



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE NUEVO LEÓN

División de Estudios Profesionales



Titulación Integral: Tesis

Proyecto: “Modificación de polipropileno con fibras insolubles obtenidas de biomasa residual y su efecto en el estudio de las propiedades mecánicas”

ALUMNO(S): Daniela Monserrat Juárez Orta 12480778

CARRERA: Ingeniería Ambiental

ASESOR INTERNO: Dra. Beatríz Eugenia Moreno
Martínez

Guadalupe, N.L.

Febrero, 2017

Dedicatorias

Primeramente a Dios por darme salud y ganas para llegar hasta este momento de mi vida y por darme la energía para continuar y jamás rendirme.

A mis padres Néstor Juárez Reyna y Ma. Concepción Orta Marta por su amor, comprensión y apoyo a lo largo de la carrera y de la vida. Mis hermanos Néstor y Grecia por quererme y ayudarme tanto académica, emocional y profesionalmente.

A mi mejor amigo y confidente Sebastian Hidalgo por permanecer a mi lado, más que en la escuela, en la vida. Gracias por ayudarme e impulsarme a seguir adelante. Te quiero.

Y por ultimo pero no menos importante, a la persona que más me apoyo en la realización de este trabajo, a mi asesora y amiga la Dra. Beatriz Moreno, espero encontrarla en un futuro y poder seguir trabajando juntas, gracias por todo.

Gracias... Daniela Juárez

Dedico este documento a mis padres que siempre me han apoyado y que aún en los momentos más difíciles siempre han hecho un esfuerzo mayor para salir adelante, a ellos de los cuales he aprendido perseverancia y disciplina para sobre llevar cualquier situación, y amor y compasión para ver en los demás no lo que son sino lo que pueden llegar a ser.

Dedico también este documento a mi Señor Jesucristo quien es la llave de todo conocimiento, y que me ha dado la gracia para terminar este periodo y como dijo Saulo de Tarso, *“porque en él vivimos, nos movemos y somos”*.

Gracias... André Hernández

Agradecimientos

Agradecemos a nuestra alma mater el Instituto Tecnológico de Nuevo León por acogernos durante cuatro años y medio, por ser nuestra segunda casa y por las experiencias brindadas.

Agradecemos a todas las personas que estuvieron a lo largo de nuestra carrera académica, a nuestros compañeros de los cuales hemos aprendido mucho, especialmente a Sebastián, Damián, Juan, Rubén, Emmanuel y Gustavo, que han hecho este proceso de enseñanza más ameno y que sin ellos habríamos perdido el rumbo, gracias por el ánimo infundido a través de los años. También a nuestros compañeros que aportaron grandemente a este proyecto a Susana, Gerardo, Iván, Pablo y Aída, gracias por su entendimiento, amistad y colaboración.

A nuestros maestros que nos enseñaron el pensamiento crítico y analítico, en especial gracias a la bióloga Cecilia Cepeda, la cual nos cobijo en los primeros años de la carrera y fue quien nos expuso a la realidad de nuestra hermosa carrera, al Dr. Rigoberto Longoria por su arduo trabajo para con nosotros, que gracias a sus llamados de atención y dedicatoria al enseñar sus clases ha aportado grandemente a nuestra formación personal, a la Maestra Griselda Pámanes que con su entusiasmo y dedicación hemos podido realizar gran parte de este proyecto de tesis, así mismo estamos enormemente agradecidos con la Dra. Beatriz Moreno quien fue la principal promotora de este trabajo de investigación, que gracias a su inversión de tiempo, dinero y esfuerzo pudimos realizar este y otros proyectos, aún sin esperar nada a cambio, gracias por dar todo de usted, incluyendo su amistad. Muchas gracias a quienes han sido parte de este hermoso camino directa e indirectamente, aunque no se nombren en este documento, han sido parte de nuestra formación académica, emocional y espiritual.

Agradecemos también a las instituciones que se sumaron al esfuerzo y dedicación para lograr esta investigación, ya que sin su apoyo no se habría logrado el objetivo de concluir la presente tesis, específicamente al Instituto Tecnológico de Ciudad Madero, a través de la División de Estudios de Posgrado e Investigación, por recibirnos para realizar una estancia de investigación. Específicamente agradecemos

a la Dra. Ana Beatriz Morales Cepeda, ya que, primeramente, fue el contacto que nos dio la oportunidad de realizar dicha estancia y por aceptar ser parte del comité de revisión para la tesis que presentaremos próximamente. Así mismo por darnos las facilidades de trabajar en los laboratorios de Termoformado, Extrusión e Inyección de Plásticos.

Agradecemos de igual forma a la MCIQ. Mayda Lam, por los análisis de determinación del tamaño de la partícula.

También agradecemos al Centro de Investigación en Materiales Avanzados, CIMAV, Campus Monterrey, por las atenciones brindadas en la caracterización de DSC, TGA, determinación del tamaño de la partícula.

A la Empresa Jhonson Controls, especialmente al Dr. Vladimir García Hernández, del Departamento de Desarrollo de Materiales, por los análisis en Calorimetría Diferencial de Barrido, DSC.

Se agradece también a la Dra. Rosa Elvira Zavala Arce y al Instituto Tecnológico de Toluca por las facilidades para determinar los análisis de la técnica de Microscopia Electrónica de Barrido, SEM, ya que sin su apoyo no se habría logrado el objetivo de caracterizar las condiciones morfológicas de la fibra insoluble.

Por su apoyo en la determinación de la técnica de Difracción de Rayos X- DR-X, agradecemos al Dr. Ernesto Francisco Rubio Cruz, de igual forma a la Universidad Veracruzana, UV, y al Centro de Investigación en Micro y Nanotecnología de la Universidad Veracruzana por las facilidades otorgadas.

Agradecemos también al Dr. Martin Edgar Reyes Melo y al C.A. Dr. Jesús Puente Córdova, del Centro de Investigación de Desarrollo Tecnológico (CIDET), de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica (FIME) de la Universidad Autónoma de Nuevo León (UANL), por su colaboración en la realización de los ensayos mecánicos y por el tiempo dedicado a dichos ensayos.

Finalmente pero no menos importante, a la Familia de León propietarios de la Empresa Mexican Citrus quien fue la empresa que creyó en esta investigación y quien brindó las facilidades para iniciar este proyecto de investigación. Asi mismo a la PYME "Jugos Don Luis" por brindarnos las facilidades para la realización de esta investigación.

Índice general

(OFICIO DE IMPRESIÓN DE TESIS).....	¡Error! Marcador no definido.
Dedicatorias.....	2
Agradecimientos.....	3
Índice general.....	6
Índice de tablas.....	8
Índice de figuras.....	9
Introducción.....	11
Capítulo 1: Fundamento Teórico.....	14
1.1 Generalidades.....	15
1.2 Características generales de la producción de naranja en México.....	15
1.2.1 Origen.....	15
1.2.2 Variedad mars.....	16
1.2.3 Componentes de la cáscara de naranja.....	17
1.2.4 Componentes químicos de la cascara de naranja.....	18
1.3 Conceptos generales.....	19
1.3.1 Fibras naturales.....	19
1.3.2 Fibra insoluble.....	20
1.4 Generalidades de los polímeros.....	23
1.4.1 Clasificación de los polímeros según su origen.....	23
1.4.5 Polipropileno.....	26
1.4.6 Polipropileno modificado.....	26
1.4.7 Materiales compuestos.....	27
1.4.8 Aditivos de los materiales compuestos (agente de refuerzo).....	28
1.4.9 Matriz polimérica.....	29
1.4.10 Polímeros sintéticos.....	31
1.4.11 Polímeros naturales.....	31

1.5 Antecedentes.....	31
Capítulo 2: Metodología.....	34
2.1.1 Materiales para la obtención de la fibra insoluble	35
2.1.2 Incorporación de los materiales para la obtención de polipropileno modificado.....	36
2.2 Métodos.....	38
2.2.1 Obtención de la Fibra Insoluble.....	38
2.2.2 Incorporación de la fibra insoluble como agente de refuerzo.....	40
2.2.2.3 Técnicas de caracterización.....	44
2.3.2 Análisis elemental orgánico, (CHN/O).....	44
2.3.3 Calorimetría diferencial de barrido, (DSC)	45
2.3.4 Análisis termo gravimétrico, (TGA)	46
2.3.5 Microscopía electrónica de barrido, (SEM)	47
2.3.6 Difracción de rayos X, (DR-X)	48
2.3.7 Determinación del tamaño de la partícula, (DLS).....	48
2.3.8 Caracterización del Compósito (Ensayos Mecánicos)	49
Capítulo 3: Resultados	51
3.1 Resultados de la Fibra Insoluble.....	52
3.1.1 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier, (FTIR)	52
3.1.2 Análisis elemental orgánico, (CHN/O).....	57
3.1.3 Calorimetría diferencial de barrido, (DSC)	57
3.1.4 Análisis termogravimétrico, (TGA)	59
3.1.5 Microscopía electrónica de barrido, (SEM)	60
3.1.6 Determinación del tamaño de la partícula, (DLS).....	63
Conclusión.....	70
Bibliografía.....	72

Índice de tablas

Capítulo 1. Fundamento Teórico

Tabla 1. 1 Características taxonómicas de la naranja.....	16
Tabla 1. 2 Información del Polipropileno	26

Capítulo 2. Metodología

Tabla 2. 1 Propiedades físicas del Acido clorhídrico, HCl.....	35
Tabla 2. 2 Propiedades físicas del NaClO.....	36

Capítulo 3. Resultados

Tabla 3. 1 Porcentajes de elementos en la fibra orgánica.....	57
Tabla 3. 2 Composición elemental (C/H/N) del Polipropileno. Comparativo PP virgen vs. PP modificado.....	57
Tabla 3. 3 Resultados de análisis DLS.....	64
Tabla 3. 4 Calculo del Modulo de Young.....	68

Índice de figuras

Capítulo 1. Fundamento Teórico

Figura 1. 1 Apariencia de la fruta Naranja (<i>Citrus sinensis</i>)	16
Figura 1. 2 Corte axial de la naranja.	17
Figura 1. 3 Estructura primaria de la celulosa	20
Figura 1. 4 Estructura del almidón.....	21
Figura 1. 5 Estructura de la lignina.....	22
Figura 1. 6 Código SPI.....	26
Figura 1. 7 Configuración básica de un material compuesto.....	28
Figura 1. 8 Clasificación de las fibras y su acomodo estructural en la matriz polimérica.	30

Capítulo 2. Metodología

Figura 2. 1 Goma karaya en estado polvo.	37
Figura 2. 2 Hidrólisis ácida en el tratamiento de la cáscara de la naranja.....	39
Figura 2. 3 Tamiz utilizado para la obtención del tamaño de partícula adecuado en la fibra insoluble, Marca Tyler con número de malla 200, certificado por la ASTM.....	40
Figura 2. 4 Diagrama del Extrusor	40
Figura 2. 5 Extrusor monohusillo Beutelspacher	41
Figura 2. 6 Extrusión del polipropileno modificado.....	42
Figura 2. 7 Diagrama de la Inyectora.	43
Figura 2. 8 Equipo de Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier Thermo scientific. (FTIR).....	44
Figura 2. 9 Equipo de Análisis Elemental (CHN/O).....	45
Figura 2. 10 Equipo Calorímetro Diferencial de Barrido marca TA Instruments modelo Q200.	46
Figura 2. 11 Equipo de Análisis Termogravimétrico marca TA Instruments SDT Q600.	47
Figura 2. 12 Microscopio electrónico de barrido marca Jeol	47
Figura 2. 13 Equipo de Difracción de rayos X Bruker	48
Figura 2. 14 Equipo analizador del tamaño de la partícula marca Malvern modelo Mastersizer 2000.....	49

Figura 2. 15 Referencia de Mordazas de Maquina Universal Gunt Hamburg WP310	49
Figura 2. 16 Descripción de Tablero de Control Maquina Universal Gunt Hamburg WP310	50
Figura 2. 17 Fotografías de la maquina universal Shimadzu AGS-X 10kN	50

Capítulo 3. Resultados

Figura 3. 1 Espectro de infrarrojo de la muestra de cáscara sin procesar.	52
Figura 3. 2 Espectro de infrarrojo de la muestra de cáscara.....	53
Figura 3. 3 Espectro de la muestra de fibra insoluble posterior	54
Figura 3. 4 Espectro de infrarrojo por Transformada de Fourier de la muestra de PP virgen.	55
Figura 3. 5 Espectro de infrarrojo de la muestra de PP modificado	56
Figura 3. 6 Termograma de la muestra de fibra insoluble.	58
Figura 3. 7 Termograma del polipropileno virgen.	59
Figura 3. 8 Termograma del polipropileno modificado con fibras insolubles obtenidas de cáscara de naranja y goma karaya.	59
Figura 3. 9 Termograma de la muestra de fibra insoluble.	60
Figura 3. 10 Micrografía de la fibra insoluble obtenida a partir de la cáscara de naranja.	61
Figura 3. 11 Micrografía a 100 aumentos de la fibra insoluble.	61
Figura 3. 12 Micrografía a 600 aumentos de la Goma karaya.	62
Figura 3. 13 Difractograma de la muestra correspondiente a la fibra insoluble.....	62
Figura 3. 14 Difractograma de la muestra goma karaya.	63
Figura 3. 15 Gráficas fuerza/desplazamiento. Se compara el blanco y la muestra 1 (95/0/0.5/4.5).....	66
Figura 3. 16 Gráficas fuerza/desplazamiento. Se compara blanco y la muestra 2 (95/0.5/0/4.5).....	66
Figura 3. 17 Gráficas fuerza/desplazamiento. Se compara blanco y muestra 3 (95/0.5/0.5/4).....	67

Introducción

En el año 2012 según datos de (Pérez, 2014) la producción mundial de plásticos fue de 288 millones de toneladas, una cifra récord en la producción de plásticos a nivel mundial. En este sentido la producción en México representa sólo el 2%, es decir 5.3 millones de toneladas.

En México el uso del plástico está altamente difundido, ya que en la república mexicana, la mayor parte de los plásticos se usan para envasado esta aplicación representa el 50% del consumo anual, el otro 50 % por ciento es usado en otras aplicaciones tales como la construcción, la industria automotriz, eléctrico y electrónico, agrícola, entre otros. (Ortiz, 2012). De estos tipos de plásticos se ha encontrado que uno de los más versátiles, y por lo tanto más usados, es el polipropileno (PP), según datos de Indelpro, empresa que cuenta con la planta de polipropileno más grande de Norteamérica, la demanda de PP en México es de 1 millón 300 mil toneladas en el 2016, la cual sigue creciendo año con año. (Alanís, 2016). Esto demuestra la versatilidad de este tipo de materiales en el comercio internacional, además que por su bajo costo se pueden encontrar en diversos artículos de uso cotidiano.

Actualmente la contaminación por residuos sólidos urbanos (RSU) ha generado gran controversia debido a la velocidad con la que se producen. Dentro de la clasificación de RSU se encuentran los siguientes: el papel, cartón, materia orgánica, vidrio, metales y plástico, entre otros. Específicamente aquellos plásticos conocidos como commodities: polipropileno, (PP), polietileno, (PE), policloruro de vinilo, PVC, polietilentereftalato, (PET). En México en el año 2014 se recolectaron 103,125.83 toneladas de residuos sólidos urbanos (INEGI, 2012), de los cuales gran cantidad estaba representada por material plástico. El tiempo de degradación del plástico varía de 150 a 1000 años dependiendo del tipo de éste, de ahí la idea de crear materiales que dentro de su composición presenten materia orgánica con la finalidad de disminuir la contaminación causada por este desecho y su tiempo de degradación. Sin embargo, aprovechar y revalorizar la biomasa residual, la cual entra en la clasificación de residuos sólidos urbanos, es de suma importancia, tanto en los ámbitos industrial, académico y de investigación. El aprovechamiento de los residuos de materia orgánica, específicamente biomasa residual de procesos agroindustriales para la obtención de fibras insolubles, se ha estudiado en las últimas décadas, encontrando

que al incorporarse con polímeros mejoran las propiedades mecánicas del compuesto.

Las fibras pueden ser de origen natural o sintético. Las fibras naturales son elaboradas a partir de componentes vegetales o animales, las sintéticas son el resultado de transformaciones químicas. Algunas de las fibras naturales más utilizadas en la formación de polipropileno modificado son el algodón, el cáñamo, el yute, lana, sisal, etc. En esta investigación la obtención de fibra insoluble a partir de residuos agroindustriales, específicamente cáscara de naranja (*Citrus sinensis*). La cáscara de naranja se obtuvo de un proceso agroindustrial con la finalidad de obtener de un desecho un material o materia prima que pueda ser valorizada y generar un producto nuevo a partir de esta. La metodología utilizada para la transformar la biomasa residual, permitió obtener un polvo fino, y este fue utilizado como un aditivo para estudios posteriores que no son referenciados en este documento. Sin embargo, es importante citar que el uso posterior será como agente reforzante en la modificación de Polipropileno Valtec, donados por la Empresa INDELPRO, S.A de C.V.

Debido a su accesibilidad el polipropileno ha sido objeto de diversas investigaciones para modificarlo, esto para mejorar sus propiedades físicas, tales como su resistencia. Las fibras tanto sintéticas como naturales, han sido los principales agente usados para la modificación del PP y otros plásticos, esto conlleva no solamente a mejorar sus propiedades mecánicas sino además de reducir costos de producción.

Las fibras naturales se han usado como alternativa para la fabricación de materiales compuestos, en lugar de usar materiales tradicionales para su manufactura como la fibra de vidrio, debido a que las fibras naturales son de bajo costo y baja densidad lo que les confiere una elevada resistencia específica, son biodegradables y no presentan efectos abrasivos como la fibra de vidrio. Dentro de las fibras usadas en mayor o menor grado se encuentran las fibras de yute, kenaf, abacá, coco, bambú, entre otras. A partir de dichas modificaciones es fundamental determinar el comportamiento mecánico de los compuestos poliméricos reforzados con fibras naturales, o también llamados compósitos, analizando el tipo de mejora para así conseguir una mejor adherencia fibra-matriz, ya que esta será determinante en las propiedades del compósito. (Amigó, Ma. Dolores, & Oscar).

El presente trabajo de investigación tiene por objetivo recuperar biomasa agroindustrial y procesarla químicamente para obtener un agente de refuerzo natural

en el PP y así utilizarla como materia prima en procesos de extrusión e inyección de plásticos como un aditivo, que provea de propiedades singulares al Polipropileno. El PP fue modificado con dos aditivos naturales, primeramente con Goma Karaya (*Sterculia urens*), que le otorga propiedades elastoméricas y con Fibra Insoluble a partir de la cáscara de naranja, obtenida de la biomasa agroindustrial y que otorga al polipropileno mejores propiedades mecánicas como agente de refuerzo.

Capítulo 1: Fundamento Teórico

1.1 Generalidades

Actualmente la utilización de la biomasa residual proveniente de agroindustria, específicamente la cáscara de naranja (*Citrus sinensis*), es una práctica viable para mitigar la contaminación del entorno. Los desechos agroindustriales son considerados fuente de contaminación debido a su rápida descomposición, afectando los ecosistemas edáfico, hídrico y atmosférico. Revalorizar estos desechos y transformarlos como un agente modificante del polipropileno, específicamente, agente de refuerzo, es importante como una alternativa para la reutilización de los residuos sólidos urbanos en la zona Metropolitana de Monterrey. Esto debido a la gran cantidad de residuos plásticos y orgánicos que se generan diariamente. A continuación se citan los aspectos más importantes en la realización de este documento.

1.2 Características generales de la producción de naranja en México.

La producción de cítricos en nuestro país (incluye limón, naranja, lima y toronja, entre otros) es de alrededor de ocho millones de toneladas; en limón, de acuerdo con el Servicio de Información Agroalimentaria y Pesquera (SIAP), la producción es de 2.1 millones de toneladas; naranja, 4.5 millones de toneladas, y tangerina, 194 mil toneladas, (SAGARPA, 2016)

En el 2012 México ocupó el cuarto lugar a nivel nacional en producción de naranjas, produciendo un total de 2,000,108 toneladas por año, los estados de mayor importancia en la producción de este fruto son Veracruz, San Luís Potosí, Tamaulipas y Nuevo León. (SAGARPA, 2012)

En el año 2011 los estados que tuvieron mayor producción de naranja fueron Veracruz, Tamaulipas y Nuevo León con 271,955 toneladas. (INEGI, 2012)

1.2.1 Origen

La naranja tiene su origen en el Sudeste de Asia, donde fue comercializada hacia todo el mundo a través de Asia y Europa. Fueron introducidas en América mediante la llegada de los españoles y portugueses y actualmente tiene presencia en gran parte del mundo debido a su facilidad de adaptación al ambiente, puesto que su rango de temperatura óptimo oscila entre los 23 y 32°C.

1.2.2 Variedad mars

Existen diversas variedades de naranja, puesto que son el resultado de mutaciones naturales causadas por las condiciones climáticas y del suelo presente, algunas de las más conocidas son la navel, sanguina, blancas y sureñas. Para la presente investigación se basó en la variedad mars.

1.2.2.1 Taxonomía

Citrus sinensis, el **naranjo** o **naranjo dulce**, es un árbol frutal del género *Citrus*, que forma parte de la familia de las rutáceas. Se trata de un árbol de porte mediano que en óptimas condiciones de cultivo llega hasta los 13 m de altura, perenne, de copa grande, redonda o piramidal, con hojas ovales de entre 7 a 10 cm de margen entero y frecuentemente estipuladas y ramas en ocasiones con grandes espinas (más de 10 cm). A continuación se muestran las principales características taxonómicas de la naranja. En la **tabla 1.1** y así mismo, su apariencia física (**figura 1.1**).



Figura 1. 1 Apariencia de la fruta Naranja (*Citrus sinensis*)

Tabla 1. 1 Características taxonómicas de la naranja.

Parámetro	Especificación
Reino	Plantae
División	Magnoliophyta
Clase	Magnoliopsida
Orden	Sapindales
Familia	Rutaceae
Subfamilia	Citroideae
Tribu	Citreae
Género	Citrus

1.2.3 Componentes de la cáscara de naranja

1.2.3.1 Flavedo o epicarpio

Tejido exterior que se encuentra en contacto con la epidermis. En él abundan vesículas o sacos que contienen los pigmentos y aceites esenciales característicos de la cascara de naranja.

1.2.3.2 Albedo o mesocarpio

Se encuentra localizado debajo del flavedo. Es un tejido esponjoso y blanco que forma el eje central del fruto y que proporciona el agua y los materiales nutritivos. El albedo constituye del 20 al 60% del fruto.

1.2.3.3 Endocarpio

Parte comestible de los cítricos, formada por segmentos separados por membranas intercapelares que forman una especie de sacos que contienen el jugo.

1.2.3.4 Semillas

Las semillas están compuestas por una cubierta dura lignocelulósica con altas concentraciones de fenoles y proteínas que oscilan entre el 10-12%. (Primo, 1998)

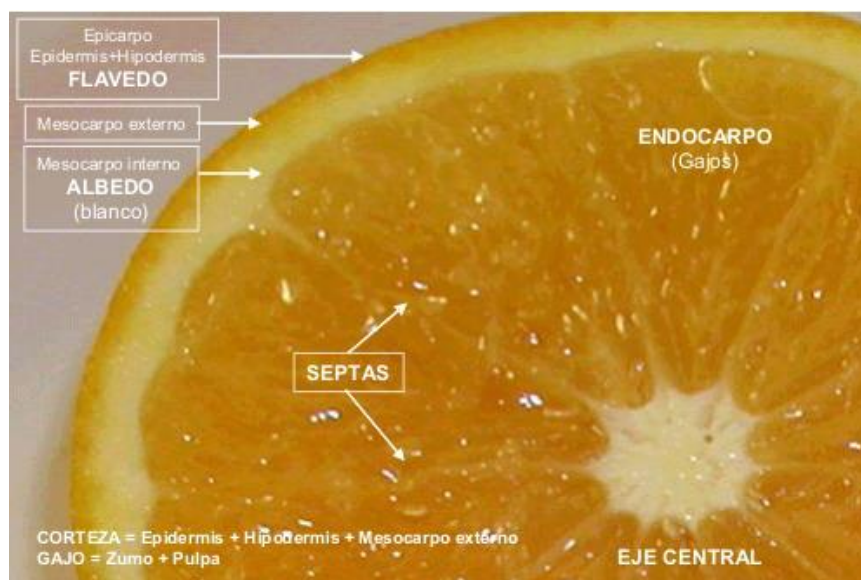


Figura 1. 2 Corte axial de la naranja.

1.2.4 Componentes químicos de la cascara de naranja

1.2.4.1 Aceite esencial

Los aceites esenciales son líquidos oleosos volátiles, que se obtiene por algún método físico de extracción, se solubilizan parcialmente en etanol, cloroformo y en aceites fijos y son insolubles en agua. Existen diversos métodos para obtener el aceite esencial pero el más común es la destilación con vapor.

El aceite esencial es fácilmente soluble en alcohol, éter y aceites vegetales y minerales.

Específicamente en el aceite esencial de la cascara de naranja se han identificado más de cien componentes, donde el más abundante es el limoneno que está presente en un 95%.

1.2.3.2 Ácido cítrico

El ácido cítrico es un ácido orgánocitricarboxílico que está presente en la mayoría de las frutas, sobre todo en cítricos como el limón, la naranja y la toronja.

1.2.3.3 Terpenos

Los terpenos son un tipo de estructura que forma parte esencial de los lípidos. Son productos orgánicos abundantes en plantas y animales. En las plantas son los principales constituyentes de los aceites esenciales, que se usan como aditivos en comidas y en fragancias. Los terpenos también están presentes en animales donde realizan un papel fisiológico importante. (Primo, 1998)

1.2.3.4 Limoneno

El limoneno es un monoterpene monocíclico que se encuentra en el aceite esencial de los cítricos y de algunas plantas, es lo que proporciona el olor característico de los cítricos.

El aceite esencial de limón y naranja contiene más del 90% de d-limoneno, componente mayoritario en su composición normal y en menor proporción poseen una gran cantidad de terpenos. (Rueda, Mancilla, & D, 2006).

1.2.3.5 Pectinas

Las pectinas son una mezcla de polímeros ácidos y neutros ramificados. Las pectinas también proporcionan superficies cargadas que regulan el pH y el balance iónico.

1.2.3.6 Hidroxilos

El grupo funcional hidroxilo se encuentra formado por un átomo de oxígeno y otro de hidrogeno, característico de los alcoholes, fenoles y ácidos carboxílicos, entre otros compuestos orgánicos.

1.2.3.7 Ácido ascórbico

Es un cristal incoloro, inodoro, sólido, soluble en agua, con sabor ácido, de estructura molecular $C_6H_8O_6$. El ácido ascórbico es sensible a las reacciones de oxidación y se destruye con gran facilidad durante el procesado de los alimentos en presencia de oxígeno.

1.3 Conceptos generales

1.3.1 Fibras naturales

Las fibras naturales son clasificadas como solubles o insolubles, dependiendo si forman una solución cuando se mezclan con agua. Las fibras dietéticas solubles incluyen pectinas, exudados (gomas), mucílagos y algunas hemicelulosas, mientras que la celulosa y lignina se incluyen en la clasificación de insolubles. (Elleuch M. , Bedigian, Roiseux, Besbes, & Blecker, 2011)

1.3.1.1 Clasificación de las fibras naturales

También existen numerosas clasificaciones de las fibras naturales en las que se incluyen a las fibras minerales y las provenientes de animales. Así mismo existen las fibras verdes o agro-fibras. La clasificación más general de las agro-fibras se distribuye de la siguiente manera:

1. **Hierbas y cañas:** fibras provenientes de tallos de plantas monocotiledóneas, como hierbas y paja de trigo, arroz, cebada, entre otras.
2. **Hojas:** fibras que se encuentran a lo largo de hojas de plantas monocotiledóneas, por ejemplo: abacá, sisal, henequén, entre otras.
3. **Tallos:** provenientes de la corteza interna de plantas dicotiledóneas, por ejemplo: lino, yute, cáñamo, kenaf.

4. **Semillas e hiladuras de frutas:** incluye sedas, por ejemplo: algodón.
5. **Fibras maderables:** fibras de madera dura y suave como por ejemplo: maple, eucalipto y pino. (Tapia, Paredes, & Simbaña, 2006)

1.3.2 Fibra insoluble

Las fibras insolubles tienen la capacidad de retener el agua en su estructura formando mezclas de baja viscosidad que además controla la acidez del pH. Las fibras insolubles más conocidas son, la celulosa, hemicelulosa y lignina.

Además, se ha comprobado que las fibras insolubles funcionan como aditivos reforzantes en la creación de matrices poliméricas, resaltando que al añadirse al polímero, el material presenta mayor resistencia a la deformación mecánica.

Sin duda las fibras insolubles son una solución para la problemática de residuos agroindustriales, tomando en cuenta que se le da una revalorización a los residuos obteniendo una fibra que aunada a un polímero le otorga mayor resistencia y un tiempo de biodegradabilidad menor.

1.3.2.1 Componentes de la fibra insoluble

1. Celulosa

La celulosa es un homopolímero lineal de elevado peso molecular y es el componente principal de las paredes celulares de los vegetales además de ser el polímero mayoritario del planeta, presenta una estructura fibrosa, blanca, muy estable y resistente al ataque químico, también a la tracción mecánica. La celulosa se forma por la unión de moléculas de β -glucopiranososa mediante enlaces β -1,4-O-glucosídico.

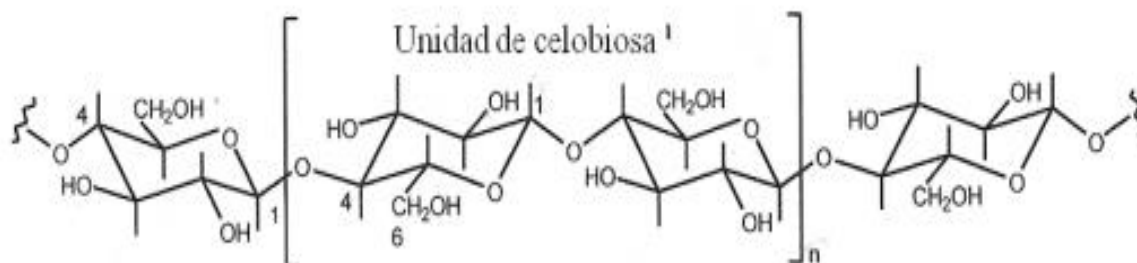


Figura 1. 3 Estructura primaria de la celulosa

2. Hemicelulosa

Las hemicelulosas son compuestos polisacáridos ramificados formados por un solo tipo de monosacáridos unidos por enlaces β (1-4) específicamente los monómeros que forman las hemicelulosas son xilosa, arabinosa, galactosa, manosa, glucosa. Forma parte de las paredes de las células vegetales, recubriendo la superficie de las fibras de celulosa y facilitando el enlace de pectina.

3. Almidón

El almidón representa la principal reserva energética en los vegetales. Es una mezcla de dos polisacáridos homogéneos formados por unidades de α -D-glucopiranososa, la amilosa y la amilopectina ramificada. El almidón esta presente en la naturaleza como partículas llamadas gránulos, principalmente dentro de semillas de cereales.

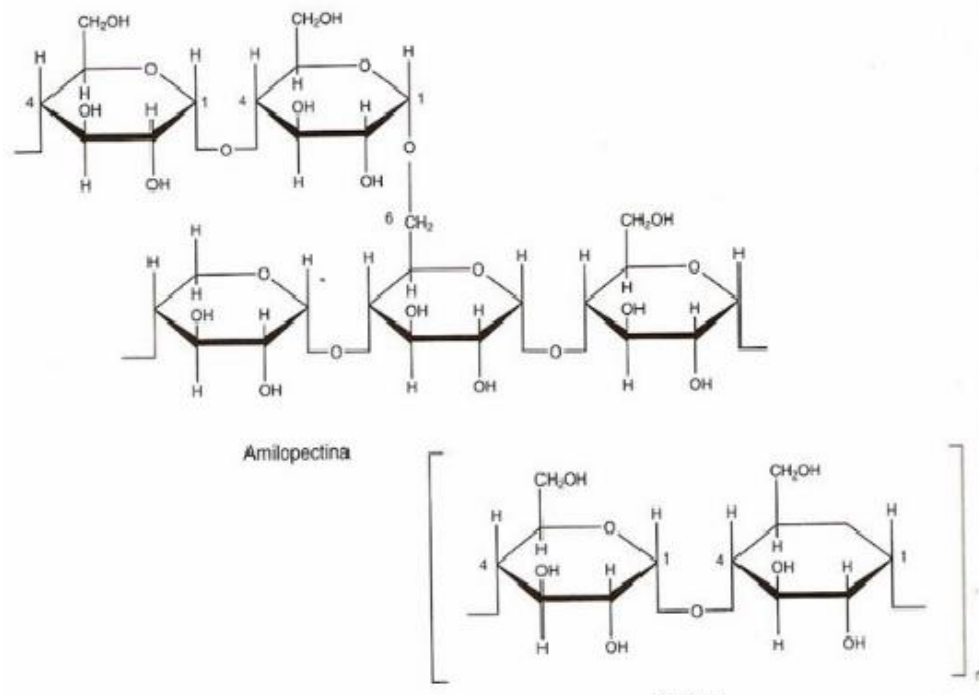


Figura 1. 4 Estructura del almidón

4. Lignina

La lignina es un biopolímero abundante en las plantas y junto con la celulosa y la hemicelulosa forman la pared celular de las mismas en una disposición regulada a nivel nano-estructural, dando como resultado redes de lignina-hidratos de carbono. Es el componente de los vegetales que proporciona rigidez, la lignificación de los tejidos permite mayor resistencia al ataque de los microorganismos.

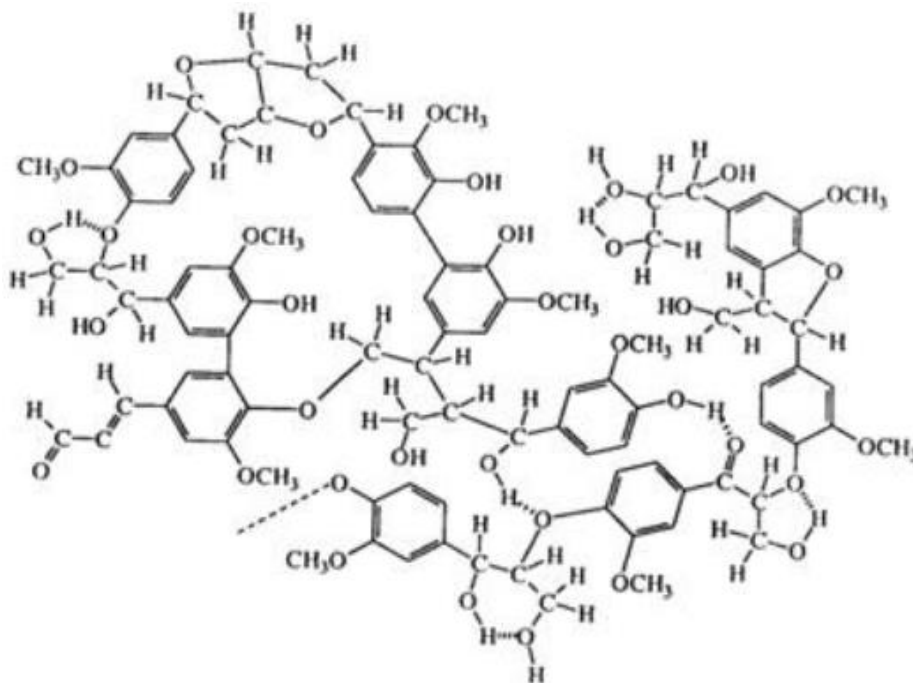


Figura 1. 5 Estructura de la lignina

5. Grupos metoxilos (OCH₃)

Es el grupo funcional más representativo de la lignina. En posiciones tres y cuatro del anillo aromático, reducen la formación de enlaces tipo éter y carbono-carbono, lo que reduce el grado de polimerización.

6. Grupos hidroxílicos (OH)

Grupo funcional formado por un átomo de oxígeno y otro de hidrogeno, es el grupo característico de los alcoholes, fenoles, ácidos carboxílicos entre otros compuestos orgánicos.

7. Hidratos de carbono

Se encuentran en productos como azúcares, almidón y celulosa. Son compuestos en los que los n átomos de carbono parecen estar hidratados con n moléculas de agua.

8. Polidextrosa

La polidextrosa es un polímero compacto de uniones aleatorias que contiene pequeñas cantidades de sorbitol y ácido cítrico, es soluble en agua y de sabor neutro. La fórmula semidesarrollada de la polidextrosa es (C₆H₁₂O₆)_x. (León, 2015)

9. Oligosacaridos

Son combinaciones entre dos y diez monosacáridos que pueden ser diferentes y que aparecen en un orden que no queda claramente establecido. Por ello su determinación por HPLC es imposible y para determinar su presencia se deben hidrolizar en sus monómeros y así poder expresar la concentración de oligómeros.

1.4 Generalidades de los polímeros

Un polímero, (Billmeyer, 2004), es una gran molécula construida por la repetición de pequeñas unidades químicas simples. La longitud de la cadena del polímero viene especificada por el número de unidades que se repiten en la cadena.

1.4.1 Clasificación de los polímeros según su origen

Los polímeros se pueden dividir en dos clases:

1. **Naturales.** Los cuales provienen de plantas, animales, así como también de la madera, caucho algodón, lana y cuero, entre otros.
2. **Sintéticos.** Se obtienen por la transformación química de los polímeros naturales o a partir de compuestos derivados del petróleo.

En la industria se está experimentando un resurgimiento del uso de los polímeros naturales en muchos campos. Dado que los polímeros naturales son recursos típicamente renovables, la naturaleza puede seguir sintetizándolos a medida que se extraen. Este tipo de polímeros se han utilizado en diferentes culturas a través del tiempo para distintos usos, en especial las fibras, que han sido utilizadas para la confección de distintas prendas.

El reconocimiento de que el suministro de petróleo y el carbón es limitado y relativamente costoso, ha conducido al interés por los materiales naturales renovables como sustitutos. Los productos naturales residuales de la agricultura deben servir para distintas utilidades humanas. (Seymour & Carraher, 1995)

1.4.2 Clasificación de los polímeros según su estructura molecular

También se puede clasificar a los polímeros según su estructura:

- **Lineales.** Estos están formados por cadenas largas de macromoléculas no ramificadas.
- **Ramificados.** La cadena principal o “esqueleto” está conectada lateralmente con otras cadenas de macromoléculas.
- **Entrecruzados.** Las cadenas lineales se unen transversalmente en varias posiciones mediante enlaces covalentes.
- **Reticulados.** Están formados por macromoléculas con cadenas y ramificaciones, estas se entrelazan en las tres direcciones del espacio, es decir, estas forman estructuras tridimensionales.

Estas diferencias en la estructura molecular de los polímeros son los que les confieren ciertas propiedades, tanto físicas como químicas.

Cuando a un polímero se le añade un aditivo que modifica sus propiedades, a este se le denomina plástico. El plástico es el resultado de una reacción química, por lo tanto se considera que es un material sintético. Dependiendo del tipo de polímero que se modifica, se obtienen los diferentes tipos de plásticos, los cuales varían según sus propiedades.

1.4.3 Clasificación de los polímeros según su comportamiento con respecto al calor

Los plásticos se clasifican en dos tipos, que se basa en su estructura molecular y en la selección del material para una aplicación determinada.

1. **Termoplásticos.** Según los describe (Peacock & Calhoun, 2006) un termoplástico puede ser repetidamente suavizado cuando se calienta, moldeado en una nueva forma y endurecido cuando se es enfriado. Esto es porque al ser calentado sus moléculas se comportan como un líquido viscoso que fluye al aplicarle presión.
2. **Termoestables o Termofijos.** Estos no fluyen cuando son calentados y son sometidos a cierta presión.

Por su facilidad en manejo y su bajo costo, los termoplásticos son ampliamente utilizados en toda clase de productos cotidianos, por el contrario los termofijos o termoestables son utilizados en aplicaciones específicas, ya que estos últimos requieren un proceso más complejo para su transformación.

1.4.4 Clasificación de los plásticos según el código SPI

La Sociedad de la Industria de los Plásticos, SPI, de los Estados Unidos, ha desarrollado un sistema de clasificación de los plásticos, con el fin de que se pueda distinguir a los diferentes tipos de plásticos con mayor facilidad. El sistema, que fue diseñado para ser usado voluntariamente, ha sido adoptado en todo el mundo. Para identificar un plástico, el código se conforma por el número de identificación de la resina dentro de un triángulo compuesto de tres flechas que componen al símbolo de reciclaje. No todos los plásticos se identifican de esta manera, solo los seis plásticos más usados.

Una de las particularidades de este sistema de clasificación es que entre más grande sea el número de identificación de la resina, el plástico será más difícil de reciclar. Por ejemplo, el polietilentereftalato (PET) se identifica con el número uno y el policloruro de vinilo (PVC) se identifica con el número tres, esto quiere decir que el PET se puede reciclar más fácil que el PVC. Este sistema resulta conveniente al momento de separar los diferentes tipos de plásticos, evitando que los plásticos se mezclen y lleguen a contaminar otros materiales.

Como se mencionó anteriormente este sistema se usa para clasificar a los seis plásticos más ampliamente usados, el número 1 es para identificar al polietilentereftalato (PET); el número 2 es para el polietileno de alta densidad (PEAD); el número 3 para identificar al policloruro de vinilo (PVC); el número 4 identifica al polietileno de baja densidad (PEBD); el número 5 es para el polipropileno (PP); el número 6 es para identificar al poliestireno (PS) y el número 7 para otros plásticos, comúnmente llamados plásticos de ingeniería, ver **figura 1.6**.

Los plásticos de ingeniería tienen mejores propiedades mecánicas, resistencia al calor y al impacto, y se han usado para sustituir a los metales en autopartes, equipo electrónico y de seguridad, entre otros.




Figura 1. 6 Código SPI

1.4.5 Polipropileno

(Kissel & Meyer, 2003) Citaron que el polipropileno (PP) es un material termoplástico que es producido por la polimerización de moléculas de propileno, las cuales son las unidades monoméricas, que se unen en una cadena larga. Las principales características del PP cuando se le somete a un aumento de temperatura, se derivan del largo de las cadenas del polímero y de la amplitud en la distribución del largo de las cadenas poliméricas en un producto dado. Las características en estado sólido del PP se deben a que el monómero del propileno tiene una forma asimétrica, debido a esta naturaleza asimétrica es que se crean diferentes posibilidades en las que las cadenas poliméricas pueden unirse y ramificarse.

Tabla 1. 2 Información del Polipropileno

Polipropileno			
Clasificación	Abreviatura	Código SPI	Monómero
Termoplástico	PP		$\begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}- \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$

1.4.6 Polipropileno modificado

El polipropileno es una molécula, considerada poliolefina: La modificación química de polímeros, especialmente las poliolefinas, ha sido tema de estudio, en los últimos años, con el propósito de obtener nuevos materiales. Estos polímeros modificados pueden ser utilizados como agentes de compatibilización (compatibilizante) para obtener mezclas (blendas) poliméricas más homogéneas, que en general, son incompatibles entre sí. Es importante preparar mezclas de polímeros que sean total o parcialmente compatibles para así obtener nuevos materiales con nuevas propiedades que dependen principalmente de las interacciones específicas que

pueden existir entre los polímeros que componen la mezcla, es decir, del grado de compatibilidad entre ellos. Esto se puede lograr mediante la adición de agentes de compatibilización (compatibilizantes) a las mezclas. Los compatibilizantes son preparados por modificación química de uno o ambos polímeros que componen una mezcla y consiste en la introducción de grupos polares en las cadenas poliméricas mediante reacciones de funcionalización.

1.4.7 Materiales compuestos

En los últimos años se ha estado trabajando para mejorar las propiedades de los plásticos, y se han desarrollado materiales con mayores propiedades mecánicas, elevada dureza y resistencia a la tracción, se les ha llamado plásticos compuestos o “compósitos”.

Los materiales compuestos o compósitos son materiales que en sus diferentes combinaciones o composiciones constan de dos o más materiales en fases separadas, en la que por lo menos una es un polímero. En la naturaleza podemos encontrar compósitos los cuales incluyen por ejemplo a la madera (fibras de celulosa unidos con lignina) y hueso (minerales unidos con colágeno) por otro lado existen compósitos sintéticos tales como el concreto (cementos, arena y aditivos) o como el plástico reforzado con fibra de vidrio (una mezcla de estireno y poliéster combinado con fibras de vidrio). (Masuelli, 2013)

También se puede decir que los materiales compuestos están formados por dos o más fases, una matriz continua que rodea a las demás fases que se denominan fases dispersas y que se clasifican en función de su microestructura o geometría.

En un material compuesto o compósito (Guerrero, y otros, 2011) la matriz polimérica (fase continua) desempeña varias funciones, esta engloba y sostiene los elementos de refuerzo, otorgando consistencia y continuidad al material. Entre las funciones básicas se tienen las siguientes:

- (i) Aglutinar los refuerzos.

- (ii) Transferir las cargas aplicadas sobre la matriz hacia los refuerzos.
- (iii) Proteger la superficie de los refuerzos de la abrasión mecánica.
- (iv) Proveer al refuerzo de una barrera contra los efectos del medio ambiente tales como la humedad.
- (v) Y en caso de que el material esté reforzado con fibras, la matriz debe proveer soporte lateral contra la posibilidad de pandeo de las mismas bajo cargas de compresión.

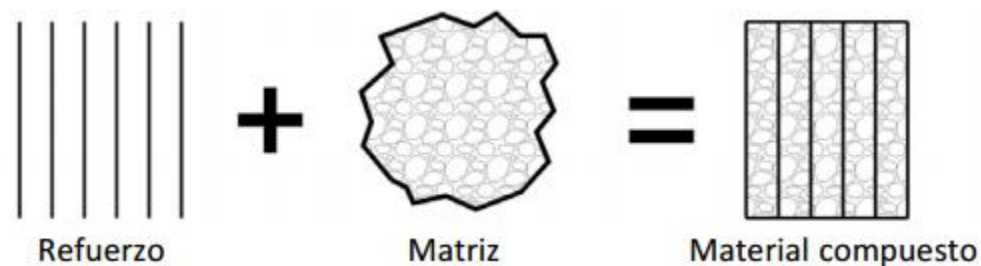


Figura 1. 7 Configuración básica de un material compuesto.

1.4.8 Aditivos de los materiales compuestos (agente de refuerzo)

El papel principal del refuerzo es mejorar las características de la matriz. El refuerzo es el componente del material compuesto que soporta la carga y que también puede aportar con propiedades al material compuesto, por ejemplo, características de conductividad eléctrica o aislamiento, estabilidad térmica, propiedades estructurales, etc. Los refuerzos pueden ser partículas, fibras o elementos estructurales. (Guerrero, y otros, 2011)

El grado de interacción entre el polímero y carga o refuerzo (grado de reforzamiento) depende principalmente de la geometría de las propias partículas del refuerzo. Así, a una concentración determinada del refuerzo el módulo del compósito aumenta al incrementarse el área superficial de las partículas. Así, para una misma cantidad de carga, se tiene que: a menor tamaño de la partícula, mayor área superficial; entre más esférica la forma de la partícula, menor área superficial; y a mayor porosidad, mayor área superficial. (Ramos & Valdes, 1999)

De manera particular en los materiales compuestos de matriz polimérica, es muy importante que exista una buena unión entre la matriz y el refuerzo. Es decir, la

superficie existente entre la matriz y el refuerzo, más conocida como interfaz, debe garantizar la unión entre los constituyentes del material. Cuando el material está reforzado con fibras, el papel de la interfaz es todavía más importante, ya que de la unión entre los constituyentes dependerán las propiedades mecánicas del compuesto. Si la unión es buena, la carga aplicada sobre el material compuesto se transmitirá desde la matriz hacia los refuerzos. (Guerrero, y otros, 2011)

1.4.9 Matriz polimérica

Desde el punto de vista de la ingeniería, es notable el aumento del uso de materiales compuestos avanzados en la fabricación de elementos estructurales en los últimos años. Así pues, los materiales tradicionales como el acero, la madera o el aluminio van cediendo ciertas aplicaciones a materiales compuestos avanzados, con los que se consiguen mejores propiedades específicas. Estos materiales compuestos requieren una fase continua o matriz polimérica.

Existen diferentes clases de matrices a utilizar para la fabricación de un material compuesto de matriz polimérica:

1. **Termoplásticos:** son solubles en solventes apropiados y fusibles bajo determinadas condiciones de temperatura: nylon, polipropileno, policarbonato, polietileno y abs (acronitrilo-butadieno-estireno).
2. **Termoestables:** Se caracterizan por su insolubilidad, inflexibilidad, y alta rigidez: poliésteres, resina epoxi y ester vinílicas.
3. **Fibra orientada unidireccional:** son aquellas fibras que de acuerdo a su geometría se clasifican en: Fibra orientada bidireccional (tejido, material cosido), Fibra orientada tridireccional (tejido 3-D, cosido 3-D) Orientación aleatoria (material de hilo continuo).
4. **Fibra larga y continua:** Orientación aleatoria (material de hilo troceado)
Orientación predominante
5. **Fibra discontinua** Orientación aleatoria Orientación predominante
6. **Partículas y whiskers.**

A continuación se cita la siguiente **figura 1.8** en donde se muestran la clasificación de las fibras y su acomodo estructural en función de su tamaño.

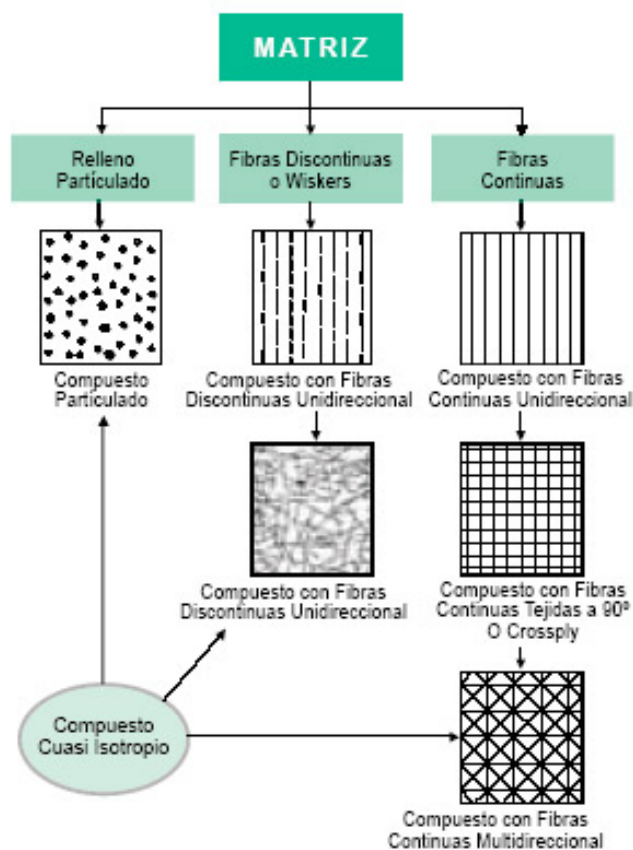


Figura 1. 8 Clasificación de las fibras y su acomodo estructural en la matriz polimérica.

El material de las fibras debe ser fuerte, rígido, ligero y tener elevada temperatura de fusión. Se prefieren materiales con elevados módulos y resistencia específicos.

Tecnológicamente, los materiales compuestos con fases dispersas en forma de fibras son los más importantes. Llamaremos plástico reforzado a un material compuesto formado básicamente por una matriz de resina reforzada con la incorporación de fibras. A menudo se diseñan materiales compuestos reforzados con fibras con la finalidad de conseguir una elevada resistencia y rigidez a baja densidad. Estas características se expresan mediante los parámetros de resistencia específica y módulo específico, que corresponden, respectivamente, a las relaciones entre la resistencia a la tracción y el peso específico y entre el módulo de elasticidad y el peso específico.

Un material reforzado es un sistema integrado por una mezcla o combinación de dos o más micro o macroconstituyentes que difieren en forma y composición química y que son esencialmente insolubles entre sí. Asimismo, si los materiales compuestos

son usados por sus peculiares propiedades estructurales, la definición de materiales compuestos se puede restringir a aquellos en los que una sustancia componente es el refuerzo (conocido por fibra o partícula) soportado por la otra fase que actúa como material aglutinante (conocido como matriz).

1.4.10 Polímeros sintéticos

Existen varios tipos de polímeros con propiedades y estructuras químicas diferentes. Los polímeros sintéticos son aquellos que son obtenidos en laboratorio o en la industria. Algunos ejemplos de polímeros sintéticos son el nylon, el poliestireno, el policloruro de vinilo (PVC), el polietileno, etc. Los Polímeros sintéticos son creados por el hombre a partir de elementos propios de la naturaleza. Estos polímeros sintéticos son creados para funciones específicas y poseen características para cumplir estas mismas. Los polímeros sintéticos son usados en forma masiva en la manufactura de: embalajes para productos alimenticios, fármacos y químicos, electrodomésticos, herramientas, utensilios domésticos, juguetes, componentes automotrices; lo forman parte de una lista muy larga de aplicaciones. También, los polímeros tienen aplicación en diversas áreas de la ciencia y tecnología.

1.4.11 Polímeros naturales

La naturaleza proporciona numerosas sustancias importantes para nuestra vida diaria, por ejemplo, la madera, el algodón, alimentos de origen animal y vegetal, entre muchos otros. Sus componentes fundamentales son macromoléculas formadas por la repetición de pequeñas moléculas llamadas monómeros. Entre estas grandes moléculas, se encuentran el almidón, la celulosa, las proteínas y los ácidos nucleicos. Estos últimos son responsables de las características genéticas de cada individuo. Entre estos se encuentran la celulosa, el almidón, el caucho natural, la seda, las proteínas y entre todas estas moléculas se encuentran las fibras y los exudados. Entre los exudados se encuentra la Goma Karaya, y en cuanto a fibra, la fibra insoluble.

1.5 Antecedentes

Como menciona (Guerrero, y otros, 2011), el polipropileno modificado reforzado con fibras naturales se ha estado usando por la industria automotriz, lo cual ha dado como resultado piezas de bajo peso y de gran resistencia a la flexión.

En algunas investigaciones anteriores se han manejado diversas fibras como refuerzos de matrices termoplásticas, la fibra de henequén es una de las fibras más ampliamente usadas alrededor del mundo en diversos artículos, en México además se ha usado fibras obtenidas a partir del agave, ya que el estado de Jalisco es uno de los mayores productores de tequila en México, teniendo residuos de agave en gran cantidad. (Sanjuan Raygoza & Jasso Gatinel, 2009)

También se ha mencionado que las propiedades mecánicas del polipropileno reforzado mejoran cuando la proporción de la fibra es menor al 30%, esto se ha observado en investigaciones que usan fibras de yute, álamo, kenaf, entre otros. (Vallejos, 2006)

En su trabajo (Karnani, Krishan, & Ramani, 1997) menciona que el principal problema del uso de fibras naturales como refuerzo en termoplásticos es la baja compatibilidad entre las fibras y la matriz. Por lo tanto la eficiencia del compuesto reforzado con fibra, dependerá de de la interfase matriz-fibra y de la habilidad de la matriz para transferir el esfuerzo hacia las fibras. Esta habilidad de transferencia de esfuerzo, es determinante en la modificación de las propiedades mecánicas del compuesto. Por lo tanto es necesario el uso del polipropileno modificado con anhídrido maleico, para mejorar la adhesión interfacial, esto debido de la presencia de una matriz con mayor polaridad que interactúa favorablemente con los grupos hidroxilo en la superficie de la fibra.

Se ha demostrado que el uso anhídrido maleico de PP es efectivo como agente acoplante entre agentes de refuerzo naturales y la matriz en la interfaz, siendo el método más común de mejorar la adhesión interfacial. La ventaja que tienen las fibras naturales sobre los refuerzos tradicionales son; bajo costo, baja densidad, alta dureza, mejora en las propiedades térmicas, reduce la irritación respiratoria y dérmica y mejora la biodegradabilidad (Kim, Lee, Choi, Kim, & otros, 2007)

Capítulo 2: Metodología

2.1 Materiales

2.1.1 Materiales para la obtención de la fibra insoluble

A continuación se muestra un listado del material de cristalería y laboratorio para la obtención de la fibra insoluble.

- 1 Vaso de precipitado de 250 ml
- 1 Vaso de precipitado de 500 ml.
- 1 Vaso de precipitado de 1000 ml.
- 1 Parrilla de calentamiento
- 1 Balanza
- 1 pipeta de 10 ml.
- 1 Piseta
- Tiras de pH.
- 2 Pinzas de disección
- 1 Termómetro
- 1 Espátula
- 1 Cronometro
- 1 Colador
- 1 Molino
- 1 Criba
- Agua destilada
- Hipoclorito de sodio (NaClO)
- Ácido Clorhídrico (HCl)
- Estufa
- Guantes de plástico
- Lentes de protección
- Mascarilla
- Papel aluminio
- Charolas de aluminio

2.1.1.1 Ácido clorhídrico

La solución de ácido clorhídrico tiene como función eliminar las proteínas y material soluble en agua. **(Ver tabla 2.1)**

Tabla 2. 1 Propiedades físicas del Acido clorhídrico, HCl.

Parámetro	Especificación
Presión de vapor (a 17°C)	4 atm
Densidad de vapor	1.27
Densidad del gas (a 0°C)	1.639 g/l
Índice de refracción de disolución 1.0	1.34168
Punto de congelación de disolución acuosa	-17.14°C
Punto de ebullición	85°C
Punto de fusión	-25°C
Color	Transparente

2.1.1.2 Hipoclorito de Sodio, NaClO

Una vez que se concluye la hidrólisis ácida se procedió a realizar la hidrólisis básica cuya finalidad es blanquear la fibra insoluble ya que después del proceso de hidrólisis ácida, los materiales tienden a tomar un color oscuro.

Las propiedades físicas y químicas del Hipoclorito de sodio utilizado se muestran en la **tabla 2.2**

Tabla 2. 2 Propiedades físicas del NaClO

Parámetro	Especificación
Densidad	1,11 g/cm ³
Punto de ebullición	Se descompone
Punto de fusión	18°C
Color	Blanco cristalino
Solubilidad	Soluble en agua

2.1.2 Incorporación de los materiales para la obtención de polipropileno modificado

2.1.2.1 Fibra Insoluble (agente reforzante)

Obtenida a partir de la cáscara de naranja y usado como refuerzo, añadiendo resistencia al compuesto, el refuerzo cuenta con un tamaño de partícula alrededor de 29.52 µm.

2.1.1.2 Polipropileno Valtec

Es un homopolímero del polipropileno en forma esférica que comparado con el polipropileno en gránulo (pellet) presenta ventajas en términos de mejoramiento de

productividad, procesamiento y menor consumo de energía. El cual fue utilizado como la fase continua del compuesto.

2.1.1.3 Goma Karaya

Obtenido a partir del exudado del árbol *Sterculia urens* Roxburgh y otras especies de *Sterculia spp.* Está constituido de polisacáridos de alto peso molecular. Usado como agente elastomérico, modifica la elasticidad del compuesto.

La importancia de utilizar la goma karaya radica en que presenta una baja solubilidad en el agua y es fuertemente adherida cuando es usada en elevadas concentraciones.

Otras propiedades de la goma karaya son:

- La solubilidad aumenta con la temperatura,
- No es inflamable
- No es toxica
- No es reactivo



Figura 2. 1 Goma karaya en estado polvo.

Es usado como agente elastomérico, modifica las propiedades elásticas del compuesto.

2.1.1.4 Agente Acoplante Polybond

Es un modificador químico que se obtiene a partir de la modificación química del polipropileno el cual funciona como un agente acoplante para fibra de vidrio, fibra de celulosa y rellenos minerales que refuerzan al polipropileno. Los cuales fueron donados por la empresa Indelpro S.A de C.V. Por medio de su planta ubicada en Boulevard Petrocel KM 0.5 Colonia Puerto Industrial Altamira, Altamira Tamaulipas, C.P. 89603.

2.2 Métodos

2.2.1 Obtención de la Fibra Insoluble

2.2.1.1 Obtención de la materia prima (cáscara de naranja)

La recolección de la cáscara de naranja primeramente se llevó a cabo en base a un convenio realizado con la Empresa “Mexican Citrus” en el municipio de Montemorelos, Nuevo León, la cual no contaba con una gestión adecuada de sus residuos agroindustriales. Posteriormente se llegó a un acuerdo con la Empresa “Jugos Don Luis” ubicada en la Central de Abasto del municipio de Guadalupe, Nuevo León para abastecer de materia prima la investigación durante los últimos dos meses.

2.2.1.2 Eliminación del bagazo

Para comenzar el pre-tratamiento primero se eliminó el bagazo presente en las cáscaras de naranja, terminado esto, se pesa la cantidad deseada, en esta investigación se optó por que la cantidad estándar fuera de 200 g. Una vez pesada se introduce en un vaso de precipitado con 500 ml. de agua destilada hirviendo y se deja reposar durante 1 hora mientras se prepara la solución de HCl.

2.2.1.3 Hidrolisis ácida (HCl)

La finalidad de este tratamiento es eliminar los compuestos extraños de la cáscara de naranja como minerales, grasas, proteínas, bacterias. Se utilizaron 15.2 ml de HCl por cada 500 ml de agua destilada, de la misma manera se deja reposando durante 1 hora y posteriormente se lava cuidadosamente con agua para eliminar cualquier residuo de la solución ácida.



Figura 2. 2 Hidrólisis ácida en el tratamiento de la cáscara de la naranja

2.2.1.4 Hidrolisis básica (NaClO)

La hidrólisis básica se realiza con el fin de eliminar la presencia de colorantes presentes en la celulosa. El volumen de NaClO utilizado fue 165.3 ml. y se aforó a 500 ml con agua destilada, se deja durante 1 hora y continua un lavado para eliminar también los residuos de esta solución.

2.2.1.5 Secado

Una vez terminado los tratamientos anteriores se vierten las cáscaras de naranja cuidadosamente en un recipiente y se dejan en una estufa durante 3 días a 80°C.

2.2.1.6 Molienda y tamizado

Pasados los 3 días se introducen las cáscaras de naranja a un molino para obtener el menor tamaño de partícula posible y facilitar su tamizado. El tamiz o criba utilizada en esta investigación tiene un tamaño de apertura de .45 micras, de acero inoxidable de malla 200 marca Tyler, certificado por la ASTM.



Figura 2. 3 Tamiz utilizado para la obtención del tamaño de partícula adecuado en la fibra insoluble, Marca Tyler con número de malla 200, certificado por la ASTM

2.2.2 Incorporación de la fibra insoluble como agente de refuerzo

2.2.2.1 Extrusión

Un extrusor es una máquina de gran versatilidad, utiliza un termoplástico granulado que almacena en un depósito, plastifica el polímero y lo hace pasar por el cuello de suministro a través de una matriz. El tornillo hace avanzar el polímero a través de un cilindro calentado (tambor) hacia un conjunto de placa separadora o rompedora y pantalla de protección antes de introducirse en la matriz. El proceso puede dividirse en zona de suministro o alimentación, zona de compresión o de transición y en zona de dosificación. (Raimond & Charles E., 1995).

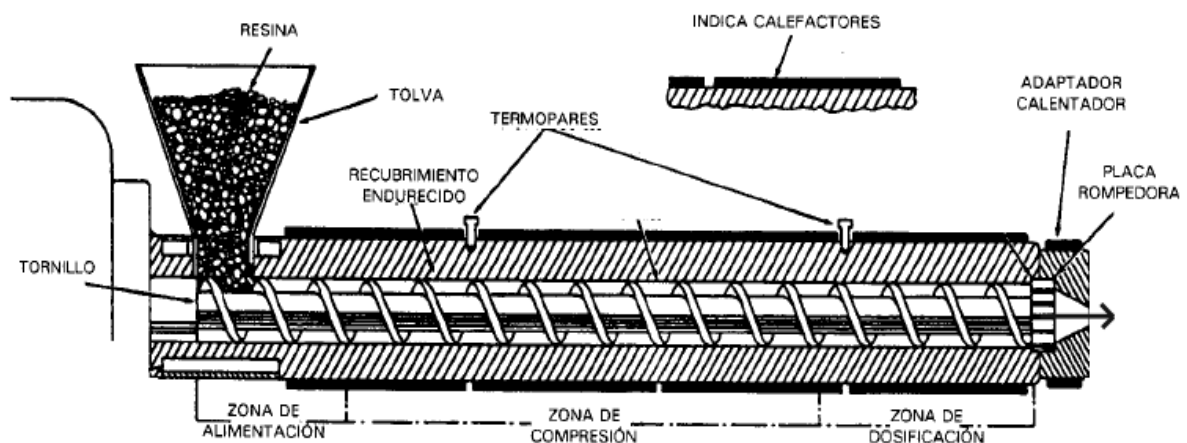


Figura 2. 4 Diagrama del Extrusor

Se trabajó con un extrusor monohusillo de 19 mm de diámetro con una relación L/D 30:1, de corriente 220 V, con un motor de 2HP, para el polipropileno modificado se trabajó con a una velocidad de 50rpm, a tres temperaturas diferentes: en la zona de alimentación se trabajó a una temperatura de 190° C; en la zona de compresión se trabajó a una temperatura de 195° C; y en la zona de dosificación se trabajó a una temperatura de 210° C.

Se utilizó un extrusor mono husillo marca Beutelspacher, con husillo de 19 mm de diámetro y relación L/D 30:1, corriente de 220 V y motor de 2 HP para la formación de la matriz polimérica que posteriormente se inyectó para la formación de las probetas.

Las condiciones en las que se procesó la muestra en el extrusor fueron las siguientes:

- Velocidad del husillo de 50 RPM.
- 190° C sección de transporte
- 195°C sección de compresión
- 210°C sección del dado o salida.



Figura 2. 5 Extrusor monohusillo Beutelspacher

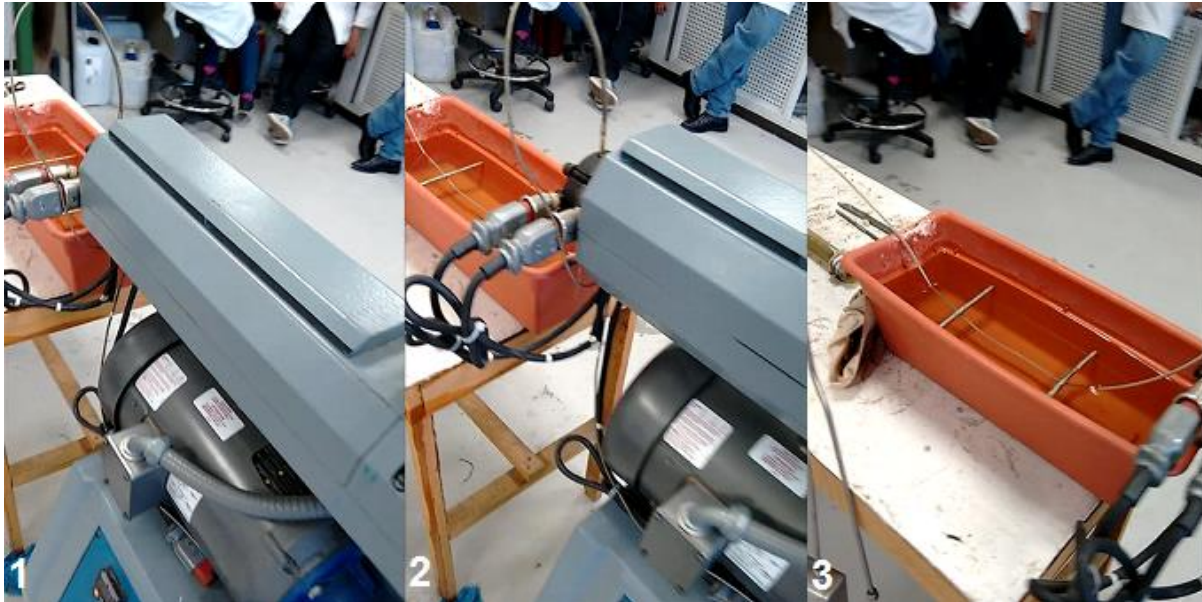


Figura 2. 6 Extrusión del polipropileno modificado.

2.2.2.2 Peletización

El proceso de Peletización se define como el moldeado de una masa de pequeñas partículas en partículas más grandes o pellets, mediante procedimientos mecánicos, presión, calor y humedad. (Paulino, 2013). El proceso del peletizado ocurre después del proceso de extrusión, el cual en algunas ocasiones es usado para mezclar los componentes del material, al salir el filamento del material, este es enfriado por agua y posteriormente cortado en pequeños pedazos llamados pellets, estos constan de un tamaño no mayor a los 3mm. Este proceso es fundamental para su posterior inyección en el molde de probetas ASTM D638-02^a.

2.2.2.3 Inyección del polipropileno modificado

El moldeo por inyección es una técnica típica de los materiales termoplásticos, obteniéndose productos, que varían ampliamente en la forma y en el tamaño. Este proceso utiliza un equipamiento similar a la de la máquina de extrusión. Se usa un tornillo para consolidar el material y conducirlo a la cámara de inyección donde es calentado. Cuando el material esta fundido puede hacerse fluir mediante la aplicación de calor, el material sale de la boquilla y puede dividirse en varios flujos que circula por los bebederos que alimentan las distintas cavidades de los moldes múltiples. El flujo continúa hasta que la cavidad se llena de material, el cual se fusiona, bajo los

efectos de la presión y del calor, para producir una pieza homogénea. La pieza moldeada se recupera al abrir el molde. (Universidad de Oviedo, 2014)

El ciclo de producción consta de ocho fases:

- 1) Cierre del molde.
- 2) Avance del grupo de inyección.
- 3) Inyección del material en el molde, cerrado y frío.
- 4) Mantenimiento de la presión.
- 5) Refrigeración y solidificación del objeto (comienza al terminar la inyección y dura hasta que empieza la apertura del molde).
- 6) Retroceso del grupo de inyección.
- 7) Plastificación del material para el ciclo siguiente.
- 8) Apertura del molde y expulsión de la pieza.

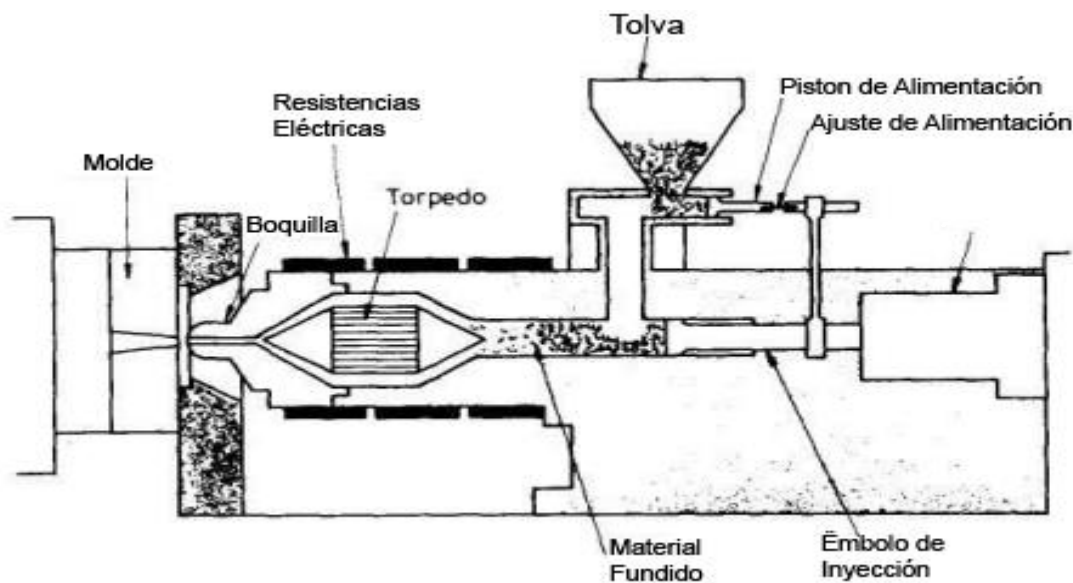


Figura 2. 7 Diagrama de la Inyectora.

2.2.2.3 Técnicas de caracterización

2.3.1 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier, (FTIR)

El equipo de Espectroscopia presenta una amplia gama de análisis, desde laboratorios académicos y analíticos, hasta control de calidad y laboratorios forenses. Cuando la radiación se hace pasar a través de una muestra, la muestra absorbe cierta radiación y se transmite una señal. La señal que resulta es un espectro que representa una huella molecular de la muestra. Este análisis es útil porque cada estructura química produce diferentes huellas espectrales, de tal manera que es posible ubicar los grupos funcionales presentes en cada muestra.



Figura 2. 8 Equipo de Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier Thermo scientific. (FTIR)

2.3.2 Análisis elemental orgánico, (CHN/O)

El equipo de Análisis Elemental Perkin Elmer 2400 Series II CHNS/O permite la determinación del carbono, oxígeno, hidrógeno, azufre y nitrógeno contenido en materiales orgánicos e inorgánicos. Se aplica en productos farmacéuticos, polímeros, productos químicos, ambientales y energéticos incluyendo sólidos, líquidos y volátiles. Es uno de los principales analizadores elementales orgánicos en el mercado hoy en día. Basado en el método clásico de Pregl-Dumas, la muestra se quema en un ambiente de oxígeno puro y los gases resultantes de la combustión se miden de una manera automatizada. El diseño ha sido probado en campo en miles de laboratorios de todo el mundo. El Controlador de alta velocidad del microprocesador, sus componentes de estado sólido y los diagnósticos incorporados proporcionan confianza en el rendimiento y fiabilidad.



Figura 2. 9 Equipo de Análisis Elemental (CHN/O)

2.3.3 Calorimetría diferencial de barrido, (DSC)

La calorimetría diferencial de barrido, o DSC, es una técnica experimental dinámica que nos permite determinar la cantidad de calor que absorbe o libera una sustancia, cuando es mantenida a temperatura constante, durante un tiempo determinado, o cuando es calentada o enfriada a velocidad constante, en un determinado intervalo de temperaturas.

Esta técnica además del calor, determina el punto de ebullición y fusión, la pureza de compuestos cristalinos, entalpías de reacción y determinación de otras transiciones de primer y segundo orden.

La determinación se llevó a cabo en un calorímetro diferencial de barrido de la marca TA Instruments, modelo DSC Q200, en las siguientes condiciones:

- Flujo de gas nitrógeno con 99.999% de pureza a 100mL/min.
- Rampa de calentamiento a 10 °C/min de 25 a 350°C
- Se usaron bandeja y tapa de aluminio Tzero® hermética para encapsular a la muestra, con un par de orificios en la tapa.
- La muestra se calibró con metal Indio, de acuerdo a la norma E 794 “Melting Crystallization Temperatures by Thermal Análisis”.



Figura 2. 10 Equipo Calorímetro Diferencial de Barrido marca TA Instruments modelo Q200.

2.3.4 Análisis termo gravimétrico, (TGA)

La Termogravimetría (TG) se basa en la medida de la variación de la masa de una muestra cuando es sometida a un programa de temperatura en una atmósfera controlada. La variación de masa puede ser una pérdida de masa o una ganancia de masa. Este análisis consiste en someter a una muestra a un calentamiento programado registrando la variación de peso de la muestra y la derivada de dicha variación (DTG).

La determinación se llevó a cabo en un analizador termogravimétrico (TGA) con DSC simultáneo de la marca TA Instruments, modelo SDT Q600, en las siguientes condiciones:

- Flujo de gas nitrógeno con 99.999% de pureza a 20mL/min.
- Rampa de calentamiento a 20 °C/min de temperatura ambiente hasta 700 °C
- Empleo de crisoles de alúmina de 90 µL.
- La muestra se calibró con metal Indio, de acuerdo a la norma E 794 "Melting Crystallization Temperatures by Thermal Analysis".



Figura 2. 11 Equipo de Análisis Termogravimétrico marca TA Instruments SDT Q600.

2.3.5 Microscopía electrónica de barrido, (SEM)

El equipo consiste en un microscopio electrónico que permite la observación y estudio de muestras sólidas y conductoras mediante la interacción de un haz de electrones con la superficie del material objeto de estudio, como resultado, el equipo proporciona imágenes de gran resolución de la topografía superficial de la muestra.



Figura 2. 12 Microscopio electrónico de barrido marca Jeol

2.3.6 Difracción de rayos X, (DR-X)

El equipo difractor de rayos x permite un análisis detallado de cualquier material, ya sea su identificación de fase, análisis cuantitativo, determinación de la estructura cristalina, dispersión total, reflectometría de rayos x, entre otros resultados.



Figura 2. 13 Equipo de Difracción de rayos X Bruker

2.3.7 Determinación del tamaño de la partícula, (DLS)

El estudio se llevó a cabo en un equipo marca Malvern modelo Mastersizer 2000.

Los parámetros de medición fueron los siguientes:

- Índice de Refracción Fibra Soluble: 1.3
- Modelo: General purpose-normal sensitivity

Mediciones:

- Tiempo de medición: 10s.
- Tiempo de medición de Background: 10s.
- Velocidad de alimentación: 25%
- Presión para dispersión del aire: 1Bar.
- Alícuotas: 1
- Mediciones por alícuota: 3

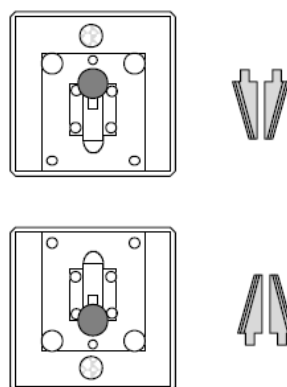
En los resultados se reporta el promedio.



Figura 2. 14 Equipo analizador del tamaño de la partícula marca Malvern modelo Mastersizer 2000.

2.3.8 Caracterización del Compósito (Ensayos Mecánicos)

Los ensayos mecánicos como se mencionó en el capítulo 10, proporcionan información sobre propiedades mecánicas básicas (rigidez, resistencia a la tracción, y tenacidad). En este informe se trabajó con una máquina universal Gunt Hamburg WP310 con una capacidad de 50 KN, el cual es un sistema de pruebas de columna vertical y una máquina universal marca Shimadzu AGS-X con una capacidad de 10kN. Para los ensayos o pruebas de tracción, se debe de tener las mordazas adecuadas, para esto se utilizaron dos cabezales de mordaza trapezoidal.



Cabezales de mordaza trapezoidal

Figura 2. 15 Referencia de Mordazas de Maquina Universal Gunt Hamburg WP310



Figura 2. 16 Descripción de Tablero de Control Maquina Universal Gunt Hamburg WP310

El material debe de estar centrado y emplazado de manera vertical, debe adentrarse lo suficiente en las mordazas.



Figura 2. 17 Fotografías de la maquina universal Shimadzu AGS-X 10kN

Capítulo 3: Resultados

3.1 Resultados de la Fibra Insoluble

3.1.1 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier, (FTIR)

3.1.1.1 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier de la Fibra Insoluble

La espectroscopia de infrarrojo por Transformada de Fourier, es una técnica de caracterización muy importante, ya que permite visualizar el comportamiento de una de una molecular, a través de la pérdida de grupos funcionales o en muchos casos, la ganancia de grupos funcionales debido a las posibles reacciones químicas. En este caso, cuando la cáscara de naranja es expuesta a sustancias químicas para lograr un fin es notorio el cambio que existe en el material. A continuación en la figura 3.1 se observa el espectro de infrarrojo de una muestra de cáscara de naranja seca, previamente sometiendo a un proceso de exposición al sol para eliminar la humedad superficial.

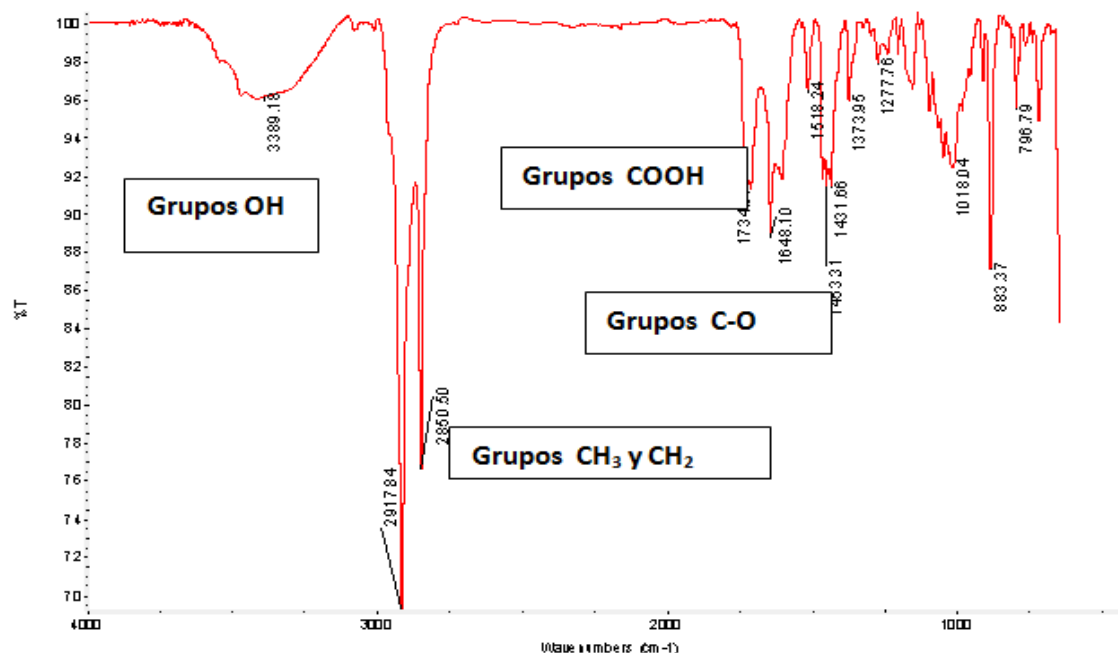


Figura 3. 1 Espectro de infrarrojo de la muestra de cáscara sin procesar.

En este espectro se observó cómo los grupos funcionales -OH están presentes en la banda de los 3389.18 cm⁻¹, estos grupos funcionales son característicos de la celulosa presente en el material vegetal, de la humedad molecular presente en la muestra, así mismo los grupos metilos -CH₃ y metilenos -CH₂ que corresponden a los grupos ubicados en la banda 2917 cm⁻¹ y 2850 cm⁻¹ característicos de la cadena

carbonada de los polisacáridos presentes, así mismo de los muchos componentes de la cáscara, tales como limoneno, el cual es un terpeno. En la banda de absorción 1646 cm^{-1} se observa la banda característica del grupo carbonilo, propios de los grupos de los ácidos carboxílicos, específicamente del ácido cítrico contenido en la composición de la cáscara de naranja, el cual es un ácido tricarboxílico $-\text{COOH}$, ubicados en la banda 1734 cm^{-1} . A continuación se observa en la figura 14.2 el espectro de infrarrojo de la muestra de cáscara de naranja, una vez que esta ha pasado por el proceso de hidrólisis ácida e hidrólisis básica.

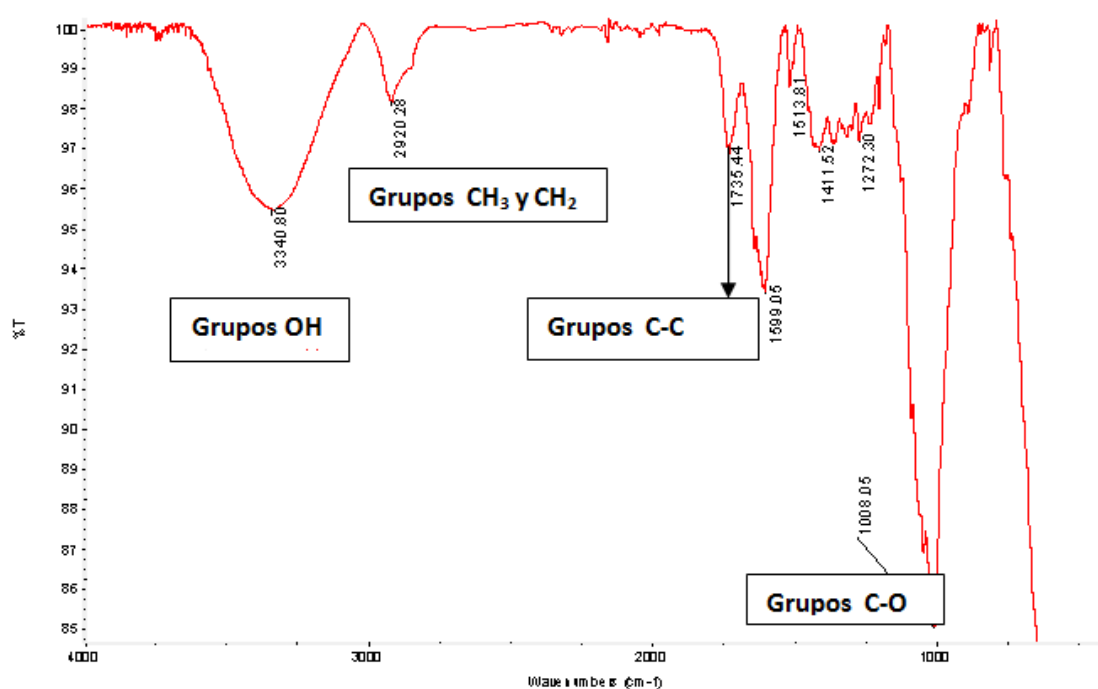


Figura 3. 2 Espectro de infrarrojo de la muestra de cáscara después del proceso de hidrólisis ácida y básica.

Se observó el espectro de infrarrojo de la cáscara de naranja después del proceso de hidrólisis ácida para la obtención de fibra insoluble. Se eliminan en gran proporción grupos metilos $-\text{CH}_3$ y metilenos $-\text{CH}_2$ de la cadena principal, estos grupos metilos y metilenos en banda ubicada en 2920 cm^{-1} , así mismo se observa la banda del grupo de los $-\text{OH}$ característicos de los polisacáridos presentes como lignina, ya que la fibra es insoluble, rica y abundante en lignina. En la banda de los 1008 cm^{-1} se observa una nueva banda de absorción característica de los grupos OH cíclicos ubicados en el rango de $1060\text{ cm}^{-1} - 1015\text{ cm}^{-1}$ que son característicos de la Lignina.

A continuación se muestra la figura 14.3 el espectro de la muestra de fibra insoluble posterior al proceso de secado y cribado.

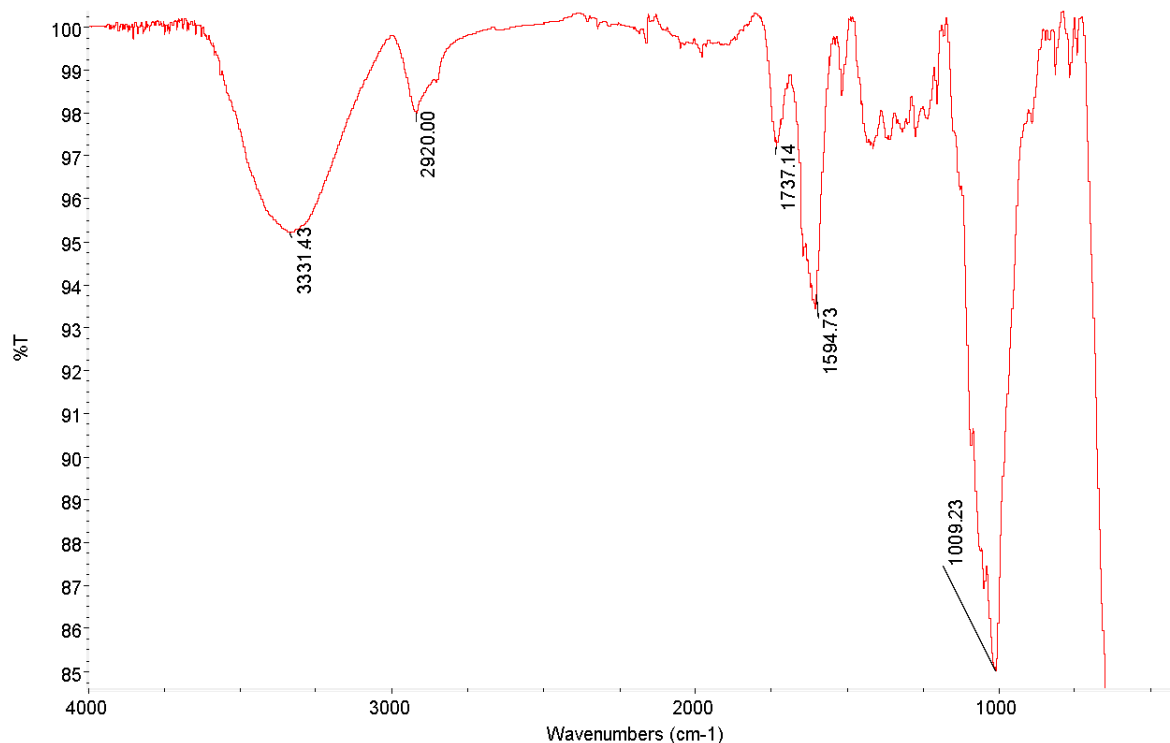


Figura 3. 3 Espectro de la muestra de fibra insoluble posterior al proceso de secado y cribado.

La lignina, en particular, es un polímero natural, amorfo y tridimensional, con una estructura compleja, que cambia según la fuente de la biomasa y los procesos de extracción utilizados. Es el único componente de la biomasa constituido por unidades orgánicas aromáticas, lo que lo dota de una rigidez alta.

3.1.1.2 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier del polímero modificado

Se analizó el polímero matriz, el PP, en la figura 3.4, aparecen los grupos funcionales y característicos de este polímero, presenta bandas de absorción características de las poliolefinas, las cuales corresponden a enlaces carbono - carbono, correspondientes a los grupos metilo en la banda de absorción ubicada en los 2945 cm^{-1} así como también enlaces carbono hidrógeno, correspondientes a la cadena de la poliolefina ubicada en 1448 cm^{-1} . Pero una vez que el PP es modificado con la fibra insoluble obtenida a partir de la cáscara de naranja y a su vez con goma karaya, el espectro se modifica al modificarse la estructura del PP virgen.

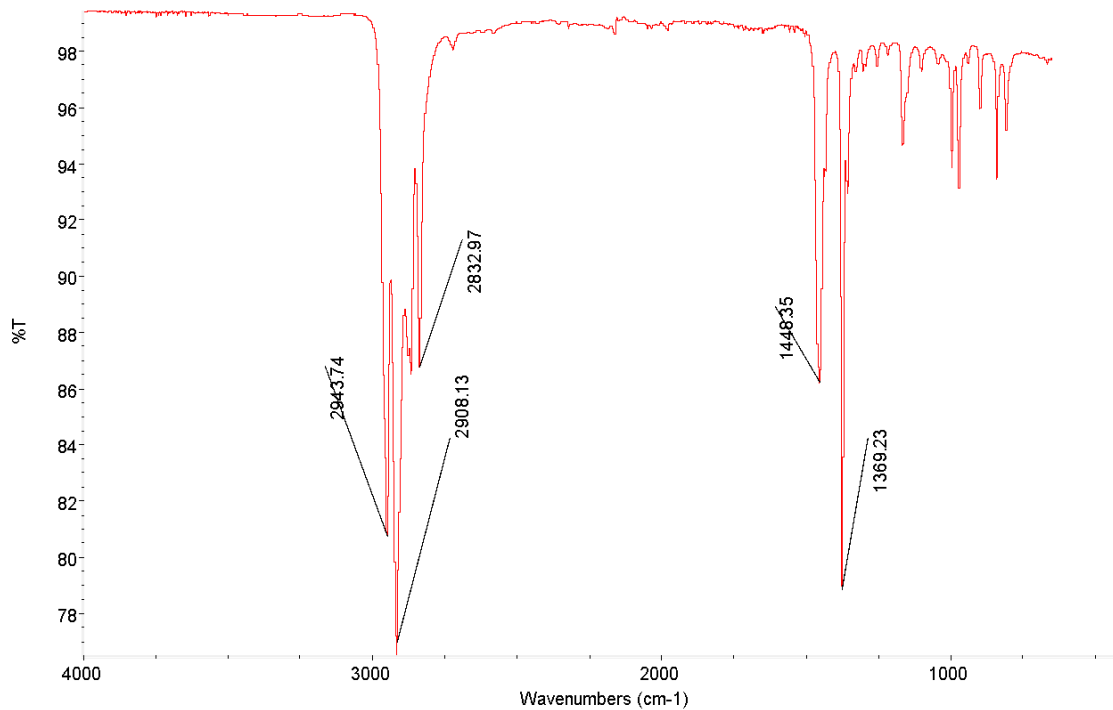


Figura 3. 4 Espectro de infrarrojo por Transformada de Fourier de la muestra de PP virgen.

A continuación se muestra en la figura 3.5 el espectro de infrarrojo por transformada de Fourier, FTIR, del PP modificado, en este se puede observar la banda ancha ubicada en 3335 cm^{-1} correspondiente a la fibra insoluble y goma karaya, la cual modifica al espectro de PP, estos grupos funcionales pueden atribuirse al ácido galacturónico propio de la goma karaya, la cual contiene grupos amino, -NH primarios, así mismo grupos -OH característicos de los polisacáridos.

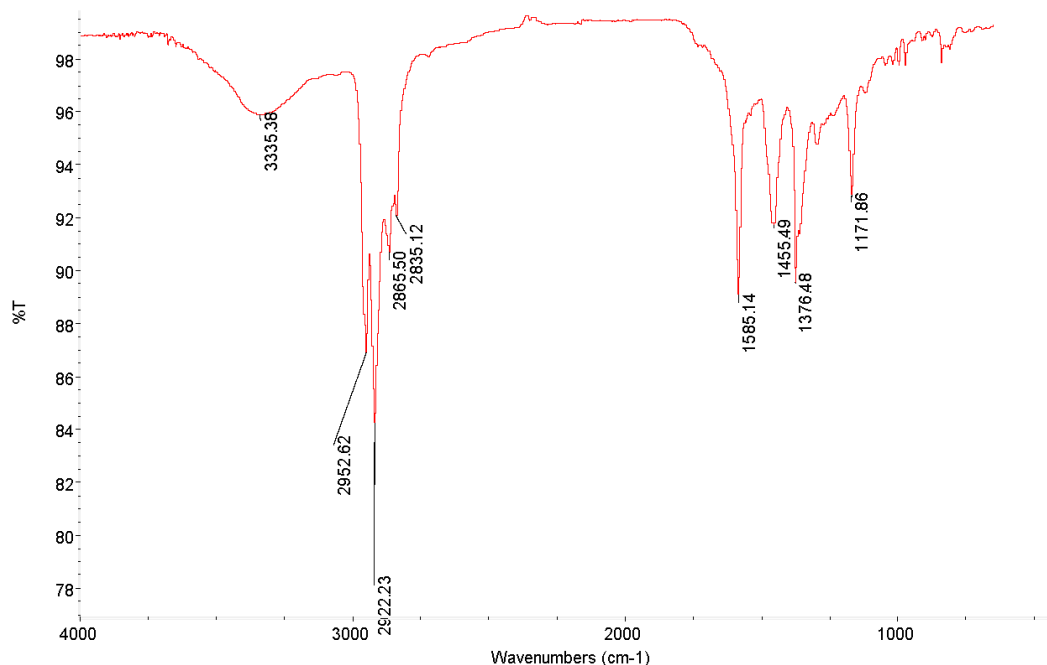


Figura 3. 5 Espectro de infrarrojo de la muestra de PP modificado

En general las muestras de polipropileno modificado mostraron mejoría en las propiedades mecánicas del compósito, en cuanto al módulo de Young, excepto por la muestra 2 ya que en dicha muestra la fibra insoluble está actuando como refuerzo.

En lo que respecta a la muestra 3 replica número 1 que ya contiene los aditivos, la goma karaya y la fibra insoluble, se muestra un comportamiento extraordinario en cuanto al desplazamiento mostrado, como puede observarse en el apartado 3.1.7. Se puede sugerir que en esta muestra los componentes se encuentran dispersos, por lo cual presenta las propiedades elásticas que le infiere la goma karaya. En el espectro se observan los grupos funcionales característicos de las aminas primarias en la asignación de 3335 cm^{-1} , correspondientes a las aminas propias de la goma karaya, así mismo de los grupos -OH de los polisacáridos presentes (GK y la FI), en la asignación ubicada en los 2865 cm^{-1} se encuentran los grupos metilos $-\text{CH}_3$ y metilenos $-\text{CH}_2$, característicos de las poliolefinas y también de la cadena hidrocarbonada de restos de limoneno de la cáscara de naranja. En la banda de absorción ubicada en los 1585 cm^{-1} se encuentra la confirmación del grupo amino -NH, así mismo en la banda en 1455 cm^{-1} se encuentra el grupo funcional $-\text{COOH}$, correspondiente a los ácidos carboxílicos propios del ácido cítrico.

3.1.2 Análisis elemental orgánico, (CHN/O)

3.1.2.1 Análisis elemental orgánico de la fibra insoluble

El análisis elemental orgánico permite visualizar el comportamiento con respecto al porcentaje de carbono, hidrógeno y nitrógeno contenido en la muestra.

Los datos del contenido de carbono en la muestra de fibra insoluble se observan en la siguiente tabla 3.1

Tabla 3. 1 Porcentajes de elementos en la fibra orgánica.

Análisis elemental		
%C	%N	%H
81.81	4.9	-0.02

3.1.2.1 Análisis elemental orgánico del polímero modificado

Como se observa en la figura 3.2 el polipropileno virgen no muestra nitrógeno en comparación con el polipropileno modificado, en el cual se encuentra nitrógeno propio de la fibra insoluble, y de la goma karaya. Se observa que los aditivos aportan gran cantidad de nitrógeno, lo cual indica que la naturaleza de los aditivos es de materia orgánica (origen vegetal). Estos valores son importantes en el polipropileno modificado, ya que indican que el tiempo de degradabilidad en el ambiente podría ser menor que aquel polipropileno que no ha sido modificado.

Tabla 3. 2 Composición elemental (CHN) del Polipropileno. Comparativo PP virgen vs. PP modificado

Polipropileno Virgen	Polipropileno Modificado
Carbono 80.5%	Carbono 89.0%
Hidrógeno 79.5%	Hidrógeno 85.74%
Nitrogeno 0.0%	Nitrógeno 70.81%

3.1.3 Calorimetría diferencial de barrido, (DSC)

El presente análisis se realizó en un analizador termogravimétrico (TGA) con DSC simultáneo, por lo que los resultados de calorimetría diferencial de barrido y el análisis termogravimétrico se muestran de manera adjunta.

En la figura siguiente se observan los comportamientos de la fibra insoluble con respecto a la temperatura, en donde la temperatura de degradación oscila alrededor de los 130 grados.

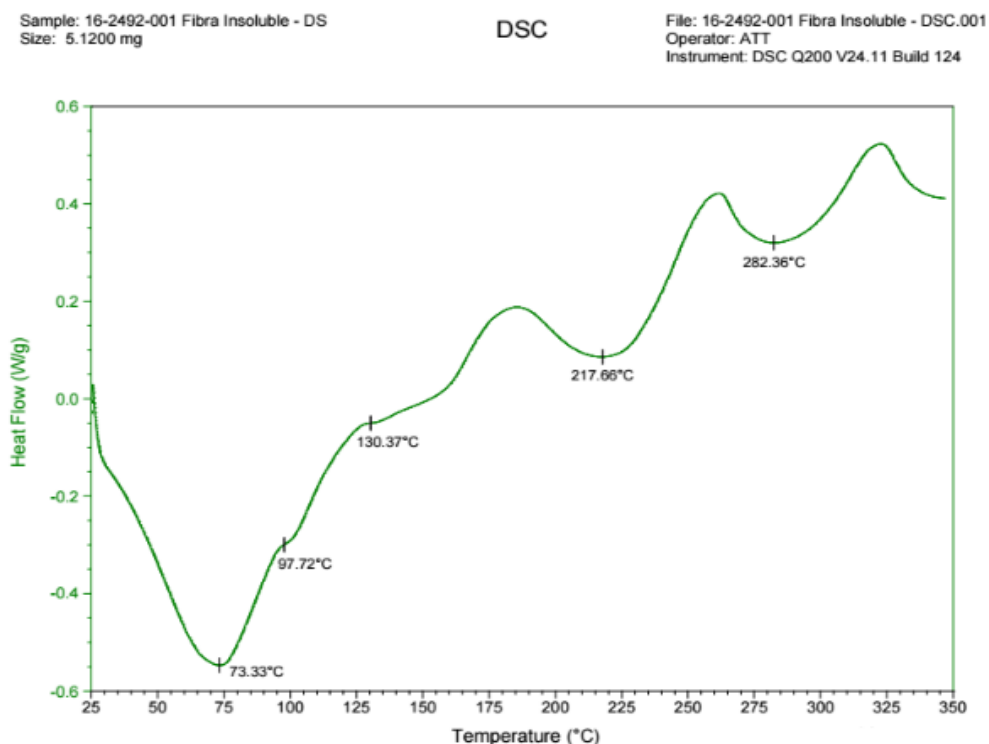


Figura 3. 6 Termograma de la muestra de fibra insoluble.

Con relación a los resultados experimentales derivados del estudio por DSC (ver gráficas de anexo de análisis térmico), se observa en la rampa de calentamiento del DSC que la muestra presenta al menos cinco fenómenos endotérmicos por debajo de 350°C.

A continuación se presentan los resultados de calorimetría diferencial de barrido para la muestra de polipropileno virgen Valtek.

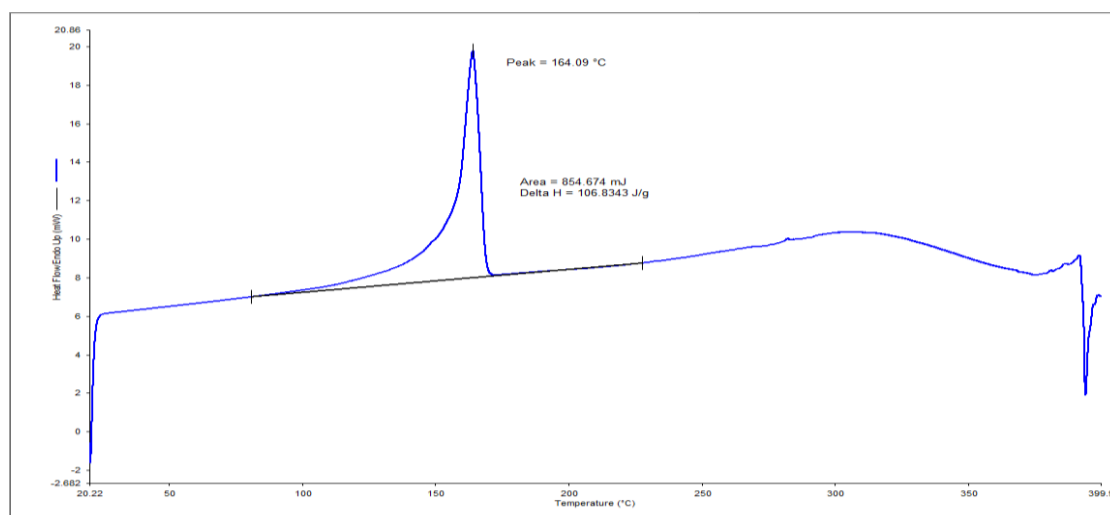
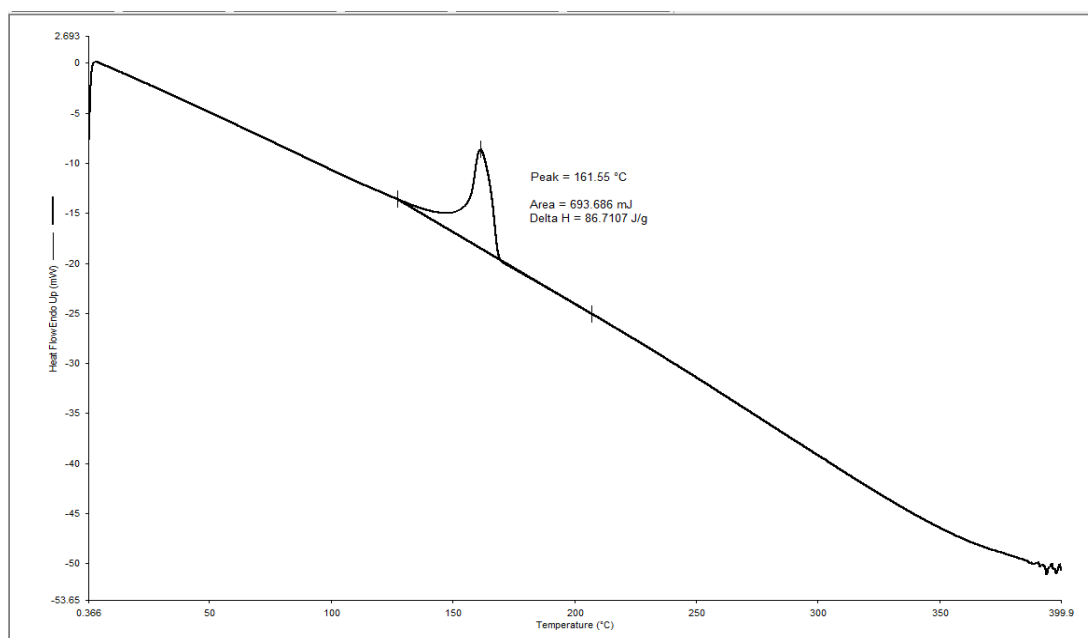


Figura 3. 7 Termograma del polipropileno virgen.**Figura 3. 8 Termograma del polipropileno modificado con fibras insolubles obtenidas de cáscara de naranja y goma karaya.**

3.1.4 Análisis termogravimétrico, (TGA)

En base a los resultados experimentales derivados del análisis térmico (ver gráficas de anexo de análisis térmico), se observa en el TGA/DTG que la muestra presenta una pérdida principal de masa entre 130 y 430°C y una pérdida menor de masa entre 430 y 600°C, atribuibles a la descomposición térmica de al menos cinco componentes orgánicos en la muestra.

En esta figura se puede apreciar como la temperatura de degradación es alrededor de 128.93°C, lo cual indica que este material, una vez que es obtenido de las hidrólisis ácidas y básica, puede ser añadida a la matriz polimérica por extrusión, 1 sola vez, o bien, mezclar las materias primas en una mezcladora bravender para no alterar su composición y convertirla en carbón y promueva la fractura en trabajos mecánicos futuros.

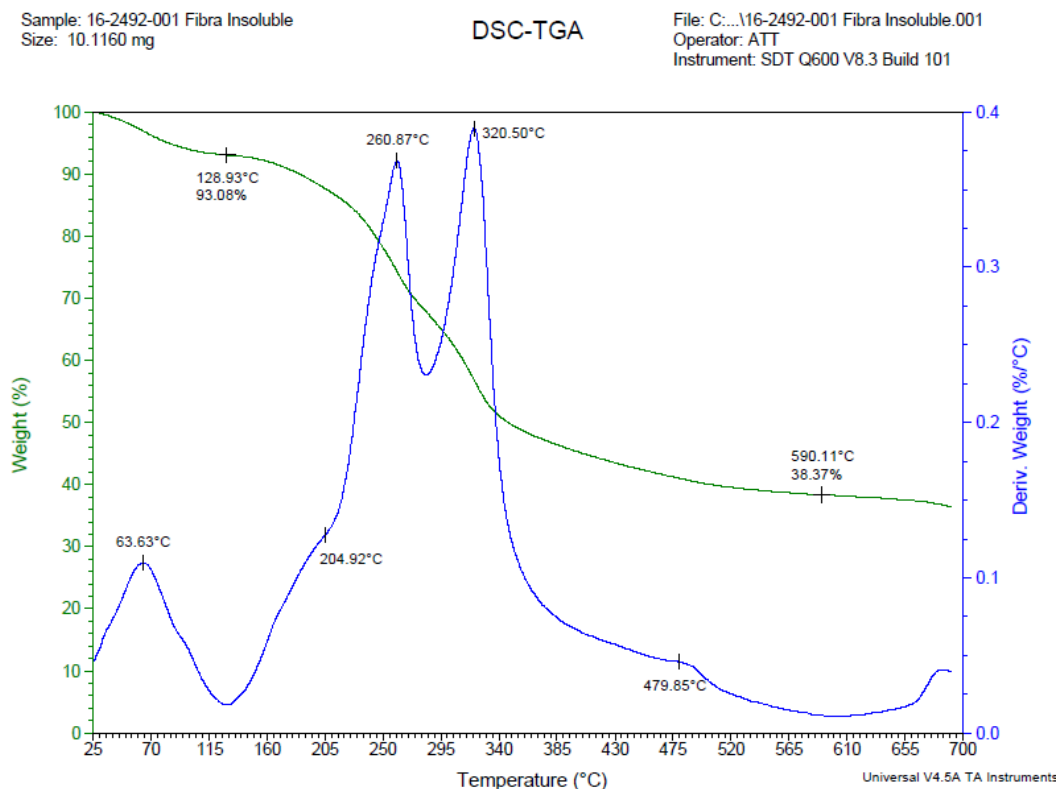


Figura 3. 9 Termograma de la muestra de fibra insoluble.

3.1.5 Microscopía electrónica de barrido, (SEM)

A continuación se muestran los resultados del análisis de microscopía electrónica de barrido, en esta figura se puede observar fibras cortas conglomeradas, se concluye que una vez que esta fibra se obtiene puede llegar a ser un refuerzo con características importantes, es decir, mucho más fuerte que la matriz en donde se añade, en este caso en trabajo paralelo, una matriz de polipropileno. Las propiedades reales de cada refuerzo pueden variar en composición, forma, tamaño y número de defectos. La producción, manipulación, tratamiento, perfeccionamiento de la superficie o hibridación pueden determinar asimismo las propiedades de cada tipo de refuerzo. A continuación se muestra la micrografía electrónica de barrido de la fibra insoluble obtenida a partir de la cáscara de naranja.

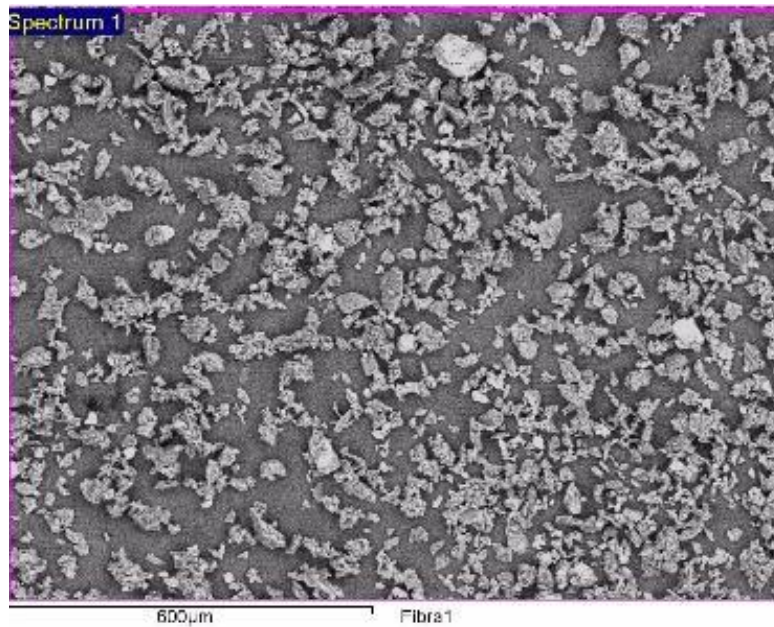


Figura 3. 10 Micrografía de la fibra insoluble obtenida a partir de la cáscara de naranja.

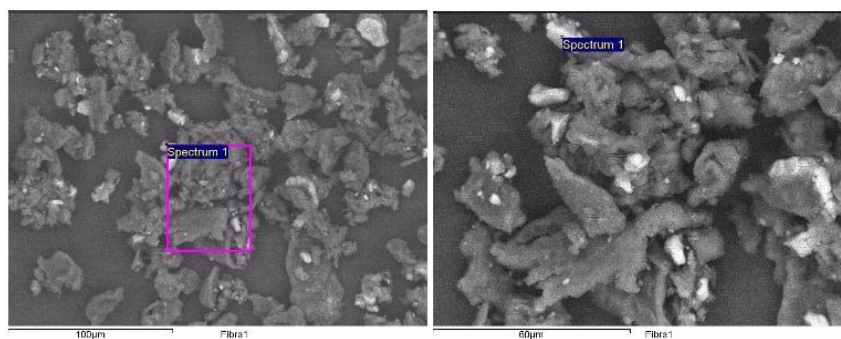


Figura 3. 11 Micrografía a 100 aumentos de la fibra insoluble.

A continuación se muestra la micrografía electrónica de barrido (SEM) de la muestra de goma karaya, en la cual se puede observar que a pesar que este reactivo es de fábrica, y la fibra insoluble es obtenida experimentalmente, su morfología es similar.

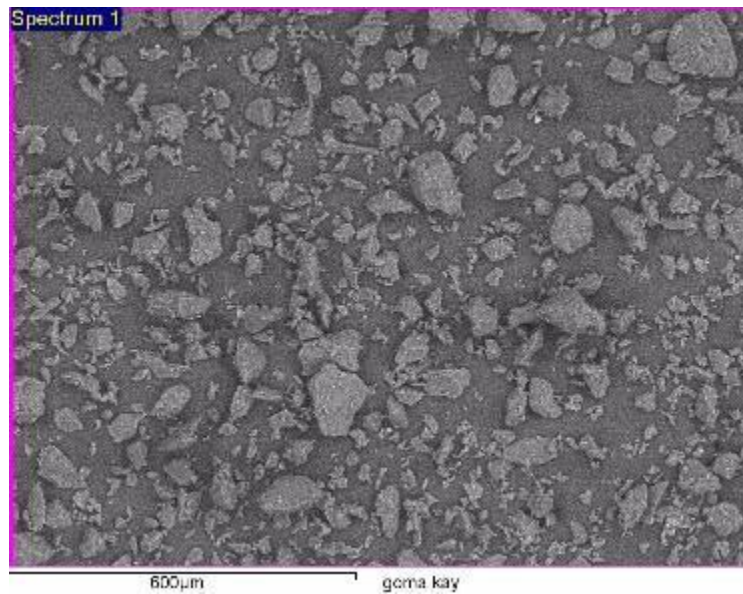


Figura 3. 12 Micrografía a 600 aumentos de la Goma karaya.

3.1.6 Determinación por Difracción de Rayos X, DR-X

A continuación se muestran los resultados obtenidos por medio de la técnica en difracción de rayos x, en la figura 3.13 se observa claramente los dos tipos de fase en la estructura de la fibra insoluble, tanto amorfa como cristalina. La parte amorfa sobre en mayor medida, siendo que la parte cristalina se aprecian 3 picos, que manifiestan que la fibra insoluble es un material semicristalino.

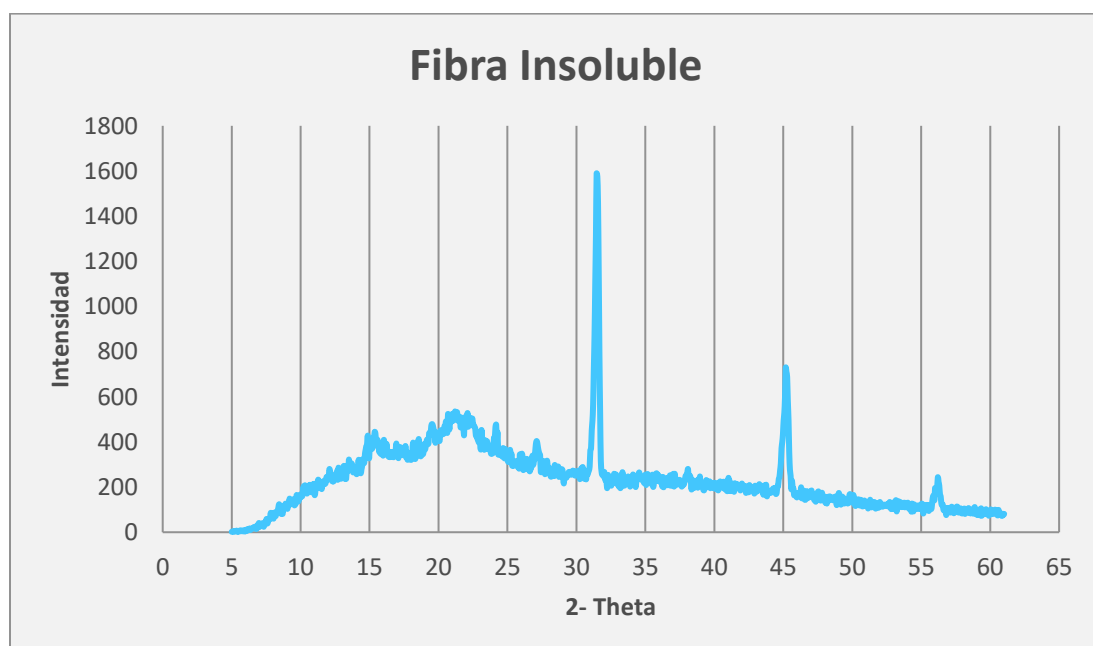


Figura 3. 13 Difractograma de la muestra correspondiente a la fibra insoluble

En la figura 3.14 se observa el difractograma de la muestra de goma karaya, en donde la estructura que presenta es totalmente amorfa,

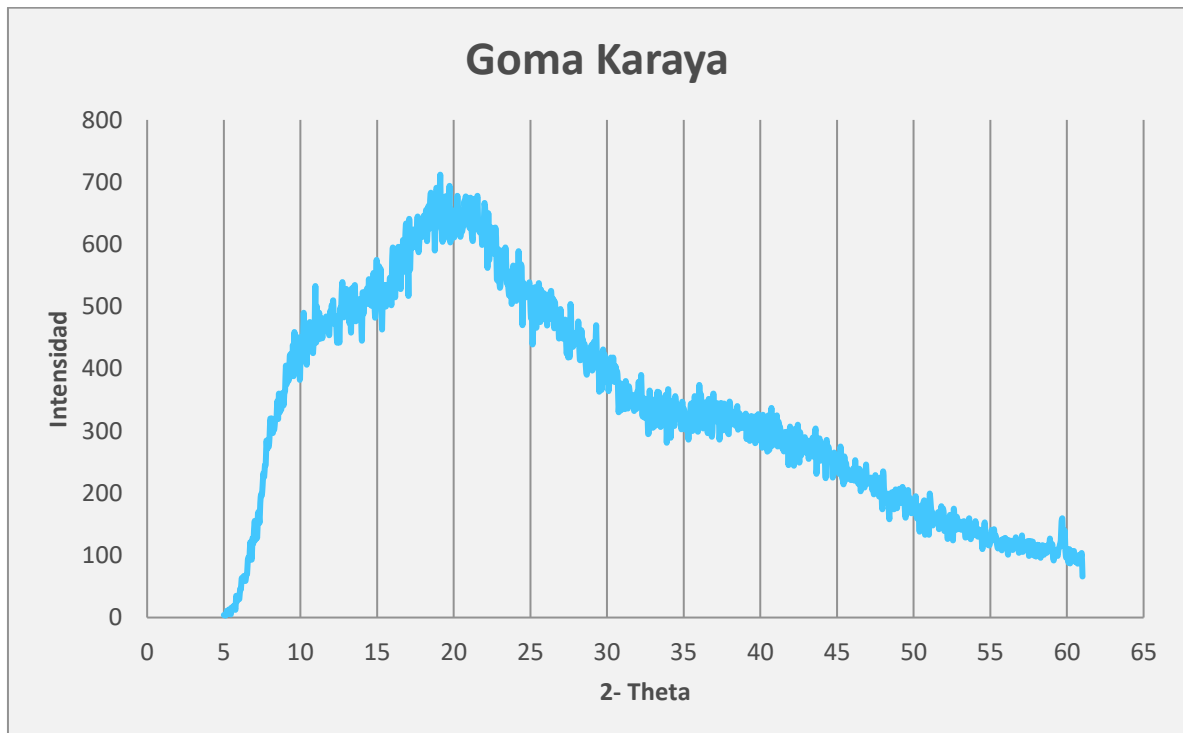


Figura 3. 14 Difractograma de la muestra goma karaya.

3.1.6 Determinación del tamaño de la partícula, (DLS)

El tamaño y forma del refuerzo es indicativo de que algunas formas y tamaños pueden favorecer la manipulación, carga, tratamiento, orientación de empaquetado o adherencia a la matriz. Algunas fibras son tan pequeñas que se manejan en haces, mientras que otras crean un tejido. Es más probable que las partículas se distribuyan al azar, al contrario que las fibras largas. Mediante la técnica de DLS se pudo obtener como resultado el tamaño de las fibras obtenidas experimentalmente.

Tabla 3. 3 Resultados de análisis DLS.

Muestra Fibra Insoluble

Sample Name: Fibra Insoluble - Average	SOP Name:	Measured: lunes, 9 de enero de 2017 15:53:50	
Sample Source & type: Factory = Tecnológico Nacional de Mexico	Measured by: Cimav	Analysed: lunes, 9 de enero de 2017 15:53:51	
Sample bulk lot ref:	Result Source: Averaged		
Particle Name: Fibra Insoluble	Accessory Name: Sciocco 2000	Analysis model: General purpose	Sensitivity: Normal
Particle RI: 1.300	Absorption: 0	Size range: 0.020 to 2000.000 um	Obscuration: 2.42 %
Dispersant Name: Dry dispersion	Dispersant RI: 1.000	Weighted Residual: 0.750 %	Result Emulation: Off
Concentration: 0.0011 %Vol	Span : 2.034	Uniformity: 0.627	Result units: Volume
Specific Surface Area: 0.403 m ² /g	Surface Weighted Mean D[3,2]: 14.873 um	Vol. Weighted Mean D[4,3]: 29.622 um	

d(0.1): 6.691 um d(0.5): 25.513 um d(0.9): 58.593 um

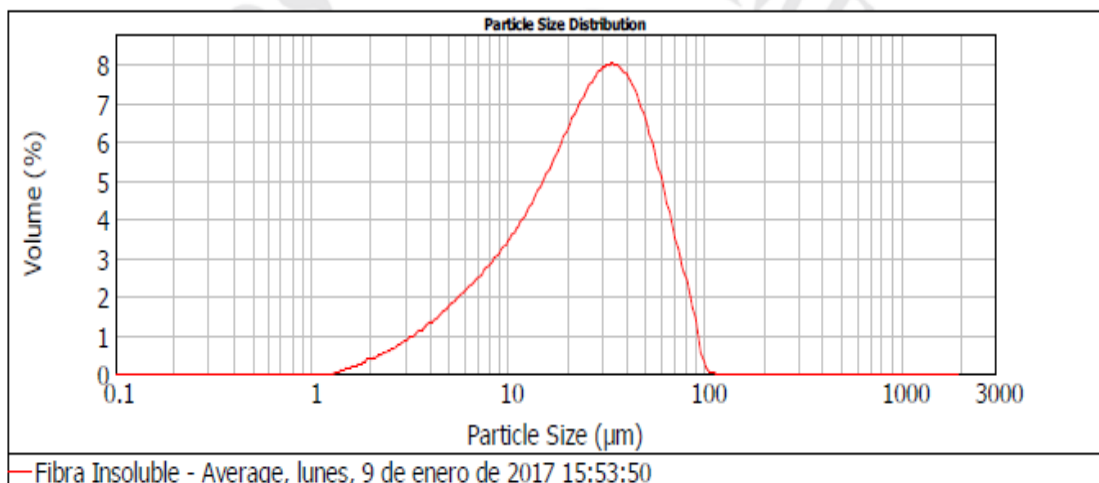


Figura 1. Distribución de tamaño de partícula de la Muestra Fibra Insoluble.

Tabla 1. Tamaños de partícula y su correspondiente % en volumen de la Muestra Fibra Insoluble.

Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %
0.010	0.00	0.105	0.00	1.096	0.00	11.482	3.73	120.226	0.00	1258.925	0.00
0.011	0.00	0.120	0.00	1.259	0.02	13.183	4.23	138.038	0.00	1445.440	0.00
0.013	0.00	0.138	0.00	1.445	0.13	15.136	4.78	158.489	0.00	1659.587	0.00
0.015	0.00	0.158	0.00	1.660	0.33	17.378	5.38	181.970	0.00	1905.461	0.00
0.017	0.00	0.182	0.00	1.905	0.46	19.953	5.98	208.930	0.00	2187.762	0.00
0.020	0.00	0.209	0.00	2.188	0.61	22.909	6.55	239.883	0.00	2511.886	0.00
0.023	0.00	0.240	0.00	2.512	0.78	26.303	6.99	275.423	0.00	2884.032	0.00
0.026	0.00	0.275	0.00	2.884	0.98	30.200	7.23	316.228	0.00	3311.311	0.00
0.030	0.00	0.316	0.00	3.311	1.19	34.674	7.18	363.078	0.00	3801.894	0.00
0.036	0.00	0.363	0.00	3.802	1.43	39.811	6.81	416.869	0.00	4365.158	0.00
0.040	0.00	0.417	0.00	4.365	1.68	45.709	6.11	478.630	0.00	5011.872	0.00
0.046	0.00	0.479	0.00	5.012	1.96	52.481	5.14	549.541	0.00	5754.399	0.00
0.052	0.00	0.550	0.00	5.754	2.25	60.256	4.01	630.957	0.00	6606.994	0.00
0.060	0.00	0.631	0.00	6.607	2.57	69.183	2.84	724.436	0.00	7585.776	0.00
0.069	0.00	0.724	0.00	7.586	2.91	79.433	1.81	831.764	0.00	8709.636	0.00
0.079	0.00	0.832	0.00	8.710	3.30	91.201	0.39	954.993	0.00	10000.000	0.00
0.091	0.00	0.955	0.00	10.000	3.73	104.713	0.01	1096.478	0.00		
0.105	0.00	1.096	0.00	11.482		120.226		1258.925	0.00		

En los resultados del análisis de distribución del tamaño de la partícula se observan los siguientes tamaños de partícula.

Muestra	Tamaño de Partícula Promedio [micras]	d(0.1) [micras]	d(0.5) [micras]	d(0.9) [micras]
16/2492-001 Fibra Insoluble	29.522	6.691	25.513	58.593

3.1.7 Ensayos Mecánicos

Los resultados obtenidos para el compuesto a partir de de PP/FI/GK/AA, indican que la fibra insoluble a partir de cáscara de naranja es una buena opción para la modificación de este polímero, considerado como un residuo sólido urbano de alta generación. La goma karaya es un aditivo que es obtenido de fuente natural renovable, el cual aunado a la fibra insoluble otorgan características importantes.

El módulo de Young es un parámetro que indica la elasticidad longitudinal. A continuación se muestran los gráficos obtenidos de las pruebas mecánicas elaboradas para el compuesto de proporciones determinadas. A continuación, en la **figura 3.15** (a) y (b) se muestran los resultados comparativos entre el polipropileno valtec HS013, el cual es un homopolímero particularmente apropiado para el proceso de extrusión. En estas se observa el comportamiento entre el polímero de control (PP) y el compuesto 95/0/0.5/4.5, en estos se concluye que el desplazamiento hacia el límite elástico es mayor para el polipropileno virgen. Sin embargo el comportamiento esperado es que el material modificado aporte un mejor comportamiento mecánico. Por ello es necesario determinar el parámetro de módulo de Young.

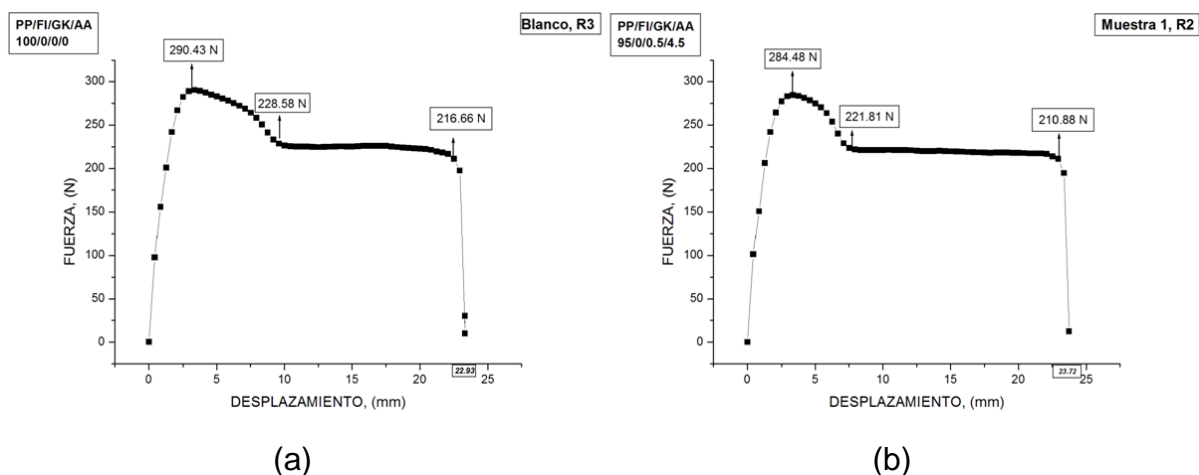


Figura 3. 15 Gráficas fuerza/desplazamiento. Se compara el blanco y la muestra 1 (95/0/0.5/4.5).

En la **figura 3.16** (a) se observa el gráfico correspondiente al polipropileno virgen el cual en comparación con la figura 3.15 (b) existe una diferencia poco marcada en el desplazamiento y por ende en la fuerza utilizada para ejercer dicho parámetro.

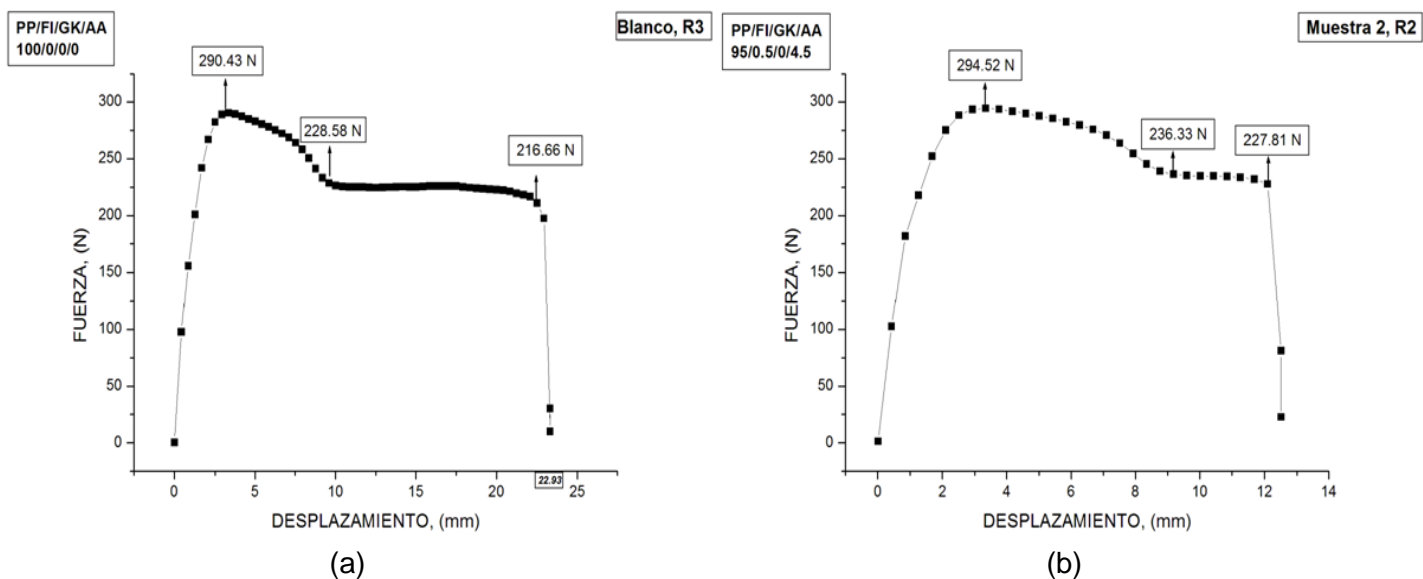


Figura 3. 16 Gráficas fuerza/desplazamiento. Se compara blanco y la muestra 2 (95/0.5/0/4.5)

En la **figura 3.17** (a) se observa el gráfico de fuerza vs. Desplazamiento indicando un comportamiento diferente con respecto a la muestra formada por PP/FI/GK/AA, donde se utilizan tanto la fibra insoluble, como la goma karaya como aditivos dando por resultado un mayor desplazamiento en la muestra 3.17 (b), lo cual indica que al modificar el polipropileno con ambos aditivos las propiedades mecánicas mejoran notablemente en comparación con las figuras anteriores 3.15 (b) y 3.16 (b). Sin embargo se realizó el cálculo para la determinación del módulo de Young para encontrar una correlación entre el modulo elasticidad longitudinal o módulo de Young y la composición.

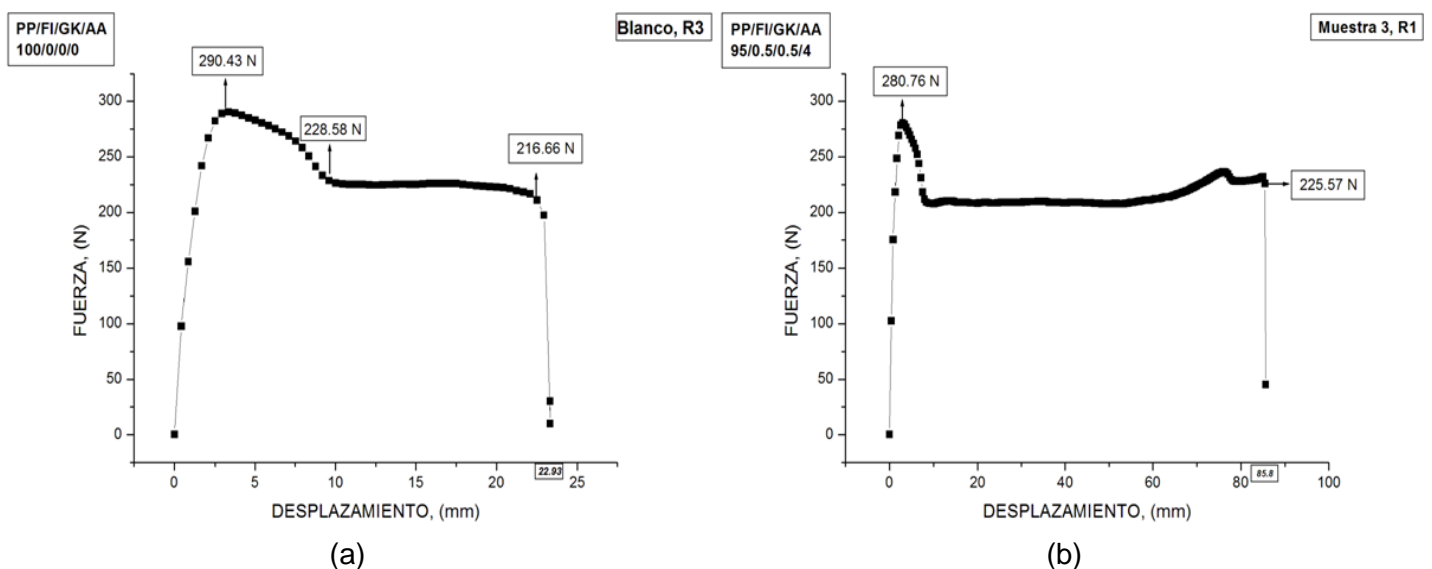


Figura 3. 17 Gráficas fuerza/desplazamiento. Se compara blanco y muestra 3 (95/0.5/0.5/4)

A continuación se presenta la **tabla 3.4** con la finalidad de mostrar una correlación entre las propiedades mecánicas y la composición del compuesto.

Tabla 3. 4 Calculo del Modulo de Young

Composición PP/FI/GK/AA	Muestra	Modulo Young	Alargamiento, cm	Modulo Young
100/0/0/0	BLANCO			
	R1	72,9284	3,00	72,9284
	R2	92,1730	2,30	92,1730
	R3	67,2650	3,30	67,2650
95/0/0.5/4.5	MUESTRA 1			
	R1	88,6890	2,30	88,6890
	R2	88,8122	2,50	88,8122
	R3	74,0532	2,10	74,0532
95/0.5/0/4.5	MUESTRA 2			
	R1	58,6267	2,60	58,6267
	R2	49,1237	3,40	49,1237
	R3	84,9990	2,90	84,9990
95/0.5/0.5/4	MUESTRA 3			
	R1	75,3321	2,20	75,3321
	R2	116,4997	1,90	116,4997
	R3	75,2421	2,10	75,2421

En esta tabla se aprecian los valores obtenidos del módulo de Young o módulo de elasticidad longitudinal. Estos datos fueron obtenidos a partir del cálculo del esfuerzo tensil entre la deformación unitaria. Se observan cuatro muestras entre ellas el control o blanco correspondiente al polipropileno virgen, en esta tabla se observa que el módulo de Young del blanco los valores permanecen estables en un rango aproximado, este comportamiento puede deberse a su naturaleza semicristalina del polipropileno, esto significa que el polipropileno virgen presenta segmentos semicristalina y segmentos amorfos, dado que el polipropileno es la fase continua o matriz polimérica, una vez que son agregados en su composición los aditivos, como la goma karaya y la fibra insoluble, los cambios son notorios en estas cuatro muestras con respecto al módulo de Young y la composición. Debido a esto la muestra 1 permanece estable cuando este es modificado con la goma karaya. Si se compara la muestra 1 con respecto al blanco existe una diferencia de 6.396 puntos entre el blanco y la muestra 1 (esta diferencia es calculando un valor promedio entre las tres réplicas en cuanto al módulo de Young). En la muestra 2 se observa que el comportamiento

permanece estable, ya que el polímero es semicristalina y presenta segmentos amorfos, así mismo polidispersidad en función del tamaño de la partícula del refuerzo. Esto valores de la muestra 2 son bajos en comparación con el control ya que este material no se está estirando como cuando se aplica goma karaya en su formulación (esto en función de los valores de la muestra 2 del módulo de Young con respecto al blanco). Este comportamiento puede deberse a que la goma karaya presenta un comportamiento elastomérico en comparación con el polipropileno virgen. La fibra insoluble le otorga un comportamiento estructural de la muestra, sin embargo la fibra insoluble otorga a la fase continua un módulo de Young menor en general, debido a que se está llevando a cabo la función de refuerzo estructural. La microestructura del polipropileno modificado con fibra insoluble indica que limita su capacidad de elongar. La fibra insoluble y la goma karaya modifican el comportamiento de la fase continua en forma independiente.

Conclusión

- Se concluye que la valorización de los residuos sólidos urbanos es importante para incluirlos en los nuevos procesos de transformación de residuos sólidos urbanos, específicamente de los plásticos elaborados a partir de PP, y de esta forma minimizar la contaminación por residuos orgánicos, mismos que contribuyen, una vez que se descomponen (por mantenerse en la intemperie), al cambio climático.
- Se concluye que la modificación del PP es una alternativa para evitar que los costos de compra de materia prima de los agroindustriales sea menor. Una vez que los desechos agroindustriales son transformados termoquímicamente, pueden comercializarse como nuevas materias primas, y/o aditivos para formulaciones de nuevos materiales modificados.
- La inserción de la fibra insoluble de la cáscara de naranja en el material modificado le imparte buenas propiedades mecánicas. Los resultados obtenidos indican una correlación entre la composición de los materiales y el módulo de Young.
- Se analizaron mecánicamente 4 formulaciones: el control que es PP virgen, la relación 1: 95/0/0.5/4.5, relación 2: 95/0.5/0/4.5, relación 3: 95/0.5/0.5/4.0, se encontró que la correlación responde a la adición de goma karaya en la formulación 1 con respecto al blanco. El material se comporta elásticamente debido a su característica de exudado, al adicionar GK el material presenta elongación. No así, cuando se adiciona solamente fibra insoluble, ya que la formulación 2 contiene FI y no goma karaya, esto se realizó con la finalidad de observar el comportamiento de la matriz polimérica con ambos aditivos en forma separada. Y finalmente se observa un comportamiento que el módulo de Young que indica que tanto la adición de FI y GK otorga propiedades interesantes en comparación con el grupo control, es decir el PP virgen. Por lo tanto, se concluye que la modificación del PP con fibras insolubles obtenidas de la cáscara de naranja es pertinente para la implementación de un sistema de gestión de residuos agroindustriales en la plantas procesadoras de jugo y concentrados.
- Se concluye que una vez que el material modificado es obtenido, este, puede ser utilizado como materia prima para la elaboración de contenedores de jugos

y concentrados, una vez que este haya sido caracterizado para el almacenamiento de alimentos y bebidas.

- Se concluye que el compósito formado a partir de PP virgen y fibras insolubles es un material que puede seguir estudiándose en cuanto a su morfología y propiedades térmicas para evaluar el comportamiento ante el calor.
- Se concluye que el valor obtenido de las pruebas elaboradas en el equipo de análisis elemental permiten establecer una correlación entre los valores obtenidos, ya que el PP virgen presenta los siguientes resultados C=80.5%, H= 79.5%, N=-0.2%, una vez que el material compuesto es formado y analizado bajo la técnica de análisis elemental se obtuvieron los siguientes valores: C=89.74%, H=85.74% y finalmente N=70.8%, este último valor corresponde a los grupos amino de la goma karaya. La goma karaya, es un polisacárido, de los pocos polisacáridos que presenta una estructura tridimensional, el ácido galacturónico le otorga esta característica, y este ácido presenta grupos amino en su estructura molecular. Al presentar esta característica se concluye que este compósito puede presentar un tiempo de degradación menor al que presenta el PP virgen. Lo que permite establecer que los plásticos modificados con material composteable presentan mejores propiedades para presentarse como material biodegradable.

Bibliografía

1. Alanís, A. (Octubre de 2016). Indelpro: Servicio, versatilidad y respaldo en abasto de polipropileno. (M. Plástico, Entrevistador)
2. Amigó, V., Ma. Dolores, S., & Oscar, S. (s.f.). *Aprovechamiento de residuos de fibras naturales como elementos de refuerzo de materiales poliméricos*.
Obtenido de
http://www.upv.es/VALORES/Publicaciones/Ecuador_Fibras%20naturales_Amig%F3.pdf
3. Billmeyer, F. W. (2004). *Ciencia de los Polímeros*. Barcelona, España: Reverté.
- Elleuch, M., Bedigian, D., Roiseux, D., Besbes, O., & Blecker, S. (2011). *Dietary fibre and fibre-rich by-products of food processing: Characterization, technological*.
4. Guerrero, V., Dávila, J., Galeas, S., Pontón, P., Rosas, N., Sotomayor, V., & Valdivieso, C. (2011). *Nuevo materiales; Aplicaciones estructurales e industriales* (Primera Edición ed.). Quito, Ecuador.
5. INEGI. (2012).
6. Karnani, R., Krishan, M., & Ramani, N. (1997). Biofiber Reinforced Polypropilene Composites. *Polymer Engineering and Science*.
7. Kim, H.-S., Lee, B.-H., Choi, S.-W., Kim, S. K.-J., & otros, y. (2007). The effects of types of maleic anhydride-grafted polypropilene on the interfacial adhesion properties of bioflour filled polypropilene composites. *Elsevier*.
8. Kissel, W. J., & Meyer, J. A. (2003). Polypropylene: Structure, Properties, Manufacturin Processes and Aplications. En *Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composites* (Segunda Edición ed.). Estados Unidos de America.
9. León, S. G. (2015). *Obtención de reforzantes estructurales y estudio del tamaño de partícula para matrices poliméricas de Polipropileno*. Guadalupe, N.L.
10. Masuelli, M. A. (2013). *Fiber Reinforced Polymers: Technology applied for concrete repair*. Rijeka, Croatia: InTech.
11. Ortiz, M. P. (2012). *Presente futuro de la industria del plástico en México*.
Obtenido de
<http://www.ptq.pemex.gob.mx/productosyservicios/eventosdescargas/Documents/Foro%20PEMEX%20Petroqu%20C3%ADmica/2012/03%20Mercado%20pl%20C3%A1sticos%202012.pdf>

“Modificación de polipropileno con fibras insolubles obtenidas de biomasa residual y su efecto en el estudio de las propiedades mecánicas”

12. Peacock, A. J., & Calhoun, A. (2006). *Polymer Chemistry* (Primera Edición ed.). Munich, Alemania: Hanser Gardner Publications.
13. Pérez, J. P. (5 de Septiembre de 2014). *La industria del plástico en México y el mundo*. Obtenido de http://revistas.bancomext.gob.mx/rce/magazines/761/3/la_industria_del_plastico.pdf
14. Primo, E. (1998). *Cítricos y Derivados. Química de los alimentos*. . España: Síntesis.
15. Raimond, B. S., & Charles E., C. (1995). *Introducción a la química de los polímeros*. Reverte.
16. Ramos, L., & Valdes, S. (1999). *Vulcanización y formulación de hules*. Saltillo, México: Limusa.
17. Rueda, Y., Mancilla, L., & D, P. (30 de Agosto de 2006). *Estudio del aceite esencial de la cáscara de la naranja dulce (Citrus sinensis, variedad Valenciana) cultivada en Labateca (Norte de Santander, Colombia)*. Obtenido de http://www.unipamplona.edu.co/unipamplona/portallG/home_10/recursos/general/pag_contenido/publicaciones/bistua_revista_ciencias_basica/2007/12082010/rev_bistua_vol5_num1_art1.pdf
18. SAGARPA. (Noviembre de 2012). Obtenido de México, entre los líderes en producción de cítricos a nivel mundial. : <http://www.sagarpa.gob.mx/Delegaciones/sanluispotosi/boletines/Paginas/BO L1301112.aspx>
19. SAGARPA. (2016). *Reporte Citricos en Mexico*.
20. Sanjuan Raygoza, R., & Jasso Gatinel, C. (2009). Efecto de la fibra de agave de desecho en el reforzamiento de polipropileno modificado o virgen reciclado. *Revista mexicana de ingeniería química*, 319-327.
21. Seymour, R. B., & Carraher, C. E. (1995). *Introducción a la química de los polímeros*. Barcelona, España: Editorial Reverté.
22. Tapia, C., Paredes, C., & Simbaña, A. (2006). Aplicación de las Fibras Naturales en el Desarrollo de Materiales Compuestos y como Biomasa. *Revista Tecnológica ESPOL*.
23. Vallejos, M. (2006). *Aprovechamiento integral del Cannabis sativa como material de refuerzo/carga del polipropileno*. Girona: Universidad de Girona.

Siglas

CIIT: Centro de Investigación e Innovación Tecnológica A.C.

CIMAV: Centro de Investigación en Materiales Avanzados

DLS: Dynamic light scattering

DSC: Differential Scanning Calorimetry

FTIR: Fourier Transform Infrared – Espectrometría Infrarroja

HCl: Acido Clorhídrico

INEGI: Instituto Nacional de Estadística y Geografía

ITNL: Instituto Tecnológico de Nuevo León

MCIQ: Maestra en Ciencias de Ingeniería Química

NaClO: Hipoclorito de Sodio

PE: Polietileno

PEAD: Polietileno de alta densidad

PEBD: Polietileno de baja densidad

PET: Polietilentereftalato

pH: Potencial de hidrogeno

PIIT: Parque de Investigación e Innovación Tecnológica.

PP: Polipropileno

PS: poliestireno

PVC: Policloruro de vinilo

RSU: Residuos Sólidos Urbanos

SAGARPA: Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación.

SEM: Scanning Electron Microscope

SIAP: Servicio de Información Agroalimentaria y Pesquera

SPI: Sociedad de la Industria de los Plásticos

TGA: Thermogravimetric analysis

UV: Universidad Veracruzana