

## ESTUDIO DE LA DEGRADABILIDAD DEL PCL (POLICAPROLACTONA) DOSIFICADO CON LA LIGNINA DE LA FIBRA DE BANANO

Jorge B. Amaya<sup>1\*</sup>

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: Abril de 2018; Aceptado: Junio de 2018

### RESUMEN

En la actualidad el uso de las fibras naturales como aditivos en polímeros se ha incrementado debido a los resultados positivos que se obtiene al realizar estos materiales biobasados. La degradabilidad de un polímero se ve afecta al adicionar un material obtenido de fuentes naturales como es el caso de la lignina, ya que este polisacárido le confiere mejores propiedades térmicas debido a la procedencia de este polisacárido. El presente trabajo de investigación tiene como objetivo estudiar la degradabilidad de un polímero derivado del petróleo, pero biodegradable como es el caso del policapro lactona (PCL), éste es un poliéster alifático con secuencia de metileno con una degradabilidad alta, por lo cual, con este trabajo se pretende disminuir su tiempo de degradación dosificando con lignina. Para realizar este objetivo, se realizó una extracción de la lignina contenida en la fibra de los raíces de banano, mediante procesos de hidrolisis ácidos y básicos, obteniendo como resultado, que contiene un 13% de lignina; adicional a esto se realizó un análisis proximal químico con el objetivo de conocer las mejores condiciones para el tratamiento de extracción de la lignina; dicho análisis consistió en la determinación de la humedad, compuestos extraíbles en disolvente orgánico, extraíbles en agua caliente, cenizas totales y material volátil. Para el estudio de la degradación de la lignina dosificada con PCL, se realizaron mezclas del 5, 10, y 15% de lignina con PCL, posteriormente se sometió a estas muestras a un análisis diferencial de barrido (DSC) para observar el comportamiento de la lignina en la reticulación con el PCL. A estas muestras se analizó la degradación en una estufa durante cuatro semanas, donde se observó que la mayor degradación tuvo la muestra dosificada con el 5% de lignina. Estos resultados evidenciaron que la adición de la lignina aumenta la degradabilidad del PCL.

**Palabras clave:** Lignina, degradabilidad, policapro lactona, dosificación, fibra.

### ABSTRACT

At present the use of natural fibers as additives in polymers has increased due to the positive results obtained by performing these bio based materials. The degradability of a polymer is affected by addition of a material obtained from a natural sources such as lignin, since this polysaccharide gives it better thermal properties due to the origin of this material. The objective of this research work is to study the degradability of a polymer derived from petroleum, but biodegradable as is the case of Polycaprolactone (PCL), this is an aliphatic polyester with methylene sequence with a high degradability, so which, with this work, is intended to reduce its degradation time dosing with lignin. To carry out this objective in the first instance, made an extraction of the lignin contained in the fiber of the banana roots was carried out by methods of hydrolysis acidic and basic, obtaining as a result, that it contains 13% lignin; additional to this, was carried out a proximal chemical analysis to know the best conditions for the treatment extraction of lignin; this analysis consisted in the determination of humidity, extractable compounds in organic solvent, extractables in hot water, total ash and volatile material. For the study of the degradation of the dosed lignin with PCL, was made mixtures of 5, 10, and 15% of lignin contained in PCL, later, these samples were subjected to a differential scanning analysis (DSC) to observe the behavior of the lignin in the crosslinking with the PCL. To these samples was analyzed the degradation in an oven during four weeks, where it was observed that the highest degradation had the sample dosed with 5% of lignin. These results showed that the addition of lignin increases the degradability of PCL

**Key words:** Lignin, degradability, polycaprolactone, dosage, fiber.

### INTRODUCCION

En el Ecuador se cultivan 180.336 Ha de banano por lo que se trabaja en la producción de este alimento [1] y comercializando la variedad más conocida como “Cavendish” el cual es

producto principal para la exportación [1]. Esto hace que el banano sea uno de los alimentos más representativo en el *Ecuador* dentro de su comercialización a nivel de Latinoamérica [2]

Esta producción genera gran cantidad de residuos provenientes de la cosecha del mismo ya sean plásticos o restos vegetales, además de residuos que provienen del raquis, hojas, pseudotallos, flor. En nuestro país se dice que se producen 351.031 toneladas de residuos lignocelulósicos cada año las cuales vienen de las plantaciones de banano [3].

Actualmente hay un continuo incremento en la elaboración de productos a base de plásticos, se dice que la producción ha crecido en un 4% para 2015 es decir pasó de 311 millones en 2014 a 322 millones de toneladas para 2015 y para 2020 podría sobrepasar los 500 millones de toneladas [4].

Es este incremento lo que hace que se lleve a la búsqueda y el desarrollo de nuevos materiales como son los biopolímeros para el uso de la población reduciendo así el impacto de los plásticos elaborados con materiales derivados del petróleo. Es necesario desarrollar un plástico igual de resistente, pero menos contaminante. En el trabajo realizado por *Cyras* [5], explica que las propiedades mecánicas de los materiales compuestos se ven influenciadas por la dispersión de la fibra en la matriz polimérica y además de la forma de procesamiento del mismo.

En años recientes la importancia del empleo de fibras naturales ha crecido supliendo a los plásticos ya conocidos. Se entiende por fibras vegetales básicamente a los elementos fibrosos que están en la pared de la célula y están constituidos por la celulosa, hemicelulosa y la lignina [3], estas fibras pueden ser de origen vegetal, animal o mineral

A la lignina se la reconoce debido a que posee en su composición con una red polimérica en tres dimensiones formada por cadenas de propilbenceno, además cuenta con varios enlaces C – C y C – O. Debido a su estructura posee una degradación menor que la celulosa [6]. Además, agrupa a las fibras debido que está presente también en los átomos que une a la lignina y los carbohidratos, también actúa de defensor contra los agentes presentes en la atmósfera [7].

Una gran alternativa se encuentra en la Policaproliactona (PCL) ya que es un poliéster alifático y además es biodegradable [8]. El tiempo en el que ese material se descompone es de aproximadamente de 2 a 3 años y su origen fósil, lo que lo hace dañino para el medio ambiente. El PCL es un termoplástico de fuente petroquímico que puede ser obtenido mediante polimerización de la  $\epsilon$ -caprolactona (Figura 1) y que por su estructura es biodegradable con un bajo punto de fusión, alrededor de 60°C. Debido a su estructura lineal simple le confiere una bioabsorción, el cual es miscible con polisacáridos tales como la lignina que es un biopolímero de fuente renovable.

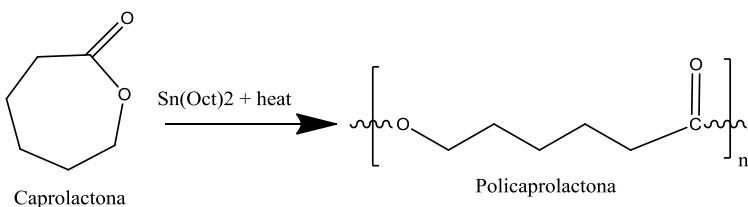


Figura 1. Síntesis del policaprolactona PCL.

Una de las principales características del PCL es su gran flexibilidad a temperaturas bajas por lo que tiene una elevada elongación y un módulo de elasticidad permitiéndolo ser un material de buena manipulación en donde se requiera una alta elasticidad.

Es así que en el presente trabajo se reporta la extracción de la lignina de la fibra de banano mediante hidrolisis acida – básica con el objetivo de estudiar la influencia de la inserción de un componente de la fibra natural como es el caso de la lignina, en la matriz polimérica del Policaprolactona (PCL) y además de estudiar su degradabilidad por métodos térmicos, asimismo de observar el comportamiento de esta matriz polimérica en diferentes dosificaciones con la lignina con el objetivo de determinar cuál es la dosificación óptima para que la matriz compostable tenga la mejor degradabilidad.

## PARTE EXPERIMENTAL

**Obtención de la fibra de banano.** La fibra natural se obtuvo de los raquis del banano que se consiguió de la bananera Nueva Esperanza ubicada en la provincia de *El Oro*, vía la *Iberia – Machala* con la finalidad de extraer la lignina que se encuentra en dicho elemento. Para empezar con la obtención de la lignina se procedió a cortar los raquis con ayuda de un cuchillo; estos fueron cortados con un ancho de aproximadamente 1 cm por 4 cm de largo, para facilitar en el procedimiento en que consiste en secar dicho material en una estufa.

Los pedazos de raquis que se trocearon con anterioridad fueron colocados en una estufa marca *Memmert* a 70°C durante tres días para que se seque. Luego de esto para obtener la fibra se procedió a triturar los raquis ya secos con una licuadora industrial por un tiempo aproximado de 5 minutos

Análisis proximal químico de la fibra de banano. El análisis proximal realizado permitió identificar algunas características especiales de la fibra de banano con el objetivo de establecer las mejores condiciones iniciales para la extracción de la lignina. Los principales análisis que se realizaron a la fibra fueron:

**Porcentaje de humedad.** Para saber el porcentaje de humedad se pesó un gramo de la fibra del raquis de banano, el cual se colocó en una luna de peso conocido y seco. La luna con la muestra se llevó a la estufa por un periodo de 8 horas a 105°C. El porcentaje de humedad se determinó con

la pérdida del peso de la muestra como indica el método del “*Instituto Nacional de Normalización de Chile, NCh 1515 Of. 79*”.

**Extraíbles con disolvente orgánico.** En un dedal se depositó 5 gramos de fibra, este dedal se lo introdujo en un equipo *Soxhlet* con 200 mL de acetato de butilo por un periodo de 8 horas. Luego de este tiempo el dedal se lo puso en una estufa aproximadamente a 105°C para que se seque durante 4 horas y hasta tener peso constante. Los extraíbles en disolvente orgánico se determinan de acuerdo con el peso que pierde la muestra durante todo el proceso según la norma del “*Technical Association of the Pulp and Paper Industry, TAPPI T264*”.

**Extraíbles en agua caliente.** En 4 gramos de fibra extraída en solvente orgánico se agregó acetato de butilo, con 200 mL de agua destilada caliente en un matraz *Erlenmeyer* de 500 mL. Dicho matraz se lo conectó a un condensador de reflujo, el cual se lo coloco en un recipiente con agua hirviendo por 3 horas. Despues se filtró al vacío con un embudo *Buchner* y papel filtro. Posterior a esto se lavó la muestra con 200 mL de agua caliente y se la seco a 105°C durante 4 horas y hasta obtener peso constante. La cantidad de material extraíble en agua caliente se determinó mediante la metodología establecida en la norma “*Technical Association of the Pulp and Paper Industry, TAPPI207*”.

**Cenizas totales.** Se tomó 2 g de muestra, y se la coloco en un crisol de peso conocido, el cual previamente se calentó en una estufa hasta peso constante, luego de esto se lo introdujo en la mufla con un precalentamiento de 10 minutos; transcurrido este tiempo se subió la temperatura de la mufla a 500°C y se dejó ahí al crisol con la muestra durante 35–40 minutos y se calculó el porcentaje de cenizas según los métodos “*Oficial Methods of Análisis AOAC 15 th Edition, 1990 e Instituto Nacional de Normalización Chileno, NCh 1245*”.

**Materia volátil.** Se tomó 1 g de muestra, y se la coloco en un crisol de peso conocido, el cual previamente se calentó en una estufa hasta peso constante, luego de esto, se lo introdujo en la mufla con un precalentamiento de 10 minutos transcurrido este tiempo se subió la temperatura a 900°C y se dejó ahí al crisol con la muestra durante 35–40 minutos y se calculó el porcentaje de materia volátil según la norma española “*Materiales inorgánicos de filtración y soporte utilizados en el tratamiento del agua destinada al consumo humano UNE 12901*”.

**Análisis granulométrico.** Para este paso se tamizó la fibra del raquis obtenida con anterioridad para determinar el tamaño que predomina en toda la muestra que se obtuvo al triturar los raquis, mediante la tamizadora marca *Advantache Duratape*. El cual consta de 23 tipos de tamices con diferente abertura; este equipo permite colocar 7 tipos de tamices los cuales fueron ubicados en orden ascendente y aparte inferior el plato donde se obtendrán las partículas más pequeñas de las muestras. Se hicieron tres pruebas con la fibra de 100 g cada una y se procedió a

pesar la cantidad retenida en cada tamiz siguiendo el método de la norma “D –1921 –01 Standard Test Methods for Particle Size (Sieve Analysis) of Plastic Materials”.

**Extracción de la lignina.** Para este procedimiento se realizó la extracción de la lignina mediante el método del licor negro, el mismo que se basa en una hidrólisis básica y una acida como se explicaran a continuación.

**Hidrólisis básica.** En la hidrólisis básica consistió en hacer reaccionar una solución de hidróxido de sodio al 20% w/w en una cantidad en referencia a la suma de las cantidades recogidas en los tamices del procedimiento de la granulometría que fue desde el tamiz 20 al 100. En la Tabla 1 se puede observar los parámetros físicos y químicos para realizar dicho hidrolisis.

Tabla 1 Parámetros utilizados en la hidrolisis básica

| Variables          | Cantidad | Unidades |
|--------------------|----------|----------|
| Fibra              | 62       | g        |
| Hidróxido de sodio | 200      | g        |
| Agua destilada     | 1.000    | mL       |
| Temperatura        | 100      | °C       |
| Tiempo             | 240      | min      |

En el proceso de hidrólisis básica se utilizó el método de licor negro, con la ayuda de un vaso de precipitación de 1.000 mL se colocó la fibra y el hidróxido de sodio (NaOH) al 20% en agua destilada, se puso toda la mezcla en un calentador magnético con el objetivo de que la celulosa vaya separándose de la lignina con el paso del tiempo, a este punto se estableció un pH alcalino de 14,8.

**Hidrólisis ácida.** Se realizó una hidrólisis con ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) al 5%V/V en la mezcla de hidróxido de sodio con la fibra acumulada en el proceso de granulometría; este procedimiento se hizo con el fin de disminuir el pH a 5–6, a continuación se procedió a decantar la fibra por 48 horas con las cantidades de los elementos utilizados que se observan en la Tabla 2.

Tabla 2 Parámetros utilizados en la hidrolisis ácida.

| Variable        | Cantidad | Unidad |
|-----------------|----------|--------|
| Ácido sulfúrico | 50       | mL     |
| Agua destilada  | 1.000    | mL     |
| Tiempo          | 48       | horas  |

Después de las 48 horas para la decantación se procedió a centrifugar el licor negro en el equipo marca *Hermel Z400* a 50.00 revoluciones por 30 minutos, y cuando toda la muestra se centrifugó se puso en una estufa marca *Mermmet* a 80°C hasta peso constante.

**Porcentaje de la lignina.** Con los procedimientos que se hicieron antes con la hidrólisis básica y acida se procedió a tomar 1 g de la muestra y secar a peso constante sobre un papel filtro, se midió el porcentaje de lignina mediante la norma “*American Standard and Testing Methods, ASTM D110*”.

**Análisis instrumental.** Para la interpretación de la estructura de la muestra extraída de lignina se ha utilizado el Análisis infrarrojo IR y además para estudiar su comportamiento a diversas temperaturas se utilizó el análisis diferencial de barrido DSC. Con estos análisis podemos tener una clara idea de cuál será su comportamiento en la dosificación con el polímero

**Análisis infrarrojo IR.** Para la identificación de la estructura de la lignina obtenida se realizó mediante espectrometría IR; dicha prueba se realizó en un intervalo de longitud desde 4.400 hasta 515 cm<sup>-1</sup>, y en unidades de absorbancia de un espectro M-80 de *Carl*.

**Análisis diferencial de barrido DSC.** Para estudiar el comportamiento de las muestras dosificadas con lignina se procedió a usar un análisis DSC donde las condiciones de dicho análisis se hicieron mediante tres isoterma, con un flujo de 50 mL/min y con calentamiento isotérmico; se realizó un primer calentamiento de -50 a 220°C con una rampa de 10 °C/min después, un enfriamiento de 220 a -50°C con una rampa de 10 °C/min y finalmente un segundo recalentamiento de -50 a 220°C con una rampa de 10 °C/min. El peso de la muestra osciló de 8 a 10 mg.

**Dosificación del PCL con la lignina.** Para este proceso se tomaron aproximadamente 17 gramos de Policaprolactona (PCL), y aparte un vaso de precipitación con agua destilada se colocó en un calentador magnético hasta que el agua alcance la temperatura de 70°C y se le agregó los 17 gramos de PCL en el vaso de agua caliente, observándose que el PCL se forma una masa maleable. Paralelamente se pesó la lignina extraída que se va a adicionar al PCL en porcentajes del 5, 10, y 15% de peso, como se indica en la Tabla 3; para finalmente mezclarse con el PCL maleable. Posteriormente se pesó esta mezcla total en gramos teniendo las muestras definitivas.

Tabla 3. Dosificación de PCL con lignina.

| Cantidad de PCL g | Código | Porcentaje de la lignina | Peso total g | Temperatura del agua |
|-------------------|--------|--------------------------|--------------|----------------------|
| 17.22             | Mo     | 0%                       | —            | 70°C                 |
| 17.22             | M1     | 5%                       | 18,88        | 70°C                 |
| 17.22             | M2     | 10%                      | 19,43        | 70°C                 |
| 17.22             | M3     | 15%                      | 21,5         | 70°C                 |

**Degradación térmica.** El polímero (PCL) dosificado con lignina (Tabla 3), se degradaron por oxidación térmica, estos polímeros se los colocó en una estufa a una temperatura aproximada de 100°C. Las cuales se procedieron a pesar cada semana para determinar la pérdida de peso durante 30 a 45 días. Este método se realizó mediante las normas ASTM D4102 y D4871 las cuales evalúan la degradación térmica.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

**Análisis proximal químico.** En este análisis se aprecia las condiciones iniciales de la fibra con las cuales se realizó la dosificación, estas condiciones son de gran utilidad para determinar el comportamiento de la lignina extraída frente a la matriz polimérica

**Porcentaje de humedad.** En la Tabla 4 se puede apreciar la humedad de la fibra con la cual se va a trabajar

Tabla 4. Porcentaje de humedad de la fibra tratada.

| Peso del recipiente g | Peso de la muestra g | Peso de la muestra seca g | %H   |
|-----------------------|----------------------|---------------------------|------|
| 29,92                 | 1                    | 0,91                      | 9,89 |

**Extraíbles en disolvente orgánico, agua caliente y materia volátil.** De acuerdo a la prueba realizada se determinó que el porcentaje de extraíbles en disolvente orgánico es de 5,8%, también la misma fibra tratada posee un porcentaje de 6,25% de solventes en agua caliente y un porcentaje de materia volátil de 1,18%, esto se aprecia en la Tabla 5.

Tabla 5 Porcentajes en disolvente orgánico, agua caliente y material volátil.

| Peso inicial g | Peso final g | métodos             | Porcentaje % |
|----------------|--------------|---------------------|--------------|
| 5              | 4,71         | Disolvente orgánico | 5,8          |
| 4              | 3,75         | agua caliente       | 6,25         |
| 48,02          | 48,59        | materia volátil     | 1,18         |

**Cenizas totales.** En este procedimiento se obtuvo un porcentaje de cenizas en la fibra del banano tratada del 20,1%, los cuales se puede aludir la presencia de metales pesados y se muestra en la Tabla 6.

Tabla 6. Porcentaje de ceniza en la fibra tratada.

| Peso con la muestra (g) | Peso crisol (g) | Peso cenizas (g) | %    |
|-------------------------|-----------------|------------------|------|
| 70,01                   | 67,01           | 67,63            | 20,1 |

**Análisis granulométrico.** Se realizaron tres pruebas de granulometría con el objetivo de obtener un valor representativo de las mismas. Esto se puede observar en la Tabla 7.

Tabla 7. Análisis granulométrico.

| Tamices | Número de tamiz | Abertura          | Prueba 1 g | Prueba 2 g | Prueba 3 g | Promedio |
|---------|-----------------|-------------------|------------|------------|------------|----------|
| 1       | 8               | 2,6 mm            | 3,22       | 1,92       | 2,64       | 2,6      |
| 2       | 10              | 2 mm              | 1,61       | 2,56       | 3,38       | 2,51     |
| 3       | 14              | 1,4 mm            | 2,35       | 3,76       | 2,84       | 2,98     |
| 4       | 16              | 1,18 mm           | 0,73       | 3,34       | 0,84       | 1,64     |
| 5       | 18              | 1 mm              | 2,42       | 3,17       | 1,02       | 2,2      |
| 6       | 20              | 850 $\mu\text{m}$ | 5,47       | 10,3       | 7,7        | 7,82     |
| 7       | 25              | 710 $\mu\text{m}$ | 4,94       | 4.6        | 8,66       | 6,07     |
| 8       | 30              | 600 $\mu\text{m}$ | 2,69       | 11.83      | 3,68       | 6,07     |
| 9       | 35              | 500 $\mu\text{m}$ | 8,47       | 6.3        | 4,75       | 6,51     |
| 10      | 40              | 425 $\mu\text{m}$ | 10,74      | 5.08       | 5,58       | 7,13     |
| 11      | 45              | 355 $\mu\text{m}$ | 2,76       | 8.53       | 4,77       | 5,35     |
| 12      | 50              | 300 $\mu\text{m}$ | 1,69       | 7.03       | 13,2       | 7,31     |
| 13      | 60              | 250 $\mu\text{m}$ | 3,72       | 4,41       | 4,02       | 4,05     |
| 14      | 70              | 212 $\mu\text{m}$ | 10,97      | 4          | 2          | 5,66     |
| 15      | 100             | 150 $\mu\text{m}$ | 16,87      | 8,83       | 10,08      | 11,93    |
| 16      | 120             | 125 $\mu\text{m}$ | 5,12       | 1,36       | 1,89       | 2,79     |
| 17      | 140             | 106 $\mu\text{m}$ | 3,28       | 3,53       | 8,51       | 5,11     |
| 18      | 170             | 90 $\mu\text{m}$  | 0,68       | 5,25       | 5,45       | 3,79     |
| 19      | 200             | 75 $\mu\text{m}$  | 6,07       | 0,92       | 2,34       | 3,11     |
| 20      | 230             | 63 $\mu\text{m}$  | 1,72       | 1,82       | 3          | 2,18     |
| 21      | 270             | 53 $\mu\text{m}$  | 0,06       | 0,51       | 1,45       | 0,67     |
| 22      | 325             | 45 $\mu\text{m}$  | 2,3        | 0,31       | 1,25       | 1,29     |
| 23      | 400             | 38 $\mu\text{m}$  | 0,54       | 0,09       | 0,19       | 0,27     |

Con las tres pruebas realizadas se observó que el tamiz que retuvo mayor cantidad de muestras son el número 100 (150  $\mu\text{m}$ ) con una cantidad 11,93 gramos y el número 20 (850  $\mu\text{m}$ ) con una cantidad de 7.82 gramos, y por el contrario los tamices con menor cantidad de muestra fueron el número 400 (38  $\mu\text{m}$ ) con 0,27 gramos y 270 (53  $\mu\text{m}$ ) con 0,67 gramos. En la Figura 2 puede verse la distribución de los pesos obtenidos en la granulometría de la fibra de banano

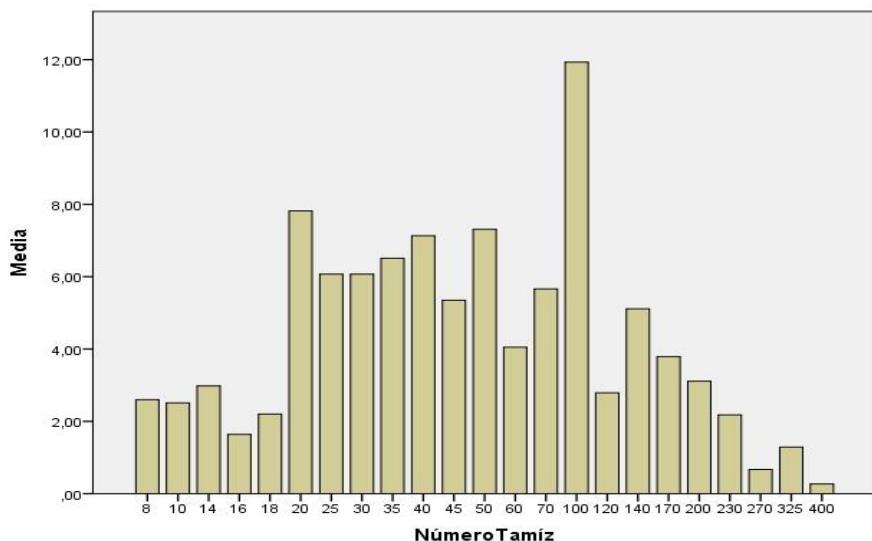


Figura 2. Promedio de las tres pruebas.

**Extracción de la lignina.** Mediante este procedimiento de extracción, se obtuvo un porcentaje 13% de lignina encontrándose dentro de los intervalos de cantidad de lignina en la fibra de banano explicado en la literatura, esto podemos evidenciar en la tabla 8. Por lo cual podemos decir que el procedimiento ha sido efectivo y esto se lo puedo comprobar el próximo análisis IR.

Tabla 8. Porcentaje de lignina en la fibra de banano.

| Peso de la muestra y papel filtro (g) | Peso papel filtro (g) | Peso fibra (g) | Porcentaje |
|---------------------------------------|-----------------------|----------------|------------|
| 0,63                                  | 0,50                  | 1              | 13         |

**Análisis IR de la lignina.** En la Figura 3 presenta una de las bandas más características de este espectro y es la banda que hay a los  $3.400\text{ cm}^{-1}$  la cual tiene una alta intensidad y se les atribuye a los grupos OH de la lignina; A  $2.083\text{ cm}^{-1}$  se encuentra la banda de  $\text{C} \equiv \text{C}$  que en su mayoría pertenecen al grupo de los alquinos. La banda que aparece a  $1.635\text{ cm}^{-1}$  se trata de una estructura fenólica dominante en las fracciones monoméricas de la lignina. Las bandas ubicadas en la región entre los  $1.000$  y  $1.200\text{ cm}^{-1}$  corresponden a los enlaces C–O de los alcoholes y de C–O–H de los éteres.

Como se puede observar tanto en la Figura 3 como en la Figura 4, las curvas son parecidas, además en la Figura 4 el pico más representativo está a los  $3.432\text{ cm}^{-1}$  y representa las tensiones O–H perteneciente a los alcoholes, siguiéndole el pico  $1.617\text{ cm}^{-1}$  se encuentra la banda de grupos carbonilos, y el ultimo pico más importante es  $1.119\text{ cm}^{-1}$  el cual pertenece al grupo de haluros de alquilo y aminas. Constatando así que si se tiene la estructura de la lignina en la fibra del banano que se trató con anterioridad

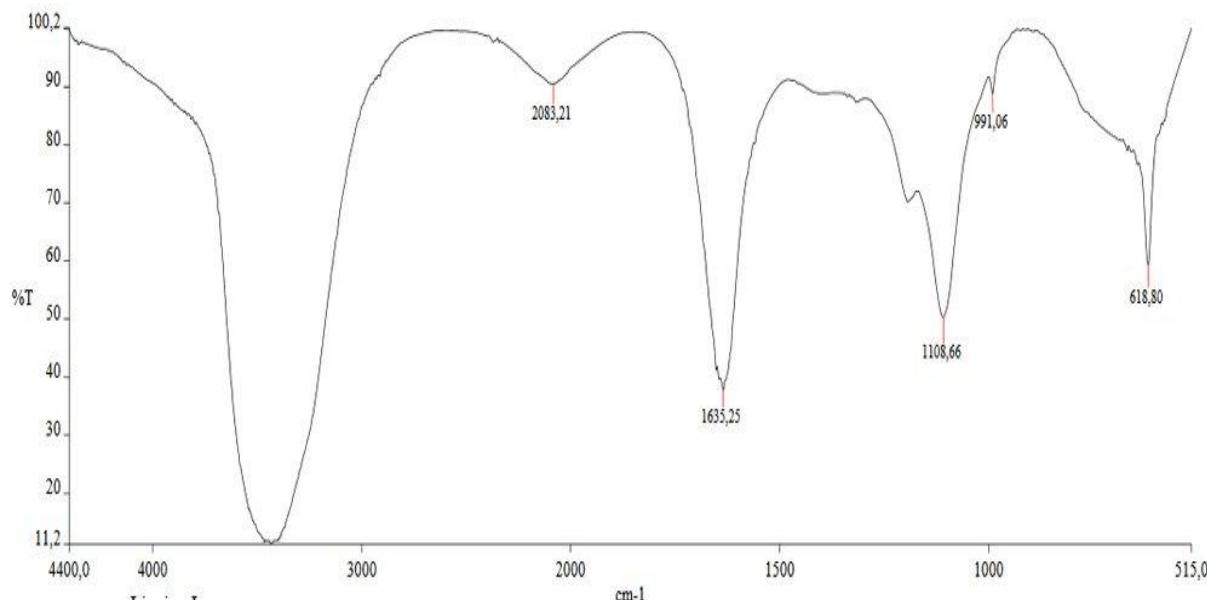


Figura 3. Resultados del Espectro IR de la Lignina experimental.

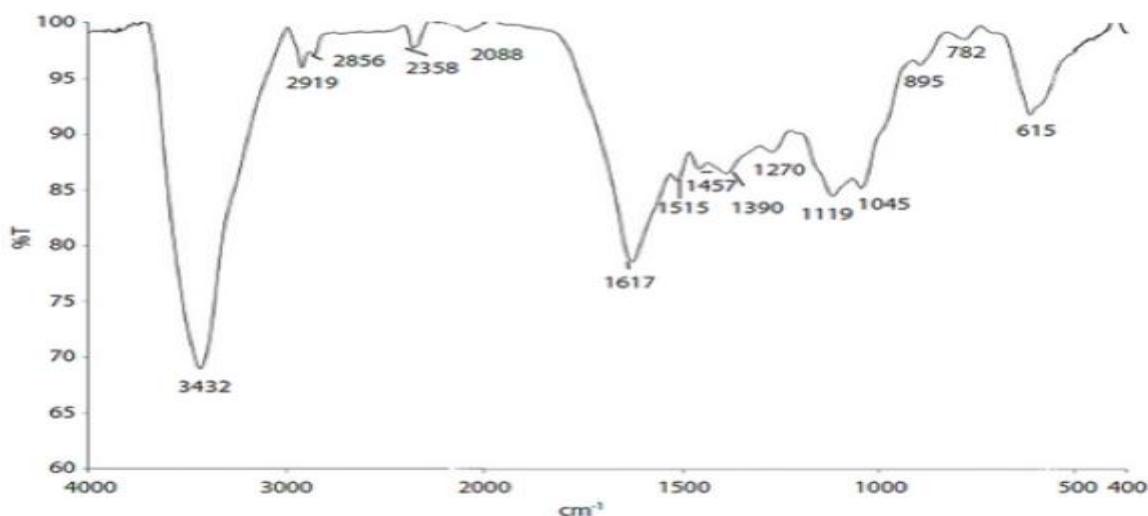


Figura 4. Espectro IR de la extracción de la Lignina utilizando NaOH.

**Análisis DSC de las muestras dosificadas.** En el análisis DSC realizado se puede observar algunas consideraciones, tales como, la reticulación que tienen los biopolímeros, la temperatura de transición vítreo, la temperatura de reticulación además su pico máximo de reticulación. Este análisis fue muy importante realizarlo porque se puede observar el comportamiento de las muestras en función de diversas temperaturas. A continuación, en la Tabla 9, se presenta un resumen de los diferentes análisis DSC realizados a las muestras dosificadas con lignina y PCL en diferentes porcentajes, así como los análisis DSC en las Figuras 5, 6, y 7.

Tabla 9. Análisis DSC de las mezclas de PCL con lignina a diversos porcentajes.

| Muestra | $T_{f1}$<br>°C | $\Delta H_1$<br>J/g | Porcentaje<br>reticulación | Pico<br>reticulación<br>°C | $T_{c2}$<br>°C | $T_{f2}$<br>°C | $\Delta H_2$<br>J/g |
|---------|----------------|---------------------|----------------------------|----------------------------|----------------|----------------|---------------------|
| M1      | 21,5           | 642                 | 69                         | 63,06                      | 35,6           | 56,6           | 581                 |
| M2      | 19,7           | 788                 | 71                         | 63                         | 35,7           | 57,1           | 641                 |
| M3      | 18             | 775                 | 73                         | 63,9                       | 35,7           | 56,8           | 600                 |

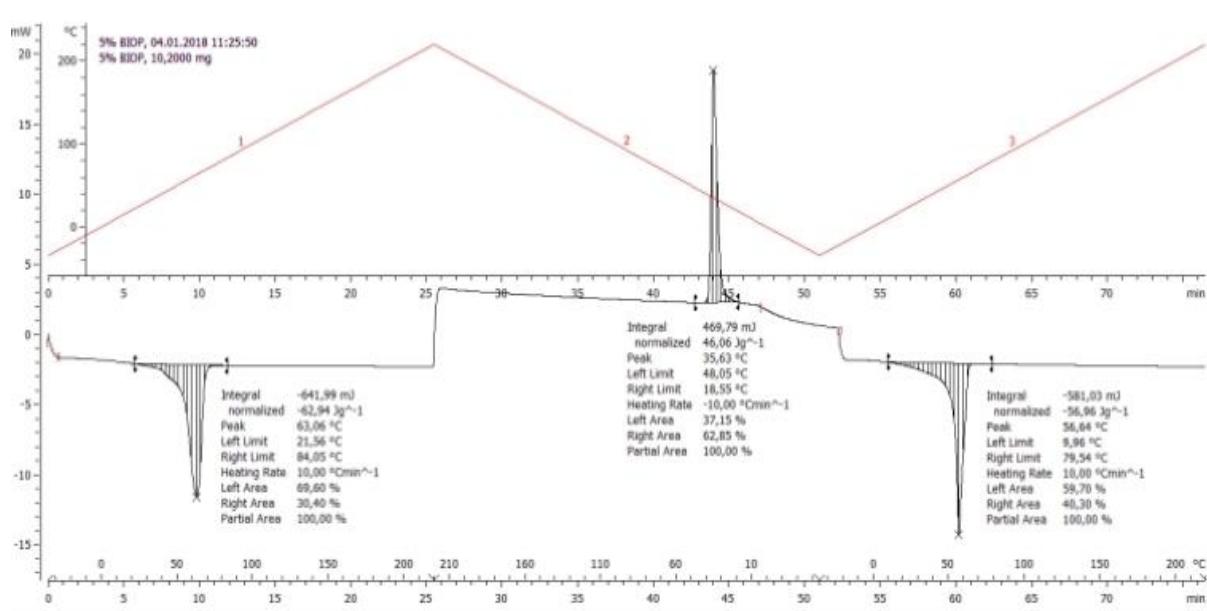


Figura 5. DSC de PCL dosificado con el 5% de lignina.

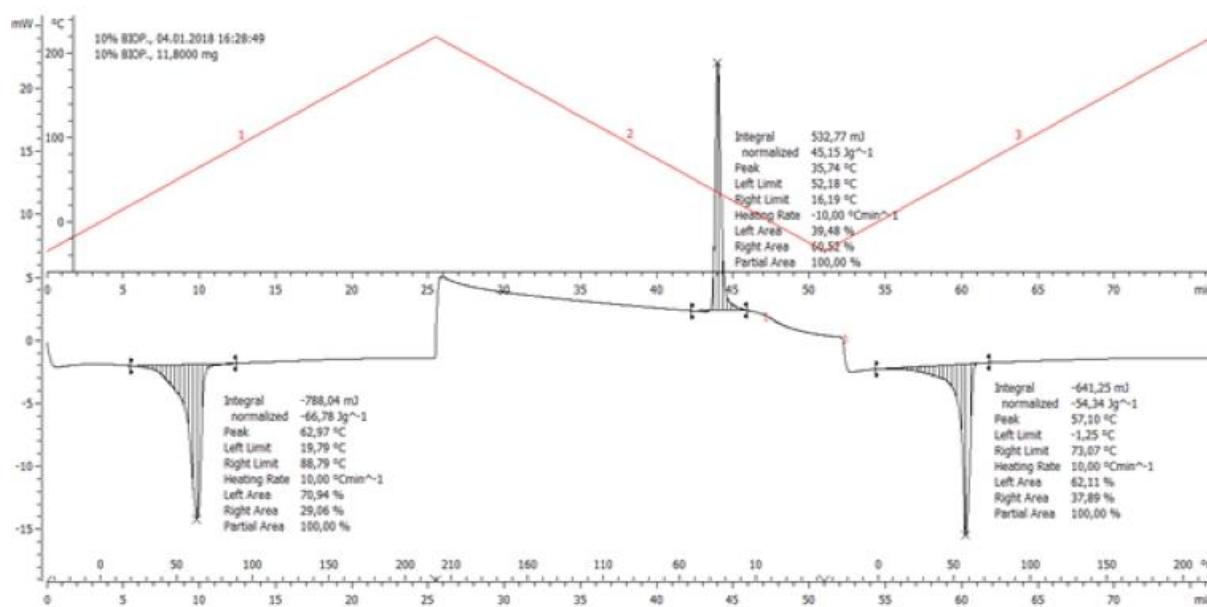


Figura 6. DSC de PCL dosificado con el 10% de lignina.

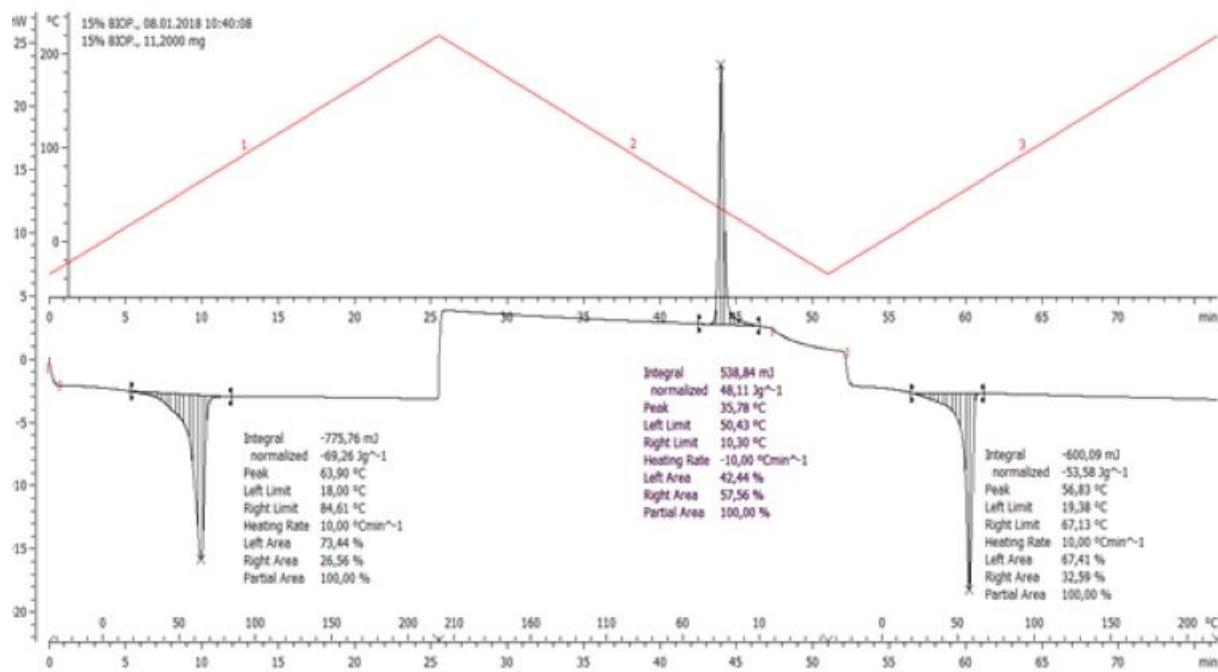


Figura 7. DSC de PCL dosificado con el 15% de lignina.

En la Tabla 9 se observa algunas características de la mezcla del PCL realizadas con lignina a distintos porcentajes; los cuales se puede rescatar las más importantes. Podemos apreciar que no hay una variación significativa en la temperatura de fusión (63°C) en comparación con la descrita en la literatura, que el PCL puro tiene un punto de fusión de alrededor de 60°C y, por lo que, el polímero continúa siendo semicristalino. Adicional a esto podemos apreciar que la reticulación aumenta conforme aumenta la dosificación de lignina a la matriz polimérica y esto se debe a que la lignina actúa como aditivo, originando un proceso de adición a la matriz polimérica PCL.

**Análisis de la degradación térmica.** A continuación, se presenta la distribución de pesos en el proceso de degradación térmica realizada a las muestras de PCL dosificadas con lignina.

Tabla 10. Degradación del PCL dosificado con lignina en diferentes proporciones.

|                 | <i>Porcentaje de dosificación</i> | <i>Tiempo de degradación en semanas (g)</i> |                      |                      |                      |                      | <i>Porcentaje de degradación</i> |
|-----------------|-----------------------------------|---|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------------------|
|                 |                                   | <i>1<sup>a</sup></i>                        | <i>2<sup>a</sup></i> | <i>3<sup>a</sup></i> | <i>4<sup>a</sup></i> | <i>5<sup>a</sup></i> |                                  |
| PCL sin lignina |                                   | 17,22                                       | 13,54                | 13,54                | 12,54                | 12,35                | 28,2%                            |
| PCL con lignina | 5%                                | 18,18                                       | 15,45                | 15,45                | 15                   | 12,3                 | 32,3 %                           |
|                 | 10%                               | 19,43                                       | 18,3                 | 18,3                 | 17,04                | 15,87                | 18,3 %                           |
|                 | 15%                               | 21,5  | 17,48                | 17,48                | 17,24                | 18,14                | 15,6 %                           |

En la Tabla 10 muestra expresa la degradación realizada a las muestras del PCL dosificado con lignina, donde podemos analizar o tener algunas conclusiones respecto a esta a esto. La degradación del material contenido en un 5% de lignina existe una diferencia del 4% con respecto al material sin dosificar, esta diferencia se puede alegar a que el aporte de la lignina en la dosificación es beneficioso, sin embargo, al aumentar la cantidad de lignina en la muestra el porcentaje de degradación disminuye lo que indica que a mayor cantidad de lignina en la muestra disminuye la degradación del polímero dosificado.

## CONCLUSIONES.

Al realizar el estudio de la dosificación del polímero policaprolactona, podemos apreciar en una primera instancia, que la adición de la lignina a la matriz polimérica contribuye a la reticulación de la misma, lo cual se puede observar en los datos obtenidos en el análisis DSC que oscilan desde 642 hasta  $775 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}$ , siendo estos valores beneficiosos para las pruebas dinámicas mecánicas necesarias y además hay que tener en cuenta la granulometría de la misma, ya que se puede generar dos tipos de fenómenos, hinchamiento o adición a la matriz polimérica. Sin embargo y complementario esto, al analizar las pruebas de degradación térmicas se puede concluir que, al aumentar la cantidad de lignina en la matriz polimérica, ésta se ve afecta en su degradación, ya que la cantidad máxima con la que se degrada de la mejor manera es al 5% de lignina teniendo una degradación del 32% y al aumentar la cantidad de lignina en el PCL la degradabilidad disminuye hasta un 15% por lo que se puede concluir que la lignina es un aditivo de poca degradabilidad, pero el polímero resultante puede ser usado en objetos materiales donde exija una alta dureza.

**Agradecimientos.** La presente investigación se realizó con el apoyo del grupo *GIVABI* de la *Universidad Politécnica Salesiana* sede *Cuenca* en el proyecto “*Obtención de polímeros biodegradables*”.

## BIBLIOGRAFÍA

- [1] A.E.B.E “Asociacion de Exportadores de Banano del Ecuador”, 1 2017 2017. [En línea]. Available:<http://www.aebe.com.ec/2017/10/banana-ft-boletin-banano-septiembre-2017/> Último acceso: lunes Septiembre 2017.
- [2] Madriz J “Boletin del Banano”, 17 septiembre 2017. [En línea]. Available: <http://clac-comerciojusto.org/>. Último acceso: 28 noviembre 2017.
- [3] Carchi Maurat DE “Aprovechamiento de los residuos agrícolas provenientes del cultivo de banano para obtener nanocelulosa”. ME Cazar Ramírez (Editor), cuenca, Azuay: Universidad de Cuenca, 2014
- [4] Jiménez E “Datos sobre la produccion de plasticos – Greenpeace”, Rainbow Warrior, 16 septiembre 2017. [En línea]. Available: <http://archivo-es.greenpeace.org/espana/es/Trabajamos-en/Parar-la-contaminacion/Plasticos/index.html>. Último acceso: 15 diciembre 2017.
- [5] Cyras JIMVP “Bio-nanocomposites based on derivatized potato starch and cellulose, preparation and characterization”, *J. Appl. Polym. Sci.*, **48(1)**, 7196 (2013)
- [6] Álvarez-Castillo “Aprovechamiento integral de los materiales lignocelulósicos”, *Rev. Iberoam. Polímeros*, **13(4)**, 140 (2012)

- [7] Mejía R “*Elaboración de tableros aglomerados auto-adheridos a partir de fibra de raquis de palma africana (Elaeis guineensis Jacq)*”. Quito. Escuela Politécnica Nacional, 2012
- [8] INTI (Instituto Nacional de Tecnología Industrial) “*Hacia la producción de plásticos biodegradables*”, 73, 20 Febrero 2009. [En línea]. Available: [www.inti.gob.ar/sabercomo](http://www.inti.gob.ar/sabercomo). Último acceso: 01 septiembre 2017