/j.foodhyd.2016.05.007.
- [56] M. Morais Lima, D. Bianchini, A. Guerra Dias, E. da Rosa Zavareze, C. Prentice, and A. da Silveira Moreira, "Biodegradable films based on chitosan, xanthan gum, and fish protein hydrolysate," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 134, no. 23, Jun. 2017, doi: 10.1002/app.44899.
- [57] A. R. Cerón Mosquera *et al.*, "El problema de la hidrofobicidad en materiales plásticos derivados de almidón," *Rev. Biotecnol. en el Sect. Agropecu. y Agroindustrial. Edición Espec. No. 2* pp. 41- 48, Jul. 2024, Accessed: Feb. 11, 2022. [Online]. Available: <http://repositorio.minciencias.gov.co/handle/11146/21824>.
- [58] N. T. Nemet, V. M. Šošo, and V. L. Lazić, "Effect of glycerol content and pH value

- of film-forming solution on the functional properties of protein-based edible films,” *Acta Period. Technol.*, vol. 41, pp. 57–67, 2010, doi: 10.2298/APT1041057N.
- [59] M. Ghasemlou, F. Khodaiyan, A. Oromiehie, and M. S. Yarmand, “Development and characterisation of a new biodegradable edible film made from kefiran, an exopolysaccharide obtained from kefir grains,” *Food Chem.*, vol. 127, no. 4, pp. 1496–1502, Aug. 2011, doi: 10.1016/j.foodchem.2011.02.003.
- [60] M. L. López-Castejón, C. Bengoechea, M. García-Morales, and I. Martínez, “Influence of tragacanth gum in egg white based bioplastics: Thermomechanical and water uptake properties,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 152, pp. 62–69, Nov. 2016, doi: 10.1016/j.carbpol.2016.06.041.
- [61] Q. Ma, D. Hu, H. Wang, and L. Wang, “Tara gum edible film incorporated with oleic acid,” *Food Hydrocoll.*, vol. 56, pp. 127–133, May 2016, doi: 10.1016/j.foodhyd.2015.11.033.
- [62] F. W. Wilburn, “Compositional analysis by thermogravimetry,” *Thermochim. Acta*, vol. 149, pp. 395–397, Jan. 1989, doi: 10.1016/0040-6031(89)85302-x.
- [63] Astm E1131 – 08, “Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry 1,” *ASTM Int.*, vol. 08, no. Reapproved 2014, p. 6, 2015, Accessed: Jan. 12, 2022. [Online]. Available: <https://www.astm.org/e1131-20.html>.
- [64] Z. B. Cuevas, “Obtención y caracterización de almidon termoplasticos obtenidos a partir de almidones injertados con poliesteres biodegradables,” Centro de Investigación Científica de Yucatán, 2017.
- [65] J. MINA H., A. VALADEZ G., and T. TOLEDANO, “Estudio Físico Químico de Mezclas de Almidón Termoplástico (TPS) Y Policaprolactona (PCL),” *Biotechnol. en el Sect. Agropecu. y Agroindustrial*, vol. 11, no. spe, pp. 31–40, 2013, Accessed: Feb. 02, 2022. [Online]. Available: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1692-35612013000300004&lng=en&nrm=iso&tlng=es.
- [66] M. Huang, J. Yu, and X. Ma, “Ethanolamine as a novel plasticiser for thermoplastic starch,” *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 90, no. 3, pp. 501–507, Dec. 2005, doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2005.04.005.
- [67] A. L. M. Smits, F. C. Ruhnau, J. F. G. Vliegenthart, and J. J. G. Van Soest, “Ageing

- of starch based systems as observed with FT-IR and solid state NMR spectroscopy,” *Starch/Staerke*, vol. 50, no. 11–12, pp. 478–483, 1998, doi: 10.1002/(SICI)1521-379X(199812)50:11/12<478::AID-STAR478>3.0.CO;2-P.
- [68] M. A. Riera, “Obtención de bioplástico a partir de almidón de maíz (*Zea mays* L.),” *Colón Ciencias, Tecnol. y Negocios*, vol. 7, no. 1, pp. 1–11, 2020, doi: 10.48204/j.colonciencias.v7n1a1.
- [69] M. Peinado, “Estudio De La Biodegradabilidad Y Desintegración De Películas a Base De Almidón Y Pva Que Incorporan Diferentes Sustancias Antimicrobianas,” 2015.
- [70] A. G. Gálvez Arévalo, “Elaboración de plástico biodegradable a partir del almidón extraído del maíz (*Zea mays*),” 2016, Accessed: Feb. 04, 2022. [Online]. Available: <http://biblioteca.ingenieria.usac.edu.gt/>.
- [71] ASTM-D5338, “Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials under Controlled Composting Conditions.” 1998, Accessed: Feb. 04, 2022. [Online]. Available: www.compostlab.com.
- [72] R. Mohee and G. Unmar, “Determining biodegradability of plastic materials under controlled and natural composting environments,” *Waste Manag.*, vol. 27, no. 11, pp. 1486–1493, 2007, doi: 10.1016/j.wasman.2006.07.023.

ANEXOS



Resultado de Análisis

Solicitante : Jeanpier Yagos
No. Referencia : RM-10052
Fecha : 09-12-1021
Muestras recibidas : Dos muestras de biopolímeros

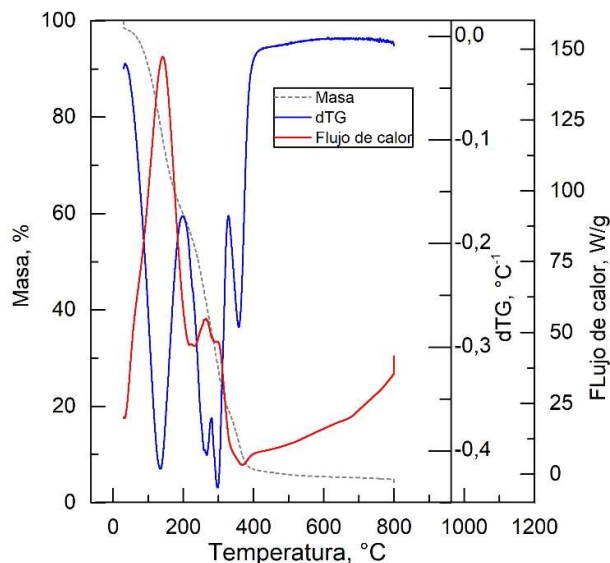
Resultados Análisis Termogravimétrico (TGA) y Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

Los análisis TGA-DSC fueron realizados con un equipo Perkin Elmer STA 8000 y el mismo método de análisis fue aplicado a las dos muestras recibidas. El análisis se realizó bajo una atmósfera de nitrógeno con un flujo de 20 mL/min y el método de calentamiento constó de tres etapas:

- etapa isotérmica a 30 °C por 5 minutos
- etapa rampa de calentamiento de 30 °C a 800 °C a una velocidad de 10 °C/min
- etapa isotérmica a 800 °C por 10 minutos

Nota: Los archivos de texto están disponibles en caso de ser solicitados.

Muestra (código cliente): M4 Biopolímero



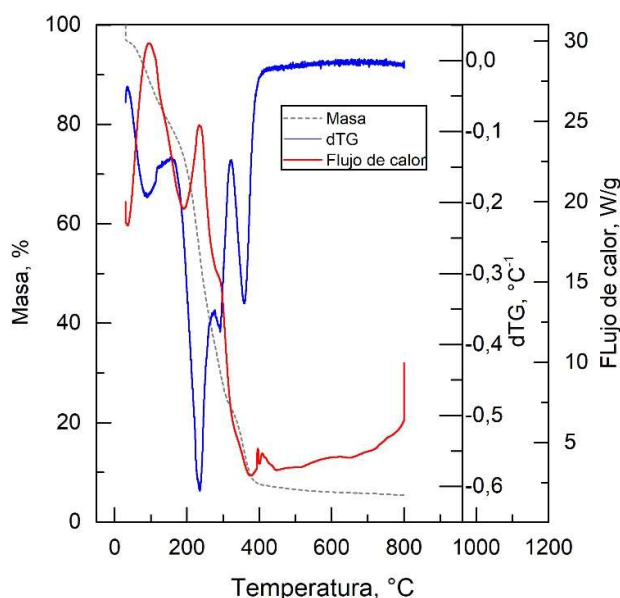
La pérdida de masa total al final del análisis fue del 95,9%.



Interpretación de los resultados de la muestra M4

Se registró una pérdida de masa centrada en 132 °C que se puede atribuir a la eliminación de humedad y/o solventes utilizados en la síntesis del material. La curva DSC mostró que esta pérdida de masa está asociada a un proceso endotérmico. Se detectó una segunda pérdida de masa en el rango de 200 °C a 330 °C que también está asociada a un proceso endotérmico. A continuación, se detectó una pérdida de masa en el rango de temperaturas de 330 °C a 400 °C, que según la curva DSC, es un proceso exotérmico. No se registraron pérdidas de masa a temperaturas superiores a los 400 °C.

Muestra (código cliente): M7 Biopolímero



La pérdida de masa total al final del análisis fue del 95,2%.

Interpretación de los resultados de la muestra M7

Se registró una pérdida de masa centrada en 95 °C, que se puede atribuir a la eliminación de humedad y/o solventes utilizados en la síntesis del material. La curva DSC mostró que esta pérdida de masa está asociada a un proceso endotérmico. Se detectó una segunda pérdida de masa en el rango de 150 °C a 320 °C que también está asociada a un proceso endotérmico.



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA



A continuación, se detectó una pérdida de masa en el rango de temperaturas de 320 °C a 400 °C, que según la curva DSC, es un proceso exotérmico. No se registraron pérdidas de masa a temperaturas superiores a las 400°C.

Ing. Ernesto de la Torre PhD.
Jefe de Departamento

Ing. Lucía Manangón MSc.
Responsable

MSc. Evelyn Criollo
Jefe de Laboratorio



UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

DEPARTAMENTO DE PETRÓLEOS, ENERGÍA Y CONTAMINACIÓN



INFORME DE RESULTADOS
PETRÓLEO

Informe N° 21-085.1
Fecha 2021-05-05

Referencia: 21-085
Empresa: PARTICULAR
Atención: Sr. Carlos Jeanpiere Yagos Arias
Dirección: Latacunga, Cdma. Patria, calle Ernesto Vaca y Solis
Tipo de ensayos: Análisis fisicoquímicos
Tipo de muestra: ALMIDÓN
Identificación de la muestra: M3 CÁSCARA + ENDOCARPIO
Descripción de la Muestra: Muestra en funda plástica, sellada
Fecha de ingreso de muestra: 2021-04-21
Código de la muestra: 21-085.1
Fecha de realización de ensayos: 2021-04-23

| DETERMINACIÓN | UNIDAD | MÉTODO | RESULTADO | INCERTIDUMBRE (k=2) |
|---------------------------------|----------|----------------|-----------------|---------------------|
| ESPECTROSCOPIA INFRARROJA FTIR* | Espectro | MÉTODO INTERNO | Gráfica adjunta | - |

Nota.- Los ensayos marcados con (*) no están incluidos en el alcance de acreditación del SAE
Nota: Los resultados que constan en el presente informe sólo están relacionados con la muestra entregada por el cliente al DPEC.

Condiciones Ambientales.- Presión 542,1 a 544,9 mm Hg; Temperatura: 19,2 a 19,5 °C

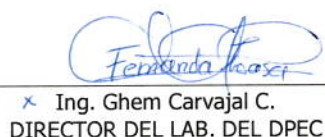
AN: FTL
Realizado por: VRT

Revisado por:


x Ing. Fernanda Toasa L.
RESPONSABLE TÉCNICO



Aprobado por:


x Ing. Ghem Carvajal C.
DIRECTOR DEL LAB. DEL DPEC

ADVERTENCIA: EL USUARIO DEBE EXIGIR EL ORIGINAL. EL DPEC NO SE RESPONSABILIZA POR DOCUMENTOS FOTOCOPIADOS.

Dirección: Enrique Ritter s/n y Bolívia

Teléfono: 2904794 / 2544631 ext. 26
QUITO - ECUADOR

E-mail: fig.secretaria.dpec@uce.edu.ec

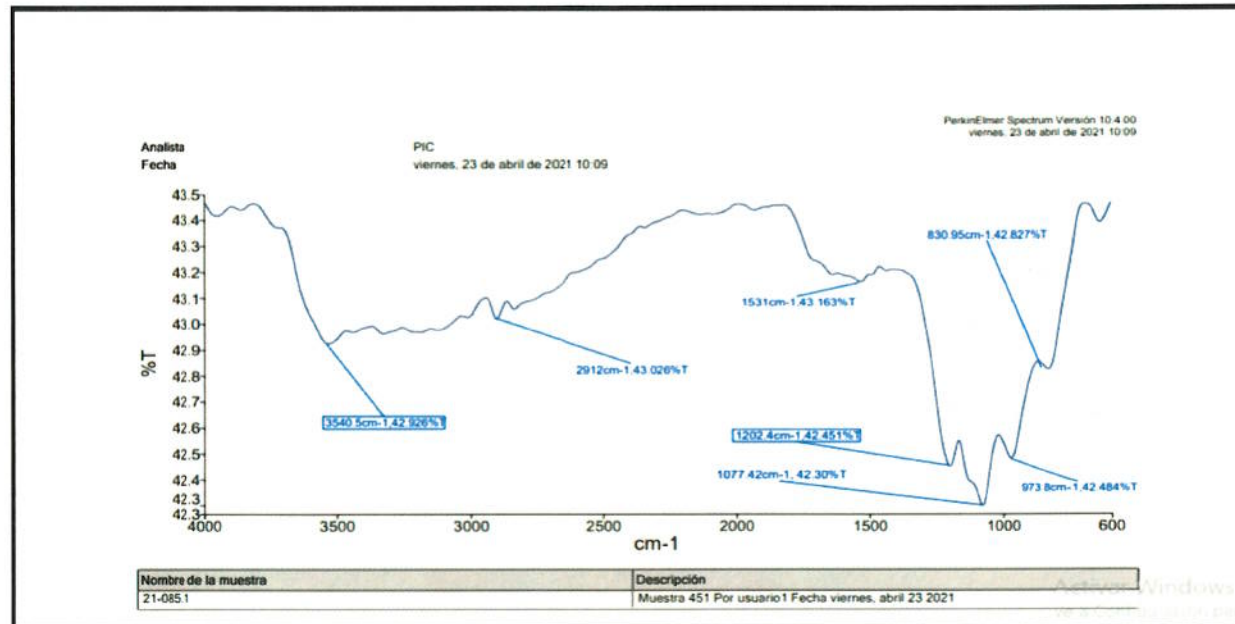
MC2201-P01-7

Hoja 1 de 2



INFORME DE RESULTADOS
PETRÓLEO

ANEXO: ESPECTROGRAMA
21-085.1



Revisado por:

x Ing. Fernanda Toasa L.
RESPONSABLE TÉCNICO

ADVERTENCIA: EL USUARIO DEBE EXIGIR EL ORIGINAL. EL DPEC NO SE RESPONSABILIZA POR DOCUMENTOS FOTOCOPIADOS.

Ambato, 04 de febrero del 2022

Ingeniera Mg.

Pilar Urrutia

**PRESIDENTA UNIDAD ACADÉMICA DE TITULACIÓN
Facultad de Ingeniería en Sistemas, Electrónica e Industrial
Universidad Técnica de Ambato**

Presente

De mi consideración:

Yo, Dr. Eddy Cárdenas Ph.D., con cédula de identidad 0501529838, en mi calidad de director de la institución educativa “La Salle” designado como Tutor Institucional del maestrante certifico que he recibido en conformidad el trabajo de investigación desarrollado con el tema: "SÍNTESIS DE UN POLÍMERO COMPOSTABLE A PARTIR DEL ALMIDÓN, COMO UNA ALTERNATIVA PARA PREPARAR PLÁSTICOS DE PRIMER USO" elaborado por el Ingeniero Carlos Jeanpier Yagos Arias, portador de la cédula 0502888134, maestrante del programa de Maestría en Química mención Química – Física, Cohorte Marzo 2019, que se desarrolló en la Facultad de Ingeniería en Sistemas, Electrónica e Industrial de la Universidad Técnica de Ambato.

Atentamente,



Dr. Eddy Cárdenas Ph.D.

RECTOR DE LA INSTITUCIÓN

UNIDAD EDUCATIVA PARTICULAR SAN JOSÉ “LA SALLE”

C.I.: 0501529838

Telf.: 0998538902

Correo: rectorlatacunga@lasalle.edu.ec