

## ESTUDIO DE LA REACCIÓN DE RETICULACIÓN DE UN POLÍMERO TERMOESTABLE DOSIFICADO CON FIBRA DE BANANO

Jorge B. Amaya

Carrera de Ingeniería Ambiental. Universidad Politécnica Salesiana Sede Cuenca, Ecuador. Calle vieja y Elia Luit. Correo electrónico: [jamaya@up.edu.ec](mailto:jamaya@up.edu.ec)

*Recibido: Enero 2018*

*Aceptado: Febrero 2018*

### RESUMEN

Las resinas epóxicas son polímeros termoestables que se pueden endurecer por la presencia de un agente endurecedor y además de un catalizador; estas resinas tienen buenas propiedades termoquímicas el cual dependen mucho del agente endurecedor y uno de los principales estudios en la actualidad es la adición de cargas (silice, fibra de carbono, cuarzo, fibra de vidrio, fibras naturales, etc.) incorporadas a la resina con el objetivo de abaratar costos y mantener sus buenas propiedades termoquímicas. El presente trabajo de investigación tiene como objetivo estudiar la reticulación de la resina epólica dosificada con una fibra natural de los raíces de la planta de banana; para esta investigación se realizó el estudio estadístico de la granulometría de la fibra de banana y posteriormente se usó técnicas instrumentales para la caracterización de la resina tales como la espectroscopía IR con transformada de Fourier, o FTIR para la caracterización, cromatografía estérica (SEC, *Size Exclusion Chromatography*) para la identificación del peso molecular y H-NMR para la identificación de los grupos funcionales, además para verificar la variación de peso conforme la temperatura se usó el análisis termogravimétrico TGA y para el análisis de reticulación se usó el análisis diferencial de barrido DSC. Con todas estas técnicas fueron de gran ayuda para el análisis de reticulación de la resina epólica dosificada con fibra de banana, obteniéndose como una dosificación conformada por resina epólica mas endurecedor poliéster más un 6,8% de fibra de banana y con una granulometría de 25  $\mu\text{m}$  resultando una energía de reticulación ( $\Delta\text{H}$ ) de 272 J/g y con una temperatura de reticulación de 130°C en comparación con la resina sin carga dosificada. En todos los resultados se pudo evidenciar que la influencia de la fibra en la matriz polimérica fue significativa, por lo que es muy importante el análisis granulométrico de la carga a dosificar, ya que la granulometría influye directamente proporcional en la cadena polimérica modificando su energía de reticulación y por lo tanto su temperatura.

**Palabras claves:** Fibra de banana, epólica, resina, reticulación.

### ABSTRACT

Epoxy resins are thermoset polymers that can be hardened by the presence of a hardening agent and in addition to a catalyst; these resins have good thermochemical properties which depend a lot on the hardening agent and one of the main studies at present is the addition of fillers (silica, carbon fiber, quartz, fiberglass, natural fibers, etc.) incorporated into the resin with the objective of reducing costs and maintaining its good thermochemical properties. The objective of this research work is to study the reticulation of the epoxy resin dosed with a natural fiber from the roots of the banana plant; for this investigation was carried out the statistical study of the granulometry of the banana fiber and then were used instrumental techniques for the characterization of the resin such as spectroscopy IR of Fourier transform, or FTIR for the characterization, steric chromatography (SEC, *Size Exclusion Chromatography*) for the identification of the molecular weight and H-NMR for the identification of the functional groups, in addition to verify the variation of weight according to the temperature was used the thermogravimetric analysis TGA and for the analysis of reticulation was used the Differential Scanning Calorimetry DSC. With all these techniques they were of great help for the analysis of cross-linking of the epoxy resin dosed with banana fiber, obtaining as a dosage formed by epoxy resin plus hardener polyester plus 6.8% of banana fiber and with a granulometry of 25  $\mu\text{m}$  resulting in a reticulation energy ( $\Delta\text{H}$ ) of 272 J/g and a reticulation temperature of 130°C on compared whit the resin without a metered load. In all the results it was possible to demonstrate that the influence of the fiber in the polymer matrix was significant, so it is very important the granulometric analysis of the load to be dosed, since the particle size influences directly on the polymer chain modifying its energy. reticulation and therefore its temperature.

**Keywords:** Banana fiber, epoxic, resin, reticulation

## INTRODUCCION

En el trabajo realizado por *Meneses et al.* [1] se explica que cuando se cultiva el racimo del plátano (*Musa paradisiaca*) es aprovechado del 20 al 30% de su biomasa y el 70 al 80% sin utilizar genera una gran problemática ambiental, vertiéndoles a los causas recetores esperando la degradación natural o en la mayoría de los casos son incinerados. También este porcentaje de residuos son usados como abono orgánico para la misma plantación e igualmente son usados como alimento para animales agrícolas.

Las fibras naturales según *James* [2] señala que también son no leñosas y se tienen en consideración su fuente, las características físico químicas de estas fibras y además señala la disponibilidad de estas fibras, es decir, la accesibilidad para obtener dichas fibras. Sin embargo, las fibras usadas dentro del ámbito de los biopolímeros son las fibras leñosas obtenidas de plantas que tienen un alto rango de desechos; entre ellas el banano, cuya planta tienen una cantidad de desechos que pueden ser aprovechables para distintas área de interés. De la planta solo alrededor del 12% es aprovechable para el comercio quedando la diferencia como un desecho agrícola [3]; estos desechos son aprovechados por su potencial fuente de celulosa y almidón, los cuales pueden convertirse en potenciales productos de valor agregado entre los más usados los polímeros biodegradables [4].

Con el fin de contribuir a la mejora del medio ambiente y en especial en el ámbito de los plásticos, ha llevado a los investigadores a realizar indagaciones con el objetivo de obtener plásticos que sean más degradables, gracias al avance tecnológico que nos proporcionan resultados específicos y una forma de obtener estos resultados es involucrar a las fibras naturales en una dosificación con polímeros obtenidos de recursos no renovables; con el transcurso del tiempo los resultados han sido alentadores y han motivado a seguir investigando este tema de gran importancia. En el trabajo realizado por *Pontón y Guerrero* [5] enuncia que el uso de las fibras naturales en materiales poliméricos tiene un beneficio en la reducción en el consumo de los polímeros derivados del petróleo ya que las fibras naturales son una materia prima de fácil acceso y bajo costo.

Estas fibras leñosas y en especial las obtenidas de los pinzones del banano tienen una composición química que influye de gran manera en la dosificación con polímeros, según lo explicado por *Turrado et al.* [6] este elemento está constituido por lignina, celulosa y hemicelulosa en diversas proporciones, siendo estos elementos factores importantes en la reticulación de una fibra natural con el polímero termoestable.

Dentro de la ciencia de los polímeros, los termoestables son estudiados debido a que en estado líquido se puede impregnar la fibra natural endureciéndose fácilmente y además de poder moldearlo [7] Según *González* [8] estos polímeros termoestables tienen una buena consistencia a

temperaturas elevadas y también un alto grado de dureza. Sin embargo, son productos frágiles y con un envejecimiento rápido. La adición de estas fibras naturales ayudan en la degradación de dicho material y considerando la granulometría de la fibra también influye en la reticulación de la matriz polimérica con la fibra. En la investigación realizada por *Jaramillo et al.* [9] afirma que las resinas epóxicas son composites donde sus propiedades dieléctricas, químicas, térmicas y mecánicas son requeridas en diferentes casos y además estas propiedades se ven condicionadas por el proceso de curado que, a su vez, este proceso, depende básicamente del tiempo de reacción y de la temperatura a la cual está sometido el material reforzado. En este estudio se estudiará el efecto de la adición de fibras naturales y, por lo tanto, la influencia que tiene en las propiedades de la matriz polimérica.

En este trabajo de investigación se ha analizado el comportamiento de las fibras obtenidas de los raquies de banano en dosificación con una matriz polimérica, específicamente con una resina epoxídica del tipo ciclo alifático y se ha determinado la mejor dosificación con la más alta reticulación entre la matriz polimérica y la fibra. Además se consideró el tamaño de la partícula para las dosificaciones con la matriz polimérica con el objetivo de analizar la influencia de la granulometría en la reacción de reticulación. Estos objetivos son importantes conocer en el momento de hacer uso de esta mezcla (fibra – matriz) en artículos que requieran una determinada reticulación a una determinada temperatura.

## MATERIALES Y METODOS

**Procesamiento de la fibra de banano** La fibra de banano se obtuvo de la planta de banano también conocida como *Musa paradisiaca*, esta planta se produce en una región de *Ecuador* en particular en la región de la costa. Para el desarrollo de este procedimiento se tomó los pseudotallos desechados en la bananera "*Nueva Esperanza*" que está ubicada en la provincia de *El Oro*, en el *Cantón Santa Rosa*. Los raquis fueron cortados de tal manera que estos quedaran de un ancho aproximadamente de 1 cm, para facilitar su posterior proceso de secado en la estufa. Despues del proceso de troceado, se colocó en una estufa durante tres días hasta alcanzar una humedad del 3% utilizando la NORMA TAPPI 264 cm – 97 según TAPPI (1999) y posteriormente se trituró la fibra en una licuadora industrial.

**Análisis granulométrico de la fibra** Una vez realizado el proceso de triturado de la fibra de banano se procedió al tamizado de la misma recurriendo a la norma: *Standard Test Methods for Particle Size (Sieve Analysis) of Plastic Materials* para el análisis estadístico granulométrico de la fibra de banano.

**Dosificación de la fibra con la resina epoxídica.** La matriz polimérica usada para la presente investigación se elaboró utilizando a tres componentes; una resina epoxídica a base de bisfenol A (*Epikote 828 Lvel*), un agente reticulador el poliéster HPG y como catalizador la amina terciaria

alifática N,N – Dimetilbenzoamina DMBA (*POLYCAT 34*). Esta resina se dosificó en diversas proporciones con la fibra de banano, así como en distintas granulometrías mediante mezcla manual de los componentes.

**Síntesis de poliéster como agente reticulador** La reacción de poli condensación para la síntesis de poliéster (HPG) se llevó a cabo entre un anhídrido y un di-alcohol en condiciones de polimerización en masa. La reacción se muestra en la Figura 1. Y se usó el anhídrido hexahidroftálico (HHPA), además de una mezcla de 1,2–propilenglicol y la glicerina que se seleccionó como alcohol. El objetivo de esta síntesis era obtener un poliéster terminado en ácido para usar como agente de reticulación para las resinas epoxídicas previamente caracterizadas. Además, aprovechando la presencia de un polímero adicional de la resina, se pretendió aumentar la transición vítreo después de la reticulación (de acuerdo con el calentamiento).

La reacción tuvo lugar en presencia de un catalizador a base de estaño ( $BuSnOOH$ ), al 2,5% con respecto a los moles de anhídrido, durante  $210^{\circ}C$  durante 14 horas.

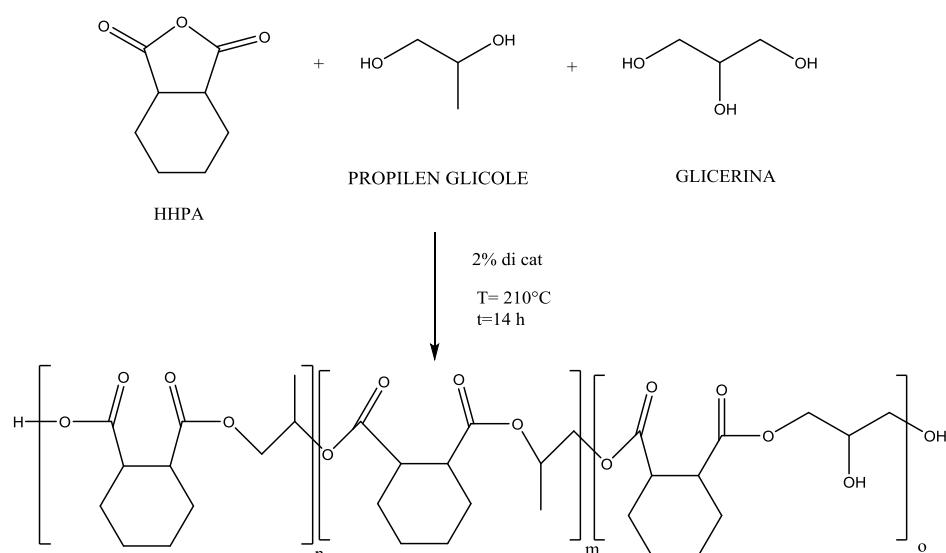


Figura 1. Reacción de síntesis del poliéster HPG.

La relación de 1,2–propilenglicol y glicerina como una mezcla de glicol fue de 95 partes de propilenglicol por cada 5 partes de glicerina.

**Cálculo de peso equivalente epóxico (EWW) de la resina.** El peso equivalente epóxico (*epoxy equivalent weight EEW*) expresa el número de gramo por mol de resina epoxi necesarios para formar un grupo oxirano y cuantifica la capacidad de formar enlaces con otras moléculas. Para la obtención de este peso equivalente epoxídico se dividió la masa molecular de la molécula epoxídica entre el número de grupos epoxis contenidos y este parámetro se usó para calcular la cantidad de

agente reticulante para lograr la reticulación con la resina epoxi, ya que, este parámetro nos indica el estado físico y la reactividad de la resina.

$$EEW = \frac{M_m}{\# \text{ grupo epoxi}} \quad (1)$$

$$\text{Porcentaje de resina PCR} = \frac{\text{EHA}}{\text{EEW}} \quad (2)$$

En la ecuación (1),  $M_m$  es la masa molecular de la resina y en la ecuación (2) EHA es el peso equivalente de hidrógeno activo y PCR es el tanto por ciento de resina. Estas fórmulas se usaron para el cálculo del peso equivalente epoxídico EEW y la cantidad de agente de reticulación necesarios para la formulación; además hay que recalcar que se tomó en consideración un máximo del 2% de catalizador en la mezcla.

**Formulación de resina con fibra de banano** En la formulación de la mezcla de fibra de banano con la resina epólica, se consideró el análisis estadístico realizado en la granulometría de la fibra, puesto que es importante conocer la distribución normal del proceso de tamizado. A continuación, en la Tabla 1 se presenta la formulación de la resina sin fibra de banano y en la Tabla Nº 2 con fibra, realizada para los diferentes análisis.

Tabla 1. Formulación de la resina epólica

<i>Formulación de la resina</i>	
Poliester HPG	65,6%
Resina 828lev	33,0%
Policat	1,3%

Tabla 2. Formulación de la resina con fibra de banano

<i>Formulación (Fibra 6,7%)</i>	<i>Formulación (Fibra 12,1%)</i>	<i>Formulación (Fibra 21,3%)</i>
Poliester HPG	65,6%	Poliester HPG 65,6%
Resina 828lev	33,0%	Resina 828lev 33,0%
Policat	1,3%	Policat 1,3%
Fibra di banano	6,7%	Fibra di banano 12,1%
		Fibra di banano 21,3%

En la Tabla 2 se puede apreciar la misma formulación, sin embargo, fueron dosificadas con diversos porcentajes de fibra de banano, esto con el objetivo de estudiar la reticulación con estas diversas cantidades, además y en cuanto a la granulometría se consideró el tamaño de partícula de

25 y 50  $\mu\text{m}$ , ya que la fibra de banano se caracteriza por tener una forma longitudinal a cualquier granulometría., por lo que se consideró estos dos tamaños de partícula

**Caracterización de la resina epoxídica** La resina epoxídica 828 levíl y el poliéster HPG fueron caracterizados mediante la técnica FTIR. La espectroscopía IR de transformada de *Fourier* o FTIR abreviada, se realiza utilizando un interferómetro que permite el escaneo de todas las frecuencias presentes en la radiación IR generada por la fuente. El escaneo es posible gracias a un espejo móvil que se mueve para introducir una diferencia en la trayectoria óptica, que origina una interferencia constructiva o destructiva con el rayo reflejado desde un espejo fijo. De esta forma se obtiene un interferograma que muestra la representación de la intensidad en el dominio del tiempo. Al aplicar la transformada de *Fourier*, una calculadora permite obtener el espectro infrarrojo, que es la representación de la intensidad en el dominio de la frecuencia. En este tipo de instrumentos también hay un laser He–Ne que emite luz roja (632,8 nm) y sirve para medir la posición exacta del espejo y también se utiliza para el muestreo de señales.

Entre las principales ventajas de FTIR, que garantiza un mayor rendimiento, existe una alta disponibilidad de energía, que se traduce en una relación señal/ruido mucho mejor que la espectroscopía infrarroja convencional. Además, se reducen significativamente los tiempos de análisis. Otras características son la presencia insignificante de luz difusa y el poder de resolución que permanece constante en todo el espectro IR.

El instrumento utilizado para la caracterización de compuestos es un espectrofotómetro CARY 660 FTIR (*Agilent Technologies*). Dada la naturaleza de las muestras, las mediciones se llevaron a cabo en reflectancia atenuada con una disposición de *Pike* con cristal de diamante y ZnSe a 45° a una reflexión simple. La prueba se llevó a cabo a 25°C en aire seco. El interferómetro genera un espectro de interferencia en presencia del divisor de haz; la computadora, interconectada con el espectrofotómetro, aplica la transformada de Fourier al espectro de interferencia, generando un espectro de acuerdo con la frecuencia a través del software *Resolution Pro*.

Como eluyente, se usa tetrahidrofurano (THF) de calidad HPLC ( $\geq 99,9\%$ ), que se hace fluir mediante una bomba modelo *Knauer HPLC PUMP K – 501*. El caudal utilizado para los análisis es de 1 mL/min y la presión es de 80 bar.

**Método de determinación del peso molecular.** En esta investigación, los polímeros sintetizados se han caracterizado por cromatografía estérica (SEC, *Size Exclusion Chromatography*). Desde el punto de vista estructural, el sistema de separación consiste en dos columnas cromatográficas colocadas en serie entre sí y precedidas por una precolumna. Las

columnas se colocan en un horno termostático (*Mod Waters Column Heater Module*) que permite mantener una temperatura constante de 35°C y las columnas llenas con una fase estacionaria de estireno–divinilbenceno, tienen las siguientes características técnicas: *TOSOHO G 2500 HHR*: 300 mm de longitud, tamaño de partícula de 5 µm, límite de exclusión de 2.000.000 g·mol<sup>-1</sup>.

**Análisis H-NMR** Los espectros de <sup>1</sup>H-NMR se registraron a la frecuencia de 300 MHz (*Varian Gemini 300*) y 400 MHz (*Varian Mercury 400*) a temperatura ambiente. Para el registro de los espectros, se usaron triclorometano-d3 ( $\geq 99,9\%$  de átomo D, *Sigma Aldrich*) y dimetilsulfóxido-d6 ( $\geq 99,9\%$  de átomo D, *Sigma Aldrich*). La cantidad de muestra colocada en el tubo para el análisis fue de unos pocos mg, fue necesario determinar su solubilidad completa en el disolvente elegido para el análisis.

**Análisis termogravimétrico (TGA).** Con el análisis termogravimétrico es posible seguir la variación de peso de un material polimérico durante su calentamiento. Con el calentamiento existe la termodegradación del polímero, las curvas termogravimétricas describen la pérdida de peso del material en función de la temperatura y constituyen un método para identificar los compuestos así como para evaluar su estabilidad térmica.

El análisis termogravimétrico se realizó utilizando un modelo de termobalanza *TGA Q500* de TA instrumentos, usando cantidades de muestra de 8 a 10 mg, en un rango de temperatura entre 35 y 900°C. El instrumento ha sido calibrado previamente con estándares puros. La muestra se introdujo en un crisol de platino y luego se calentó a una tasa predeterminada y controlada (1°C·min<sup>-1</sup>, cuando la pérdida de peso es mayor de 2 mg·s<sup>-1</sup>, y 20°C·min<sup>-1</sup>, cuando la pérdida de peso es menos de 1 mg·s<sup>-1</sup>). La prueba se realizó en nitrógeno entre 35 y 600°C, y en aire entre 600 y 900°C. Los flujos se mantuvieron constantes a 50 mL/min.

**Cinética de reticulación de la mezcla resina y banano** La DSC (calorimetría de barrido diferencial), de hecho, permite obtener información sobre el material bajo análisis calentándolo o enfriándolo de forma controlada. En particular, se determinan las transiciones térmicas en materiales poliméricos, incluidos los cambios en la capacidad térmica después de cambios en el estado de la materia. Con el DSC es posible realizar análisis cinéticos preliminares para determinar los peligros potenciales asociados con reacciones fuertemente exotérmicas; es un método rápido y relativamente económico, excluyendo el costo de compra inicial del instrumento.

En este trabajo, se utilizó una instrumentación de flujo de calor DSC. En este tipo de DSC, la muestra y la referencia reciben calor del mismo elemento de calentamiento y la diferencia de

temperatura medida se convierte en un flujo de calor diferencial utilizando la sensibilidad calorimétrica.

El análisis se realizó con un calorímetro diferencial de barrido (DSC) del TA (*DSC Q 2000C*) previamente calibrado con estándar de indio puro (con 99,9% de pureza, punto de fusión  $T_f = 156,4^{\circ}\text{C}$ , entalpía punto de fusión de 28,4 J/g).

La muestra (con un peso de aproximadamente 10 a 13 mg) se colocó en un crisol de Aluminio con un volumen de 40 mL, después de lo cual el crisol se cerró no herméticamente con una tapa de Aluminio y finalmente se colocó en el calorímetro.

El tratamiento térmico al que se ha sometido la muestra tanto para el análisis de las materias primas como para la cinética de reticulación es el siguiente:

- I Calentamiento: de  $-70$  a  $200$  a  $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$
- Enfriamiento: de  $200$  a  $-70$  a  $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$
- II Calentamiento: de  $-70$  a  $200$  a  $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$

La atmósfera se mantuvo inerte mediante un flujo constante de  $\text{N}_2$  de  $50 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ . Las curvas calorimétricas se obtuvieron utilizando el software *TA Universal Analysis*.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

**Análisis granulométrico de la fibra de banano** En las siguientes figuras se indica los resultados obtenidos en el análisis estadístico del tamizado de la fibra de banano, diversos tamices. Se realizó tres pruebas para poder comparar entre los diversos resultados.

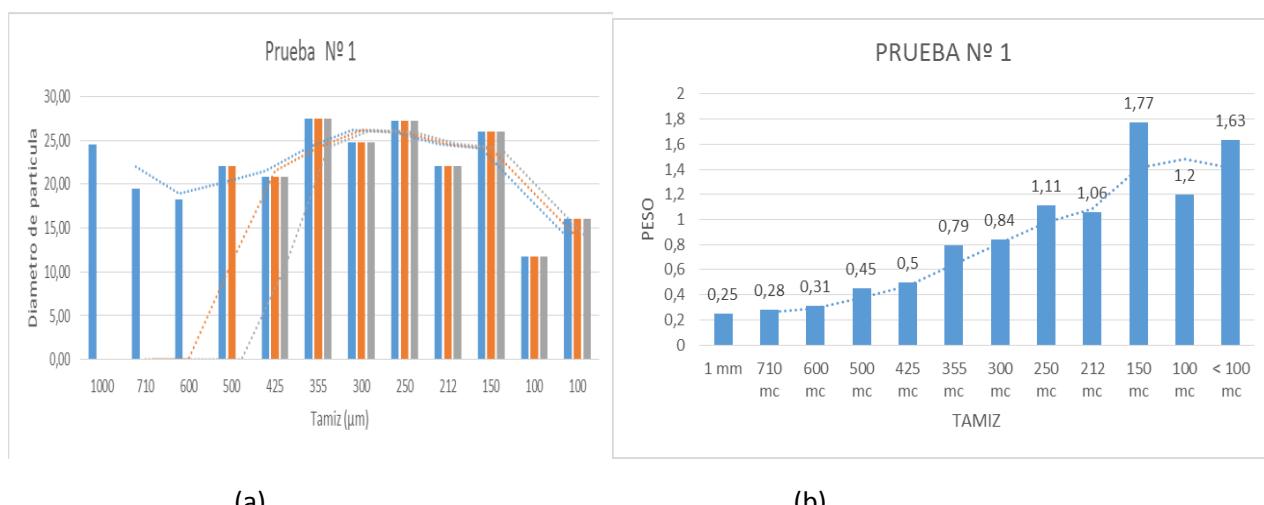


Figura 2. Análisis estadístico de la prueba N° 1. Figura (a) Histograma de las mediciones de los diámetros de partícula, y (b) Histograma de la retención del peso de la fibra de banano.

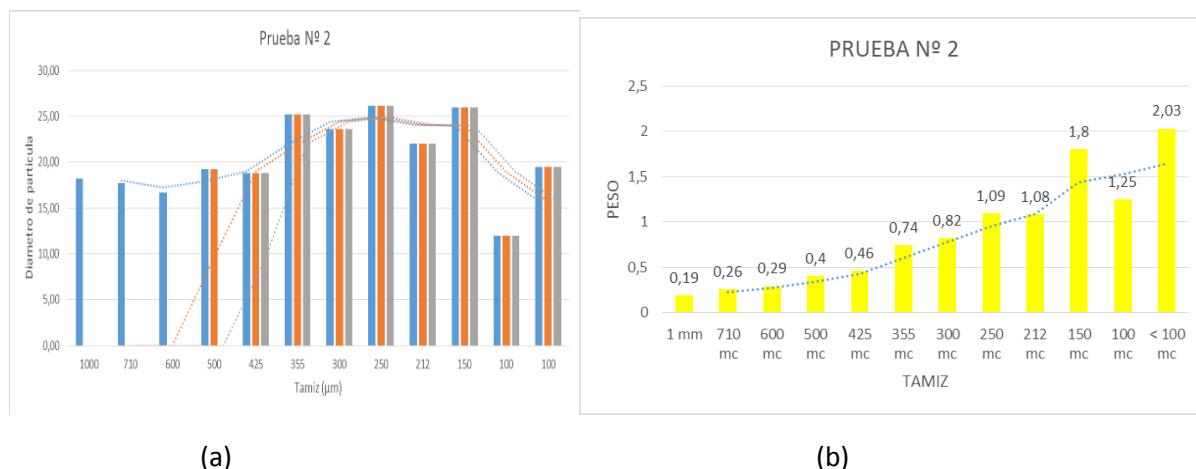


Figura 3. Análisis estadístico de la prueba N° 2. Figura (a) Histograma de las mediciones de los diámetros de partícula, (b) Histograma de la retención del peso de la fibra de banano.

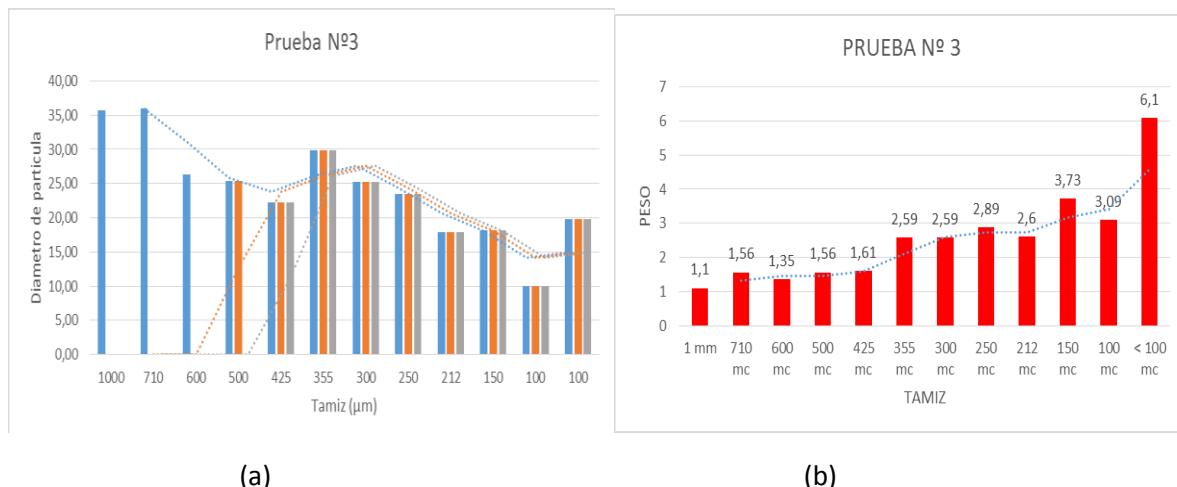


Figura 4. Análisis estadístico de la prueba N° 3. Figura (a) Histograma de las mediciones de los diámetros de partícula, y (b) Histograma de la retención del peso de la fibra de banano.

Como se observa en las figuras anteriores (a), se realizaron tres mediciones del diámetro de partícula para cada prueba; en los cuales, para la segunda medida se eliminó el material particulado retenidos en los tamices 1.000, 710 y 600  $\mu\text{m}$ ; en la tercera medida se eliminó los anteriores tamices más el tamiz 500  $\mu\text{m}$ ; para que finalmente el análisis estadístico se reduzca a un tamaño de partículas que van desde los tamices 425 – 100  $\mu\text{m}$  y menores a 100  $\mu\text{m}$ . Además se realizó los cálculos del peso de fibra de banano retenido en cada tamiz (b); los cuales nos ayuda a comparar la relación que existe entre el diámetro de la partícula con el peso retenido en cada tamiz. Analizando las Figuras 1 – 4, se observa en la prueba número1, que la mayor cantidad en peso retenido se encuentra en el tamiz de 150  $\mu\text{m}$ , sin embargo, la mayor cantidad de diámetro de la partícula medido se encuentra en los tamices 325 hasta los 250  $\mu\text{m}$ ; algo similar ocurre en la prueba número 2, donde la mayor cantidad de peso retenido de fibra, está en el tamiz de menor a 100  $\mu\text{m}$  y el mayor

diámetro de partícula se encuentra en los tamices 355 hasta 150  $\mu\text{m}$  y finalmente en la prueba N° 3 se observa que la mayor cantidad de peso retenido está en el tamiz menor a 100  $\mu\text{m}$  y la mayor cantidad de diámetro medido se encuentra en el tamiz 355  $\mu\text{m}$ .

Entonces y comparando las tres pruebas realizadas podemos apreciar que la estructura de la fibra de banano tiene una forma larga más que ancha, razón por lo cual, podemos no podemos apreciar una retención homogénea de la fibra en los diversos tamices.

**Caracterización de la resina epoxídica *Epikote* y del Poliéster HPG.** El espectro FTIR ATR de la resina 828lvel se registró en el medio, de 700 a 3.500  $\text{cm}^{-1}$  en la Figura 5. La estructura de la resina epoxi se confirma por la presencia de las bandas de absorción típicas de sus grupos funcionales. A partir del IR medio encontramos: a 772  $\text{cm}^{-1}$  el balanceo o *rocking* del  $-\text{CH}_2$ , a 831  $\text{cm}^{-1}$  la vibración de tensión o *stretching* del grupo epoxi C – O – C y a 916  $\text{cm}^{-1}$  el *stretching* del C–O epoxídico. A 1.039  $\text{cm}^{-1}$  el *stretching* del éter C – O – C y a 1.247  $\text{cm}^{-1}$  el *stretching* del grupo bencílico con el oxígeno. El *stretching* del C – C aromático cae en el medio IR a 1.513  $\text{cm}^{-1}$ , mientras que el *stretching* del C = C del anillo aromático cae a 1.610  $\text{cm}^{-1}$ . En 2.834, 2.875 y 2.931,  $\text{cm}^{-1}$  hay bandas debido al *stretching* de CH y  $\text{CH}_2$  aromáticos y alifáticos, mientras que a 2.964  $\text{cm}^{-1}$  hay *stretching* del  $-\text{CH}_3$  del bisfenol A. El *stretching* del enlace CH de los anillos aromáticos se encuentra a 3.037  $\text{cm}^{-1}$ .

El *stretching*  $-\text{CH}_2$  del grupo terminal epoxídico se evidencia a una frecuencia de 1.460 y 3.056  $\text{cm}^{-1}$ . La banda centrada a 3.500  $\text{cm}^{-1}$  se asigna al *stretching* del grupo hidroxilo (OH), revelando así la presencia del dímero o en cualquier caso de especies con mayor peso molecular.

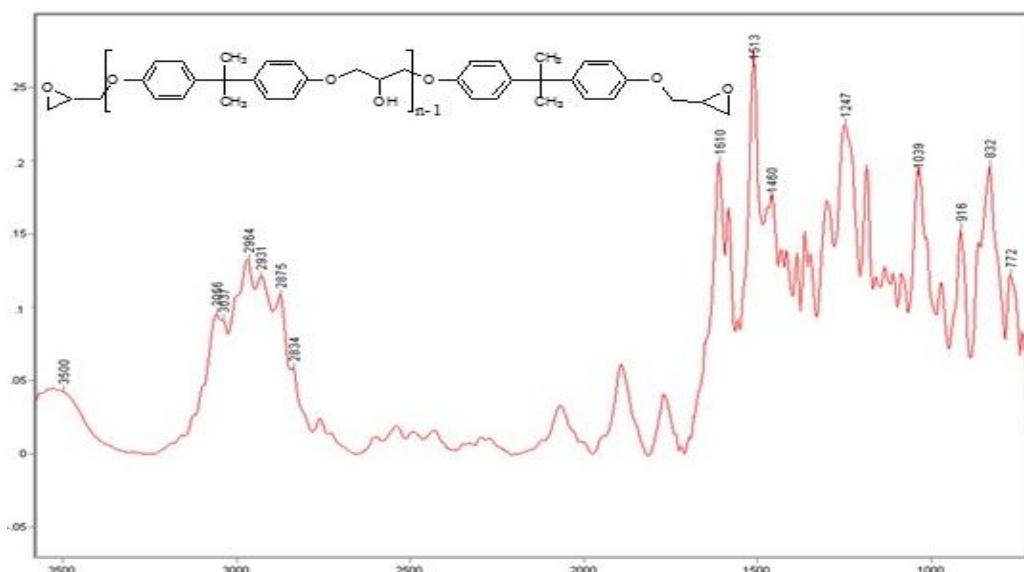


Figura 5. Espectro FT–MIR de la resina epoxídica *Epikote* 828lvel.

El espectro  $^1\text{H}$ -RMN, registrado en DMSO-d<sub>6</sub>, que se muestra en la Figura 6, muestra la asignación de resonancia descrita en la fórmula estructural de la unidad repetitiva del poliéster HPG.

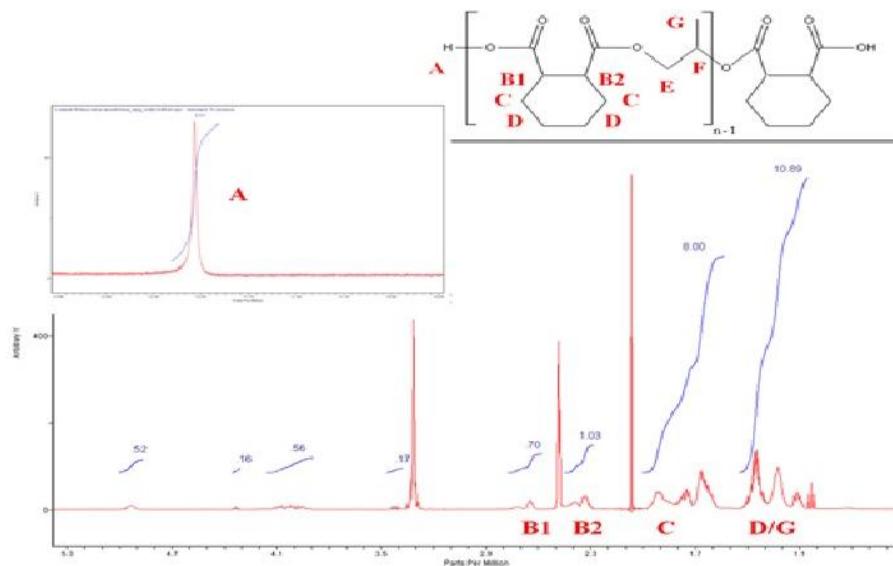


Figura 6. Espectro  $^1\text{H}$ -NMR del poliéster HPG.

Las señales entre 1 y 1,5 ppm se refieren a los protones D (8H) y los protones del metilo en el propilenglicol, protones G (3H), mientras que entre 1,6 y 2 ppm encontramos las señales relacionadas con los protones C del anhídrido. A través de estos protones, todas las señales presentes en el espectro se han normalizado.

En los campos inferiores, a 2,3 y 2,55 ppm, están las señales de los 2 protones B1 y B2, que difieren en los diferentes entornos químicos. A 3,4 ppm, la señal se asignó a los protones ( $\text{CH}_2$ ) de glicerina. A 12 ppm encontramos la señal relacionada con los terminales de la cadena relativa al ácido carboxílico formado por la apertura del anhídrido ( $-\text{COOH}$ ).

Haciendo la relación entre los protones C, con respecto al anillo del anhídrido, y los protones del ácido carboxílico, se puede decir que todo el anhídrido se ha polimerizado con los glicoles. Las pequeñas señales de intensidad presentes en 3,9, 4,3, y 4,9 se refieren respectivamente a los protones unidos: al carbono terciario del glicol (F) y al oxígeno secundario del propilenglicol y de la glicerina.

Además de la caracterización mediante espectroscopia nuclear magnética, se realizó un análisis SEC en el polímero sintetizado. Como se muestra en la Figura 7, podemos ver la alta

polidispersidad de las cadenas. El producto final es, por lo tanto, un sistema que consiste en un conjunto de cadenas de polímeros con una amplia distribución de longitudes.

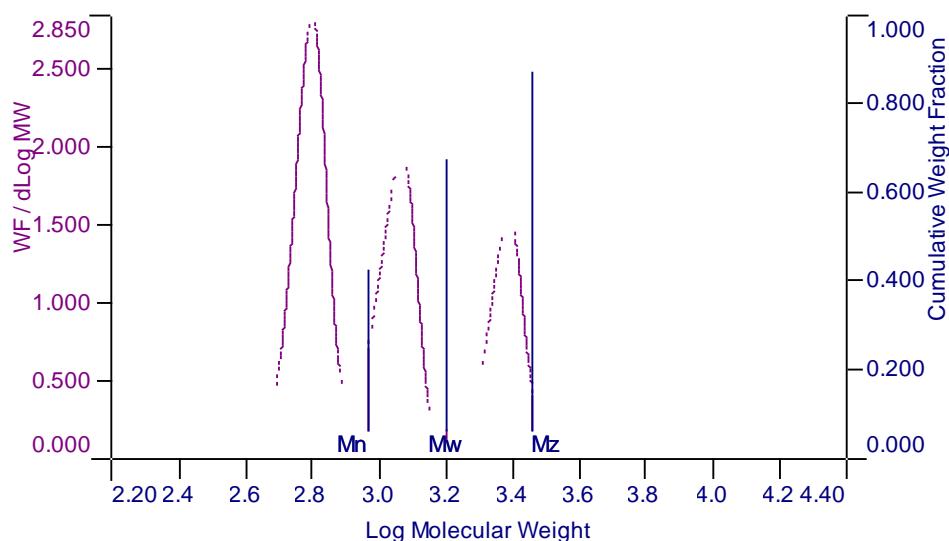


Figura 7. Distribución del peso molecular del poliéster HPG.

**Cinética de reticulación de la mezcla.** La Figura muestra el termograma DSC de la reticulación de la resina *Epikote 828lvel*, al cual se le añadió un diluyente reactivo en una proporción 80/20, para aumentar la reactividad de las mezclas y favorecer la movilidad de los diversos reactivos durante la reacción de reticulación, respectivamente con el poliéster. La reacción de reticulación tiene lugar a temperaturas superiores a 70°C, el inicio del pico exotérmico es de 97,5°C. El pico de reticulación exotérmico es estrecho finalizando a 189°C y la temperatura de transición vítrea es superior a 60°C.

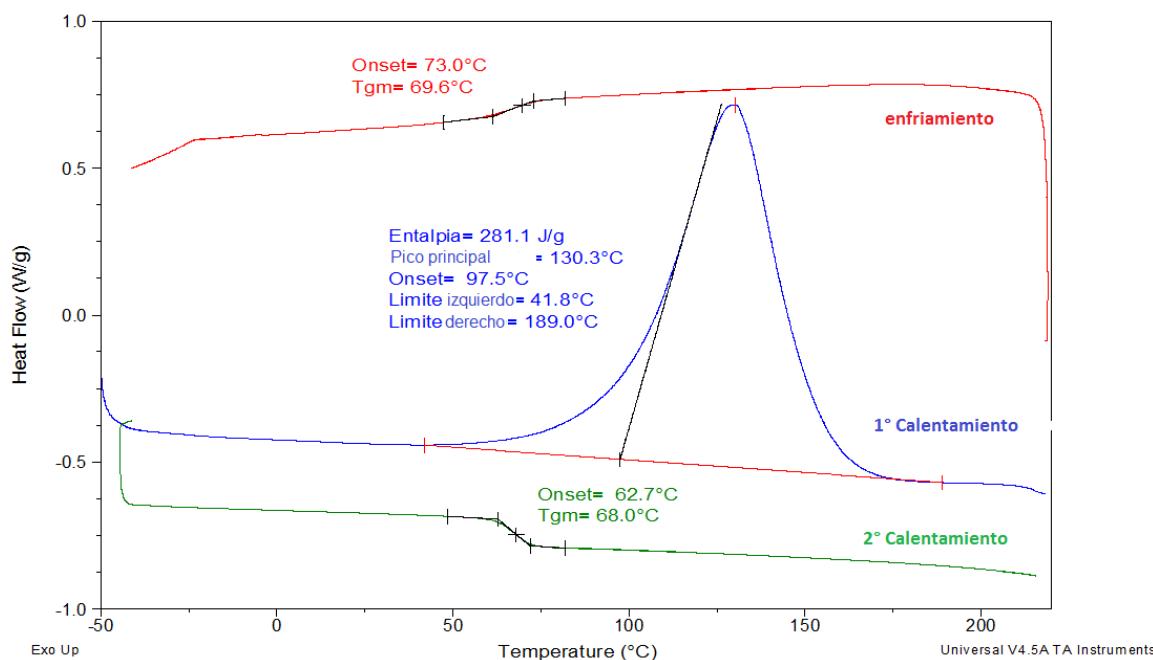


Figura 8. Termograma DSC de la resina 828lvel con diluyente reactivo reticulada con el poliéster HPG in presencia del catalizador Polycat 34.

Para la dosificación de fibras de banano con resina 828 lvel, realizamos este análisis con diferentes tamaños de partículas y en diferentes porcentajes de fibra, con el objetivo de observar cuál es la mejor reticulación.

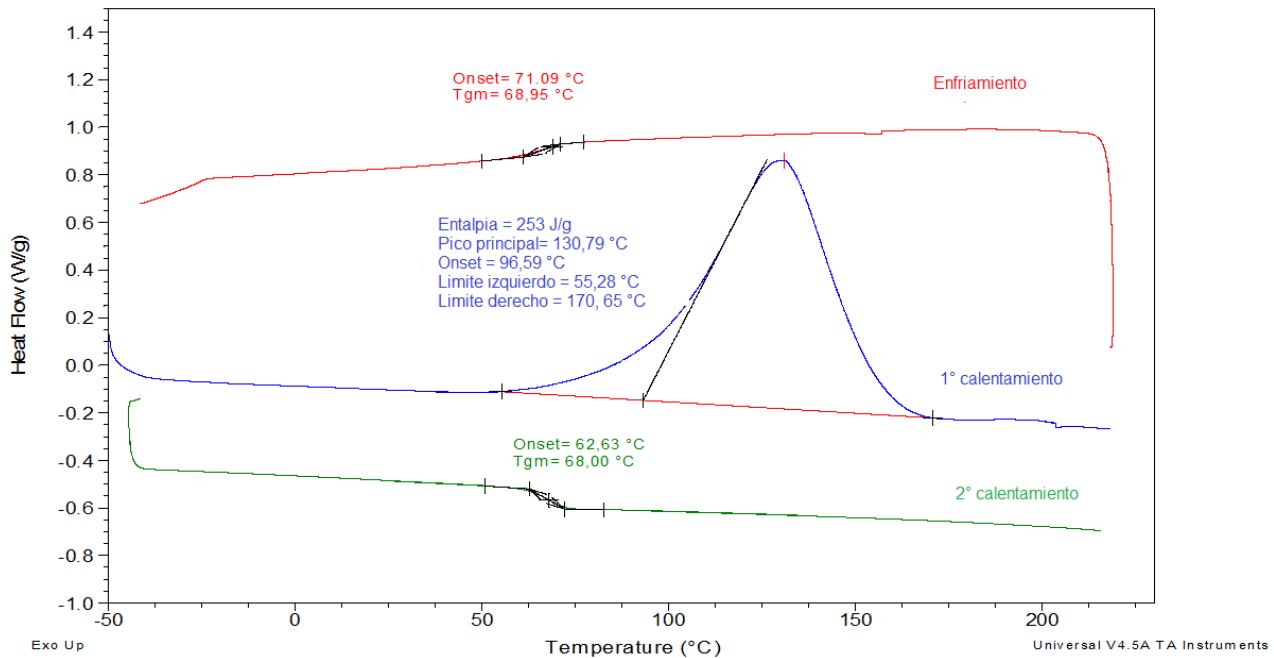


Figura 9. Mezcla –828lv–HPG – polycat–fibra 7% (25um).

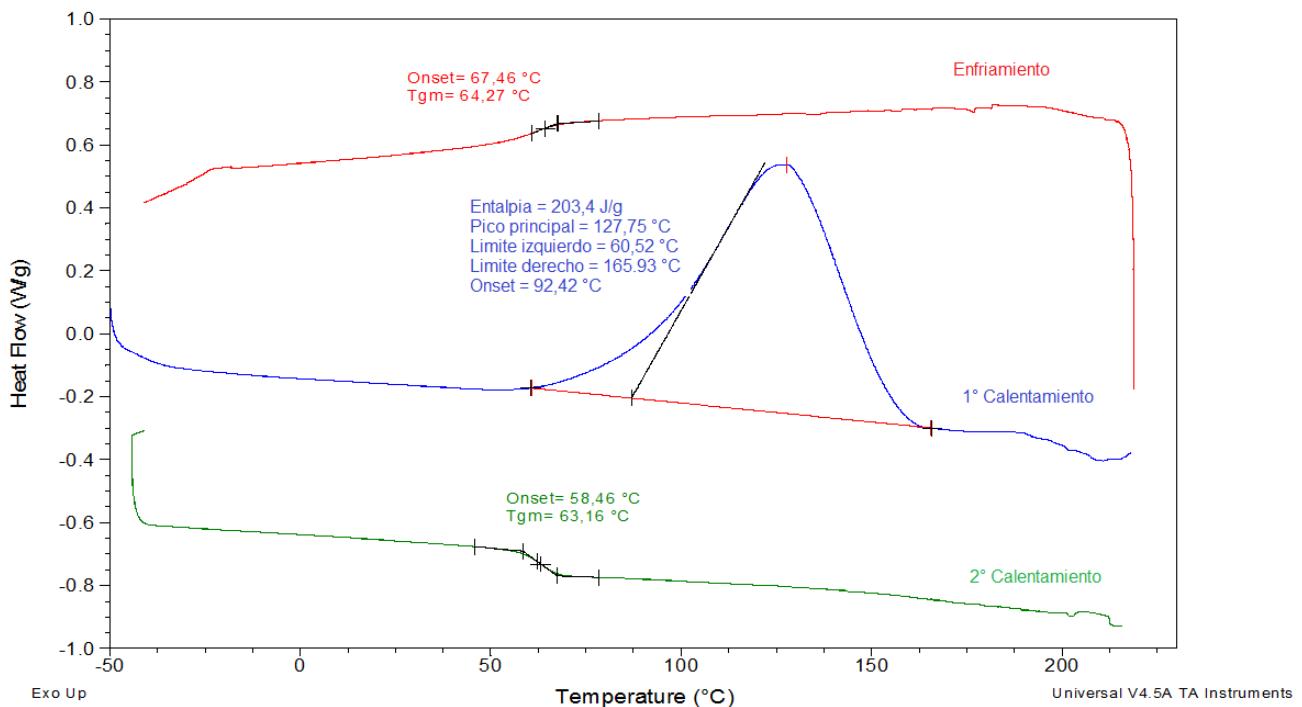


Figura 10. Mezcla –828lv–HPG – polycat–fibra 14% (25um).

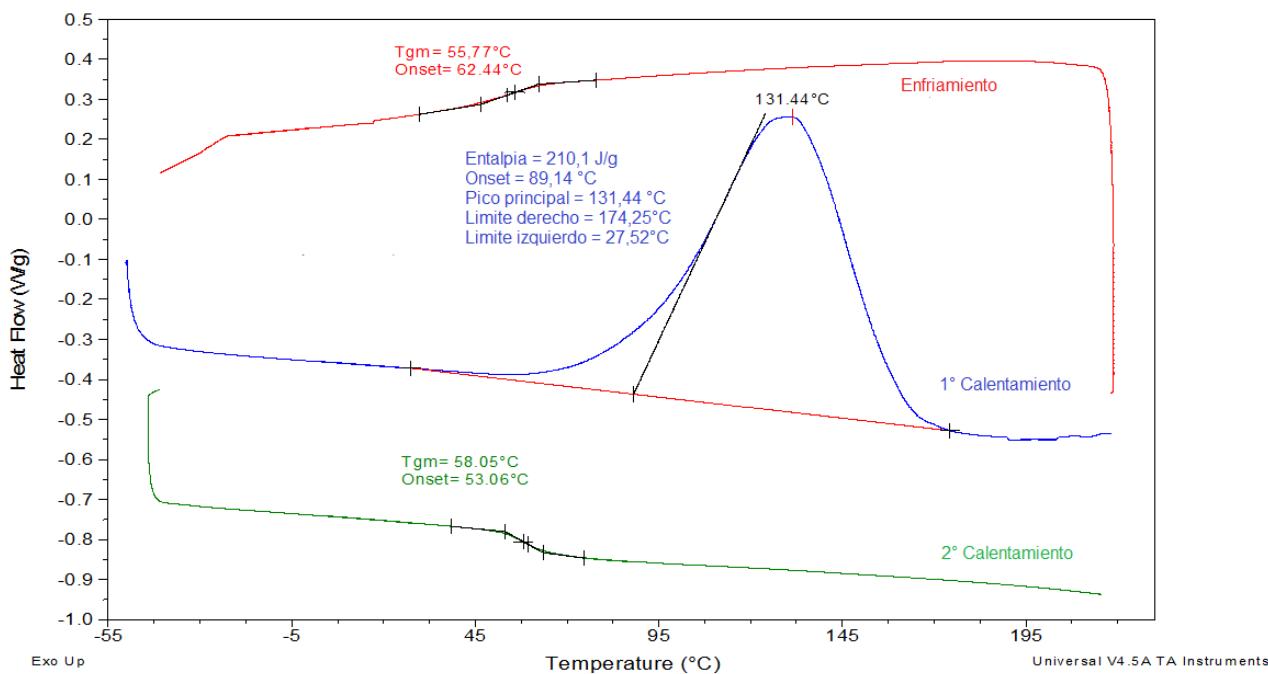


Figura 11. Mezcla –828lv–HPG – polycat–fibra 28% (50 um).

En las Figuras 9 a la 11, podemos apreciar los distintos termogramas realizados en una dosificación con la resina 828 lvl y la fibra de banano, en los cuales, se observa que la influencia de la fibra en la matriz es notoria, puesto que la entalpia de reticulación disminuye desde 281,1 J/g hasta 231,6 J/g, sin embargo, según los resultados podemos anotar además que la granulometría de la partícula también influye en la reticulación del biopolímero. Por otro lado, podemos analizar que la temperatura del pico de reticulación se ve mejorada, esto se puede explicar a los componentes contenidos en la fibra de banano; y hay que recordar que la fibra está constituida por celulosa, lignina y hemicelulosa, estos componentes influyen de cierta manera en la reticulación de la mezcla realizada.

Tabla 3. Análisis DSC de la mezcla 828LV–HPG–Polycat–Fibra de banano.

MEZCLA	I CALETAMIENTO			II CALEN TAMIENTO
	$\Delta H$ ret calculado (J/g)	Onset ret (C)	Pico Ret (°C)	$Tg2$ onset (°C)
828LV + HPG + Cat (0% fibra)	281,1	97,5	130,3	62,7
828LV + HPG + Cat + 6,8 % fibra (25 µm)	272,3	96,6	130,8	62,6
828LV + HPG + Cat + 12,1 % fibra (25 µm)	231,6	92,4	127,8	58,5
828LV + HPG + Cat + 21,3 % fibra (50 µm)	249,86	89,14	131,44	58,05

Considerando la mezcla al 21% de fibra y con una granulometría de 50  $\mu\text{m}$ , que es la que mayor temperatura de reticulación; se realizó isotermas a 75 y 90°C y con una granulometría de 300  $\mu\text{m}$ , resumiéndose en la Tabla 4.

Tabla 4. Isotermas DSC de la mezcla 828LV–HPG–Polycat–fibra de banano

MEZCLA	I CALENTAMIENTO		II CALENTAMIENTO			
	T isoterma	$\Delta H_{ret}$ calculado (J/g)	$T_g^2$ onset (°C)	$\Delta H_{ret}$ (J/g)	Onset ret (°C)	Pico Ret (°C)
828LV + HPG + Cat + 21,3 % fibra (50 $\mu\text{m}$ )	75°C	89,5	16,6	22,9	103,5	141,7
828LV + HPG + Cat + 21,3 % fibra (300 $\mu\text{m}$ )	75°C	154,8	27,0	22,5	99,8	141,1
828LV + HPG + Cat + 21,3 % fibra (300 $\mu\text{m}$ )	90°C	216,6	36,6	10,1	79,2	125,8

Podemos observar en las diversas isotermas realizadas en la Tabla 4, que la energía de reticulación aumenta al aumentar su temperatura, sin embargo, hay una disminución de la temperatura vítreo cuando se le dosifica con 300  $\mu\text{m}$ , esto se debe probablemente a la influencia del tamaño de la partícula en la longitud de la cadena polimérica.

## CONCLUSIONES

En los resultados obtenidos, de los análisis DSC, podemos describir el comportamiento de la cinética de reticulación de los diferentes biopolímeros formados. La granulometría de la fibra de banano influye de una manera particular en la energía de reticulación y en su temperatura así como en la temperatura de transición vítreo ( $T_g$ ), en base a esto, se aprecia que la mezcla 828LV + HPG + Cat + 6,8 % de fibra y con una granulometría de 25  $\mu\text{m}$  presenta una de las mejores reticulaciones con un valor de 272 J/g y con una temperatura de 130°C; estos resultados no varían significativamente en comparación con la resina epoxídica sin dosificar con fibra de banano que tiene una energía de reticulación de 281 J/g y 130°C de temperatura. Esta comparación nos indica que la involucración de la fibra de banana a una matriz polimérica afecta positivamente hasta un límite permisible de la matriz, sin embargo, hay que considerar también el tipo de fibra ya que la longitud de la fibra afecta la reticulación de la matriz dosificada.

**Agradecimientos.** La presente investigación se realizó con el apoyo del grupo GIVABI de la

Universidad Politécnica Salesiana sede Cuenca y principalmente a los laboratorios de APM (Advanced Polymer Materials) en Italia ferrara donde se efectuó este trabajo de investigación.

## BIBLIOGRAFÍA

- [1] Meneses MM, Agatón LL, Gutiérrez LFM, Mendieta LEG, Botero JD “Aprovechamiento industrial de residuos de cosecha y poscosecha del plátano en el Departamento de Caldas”, *Rev. Educ. En Ing.*, **5(9)**, 128 (2012)
- [2] James P “*Pulpa y papel: química y tecnología química*”, 1951. Disponible en <http://www.sidalc.net/cgi-bin/wxis.exe/?IsisScript=AGRIUAN.xis&method=post&formato=2&cantidad=1&expresion=mfn=027899>
- [3] Martínez JMR, Lora EES “*Bioenergía: Fuentes, conversión y sustentabilidad*”. José María Rincón Martínez, Electo Eduardo Silva Lora, 2015
- [4] Ana H-V “*Análisis sobre el aprovechamiento de los residuos del plátano, como materia prima para la producción de materiales plásticos biodegradables*”, de enero de 2017. Disponible en: <https://dominiodelasciencias.com/ojs/index.php/es/article/viewFile/435/pdf>.
- [5] Pontón P, Guerrero VH “Obtención de Materiales Compuestos de Matriz Poliéster reforzados con Fibra de Abacá mediante Estratificación manual”, *Rev. Tecnológica – ESPOL*, **23(3)**, (2010)
- [6] Turrado J, Saucedo AR, R. Sanjuán, y B. Sulbaran, “PINZOTE de Musa balbisiana y Musa acuminata como Fuente de Fibras para Papel”, *Inf. Tecnológica*, **20(4)**, 117 (2009)
- [7] Jaime V “*Aproximacion al conocimiento del poliéster reforzado con fibra de vidrio*”, 1983. Disponible en: [http://ropdigital.ciccp.es/pdf/publico/1983/1983\\_agosto\\_3216\\_03.pdf](http://ropdigital.ciccp.es/pdf/publico/1983/1983_agosto_3216_03.pdf).
- [8] González R “*Polímeros sintéticos para la conservación de materiales pétreos*”. 2017
- [9] Jaramillo I, Morales C, Betancur A, Cruz J, Gañán P “Estudio del curado de resinas epóxicas empleando espectroscopía infrarroja”, *Dyna*, **71**, número 143 (2004)