

Fecha de presentación del Informe: Día Mes Año **1. Datos generales del Proyecto**

Código del proyecto: ci 2749			
Título del proyecto: "Preparación y caracterización de materiales compuestos de almidón termoplástico y fibras naturales para aplicación en prefabricados compostables"			
Facultad o Instituto Académico: INGENIERIA			
Departamento o Escuela: Escuela de Ingeniería de Materiales			
Grupo (s) de investigación: Universidad del valle, grupo de investigación en tribología, polímeros, metalurgia de polvos y transformación de residuos sólidos (TPMR), escuela de ingeniería de materiales Universidad del valle, grupo de materiales compuestos (GMC), escuela de ingeniería de materiales.			
Entidades:			
Palabras claves: Almidón termoplástico, fique,			
Investigadores ¹	Nombre	Tiempo asignado	Tiempo dedicado
Investigador Principal	FRED ALBAN ACHINTE	10H/S	10H/S
Coinvestigadores	JOSE HERMINSUL MINA HERNANDEZ	5H/S	5H/S

¹ Todas las personas relacionadas en el informe y que participen en el proyecto deben haber suscrito el acta de propiedad intelectual de acuerdo con los formatos establecidos.

Otros participantes	Natalia Marcela Hurtado Chavez (Estudiante de la Maestría en Ingeniería Área de Énfasis en Ingeniería de Materiales). Ana Cristina Quintero Rodríguez (Estudiante Ingeniería de Materiales). Mayra Alejandra Roldán (Estudiante Ingeniería de Materiales)		
------------------------	--	--	--

2. Resumen ejecutivo:

En este trabajo se presentan los resultados de la preparación de materiales compuestos a base de almidón termoplástico (TPS) de yuca fibroreforzado con fibras de fique cortas de fique, las cuales se usaron orientadas al azar, tanto en su estado nativo (sin tratamiento), como modificadas superficialmente mediante un tratamiento de alcalinización. Los materiales compuestos se prepararon por moldeo por compresión en caliente con diferentes proporciones de fibras de fique (10, 20 y 30% en peso), utilizando glicerol como plastificante para el almidón, en una proporción del 30% en peso. Tanto los compuestos con fibras tratadas y no tratadas se cortaron con un sistema láser para obtener muestras de ensayo, posteriormente los especímenes de prueba se secaron a 60°C durante 24 h. El material se acondicionó a 47, 77 y 97% de humedad relativa y una temperatura de 25°C. A partir de la medición de los pesos de las muestras se determinó la absorción de humedad y se registraron las correspondientes isotermas de absorción. Los datos de absorción de humedad del TPS mostraron una disminución con la incorporación de las fibras en el material compuesto, esto debido en parte a una mejor unión interfacial entre la matriz y las fibras. Las muestras se caracterizaron en sus propiedades mecánicas a tensión donde se observó que las propiedades del almidón termoplástico de yuca mejoraron tanto con la incorporación de fibras nativas, como de las alcalinizadas, siendo mejores las propiedades con estas últimas. Con los resultados obtenidos de microscopía electrónica de barrido (SEM) se explica la naturaleza de este fenómeno, debido a la generación de una aceptable zona interfacial fibra-matriz. Se moldearon por compresión macetas con el material pero no se logró una buena distribución de la fibra. Finalmente los

resultados obtenidos permiten inferir que el material compuesto es susceptible de ser empleado en la fabricación de embalaje biodegradable.

This work presents the composite materials preparation results based on cassava thermoplastic starch (TPS) fibro-reinforced with short fique sisal fibers, which were used randomly, both in their native state (without treatment), as surface modified by an alkalization treatment. The composite materials were prepared by hot compression molding with different of sisal fibers (10, 20 and 30% by weight) proportions, by using glycerol as a plasticizer for the starch, with proportion of 30% by weight. Both compounds with treated and untreated fibers were cut with a laser system to obtain test samples, subsequently the test specimens were dried at 60 °C for 24 h. The material was conditioned with a relative humidity of 47, 77 and 97% and temperature of 25 ° C. From samples weights measurement, the moisture absorption was determined, and the corresponding absorption isotherms were recorded. The moisture absorption data of the TPS showed a decrease with the fibers incorporation in the composite material, this partly due to a better interfacial bond between the matrix and the fibers. The mechanical properties of the samples were characterized by using tensile test. In this result it was observed that the cassava thermoplastic starch properties were improved with the incorporation of native fibers, as well as alkalinized ones, being better the properties with the alkalinized fibers. With the results obtained from scanning electron microscopy (SEM) the nature of this phenomenon was explained, due to the acceptable fiber-matrix interface generation. By compression the pots were molded with the composite material, but a good distribution of the fiber was not achieved. Finally, the results obtained allow us to infer that the composite material is a good candidate to be used in the manufacture of biodegradable packaging.

3. Síntesis del proyecto:

Tema:

Objetivos:

Objetivo general

Diseñar un material compuesto basado en una matriz de almidón termoplástico reforzada con fibras naturales, para su posible uso en la fabricación de elementos prefabricados

compostables.

Objetivos específicos

- Formular materiales compuestos utilizando almidón de yuca nativo y fibras naturales con y sin tratamiento de alcalinización, a partir del establecimiento de un diseño de experimentos.
- Establecer la metodología necesaria para la producción del almidón termoplástico y el tratamiento de alcalinización de las fibras, con el fin de desarrollar el material compuesto.
- Estudiar la influencia del tratamiento de alcalinización de las fibras en las propiedades del material compuestos, mediante análisis físico-químico y mecánico.

Metodología.

La metodología a utilizada durante el desarrollo del proyecto fue la siguiente:

- Revisión bibliográfica

La búsqueda bibliográfica se realizó en de bases de datos nacionales, internacionales e Internet, artículos diversos publicados en revistas, normas, seminarios y relaciones con otros investigadores. Esta revisión se mantuvo a lo largo del proyecto y sirvió de soporte para el posterior análisis y discusión de los resultados experimentales.

- Selección y caracterización de los materiales.

El almidón de yuca (*Manihot esculenta*) utilizado fue suministrado por la compañía Ingredion Colombia S.A., la variedad utilizada fue cumbre 3. Con un contenido de amilosa entre 22 y 26% y de amilopectina entre 78 y 74%. El diámetro promedio de las partículas fue de 14,44 μm .

La fibra de fique fue suministrada por la empresa Empaques del Cauca de la ciudad de Popayán. Este material una vez desenredado y secado a 80oC por 12 horas fue usado como refuerzo corto con una longitud promedio de 20 mm.

El glicerol industrial se empleó como plastificante para el almidón, fue un alcohol de funcionalidad tres, en presentación de líquido incoloro de viscosidad media.

- Preparación del Almidón Termoplástico (TPS)

De manera similar al proceso reportado por Huang (2005) & Ma (2006), tanto el almidón de yuca nativo como el modificado químicamente, después de ser secados por 24 horas a 80 °C, se premezclaron con glicerol mediante el uso de un mezclador de alta velocidad, posteriormente la mezcla se plastificó en un equipo de extrusión mono husillo. El almidón termoplástico (TPS) obtenido se peletizó y luego se redujo por molienda hasta pasar por un tamiz con una abertura promedio de 1 mm; con este material se conformaron placas mediante el empleo de una prensa semiautomática provista de platos calefactores y sistema de enfriamiento por circulación de agua. Finalmente, dichas placas se troquelaron con el fin de obtener especímenes de ensayo normalizados y se sometieron a ensayos de caracterización físico-químicos, térmicos y mecánicos.

- Tratamiento de alcalinización de las fibras

De manera similar a como lo realizan Valadez et al. (1999b), con fibras de henequén, el proceso el tratamiento superficial de alcalinización consistió en presecar las fibras de fique a 100 °C por 24 horas y después sumergirlas en una solución de NaOH al 2 % (peso/volumen) por un periodo de 1 hora a temperatura ambiente (25 °C). Al final del proceso superficial las fibras se lavaron con agua destilada, parcialmente acidulada con ácido acético, hasta conseguir un pH neutro en el agua de enjuague. Por último, se secó el material a 100 °C por 24 horas y se sometió a análisis físico-químico, térmico y mecánico.

- Preparación del Material Compuesto.

Las fibras nativas y alcalinizadas, previamente cortadas, se mezclaron manualmente con los TPS molidos y luego se pasó la mezcla por un extrusor, de manera similar a como se hizo con el almidón termoplástico, el material compuesto obtenido se peletizó y molió, para después ser moldeado por compresión en caliente con el fin de obtener especímenes de ensayo normalizados.

Para la preparación del material compuesto se emplearon las fibras de fique (con y sin tratamiento alcalino) incorporándolas a tres diferentes proporciones (30, 40 y 30 %) en los dos

tipos de almidón termoplástico (nativo y modificado).

- Técnicas de caracterización.

Para la evaluación de los especímenes se emplearon las siguientes técnicas: Microscopia SEM, Microscopia Óptica, pérdida de peso, absorción de humedad, y ensayos de resistencia a tensión.

- Moldeo de macetas por compresión.

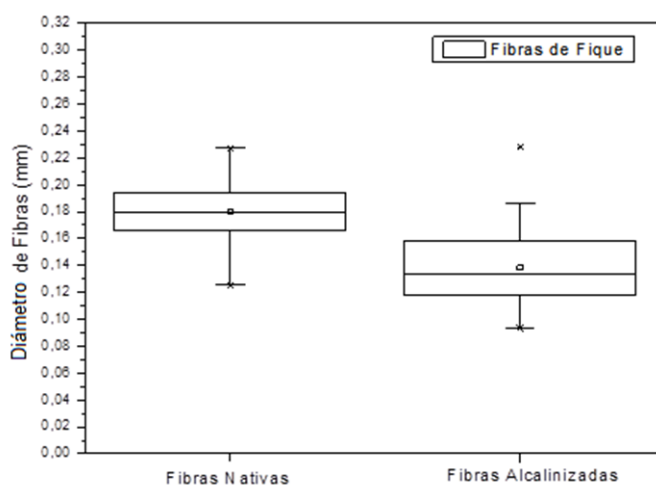
Con ayuda de un molde y una prensa, con sistema de calentamiento se moldearon especímenes tipo maceta.

Resultados obtenidos.

Los resultados más relevantes del proceso de relación a continuación.

- Efecto de la alcalinización de las fibras.

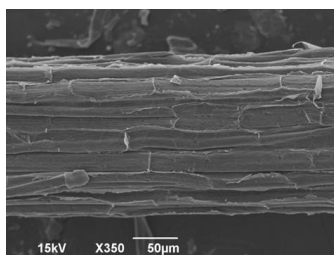
Las fibras alcalinizadas con NaOH experimentaron una pérdida de diámetro, 12% en promedio, con respecto a las nativas como se muestra en el grafico a continuación:



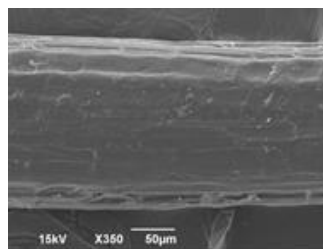
Algunos investigadores plantean que dicha disminución se debe principalmente a la reorganización de las cadenas de celulosa y a la fibrilación que ocurre luego del tratamiento

alcalino.

Las imágenes de microscopia electrónica de barrido, correspondientes a la vista de la sección longitudinal de una fibra de fique nativa y una con tratamiento alcalino, revelan una fibra nativa con pocas irregularidades, cuyos filamentos están cubiertos por ceras, hemicelulosas y ligninas. Con el tratamiento se removió parte de esos materiales generando una disminución en el diámetro de las fibras además se aumentó la rugosidad de las mismas y se produjo un aumento en el área superficial. Este puede promover un mejor anclaje mecánico al ser incorporadas las fibras tratadas como refuerzo a una matriz.

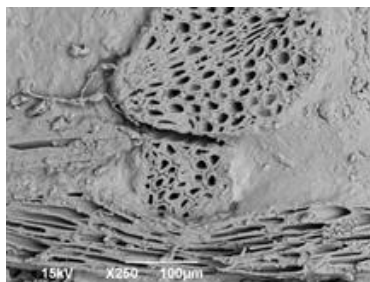


Tratada.



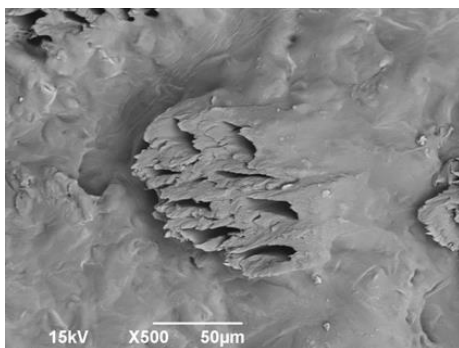
Nativa.

En la micrografía siguiente se observa el corte de la sección transversal y longitudinal de fibras alcalinizadas, se puede observar la porosidad continua que presentan las fibras en el interior y que contribuyen a su absorción de humedad, igual se puede apreciar que el contorno de las fibras no es del todo circular.

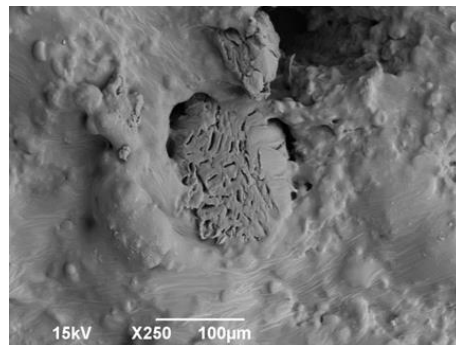


En el material compuesto la interfaz más fuerte se presentó en el reforzado con fibra alcalinizada, puesto que presentó una mayor cantidad de matriz adherida a la superficie de la fibra, siendo este fenómeno asociado al anclaje mecánico promovido por la rugosidad generada

por el tratamiento de alcalinización, como se observa en la siguientes micrografías:

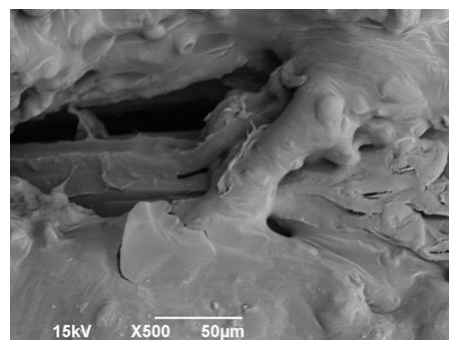
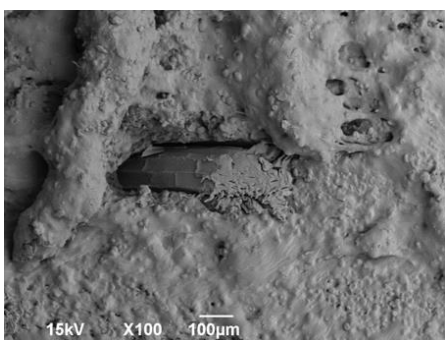


Fibras alcalinizadas.



Fibras nativas.

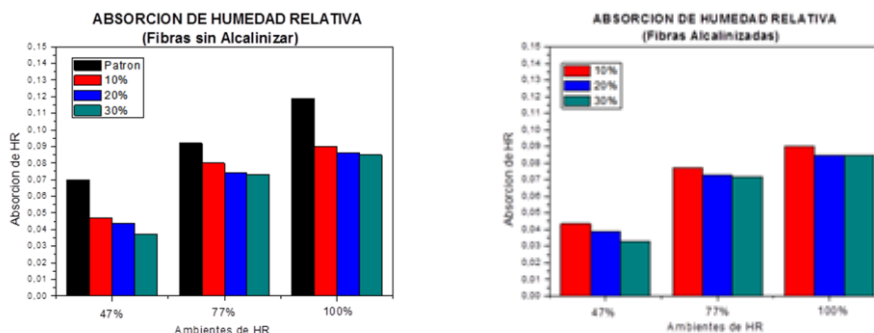
La interface y el anclaje mecánico del material compuesto a su vez, se vio afectado por la humedad relativa a la cual fue expuesto el material (47, 77 y 100%). Se puede observar en las micrografías a continuación, donde el anclaje mecánico disminuye al exponer las matrices con fibras nativas debido al efecto de plastificación que se genera en el material como consecuencia de la absorción de agua. La falta de adherencia entre las fibras y la matriz se puede apreciar en la reducción de la cantidad de matriz sobre las fibras y el aumento de los espacios vacíos entre ellas. Este hecho se vio reflejado en la disminución de las propiedades mecánicas del compuesto como se verá más adelante.



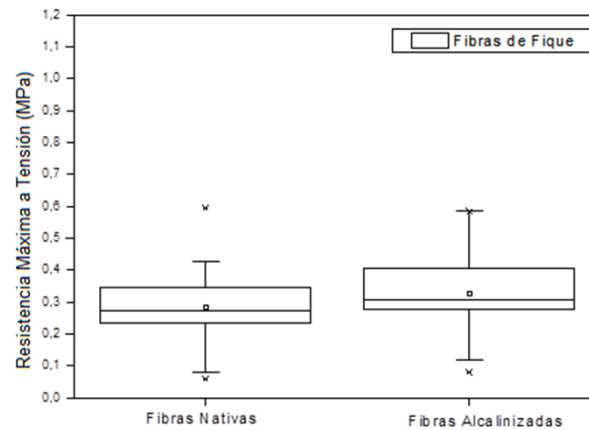
En los gráficos a continuación se presentan los resultados asociados a la absorción de humedad del almidón termoplástico y al material compuesto reforzado con fibras nativas y alcalinizadas. El almidón termoplástico (patrón) obtuvo una absorción de humedad en el equilibrio de aproximadamente 6,98% para una humedad relativa del 47%. Siendo este dato

similar al reportado Mina, et al., (2009), quienes igualmente para un almidón termoplástico de yuca alcanzaron una absorción en el equilibrio cercana al 7%, cuando acondicionaron el material a una humedad relativa y temperatura de 43% y 25 °C, respectivamente. La reducción de absorción de humedad con el incremento del porcentaje de fibra, se atribuye al hecho de que el almidón es más hidrófilo que las fibras de fique y como resultado el compuesto obtenido tenderá a ser menos hidrófilo.

En el caso de las fibras alcalinizadas observar la influencia del tratamiento encontrándose una menor absorción en el compuesto con las fibras alcalinizadas en comparación con los especímenes correspondientes a la misma cantidad de fibra nativa.

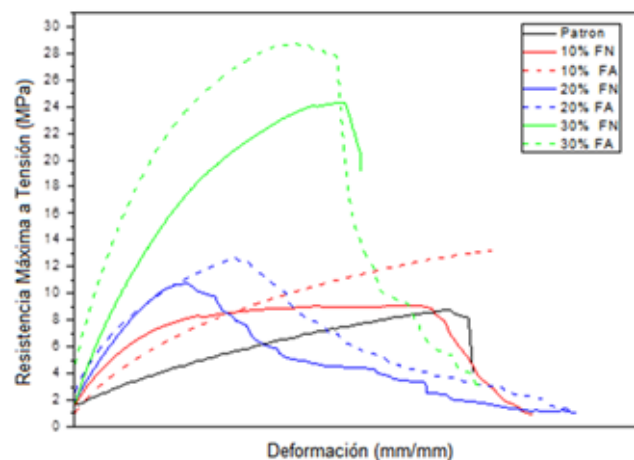


De acuerdo con los resultados de resistencia a tensión, esta aumenta significativamente para las fibras alcalinizadas, debiéndose esto a que después del tratamiento se forma una estructura más homogénea por la remoción parcial de hemicelulosas, como se evidencia en el grafico a continuación. También, el incremento de su resistencia es consecuencia de los cambios de la celulosa en su orientación y en su cristalinidad durante el tratamiento, tal como lo explican otros autores (Castro et al. 2006), (Vera et al. 2005).



Las fibras tratadas presentaron un 13% más de resistencia máxima a la tensión en comparación con las fibras nativas. Igualmente el módulo de elasticidad se incrementó en un 33% en las fibras tratadas.

En el material compuesto también se observa que el tratamiento superficial de alcalinización sobre las fibras mejora el comportamiento mecánico del material compuesto, debido al aumento en la rugosidad y la generación de un mejor anclaje mecánico, como se comentó previamente con los resultados de las microscopias electrónicas de barrido. Como se puede evidenciar en el grafico esfuerzo-deformación presentado a continuación.



Para el moldeado de las macetas se utilizó el molde y la prensa calefactora mostrada a continuación:



La temperatura de fue de 165°C, la misma empleada durante el proceso de elaboración de las placas de material compuesto. La presión fue de 10000 lb, la cual se mantuvo durante 5 minutos, posteriormente se enfrió y extrajo la pieza.

Los especímenes moldeados se muestran a continuación tienen un peso de 75 gr y 2 mm de espesor de pared. El peso puede ser variable en función de la cantidad de material introducido en la cavidad y las necesidades de rigidez del elemento.



El almidón plastificado conformó bien pero la distribución de la fibra no fue uniforme quedando la mayor parte concentrada en el fondo del elemento

Principales conclusiones y/o recomendaciones.

En este trabajo fue posible elaborar un material compuesto reforzado con fibras de fique nativas y alcalinizadas en una matriz de almidón de yuca, el cual se caracteriza por ser de origen natural con potencial biodegradabilidad, además se logró procesar mediante un método convencional: Moldeo de compresión en caliente.

El almidón, las fibras y el material compuesto fueron caracterizados por ensayos fisicoquímicos (Absorción de Humedad, Microscopia Electrónica de Barrido SEM), y ensayos mecánicos (Ensayo de tensión), concluyendo lo siguiente:

- Se logró efectuar un tratamiento de alcalinización satisfactorio, el cual permitió incrementar en un 13 y 33% la resistencia mecánica y el módulo de elasticidad a tensión de las fibras nativas.
- El material compuesto reforzado tanto con las fibras nativas como con las alcalinizadas mostraron un incremento en sus propiedades mecánicas, que resultó ser una función directa de la cantidad de fibra incorporada en la matriz.
- Debido a la rugosidad generada a las fibras por el proceso de alcalinización, se logró alcanzar mejores propiedades a la tensión para los materiales reforzados con las fibras alcalinizadas.
- Se encontró que el material compuesto reforzado tanto con las fibras nativas como con las alcalinizadas mostraron una tendencia cada vez mayor de absorción de humedad con el tiempo de almacenamiento. Sin embargo, la absorción de humedad de dichos compuestos disminuyó claramente cuando aumentó el contenido de fibra.

Se logró moldear el compuesto por compresión en caliente, obteniéndose especímenes bien conformados con respecto al almidón plastificado, pero con distribución no uniforme de la fibra.

Los resultados de la caracterización del material compuesto permitieron inferir la posibilidad de ser empleado para la fabricación de embalaje biodegradable con potencial compostabilidad dada la naturaleza de los materiales de partida.

Para la aplicación sugerida en este trabajo y de acuerdo a los resultados obtenidos se recomienda:

- Estudiar las propiedades reológicas del almidón termoplástico (TPS) así mismo estudiar el efecto de diferentes agentes plastificantes en la mezcla, con el fin de mejorar la procesabilidad métodos convencionales.

- Para futuros trabajos con el fique, y con el fin de validar las mejores condiciones del tratamiento alcalino, es importante que se cuantifique la cantidad de lignina, hemicelulosas y celulosa removida con la modificación superficial.
- Estudiar el efecto de otros tratamientos químicos para las fibras, con el fin de disminuir el efecto negativo de la humedad absorbida material compuesto.
- Evaluar la biodegradabilidad en condiciones de compostaje de los materiales compuestos obtenidos, mediante la aplicación del estándar de la ASTM D5338.
- Evaluar el conformado de los moldeados por inyección convencional e introducir la fibra durante el proceso de plastificación del almidón.

4. Impactos actual o potencial:

Ámbito Académico:

Con la ejecución del proyecto se contribuyó a la formación de estudiantes de pregrado y postgrado. Se realizó una tesis de pregrado en Ingeniería de Materiales, se formó un estudiante en semillero de investigación, y se contó con la participación de un estudiante de la Maestría en Ingeniería Área de Énfasis en Ingeniería de Materiales, como auxiliar de investigación. El proyecto permitió a los estudiantes adquirir destrezas y habilidades para la investigación, la revisión bibliográfica, la conducción de experimentos, y el dominio de técnicas de caracterización. Igualmente a los investigadores elevar el conocimiento de los biomateriales lo cual sin duda redundará en beneficio de la cualificación de la docencia de pregrado y postgrado.

Ámbito Investigativo:

Se presentaron dos trabajos en un congreso nacional y uno internacional, se escribieron dos artículos de investigación que se publicaron en revistas indexadas y se elaboró una propuesta de investigación para someter a una entidad externa a la Universidad en este caso el Banco de la Republica.

Desarrollos futuros:

Es necesario avanzar en el estudio reológico del almidón termoplástico así mismo estudiar el

efecto de diferentes agentes plastificantes en la mezcla, con el fin de mejorar la procesabilidad por métodos convencionales.

Es necesario estudiar el efecto de otros tratamientos químicos para las fibras, con el fin de disminuir el efecto negativo de la humedad absorbida material compuesto.

Debido a la importancia de este tipo de materiales, se ha presentado una propuesta que pretende formular y preparar un material compuesto biodegradable, a partir del uso de una matriz binaria basada en mezclas de ácido poliláctico y almidón termoplástico, reforzada con fibras de fique. El material obtenido se empleará para la elaboración de elementos prefabricados que puedan sustituir polímeros sintéticos convencionales en algunas aplicaciones relacionadas con el sector agroindustrial (macetas para el trasplante de plántulas, entre otras).

5. Productos:

Tabla No. 1. **Cantidad y tipo de productos pactados en el Acta de Trabajo y Compromiso y productos finalmente presentados**

TIPO DE PRODUCTOS	No. de PRODUCTOS PACTADOS				No. de PRODUCTOS PRESENTADOS			
Productos de nuevos conocimientos								
Artículo en revista ISI-SCOPUS:	Q1	Q2	Q3	Q4	Q1	Q2	Q3	Q4
Artículo completo publicado en revistas indexadas	A1	A2	B	C	A1	A2	B	C
Libros de autor que publiquen resultados de investigación								
Capítulos en libros que publican resultados de investigación								

TIPO DE PRODUCTOS	No. de PRODUCTOS PACTADOS		No. de PRODUCTOS PRESENTADOS	
Productos o procesos tecnológicos patentados o registrados				
• Prototipos y patentes				
• Software				
Productos o procesos tecnológicos usualmente no patentables o protegidos por secreto industrial				
Normas basadas en resultados de investigación				
Formación de recursos humanos	No. de estudiantes vinculados	No. de tesis	No. De estudiantes Vinculados	No. De tesis
Estudiantes de pregrado	1	1	1	1
Semillero de Investigación	1		1	
Estudiantes de maestría	1		1	
Estudiantes de doctorado				
Joven investigador				
Productos de divulgación				
Publicaciones en revistas no indexadas				
Ponencias presentadas en eventos (congresos, seminarios, coloquios, foros)	No. de ponencias nacionales	No. de ponencias internacionales	No. de ponencias nacionales	No. de ponencias internacionales
Propuesta de investigación				
Propuestas presentadas en convocatorias externas para búsqueda de financiación.	1		1	

Tabla No. 2. Detalle de productos

Tipo de producto:	Artículo.
Nombre General:	Bioteología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial Vol 12 No. 2 (60-70) Julio - Diciembre 2014
Nombre Particular:	Fibras de fique una alternativa para el reforzamiento de plásticos. Influencia de la modificación superficial.
Ciudad y fechas:	Julio de 2014
Participantes:	MARIO FERNANDO MUÑOZ-VELEZ, MIGUEL ANGEL HIDALGO-SALAZAR, JOSE HERMINSUL MINA-HERNANDEZ.
Sitio de información:	Escuela de Materiales.
Formas organizativas:	Escuela de Ingeniería de Materiales, Grupo de Materiales Compuestos (GMC). Cali, Colombia. Universidad Autónoma de Occidente, Departamento de Energética y Mecánica, Grupo en tecnología para la manufactura (GITEM). Cali, Colombia.

Tipo de producto:	Ponencia internacional
Nombre General:	New Trends in polymer chemistry and characterization symposium.
Nombre Particular:	Obtaining and evaluation of a biodegradable composite made from thermoplastic cassava starch and fique fibers.
Ciudad y fechas:	Cancún, México agosto 2014.
Participantes:	ANA CRISITINA QUINTERO, FRED ALBAN, JOSE HERMINSUL MINA-HERNANDEZ, MAYRA ROLDAN, NATALIA HURTADO.
Sitio de información:	Escuela de Ingeniería de Materiales.
Formas organizativas:	Escuela de Ingeniería de Materiales, Grupo de Materiales Compuestos (GMC). Cali, Colombia. Grupo de investigación en tribología, polímeros, metalurgia de polvos y transformación de residuos sólidos (TPMR), escuela de ingeniería de materiales.



Tipo de producto:	Ponencia nacional, poster.
Nombre General:	I Simposio de materiales poliméricos.
Nombre Particular:	Obtención y caracterización de un material compuesto de almidón termoplástico de yuca y fibras de fique.
Ciudad y fechas:	Cali, 3 y 4 de noviembre de 2015
Participantes:	ANA CRISITINA QUINTERO, FRED ALBAN, JOSE HERMINSUL MINA-HERNANDEZ, MAYRA ROLDAN, NATALIA HURTADO.
Sitio de información:	Escuela de Ingeniería de Materiales.
Formas organizativas:	Escuela de Ingeniería de Materiales, Grupo de Materiales Compuestos (GMC). Cali, Colombia. Grupo de investigación en tribología, polímeros, metalurgia de polvos y transformación de residuos sólidos (TPMR), escuela de ingeniería de materiales.

La presente versión del informe contiene las observaciones de los evaluadores:

Firma del investigador principal

VoBo. Vicedecano de Investigaciones

Por favor presente su informe impreso y en formato digital en hoja tamaño carta, letra arial 11, con espacios de 1 1/2