



Instituto Tecnológico de Zacatepec División de Estudios de Posgrado e Investigación

"2019, Año del Caudillo del Sur, Emiliano Zapata"

# "Estudio de la degradación de un material compuesto de LDPE/TPS con radiación UV y biodegradación en consorcio microbiano"

#### **TESIS**

## QUE PARA OBTENER EL GRADO DE: MAESTRA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

### Presenta:

L.A. Luisa Fernanda Cuevas Velásquez

### **Director:**

Dr. Edgar García Hernández

### **Co-director:**

MII. Homero Alonso Jiménez





Instituto Tecnológico de Zacatepec División de Estudios de Posgrado e Investigación

"2019, Año del Caudillo del Sur, Emiliano Zapata"

Zacatepec, Morelos, 30/Agosto/2019

No. de Oficio DEPI/006/2019.

ASUNTO: <u>AUTORIZACIÓN DE</u> IMPRESIÓN DEL TRABAJO.

LUISA FERNANDA CUEVAS VELÁSQUEZ ALUMNA DE LA MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA. PRESENTE.

De acuerdo al fallo emitido por la Comisión Revisora del Trabajo de <u>TESIS DE MAESTRÍA</u>, que presenta para su revisión con el tema: "ESTUDIO DE LA DEGRADACIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO DE LDPE/TPS CON RADIACIÓN UV Y BIODEGRADACIÓN EN CONSORCIO MICROBIANO" integrada por: EDGAR GARCÍA HERNÁNDEZ (Presidente), HOMERO ALONSO JIMÉNEZ (Secretario), CINTHYA DINORAH ARRIETA GONZÁLEZ (Vocal), WENDY NETZY HERNÁNDEZ DÍAZ (Suplente), y considerando que satisface los requisitos estipulados en el Reglamento de Titulación del TecNM, comunico a Usted que ha sido autorizada la IMPRESIÓN DEL TRABAJO.

Sin otro particular que tratar por el momento, me despido respetuosamente.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica:

ARELI MARLÉN SALGADO DELGADO JEFA DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

MJGB/harumi\*



EDUCACIÓN PUBLICA
INSTITUTO TECNOLÓGICO
DE ZACATEPEC
DEPTO. DE DIVISIÓN DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E INVESTIGACION



Calzada Tecnológico No. 27, Col. Centro, C.P. 62780, Zacatepec, Morelos Tel. (734) 343 2110, 343 2111, Ext. 267, e-mail: depi\_zacatepec@tecnm.mx www.itzacatepec.edu.mx







### **DEDICATORIA**

Al amor de mi vida, que llegaste a cambiar mi mundo para mejorarlo y que además me complementas y me fortaleces; a ti, mi más grande maestra de vida; gracias por los deseos de superarme y visualizar metas más altas, dedico este trabajo con todo mi amor para ti:

María Fernanda

### **AGRADECIMIENTOS**

A Dios, por darme la oportunidad, la motivación y la salud para comenzar y concluir este proyecto.

A mis padres, por ser quienes son, porque cada célula de mi cuerpo lleva parte de ellos y son ellos quienes siempre me motivan a ser una mejor persona.

A mis hermanos Cesar y Alina, mis mayores ejemplos de lo grande que puede llegar a ser una persona en todos los aspectos.

A mi querido Director de Tesis, Dr. Edgar García Hernández, por haber aceptado el reto de trabajar conmigo, aun sabiendo todo lo que ello conllevaba; por tener la paciencia de explicarme y enseñarme todo aquello que necesité. Gracías por ser mi guía en este camino.

A mí estimado Maestro Homero, por tantos consejos y apoyo, por darme esas palabras de aliento para seguir adelante y ver la vida desde otro punto de vista.

A mi comité revisor, Dra. Cinthya y Dra. Wendy por sus tan valiosisimas aportaciones y consejos para la realización de este trabajo.

A todos ustedes, infinitas Gracías.

# Contenido

Abreviaturas	X
Índice de figuras	XI
Índice de tablas	XV
RESUMEN	XVI
ABSTRACT	XVII
CAPÍTULO I.INTRODUCCIÓN	1
1.1 Introducción	2
1.2 Planteamiento del Problema	4
1.3 Justificación	5
1.4 Hipótesis	6
1.5 Objetivos	6
1.5.1 General	6
1.5.2 Particulares	6
1.6 Metas	7
CAPÍTULO II. MARCO CONCEPTUAL	8
2.1 Estado del arte	9
2.2 Marco Teórico	11
2.2.1 Polímeros	11
2.2.2 Clasificación de los polímeros	12
2.2.2.1 Polímeros termoestables	12
2.2.2.2 Polímeros termoplásticos	12
2.2.2.2.1 Plásticos	13
2.2.2.2.1.1 Polietileno	13

2.2.2.1.2 Polietileno de baja densidad (LDPE)	14
2.2.2.2.1.3 Polietileno lineal de baja densidad (LDPE)	14
2.2.2.1.4 Polietileno de alta densidad (HDPE)	14
2.2.2.3 Elastómeros	15
2.2.3 Biopolímeros	15
2.2.3.1 Biopolímeros naturales	15
2.2.3.2 Biopolímeros sintéticos	15
2.2.4 Polisacáridos	15
2.2.4.1 Almidón	17
2.2.5 Plastificante	18
2.2.5.1 Glicerol	19
2.2.5.2 Almidón termoplástico (TPS)	19
2.2.6 Degradación	22
2.2.7 Biodegradación	22
2.2.7.1 Pruebas de biodegradación	22
2.2.7.2 Prueba de la pérdida de peso	22
2.2.7.3 Factores a tener en cuenta en la degradación del LDPE	23
2.2.8 Humus	24
2.2.8.1 Humus de lombriz	25
2.2.9 Propiedades del humus	25
2.2.10 Aspectos estadísticos	26
2.2.10.1 Diseño de experimentos	26
2.2.10.2 Análisis de varianza (ANOVA)	27
CAPÍTULO III. METODOLOGÍA	28
3.1 Reactivos	30

3.2 Materiales	30
3.3 Equipos	30
3.4 Obtención del almidón termoplástico (TPS)	31
3.5 Elaboración de las probetas de LDPE/TPS	31
3.6 Irradiación de las probetas por UV	32
3.7 Preparación y enriquecimiento del medio de cultivo de los microorganismos	33
3.8 Adaptación y obtención de biomasa de las bacterias nativas de los humus	33
3.9 Cinética de crecimiento de las bacterias nativas de los humus	34
3.10 Recuento celular de las bacterias nativas de los humus	35
3.11 Biodegradación de las probetas de LDPE/TPS por acción de las	25
bacterias nativas de los diferentes tipos de humus	
3.12 Evaluación de la degradación por pérdida de peso	
3.13 Evaluación de la degradación por FTIR	
3.14 Evaluación de la degradación por resistencia mecánica	
3.15 Evaluación de la degradación por SEM	
3.16 Evaluación de la degradación por microscopía óptica	
3.17 Evaluaciones DSC	
3.18 Diseño del experimento	
CAPÍTULO IV.RESULTADOS Y DISCUSIÓN	40
4.1 Obtención del TPS	41
4.2 Elaboración de las probetas LDPE/TPS	41
4.3 Curva de crecimiento de las bacterias de los dos tipos de humus usando LDPE como fuente de carbono	42
4.4 Resultados de radiación por UV	
T.T I WANGBAAA WA TAMBAMILI WA UU U U	<b></b>

4.4.1 Determinación de porcentaje de pérdida de peso después de radiación UV	42
4.4.2 Caracterización por FTIR después de radiación UV	
4.4.3 Evaluación de la propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión después de radiación UV	49
4.4.4 Caracterización por microscopía electrónica de barrido (SEM) después de radiación UV	52
4.4.5 Evaluación de la degradación por microscopia óptica después d	
4.4.6 Análisis de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) después d radiación UV	
4.5 Resultados de biodegradación	66
4.5.1 Determinación de porcentaje de pérdida de peso después de biodegradación	66
4.5.2 Caracterización por FTIR después de biodegradación	70
4.5.3 Evaluación de la propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión después de biodegradación	71
4.5.4 Caracterización por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) después de biodegradación	74
4.5.5 Aspecto físico	76
4.6 Análisis estadístico de los resultados	77
4.6.1 Análisis estadístico para la respuesta de % de pérdida de peso después de radiación UV	77
4.6.2 Análisis estadístico para la respuesta de esfuerzo a la tensión después de radiación UV	79
4.6.3 Análisis estadístico de la respuesta pérdida de peso después de biodegradación	81

4.6.4 Análisis estadístico de la respuesta de esfuerzo a la tensión	
después de biodegradación	84
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	88
REFERENCIAS	92
NEXOS	101

### **Abreviaturas**

ANOVA Análisis de Varianza

C Carbono

cm Centímetro

cm<sup>-1</sup> Número de onda

FTIR Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (por sus

siglas en inglés)

g Gramos

HDPE Polietileno de alta densidad (por sus siglas en inglés).

INE Instituto Nacional de Ecología.

kg kilogramos

LDPE Polietileno de baja densidad (por sus siglas en inglés).

mL Mililitros

nm Nanómetro

O Oxígeno

OH Hidroxilo

TPS Almidón termoplástico (por sus siglas en inglés).

SEM Microscopía Electrónica de Barrido (por sus siglas en inglés).

# Índice de figuras

	Pág.
Figura 1. Producción de plástico en el mundo de 1950 a 2010	4
Figura 2. Estructuras del polietileno:	14
Figura 3. Estructura de los diferentes polisacáridos de reserva, (a) Form	a
lineal de la amilosa. (b) Punto de ramificación mediante enlace (α1→6) entr	е
dos moléculas de glucosa; esta unión se da tanto en la amilopectina com	0
en el glucógeno, (c) Se muestran los puntos de ramificación (verde) y lo	S
extremos no reductores (rojo), así como una representación de la alt	а
ramificación en el glucógeno	16
Figura 4. (a) Cadena lineal de amilosa y (b) cadena ramificada de	
amilopectina	18
Figura 5. Factores que influyen significativamente en la biodegradación	
del LDPE	24
Figura 6. Modelo general de un proceso o sistema desde la óptica de	
diseño experimental	27
Figura 7. Proceso metodológico del proyecto	29
Figura 8. Inyectora utilizada en la elaboración de las probetas, marca	
Atlas	32
Figura 9. Probetas en irradiación dentro de la cámara UV a 254 nm	32
Figura 10. Obtención de biomasa a partir de humus sólido y líquido	34
Figura 11. Espectrofotómetro UV/Visible Spectronic 21D, marca	
Milton Roy	34
Figura 12. Biodegradabilidad de las probetas con los diferentes tipos de	
humus	36
Figura 13. Espectrofotómetro de Infrarrojo con transformada de Fourier,	
PerkinElmer Spectrum Two.	37
Figura 14. Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL modelo JSM-	
6010A	38
Figura 15. Diseño del experimento	39

Figura 16. a) Almidón seco de maíz, mango y papa. b) Obtención del	
TPS de maíz, mango y papa	41
Figura 17. Probetas de a) LDPE, b) LDPE/maíz, c) LDPE/mango d)	
LDPE/papa	41
Figura 18. Curva de crecimiento de las bacterias del humus sólido y	
líquido con LDPE	42
Figura 19. Gráfica del promedio de la pérdida de peso con respecto	
a cada tipo de almidón después del pre-tratamiento de radiación UV	43
Figura 20. Espectro FTIR de los diferentes tipos de almidón	
termoplástico	45
Figura 21. Espectro FTIR de las probetas elaboradas de LDPE puro,	
LDPE/Maíz, LDPE/Mango y LDPE/Papa	46
Figura 22. Espectros FTIR de las probetas LDPE/Almidón después de	
exposición en la cámara UV	48
Figura 23. Mecanismo de reacción de la foto-oxidación del LDPE/almidón	
como resultado de la radiación UV. Adaptado de (Acuña, 2017)	49
Figura 24. Evaluación de la propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión	
de cada uno de los materiales con y sin radiación	52
Figura 25. Micrografías de a) superficie y b) fractura del LDPE sin	
tratamiento a 300 y 150 X respectivamente	53
Figura 26. Micrografía de la superficie del LDPE después de	
pre-tratamiento de radiación UV	54
Figura 27. Micrografías de a) superficie y b) fractura de la probeta de	
LDPE/maíz sin tratamiento	55
Figura 28. Micrografías de a) superficie y b) fractura de la probeta de	
LDPE/maíz después de pre-tratamiento de radiación UV	55
Figura 29. Micrografías de a) superficie y b) fractura de la probeta de	
LDPE/Mango sin tratamiento	56
Figura 30. Micrografía de la superficie de la probeta LDPE/Mango	
después de pre-tratamiento de radiación UV	56

Figura 31. Micrografía de a) superficie y b) fractura de la probeta	
LDPE/Papa sin tratamiento	57
Figura 32. Micrografías de a) superficie y b) fractura de la probeta de	
LDPE/papa después de pre-tratamiento de radiación UV	58
Figura 33. Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de	
magnificación del LDPE puro	58
Figura 34. Imágen tomada con microscopio óptico con 10X de	
magnificación del LDPE puro con radiación	59
Figura 35. Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de	
magnificación de LDPE/maíz sin radiación	59
Figura 36. Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de	
magnificación de LDPE/maíz con radiación	60
Figura 37. Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de	
magnificación de LDPE/mango sin radiación	60
Figura 38. Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de	
magnificación de LDPE/mango con radiación	61
Figura 39. Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de	
magnificación de LDPE/papa sin radiación	61
Figura 40. Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de	
magnificación de LDPE/Almidón de papa con radiación	61
Figura 41. DSC de LDPE puro antes de radiación UV	63
Figura 42. DSC de LDPE puro después de radiación UV	63
Figura 43. DSC de LDPE/Maíz antes de radiación UV	64
Figura 44. DSC de LDPE/Maíz después de radiación UV	64
Figura 45. DSC de LDPE/Papa antes de radiación UV	65
Figura 46. DSC de LDPE/Papa después de radiación UV	65
Figura 47. Gráfica de la pérdida de peso con respecto a cada tipo	
de almidón después de sistema de biodegradación	68
Figura 48. Gráfica de la pérdida de peso después de radiación UV	
y después de sistema de biodegradación (con y sin radiación UV)	69

Figura 49. Gráfica de la pérdida de peso de los materiales después de
sistema de biodegradación (con y sin radiación UV)70
Figura 50. Espectros FTIR de las probetas LDPE/Almidón después
de estar expuestas en el sistema de biodegradación71
Figura 51. Evaluación de la propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión
después de radiación UV y después de sistema de biodegradación73
Figura 52. Evaluación de la propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión
después de biodegradación de las probetas con y sin radiación73
Figura 53. Micrografías SEM de LDPE/maíz a) antes b) después de
radiación UV y c) Después de biodegradación74
Figura 54. Micrografías SEM de LDPE/mango a) antes b) después de
radiación UV y c) Después de biodegradación75
Figura 55. Micrografías SEM de LDPE/papa a) antes b) después de
radiación UV y c) Después de biodegradación75
Figura 56. Imágenes de la probeta LDPE/maíz a) sin tratamiento,
b) después de pre-tratamiento de radiación UV y c) después de
biodegradación76
Figura 57. Imágenes de la probeta LDPE/mango a) sin tratamiento,
b) después de pre-tratamiento de radiación UV y c) después de
biodegradación77
Figura 58. Imágenes de la probeta LDPE/papa a) sin tratamiento,
b) después de pre-tratamiento de radiación UV y c) después de
biodegradación77

### Índice de tablas

	Pag.
Tabla 1. Macro y micro elementos del medio de crecimiento	33
Tabla 2. Características de los diferentes tipos de almidón utilizados.	50
Tabla 3. Temperatura de fusión (Tm) de las probetas	62
Tabla 4. Tabla ANOVA para el análisis de la pérdida de peso después	
de radiación UV	78
Tabla 5. Tabla ANOVA para el análisis de la respuesta de esfuerzo a la	
tensión después de radiación UV	80
Tabla 6. Tabla ANOVA para el análisis de la pérdida de peso después	
de biodegradación	83
Tabla 7. Tabla ANOVA para el análisis de la respuesta de esfuerzo a la	
tensión después de biodegradación	86

### **RESUMEN**

# "ESTUDIO DE LA DEGRADACIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO DE LDPE/TPS CON RADIACIÓN UV Y BIODEGRADACIÓN EN CONSORCIO MICROBIANO"

Presenta:
L.A. Luisa Fernanda Cuevas Velásquez

Director: Dr. Edgar García Hernández

Codirector: MII. Homero Alonso Jiménez

En el presente trabajo se estudió la biodegradación del polietileno de baja densidad (LDPE por sus siglas en inglés) mezclado con 3 diferentes tipos de almidón (maíz, mango y papa). Se obtuvieron probetas de medidas acorde con la Norma ASTM D638 y se sometieron a un pre-tratamiento dentro de una cámara de radiación UV durante 15 días. Posteriormente las probetas fueron sometidas 30 días en un sistema de biodegradación que utiliza un consorcio microbiano generado a partir de 2 diferentes tipos de humus de lombriz.

Las muestras fueron caracterizadas por FTIR, SEM, DSC, pérdida de peso, propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión y microscopía óptica antes y después de cada uno de los tratamientos para evaluar la degradación. Finalmente, con los datos obtenidos en el ANOVA de 3 factores, donde se tomó un nivel de significancia α=0.05, considerando los valores de P<α=0.05 como parámetro para la toma de decisión, se concluye que de los 3 factores considerados al final de la experimentación, los factores Tipo de almidón(A) y Tipo de humus(C) tienen influencia significativa en la biodegradación del material compuesto LDPE/Almidón.

#### **ABSTRACT**

# "STUDY OF THE DEGRADATION OF COMPOSITE LDPE/TPS WITH UV RADIATION AND BIODEGRADATION IN A MICROBIAL CONSORTIUM"

Presents: L. A. Luisa Fernanda Cuevas Velásquez

> Director: Dr. Edgar García Hernández

Codirector: MII. Homero Alonso Jiménez

In the present work we studied the biodegradation of low density polyethylene (LDPE) mixed with 3 different types of starch (corn, mango and potato). Test specimens were obtained according to the ASTM D638 Standard and were subjected to a pre-treatment inside a UV radiation chamber during 15 days. Afterwards, the samples were subjected to 30 days in a biodegradation system that uses a microbial consortium generated from 2 different types of earthworm humus.

The initial and final samples were characterized by FTIR, SEM, weight loss, mechanical stress strain property and optical microscopy to assess degradation. Finally, with the data obtained in the statistical analysis (ANOVA) of 3 factors, where a level of significance  $\alpha$  = 0.05 was taken, considering the values of P < $\alpha$  = 0.05 as a parameter for decision making, it is concluded that 3 factors considered only the factors Type of starch (A) and Type of humus (C) have significant influence on the degradation of the LDPE / Starch composite.

# CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

### 1.1 Introducción

Los plásticos parecen inofensivos y han hecho nuestra vida más fácil con el uso diario de estos materiales; son los polímeros más comúnmente utilizados para diversas aplicaciones, en los últimos 30 años la producción anual de estos ha crecido significativamente con un promedio de crecimiento por año del 10%. El plástico es la sustancia sintética artificial más versátil creada a partir de los recursos de combustibles fósiles. Durante la última década, los materiales plásticos han tenido un uso generalizado, ya que se utilizan cada vez más en diferentes ramos como son alimentos, ropa, refugio, transporte, construcción y medicina, debido a que ofrecen una gran ventaja sobre los materiales alternativos: son livianos, de bajo costo y extremadamente duraderos y relativamente irrompibles.

Debido a la creciente demanda, en 2013 se estimó que 299 millones de toneladas de plástico fueron producidas en el mundo y liberadas al ambiente (Castellón, Tejeda, & Tejeda, 2016). En los últimos años ha crecido la preocupación pública sobre el deterioro ambiental asociado con la eliminación de plásticos convencionales. Los plásticos desechados, además de ser altamente visibles, representan un porcentaje cada vez mayor de residuos sólidos en los vertederos, resistentes a la biodegradación, lo que conduce a la contaminación perjudicial para el medio ambiente. Un problema que ha llamado la atención y en consecuencia, se han hecho investigaciones en lo que se refiere a la degradación del mismo.

La Sociedad Americana para Pruebas y Materiales (ASTM) y la Organización Internacional de Normalización (ISO) definen la degradación como "un proceso irreversible que conduce a un cambio significativo de la estructura de un material, normalmente se caracteriza por una pérdida de propiedades (integridad, masa molecular, estructura o resistencia mecánica) y fragmentación". La degradación se ve afectada por las condiciones ambientales

y el producto durante un período de tiempo que comprende una o más etapas (Krzan, Hemjinda, Miertus, Corti, & Chiellini, 2006).

Cuando los plásticos se exponen a un ambiente energético caracterizado por una carga de energía comparable a la energía de los enlaces químicos, que los mantienen en el lugar de los átomos que constituyen la cadena principal del polímero, resulta en el colapso de la arquitectura macromolecular con la notable fragmentación. Esto corresponde con el inicio de la degradación. En el ambiente, este proceso se basa en una combinación de varios mecanismos y factores: temperatura, luz solar, oxidación, humedad, estrés mecánico y acción de microorganismos (Castellón, Tejeda, & Tejeda, 2016).

El proceso de degradación de los plásticos comprende dos fases: la desintegración y la mineralización. La primera fase se asocia significativamente con el deterioro de las propiedades físicas, tales como la decoloración, la fragilidad, y la fragmentación. La segunda fase es la conversión final de fragmentos del plástico a pequeñas moléculas como CO<sub>2</sub>, agua y biomasa celular en condiciones aerobias; CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub> y biomasa celular bajo condiciones anaerobias (Krzan *et al.*, 2006). La degradación de los plásticos sintéticos en la naturaleza es un proceso muy lento que lleva entre cien y mil años e involucra la acción sinérgica de factores ambientales y microorganismos.

En el presente trabajo se utilizaron microorganismos obtenidos del humus de lombriz en su forma sólida y líquida, para evaluar la degradabilidad del polietileno de baja densidad mezclado con diferentes tipos de almidón (maíz, mango y papa), utilizando un pre-tratamiento de radiación UV.

### 1.2 Planteamiento del Problema

Al año se producen 300 millones de toneladas de residuos plásticos, lo que equivale al peso de toda la población humana (SEMARNAT, 2018). Entre éstos, los polímeros más utilizados están: el polietileno (PE), polipropileno (PP), poli cloruro de vinilo (PVC), polietilenotereftalato (PET), poli estireno (PS), policarbonato (PC), y poli metil metacrilato (PMMA) (Plexiglás). De la producción total de plásticos, el polietileno y el polipropileno componen el 48%, (Vargha et al., 2016), siendo el LDPE el material de desecho no biodegradable más común que constituye aproximadamente el 60% de la producción total de plástico (Figura 1).

El polietileno permanece en el medio ambiente durante un largo período de tiempo ya que carece de los grupos funcionales necesarios para la degradación microbiana. El uso desmedido y la resistencia a la degradación ambiental son las causas de que se acumule provocando un grave problema medioambiental; existen investigaciones en donde se estudia la degradación con hongos, pero el manejo es delicado.

Debido a la complejidad de la molécula se han estudiado diversas maneras de acelerar el proceso de biodegradación, sin embargo no hay una optimización en el proceso por lo que es necesario seguir desarrollando nuevas metodologías para lograrlo.

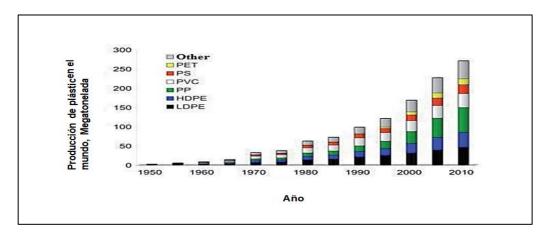


Figura 1. Producción de plástico en el mundo de 1950 a 2010.

### 1.3 Justificación

En años anteriores se pensaba que los plásticos no eran tóxicos para el medio ambiente y no se consideraban xenobióticos, por lo que no se hacían estudios para su minimización ni campañas para su control, se desmintió en estudios hechos en la década de los setenta, en los que se demostró la presencia de partículas pequeñas de plástico en la superficie del mar Sargasso en 1971, que causaban la muerte a muchos seres vivos que las ingerían.

Hoy en día la producción y uso de plásticos se ha vuelto desmedida, por lo que es necesario seguir desarrollando investigación que logre reducir los tiempos en la degradación del polietileno de baja densidad buscando con ello un impacto ambiental al reducir la contaminación por la acumulación de estos residuos, mejorando la calidad de vida y condiciones de salud de la sociedad, logrando a su vez prevenir futuros daños que pudieran llegar a ser irreparables y fuera de control amenazando nuestra existencia como especie,

Ya existen investigaciones acerca de la degradación del polietileno de baja densidad mezclado con almidón; en esta investigación se quiere probar si hay diferencias en la biodegradación dependiendo del tipo de almidón que se utilice o si éste hace sinergia al momento de ocurrir la biodegradación por parte de microorganismos, tampoco existen suficientes estudios donde se profundice e investigue la degradación con humus; adicionalmente en este trabajo se pretende someter la mezcla del LDPE con almidón a irradiación UV como pretratamiento para facilitar la degradación y reducir los tiempos de la misma.

El obtener una metodología que acelere la biodegradabilidad del LDPE impactará de manera positiva ya que éste se degradará en un menor tiempo posible.

# 1.4 Hipótesis

El tipo de almidón mezclado con LDPE tiene un efecto sobre los tiempos de degradación del polietileno de baja densidad.

### 1.5 Objetivos

#### 1.5.1 General

Estudiar la degradación del polietileno de baja densidad mezclado con 3 tipos de almidón (maíz, mango y papa), siendo sometido a radiación UV como pretratamiento y utilizando 2 diferentes tipos de humus de lombriz (sólido y líquido).

### 1.5.2 Particulares

- Caracterización de LDPE y los tipos de almidón termoplástico (maíz, mango y papa) por FTIR.
- Obtener el almidón termoplástico (TPS)
- Elaborar probetas de LDPE/almidón conforme a la norma ASTM D638.
- Caracterizar las probetas obtenidas por FTIR, SEM y la propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión.
- Registrar los pesos de cada una de las probetas obtenidas de LDPE/almidón y someterlas a una cámara de radiación UV a 15 días y al término del tiempo de exposición volver a pesar.
- Caracterizar las probetas sometidas a radiación por FTIR, SEM y la propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión.
- Preparar el medio de cultivo para los microorganismos.
- Adaptar y obtener los microorganismos de los humus sólido y líquido.
- Someter las probetas de LDPE/almidón a biodegradación con los diferentes tipos de humus durante 30 días.

- Registrar los pesos de cada una de las probetas de LDPE/almidón después de estar en el sistema de biodegradación.
- Caracterizar las probetas sometidas a biodegradación por FTIR,
   SEM y la propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión.
- Realizar un análisis estadístico para evaluar las variables de respuesta de pérdida de peso y esfuerzo a la tensión.

### 1.6 Metas

- Diseñar e implementar un sistema para efectuar la biodegradación de los materiales compuestos.
- Determinar el tipo de almidón que favorece la biodegradación del LDPE.
- Presentar los resultados del proyecto en al menos un congreso nacional.
- Redactar un artículo para ser sometido a una revista indexada.
- Obtener el grado de maestría en el tiempo reglamentado.

# CAPÍTULO II. MARCO CONCEPTUAL

### 2.1 Estado del arte

Los primeros estudios sobre la biodegradación del polietileno se remontan al año 1980 por los investigadores AC Albertsson y ZG banhidi, los cuales muestran la realización de estudios sobre la producción de CO<sub>2</sub> por los hongos *Fusarium rodolens. Acremonium kiliense, Aspergillus versicolor y Verticillium lecanii* que eran alimentados con láminas de polietileno de alta densidad HDPE marcadas con <sup>14</sup>C, con lo cual confirmaban que el plástico era la fuente de carbono.

Posteriormente en 1991 Lee et al., encontraron que las especies Streptomyces badius 252, Streptomyce setonii 75Vi2, y Streptomyces viridosporus de T7A producían una enzima extracelular degradadora de polietileno puro o con aditivos, como almidón, pro oxidantes.

En 1998 Liyoshi y colaboradores demostraron la biodegradación del PE (Polietileno) por las enzimas lignina peroxidasa, manganeso peroxidasa y la fenol oxidasa o lacasa, basados en varios estudios hechos sobre biodegradación de lignina entre los cuales se podrían nombrar los hechos por Tien M, en 1983.

Uribe et al, 2010; aislaron e identificaron algunos microorganismos (pseudomonas sp., Penicillium sp y Hyalodendron sp.) de un consorcio microbiano bacteriano de una muestra de suelo de relleno sanitario comprobando la acción degradativa de estos microorganismos sobre el polietileno de baja densidad.

En 2012 N. Raaman, N. Rajitha, A. Jayshree and R. Jegadeesh estudiaron la degradación del polietileno en sitios contaminados con polietileno alrededor de Chennai, Tamil Nadu, India, se aisló e identificó mediante la técnica de plaqueo y tinción. Las cepas fúngicas aisladas se identificaron como *Aspergillus niger, A.* 

japonicus, A. terreus A. flavus y Mucor sp. Las cepas fúngicas predominantes Aspergillus niger y A. japonicus se seleccionaron para la degradación del polietileno en condiciones de laboratorio. Se estudió su efectividad en la degradación de bolsas comerciales de polietileno de baja densidad (LDPE) durante un período de 4 semanas en un cultivo de agitación en condiciones de laboratorio. La biodegradación se midió en términos de pérdida de peso promedio, que fue de casi 8 a 12% después de un período de 4 semanas. El análisis adicional SEM (microscopía electrónica de barrido) confirmó la degradación al revelar la presencia de porosidad y fragilidad de la superficie del polietileno degradada por hongos. Aspergillus japonicus mostró 12% de potencial de degradación en comparación con A. niger con 8% de degradación en un período de un mes.

En 2013 Meza Vargas determinó la biodegradabilidad del polietileno de tereftalato y del oxopolietileno por acción de bacterias nativas presentes en humus de lombriz, caballo y gallina, teniendo como resultado que las bacterias del humus de caballo al finalizar los 35 días del tiempo experimental, biodegradaron un 10.89% de polietileno tereftalato, siendo éste el valor máximo alcanzado entre los tres tipos de humus utilizados. En cuanto al porcentaje de biodegradación del oxopolietileno, mediante la acción de las bacterias nativas del humus de lombriz con el 39.99% éste presenta una diferencia significativa en relación a los otros dos tratamientos. De acuerdo con estos datos se realizó el pronóstico de vida media de los plásticos, dando como resultado una vida media de 36 años para el polietileno tereftalato y 10 años para el oxopolietileno.

En 2015, Botre *et al*, presentaron un estudio acerca de la detección, el aislamiento y el grado de degradación del plástico por los aislados de diversas fuentes. Veinte colonias bacterianas se aislaron de cribado primario usando 0,1% de LDPE como única fuente de carbono en medio de agar M9. En el cribado primario, se aislaron cuatro bacterias del suelo de compost, tres de marina, cuatro de lodo de petróleo, cuatro de aguas residuales y cinco de suelo

contaminado con aceite. La muestra de alquitrán no mostró ningún crecimiento bacteriano significativo. Concluyendo que alguna degradabilidad está presente en condiciones naturales, pero los microbios también exhiben degradación en condiciones de laboratorio en medios de cultivo. Se encontró que las dos cepas de bacterias M1 y SWG aisladas de fuentes marinas y de aguas residuales, respectivamente, tenían una mayor capacidad de degradar LDPE y pertenecen al género *Staphylococcus*.

En 2016, Castellón et al, estudiaron la degradación de bolsas de plástico convencionales contra las declaradas por sus fabricantes como degradables; sometiéndolas a pruebas de pérdida de masa, absorción de humedad y resistencia mecánica.

El estudio experimental realizado y el análisis estadístico efectuado permiten concluir que las BPD (Bolsas de plástico degradables) muestran un mayor deterioro bajo condiciones ambientales que las BCP (Bolsas convencionales de plástico), por lo que pueden tener una menor permanencia en el ambiente después de su uso. Sin embargo, es necesario continuar desarrollando campañas que permitan el uso racional de estos productos, con miras a la preservación del medio ambiente.

Las investigaciones realizadas hasta este momento muestran que es posible degradar el polietileno de baja densidad con diferentes tipos de microorganismos, por lo que se busca seguir encontrando alternativas para llevar a cabo dicho proceso y en un menor tiempo posible.

### 2.2 Marco Teórico

### 2.2.1 Polímeros

Los polímeros son moléculas grandes, las cuales se forman uniendo elementos repetitivos entre sí de pequeñas moléculas llamadas monómeros. El proceso de unirlas se llama polimerización. A diferencia de las moléculas orgánicas

pequeñas, las cuales son interesantes por sus propiedades químicas, estas moléculas gigantes, cuyos masas molares van de miles a millones, son interesantes principalmente por sus propiedades físicas, que las hacen útiles en la vida cotidiana (Yurkanis, 2008).

### 2.2.2 Clasificación de los polímeros

Los polímeros se clasifican según la manera en que las moléculas son sintetizadas, en función de su estructura molecular, por su familia química, por el tipo de aplicación, etc. Sin embargo, el método más usado para describir los polímeros es en función de su comportamiento mecánico y térmico, que está en repercusión de la estructura molecular (Acuña, 2017).

### 2.2.2.1 Polímeros termoestables

Los polímeros termoestables están compuestos por largas cadenas de moléculas con fuertes enlaces cruzados entre las cadenas para formar estructuras de redes tridimensionales. Estos polímeros generalmente son más resistentes, aunque más frágiles, que los termoplásticos. Los termoestables no tienen una temperatura de fusión fija y es difícil reprocesarlos una vez ocurrida la formación de enlaces cruzados, esto es que una vez fundidos ya no es posible volverlos a fundir, ya que estos tienden a quemarse y degradarse. Ejemplos de este tipo de plásticos son los contactos de nuestra casa, partes que deban soportar altas temperaturas dentro de componentes eléctricos y electrónicos, engranes en autos, tarimas plásticas, etc. (Acuña, 2017).

## 2.2.2.2 Polímeros termoplásticos

Los polímeros termoplásticos se componen de largas cadenas producidas al unir moléculas pequeñas o monómeros y típicamente se comportan de una manera plástica y dúctil (capacidad de hacerse en hilos). Al ser calentados a temperaturas elevadas, estos polímeros se ablandan y se conforman por flujo viscoso, también estos polímeros se pueden reciclar con facilidad, ya que no

existen enlaces cruzados en su estructura. La mayoría de plásticos que usamos a diario y que tienen relación con contenedores de comida, caen dentro de esta categoría (Acuña, 2017).

### 2.2.2.1 Plásticos

Son polímeros sintéticos generalmente de naturaleza química hidrófoba, que normalmente poseen una alta durabilidad y resistencia, suelen no tener un punto de fusión fijo y poseen en determinado intervalo de temperaturas características flexibles y moldeables. Se calcula que pueden tardar entre 100 y 1000 años para degradarse dependiendo del tipo de plástico. La american Society for testing materials (ASTM) define plástico como: "Cualquier material de un extenso y variado grupo que contiene como elemento esencial una sustancia orgánica de gran peso molecular, siendo sólida en su estado final; ha tenido o puede haber tenido en alguna etapa de su manufactura (fundido, cilindrado, prensado, estirado moldeado, etc.) diferentes formas de fluidificación, junta o separada, de presión o calor" (Acuña, 2017).

### 2.2.2.1.1 Polietileno

El polietileno es un termoplástico compuesto exclusivamente por carbono e hidrógeno, cuya fórmula general es [CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>]<sub>n</sub> que es un tipo común de plástico, debido a muchas de sus cualidades y propiedades. Algunas de las cuales son: cristalinidad 50 a 60%, temperatura de fusión entre el rango de 98-115 °C. Aunque existen múltiples tipos de PE pueden ser clasificados por un rango de densidad 0.910-0.940 g/cm<sup>3</sup> (Acuña, 2017).

El polietileno al igual que cualquier polímero no posee un único grado de cristalinidad, e incluso una sola muestra puede poseer varios grados de cristalinidad agregados, sin embargo el polietileno tradicionalmente y por cuestiones mecánicas, de apariencia y practicidad se puede clasificar en tres tipos básicos de acuerdo a su grado de polimerización:

### 2.2.2.1.2 Polietileno de baja densidad (LDPE)

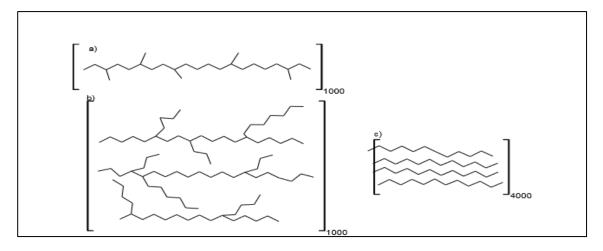
Su estructura es muy ramificada (en cerca de 2% de los átomos de carbón). Su peso molecular es de 100,000-300,000 g/gmol y su densidad es de 0,90-0,91 g/cm<sup>3</sup> siendo el de menor densidad y esto se ve reflejado en sus cualidades reológicas, se usa en la fabricación de bolsas desechables (Acuña, 2017).

### 2.2.2.2.1.3 Polietileno lineal de baja densidad (LDPE)

El cual es una variante poco ramificada, se podría clasificar como de cristalinidad intermedia, con un valor de 0.915 g/cm<sup>3</sup> siendo relativamente compacto (Acuña, 2017).

### 2.2.2.1.4 Polietileno de alta densidad (HDPE)

Su estructura presenta el mayor grado de linealidad, su peso molecular es de 200,000-400,000, g/gmol y su densidad es de 0.94-0.97 g/cm<sup>3</sup>, debido a esto es un material muy rígido y fuerte siendo usado en la fabricación de canicas plásticas, en la Figura 2 se muestran las estructuras de los diferentes tipos de polietileno existentes (Acuña, 2017).



**Figura 2.** Estructuras del polietileno: a) Polietileno lineal de baja densidad (LLDPE), b) Polietileno de baja densidad (LDPE), c) Polietileno de alta densidad (HDPE).

### 2.2.2.3 Elastómeros

Son polímeros con un bajo o alto grado de entrecruzamiento. Su característica consiste en que la cadena principal de la unidad repetitiva tiene un doble enlace, es decir, es insaturado; esta insaturación da lugar a la capacidad de resilencia y elasticidad. Son materiales elásticos que no funden ni se disuelven. Son reticulados pero mucho menos que los termoestables y su temperatura de transición vítrea está muy por debajo de su temperatura de uso (Rendón, 2010).

### 2.2.3 Biopolímeros

Se definen como biopolímeros a aquellos materiales fabricados a partir de recursos renovables por ejemplo almidón, celulosa, melazas, etc, (Rendón, 2010).

### 2.2.3.1 Biopolímeros naturales

Los biopolímeros naturales son materiales macromoleculares sintetizados por las plantas, los animales, los hongos o bacterias, los naturales son comúnmente utilizados como fuente de energía o como andamiaje estructural, son rápidamente degradados, entre estos están: los ácidos nucleicos las proteínas, la celulosa, el almidón y muchos más (Acuña, 2017).

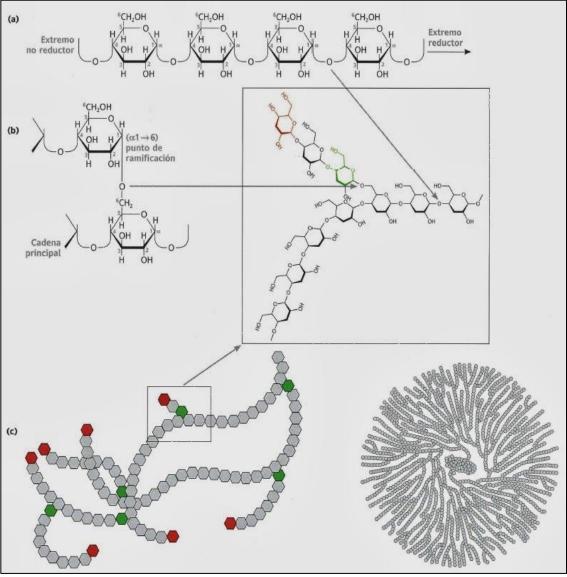
### 2.2.3.2 Biopolímeros sintéticos

Los biopolímeros sintéticos son materiales macromoleculares sintetizados por el hombre, los biopolímeros antropogénicos tienen la cualidad de ser biocompatibles y biodegradables (Acuña, 2017).

### 2.2.4 Polisacáridos

Los polisacáridos son biopolímeros cuyas unidades monoméricas son azúcares. Pueden considerarse como productos de condensación de azúcares sencillos, que se unen repetidamente entre sí mediante enlaces glucosídicos. Un polisacárido natural puede consistir en moléculas de composiciones similares

pero no idénticas. Los pesos moleculares encontrados más frecuentemente en polisacáridos están en el intervalo de 10<sup>4</sup> a 10<sup>7</sup> g/mol. Los polisacáridos naturales desarrollan funciones variadas tales como elementos estructurales de las plantas (por ejemplo, celulosa); y como reserva energética en plantas y animales (almidón y glucógeno). Los más abundantes son la celulosa y el almidón (Cuevas, 2017), en la Figura 3 se puede observar la estructura de cada uno de los polisacáridos mencionados.



**Figura 3.** Estructura de los diferentes polisacáridos de reserva, (a) Forma lineal de la amilosa. (b) Punto de ramificación mediante enlace  $(\alpha 1 \rightarrow 6)$  entre dos moléculas de glucosa; esta unión se da tanto en la amilopectina como en el glucógeno, (c) Se muestran los puntos de ramificación (verde) y los extremos no reductores (rojo), así como una representación de la alta ramificación en el glucógeno.

### 2.2.4.1 Almidón

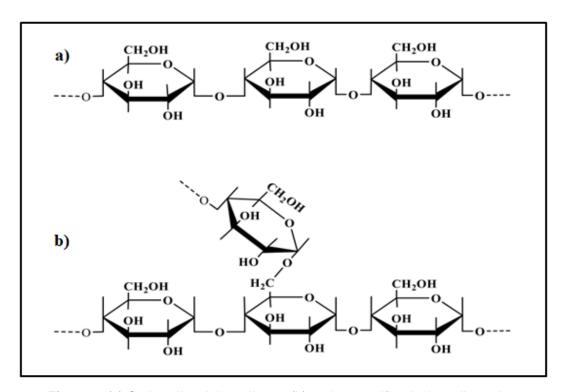
El almidón es la principal reserva de carbohidratos en las plantas y es sin duda uno de los materiales más versátiles para utilizar en diferentes aplicaciones.

El almidón está compuesto de dos homopolímeros de glucopiranosa con diferentes estructuras; la amilosa, que está compuesta de unidades de D-glucosa unidas a través de enlaces  $\alpha$ -D-(1-4) y la amilopectina, el polímero ramificado del almidón, compuesto de segmentos de glucosa unidos por enlaces  $\alpha$ -D-(1-4) que contienen ramificaciones de unidades de glucosa unidas mediante enlaces  $\alpha$ -D-(1-6) como se muestra en la Figura 4. La amilosa, es una cadena lineal de D-glucosa, que tiene en promedio entre 500 y 6000 unidades las cuales pueden distribuirse desde 1 hasta en 20 cadenas. Cada cadena muestra un grado de polimerización promedio (DP) de 500. Se han detectado algunos puntos de ramificación espaciados en la amilosa, sin embargo, ésta presenta las características de un polímero lineal. Las propiedades de la amilosa pueden ser derivadas de sus diversas conformaciones moleculares. La amilopectina, el polímero ramificado del almidón, contiene cadenas cortas (DP=20-25) unidas por los enlaces  $\alpha$ -D-(1-6) a la cadena principal.

Comercialmente se utilizan diversas plantas para la producción de almidón tales como el maíz, la yuca (mandioca o tapioca) el plátano, el arroz, la papa. La selección de la planta depende de las propiedades funcionales del almidón que se deseen. El almidón se puede encontrar en diversas partes de una planta, ya sea en la raíz, tallo o frutos y semillas; se deposita en forma de gránulos semicristalinos (insolubles en agua fría) los cuales asemejan esferulitas en donde se alternan laminillas amorfas y cristalinas. El diámetro de los gránulos generalmente oscila en un rango menor de 1 µm hasta más de 100 µm y la morfología puede ser regular (por ejemplo, esférica, ovoide o angular) o bastante irregular.

El almidón puede ser utilizado en su forma natural (gránulos) como material de relleno para la obtención de materiales compuestos poliméricos; para la producción de almidones termoplásticos (TPS) que pueden ser procesados como los termoplásticos sintéticos y también, puede ser modificado con una

variedad de reactivos para producir nuevos materiales poliméricos (Cuevas, 2017).



**Figura 4.** (a) Cadena lineal de amilosa y (b) cadena ramificada de amilopectina.

### 2.2.5 Plastificante

El plastificante es una sustancia normalmente líquida y de viscosidad mayor a la del agua que se adiciona a la mezcla con el fin de mejorar la flexibilidad del material mediante la reducción de las fuerzas intermoleculares.

El efecto plastificante puede ser dado por sustancias como: agua, alcoholes, aldehídos, cetonas, ácidos orgánicos, aminas, ésteres, amidas y mezclas entre estos, pero se prefiere utilizar plastificantes cuya presión de vapor sea baja para evitar que éste se volatilice al finalizar el proceso de extrusión o de calentamiento. La adición de plastificantes disminuye la temperatura de fusión y la temperatura de transición vítrea, cambiando su comportamiento reológico debido a que logra movilizar moléculas, dando plasticidad al material (Enríquez, Velasco, & Ortiz, 2012).

### **2.2.5.1 Glicerol**

Los plastificantes solubles en agua como el glicerol son efectivos agentes suavizantes para los almidones, mejorando la flexibilidad de las películas resultantes. Cuanto más se incluye una sustancia plastificante en una matriz polimérica, la elongación y la deformación se incrementan mientras que el esfuerzo de ruptura, el módulo de Young disminuyen (Enríquez, Velasco, & Ortiz, 2012).

Los glicoles de peso molecular bajos o cadenas cortas son efectivos para plastificar mientras que los de cadenas largas o altos pesos moleculares fallan en dicha función. Teixeira et al., reportaron que estas diferencias pueden observarse al utilizar glicerol o sorbitol como plastificante cuyos pesos moleculares son 92 g/mol y 180 g/mol respectivamente.

El glicerol en la formulación hace que el producto final incremente su permeabilidad al vapor, ésto debido a la naturaleza hidrofílica del glicerol el cual fácilmente forma puentes de hidrógeno con las moléculas de agua.

### 2.2.5.2 Almidón termoplástico (TPS)

El almidón no posee ninguna propiedad termoplástica sin la adición de plastificantes (Por ejemplo, agua, glicerol, sorbitol, entre otros). Los productos a partir del almidón se rompen rápidamente cuando son secados en condiciones ambientales, debido a los enlaces de hidrógeno intramoleculares presentes en las cadenas de amilosa y amilopectina. Pero en presencia de plastificantes, altas temperaturas y esfuerzos cortantes, el almidón se funde y fluye fácilmente, lo que permite que se procese como los plásticos convencionales, a través de equipos de extrusión e inyección y también pueden ser utilizadas mezcladoras que operan en condiciones similares a las del extrusor. El papel de los plastificantes es el de atraer las moléculas de agua alrededor de ellos, reduciendo las interacciones intramoleculares entre las moléculas del almidón, y después incrementar la flexibilidad del mismo. Durante el proceso de plastificación el almidón es transformado de un material granular semicristalino

a un sistema que contiene restos de gránulos, o en una pasta amorfa sin estructura alguna.

Se han propuesto tres teorías para explicar los mecanismos de plastificación. Estas son las teoría de la lubricidad, donde el plastificante lubrica los movimientos de las macromoléculas una sobre otra. La teoría del gel propone que el plastificante interrumpe la interacción de los enlaces de la cadena del almidón. Y la teoría del volumen libre, nos dice que el plastificante aumenta el volumen libre entre las cadenas del almidón y reduce su temperatura de transición vítrea (Tg). Las tres teorías consideran que el plastificante se interpone entre las cadenas del almidón y disminuye las fuerzas que las mantienen unidas.

Dentro de los plastificantes comúnmente utilizados para el TPS se incluyen el agua, alcoholes como el glicerol y el sorbitol, también productos químicos con amida funcionalizada como la urea y la formamida, así como el dimetil sulfóxido y algunos azúcares de bajo peso molecular. Los plastificantes son moléculas de tamaño pequeño y son hidrofílicos. El agua y el glicerol han sido considerados como los plastificantes más efectivos. Un mínimo del 20% de glicerol o cualquier otro plastificante es necesario para lograr plastificar exitosamente al almidón. Al incrementar la cantidad del plastificante, las propiedades del TPS, como la resistencia a la tensión, el módulo de Young y la temperatura de transición vítrea (Tg), disminuyen; mientras que la elongación y la permeabilidad, aumentan.

La concentración del plastificante juega un rol crítico en la retrogradación del almidón. Cuando el contenido del almidón es mayor al 25% el plastificante limita esta retrogradación en el polímero. De otra forma, el plastificante favorecerá la cristalización de las cadenas de almidón. Dependiendo de su concentración, los plastificantes llevan a cabo una plastificación o una antiplastificacion. La adición de plastificantes en un rango de concentración que va de un bajo nivel a uno intermedio (1 a 25%) facilita la formación de cristalitos en las películas a partir del almidón, dando paso a la antiplastificacion. Debido al movimiento o a la vibración de las cadenas del almidón, las moléculas de agua y del plastificante

son apartadas gradualmente del polímero. Los residuos de D-glucosa de la amilosa y amilopectina, los cuales solían estar separados por las moléculas de estos plastificantes, interactúan para formar fuertes enlaces de hidrógeno causando una retrogradación o recristalización.

El TPS es un producto altamente hidrofílico y a veces es necesario un procesamiento adicional del almidón para reducir este carácter. Este problema puede ser superado mediante mezclas con polímeros hidrofóbicos, que protejan al almidón de la humedad; o bien, a través de la modificación química de los grupos hidroxilo libres, que sufren fácilmente reacciones tales como acetilación, esterificación y eterificación con lo que se reduce la hidrofilicidad del almidón. Las mezclas de TPS y algunos polímeros han dado como resultado, materiales con propiedades físicas deficientes. En general, el almidón no se mezcla bien con otros polímeros. En un intento por mejorar estas mezclas se ha utilizado almidón con alto contenido de amilosa. Aunque este almidón mejora ligeramente las propiedades de las mezclas, tiene un precio elevado y así se reduce o elimina el costo-beneficio que otorga el almidón. El almidón y algunos compuestos más hidrofóbicos como los poliésteres biodegradables son inmiscibles, y la mezcla de ambos produce separación de fases con propiedades interfaciales bajas. La mayoría de las investigaciones se centra en la mezcla del TPS con poliésteres biodegradables como la policaprolactona (PCL), poliesteramidas (PEA), el polihidroxibutirato-co-hidroxivalerato (PHB-HV), el poli (ácido láctico) (PLA), entre otros. Estos poliésteres muestran algunas propiedades interesantes y reproducibles, tales como un carácter más hidrofóbico, una permeabilidad más baja al agua y algunas propiedades mecánicas mejoradas, en relación al TPS. Para mejorar la compatibilidad entre las dos fases, se adiciona un compatibilizante, el cual puede obtenerse por la modificación de al menos uno de los polímeros iniciales presentes en la mezcla (Cuevas, 2017).

### 2.2.6 Degradación

La Sociedad Americana para Pruebas y Materiales (ASTM) y la Organización Internacional de Normalización (ISO) definen la degradación como "un proceso irreversible que conduce a un cambio significativo de la estructura de un material, normalmente se caracteriza por una pérdida de propiedades (integridad, masa molecular, estructura o resistencia mecánica) y fragmentación" (Castellón, Tejeda, & Tejeda, 2016).

### 2.2.7 Biodegradación

Es un proceso gradual de descomposición o acumulación causado por seres vivos, los cuales llevan a un cambio químico y estructural de las sustancias o materiales orgánicos e inorgánicos contaminantes (Acuña, 2017).

### 2.2.7.1 Pruebas de biodegradación

Las pruebas que estudian la biodegradación del LDPE pueden ser directas o indirectas, lo cual significa que hay pruebas que permiten cuantificar el grado de mineralización, (efecto final o directo) causado por los agentes abióticos y bióticos al LDPE expuesto, y también hay pruebas que analizan los efectos intermedios que ocurren antes del proceso de mineralización, estos podrían ser por ejemplo: los metabolitos que se producen, la perdida de sus cualidades fisicoquímicas, la alteración de su morfología, la formación de biocapas, entre muchos otros cambios (Acuña, 2017).

### 2.2.7.2 Prueba de la pérdida de peso

Como su nombre lo indica esta prueba determina la variación directa de peso del polietileno de baja densidad que ha sido expuesto a las condiciones de biodegradación. El principio básico de la pérdida de peso es la adherencia y biodegradación de los microorganismos al LDPE, los cuales se han preseleccionado por su capacidad de utilizarlo como fuente de carbono. Su procedimiento consiste en pesar con un micro balanza el material antes y después de realizar una prueba de cultivo (Acuña, 2017).

### 2.2.7.3 Factores a tener en cuenta en la degradación del LDPE

Se ha reportado que muchos microorganismos pueden degradar el LDPE, y para entender como lo hacen hay que analizar algunos aspectos como: las enzimas liberadas, la hidrofobicidad, tanto de las mismas enzimas como de las paredes celulares de las células microbianas y las sustancias potenciadoras que liberan, como biosurfactantes, sin embargo cuando se investiga la biodegradabilidad del LDPE, el efecto del ambiente no se puede ignorar, para sobrevivir y prosperar se requieren que existan ciertas condiciones o variables que afectan la actividad microbiana y por lo tanto la biodegradación del LDPE, tales como: la disponibilidad de oxígeno, la cantidad disponible de agua, la temperatura, el ambiente químico (pH, electrolitos, etc.), también hay que adicionar las características físicas químicas del LDPE (Acuña,2017), lo cual se puede esquematizar como se muestra en la Figura 5.

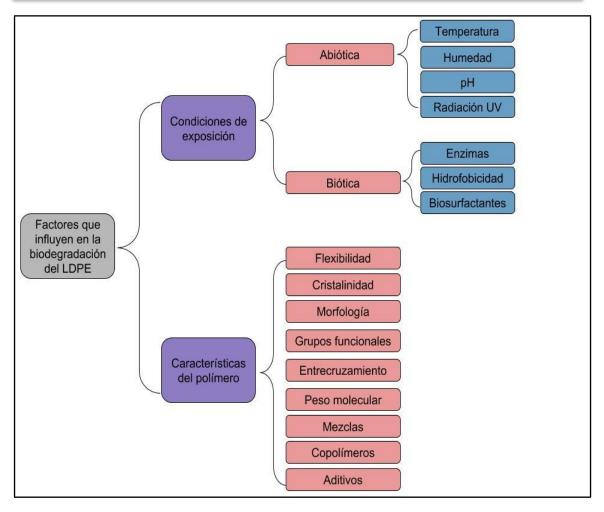


Figura 5. Factores que influyen significativamente en la biodegradación del LDPE.

#### **2.2.8 Humus**

El humus es la materia orgánica que está depositada en el suelo, que resulta de la descomposición de los animales muertos y plantas, o subproductos. El humus se forma a través de un proceso natural, producido por las bacterias y hongos del suelo, y los agentes externos como la humedad y la temperatura que contribuyen a la humificación.

La formación de humus contribuye a la liberación de varios nutrientes, en particular de nitrógeno, que en última instancia hace que el humus sea un fertilizante orgánico para la agricultura.

El humus aporta muchos beneficios a la tierra, como la mejora de sus propiedades físicas, promoviendo la liberación de nutrientes lentamente, por lo que es más eficaz la fertilización.

Los humus son herramientas fáciles de producir y a su vez muy eficaces por la gran cantidad de microorganismos provenientes de estiércoles de diferentes animales ya que poseen una población microbiana capaz de biodegradar cualquier tipo de plástico que sea objeto de análisis (Meza, 2013).

### 2.2.8.1 Humus de Iombriz

Es un fertilizante de primer orden, protege al suelo de la erosión, siendo un mejorador de las características físico-químicas del suelo, de su estructura, aumentando la retención hídrica, regulando el incremento y la actividad de los nitritos del suelo y la capacidad de almacenar y liberar los nutrientes requeridos por las plantas de forma equilibrada como nitrógeno, fósforo, potasio, azufre y boro (Tenecela, 2012).

### 2.2.9 Propiedades del humus

#### Físicas:

El color oscuro favorece la absorción de los rayos solares calentando el suelo y promoviendo la germinación de las semillas inmediatamente después de comenzar el periodo vegetativo.

Facilita el desarrollo de una buena estructura, que a la postre es la que mantiene una porosidad idónea que posibilita la respiración adecuada de las plantas y de los microorganismos, a la par que satisface las necesidades hídricas de la biota. Del mismo modo, una buena estructura favorece la resiliencia del suelo frente a los procesos de erosión y compactación, impidiendo el sellado por el impacto directo de lasas de lluvia.

#### Químicas:

Poder tampón o de amortiguación, por ejemplo, frente a los contaminantes (hasta un cierto umbral). Por ejemplo, la SOM (materia orgánica del suelo)

atesora una gran capacidad de absorber y retener pesticidas (que de este modo no pasan a las aguas freáticas y corrientes).

Retención y disponibilidad adecuada de los nutrientes para la que sean asimilados por la vegetación (favorecida por la rápida mineralización de los restos vegetales y la formación de agregados estables).

#### Biológicas:

Fomenta la actividad biológica del suelo.

Favorece la liberación de nutrientes para la alimentación vegetal, etc (Madrimasd, 2006).

### 2.2.10 Aspectos estadísticos

Si lo que se quiere es llevar a cabo un experimento con la mayor eficiencia posible, es necesario utilizar un enfoque científico para planearlo. El diseño estadístico de experimentos se refiere al proceso para planear el experimento de tal forma que se recaben datos adecuados que puedan analizarse con métodos estadísticos que llevarán a conclusiones válidas y objetivas. El enfoque estadístico del diseño experimental es necesario si se quieren sacar conclusiones significativas de los datos. Cuando el problema incluye datos que están sujetos a errores experimentales, la metodología estadística es el único enfoque objetivo de análisis. Por lo tanto, cualquier problema experimental incluye dos aspectos: el diseño del experimento y el análisis estadístico de los datos (Montgomery, 2004).

### 2.2.10.1 Diseño de experimentos

Los experimentos son realizados por los investigadores prácticamente en todos los campos de la ciencia con el fin de descubrir algo particular respecto a un proceso o sistema (Montgomery, 2004), como se aprecia en la Figura 6.

El diseño experimental tiene tantas aplicaciones que ya es visto como parte del proceso científico y tiene como objetivos:

- Determinar las variables que más influencian las respuestas.
- Determinar dónde establecer las variables xs, de manera que las respuestas se encuentren lo más cerca posible de la respuesta deseada.
- Determinar dónde establecer las variables xs, de manera que la variabilidad de la respuesta sea pequeña.
- Determinar dónde establecer las variables xs, de manera que las variables incontrolables en las respuestas sean pequeñas (Montgomery, 2004).

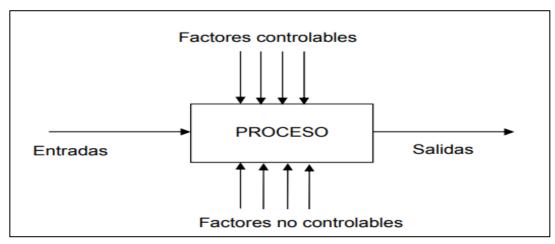


Figura 6. Modelo general de un proceso o sistema desde la óptica de diseño experimental.

### 2.2.10.2 Análisis de varianza (ANOVA)

El análisis de varianza (ANOVA) es un conjunto de procedimientos que se ajustan a las características del diseño experimental usado en la obtención de los datos. No es un método fijo, por el contrario, se adapta a cada diseño y se puede clasificar de distintas maneras. Si el diseño es unifactorial, se aplica el ANOVA de clasificación libre o de una vía. Si es multifactorial, el ANOVA correspondiente será de dos vías cuando se analizan dos factores; de tres vías cuando se analizan tres factores, etc. Si se tiene un factor y una variable de agrupación –diseño de bloques- el ANOVA también es de dos vías. Si se tiene un factor y dos variables de agrupación –diseño de cuadrado latino- el ANOVA será de tres vías y así sucesivamente (Garza, 2013).

# CAPÍTULO III. METODOLOGÍA

El proceso metodológico de este trabajo consistió en elaborar las probetas de LDPE/Almidón, para después exponerlas a irradiación durante 0 y 15 días; posteriormente, dichas probetas fueron sometidas en un sistema de biodegradación, siguiendo la metodología de (Meza, 2013) que utiliza un consorcio microbiano generado a partir de humus sólido y líquido.

Dicho proceso se muestra en la Figura 7.

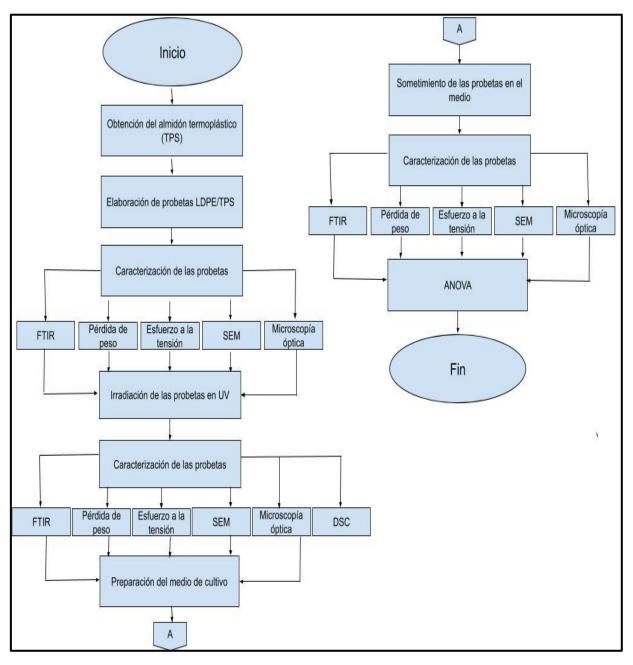


Figura 7. Proceso metodológico del proyecto.

#### 3.1 Reactivos

- Sulfato de amonio reactivo (MEYER®)
- Nitrato de sodio reactivo (MEYER®)
- Fosfato ácido de potasio reactivo (J.T. BAKER<sup>®</sup>)
- Cloruro de potasio reactivo (MEYER<sup>®)</sup>
- Sulfato de magnesio heptahidratado reactivo (MEYER<sup>®</sup>)
- Extracto de levadura (Fuente de nitrógeno) (DIBICO<sup>®</sup>)
- Agua destilada
- Humus sólido marca KEISOL<sup>®</sup>
- Humus líquido marca KEISOL<sup>®</sup>

#### 3.2 Materiales

- Polietileno de baja densidad (SOLQUIM SA DE CV)
- Almidón de maíz normal sin modificar (SIGMA\_ALDRICH®)
- Almidón de mango
- Almidón de papa normal sin modificar (SIGMA\_ALDRICH<sup>®</sup>)
- Glicerol (Químicos farmacéuticos e industriales SA de CV)
- Matraz Erlenmeyer 250 mL (12)
- Matraz Erlenmeyer 1 L
- Bomba de aire
- Dispersores individuales
- Dispersor múltiple
- Manguera
- Pañalina
- Algodón

## 3.3 Equipos

- Inyectora marca Atlas.
- Espectrofotómetro de Infrarrojo con Transformada de Fourier, marca
   PerkinElmer Spectrum Two con software Spectrum.
- Espectrofotómetro Spectronic 21D, marca Milton Roy.
- Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL modelo JSM-6010A.
- BlueHill Lite de INSTRON<sup>®</sup> Modelo 2519-107.

- Micrómetro Digimatic IP65 MITUTOYO<sup>®</sup>, modelo MDC-1" MJ.
- Balanza analítica, marca Ohaus, con sensibilidad de 0.0001 g.
- Cámara de radiación con 3 lámparas UV de 254 nm.
- Sistema de Biodegradación.
- Microscopio óptico marca ABBE MPT01 Modelo YJ-2016.

### 3.4 Obtención del almidón termoplástico (TPS)

Se usó almidón de maíz normal sin modificar que contiene aproximadamente 73% de amilopectina y 27% de amilosa marca SIGMA\_ALDRICH<sup>®</sup>, almidón de mango normal sin modificar con contenido aproximado de 69% de amilopectina y 31% de amilosa obtenido de cotiledón de mango ataulfo originario de Acapulco de Juárez en el estado de Guerrero; y almidón de papa sin modificar que contiene aproximadamente 75% de amilopectina y 25% de amilosa marca SIGMA ALDRICH<sup>®</sup>.

Se secaron los tres tipos de almidón en la estufa durante 24 h a una temperatura de 80° C para retirar el exceso de agua. Posteriormente se preparó la mezcla de almidón/glicerol con una concentración de 65:35 respectivamente, a temperatura ambiente y luego se almacenó durante la noche para que los gránulos de almidón se hincharan (Alidadi-Shamsabadi, Behzad, Bagheri, & Nari-Nasrabadi, 2015).

## 3.5 Elaboración de las probetas de LDPE/TPS

Se elaboraron las probetas en forma de hueso con las dimensiones y tamaño de acuerdo a la norma ASTM D638, mezclando LDPE obtenido de la empresa SOLQUIM SA DE CV Petroquímica de PEMEX grado industrial, con los diferentes tipos de almidón en una inyectora marca Atlas (Figura 8), con una formulación de 0.50 g de LDPE y 0.50 g de TPS maíz, mango y papa respectivamente, utilizando una temperatura de 180°C y 60 RPM.



Figura 8. Inyectora utilizada en la elaboración de las probetas, marca Atlas.

## 3.6 Irradiación de las probetas por UV

Se sometieron las probetas a irradiación dentro de la cámara con 3 lámparas UV a 254 nm en intervalos de tiempo de 0 y 15 días como se muestra en la Figura 9.



Figura 9. Probetas en irradiación dentro de la cámara UV a 254 nm.

## 3.7 Preparación y enriquecimiento del medio de cultivo de los microorganismos

Se empleó un medio de cultivo especial de macro y micro elementos, los cuales se muestran en la Tabla 1, manteniendo un pH de 7 y siendo el LDPE la única fuente de carbono del medio necesario para el crecimiento de los microorganismos presentes en los humus (Meza, 2013).

Tabla 1. Macro y micro elementos del medio de crecimiento.

Reactivo	Fórmula	Concentración (g/L)	
Sulfato de amonio	$(NH_4)_2SO_4$	1.00	
Nitrato de sodio	$NaNO_3$	1.00	
Fosfato ácido de potasio	$K_2HPO_4$	1.00	
Cloruro de potasio	KCI	1.00	
Sulfato de magnesio heptahidratado	$MgSO_4(7H_2O)$	.20	
Extracto de levadura (fuente de nitrógeno).		.10	

El enriquecimiento consistió en transvasar 250 mL del medio de crecimiento a 2 diferentes matraces estériles de 500 mL en donde se añadió 0.5 g (6 pellets aprox.) de LDPE y 2.5 g de cada humus.

## 3.8 Adaptación y obtención de biomasa de las bacterias nativas de los humus

Para la adaptación y obtención de la biomasa se procedió a incubar a los matraces enriquecidos a temperatura ambiente a 26°C durante 30 días (Figura 10).



Figura 10. Obtención de biomasa a partir de humus sólido y líquido.

## 3.9 Cinética de crecimiento de las bacterias nativas de los humus

El crecimiento de las bacterias nativas de los humus sólido y líquido de lombriz se cuantificó por espectrofotometría usando el equipo UV/Visible Spectronic 21D, marca Milton Roy (Figura 11). Se tomó 1 mL en una celda de cuarzo y se midió la absorbancia a una longitud de onda de 600 nm. Este procedimiento se realizó cada 3 días previa homogenización (Meza, 2013).



Figura 11. Espectrofotómetro UV/Visible Spectronic 21D, marca Milton Roy.

#### 3.10 Recuento celular de las bacterias nativas de los humus

El conteo celular (células/mL) se determinó a través de la turbidez con el espectrofotómetro UV/Visible Spectronic 21D, marca Milton Roy. Usualmente, la turbidez se define como la absorbancia de un medio de crecimiento a una longitud de onda de 600 nm.

Según estudios realizados por Ausubel *et al.* 2014, se determinó que el valor de conversión 1  $OD_{600}$ = 1 X  $10^9$  células/mL era aplicable para un solo tipo de organismo *Escherichia coli*.

Posteriormente, con otros estudios realizados por el mismo grupo de trabajo antes mencionado se determinó que el valor de conversión 1  $OD_{600}$ = 1 X  $10^9$  células/mL dependía del tamaño y de la forma de las células de cultivo, estableciendo que este valor de conversión era aplicable para microorganismos que estén formando parte de consorcios en un medio de cultivo.

## 3.11 Biodegradación de las probetas de LDPE/TPS por acción de las bacterias nativas de los diferentes tipos de humus

Se inició la biodegradación después de 30 días de adaptación. Se tomó una alícuota de 25 mL del medio enriquecido y se transvasó a nuevos matraces añadiendo 225 mL de medio para completar un volumen de 250 mL. Posteriormente se sometieron las probetas de LDPE/almidón al medio de crecimiento de los diferentes tratamientos (Figura 12).



Figura 12. Biodegradabilidad de las probetas con los diferentes tipos de humus.

### 3.12 Evaluación de la degradación por pérdida de peso

La biodegradabilidad por pérdida de peso (miligramos) a través del tiempo, es decir, que se pesaron las probetas de LDPE/Almidón al iniciar y posteriormente al finalizar los 30 días de experimentación, estimando los miligramos de pérdida del peso residual de las probetas por la acción de las bacterias nativas de los humus (Mosfata *et al.*, 2010). Para determinar el porcentaje de pérdida de peso residual de las probetas LDPE/almidón se usó la siguiente fórmula matemática:

$$p\'erdida = \frac{Winicial - Wfinal}{Winicial} \times 100$$

Winicial = Peso inicial del plástico [mg]

Wfinal= Peso final del plástico en función del tiempo (30 días) [mg].

## 3.13 Evaluación de la degradación por FTIR

Las pruebas de Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier se realizaron en la División de Estudios de Posgrado e Investigación del Instituto Tecnológico de Zacatepec. Las muestras se caracterizaron en un

espectrofotómetro de infrarrojo con transformada de Fourier marca PerkinElmer Spectrum Two con software Spectrum (Figura 13). Los espectros se obtuvieron por la acumulación de 16 barridos, dentro del intervalo de onda de 4000 a 650 cm<sup>-1</sup>, se realizó al inicio, después del pre-tratamiento de radiación UV y al término de los 30 días de experimentación en el sistema de biodegradación.



**Figura 13.** Espectrofotómetro de Infrarrojo con transformada de Fourier, PerkinElmer Spectrum Two.

### 3.14 Evaluación de la degradación por resistencia mecánica

Para la prueba de resistencia mecánica los ensayos mecánicos se realizaron según la norma ASTM D638. Antes del ensayo, todas las muestras de prueba se acondicionaron durante 40 h en un desecador con 50% de humedad relativa a temperatura ambiente. Los ensayos de tracción se llevaron a cabo usando una máquina de ensayo Instron (M350-10CT) con una carga de 500 N y una velocidad de ensayo de 4 mm/min. Al menos cinco réplicas se ensayaron para cada muestra.

## 3.15 Evaluación de la degradación por SEM

Las pruebas de Microscopía Electrónica de Barrido se realizaron en la División de Estudios de Posgrado e Investigación del Instituto Tecnológico de Zacatepec. Las muestras se caracterizaron en un Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL modelo JSM-6010A (Figura 14). Se examinaron la microestructura superficial y transversal de las probetas. Se colocaron las

muestras en una placa de aluminio con cinta de carbono y se introdujo en el microscopio electrónico para hacer incidir un haz de electrones, el modo de operación fue al alto vacío con magnificaciones de 150 X y 300 X.



Figura 14. Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL modelo JSM-6010A.

### 3.16 Evaluación de la degradación por microscopía óptica

Las Microscopías Óptica de las muestras, se realizaron en la División de Estudios de Posgrado e Investigación del Instituto Tecnológico de Zacatepec, las morfologías de las probetas se analizaron en un Microscopio Óptico marca ABBE MPT01 Modelo YJ-2016, utilizando magnificaciones de 10X con una cámara adaptada WIFI CAMERA EYEPIECE la aplicación UCAM PLUS APP.

#### 3.17 Evaluaciones DSC

El análisis de calorimetría diferencial de barrido se realizó en un equipo TA Instrument DSC 2100 New Castle, DE. Se tomaron de 7 a 8 mg de muestra colocándose en charolas de aluminio, siendo selladas herméticamente utilizando una prensa mecánica, como referencia se utilizó una charola de aluminio vacía. La muestra se sometió a un programa de calentamiento en el intervalo de 25 a 300°C y una velocidad de calentamiento de 10°C/min, generando una atmósfera inerte en la celda por circulación de 50 mL/min de gas nitrógeno (pureza 99.9%). Los resultados fueron analizados con el

programa TA Instruments Universal Analysis 2000, donde muestra la temperatura de fusión (Tm).

### 3.18 Diseño del experimento

Se realizó un diseño experimental considerando 3 factores: A (tipo de almidón con 3 niveles: maíz, mango y papa), B (tiempo de radiación con 2 niveles: 0 y 15 días) y C (tipo de humus con 2 niveles: sólido y líquido) y 6 réplicas. El diseño completo consistió en 72 corridas experimentales realizadas de manera aleatoria con el uso del software Minitab 18. Las respuestas analizadas en el experimento fueron: pérdida de peso (Y<sub>1</sub>) y esfuerzo a la tensión (Y<sub>2</sub>). Lo anterior se muestra en la Figura 15 y en los Anexos B y C.

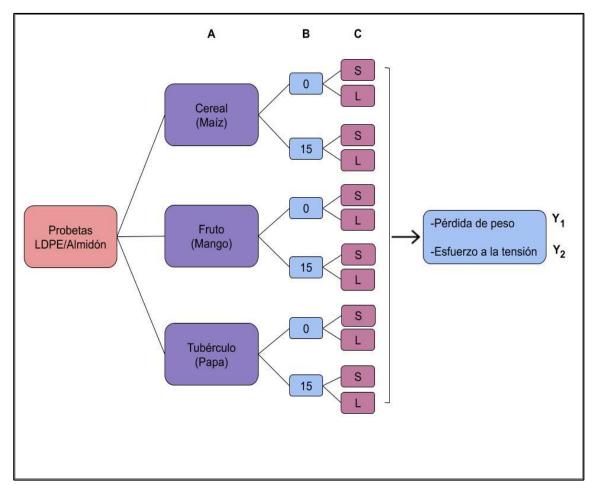


Figura 15. Diseño del experimento.

# CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1 Obtención del TPS

La Figura 16 muestra los diferentes tipos de almidón seco y la presentación de éstos cuando fueron mezclados con glicerol, los cuales siempre mostraron diferente tonalidad y aspecto.



**Figura 16.** a) Almidón seco de maíz, mango y papa. b) Obtención del TPS de maíz, mango y papa.

### 4.2 Elaboración de las probetas LDPE/TPS

Se obtuvieron 72 probetas de los diferentes materiales, 24 probetas de LDPE/maíz, 24 probetas de LDPE/mango y 24 probetas de LDPE/papa; observándose desde su elaboración distintas tonalidades y texturas, como se muestra en la Figura 17.

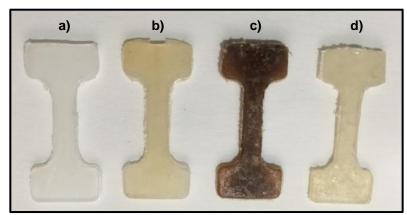


Figura 17. Probetas de a) LDPE, b) LDPE/maíz, c) LDPE/mango y d) LDPE/papa.

## 4.3 Curva de crecimiento de las bacterias de los dos tipos de humus usando LDPE como fuente de carbono

Las bacterias de los humus asimilaron al LDPE como su única fuente de carbono. La Figura 18 muestra la curva de crecimiento de las bacterias del humus de lombriz tanto sólido como líquido, observándose en ambos el crecimiento de bacterias en el medio a partir de la primera hora de experimentación. La fase de crecimiento exponencial se encontró entre las horas 9 y 12 para el humus líquido y entre las horas 7 y 12 para el humus sólido.

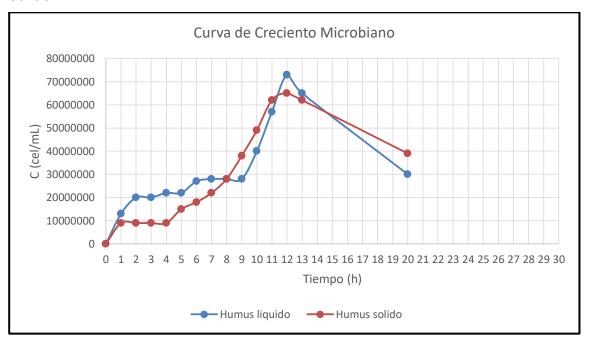


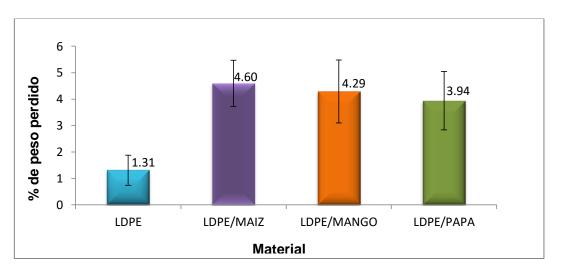
Figura 18. Curva de crecimiento de las bacterias del humus sólido y líquido con LDPE.

## 4.4 Resultados de radiación por UV

## 4.4.1 Determinación de porcentaje de pérdida de peso después de radiación UV

Una vez que las probetas fueron retiradas de la cámara de radiación UV se tomó el dato del peso de cada una de ellas en la balanza analítica, de las cuales todas mostraron una disminución con este pre-tratamiento respecto a su peso inicial.

El promedio de los datos obtenidos a partir de las 6 muestras se observa en la Figura 19; como puede notarse se consiguió una mayor degradación con las probetas elaboradas con LDPE/Maíz que fueron las que mostraron mayor pérdida de peso con 4.60%, seguidas de LDPE/Mango con 4.29% y finalmente las elaboradas con LDPE/Papa con 3.94%. Cabe mencionar que en el caso de las probetas elaboradas con LDPE puro, la pérdida de peso fue de 1.31% como resultado de la radiación UV. Los resultados obtenidos indicaron que la tasa de degradación por UV de las mezclas LDPE/Almidón son mayores que la de LDPE puro, esto significa que el almidón juega un papel importante en la mejora de la tasa de degradación por radiación UV (EI-rehim, Hegazy, Ali, & Rabie, 2004).



**Figura 19.** Gráfica del promedio de la pérdida de peso con respecto a cada tipo de almidón después del pre-tratamiento de radiación UV.

## 4.4.2 Caracterización por FTIR después de radiación UV

El análisis mediante FTIR permite caracterizar la estructura química a través de la identificación de los grupos funcionales presentes en cada muestra analizada. En la Figura 20 se muestra el espectro obtenido de la caracterización de los diferentes tipos de Almidón termoplástico (TPS Maíz, TPS Mango y TPS Papa).

En la región que marca el espectro entre 1700 y 800 cm<sup>-1</sup> se encuentra la huella digital, región donde se presentan los picos característicos en polisacáridos. En la región entre 3600 y 3000 cm<sup>-1</sup> se encuentra el pico correspondiente al estiramiento de los O-H. Entre 3000 y 2800 cm<sup>-1</sup> se encuentra el estiramiento C-H.

Se observa una banda característica presente en los 3 tipos de almidón en 930 cm<sup>-1</sup>, atribuida a los enlaces α-1,4 glucosídicos, (C-O-C). El pico en 1163 cm<sup>-1</sup> se atribuye a los modos de acoplamiento de C-O y en la región entre 1450 y 1610 cm<sup>-1</sup> al estiramiento C-C de la estructura de los polisacáridos. La banda existente en 1642 cm<sup>-1</sup> representa el agua adsorbida en la región amorfa de los gránulos de almidón. Esta banda está relacionada con la cristalinidad del almidón, la variación del pico en esta región dependerá del porcentaje de cristalinidad, mientras más amorfo, el pico será más intenso (Lorenzo, 2019). Se observa una señal en 2920 cm<sup>-1</sup> el cual está relacionado a la cantidad de amilosa y amilopectina presente en los gránulos de almidón. Mientras mayor sea la señal en esta región, mayor cantidad de amilosa tendrá el almidón. Con ésta señal se validó que quién presenta mayor porcentaje de amilosa en su estructura es el almidón de mango.

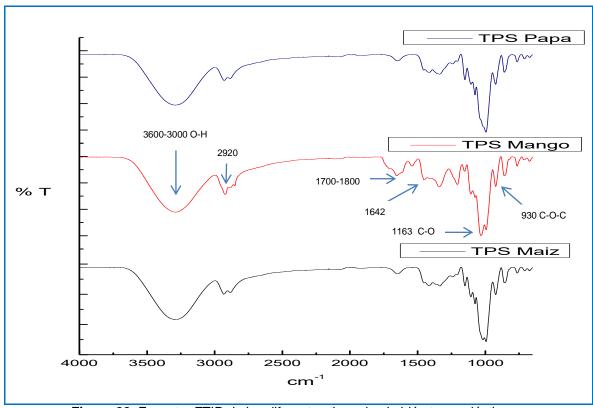
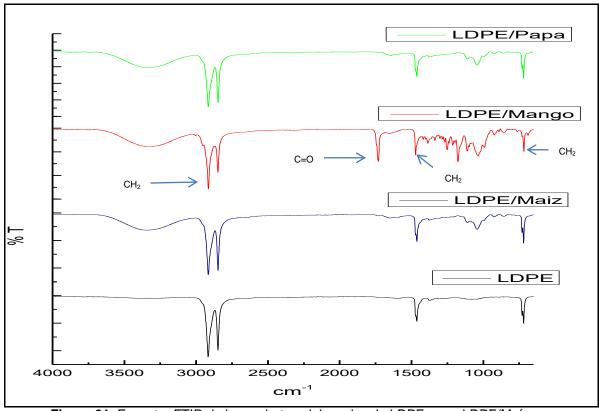


Figura 20. Espectro FTIR de los diferentes tipos de almidón termoplástico.

Posteriormente se analizaron por espectroscopía FTIR las probetas elaboradas con LDPE puro, LDPE/Maíz, LDPE/Mango y LDPE/Papa, obteniendo los espectros que se muestran en la Figura 21, en los cuales se aprecia la aparición de una banda en 1700 cm<sup>-1</sup> característica del grupo carbonilo (C=O), únicamente para el almidón de mango, lo que podría indicar que las temperaturas utilizadas en la inyectora para realizar la mezcla LDPE/Mango están propiciando un proceso de caramelización de la glucosa presente en este tipo de almidón (Badui Dergal, 2006). En lo que respecta al grupo OH se ve disminuido en los tres tipos de almidón con respecto a los espectros anteriores, esto puede ser debido a que el grosor de la probeta no permite detectar los grupos presentes al interior del compuesto.

Además aparecen las señales características de los grupos funcionales presentes en el LDPE, estiramiento asimétrico y simétrico del CH<sub>2</sub> en el rango de 3000-2800 cm<sup>-1</sup>, flexión tijera del CH<sub>2</sub> en el rango de 1500-1400 cm<sup>-1</sup> y

movimiento alternado del CH<sub>2</sub> entre 740-720 cm<sup>-1</sup> (Gulmine, Janissek, Heise, & Akcelrud, 2002).



**Figura 21.** Espectro FTIR de las probetas elaboradas de LDPE puro, LDPE/Maíz, LDPE/Mango y LDPE/Papa.

Luego de que fueron elaboradas las probetas se sometieron al pre-tratamiento en la cámara de radiación UV por un lapso de 15 días; transcurrido el tiempo se analizó mediante FTIR para evaluar si ocurría algún efecto con la radiación UV sobre las mezclas de LDPE/Almidón.

La Figura 22 muestra los espectros de las mezclas LDPE/Almidón expuestas a radiación. Como puede observarse siguen apareciendo los picos característicos correspondientes al LDPE; adicionalmente se nota en las 3 mezclas de LDPE/Almidón la aparición de una nueva banda en 1712 cm<sup>-1</sup> correspondiente al grupo carbonilo (C=O).

La aparición del nuevo pico de absorción indicó que los grupos carbonilo se desarrollaron y el LDPE experimentó un desgaste químico (es decir degradación foto-oxidativa) después de la radiación UV.

El mecanismo para el LDPE en este experimento fue la foto-oxidación causada por reacciones en cadena de radicales libres, como se ilustra en la Figura 23. Para los plásticos la radiación UV tiene suficiente energía para dividir los enlaces C-C (375 KJ/mol) y los enlaces C-H (420 KJ/mol), por tanto, partes de los radicales libres se formaron como resultado de la escisión de los enlaces C-C y C-H bajo condiciones de radiación UV. Además algunos grupos cromóforos, por ejemplo varios monómeros sin reaccionar (C=C), grupos carbonilo (C=O) y grupos de hidroperóxido (ROOH) introducidos a partir de la fabricación de plásticos también se inician mediante radiación UV lo que dio lugar a la formación de radicales libres y completó así las reacciones de iniciación de la cadena, la escisión de la cadena y la reticulación se produjo en el polímero. Y el grupo carbonilo (C=O) se desarrolló después de la degradación foto-oxidativa (Cai, Wang, Peng, Wu, & Tan, 2018).

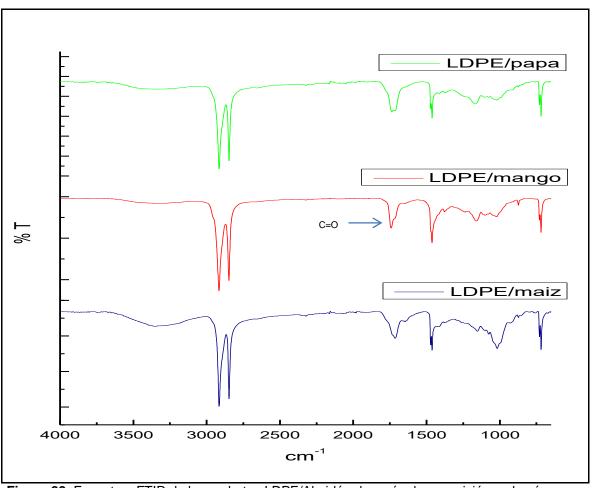
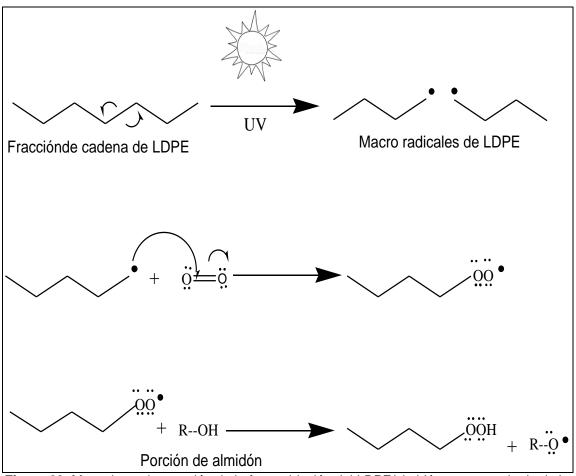


Figura 22. Espectros FTIR de las probetas LDPE/Almidón después de exposición en la cámara UV.



**Figura 23.** Mecanismo de reacción de la foto-oxidación del LDPE/almidón como resultado de la radiación UV. Adaptado de (Acuña, 2017).

## 4.4.3 Evaluación de la propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión después de radiación UV

Las mezclas LDPE/TPS muestran una morfología de dos fases, como puede observarse en los resultados obtenidos por SEM, lo que indica inmiscibilidad de los componentes, mismo que se traduce en una disminución en el comportamiento mecánico de la mezcla (Sandoval, 2008). La mezcla de dos polímeros inmiscibles con alta tensión interfacial como el TPS y el LDPE, puede llevar a morfologías gruesas, mala adhesión en el estado sólido y, por lo tanto, a propiedades mecánicas pobres (Mazerolles *et al.*, 2019).

Algunos investigadores han reportado que la diferencia en las propiedades mecánicas se atribuye al tipo de almidón utilizado (papa, trigo, maíz, tapioca, etc.), así como el grado de ramificación y el proceso de conformación de cada componente del polímero. El almidón comprende dos polisacáridos, amilosa y amilopectina, que exhiben diferentes estructuras cristalinas dependiendo de la fuente botánica. Cereales como el maíz y el trigo exhiben una estructura tipo A, tubérculos como la papa exhiben estructuras tipo B. Las características microestructurales del almidón difieren ampliamente según la fuente botánica. Por ejemplo el peso molecular de la amilosa de papa es aproximadamente cinco veces mayor que el del maíz. En términos del diámetro de los gránulos, el almidón de papa es aproximadamente tres veces el diámetro de los gránulos de almidón de maíz. Por tanto, la fuente botánica y, por lo tanto, la microestructura del almidón tiene un efecto en las propiedades finales de los materiales (Mazerolles *et al.*, 2019). Las características que presentan los almidones utilizados en este trabajo se reportan en la Tabla 2.

Tabla 2. Características de los diferentes tipos de almidón utilizados.

Almidón	Fuente	Tamaño promedio (µm)	Forma	% Amilosa	% Amilopectina		
Maíz	Cereal	15	Redonda/poligonal	27	73		
Mango	Fruto	8	Oval/esférica	31	69		
Papa	Tubérculo	33	Oval/esférica	25	75		

Como es bien sabido, la luz solar UV tiene un efecto en el deterioro en muchos materiales plásticos, incluido el LDPE. Estos materiales, cuando se exponen al ambiente exterior experimentan cambios significativos, a saber, la fotodegradación, que causa la pérdida de características mecánicas y esto depende de la intensidad del sol y otros factores ambientales (El-rehim *et al.*, 2004).

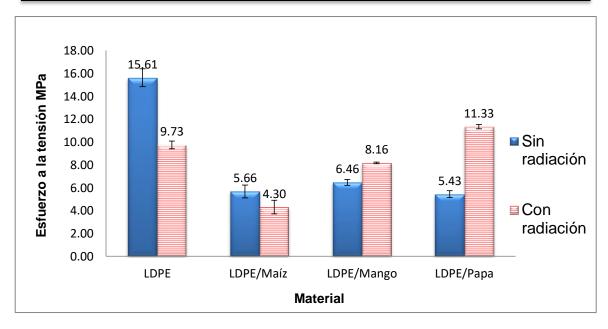
Los datos obtenidos como respuesta a la tensión de las probetas tratadas y no tratadas con radiación UV se pueden observar en la Figura 24.

Puede notarse una disminución en la respuesta a la tensión de las probetas una vez que se mezcló el LDPE con cada uno de los tipos de almidón con respecto a la que presenta el polímero por sí solo, el cual presentaba un esfuerzo a la tensión de 15.61 MPa y disminuyó en las mezclas: LDPE/maíz a 5.66, LDPE/mango a 6.46 y LDPE/papa a 5.43 MPa.

En las probetas elaboradas con LDPE y LDPE/maíz el resultado fue la disminución de la respuesta mecánica después de radiación UV; la variación en la susceptibilidad a la degradación de los gránulos de almidón también depende del origen botánico, lo cual evidencia algunas diferencias estructurales y por consiguiente, cambios en sus propiedades.

En el caso de las probetas elaboradas con LDPE/Mango y LDPE/Papa el efecto fue el contrario, debido al arreglo cristalino que presentan estos dos tipos de almidón (tipo B hexagonal) la respuesta a la tensión incrementó con el pretratamiento de radiación UV, esto debido a que existe más superficie de contacto en este tipo de arreglo cristalino que en el caso del almidón de maíz, el cual presenta otro tipo de arreglo cristalino (tipo A monoclínico) (Qiao, 2017).

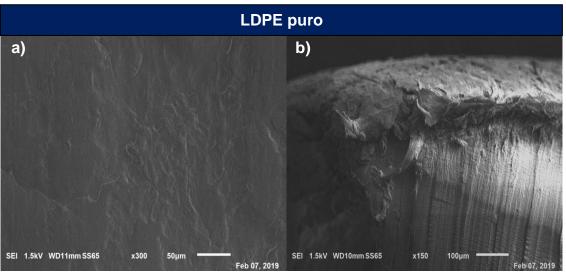
Con el tratamiento de radiación UV se forman grupos polares (C=O) en la molécula, mismos que al estar en contacto con los OH del almidón, se unen mediante puentes de hidrógeno dando como resultado el reordenamiento de las cadenas y por consecuencia el aumento en la resistencia a la tensión como es el caso del material LDPE/mango y LDPE/papa.



**Figura 24.** Evaluación de la propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión de cada uno de los materiales con y sin radiación.

## 4.4.4 Caracterización por microscopía electrónica de barrido (SEM) después de radiación UV

Se tomaron las imágenes SEM tanto de la superficie como de la fractura de las probetas elaboradas con LDPE, LDPE/Maíz, LDPE/Mango y LDPE/Papa, con y sin radiación. En la Figura 25, se observa la superficie y fractura de la probeta elaborada con LDPE puro, el cual presenta la estructura de un solo material, una morfología continua lisa, con textura relativamente homogénea y compacta, tanto en la superficie como en la zona de la fractura sin estar sometido a ningún tipo de tratamiento.



**Figura 25.** Micrografías de a) superficie y b) fractura del LDPE sin tratamiento a 300 y 150 X respectivamente.

Una vez que el LDPE fue sometido al pre-tratamiento de radiación UV durante 15 días presentó cambios en la morfología de su superficie como lo muestra la Figura 26, apareció el patrón común de degradación que son las grietas como resultado de la fotodegradación que sufrió el material parecidas a los resultados reportados por (Song *et al.*, 2017).

La formación de grietas se atribuye principalmente a la degradación fotooxidativa continua. Además las grietas son una extensión de las fracturas que actúan como concentradores de estrés y de fractura (Cooper & Corcoran, 2012), por lo tanto, es posible que las grietas promuevan una mayor fragmentación del LDPE. Sin embrago, los plásticos con grietas y/o escamas son propensos a experimentar una mayor fragmentación en el entorno natural (incluidos los efectos bióticos y abióticos), lo que da lugar a la producción de microplásticos o nanoplásticos más pequeños (Cai *et al.*, 2018).

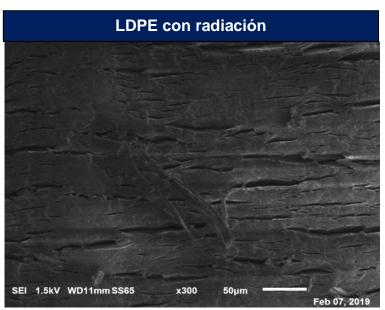


Figura 26. Micrografía de la superficie del LDPE después de pre-tratamiento de radiación UV.

Las micrografías de la Figura 27 muestran la superficie de la probeta elaborada con LDPE/maíz, con 300X de magnificación en la superficie se puede notar la ausencia de los gránulos de almidón de maíz, evidencia de la plastificación o desestructuración de los gránulos de almidón bajo las condiciones de procesamiento y el plastificante utilizado. Los plastificantes promueven la fragmentación y la desestructuración de los gránulos de almidón, ya que al difundirse en el gránulo reducen los enlaces de hidrógeno inter e intramoleculares de las cadenas de amilosa y amilopectina, de tal manera que plastifican las cadenas de almidón durante el mezclado (Cuevas, 2017).

Por el contrario, la Figura 28 muestra la micrografía de la probeta de LDPE/maíz que fue sometida dentro de la cámara de radiación UV durante 15 días la cual muestra cambios en la superficie, se pueden notar a 150X las grietas provocadas por la radiación UV y en la zona de la fractura es posible notar la presencia de algunos gránulos de almidón de maíz.



**Figura 27.** Micrografías de a) superficie y b) fractura de la probeta de LDPE/maíz sin tratamiento.

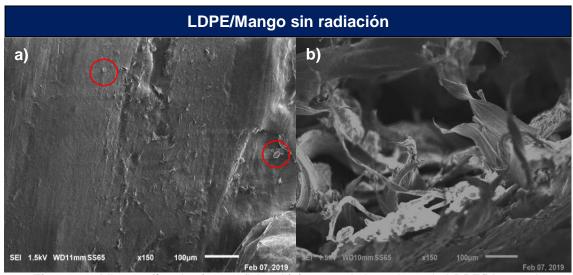


**Figura 28.** Micrografías de a) superficie y b) fractura de la probeta de LDPE/maíz después de pre-tratamiento de radiación UV.

La morfología depende en parte del tipo de plastificante que se utilice, en la Figura 29 se observó una superficie rugosa en la mezcla LDPE/mango. Algunos autores han reportado que la superficie rugosa podría ser una sugerencia de la presencia de un material semicristalino. El glicerol es un plastificante conocido por su fuerte interacción con el almidón a una escala molecular, debido a la formación de enlaces de hidrógeno con las macromoléculas del almidón,

específicamente la amilosa (Cuevas, 2017). También se puede notar la presencia de algunos gránulos de almidón en la superficie del material.

Como puede observarse en la Figura 30, la morfología de la superficie de la probeta elaborada con LDPE/mango cambió después de estar expuesta en radiación UV, se nota la presencia de grietas, como resultado de la ruptura de las cadenas en el material compuesto.



**Figura 29.** Micrografías de a) superficie y b) fractura de la probeta de LDPE/Mango sin tratamiento.



**Figura 30.** Micrografía de la superficie de la probeta LDPE/Mango después de pre-tratamiento de radiación UV.

La caracterización por SEM mostró claramente algunas cavidades creadas en la superficie de la mezcla LDPE/papa, lo cual indicó inmiscibilidad de sus componentes como se muestra en la Figura 31a, en la zona de fractura se puede notar la presencia de los gránulos de almidón de papa (Figura 31b).

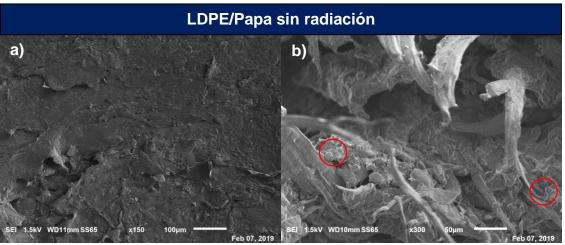
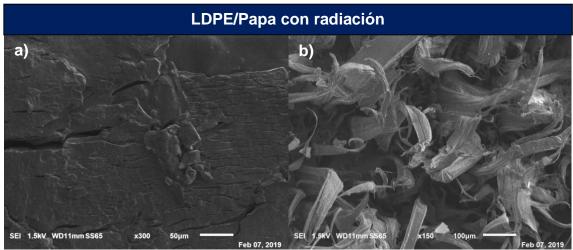


Figura 31. Micrografía de a) superficie y b) fractura de la probeta LDPE/Papa sin tratamiento.

Una vez expuesta a radiación UV la probeta elaborada con LDPE/papa presentó cambios en su morfología, en la Figura 32a se aprecian las grietas que sufrió el material como resultado de la fotodegradación por radiación UV (Cai *et al.*, 2018), así como en la Figura 32b en la zona de fractura se nota la morfología del material con un aspecto más fibroso, lo que corrobora los resultados obtenidos del incremento en la respuesta a la tensión y los resultados en DSC en donde disminuyó la curva que presenta la parte amorfa del material.



**Figura 32.** Micrografías de a) superficie y b) fractura de la probeta de LDPE/papa después de pre-tratamiento de radiación UV.

### 4.4.5 Evaluación de la degradación por microscopia óptica después de radiación UV

El ensayo de microscopía óptica se realizó con las probetas que se fracturaron en las pruebas de tensión, con una magnificación de 10X se obtuvieron las imágenes que muestran las Figuras 33-40.

En la Figura 33 se observa la probeta elaborada con LDPE puro, el cual presenta una superficie lisa y en la zona de la fractura se pueden visualizar las cadenas fibrosas que presenta este tipo de polímero. En cuanto a la muestra de la probeta LDPE/maíz que recibió el tratamiento de radiación UV, se puede notar en la Figura 34 la aparición de las grietas características de la fotodegradación que sufrió el material.

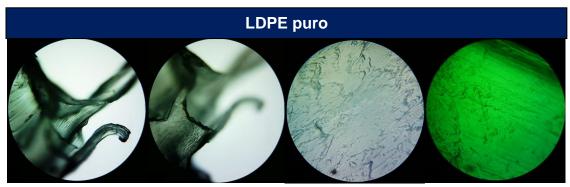
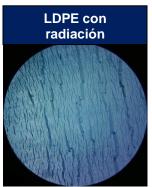


Figura 33. Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de magnificación del LDPE puro.



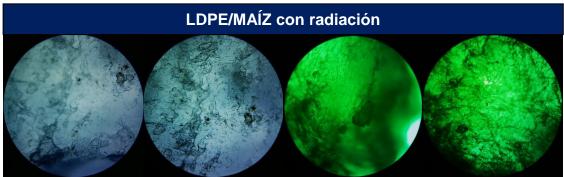
**Figura 34.** Imágen tomada con microscopio óptico con 10X de magnificación del LDPE puro con radiación.

La probeta elaborada con LDPE/maíz sin tratamiento se observa en la micrografía de la Figura 35, la superficie muestra la presencia de aglomerados de almidón en algunos sitios y concentraciones muy marcadas del mismo en la zona de la fractura.



**Figura 35.** Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de magnificación de LDPE/maíz sin radiación.

La Figura 36 muestra el material compuesto de LDPE/maíz después del tratamiento de radiación UV, en la cual se observa que la superficie cambió su morfología volviéndose más rugosa, lo que indica que aumentó su porcentaje de cristalinidad en el material como resultado del reordenamiento de las cadenas que se rompieron con el tratamiento de radiación UV.



**Figura 36.** Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de magnificación de LDPE/maíz con radiación.

Se puede apreciar la superficie y fractura de la probeta elaborada con LDPE/mango sin tratamiento en la Figura 37, se notan algunas zonas con mayor concentración de almidón, lo que indica que no se consiguió formar una mezcla homogénea a lo largo del material compuesto.



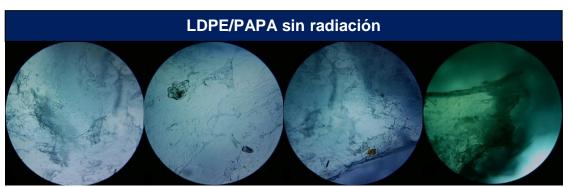
**Figura 37.** Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de magnificación de LDPE/mango sin radiación.

En la Figura 38 se observa como el material compuesto por LDPE/mango cambió también su morfología con respecto a la que mostraba antes del tratamiento de radiación, se observan grietas y en la parte de la ruptura se ve muy marcada la concentración de almidón en diferentes puntos.

La Figura 39 muestra la mezcla LDPE/papa sin radiación, se notaron también aglomerados de almidón en algunas zonas de la probeta.



**Figura 38.** Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de magnificación de LDPE/mango con radiación.



**Figura 39.** Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de magnificación de LDPE/papa sin radiación.

Las micrografías de la Figura 40 muestran el LDPE/papa con radiación, en donde se puede observar el cambio en la morfología, mostrándose rugosa y en la fractura se puede apreciar la concentración de almidón en algunos puntos.



**Figura 40.** Imágenes tomadas con microscopio óptico con 10X de magnificación de LDPE/Almidón de papa con radiación.

### 4.4.6 Análisis de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) después de radiación UV

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) se usó para determinar el parámetro de Temperatura de fusión (Tm) de LDPE, LDPE/Maíz y LDPE/Papa antes y después de estar sometidas en el tratamiento de radiación UV.

Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 3 y en las Figuras 41-46.

Como se puede observar el material elaborado con LDPE/maíz aumentó su temperatura de fusión como resultado de la radiación UV, dicho incremento indica el aumento en la cristalinidad del material, lo que supone que hubo rompimiento de las cadenas amorfas como resultado de la fotodegradación propiciando la realineación de las mismas y por consecuencia el aumento en su cristalinidad. Además se puede notar que requirió menos energía para alcanzar su punto de fusión, lo que concuerda con los resultados obtenidos en el esfuerzo a la tensión del material, que disminuyó sus propiedades mecánicas al volverse más cristalino. Mientras mayor sea la cristalinidad de un material, éste presenta mejor estabilidad térmica (Lorenzo, 2019).

En el caso del material de LDPE puro perdió estabilidad térmica con el tratamiento, lo mismo sucedió con LDPE/Papa, lo que indica que el grado de cristalinidad de estos materiales disminuyó con el tratamiento de radiación UV (El-rehim et al., 2004); es decir, que el material presenta cambios en el tamaño de sus cadenas, a medida que el tamaño del cristal y/o la longitud de la cadena polimérica disminuye, la Tm de la mezcla disminuye. Además puede notarse en el material de LDPE/papa que la energía requerida para alcanzar su punto de fusión fue casi al doble después del tratamiento, lo que coincide con los resultados obtenidos en la respuesta a la tensión, en los cuales también hubo incremento, esto debido al tipo de arreglo cristalino que presenta este tipo de almidón, el cual tiene mayor capacidad de almacenar agua en su arreglo.

Tabla 3. Temperatura de fusión (Tm) de las probetas.

	LDPE puro	LDPE Maíz	LDPE/Papa
Sin radiación	113.10 °C (92.08 J/g)	112.75°C (58.87 J/g)	113.15°C(43.65 J/g)
Con radiación	112.13°C (113.1 J/g)	112.80°C (55.11 J/g)	112.95°C (84.88 J/g)

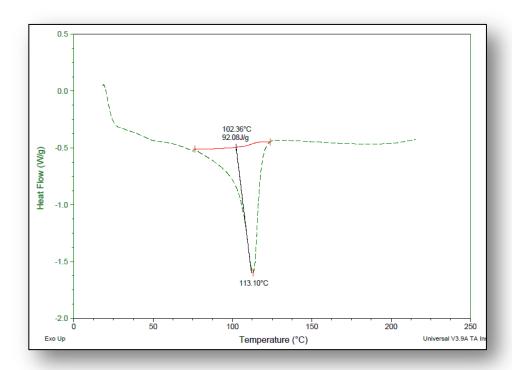


Figura 41. DSC de LDPE puro antes de radiación UV.

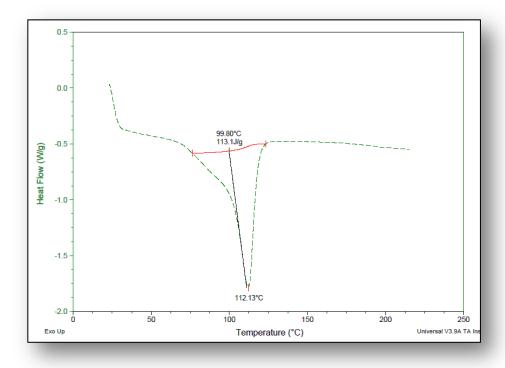


Figura 42. DSC de LDPE puro después de radiación UV.

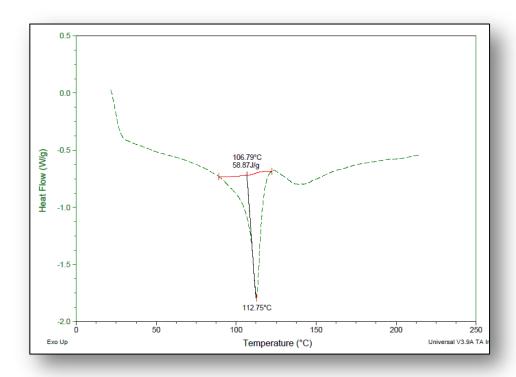


Figura 43. DSC de LDPE/Maíz antes de radiación UV.

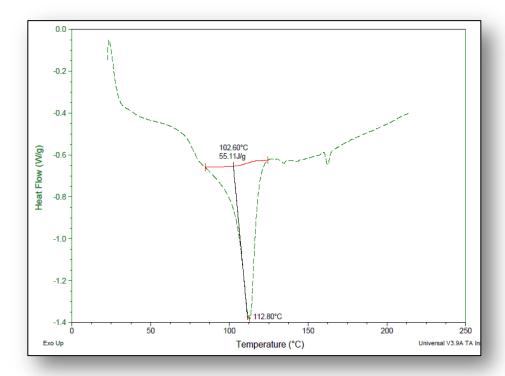


Figura 44. DSC de LDPE/Maíz después de radiación UV.

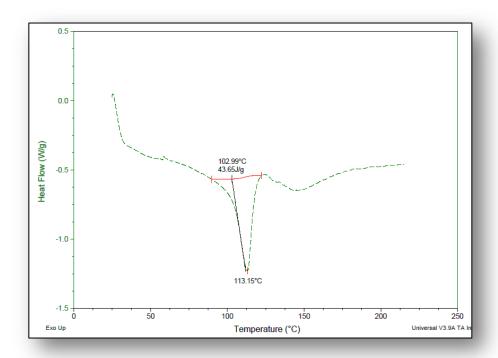


Figura 45. DSC de LDPE/Papa antes de radiación UV.

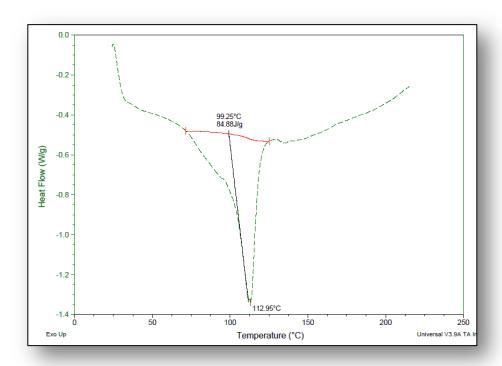


Figura 46. DSC de LDPE/Papa después de radiación UV.

#### 4.5 Resultados de biodegradación

### 4.5.1 Determinación de porcentaje de pérdida de peso después de biodegradación

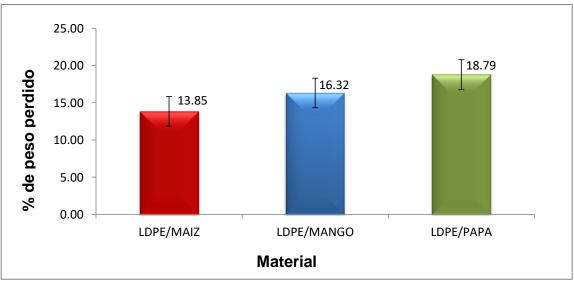
La biodegradabilidad o biodegradación es un proceso metabólico enzimático realizado por los microorganismos como bacterias y algunos hongos, los cuales secretan enzimas que se encargan de romper la estructura molecular del plástico reduciéndolo (degradándole) en su peso a través del tiempo (Kale, Deshmukh, Dudhare, & Patil, 2015). Alonso *et al.*, en 2008 para cuantificar la biodegradación de un tipo de plástico, evaluaron la pérdida de peso del polímero por acción de uno o varios microorganismos en un tiempo determinado. Por su parte, Sonil *et al*, 2010, establecieron que la biodegradación es la comparación entre el peso inicial y final del plástico antes y después de la incubación de este junto con los microorganismos en estudio en un tiempo dado.

En el presente trabajo, luego de estar sometidas 30 días las probetas en el sistema de biodegradación con los 2 diferentes medios se evaluó la pérdida de peso que sufrió cada probeta; obteniendo los resultados que se muestran en la Figura 47, como puede observarse, las probetas elaboradas con LDPE/Papa obtuvieron en promedio, una mayor pérdida de peso después de estar expuestas en el sistema de biodegradación.

La diferencia en el porcentaje de degradación por pérdida de peso se debe a las características que poseen cada uno de los tipos de almidón utilizados; en los patrones de difracción de rayos X que se obtienen de almidones de diferentes fuentes éstos se pueden agrupar en dos tipos principales (tipo A y tipo B). El tipo A es característico del almidón de cereales y se distingue por el denso empaquetamiento de las dobles hélices y el tipo B, en el que las dobles hélices están arregladas de tal manera que permiten que moléculas de agua queden incluidas en el arreglo. En algunos almidones, principalmente del tipo A, se ha observado la presencia de canales amorfos o poros que podrían estar

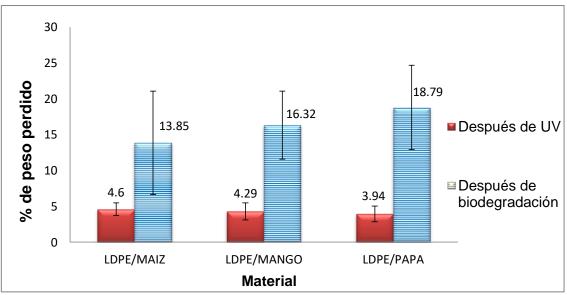
relacionados con la mayor o menor susceptibilidad del almidón a la degradación enzimática, pues los almidones cuyos gránulos presentan éstas estructuras tienden a ser más fácilmente degradados.

Además del peso molecular, la amilosa y la amilopectina presentan diferencias en la capacidad para asociarse con otras moléculas, la naturaleza química de la amilosa provoca que forme asociaciones con pequeñas moléculas hidrófobas, por lo que es común que a la fracción de amilosa se encuentre asociada una proporción alta de lípidos, mientras que la amilopectina contiene grupos fosfatos unidos de manera covalente. El nivel de fosforilación varía con el origen botánico del almidón, encontrándose que el almidón que proviene de cereales presenta niveles de fosforilación apenas perceptibles (<0.01%), mientras que el almidón de papa está altamente fosforilado (0.5%). Los grupos fosfato están unidos como monoésteres en las posiciones C-3 y C-6 de las unidades de glucosa y esta fosforilación parece que ocurre tanto durante la síntesis como durante la degradación del almidón. La fosforilación en la posición C-3 principalmente, puede modificar el empaquetamiento de las dobles hélices y esto de alguna manera puede alterar el ordenamiento del gránulo y cambiar la interacción con las proteínas que se asocian con el almidón para llevar a cabo su degradación, pues se tienen evidencias de que si se disminuye el grado de fosforilación también la degradación se ve disminuida (Bernal & Martínez-Barajas, 2006). Lo que coincide con los resultados obtenidos, en donde la mezcla de LDPE/papa fue la que obtuvo un mayor porcentaje de degradación (18.79%) y LDPE/maíz la que tuvo el menor (13.85%).



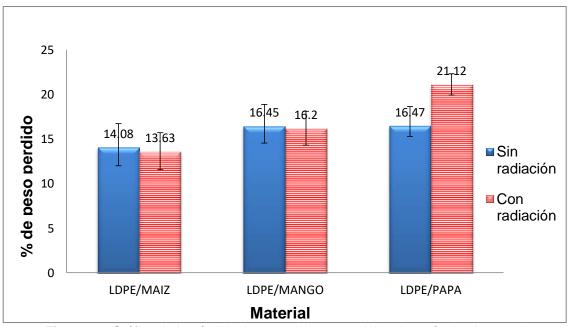
**Figura 47.** Gráfica de la pérdida de peso con respecto a cada tipo de almidón después de sistema de biodegradación.

En la Figura 48 se muestran los porcentajes de pérdida de peso de las probetas después de estar sometidas en la cámara de radiación UV y posteriormente después de estar sometidas en el sistema de biodegradación de cada tipo de almidón, se puede observar que en cuanto a degradación por UV el material que sufrió mayor pérdida de peso fue el LDPE/maíz, seguido de LDPE/mango y finalmente LDPE/papa, pero al analizar los resultados obtenidos después del sistema de biodegradación se obtuvo mayor pérdida de peso con el material LDPE/papa, seguido de LDPE/mango y finalmente LDPE/maíz, ésto se debe como se mencionaba anteriormente a que el almidón de papa presenta un mayor grado de fosforilación con respecto a los otros tipos de almidón, además algunos autores han reportado que el almidón de papa es utilizado por microorganismos como fuente de fósforo.



**Figura 48.** Gráfica de la pérdida de peso después de radiación UV y después de sistema de biodegradación (con y sin radiación UV).

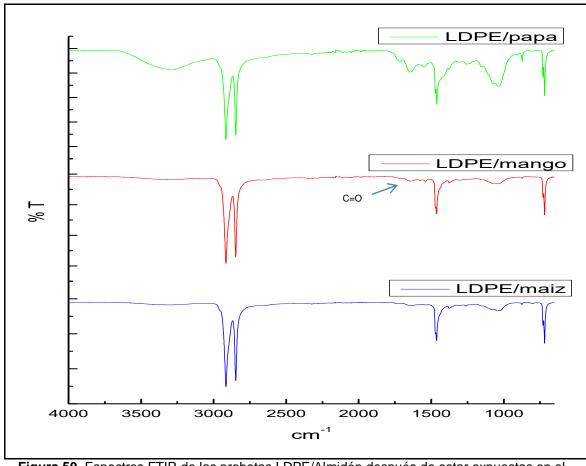
Se realizó el análisis de los materiales elaborados con LDPE/almidón una vez que fueron retirados del sistema de biodegradación, tanto de los que fueron irradiados como los que no se sometieron a dicho pre-tratamiento, los resultados se muestran en la Figura 49, donde se puede observar que el material que tuvo un mayor porcentaje de biodegradación fue el de LDPE/papa que fue sometido al pre-tratamiento de radiación UV. Lo que indica que hubo un efecto sinérgico de ambos tratamientos a la hora de llevarse a cabo biodegradación por los microorganismos presentes en los humus.



**Figura 49.** Gráfica de la pérdida de peso de los materiales después de sistema de biodegradación (con y sin radiación UV).

#### 4.5.2 Caracterización por FTIR después de biodegradación

Una vez recuperadas las probetas que fueron sometidas dentro del sistema de biodegradación se les evaluó mediante FTIR mostrando como resultado el espectro de la Figura 50, mediante el cual se puede corroborar el efecto de la biodegradación con la desaparición del grupo carbonilo (C=O), el cual es metabolizado por acción enzimática de los microorganismos presentes en los humus de lombriz, como lo reporta Acuña, 2017.



**Figura 50.** Espectros FTIR de las probetas LDPE/Almidón después de estar expuestas en el sistema de biodegradación.

# 4.5.3 Evaluación de la propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión después de biodegradación

Una vez finalizado el tiempo de exposición de las probetas al sistema de biodegradación se evaluó nuevamente la respuesta de esfuerzo a la tensión, obteniendo los resultados presentados en la Figura 51 para determinar si hubo cambios en el material como resultado de la biodegradación.

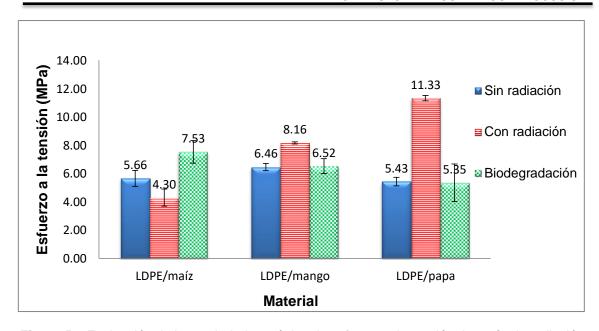
Como puede observarse, hay una tendencia en el caso de las probetas elaboradas con LDPE/mango y LDPE/papa las cuales al estar expuestas a radiación UV aumentaron sus propiedades mecánicas y posteriormente éstas disminuyeron luego de estar en biodegradación. Caso contrario sucedió con las

elaboradas con LDPE/maíz, las cuales con la radiación UV disminuyeron sus propiedades y al estar sometidas a biodegradación aumentaron.

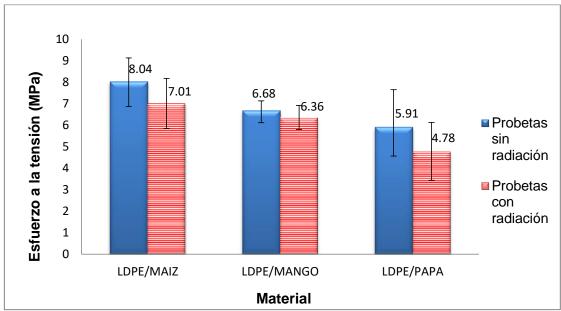
Durante la α-amilolisis del almidón, las regiones menos cristalinas son más fácilmente degradadas que las regiones cristalinas. Se ha sugerido que la velocidad de hidrólisis del almidón depende, en gran medida, de la distribución de las zonas cristalina y semi-cristalina, así como del tamaño e interacción de sus componentes (Bernal & Martínez-Barajas, 2006).

En el caso del material LDPE/maíz las propiedades mecánicas aumentaron después de estar en el sistema de biodegradación, esto se puede atribuir a las reacciones bióticas que consumen el almidón, así como a la parte amorfa del LDPE. De esta manera, la relación en peso de la parte cristalina del LDPE aumenta, es decir, el aumento aparente en la cristalinidad de la muestra se debe principalmente a la totalidad de la fase amorfa al lado del almidón en la mezcla que se consume por el efecto de los microorganismos, quedando como residuo la parte cristalina del LDPE que es el responsable en el aumento de la respuesta a la tensión.

De igual manera se analizaron los resultados de las probetas que fueron retiradas del sistema de biodegradación, tanto de las que recibieron el pretratamiento de radiación UV como de las que no lo recibieron, los resultados se muestran en la Figura 52, donde se puede apreciar que el material elaborado con LDPE/papa que fue sometido a radiación UV, fue el que presentó una menor respuesta a la tensión, lo que se traduce en que es el material más biodegradado por acción de los microorganismos presentes en los humus utilizados.



**Figura 51.** Evaluación de la propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión después de radiación UV y después de sistema de biodegradación.



**Figura 52.** Evaluación de la propiedad mecánica de esfuerzo a la tensión después de biodegradación (con y sin radiación UV).

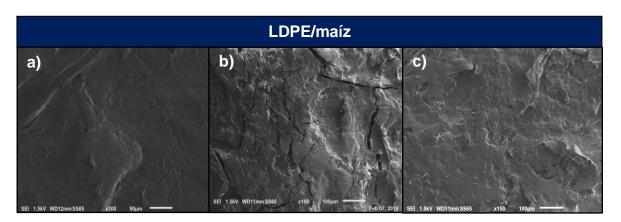
## 4.5.4 Caracterización por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) después de biodegradación

Posteriormente, se realizó la caracterización de las probetas que estuvieron dentro de los medios de biodegradación que utilizaron humus de lombriz como fuente de microorganismos por Microscopía Electrónica de Barrido.

El análisis SEM confirmó la degradación al revelar la presencia de porosidad y fragilidad de la superficie del polietileno degradada por microorganismos presentes en los humus.

Las Figuras 53-55 muestran las micrografías obtenidas de las superficies de los materiales LDPE/almidón después de estar sometidas en el sistema de biodegradación.

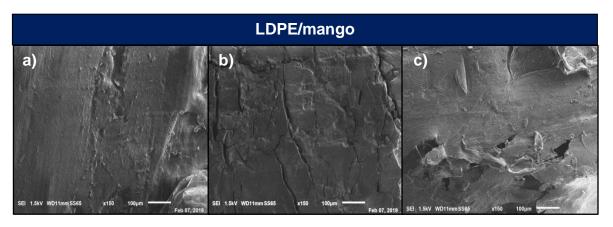
En el material compuesto de LDPE/maíz se nota la superficie lisa y homogénea antes de radiación UV (Figura 53a), después de radiación UV (Figura 53b) se aprecian las grietas como resultado de la fotodegradación que sufrió el material y en la Figura 53c se observa la superficie biodegradada del material y es posible apreciar aún algunos gránulos de almidón de maíz.



**Figura 53.** Micrografías SEM de LDPE/maíz a) antes b) después de radiación UV y c) Después de biodegradación.

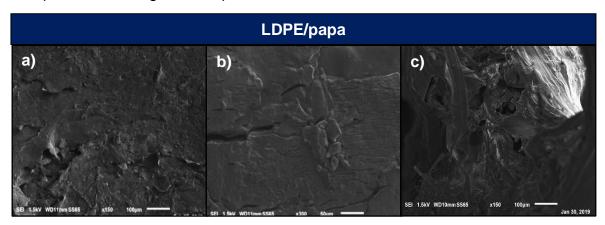
La superficie del material LDPE/mango se puede observar en la Figura 54, donde se notan los cambios sufridos después de cada uno de los tratamientos, se observa primero (Figura 54a) una superficie rugosa y algunas escamas al

momento de que fue elaborado, después de estar en el tratamiento de radiación UV (Figura 54b) aparecen las grietas de la fotodegradación y después de estar sometidos en el sistema de biodegradación (Figura 54c) se aprecian los huecos como resultado de la biodegradación por microorganismos.



**Figura 54.** Micrografías SEM de LDPE/mango a) antes b) después de radiación UV y c) Después de biodegradación.

La Figura 55 muestra la superficie de la probeta elaborada con LDPE/papa al momento de su elaboración (Figura 55a), donde se aprecia la inmiscibilidad de sus componentes, después de estar expuesta en radiación UV aparecen las grietas (Figura 55b) y después de estar en el sistema de biodegradación se aprecian huecos como resultado de la biodegradación (Figura 55c) llevada a cabo por los microorganismos presentes en los humus utilizados.



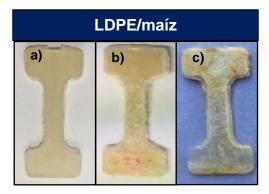
**Figura 55.** Micrografías SEM de LDPE/papa a) antes b) después de radiación UV y c) Después de biodegradación.

#### 4.5.5 Aspecto físico

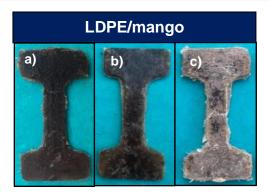
Las probetas elaboradas obtuvieron diferentes tonalidades, esto dependió del tipo de almidón utilizado.

En las Figuras 56-58 se muestran las imágenes de las probetas elaboradas con LDPE/maíz, LDPE/mango y LDPE/papa respectivamente, en las cuales se pueden observar los cambios que sufrieron en el aspecto físico después de estar sometidas al pre-tratamiento de radiación UV y después del sistema de biodegradación. Las mezclas de los tres tipos de almidón mostraron la misma tendencia; después de estar expuestas a radiación UV la superficie se mostró rugosa, siendo LDPE/papa en la que fue más notorio el cambio.

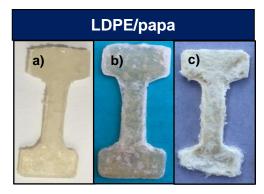
Transcurridos los 30 días de biodegradación se procedió a limpiar y retirar el exceso de humedad de las probetas que estuvieron dentro del sistema de biodegradación; las tres mezclas se vieron afectadas, siendo nuevamente la elaborada con LDPE/papa la que sufrió mayor desgaste en su aspecto físico, se volvió más flexible y perdió la forma de probeta que tenía inicialmente y se podía notar a simple vista. Para el caso de LDPE/mango el cambio en la tonalidad fue muy notorio, pasando de café obscuro a una tonalidad blanco grisácea y en LDPE/maíz pasó de una tonalidad beige y homogénea a un aspecto beige con tonalidades blancas por el efecto de la biodegradación.



**Figura 56.** Imágenes de la probeta LDPE/maíz a) sin tratamiento, b) después de pretratamiento de radiación UV y c) después de biodegradación.



**Figura 57.** Imágenes de la probeta LDPE/mango a) sin tratamiento, b) después de pretratamiento de radiación UV y c) después de biodegradación.



**Figura 58.** Imágenes de la probeta LDPE/papa a) sin tratamiento, b) después de pretratamiento de radiación UV y c) después de biodegradación.

#### 4.6 Análisis estadístico de los resultados

### 4.6.1 Análisis estadístico para la respuesta de % de pérdida de peso después de radiación UV

Para el análisis estadístico, se tomaron como datos de observación los porcentajes de pérdida de peso recolectados de la experimentación de las probetas. Dichos datos fueron analizados mediante la herramienta estadística de Análisis de Varianza utilizando el software Minitab 18.

En este caso se estudiaron 2 factores diferentes para analizar la pérdida de peso, el primer factor es el tipo de almidón (A) y el segundo es el tiempo de radiación UV (B) así como la interacción entre ellos. El nivel de confianza utilizado en la prueba fue del 95% ( $\alpha$ =0.05).

De acuerdo a Walpole et al, 2012, para que exista la influencia de los factores en la respuesta estudiada, el valor "P" debe ser menor que  $\alpha$  (P< $\alpha$ ). Las hipótesis establecidas para determinar la influencia de los factores considerados respecto a la pérdida de peso después de radiación UV son las siguientes:

#### Factor A:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2 = \sigma_3^2$$

 $H_1$ : No todas las varianzas son iguales

$$\alpha = 0.05$$

#### Factor B:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$$

$$H_1: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$$

$$\alpha = 0.05$$

#### Interacción entre factores A y B

$$H_0: \sigma_{AB (1,1)}^2 = \sigma_{AB (1,2)}^2 ... = \sigma_{AB (3,2)}^2$$

 $H_1$ : Al menos una de las  $\sigma_{AB(i,j)}^2$ son  $\neq$ 

La tabla ANOVA elaborada con el software Minitab 18 para la evaluación fue la siguiente:

Tabla 4. Tabla ANOVA para el análisis de la pérdida de peso después de radiación UV.

Analysis of Variance								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value			
Almidón (A)	2	0.047024	0.023512	41.61	0.000			
Tiempo radiación (B)	1	0.023231	0.023231	42.12	0.000			
A*B	2	0.000164	0.000082	0.14	0.865			
Error	66	0.037289	0.000565					
Total	71	0.107708						

**Factor A Decisión:** Se rechaza H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se rechaza  $H_0$  debido a que el factor A si influye en el % de pérdida de peso del material.

**Factor B Decisión:** Se rechaza H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se rechaza  $H_0$  debido a que el factor B si influye en el % de pérdida de peso del material.

**Factor A\*B** Decisión: Se acepta H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se acepta  $H_0$  debido a que el factor A\*B no influye en el % de pérdida de peso del material.

Analizando los datos (Tabla 4) obtenidos en el ANOVA de 2 factores, con un nivel de significancia α=0.05, se determinó que de los 2 factores considerados, el factor Tipo de almidón (A) y Tiempo de radiación (B) tienen influencia significativa en la pérdida de peso del material compuesto LDPE/Almidón.

Además, se revela que el tiempo de radiación (B) es el factor que afecta significativamente la variable respuesta con una F= 42.12.

## 4.6.2 Análisis estadístico para la respuesta de esfuerzo a la tensión después de radiación UV

Para este caso se estudiaron 2 factores diferentes para el esfuerzo a la tensión, el primer factor es el tipo de almidón (A) y el segundo es el tiempo de radiación UV (B) así como la interacción entre ellos. El nivel de confianza utilizado en la prueba fue del 95% ( $\alpha$ =0.05).

Las hipótesis establecidas para determinar la influencia de los factores considerados respecto a la respuesta de esfuerzo a la tensión después de radiación UV son las siguientes:

#### Factor A:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2 = \sigma_3^2$$

 $H_1$ : No todas las varianzas son iguales

$$\alpha = 0.05$$

#### Factor B:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$$

$$H_1: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$$

$$\alpha = 0.05$$

#### Interacción entre factores A y B

$$H_0: \sigma_{AB \; (1,1)}^2 = \; \sigma_{AB \; (1,2)}^2 \ldots = \; \sigma_{AB \; (3,2)}^2$$

 $H_1$ : Al menos una de las  $\sigma^2_{AB(i,j)}$ son  $\neq$ 

La tabla ANOVA elaborada con el software Minitab 18 para la evaluación fue la siguiente:

**Tabla 5.** Tabla ANOVA para el análisis de la respuesta de esfuerzo a la tensión después de radiación UV.

Analysis of Variance								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value			
Almidón (A)	2	36.279	18.1396	123.28	0.000			
Tiempo radiación (B)	1	19.465	19.4646	132.29	0.000			
A*B	2	39.992	19.9960	135.90	0.000			
Error	12	1.766	0.1471					
Total	17	97.501						

**Factor A Decisión:** Se rechaza H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se rechaza H<sub>0</sub> debido a que el factor A si influye en el cambio en las propiedades mecánicas del material.

**Factor B Decisión:** Se rechaza H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se rechaza H<sub>0</sub> debido a que el factor B si influye en el cambio en las propiedades mecánicas del material.

Factor A\*B Decisión: Se rechaza H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se rechaza  $H_0$  debido a que el factor  $A^*B$  si influye en el cambio en las propiedades mecánicas del material.

Analizando los datos (Tabla 5) obtenidos en el ANOVA de 2 factores, con un nivel de significancia α=0.05, se determinó que de los 2 factores considerados, el factor Tipo de almidón (A) y Tiempo de radiación (B), así como la interacción entre ambos tienen influencia significativa en la respuesta de esfuerzo a la tensión del material LDPE/Almidón.

Además, se revela que la interacción entre ambos es el factor que afecta significativamente la variable respuesta con una F= 135.90.

## 4.6.3 Análisis estadístico de la respuesta pérdida de peso después de biodegradación

Para este caso se estudiaron 3 factores diferentes para analizar la pérdida de peso después de biodegradación, el primer factor es el tipo de almidón (A), el segundo es el tiempo de radiación UV (B) y el tercero es el tipo de humus (C) así como la interacción entre ellos. El nivel de confianza utilizado en la prueba fue del 95% ( $\alpha$ =0.05).

Las hipótesis establecidas para determinar la influencia de los factores considerados respecto a la respuesta de pérdida de peso después de biodegradación son las siguientes:

#### Factor A:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2 = \sigma_3^2$$

 $H_1$ : No todas las varianzas son iguales

$$\alpha = 0.05$$

#### Factor B:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$$

$$H_1: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$$

$$\alpha = 0.05$$

#### Factor C:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$$

$$H_1: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$$

$$\alpha = 0.05$$

Interacción entre factores A, B y C

$$H_0: \sigma^2_{ABC (1,1,1)} = \sigma^2_{ABC (1,1,2)} ... = \sigma^2_{ABC (3,2,2)}$$

 $H_1$ : Al menos una de las  $\sigma_{AB(i,j)}^2$ son  $\neq$ 

La tabla ANOVA elaborada con el software Minitab 18 para la evaluación fue la siguiente:

Tabla 6. Tabla ANOVA para el análisis de la pérdida de peso después de biodegradación.

Analysis of Variance							
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value		
Almidón (A)	2	0.061022	0.030511	11.55	0.000		
Tiempo radiación (B)	1	0.004743	0.004743	1.80	0.185		
Humus (C)	1	0.011725	0.011725	4.44	0.039		
Almidón*Tiempo radiación	2	0.003823	0.001911	0.72	0.489		
Almidón*Humus	2	0.002433	0.001217	0.46	0.633		
Tiempo radiación*Humus	1	0.001742	0.001742	0.66	0.420		
Almidón*Tiempo radiación*Humus	2	0.000843	0.000421	0.16	0.853		
Error	60	0.158514	0.002642				
Total	71	0.244846					

#### **Factor A Decisión:** Se rechaza H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se rechaza  $H_0$  debido a que el factor A si influye en el % de pérdida de peso del material.

#### **Factor B Decisión:** Se acepta H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se acepta  $H_0$  debido a que el factor B no influye en el % de pérdida de peso del material.

#### **Factor C Decisión:** Se rechaza H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se rechaza  $H_0$  debido a que el factor C si influye en el % de pérdida de peso del material.

#### **Factor A\*B Decisión:** Se acepta H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se acepta  $H_0$  debido a que el factor A\*B no influye en el % de pérdida de peso del material.

Factor A\*C Decisión: Se acepta H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se acepta  $H_0$  debido a que el factor A\*C no influye en el % de pérdida de peso del material.

**Factor B\*C Decisión:** Se acepta H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se acepta  $H_0$  debido a que el factor B\*C no influye en el % de pérdida de peso del material.

Factor A\*B\*C Decisión: Se acepta H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se acepta H<sub>0</sub> debido a que el factor A\*B\*C no influye en el % de pérdida de peso del material.

Se analizaron los datos (Tabla 6) obtenidos en el ANOVA de 3 factores, con un nivel de significancia  $\alpha$ =0.05, con lo cual se determinó que de los 3 factores considerados, el factor Tipo de almidón (A) y Tipo de humus (C) tienen influencia significativa en el % de pérdida de peso del material compuesto LDPE/Almidón.

Además, se revela que el tipo de almidón (A) es el factor que afecta significativamente la variable respuesta con una F= 11.55.

## 4.6.4 Análisis estadístico de la respuesta de esfuerzo a la tensión después de biodegradación

Para este caso se estudiaron 3 factores diferentes para el esfuerzo a la tensión, el primer factor es el tipo de almidón (A), el segundo es el tiempo de radiación UV (B) y el tercero es el tipo de humus (C) así como la interacción entre ellos. El nivel de confianza utilizado en la prueba fue del 95% ( $\alpha$ =0.05).

Las hipótesis establecidas para determinar la influencia de los factores considerados respecto a la respuesta de esfuerzo a la tensión después de radiación UV son las siguientes:

#### Factor A:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2 = \sigma_3^2$$

 $H_1$ : No todas las varianzas son iguales

$$\alpha = 0.05$$

#### Factor B:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$$

$$H_1: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$$

$$\alpha = 0.05$$

#### Factor C:

$$H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2$$

$$H_1: \sigma_1^2 \neq \sigma_2^2$$

$$\alpha = 0.05$$

Interacción entre factores A, B y C

$$H_0: \sigma_{AB (1,1,1)}^2 = \sigma_{AB (1,1,2)}^2 \dots = \sigma_{AB (3,2,2)}^2$$

 $H_1$ : Al menos una de las  $\sigma_{AB(i,j)}^2$ son  $\neq$ 

La tabla ANOVA elaborada con el software Minitab 18 para la evaluación fue la siguiente:

**Tabla 7.** Tabla ANOVA para el análisis de la respuesta de esfuerzo a la tensión después de biodegradación.

Analysis of Variance							
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value		
Almidón (A)	2	57.058	28.5291	20.36	0.000		
Tiempo radiación (B)	1	12.322	12.3219	8.79	0.004		
Humus (C)	1	1.137	1.1371	0.81	0.371		
Almidón*Tiempo radiación	2	2.362	1.1808	0.84	0.436		
Almidón*Humus	2	0.655	0.3273	0.23	0.792		
Tiempo radiación*Humus	1	0.513	0.5134	0.37	0.547		
Almidón*Tiempo radiación*Humus	2	1.048	0.5242	0.37	0.690		
Error	60	84.073	1.4012				
Total	71	159.169					

#### **Factor A Decisión:** Se rechaza H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se rechaza H<sub>0</sub> debido a que el factor A si influye en el cambio en el esfuerzo a la tensión del material LDPE/almidón.

#### **Factor B Decisión:** Se rechaza H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se rechaza H<sub>0</sub> debido a que el factor B si influye en el cambio en el esfuerzo a la tensión del material LDPE/almidón.

#### **Factor C** Decisión: Se acepta H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se acepta H<sub>0</sub> debido a que el factor C no influye en el cambio en el esfuerzo a la tensión del material LDPE/almidón.

#### **Factor A\*B Decisión:** Se acepta H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se acepta  $H_0$  debido a que el factor A\*B no influye en el cambio en el esfuerzo a la tensión del material LDPE/almidón.

**Factor A\*C** Decisión: Se acepta H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se acepta H<sub>0</sub> debido a que el factor A\*C no influye en el cambio en el esfuerzo a la tensión del material LDPE/almidón.

**Factor B\*C Decisión:** Se acepta H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se acepta  $H_0$  debido a que el factor B\*C no influye en el % de pérdida de peso del material.

Factor A\*B\*C Decisión: Se acepta H<sub>0</sub>

**Discusión:** Con un nivel de significancia de 5% se acepta H<sub>0</sub> debido a que el factor A\*B\*C no influye en el cambio en el esfuerzo a la tensión del material LDPE/almidón.

Se analizaron los datos (Tabla 7) obtenidos en el ANOVA de 3 factores, con un nivel de significancia  $\alpha$ =0.05, con lo cual se determinó que de los factores considerados, el factor Tipo de almidón (A) y Tiempo de radiación (B) tienen influencia significativa en el cambio en el esfuerzo a la tensión del material compuesto LDPE/Almidón.

Además, se revela que el tipo de almidón (A) es el factor que afecta significativamente la variable respuesta con una F= 20.36.

# CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

#### **CONCLUSIONES**

Se cumplieron los objetivos y se validó la hipótesis planteada para el desarrollo del proyecto, concluyendo lo siguiente:

El tipo de almidón mezclado con LDPE tiene un efecto significativo sobre los tiempos de biodegradación del polietileno de baja densidad de acuerdo con los resultados obtenidos en la Tabla 6 de ANOVA para el análisis de la pérdida de peso después de biodegradación.

Los espectros FTIR indican que hubo cambios en el material compuesto LDPE/almidón después de estar sometido en la cámara de radiación UV, con la formación del grupo carbonilo (C=O) y posteriormente la desaparición del mismo por el proceso de metabolización llevado a cabo por los microorganismos presentes en los humus utilizados.

Las micrografías SEM mostraron los cambios en las morfologías del material LDPE/almidón después del pre-tratamiento de radiación UV con la aparición de las grietas como resultado de la fotodegradación de las cadenas, y el cambio de la morfología después de la exposición dentro del sistema de biodegradación con la observación de huecos y espacios donde el material fue biodegradado por los microorganismos.

El material LDPE/almidón perdió peso después de radiación UV y después de estar sometido al sistema de biodegradación, dependiendo el tipo de almidón utilizado fue el porcentaje de pérdida de peso obtenido.

Dependiendo el tipo de almidón utilizado se pueden afectar las propiedades mecánicas de un material compuesto LDPE/almidón.

Con los resultados obtenidos se puede concluir que el tipo de almidón más recomendable para realizar un material compuesto con las propiedades deseadas es el de papa, debido a que cuando es sometido a radiación UV se forman los grupos carbonilo (C=O) que se busca conseguir para su posterior biodegradación, además de que la respuesta a la tensión mejora considerablemente con el tratamiento de radiación, lo que indica que se puede dar un segundo uso al LDPE, y una vez que éste es sometido al sistema de biodegradación fue el que más perdió peso, comprobando con ello que el consorcio microbiano obtenido a partir de humus de lombriz utiliza el LDPE como única fuente de carbono para llevar a cabo sus procesos metabólicos.

Con base en los resultados obtenidos en el ANOVA es posible validar estadísticamente con un nivel de confianza del 95% que el tipo de almidón utilizado tiene influencia significativa en la biodegradación del material compuesto LDPE/almidón.

#### RECOMENDACIONES

Con base en los resultados obtenidos se recomienda para futuros trabajos lo siguiente:

- Ampliar el estudio en los materiales compuestos de LDPE con TPS de papa.
- Someter los diferentes materiales compuestos a 10 y 20 días de exposición a radiación UV para evaluar el impacto en la formación de grupos carbonilo (C=O) y el efecto en sus propiedades mecánicas.
- Elaborar las probetas con diferentes concentraciones de almidón

- Aumentar el tiempo de exposición en el sistema de biodegradación y evaluar con alguna Norma ASTM si el material podría declararse como "biodegradable".
- Estudiar la mezcla de LDPE con algún otro tipo de almidón para evaluar las respuestas a los tratamientos utilizados en este trabajo.
- Realizar pruebas de biodegradación en suelo con los microorganismos obtenidos del humus de lombriz.
- ➤ Utilizar otra fuente de obtención de microorganismos para evaluar la biodegradabilidad del material con un consorcio distinto al utilizado en este trabajo.

# **REFERENCIAS**

- Acuña, N. R. (2017). Revisión bibliografica sobre los microorganismos biodegradadores de polietileno de baja densidad y sus efectos en el material. Journal of Clinical and Aesthetic Dermatology. https://doi.org/10.1111/j.1469-7610.2010.02280.x
- Albertsson, A. (1980). The shape of the biodegradation curve for low and high density polyethenes in prolonged series of experiments. *European polymer journal*. Vol. 16, 623-630
- Alidadi-Shamsabadi, M., Behzad, T., Bagheri, R., & Nari-Nasrabadi, B. (2015). Preparation and characterization of low-density polyethylene/thermoplastic starch composites reinforced by cellulose nanofibers. *Polymer Composites*, 36(12), 2309–2316. https://doi.org/10.1002/pc.23144
- Alonso, M., Lozano, A., Madregal, S., Vilte, E., Apaza, A. & Sarabia, J. (2008). Degradación de poliestireno y polipropilenocon microorganismos de vermicompost. http://www.bvsde.paho.org/bvsacd/aidis12/plasticos.pdf
- Ausubel, F., Brent, R., Kingston, R., & Moore, D. (2004). Shorts protocols in molecular biology. Estados Unidos. http://hum- molgen.org/literature/11-1999/000011.html
- Badui Dergal, S. (2006). Salvador Badui Dergal. Química de los alimentos.
- Bernal, L., & Martínez-Barajas, E. (2006). Una nueva visión de la degradación del almidón. *Rev Del Centro de Inv Méx, Universidad La Salle*, 7(25), 77–90. http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=34202506.

- Botre, S., Jadhav, P., Saraf, L., Rau, K., and Wagle, A. (2015). Screening and isolation of polyethylene degrading bacteria from various sources. International Research Journal of Environment Sciences. 4(11), 58-61.
- Cai, L., Wang, J., Peng, J., Wu, Z., & Tan, X. (2018). Observation of the degradation of three types of plastic pellets exposed to UV irradiation in three different environments. *Science of the Total Environment*, *628–629*, 740–747. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.02.079
- Castellón, C. A., Tejeda, L., & Tejeda L.P. (2016). Evaluación de la degradación ambiental de bolsas plásticas biodegradables. *Informador técnico (Colombia) 80(1)*, 24–32 . https://doi.org/https://doi.org/10.23850/22565035.317
- Cooper, D. A., & Corcoran, P. (2012). Effects of Chemical and Mechanical Weathering Processes on the Degradation of Plastic Debris on Marine Beaches Graduate Program in Geology. *Electronic Thesis and Dissertation Repository*, (January), 371. Retrieved from http://ir.lib.uwo.ca/etd%0Ahttp://ir.lib.uwo.ca/etd/371
- Cuevas, Z.B. (2017). Obtención y caracterización de almidones termoplásticos obtenidos a partir de almidones injertados con poliésteres biodegradables.
- El-rehim, H. A. A., Hegazy, E. A., Ali, A. M., & Rabie, A. M. (2004). Synergistic effect of combining UV-sunlight soil burial treatment on the biodegradation rate of LDPE / starch blends, *163*, 547–556. https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2004.02.003
- Enríquez, M., Velasco, R., & Ortiz, V. (2012). Composición y procesamiento de películas biodegradables basadas en almidón. *Biotecnología En El Sector*

- Agropecuario y Agroindustrial, 10(1), 182–192. Retrieved from http://www.scielo.org.co/pdf/bsaa/v10n1/v10n1a21.pdf
- Garza, J. (2013). Aplicación de diseño de experimentos para el análisis de secado de un producto. *Universidad Autónoma de Nuevo León*. https://www.researchgate.net/publication/316083750
- Gulmine, J. V., Janissek, P. R., Heise, H. M., & Akcelrud, L. (2002). Polyethylene characterization by FTIR. *Polymer Testing*, *21*(5), 557–563. https://doi.org/10.1016/S0142-9418(01)00124-6
- Guzmán, M., Giraldo, D., and Murillo, E. (2017). Hyperbranched polyester polyol plasticized tapioca starch/low density polyethylene blends. *Polímeros*, 27(1) 1-7 http://dx.doi.org/10.1590/0104-1428.04816
- Jeong, H., Nam, M. (2014). Degradation of linear low density polyethylene (LLDPE) exposed to UV-irradiation. *European polymer journal*. 52, 146-153.
- Kale, S. K., Deshmukh, A. G., Dudhare, M. S., & Patil, V. B. (2015). Microbial degradation of plastic: a review. *J Biochemical Technology*, *6*(1), 952–961.
- Krzan, A., Hemjinda, S., Miertus, S., Corti, A., & Chiellini, E. (2006). Standardization and certification in the area of environmentally degradable plastics. *Polymer Degradation and Stability*, *91*(12), 2819–2833. https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2006.04.034.
- Lee, B., Pometto, A., Fratzke, A., & Bailey, T. (1991). Biodegradation of degradable plastic polyethylene by Phanerochaete and Streptomycetes species. *Appl. Environ. Microbiol.* 57: 678-685.
- Leites, C., Corralo, J., & Cristina, I. (2017). Starch content affects

- physicochemical properties corn and cassava starch-based films. *Industrial crops & products*. 109, 619-626.
- Li, M., Witt, T., Xie, F., Warren, F., Halley, P., & Gilbert, R. (2015). Biodegradation of starch films: the roles of molecular and crystalline structure. *Carbohydrate polymers*. 122, 115-122 . http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.01.011
- Liyoshi, Y., Tsutsumi, Y. & Nishida, T. (1998). Polyethylene degradation by lignin-degrading fungi and manganese peroxidase. *Journal of wood science*. Vol. 44, 222-229.
- Lorenzo, M., Rendón, J., García, E., Juárez, A. & Rosas, J. (2017). Caracterización de almidón obtenido de mesocarpio y cotiledón de mango (Mangifera indica L.). *Journal CIM*, 5 (2), 1005-1010
- Madrimasd. (2006). Humus y la clasificiación del humus de los suelos.

  Recuperado a partir de https://www.madrimasd.org/blogs/universo/2006/08/18/37767
- Mazerolles, T., Heuzey, M. C., Soliman, M., Martens, H., Kleppinger, R., & Huneault, M. A. (2019). Development of co-continuous morphology in blends of thermoplastic starch and low-density polyethylene. *Carbohydrate Polymers*, 206 (November 2018), 757–766. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.11.038
- Meza, M. F. (2013). Biodegradabilidad de polietileno tereftalato y de oxopolietileno, a nivel de laboratorio, por la accion de bacterias nativas presentes en humus de lombriz, caballo y gallina.
- Montgomery, D. C. (2004). Diseño y Análisis de Experimentos. Limusa Wiley.

https://doi.org/10.1109/RE.2014.6912298.

- Mosfata, H., Sourell, H. & Bockish, F. (2010). The mechanical properties of some bioplastics under different soil types for use as a biodegradabledrip tubes. Institute of Agricultural Technology and Biosystem Engineering, Braunschweig Germany

  http://www.cigrjournal.org/index.php/Ejounral/article/view/1497
- Nguyen, H., Lumdubwong, N. (2016). Starch behaviors and mechanical properties or starch blends films with different plasticizers. *Carbohydrate polymers*, 154, 112-120. http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.08.034
- Qiao, D. Zhang, B., Huang, J., Xie, F., Wang, D., Jiang, F., Zhao, S., & Zhu, J. (2017). Hydration-induced crystalline transformation of starch polymer under ambient conditions. *International Journal of Biological Macromolecules*, 103, 152-157 . http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.05.008
- Quispe, M., López, O., Villar, M. (2019). Oxidative degradation of thermoplastic starch induced by UV radiation. *Tech Science Press*. JRMVol. 7, no. 4 DOI: 10.32604/jrm.2019.04276
- Raaman, N., Rajitha, N., Jayshree, A, & Jegadeesh, R. (2012). Biodegradation of plastic by Aspergillus spp. isolated from polythene polluted sites around Chennai. J. Acad. *Indus. Res.* 1(6) 2278-5213
- Rendón, R. (2010). Producción y caracterización de un polímero natural modificado químicamente por acetilación y con potencial uso en la industria.

- Restrepo-Flórez, J. M., Bassi, A. & Thompson, M. R. (2014). Microbial degradation and deterioration of polyethylene–A review. *International Biodeterioration & Biodegradation*. 88, 83–90.
- Saad, O. (2017). Screening of plastic degrading bacteria from dumped soil area. *Journal of Environmental Science, Toxicology and Food Technology*, Volume II, Issue 5, PP 93-98. https://doi.org/10.9790/2402-1105029398.
- Sandoval, Z. (2008). Estudio del efecto de la orientación biaxial y las características interfaciales de mezclas de polietileno con almidón termoplástico durante la fabricación de botella soplada.
- SEMARNAT. (2018). Contaminación por plásticos en el océano. Cifras alarmantes. Recuperado a partir de https://www.gob.mx/semarnat/articulos/contaminacion-por-plasticos-en-el-oceano-cifras-alarmantes
- Shalini, R., Sasikumar, C. (2015). Effect of microbes on low density polyethylene material degradation with reference to SEM analysis. *International journal of pharma and bio sciences.* 6(4): (B) 447-452.
- Shalini, R and Sasikumar, C. (2015). Biodegradation of low density polythene materials using microbial consortium- an overview. *International journal of pharmaceutical and chemical science*. 2277-5005.
- Sharma, M., Sharma, P., Sharma, A., and Chandra, S. (2015). Microbial degradation of plastic- a brief review. CIBTech journal of microbiology. 4, 85-89.
- Singh, G., Singh, A. K., & Bhatt, K. (2016). Biodegradation of polythenes by bacteria isolated from soil. International Journal of Research and

- Development in Pharmacy and Life Sciences, 5(2), 2056-2062.
- Song, Y. K., Shim, W. J., Hong, S. H., Jang, M., Han, G. M., Rani, M., & Jung, S. W. (2017). Combined effects of UV exposure and mechanical abrasion on microplastic fragmentation by polymer type. *SETAC Europe*, 8(c), 1–2 https://doi.org/10.1021/acs.est.6b06155.
- Sonil. N. & Smiti, S. (2010).Biodegradability of polyethylene by Brevibacillus, Pseudomonas and Rhodococcus spp. VIT University. Tamil Nadu, India.
- Sowmya, H.V., Ramalingappa, B., Nayanashree, G., Thippeswamy, B., & Krishnappa, M. (2015). Polyethylene degradation by fungal consortium. *Int. J. Environ*. Res., 9(3) 823-830.
- Teixeira, E., Pasquini, D., Curvelo, A., Corradini, E., Belgacem, M. & Dufresne,
  A. (2009). Cassava bagasse cellulose nanofibrils reinforced thermoplastic
  cassava starch. *Carbohydrate polymers*. 78, 422-431.
- Tenecela, X. (2012). Producción de humus de lombriz mediante el aprovechamiento y manejo de los residuos orgánicos.
- Tien, M. & Kirk T. (1983).Lignin-degrading enzyme from the Hymenomycete Pha nerochaete chrysosporium Burds. Science 221:661-663.
- Uribe, D., Giraldo, D., Gutierrez, S. & Merino, F. (2010). Biodegradación de polietileno de baja densidad por acción de un consorcio microbiano aislado de un relleno sanitario, Lima, Perú. Universidad de San Marcos, Perú. www.scielo.org.pe/pdf/rpb/v17n1/a17v17n1.pdf
- Vargha, V., Rétháti, G., Heffner, T., Pogácsás, K., Korecz, L., László, Z., ... Kelemen, O. (2016). Behavior of polyethylene films in soil. *Periodica*

Polytechnica Chemical Engineering, 60(1), 60–68. https://doi.org/10.3311/PPch.8281.

- Veethahavya, K.S., Rajath, B.S., Sabike N., & Manoj, K.B. (2016). Biodegradation of low density polyethylene in aqueous media. Procedia enviromental scienses, 35 (2016) 709-713. https://doi.org/10.1016/j.proenv.2016.07.072.
- Walpole, R. E. (2012). Probabilidad y estadística para ingeniería y ciencias. Pearson educación.
- Yang, J., Yang, Y., Wu, W., Zhao, J., and Jiang, L. (2014). Evidence of polyethylene biodegradation by bacterial strains from the guts of plasticeating waxworms. Environmental science & technology. 48, 13776-13784. dx.doi.org/10.1021/es504038a.
- Yepez, L. M. (2014). Degradación de polietileno de baja densidad utilizando hongos. Revisión sistemática de la literatura.
- Yurkanis, P. (2008). Química orgánica. Pearson Educación.

# **ANEXOS**

**ANEXO A.** Tabla de los pesos registrados de los distintos materiales utilizados después de su elaboración y posterior a cada uno de los tratamientos en que fueron sometidos (radiación UV y biodegradación).

MUESTRA	PESO INICIAL	PESO DESPUÉS DE UV	PESO DESPUES DE SISTEMA DE BIODEGRADACIÓN
1	0.7441		0.7131
2	0.6368		0.4973
3	0.6899		0.6267
4	0.6163		0.4964
5	0.6432		0.4581
6	0.6973		0.6363
7	0.7264		0.6539
8	0.7087		0.6340
9	0.6284		0.5334
10	0.7045		0.6705
11	0.7093		0.6113
12	0.6288		0.4877
13	0.6907	0.6651	0.5488
14	0.6506	0.6283	0.4738
15	0.6806	0.6501	0.5841
16	0.6823	0.6518	0.5900
17	0.6818	0.6429	0.5373
18	0.6640	0.6260	0.6191
19	0.6810	0.6500	0.6356
20	0.6918	0.6509	0.5992
21	0.6819	0.6490	0.6643
22	0.6844	0.6499	0.5820
23	0.6456	0.6205	0.5477
24	0.6560	0.6332	0.6075
25	0.6248		0.5692
26	0.6152		0.4884
27	0.6149		0.4755
28	0.6317		0.5077
29	0.6106		0.5531
30	0.6229		0.4938
31	0.6105		0.4834
32	0.6226		0.5612

22	0.0044		0.5000
33	0.6244		0.5336
34	0.6215		0.5650
35	0.6280		0.5083
36	0.6234	0.5004	0.4859
37	0.5886	0.5691	0.5005
38	0.6268	0.5937	0.4631
39	0.5967	0.5728	0.5270
40	0.5782	0.5549	0.4857
41	0.6377	0.6039	0.5481
42	0.5854	0.5573	0.4959
43	0.6445	0.6103	0.5674
44	0.5925	0.5615	0.4792
45	0.5677	0.5454	0.4586
46	0.6380	0.6108	0.5463
47	0.6541	0.6224	0.5576
48	0.5740	0.5674	0.4773
49	0.6522		0.5778
50	0.6772		0.5532
51	0.6524		0.5321
52	0.6449		0.4547
53	0.6625		0.5584
54	0.6680		0.6159
55	0.6543		0.5225
56	0.6946		0.5518
57	0.6423		0.5519
58	0.6756		0.5943
59	0.6705		0.5753
60	0.6691		0.5660
61	0.6389	0.6092	0.5134
62	0.6510	0.6246	0.5050
63	0.6375	0.5990	0.4673
64	0.6663	0.6407	0.4657
65	0.6546	0.6224	0.4870
66	0.6666	0.6344	0.5266
67	0.6614	0.6408	0.5405
68	0.6746	0.6457	0.5701
69	0.6528	0.6307	0.4878
70	0.6332	0.6120	0.4949
71	0.6702	0.6500	0.5621
72	0.6700	0.6578	0.5968

**ANEXO B.** Tabla del DOE elaborado en Minitab del peso registrado de cada uno los distintos materiales utilizados después de sistema de biodegradación.

StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Almidón	Tiempo radiación	Humus	Y <sub>1</sub> (pérdida de peso)
9	1	1	1	1	1	1	0.5334
8	2	1	1	1	1	2	0.6340
1	3	1	1	1	2	1	0.7131
45	4	1	1	1	2	2	0.4586
60	5	1	1	2	1	1	0.5660
3	6	1	1	2	1	2	0.6267
52	7	1	1	2	2	1	0.4547
41	8	1	1	2	2	2	0.5481
59	9	1	1	3	1	1	0.5753
44	10	1	1	3	1	2	0.4792
15	11	1	1	3	2	1	0.5841
21	12	1	1	3	2	2	0.6643
62	13	1	1	1	1	1	0.5050
61	14	1	1	1	1	2	0.5134
37	15	1	1	1	2	1	0.5005
17	16	1	1	1	2	2	0.5373
55	17	1	1	2	1	1	0.5225
35	18	1	1	2	1	2	0.5083
10	19	1	1	2	2	1	0.6705
32	20	1	1	2	2	2	0.5612
31	21	1	1	3	1	1	0.4834
6	22	1	1	3	1	2	0.6363
71	23	1	1	3	2	1	0.5621
22	24	1	1	3	2	2	0.5820
53	25	1	1	1	1	1	0.5584
48	26	1	1	1	1	2	0.4773
69	27	1	1	1	2	1	0.4878
34	28	1	1	1	2	2	0.5650
64	29	1	1	2	1	1	0.4657
42	30	1	1	2	1	2	0.4959
66	31	1	1	2	2	1	0.5266
72	32	1	1	2	2	2	0.5968
24	33	1	1	3	1	1	0.6075
29	34	1	1	3	1	2	0.5531

18	35	1	1	3	2	1	0.6191
65	36	1	1	3	2	2	0.4870
20	37	1	1	1	1	1	0.5992
47	38	1	1	1	1	2	0.5576
23	39	1	1	1	2	1	0.5477
68	40	1	1	1	2	2	0.5701
67	41	1	1	2	1	1	0.5405
28	42	1	1	2	1	2	0.5077
25	43	1	1	2	2	1	0.5692
40	44	1	1	2	2	2	0.4857
33	45	1	1	3	1	1	0.5336
39	46	1	1	3	1	2	0.5270
12	47	1	1	3	2	1	0.4877
38	48	1	1	3	2	2	0.4631
58	49	1	1	1	1	1	0.5943
16	50	1	1	1	1	2	0.5900
30	51	1	1	1	2	1	0.4938
2	52	1	1	1	2	2	0.4973
50	53	1	1	2	1	1	0.5532
13	54	1	1	2	1	2	0.5488
57	55	1	1	2	2	1	0.5519
14	56	1	1	2	2	2	0.4738
63	57	1	1	3	1	1	0.4673
56	58	1	1	3	1	2	0.5518
11	59	1	1	3	2	1	0.6113
19	60	1	1	3	2	2	0.6356
27	61	1	1	1	1	1	0.4755
49	62	1	1	1	1	2	0.5778
43	63	1	1	1	2	1	0.5674
26	64	1	1	1	2	2	0.4884
70	65	1	1	2	1	1	0.4949
7	66	1	1	2	1	2	0.6539
36	67	1	1	2	2	1	0.4859
51	68	1	1	2	2	2	0.5321
46	69	1	1	3	1	1	0.5463
4	70	1	1	3	1	2	0.4964
54	71	1	1	3	2	1	0.6159
5	72	1	1	3	2	2	0.4581

**ANEXO C.** Tabla del DOE elaborado en Minitab del esfuerzo a la tensión registrado de cada uno de los distintos materiales utilizados después de sistema de biodegradación.

StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Almidón	Tiempo radiación	Humus	Y <sub>2</sub> Esfuerzo a la tensión
59	1	1	1	3	2	1	7.12987
32	2	1	1	2	2	2	6.99512
8	3	1	1	2	2	2	8.71303
31	4	1	1	2	2	1	6.33544
51	5	1	1	1	2	1	5.66056
12	6	1	1	3	2	2	5.96686
26	7	1	1	1	1	2	6.36277
63	8	1	1	1	2	1	5.27980
7	9	1	1	2	2	1	8.78811
68	10	1	1	2	2	2	4.82416
47	11	1	1	3	2	1	6.11386
64	12	1	1	1	2	2	4.39381
50	13	1	1	1	1	2	5.91552
19	14	1	1	2	2	1	8.18908
16	15	1	1	1	2	2	8.11922
38	16	1	1	1	1	2	6.25583
33	17	1	1	3	1	1	7.09114
11	18	1	1	3	2	1	7.57557
43	19	1	1	2	2	1	6.95943
53	20	1	1	2	1	1	6.94399
40	21	1	1	1	2	2	6.65004
22	22	1	1	3	1	2	7.02004
28	23	1	1	1	2	2	6.80840
65	24	1	1	2	1	1	5.04203
62	25	1	1	1	1	2	3.75022
1	26	1	1	1	1	1	9.32161
48	27	1	1	3	2	2	6.75827
21	28	1	1	3	1	1	8.21814
10	29	1	1	3	1	2	8.77426
46	30	1	1	3	1	2	6.97384
34	31	1	1	3	1	2	7.19147
52	32	1	1	1	2	2	1.26484

54	33	1	1	2	1	2	7.62283
13	34	1	1	1	1	1	6.67647
14	35	1	1	1	1	2	4.51067
60	36	1	1	3	2	2	6.36374
3	37	1	1	1	2	1	8.72697
6	38	1	1	2	1	2	8.84248
36	39	1	1	3	2	2	6.09322
41	40	1	1	2	1	1	6.47425
58	41	1	1	3	1	2	6.14099
2	42	1	1	1	1	2	7.83684
24	43	1	1	3	2	2	6.90569
55	44	1	1	2	2	1	5.36451
18	45	1	1	2	1	2	8.42505
44	46	1	1	2	2	2	5.32008
15	47	1	1	1	2	1	6.2814
49	48	1	1	1	1	1	7.43316
35	49	1	1	3	2	1	6.80794
71	50	1	1	3	2	1	5.77339
20	51	1	1	2	2	2	7.5838
30	52	1	1	2	1	2	5.90976
42	53	1	1	2	1	2	6.41202
61	54	1	1	1	1	1	4.46038
67	55	1	1	2	2	1	4.70993
72	56	1	1	3	2	2	8.27491
25	57	1	1	1	1	1	6.55811
5	58	1	1	2	1	1	5.96489
45	59	1	1	3	1	1	5.55650
27	60	1	1	1	2	1	6.57181
57	61	1	1	3	1	1	6.83354
23	62	1	1	3	2	1	6.35769
56	63	1	1	2	2	2	4.31250
9	64	1	1	3	1	1	8.10211
70	65	1	1	3	1	2	4.39538
66	66	1	1	2	1	2	3.72827
37	67	1	1	1	1	1	5.85458
69	68	1	1	3	1	1	2.79256
29	69	1	1	2	1	1	7.41109
17	70	1	1	2	1	1	5.85876
4	71	1	1	1	2	2	7.93966
39	72	1	1	1	2	1	6.98968

## ANEXO D. Reconocimiento por presentación en el Congreso AMIDIQ 2019.



# ANEXO E. Reconocimiento por presentación en el Congreso AMIDIQ 2019.



ANEXO F. Reconocimiento por presentación en el Congreso CITID 2019.





# EL TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO **EN ZACATEPEC**

OTORGA LA PRESENTE

## CONSTANCIA

L. F. Cuevas-Velasquez, E. García-Hernández, B. E. Sotelo-Fuentes, H. Alonso-Jiménez, C. D. Arrieta-González

POR SU PARTICIPACIÓN CON LA PONENCIA:

"ESTUDIO DE LA DEGRADACIÓN DEL POLIETILENO DE **BAJA DENSIDAD MEZCLADO CON DIFERENTES TIPOS DE** ALMIDÓN UTILIZANDO UN CONSORCIO MICROBIANO Y **UN PRE-TRATAMIENTO DE RADIACION UV"** 

EN EL CONGRESO INTERNACIONAL EN TECNOLOGÍA, INNOVACIÓN Y DOCENCIA

EBRADO DEL 01 AL 05 DE ABRIL DEL 2019

ATEPEC, MOR., A 03 DE ABRIL DE 2019.

TIZ DE

RECTOR

ROBERTO O

EDUCACIÓN PÚBLICA TECNOLÓGICO NACIONAL LGADILLO

DE MEXICO INSTITUTO TECNOLÓGICO DE ZACATEPEC DIRECCIÓN

SECRETARÍA DE









## ANEXO G. Reconocimiento por presentación en el Congreso CITID 2019.





# EL TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO EN ZACATEPEC

OTORGA LA PRESENTE

## CONSTANCIA

A

B. E. Sotelo-Fuentes, L. F. Cuevas-Velasquez, C.D. Arrieta-González, H. Alonso-Jiménez y E. García-Hernández

POR SU PARTICIPACIÓN CON LA PONENCIA:

"DEGRADACIÓN DE POLIETILENO DE BAJA DENSIDAD CON RADIACIÓN UV"

EN EL CONGRESO INTERNACIONAL EN TECNOLOGÍA, INNOVACIÓN Y DOCENCIA (CITID 2019)

CELEBRADO DEL 01 AL 05 DE ABRIL DEL 2019

ZACA EPEC, MOR., A 02 DE ABRIL DE 2019.

SECRETARIA DE EDUCACIÓN PÚBLICA TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO INSTITUTO TECNOLÓGICO DE ZACATEPEC DIRECCIÓN

ROBERTO ORTIZ DE GADILLO
DIRECTOR







**ANEXO H.** Extenso del XV Encuentro Nacional de la Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química A.C. (AMIDIQ) 2019.

CITID 2019 ISSN No. 2594-0465

## ESTUDIO DE LA DEGRADACIÓN DEL POLIETILENO DE BAJA DENSIDAD MEZCLADO CON DIFERENTES TIPOS DE ALMIDÓN UTILIZANDO UN CONSORCIO MICROBIANO Y UN PRE-TRATAMIENTO DE RADIACION UV

L. F. Cuevas-Velasquez<sup>1</sup>, <u>E. Garcia-Hernández</u><sup>1,2</sup>, B. E. Sotelo-Fuentes<sup>2</sup>, H. Alonso-Jimenez<sup>3</sup>, C. D. Arrieta-González<sup>1,2</sup>.

<sup>1</sup>División de Estudios de Posgrado e Investigación del Instituto Tecnológico de Zacatepec, Caizada Tecnológico No.27, Col. Centro, Zacatepec Moreios, México- fernanda.cuevasv@gmail.com, edgar.gh@itzacatepec.edu.mx. cinthva.ag@itzacatepec.edu.mx.

<sup>2</sup>Departamento de Ingenieria Química y Bioquímica del Instituto Tecnológico de Zacatepecsof bren@hotmail.com.

Departamento de Ingenieria Industrial del Instituto Tecnológico de Zacatepechalonso24@yahoo.com.mx

#### Área de participación: Materiales poliméricos

Resumen: En el presente trabajo se estudió la degradación de un material compuesto de polietileno de baja densidad (LDPE por sus siglas en Inglés) mezciado con 3 diferentes tipos de almidón (Maiz, mango y papa). Se obtuvieron probetas de medidas acorde con la Norma ASTM D638 y se sometieron a un pre-tratamiento dentro de una câmara de radiación UV. Posteriormente las probetas fueron sometidas 30 días en un sistema de biodegradación que utiliza un consorcio microbiano generado a partir de 2 diferentes tipos de humus. Se realizó un diseño experimental de 3 factores: tipo de almidón, tiempo de radicación y tipo de humus, 6 réplicas y 72 corridas experimentales. Se caracterizaron las probetas antes y después de ser sometidas a radiación UV por FTIR, Microscopia óptica y pérdida de peso para evaluar si sufrieron aigún cambio con el pre-tratamiento. Una vez concluidos los 30 días en el sistema de biodegradación las probetas fueron caracterizadas por FTIR, Microscopia óptica y pérdida de peso, mostrando una pérdida de peso mayor y por lo tanto mejores resultados de biodegradación las probetas elaboradas con LDPE/TPS de papa. Se realizó un análisis de los datos obtenidos en el análisis estadístico (ANOVA) de 3 factores, donde se tomó un nivel de significancia q=0.05, considerando los valores de P<q=0.05 como parâmetro para la toma de decisión, se concluye que de los 3 factores considerados únicamente los factores Tipo de almidón(A) y Tipo de humus(C) tienen influencia significativa en la degradación del material compuesto LDPE/Almidón.

#### Introducción.

Al año se producen 300 millones de toneladas de residuos plásticos, lo que equivale al peso de toda la población humana (SEMARNAT, 2018). Algunos polímeros, como el LDPE, se usan en muchas aplicaciones debido a sus útiles propiedades físicas y químicas. Es duradero, liviano, fácil de procesar y característicamente inerte; éstas propiedades lo hacen apropiado para muchos usos industriales. Sin embargo, el LDPE apenas se degrada después de su eliminación, lo que contamina el medio ambiente y altera el ecosistema (Zahra, Abbas, Mahsa, & Mohsen, 2010). Es necesario producir LDPE con una mayor tasa de degradación para superar este problema. Debido a tal problemática, la producción de bioplásticos ha ganado mucha atención. Una de las alternativas para la obtención de productos bioplásticos es la mezcla de polímeros sintéticos con almidón.

El almidón termoplástico (TPS) es un biopolímero ampliamente utilizado debido a su biodegradabilidad, disponibilidad abundante y bajo costo (Cuevas, 2017). Sin embargo, las mezclas LDPE / TPS han mostrado tener un bajo rendimiento mecánico debido a su polaridad diferente, lo que conduce a una miscibilidad deficiente y una adhesión interfacial (Orlando, 2017), por tal motivo en este trabajo se propuso someter dichas mezclas a un tratamiento UV para medir el efecto que éste tiene sobre ellas y adicionalmente comprender los mecanismos que cambian la estructura y las propiedades de los polímeros durante la exposición a la luz ultravioleta (UV), es importante tanto en términos del rendimiento de servicio de los artículos diseñados para uso con luz solar como también para aquellas aplicaciones en las que la degradación controlada es el resultado deseado. En cuanto a degradación por microorganismos existen numerosos estudios realizados con hongos y bacterias específicos. La degradación de los plásticos sintéticos en la naturaleza es un proceso muy lento que lleva entre cien y mil años e involucra la acción sinérgica de factores ambientales y microorganismos.

En el presente trabajo se utilizaron microorganismos obtenidos del humus de lombriz en su forma sólida y líquida, para evaluar la degradabilidad del compuesto elaborado a partir de LDPE/Almidón.

#### Sección Experimental

Se preparó almidón termoplástico (TPS) con cada uno de los diferentes tipos de almidón, mezclando 65% almidón y 35% glicerol. Se elaboraron las probetas LDPE/TPS con una concentración de 50/50 acorde con las medidas establecidas en la norma ASTM D638 (Figura 1).



Figura 1. Probetas de LDPE, LDPE/Maiz, LDPE/Mango, LDPE/Papa.

Se sometieron las probetas a la cámara de radiación UV a 254 nm por un lapso de 15 días. Transcurrido el tiempo de pre-tratamiento se realizó la obtención de microorganismos, preparando un medio de crecimiento especial de macro y micro elementos, siendo el LDPE la única fuente de carbono necesario para el crecimiento de los mismos, incubándose dicho medio a temperatura ambiente (26°C) durante 30 días (Meza, 2013).

Transcurrido el tiempo de adaptación se tomó una alícuota y se transvasó a nuevos matraces completando un volumen de 250 mL. Posteriormente se sometieron las probetas de LDPE/almidón al medio de crecimiento de los diferentes tratamientos, con etiquetas para su identificación como se muestra en la Figura 2.



Figura 2.- Biodegradabilidad de las probetas con los diferentes tipos de humus.

Para llevar a cabo las caracterizaciones se utilizaron los siguientes equipos:

### Evaluación de la degradación por pérdida de peso

Balanza analítica, marca Ohaus, con sensibilidad de 0.0001 g. Vernier digital marca UI TRATECH

#### Evaluación de la degradación por FTIR

Las pruebas de Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier se realizaron en la División de Estudios de Posgrado e Investigación del Instituto Tecnológico de Zacatepec. Las muestras se caracterizaron en un espectrofotómetro de infrarrojo con transformada de Fourier marca PerkinElmer Spectrum Two con software Spectrum al término de los 30 días de experimentación.

#### Evaluación de la degradación por microscopía óptica

Las Microscopías Óptica de las muestras, se realizaron en la División de Estudios de Posgrado e Investigación del Instituto Tecnológico de Zacatepec, las morfologías de las películas se analizaron en un Microscopio Óptico marca ABBE MPT01 Modelo YJ-2016, utilizando magnificaciones de 10X con una cámara adaptada WIFI CAMERA EYEPIECE la aplicación UCAM PLUS APP.

#### Análisis estadístico

Para el análisis del experimento se utilizó el software estadístico Minitab Versión 18.

#### Resultados y Discusión

#### Evaluación de la degradación por pérdida de peso

Se tomó el peso inicial y final de cada una de las probetas que fueron sometidas a radiación dentro de la cámara UV durante 15 días, las cuales mostraron una disminución en peso con éste pre-tratamiento.

En la Figura 3 se muestra la pérdida de peso que sufrieron las probetas elaboradas con LDPE/Almidón después de estar sometidas en el sistema de biodegradación, siendo las elaboradas con LDPE/Almidón de papa quienes mostraron una mayor

pérdida de peso al final de la experimentación con respecto a los otros tipos de almidón.

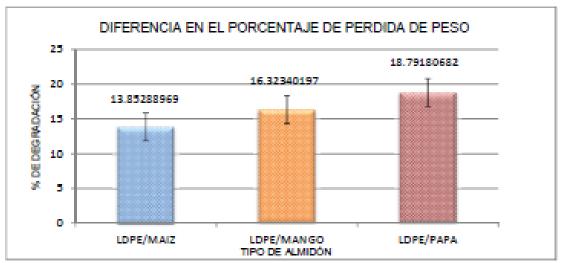


Figura 3.- Gráfica de pérdida de peso de los diferentes tipos de almidón después de biodegradación.

Tabla 1.- Tabla ANOVA para el análisis del experimento.

Analysis of Variance								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value			
Almidón	2	0.061022	0.030511	12.21	0.000			
Tiempo radiación	1	0.004743	0.004743	1.90	0.173			
Humus	1	0.011725	0.011725	4.69	0.034			
Error	67	0.167355	0.002498					
Lack-of-Fit	7	0.008841	0.001263	0.48	0.847			
Pure Error	60	0.158514	0.002642					
Total	71	0.244846						

Se analizaron los datos (Tabla 1) obtenidos en el ANOVA de 3 factores, con un nivel de significancia α=0.05, con lo cual se determinó que de los 3 factores considerados, el factor Tipo de almidón (A) y Tipo de humus (C) tienen influencia significativa en la degradación del material compuesto LDPE/Almidón.

#### Evaluación de la degradación por FTIR

El análisis mediante FTIR permite caracterizar la estructura química a través de la identificación de los grupos funcionales presentes en cada muestra analizada.

La Figura 4 muestra las señales características de los grupos funcionales presentes en el LDPE, estiramiento de CH<sub>2</sub> en el rango de 3000-2800 cm<sup>-1</sup>, flexión tijera del CH<sub>2</sub> en el rango de 1400-1500 cm<sup>-1</sup> y movimiento alternado del CH<sub>2</sub> entre 720-740 cm<sup>-1</sup>.

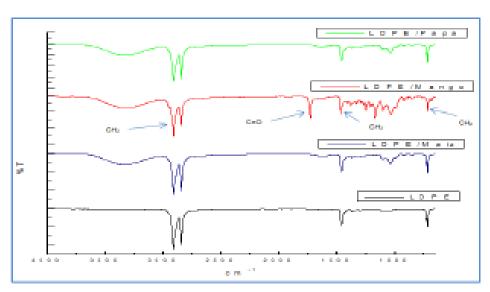


Figura 4.- Espectro FTIR de las probetas elaboradas de LDPE/Almidón.

Además aparece una banda en 1700 cm<sup>-1</sup> característica del grupo carbonilo (C=O), únicamente para el compuesto elaborado con almidón de mango, lo que podría indicar que las temperaturas utilizadas para realizar el compuesto de LDPE/Mango están propiciando un proceso de caramelización de la glucosa presente en el almidón de mango.

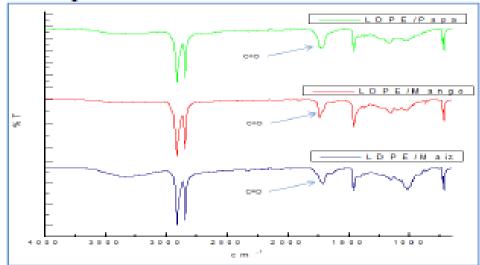


Figura 5.- Espectros FTIR de las probetas LDPE/Almidón después de exposición en la cámara UV.

Como se muestra en la Figura 5 se siguen observando los picos característicos correspondientes al LDPE; adicionalmente se aprecia en todos los tipos de almidón la aparición del grupo carbonilo (C=O) el cual es resultado de la fotodegradación por UV.

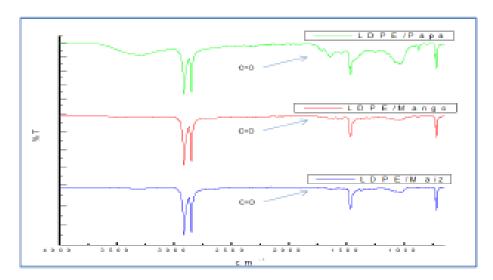


Figura 6.- Espectros FTIR de las probetas LDPE/Almidón después de sistema de biodegradación.

La Figura 6 muestra los espectros obtenidos de las probetas que fueron sometidas al sistema de biodegradación, con los cuales se pudo comprobar la biodegradación con la desaparición del pico característico del grupo carbonilo, mismo que es metabolizado por acción enzimática de los microorganismos presentes en los humus utilizados (Acuña, 2017).

### Evaluación de la degradación por microscopía óptica.

El ensayo de microscopía óptica se realizó con las probetas que se fracturaron en las pruebas de tensión.

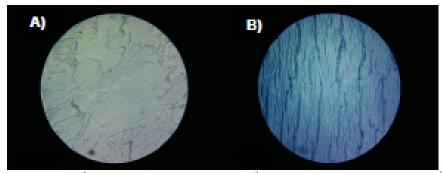


Figura 7.- Imágenes tomadas con microscopio óptico a 10X del LDPE puro A) Antes y B)
Después de radiación UV.

En la Figura 7 se puede observar la probeta elaborada de LDPE puro, antes y después de estar sometido a radiación UV, el cual presenta una superficie lisa y posteriormente se visualizan grietas como resultado del pre-tratamiento. Las Figuras 8, 9 y 10 muestran la superficie de las probetas elaboradas con LDPE/Maíz, Mango y Papa respectivamente, antes y después de radiación UV; posteriormente después de estar sometidas al sistema de biodegradación, en todas las muestras se puede apreciar la presencia de concentraciones de almidón; después de la

exposición UV se nota un cambio en la superficie, la cual presenta un aspecto rugoso; por último, después de estar expuestas dentro del sistema de biodegradación se observan huecos y espacios que indican que se llevó a cabo la biodegradación por los microorganismos presentes en los humus.

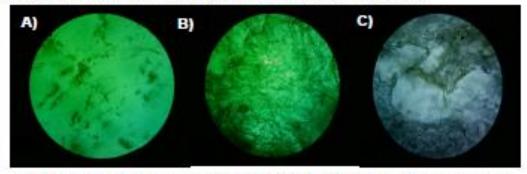


Figura 8.- Imágenes tomadas con microscopio óptico a 10X del LDPE/Maiz, A) Antes, B) Después de radiación y C) Después de exposición al sistema de biodegradación.

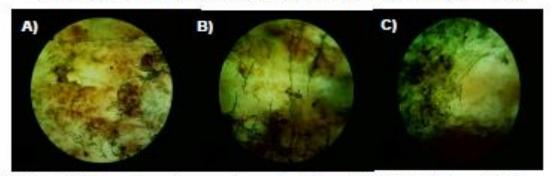


Figura 9.- Imágenes tomadas con microscopio óptico a 10X del LDPE/Mango A) Antes, B) Después de radiación y C) Después de exposición al sistema de biodegradación.

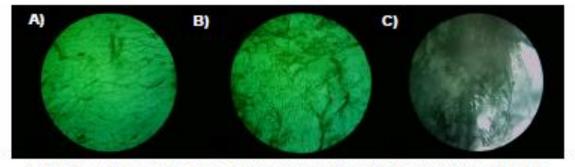


Figura 10.- imágenes tomadas con microscopio óptico a 10X del LDPE/Papa A) Antes, B) Después de radiación y C) Después de exposición al sistema de biodegradación.

#### Conclusiones

Con los resultados obtenidos mediante las diferentes técnicas es posible concluir lo siguiente: El pre-tratamiento de radiación UV induce a una pérdida de peso en las probetas elaboradas de LDPE/Almidón. Dependiendo el tipo de almidón varía el

porcentaje de peso perdido después del pre-tratamiento de radiación UV y después de estar sometidas éstas al sistema de biodegradación. Mediante la caracterización por FTIR se pudo comprobar la aparición del grupo carbonilo como resultado del pre-tratamiento de radiación UV y la desaparición del mismo después de estar expuesto el material en el sistema de biodegradación lo que significa que los microorganismos presentes en los humus utilizados lo están metabolizando mediante enzimas. En las micrografías se puede observar que la mezcla LDPE/Almidón no llegó a ser completamente homogénea para ningún tipo de almidón debido a la naturaleza distinta de los 2 componentes, también se observaron los cambios sufridos en las superficies con los tratamientos de radiación UV y el sistema de biodegradación. Con el análisis de los datos (Tabla 1) obtenidos en el ANOVA de 3 factores, con un nivel de significancia α=0.05, se concluye que de los 3 factores considerados, el factor Tipo de almidón (A) y Tipo de humus (C) tienen influencia significativa en la degradación del material compuesto LDPE/Almidón

#### Agradecimientos

Se agradece al Tecnológico Nacional de México por el financiamiento para el desarrollo de este proyecto, Clave de registro: 6863.18-P

Al CONACyT por la beca otorgada a la primer autora para los estudios de Maestría en Ciencias de la Ingeniería.

Al TecNM/Instituto Tecnológico de Zacatepec, especialmente a la División de Estudios de Posgrado e Investigación.

#### Referencias.

- Cuevas, Z.B. "Obtención y caracterización de almidones termoplásticos obtenidos a partir de almidones injertados con poliésteres biodegradables". Centro de investigación científica de Yucatán A.C., posgrado en materiales poliméricos. 2017.
- Acuña, N. R. (2017). Revisión bibliografica sobre los microorganismos biodegradadores de polietileno de baja densidad y sus efectos en el material. Journal of Clinical and Aesthetic Dermatology. https://doi.org/10.1111/j.1469-7610.2010.02280.x
- Meza, M. F. (2013). Biodegradabilidad de polietileno tereftalato y de oxopolietileno, a nivel de laboratorio, por la accion de bacterias nativas presentes en humus de lombriz, caballo y gallina.
- 4. Orlando G. da S. Juniora, Renato P. de Melob, Rosemary do B.C. Salesa, Eliane Ayresa, Patrícia S. de O. Patricio. "Processing and characterization of polyethylene/starch/curauá composites: Potential for application as thermal insulated coating". Elsevier Journal of Building Engineering.2017.
- SEMARNAT. (2018) Contaminación por plásticos en el océano. Cifras alarmantes. Recuperado de https://www.gob.mx/semamat

Zahra, S., Abbas, S. S., Mahsa, M. T., & Mohsen, N. (2010). Biodegradation of low-density polyethylene (LDPE) by isolated fungi in solid waste medium. Waste Management, 30(3), 396–401. https://doi.org/10.1016/j.wasman.2009.09.7

Zacatepec, Morelos a 30 de Agosto de 2019

ASUNTO: CESIÓN DE DERECHOS A TECNM

Yo, la que al calce firma, Luisa Fernanda Cuevas Velásquez, estudiante del programa Maestría en Ciencias de la Ingeniería en el IT de Zacatepec con número de control G06090528. Cedo al TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO/Instituto Tecnológico de Zacatepec todos los derechos de la productividad que se obtenga (Libros, Patentes, artículos científicos, reportes en memorias o divulgación y todo aquello que derive de derechos de autor) de mi TESIS de Maestría que lleva como título "Estudio de la degradación de un material compuesto de LDPE/TPS con radiación UV y biodegradación en consorcio microbiano" en su forma de texto, imágenes, gráficos, datos y tablas contenidos en ella. Lo anterior dando cumplimiento al artículo 2.15.5 de los lineamientos de posgrado para titulación vigente.

**ATENTAMENTE** 

Luisa Fernanda Cuevas Velásquez