

BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA



FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

COLEGIO DE INGENIERÍA AMBIENTAL



**PELÍCULAS TERMOPLÁSTICAS DE CELULOSA
RECUPERADA DE RSU: OBTENCIÓN Y
CARACTERIZACIÓN**

**TESIS PARA OBTENER EL GRADO DE:
LICENCIADO EN INGENIERÍA AMBIENTAL**

PRESENTA:

JOSÉ EDUARDO ESCALONA MARTÍNEZ

ASESOR:

M. C. EVA ÁGUILA ALMANZA

Diciembre-2014.



C. JOSÉ EDUARDO ESCALONA MARTÍNEZ
PASANTE
LICENCIATURA EN INGENIERÍA AMBIENTAL
PRESENTE:

Oficio No. FIQ/AC/657/2014
Asunto: PRÓRROGA
Licenciatura: Ingeniería Ambiental
Registro Tema de Tesis Profesional
Fecha: 06 de Junio de 2014

Por medio del presente me permito informarle de la Prórroga de la Aprobación del Registro del Tema de Tesis Profesional de la Licenciatura en Ingeniería Ambiental cuyo Título es el siguiente:

**“PELÍCULAS TERMOPLÁSTICAS DE CELULOSA RECUPERADA DE RSU:
OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN”**

INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO 1	MARCO TEÓRICO
CAPÍTULO 2	METODOLOGÍA
CAPÍTULO 3	RESULTADOS Y DISCUSIÓN

CONCLUSIONES
BIBLIOGRAFÍA

Directora de Tesis: M.C. Eva Águila Almanza

Lo cuál me permito comunicarle para su conocimiento y fines consiguientes aclarando que la vigencia de este tema será **ÚNICAMENTE POR TRES MESES A PARTIR DEL 21 DE MAYO DE 2014 AL 21 DE AGOSTO DE 2014.**



ATENTAMENTE

“Pensar Bien, Para Vivir Mejor”

M.I.C. MA. GPE. TITA VÁZQUEZ E. DE LOS MONTEROS
SECRETARÍA ACADÉMICA

C.c.p. Directora de Tesis: M.C. Eva Águila Almanza
Archivo.



Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

CIUDAD UNIVERSITARIA

LIC. Ma. Cristina Laura Gómez Aguirre.
Directora de la Administración Escolar
De la BUAP.
Presente

ASUNTO:
AUTORIZACIÓN
IMPRESIÓN DE TESIS

Por este conducto me permito presentar a Ud. al C. pasante de la carrera de
Ingeniería Ambiental

José Eduardo Escalona Martínez

Quién presenta como tema de tesis:

**“Películas termoplásticas de celulosa recuperada de RSU:
obtención y caracterización”.**

La cual ha sido debidamente revisada y se autoriza para su impresión correspondiente.

Sin otro particular y para los fines que se estimen conducentes reitero mi distinción.

ATENTAMENTE

“Pensar Bien, para Vivir Mejor”

H. Puebla de Z., a 2 de diciembre de 2014

Director de Tesis

M.C Eva Águila Almanza

Agradecimientos

A mis padres, hermanos y familia por todo el apoyo, el cuidado y los consejos que me han brindado, por toda la confianza que han puesto en mí a lo largo de vida universitaria.

A la M.C Eva Águila Almanza y al Dr. Heriberto Hernández Cocoltzi por toda la paciencia que me ha brindado para la realización de esta tesis, por compartir sus conocimientos y tiempo, por darme la oportunidad de aprender y crecer profesionalmente, pero sobre todo por brindarme su amistad y confianza.

Al comité de revisión y jurado: Dra. Janette Arriola Morales y Dra. Valeria Jordana González Coronel por sus comentarios y observaciones para mejorar este trabajo.

Al centro universitario de vinculación y transferencia de tecnología (CUVYT), especialmente al Dr. Efraín Rubio Rosas, al M.I. Ricardo Agustín Serrano y al Dr. Jenaro Varela Caselis, por todas las asesorías y tiempo brindado para este trabajo.

A mis padrinos José Hernández y Reina García por todo su apoyo, consejos y confianza, por brindarme la oportunidad de realizar una meta más en mi vida.

A la Ing. Eugenia mi amiga, confidente y compañera, por todos las experiencias y momentos vividos.

A mis compañeros de laboratorio Edgar, Rafa, Shirley, Karina y Vicky por hacerme pasar momentos muy agradables y amenos en el laboratorio.

A mis amigos y cómplices universitarios Aurora, Aracely, Nidya, Monce, Iris, Ivonne, Yamile, Anuar, Uriel, Hugo (Doug), Víctor, Jovany, Josue, Mota, Edgar, Daniel, Erik (Choche), por todo lo aprendido y disfrutado.

A la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla por darme el apoyo para lograr una de las metas más importantes en mi vida.



Índice

Introducción	8
Antecedentes	9
1.1.1 Clasificación de los residuos	9
1.1.2 Problemática de los residuos sólidos urbanos	10
1.2 Envases Tetra Pak	12
1.2.2 Composición y propiedades del Tetra Pak	12
1.2.3 Aprovechamiento de los envases Tetra Pak desechados	14
1.2.4 Recuperación de materia prima de los envases Tetra Pak desechados	14
1.3 Celulosa	14
1.3.1 Microfibras de celulosa	16
1.3.2 Aplicación de microfibras de celulosa	16
1.4 Almidón	17
1.4.1 Aplicaciones del almidón	18
1.5 Biopolímeros	18
2 Metodología	19
2.1 Recolección de RSU	20
2.2 Recuperación de fibra de los envases Tetra Pak	21
2.2.1 Acondicionamiento de la materia prima	21
2.2.1 Separación de las capas del Tetra Pak	21
2.2.2 Trituración	22
2.3 Caracterización fisicoquímica de la fibra recuperada	22
2.4 Obtención de microfibras de celulosa	25
2.5 Obtención de películas termoplásticas de celulosa	27
2.6 Caracterización	27
2.6.1 Microscopía electrónica de barrido (MEB) y análisis de dispersión de rayos X (EDS)	27



<u>2.6.2 Espectroscopía de infrarrojo (FTIR)</u>	<u>28</u>
<u>2.6.2 Difracción de rayos X (DRX)</u>	<u>28</u>
<u>Análisis térmico (TGA y DSC).....</u>	<u>29</u>
<u>3 Resultados y discusión</u>	<u>31</u>
<u>3.1 Caracterización fisicoquímica de la fibra recuperada.....</u>	<u>31</u>
<u>3.2 Caracterización por microscopía electrónica de barrido</u>	<u>32</u>
<u>3.3 Caracterización por espectroscopía de energía dispersiva de rayos x (EDS)</u>	<u>40</u>
<u>3.4 Caracterización por Espectroscopía de infrarrojo FT-IR.....</u>	<u>42</u>
<u>3.5 Caracterización por difracción de rayos X.....</u>	<u>46</u>
<u>3.6 Caracterización por análisis termogravimétrico</u>	<u>50</u>
<u>3.7 Caracterización por calorimetría diferencial de barrido (DSC).....</u>	<u>51</u>
<u>Conclusiones</u>	<u>52</u>
<u>Bibliografía.....</u>	<u>53</u>



Introducción

Desde la antigüedad, la humanidad ha tenido que producir bienes y servicios con el propósito de adaptarse a las condiciones de su ambiente; sin embargo ha utilizado una gran cantidad de recursos generando residuos que afectan su entorno y la calidad de vida de la población.

Muchos factores han contribuido a la generación de residuos: el crecimiento industrial, la explosión demográfica y la sobreexplotación de los recursos naturales, entre otros. Así pues, la disposición final de los residuos generados por las actividades del ser humano se ha convertido en un gran reto, teniendo la problemática de que los rellenos sanitarios ya están llegando al límite de su capacidad y dentro de pocos años ya no habrá espacio para contener los residuos sólidos urbanos (RSU). Dentro de los RSU se encuentran los envases Tetra Pak que son los más utilizados en la industria de alimentos. Los materiales que conforman los envases son: aluminio, polietileno y cartón. En el cartón se haya la celulosa, la cual través de un proceso de diferentes operaciones unitarias pude recuperarse con el objetivo de revalorizarla.

La celulosa como polímero ha jugado un papel significativo, dadas sus características de adsorción, ligereza y biodegradabilidad, presentándose de esta manera como un material de elevado potencial tecnológico y científico.

En este trabajo se presenta una metodología sencilla para recuperar fibra de celulosa de envases Tetra Pak a través de un sistema de hidropulpeo simple. La obtención de las microfibras se consiguió bajo condiciones químicas de hidrólisis ácida. Las películas termoplásticas fueron obtenidas mediante tratamiento térmico. Para evaluar la calidad de la fibra recuperada se caracterizó fisicoquímicamente (humedad, cenizas, materia orgánica, pH, composición de agua y densidad) bajo la estricta rigurosidad experimental que marcan las normas oficiales mexicanas [1-5], las microfibras de celulosa y la película termoplástica se caracterizaron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), análisis de dispersión de rayos X (EDS), espectroscopía de infrarrojo (FTIR), difracción de rayos X (DRX) y análisis térmico (TGA y DSC).



1 Antecedentes

1.1 Residuos

De acuerdo con la ley general para la prevención y gestión integral de los residuos (LGPGIR), se define a los residuos como aquellos materiales o productos que se encuentren en estado sólido o semisólido, líquido o gaseoso, cuyo propietario o poseedor desecha y que se contienen en recipientes o depósitos; pueden ser susceptibles de ser valorizados o requieren sujetarse a tratamiento o disposición final conforme a lo dispuesto en la misma ley [6].

1.1.1 Clasificación de los residuos

Los residuos se pueden clasificar en función de sus características y orígenes, para un mejor estudio sean agrupado en tres grandes grupos [7]:

- residuos sólidos urbanos (RSU).
- residuos de manejo especial (RME).
- residuos peligrosos (RP).

Los residuos sólidos urbanos (RSU) se generan en las casas habitación como resultado de la eliminación de los materiales que se utilizan en las actividades domésticas, estos son los productos de consumo y sus envases, embalajes o empaques así como los que provienen también de cualquier otra actividad que se desarrolle dentro de los establecimientos o en la vía pública con características domiciliarias siempre que no sean considerados como residuos de otra índole [8].

Los residuos peligrosos (RP) se definen como aquellos que sustancial o potencialmente ponen en peligro la salud humana o el medio ambiente cuando son manejados en forma inadecuada y poseen una o más características CRETIB: corrosivo, reactivo, explosivo, tóxico, Inflamable y biológico-infeccioso. La Norma Oficial Mexicana NOM-052-SEMARNAT-1993 establece sus características así como un listado de las mismas y los límites que hacen peligroso a un residuo [9].

Los residuos de manejo especial (RME) son aquellos generados en los procesos productivos que no reúnen las características para ser considerados como

peligrosos o como residuos sólidos urbanos. La mayor parte de estos residuos proviene de actividades de construcción y demolición de obras para viviendas, comercios o industrias, así como también de lodos provenientes de plantas de tratamiento de aguas residuales [10].

1.1.2 Problemática de los residuos sólidos urbanos

La generación de RSU se ha incrementado notablemente en los últimos años tan sólo entre 2003 y 2011 creció 25%, como resultado principalmente del crecimiento urbano, el desarrollo industrial, las modificaciones tecnológicas, el gasto de la población y el cambio en los patrones de consumo. Se ha reportado que la generación total de RSU en el país difiere de manera importante a nivel geográfico. Si se considera la regionalización de la secretaría de desarrollo social (SEDESOL) para el análisis de la generación de residuos, en 2011 la región centro contribuyó con el 51% de la generación total en el país, seguida por la región frontera norte (16%) y el Distrito Federal (Figura 1).



Figura1. Distribución de la generación de residuos en el país.

En cuanto a su composición, los RSU también han cambiado de manera importante en las últimas décadas en el país. En general, la composición depende entre otros factores de los patrones de consumo de la población, países con menores ingresos producen menos residuos, dentro de los cuales dominan los de



Capítulo 1

composición orgánica, mientras que en los países con mayores ingresos, los residuos son mayormente inorgánicos a partir de productos manufacturados y con un porcentaje mayor de productos y desechos.

El manejo adecuado de los RSU tiene como objetivo final; además proteger la salud de la población, reduciendo su exposición a lesiones, accidentes, molestias y enfermedades causadas por el contacto con los desperdicios, es evitar el impacto potencial que podrían ocasionar sobre los ecosistemas. Sin embargo, la situación del manejo de estos residuos dista mucho de ser la adecuada a lo largo del país. A la fecha es relativamente común que los residuos se depositen en espacios cercanos a las vías de comunicación o en depresiones naturales del terreno como cañadas, barrancas y cauces de arroyos. En el ciclo de vida de los residuos después de su generación existen diversas etapas importantes para su manejo entre las que destacan su recolección, reciclaje y disposición final [11].

Por otro lado, si se considera el volumen reciclado de cada tipo de RSU con respecto a su volumen producido, los sólidos que más se reciclaron en 2011 fueron los metales (60% del total de metales generados), el vidrio (25%) y el papel (15%). De los plásticos y textiles sólo se recicla alrededor del 0.5% de cada uno de ellos como puede verse en la Figura 2. Las cantidades indicadas como volumen reciclado corresponden a los materiales recuperados en los sitios de disposición final.

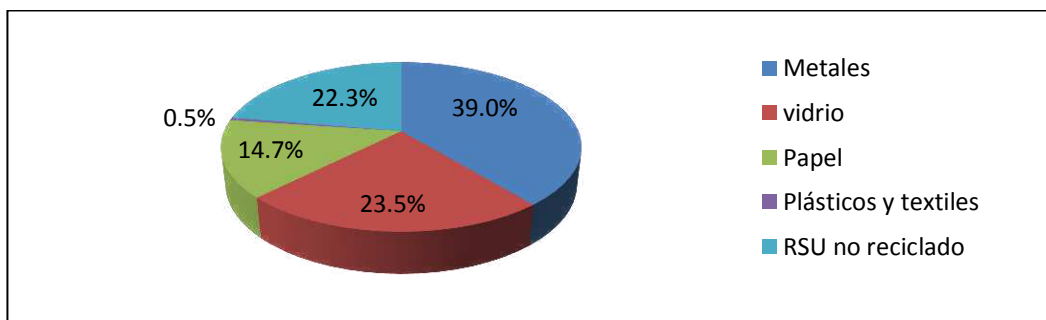


Figura 2. Composición de los RSU reciclados en 2011 [12].

Es importante la separación de los residuos sólidos urbanos desde su origen porque facilita la valorización y rehúso de estos materiales, por lo que disminuye el consumo de recursos naturales involucrados en su producción y alarga la vida



útil de los sitios de disposición final. Sin embargo, a nivel nacional solamente el 11% de los residuos recolectados son separados o segregados desde la fuente generadora, mientras que en Puebla este porcentaje es de 0.4% [13]. Se ha reportado que alrededor de un tercio de los RSU lo constituyen el papel, cajas, embalajes y envases Tetra Pak [14]. Por otro lado, se ha reportado que la composición en peso de un envase Tetra Pak es de 20.2 g en papel (celulosa), 5.6 g en plástico de polietileno (PE), 1.4 g de aluminio y 0.1 g de tinta. Sin embargo, todos estos materiales de altísima calidad pueden nuevamente incorporarse al ciclo productivo evitando así un incremento en el impacto ambiental [15]. Sólo con la recuperación de celulosa se recicla un 80% en peso del envase.

1.2 Envases Tetra Pak

La comercialización de los envases multicapa inicia en 1963, es importante mencionar que los envases Tetra Pak pertenece a este grupo [16]. Tetra pack es una multinacional perteneciente al grupo tetra Laval (Tetra Pak Internacional), la cual fue fundada por Ruben Rausing inicialmente en Suecia, hacia la década del 50 con el desarrollo de un innovador sistema de envasado para la leche líquida. Rausing asoció dos procesos: el sistema de tratamiento térmico UHT (ultra high temperature) y el sistema de envasado aséptico. Al pasar los años se ha convertido en uno de los principales proveedores del mundo de sistemas de envasado de leche, jugos de frutas y bebidas, entre otros productos [17].

1.2.2 Composición y propiedades del Tetra Pak

Este tipo de recipientes están conformados por una lámina de cartón, otra de aluminio y otra de plástico. Las características de los envases son tan numerosas como diferentes, son ligeros y por consiguiente manejables, así como fáciles de transportar, además de su facilidad abrir y cerrar de nuevo fácilmente sin necesidad de utensilios. Por lo anterior, este tipo de envases ofrece grandes ventajas para la industria como lo es su capacidad de conservación de los



Capítulo 1

alimentos en condiciones óptimas. El Tetra Pak (Figura 3) está compuesto principalmente por los siguientes elementos [18]:

- A. En un 75% de papel dúplex de 239 g/m² que contiene 2/3 de papel sin blanquear y 1/3 de papel con blanqueo libre de cloro elemental.
- B. Otro elemento importante en la composición del envase de Tetra Pak es el aluminio, que representa un 5% del peso del envase, y que evita por sus especiales características que la luz y el oxígeno lleguen hasta el líquido y puedan dañarlo, conservándose éste sin necesidad de refrigeración.
- C. El tercer componente que se encuentra entre estos dos elementos, en el exterior y en contacto directo con el líquido, es el plástico (polietileno) que representa un 20% del peso total del envase.

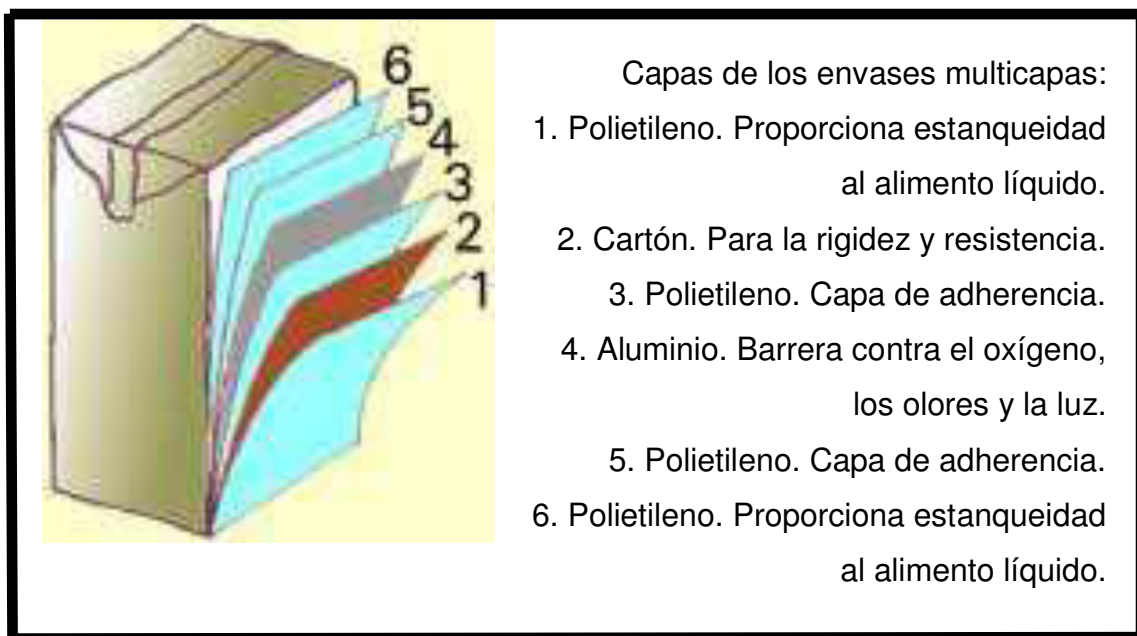


Figura 3. Distribución de los componentes en un envase Tetra Pak.

1.2.3 Aprovechamiento de los envases Tetra Pak desechados

Los residuos de Tetra Pak generados son de gran relevancia para el aprovechamiento de los materiales que lo componen ya que permitiría revalorizar



dichos componentes además de disminuir el impacto ambiental. Se ha reportado el aprovechamiento de estos residuos para la obtención de materiales y su posterior uso en la elaboración productos. Los dos procesos que se emplean para la separación y recuperación de los componentes de un envase Tetra PaK son:

- Hidropulpeo o extracción de pulpa de papel para la producción de papeles y cartones.
- Termo compresión para producción de maderas sintéticas y tejas termo acústicas.

1.2.4 Recuperación de materia prima de los envases Tetra Pak desechados

Un componente importante del Tetra Pak es la capa de cartón en la cual se haya la celulosa que a través de un proceso de diferentes operaciones unitarias se puede recuperar con el objetivo de revalorizar la biomasa contenida en esta.

Actualmente, los usos de materiales lignocelulósicos aprovechando su alto contenido de celulosa han cubierto básicamente los siguientes aspectos: la generación de biomateriales compuestos [19,20], materiales novedosos en base a celulosa [21–23], la generación de bioetanol [24] y la obtención de *whiskeres* de celulosa [25].

1.3 Celulosa

La celulosa se encuentra presente en la mayoría de los vegetales, en materiales como la madera, semillas y residuos agroindustriales [26]. La celulosa, es un polímero natural que consta de unidades de D-glucosa enlazadas por uniones β -1,4-D-glucosídicas (Figura 4).

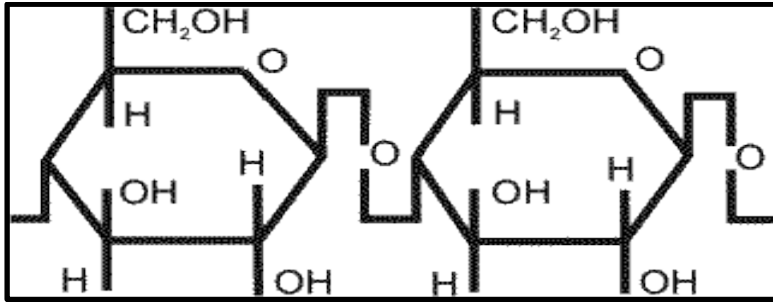


Figura 4. Estructura química de la celulosa: poli $[\beta\text{-(1-4)-D-glucopiranos}]$.

La celulosa es el polisacárido más abundantes en la tierra que se caracteriza por su gran disponibilidad y por ser una fuente de energía renovable. No obstante, su uso en diferentes campos está restringido por limitaciones derivadas de su estructura. Dado que el punto de fusión de la celulosa es superior a su temperatura de degradación, su disolución es la única vía para la fabricación de materiales utilizables. Este polisacárido lineal presenta un ordenamiento en el que sus grupos hidroxilos generan fuertes uniones intermoleculares, los cuales dan origen a arreglos cristalinos [27].

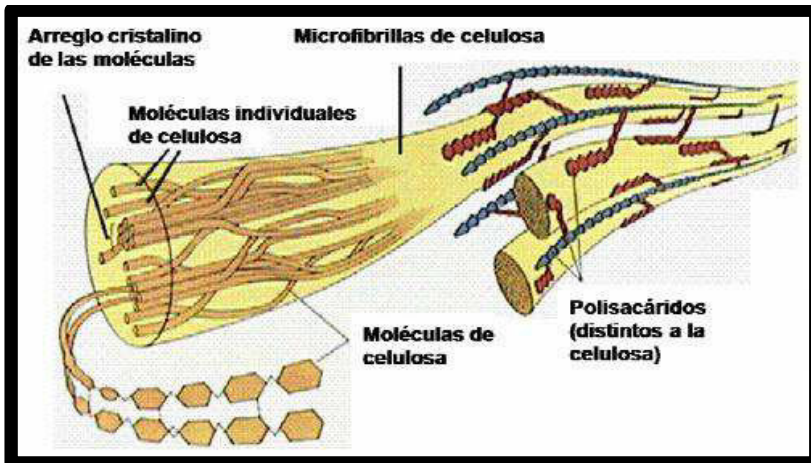


Figura 5. Microfibrillas de celulosa [28].

Por lo anterior, las fibras de celulosa son extremadamente resistentes a esfuerzos de tracción, debido a que sus cadenas paralelas se alinean sobre un eje longitudinal y establecen un gran número de puentes de hidrógeno intermoleculares, que dan origen a microfibras (rodeadas de ligninas y



hemicelulosas) altamente estructuradas (Figura 5). A pesar de tener muchos grupos hidroxilo libres, la celulosa es poco soluble en agua y prácticamente insoluble en la mayoría de los disolventes polares debido a que estos grupos no se hidratan por estar actuando entre sí [29].

1.3.1 Microfibras de celulosa

En relación a la microestructura, las fibras naturales están formadas por microfibras de celulosa embebidas en una matriz de lignina (amorfa) y hemicelulosa (semicristalina). A su vez, las microfibrillas de celulosa se encuentran fuertemente unidas entre sí por puentes de hidrógeno, por lignina y la presencia de pectina. Estas microfibrillas de celulosa están formadas por regiones de celulosa amorfa y cristalina [30, 31]. Ellas son las principales responsables de las propiedades mecánicas de las fibras naturales. Los dominios cristalinos de las microfibras de celulosa presentan excelentes propiedades mecánicas [32].

1.3.2 Aplicación de microfibras de celulosa

En la actualidad hay un gran número de usos potenciales para las microfibras de celulosa en diferentes industrias. Ello ha despertado un gran interés entre diversos grupos de investigación. En este aspecto, la recuperación de celulosa a partir de RSU se ha vuelto realmente significativa. Usualmente esto se consigue por medio de tratamientos químicos de diversos tipos que involucran álcalis y/o bisulfitos para separar la lignina y extraer la hemicelulosa. Cada método presenta ventajas y desventajas respecto de la cantidad, pureza y propiedades de la celulosa obtenida. El tratamiento utilizado está íntimamente ligado al proceso de generación del tamaño de partícula, las propiedades de las estructuras y los materiales presentan características muy diferentes de las que se encuentran normalmente, lo que la ha llevado a una muy rápida aplicación industrial [33].



Capítulo 1

1.4 Almidón

El almidón es un polímero biodegradable y abundante en la naturaleza; está constituido esencialmente por una mezcla de polisacáridos conformada por amilosa, amilopectina y una fracción minoritaria (de 1% a 2%) de conformación no glucosídica. La mayoría de los almidones en su estructura glucosídica está conformada por 20% de amilosa y el restante 80% de amilopectina [34].

La amilosa es esencialmente un polímero en el cual las unidades de anhídrido glucosas están presentes y unidas en mayor parte por enlaces glucosídicos $\alpha(1-4)$ y un leve grado de ramificación en enlaces $\alpha(1-6)$ como se observa en la Figura 6 [35].

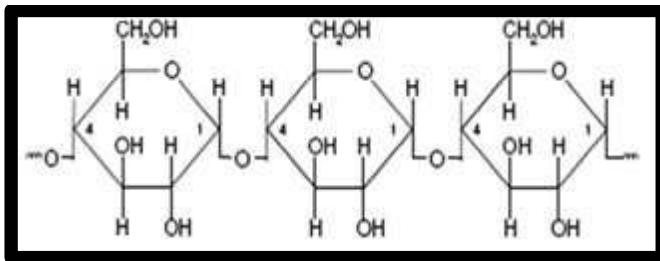


Figura 6. Estructura de la amilosa.

Amilopectina es más grandes que la amilosa y contienen enlaces glucosídicos $\alpha(1-4)$ y $\alpha(1-6)$ y ramificaciones que dan a su forma molecular semejanza a un árbol Figura 7 [36].

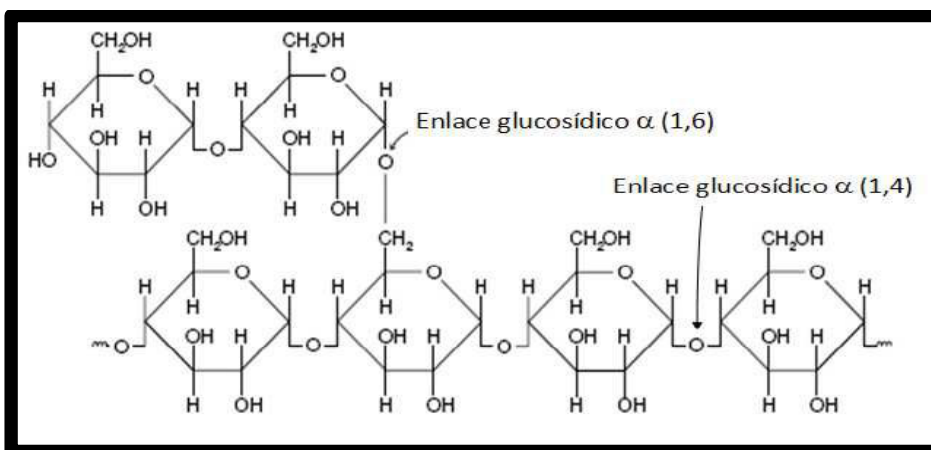


Figura 7. Estructura de la amilopectina.



1.4.1 Aplicaciones del almidón

El almidón se emplea en la industria principalmente en la fabricación de papel, en la preparación de aglutinantes, en la industria textil (engomado de telas de algodón), en la industria de alimentos preparados, en la industria farmacéutica y en la elaboración de materiales termoplásticos [37].

1.5 Biopolímeros

Los biopolímeros son materiales polímeros biodegradables presentes en la naturaleza, tales como el almidón y la celulosa [38]. Estos materiales se emplean para la elaboración de biomateriales ya sea como matriz o cargas biodegradables [39, 40]. Usualmente se definen como biofibras, las cuales pueden ser microfibras de celulosa que son de gran interés debido a que provienen de distintas fuentes, tienen bajo peso, gravedad específica baja, no son abrasivos para los equipos de procesado, entre otras cualidades [41].

Las microfibras de celulosa han sido ampliamente usadas como cargas biodegradables debido que no dañan el medio ambiente y a que poseen ventajas tecno-económicas. Su principal uso en la industria automotriz se generó a partir de que fue considerada una alternativa de reemplazo de la fibra de vidrio [42].

Por otro lado, el interés por obtener biomateriales basados en celulosa, se debe a la compatibilidad del contenido del material lignocelulósico con diferentes matrices para lo cual se utilizan diversos métodos de modificación superficial y estructural. Estos métodos incluyen tratamientos alcalinos [43, 44] y ácidos [45- 48]; así como también el uso de materiales lignocelulósicos sin tratamiento químico [49]. Todos estas modificaciones superficiales tienen como objetivo final mejorar las propiedades del material a desarrollar [50-53].



2 Metodología

En la Figura 8 se resume el desarrollo experimental que se siguió en el presente trabajo de tesis.

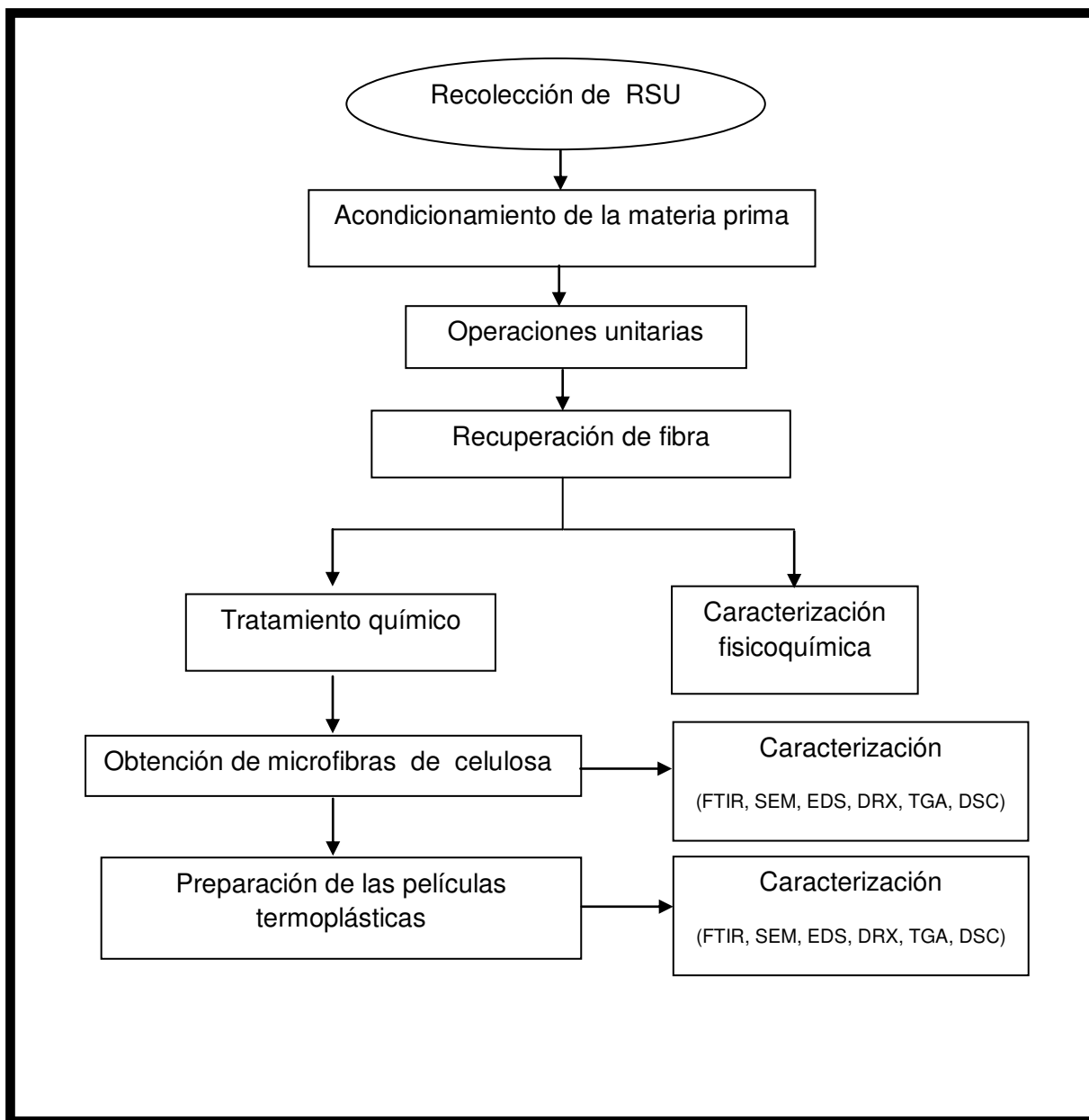


Figura 8. Metodología.

2.1 Recolección de RSU

La recolección de los envases de Tetra Pak se llevó a cabo en casas habitación con la petición de separarlos de los residuos sólidos para evitar la contaminación de los envases y así tener las condiciones óptimas para la extracción de la fibra contenida. Los envases empleados se muestran en la Figura 9.



Figura 9. Envases Tetra Pak separados.

Para la recuperación de la fibra se utilizaron seis tipos de envases de distinta marca, en la Tabla 1 se presentan los envases.

Tabla 1. Envases utilizados.

Marca	Contenido	Tipo de envase
Nutri leche	Leche	Tetra Pak
Mi leche	Leche	Tetra Pak
Aspen	Leche	Tetra Pak
Alpura	Leche	Tetra Pak
Jumex	Jugo	Tetra Pak
Tamariz	Leche	Tetra Pak



2.2 Recuperación de fibra de los envases Tetra Pak

2.2.1 Acondicionamiento de la materia prima

Esta etapa consiste en cortar en dos partes iguales cada envase para un mejor manejo, ya separados se lavan con agua potable para eliminar residuos del alimento envasado en él (Figura 10).



Figura 10. Acondicionamiento de los envases.

2.2.1 Separación de las capas del Tetra Pak

Las láminas de los envases se sumergen en un recipiente con agua potable con la finalidad de lograr la separación de cada una de las capas, de esta manera se recupera la fibra contenida en la capa de cartón (Figura 11).



Figura 11. Separación de la capa de cartón.



2.2.2 Trituración

Esta operación consiste en reducir el tamaño de las láminas de cartón separadas del envase Tetra Pak, para lo cual se emplea una licuadora de uso común dotada de cuchillas rotativas de corte y de esta manera obtener fibras de celulosa (Figura 12).

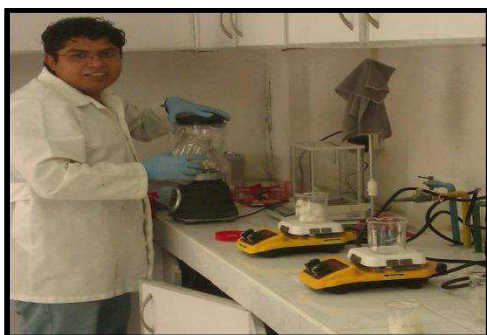


Figura 12. Obtención de fibras de celulosa.

2.3 Caracterización fisicoquímica de la fibra recuperada

La fibra de celulosa recuperada se caracterizó utilizando la normativa mexicana, con la cual se obtuvo información característica del material. Los parámetros evaluados fueron:

- **Determinación humedad:** El porcentaje de humedad que se calculó mediante la metodología de NMX-AA-016-1984 [1]. Esta norma mexicana establece el método para la determinación del porcentaje de humedad contenido en los residuos sólidos municipales; se basa en la cuantificación de pérdida de peso que sufre la muestra cuando se somete a las condiciones de tiempo y temperatura que se establecen en esta norma, empleando la ecuación 1:

$$H = \frac{G-G1}{G} \quad (1)$$

En donde:

H: Humedad en porcentaje.

G: Peso de la muestra humedad en gramos.



G1: Peso de la muestra seca en gramos.

- **Determinación cenizas:** El porcentaje de ceniza se determinó mediante la metodología de la norma NMX-F-066-S-1978 [2], se basa en la cuantificación de la pérdida de peso al someter a una temperatura de 800 °C como establece la norma y empleando la ecuación 2:

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{(P-p) \times 100}{M} \quad (2)$$

En donde:

P: Masa del crisol con las cenizas en gramos.

P: Masa de crisol vacío en gramos.

M: Masa de la muestra en gramos.

- **Determinación de pH:** Se determinó de acuerdo a la norma NMX-AA-25-1984 [3]. Esta norma establece el método para la determinación del pH; se basa en la cuantificación de la actividad de los iones hidrógeno presentes en una solución acuosa de residuos sólidos al 10% mediante el uso de un potenciómetro.
- **Determinación de materia orgánica:** Se determinó de acuerdo a la norma NMX-AA-021-1985 [4]. Esta norma establece método para la determinación de materia orgánica en los residuos sólidos municipales. Se calculó el porcentaje de materia orgánica se calcula con la ecuación 3:

$$\% \text{ Materia orgánica} = \frac{(V1N1-VNF)K}{P} \quad (3)$$

En donde:

V1: Volumen de solución de dicromato de potasio empleado en la muestra en cm³.

N1: Normalidad de la solución de dicromato de potasio.

V: Volumen de solución del sulfato ferroso gastado en la titulación de la muestra en cm³.

N: Concentración (Normal) de la de la solución de sulfato ferroso.



P: Peso de la muestra en g.

$K = 0.69 = 0.003 \cdot 1.72 \times 100$; en donde: 0.74.

- 0.003 = Miliequivalente del carbono.
- 0.74 = Factor de recuperación.
- 1.72 = Factor para convertir el % de carbono en % de materia orgánica.

F: Factor de corrección y se obtiene por la ecuación 4:

$$F = \frac{V_o N_1}{V_{BN}} \quad (4)$$

En donde

Vo: Volumen de solución de dicromato de potasio empleado en el blanco en cm^3 .

VB: Volumen de sulfato ferroso gastado en la titulación del blanco en cm^3 .

- **Determinación de agua:** La determinación en la fibra recuperada se realizó mediante análisis gravimétrico [1]. El porcentaje de agua no esencial corresponde a la pérdida de peso de la muestra secada a 30 °C, para lo cual se emplea la ecuación 5:

$$ANE = \frac{G - G_1}{G} \times 100 \quad (5)$$

En donde:

ANE: Agua no esencial.

G: Peso de la muestra humedad en g.

G1: Peso de la muestra seca en g.

El porcentaje de agua de agua ocluida se basa en la pérdida de peso al someter a un secado a una temperatura a 100 °C, empleando la ecuación 5:

$$AO = \frac{G - G_1}{G} \times 100 \quad (6)$$

En donde:

AO: Agua ocluida.

G: Peso de la muestra humedad en g.



G1: Peso de la muestra seca en g.

El porcentaje de agua incluida se basa en la pérdida de peso al someter a un secado a una temperatura 110 °C, empleando la ecuación 7:

$$AH = \frac{G-G1}{G} \times 100 \quad (7)$$

En donde:

AH: Agua higroscópica.

G: Peso de la muestra humedad en g

G1: Peso de la muestra seca en g

- **Determinación de densidad:** Se determinó mediante la norma NMX-AA-016-1984 [5], que establece el método para la determinación del peso volumétrico de los residuos sólidos municipales usando la ecuación 8.

$$D = \frac{p}{V} \quad (8)$$

D: densidad del residuo sólido en Kg/m³.

P: peso de los residuos sólidos (peso bruto menor tara) en kg.

V: volumen del recipiente en m³.

2.4 Obtención de microfibras de celulosa

Se obtuvieron microfibras de celulosa mediante un proceso de hidrólisis ácida a partir de la celulosa recuperada de envases Tetra Pak. Este proceso está condicionado principalmente por dos variables: la concentración del ácido y la temperatura de reacción, por tal motivo se realizaron experimentos para determinar la temperatura óptima tomando como referencia los resultados reportados por J. Morán y colaboradores [54]. Los experimentos que se realizaron con una temperatura de trabajo de 60-90°C en intervalos de 10°C y la reacción de hidrólisis variando la concentración de 55-70 % P/P en intervalos de 5% P/P. En la Tabla 2 se presentan las condiciones de los experimentos realizados.



Tabla 2. Condiciones de hidrólisis.

Muestra	Concentración de ácido (% P/P)	Temperatura 1 de hidrólisis (°C) (tiempo : 1h)	Temperatura 2 de hidrólisis (°C) (tiempo : 2h)	Cantidad de muestra (g)
A1	60	60	60	1
A2	70	90	60	1
A3	55	90	60	1
A4	50	90	60	1
A5	65	90	60	1
A6	60	90	60	1
A7	60	80	60	1
A8	60	70	60	1

Las condiciones ideales de trabajo para el reacción de hidrólisis ácida son: la fibra recuperada se pone en contacto con una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 60 % P/P a una temperatura de 90 °C durante 60 minutos y posteriormente 70 °C durante 120 minutos, ambos periodos se llevan con agitación continua. Al concluir la hidrólisis se realizan lavados utilizando agua destilada para obtener un pH 7 y posteriormente se lleva a la estufa a 40 °C por 24 horas. El material obtenido se pulverizó para tener un menor tamaño de partícula como se muestra en la Figura 13.



Figura 13. Microfibras obtenidas.



2.5 Obtención de películas termoplásticas de celulosa

Las películas termoplásticas se obtuvieron mediante tratamiento térmico. Se emplearon 5g de microfibras de celulosa, 0.5 ml de alcohol polihídrico y 3 ml de agua destilada. La mezcla se calentó en baño maría a 90 °C durante 40 minutos y a 60 °C durante 90 minutos con agitación constante durante todo el tratamiento. Al concluir el período de tratamiento se vierte la solución en cajas petri y finalmente se lleva a la estufa a 40 °C por 48 hrs. para eliminar el exceso de agua.



Figura 14. Película termoplástica.

2.6 Caracterización

2.6.1 Microscopía electrónica de barrido (MEB) y análisis de dispersión de rayos X (EDS)

Se utilizó un microscopio electrónico de barrido modelo JSM 6610 LV marca JOEL (Figura 15). El objetivo de utilizar estas técnicas de análisis es observar con detalle la morfología y tamaño de partícula, así como el conocer la composición química elemental (EDS). Se colocaron pequeñas porciones de muestra de fibra recuperada, de microfibras de celulosa y de la película termoplástica sobre tubos portamuestras de aluminio adheridas con una cinta adherente de grafito. El análisis elemental fue llevado a cabo usando un espectrómetro de dispersión de energía de rayos X con una potencia de trabajo de 20.0 kV.



Figura 15. Microscopio electrónico de barrido.

2.6.2 Espectroscopía de infrarrojo (FTIR)

Se utilizó un espectrofotómetro de infrarrojo modelo Spectrum One de la marca Perkin Elmer con transformada de Fourier y sistema ATR (Figura 16) en el infrarrojo medio (4000 a 450) cm^{-1} , se realizaron 4 escaneos con una resolución de 4 cm^{-1} . El objetivo de aplicar esta técnica de análisis fue identificar grupos funcionales y frecuencias de vibración característicos de la celulosa, de las microfibras y de las películas termoplásticas. El análisis se realizó bajo condiciones de estricta limpieza en el instrumento y en la preparación de las muestras para evitar presencia de trazas, control de la humedad y una temperatura de 26 $^{\circ}\text{C}$; se emplearon aproximadamente 0.20 g de cada muestra para llevar a cabo el análisis.



Figura 16. Espectrómetro FTIR.



2.6.3 Difracción de rayos X (DRX)

El análisis de DRX de la celulosa recuperada, microfibras y las películas termoplásticas, se realizó en un difractómetro BRUKER D8 DISCOVER empleando una fuente $\text{CuK}\alpha_1$, (Figura 17). El objetivo del análisis con DRX fue la identificación de la fase de celulosa presente y evaluar la cristalinidad en cada una de las muestras analizadas. Para el análisis se utilizaron aproximadamente 3g de microfibra de celulosa y un trozo de película de 2cm de ancho por 5cm de largo. Las muestras se analizaron en un intervalo de 5-80 grados en 2θ , con un tamaño de paso de 0.04° y se utilizó detector ojo de lince debido a que mide 150 veces más rápido que el detector de centello, lo cual permite tener una mayor cantidad de cuentas en menor tiempo.



Figura 17. Difractómetro de difracción de rayos-X.

2.6.4 Análisis térmico (TGA y DSC)

El análisis térmico comprende un conjunto de técnicas cuyo objetivo es la determinación del comportamiento térmico de un material en función de la temperatura o del tiempo. Para este caso en específico se presentan dos de las técnicas más usuales en el campo de polímeros DSC y TGA. El objetivo es obtener el porcentaje de pérdida remanente y las temperaturas de estabilidad, así como sus transiciones térmicas. Los análisis se realizaron en un instrumento modelo STA 449F3 JUPITER marca NETZCH (Figura 18). El análisis termogravimétrico (TGA). Para el análisis se utilizaron



aproximadamente 8.5 mg de fibra recuperada, 10.1 mg microfibras y 9.4 mg de la película termoplástica, el tratamiento térmico se llevó a cabo en el intervalo de 25 a 800 °C con incrementos de 10 °C por minuto y en atmósfera de nitrógeno.



Figura 18. Equipo para análisis termogravimétrico marca NETZCH modelo STA 449F3 JUPITER.



3 Resultados y discusión

El porcentaje de fibra de celulosa recuperada de los diferentes envases Tetra Pak que se utilizaron se muestra en la Tabla 3.

Tabla 3. Fibra recuperada.

Marca	Peso del envase seco (g)	Capa de cartón recuperado (g)	Fibra recuperada (% P/P)
Nutri leche	30.9555	22.88	73.91255189
Mi leche	33.0423	26.48	79.89758582
Aspen	31.0668	23.67	76.19066013
Alpura	32.6584	21.53	65.92484629
Jumex	32.0311	27.54	85.97920764
Tamariz	32.3621	25.37	78.39417092

La menor cantidad de fibra recuperada corresponde al envase de leche Alpura, no obstante es posible aprovechar más del 60% P/P de los envases de las otras marcas como se puede observar en la Tabla 3.

3.1 Caracterización fisicoquímica de la fibra recuperada

Los resultados obtenidos de la caracterización realizada a la fibra recuperada de los envases Tetra Pak se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4. Caracterización fisicoquímica.

Determinación	Método	Resultado
Humedad	NMX-AA-016-1984	0.09%
Cenizas	NMX-F-066-S-1978	0.89%
Densidad	AA-016-1984	3.12 kg/m
pH	NMX-AA-25-1984	6.90 a 25 °C
Agua no esencial	Análisis gravimétrico	29.13%
Agua ocluida	Análisis gravimétrico	0.039%
Agua Higroscópica	Análisis gravimétrico	0.90%
Materia orgánica	NMX-AA-021-1985	65.33%

3.2 Caracterización por microscopía electrónica de barrido

La Figura 19 presenta imágenes de SEM de la fibra recuperada; se observan fibras largas de una longitud promedio de 700 μm y diámetro de 45 μm , estas fibras se encuentran entrelazadas sin aparente orden (a), el acercamiento a la superficie de una de ellas permite observar pequeñas zonas agrietadas debido a las cadenas helicoidales de hemicelulosa y lignina que conforman las paredes celulósicas (b).

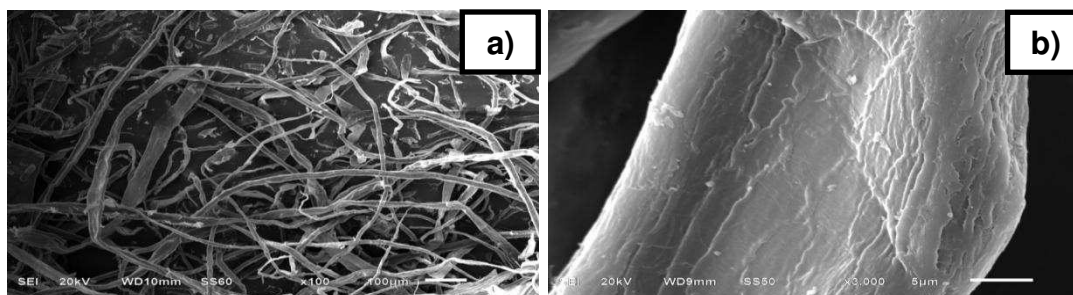


Figura 19. Micrografía de la fibra recuperada: a) 100 X, b) 300 X.

En la Figura 20 se muestran las micrografías de las fibras tratadas en medio ácido a 60 $^{\circ}\text{C}$, se observan aglomerados de pequeñas fibras y pequeños trozos de ellas en menor cantidad (a y b), debido al tratamiento térmico.

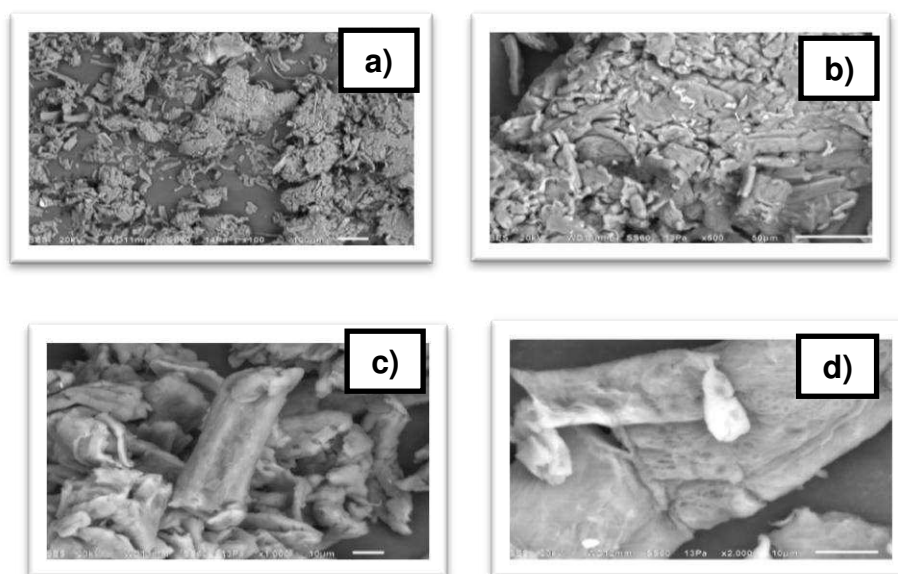


Figura 20. Micrografía de la muestra A1: a) 100X, b) 500X, c) 1000X, d) 2000X.



En la Figura 21 se muestran las fibras tratadas con solución de ácido al 70 % y 90 °C. En el inciso a se puede observar una mayor degradación (b) y superficie rugosa (d) debido a las condiciones agresivas en el proceso de hidrólisis. Por tal motivo, no fue posible calcular el tamaño de los fragmentos de fibra obtenidos.

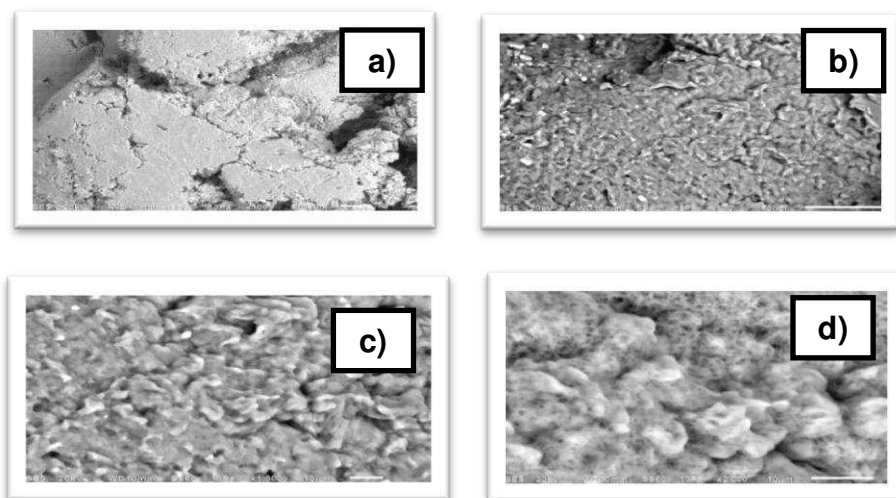


Figura 21. Micrografía de la muestra A2: a) 100X, b) 500X, c) 1000X, d) 2000X.

Las micrografías de la Figura 22 corresponden a las microfibras obtenidas en condiciones más suaves de reacción (ácido al 55% y 90 °C). Se puede observar la presencia de fibras dispersas con tamaño promedio de 94 μm de largo y 15 de μm de diámetro, como se muestra en la gráfica de distribución (Figura 23). Puede notarse también morfología cilíndrica (c) y superficie porosa en las fibras.

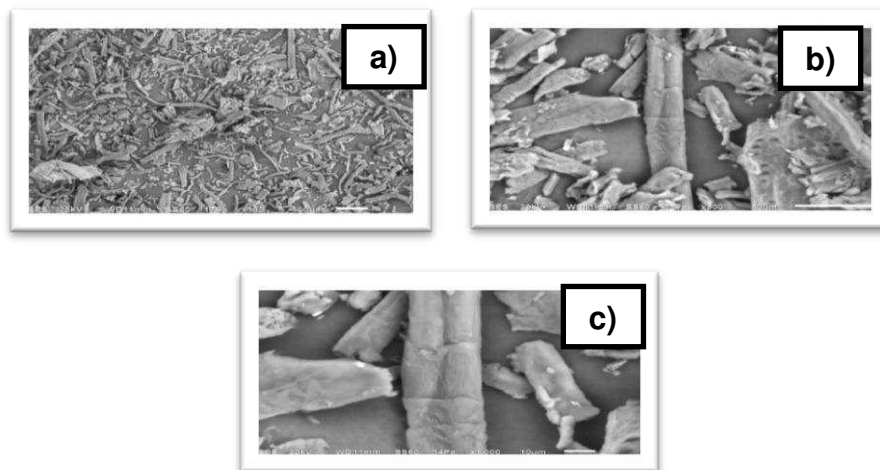


Figura 22. Micrografía de la muestra A3: a) 100X, b) 500X, c) 1000X.

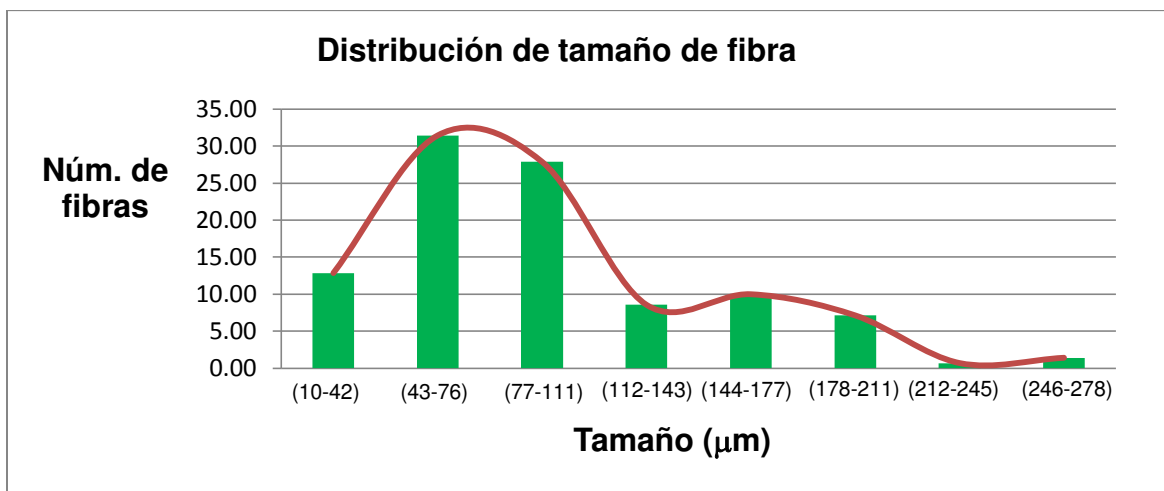


Figura 23. Gráfico de barras y gráfico de polígono de frecuencias de distribución de frecuencias muestra A3.

En la Figura 24 se observan fibras de 64 μm de largo y diámetro promedio de 35 μm , aunque aún se aprecia la degradación en la superficie de algunas de ellas a pesar de emplear condiciones de hidrólisis más suaves (ácido al 50%), fue posible obtener una menor dispersión en tamaño (Figura 25).

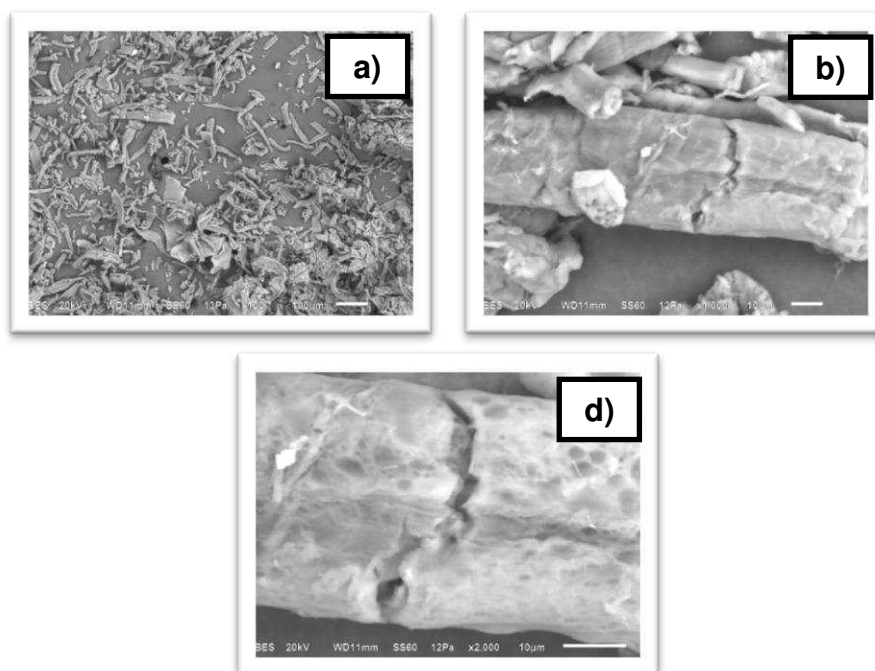


Figura 24. Micrografía de la muestra A4: a) 100X, b) 500X, c) 2000X.

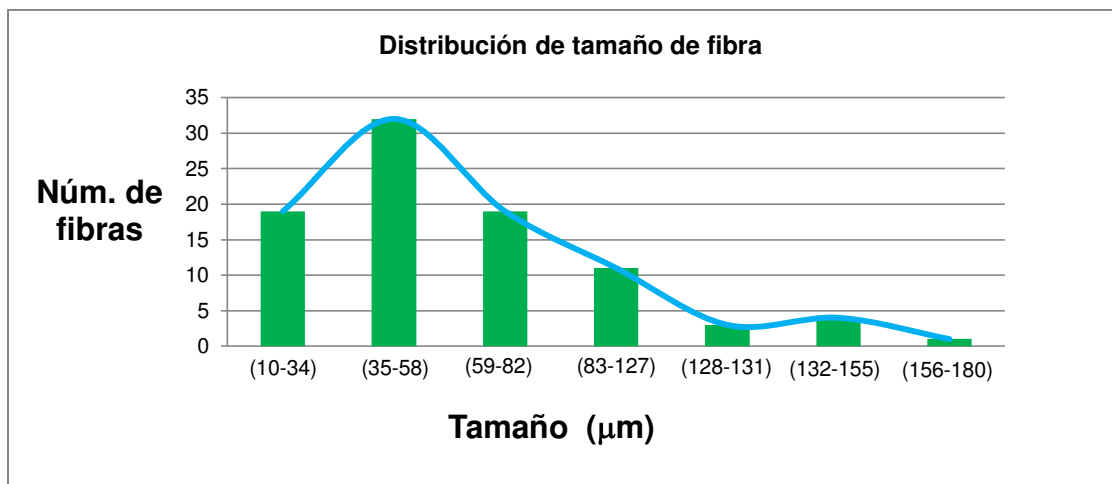


Figura 25. Gráfico de barras y gráfico de polígono de frecuencias de distribución de frecuencias muestra A4.

La Figura 26 muestra formación de aglomerados de superficie porosa (a) y pequeñas fibrillas entrelazadas o embebidas unas entre otras (b) que dificultan la determinación de su tamaño y diámetro promedio. Las condiciones empleadas (ácido al 65 % y 90 °C de tratamiento térmico) no son óptimas para la obtención de microfibras de mejor calidad.

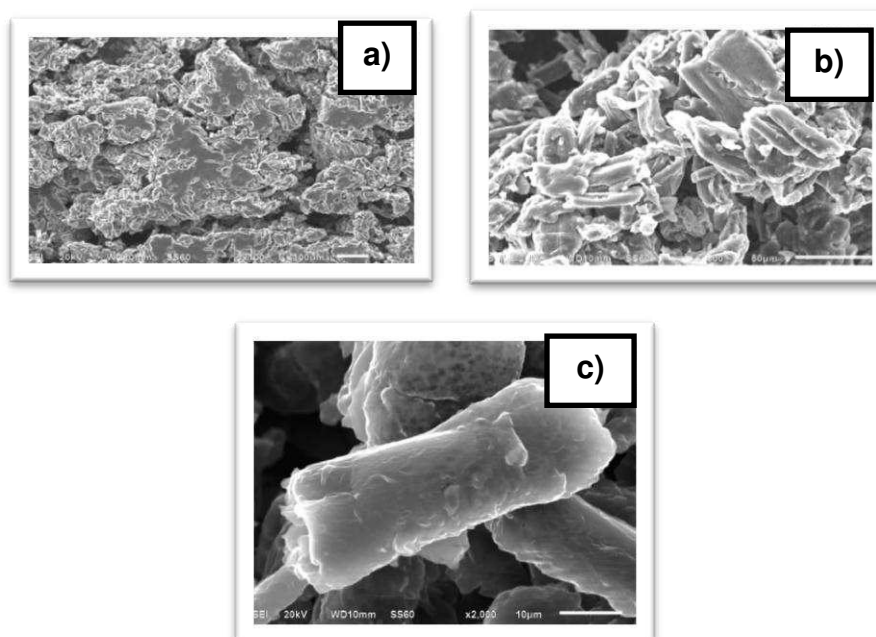


Figura 26. Micrografía de la muestra A5: a) 100X, b) 500X, c) 2000X.



Las micrografías de la Figura 27, corresponden a fibras de celulosa obtenidas en condiciones de hidrólisis de H_2SO_4 al 60% y tratadas térmicamente a 90 °C y un segundo tratamiento a 60 °C. Puede observarse la presencia de fibras de 82 μm de longitud por 15 μm de diámetro (a) en promedio, disminuyendo considerablemente respecto de las dimensiones de la fibra recuperada. Bajo estas condiciones experimentales fue posible obtener un mayor número de fibras de tamaño uniforme, disminuyendo considerablemente la dispersión (Figura 28). El acercamiento a la superficie de la fibra permite observar zonas porosas y una morfología cilíndrica perfectamente definida en toda la fibra.

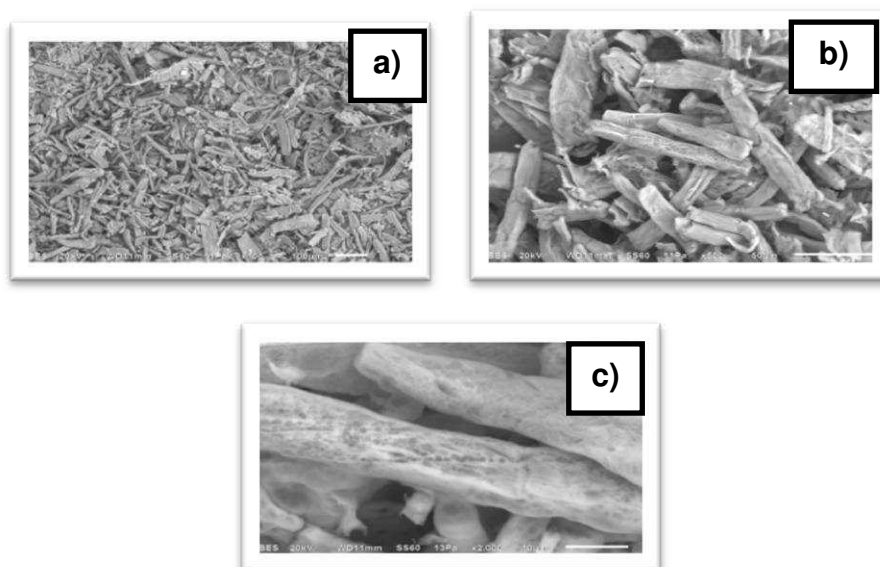


Figura 27. Micrografía de la muestra A6: a) 100X, b) 500X, c) 2000X.

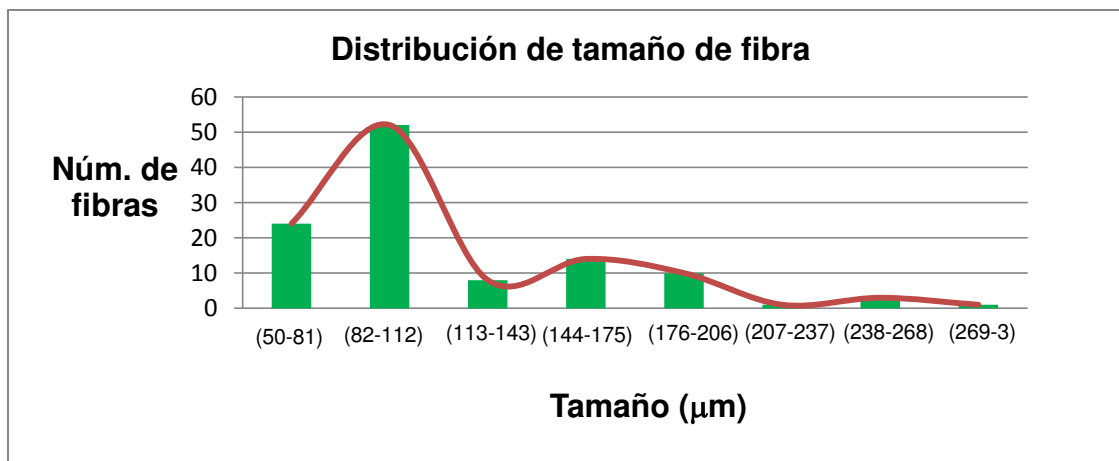


Figura 28. Gráfico de barras y gráfico de polígono de frecuencias de distribución de frecuencias muestra A6.

En la Figura 29 se puede observar la formación de zonas de aglomerados favorecidas por la temperatura de reacción de hidrólisis a 80 °C (a), así como fibras dispersas de 64 µm de longitud y 25 µm de diámetro promedio. El acercamiento a la fibra permite observar una superficie irregular semejante a la muestra A5, más rugosa y gruesa respecto de la muestra A6.

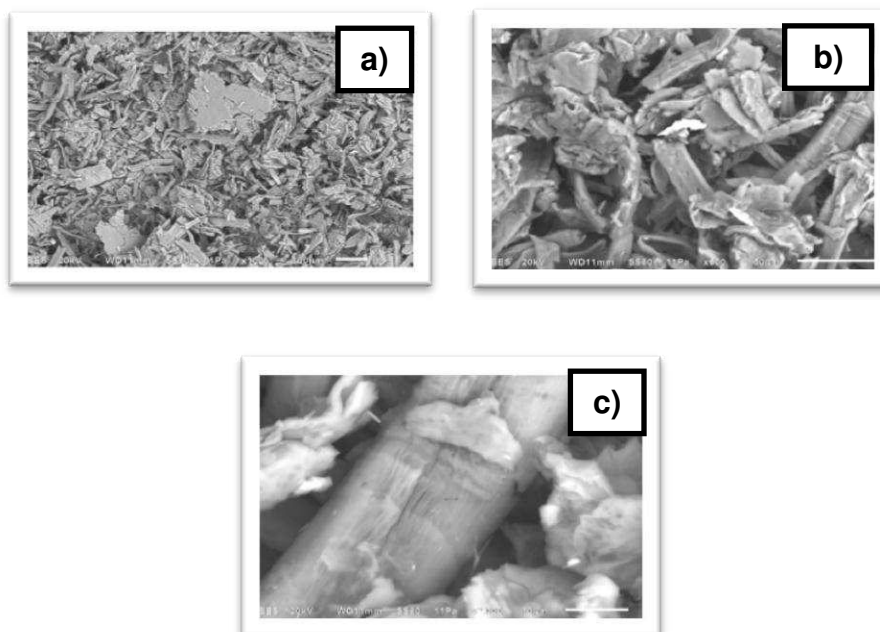


Figura 29. Micrografía de la muestra A7: a) 100X, b) 500X, c) 2000X.

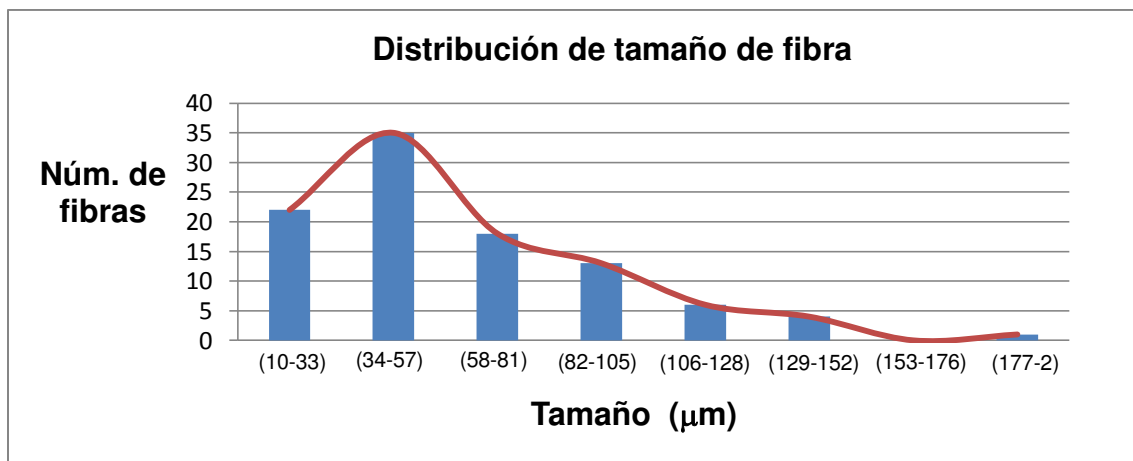


Figura 30. Gráfico de barras y gráfico de polígono de frecuencias de distribución de frecuencias muestra A7.

En la Figura 31 muestra la presencia de fibras con alto grado de entrecruzamiento lo que dificulta determinar su tamaño. Es importante resaltar la presencia de poros en la superficie (c) que en las fibrillas anteriores no se habían observado.

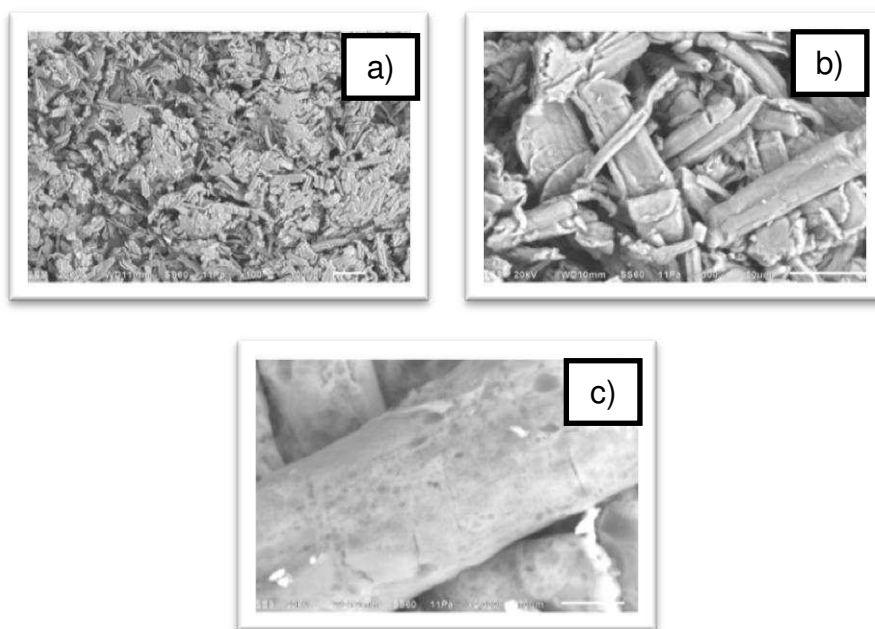


Figura 31. Micrografía de la muestra A8: a) 100X, b) 500X, c) 2000X.



La Figura 32 muestra las micrografías de la película termoplástica, se observan zonas de mayor área superficial debido a la adhesión de los aditivos (a) así como pequeñas regiones huecas. El acercamiento a la película permite observar que algunas microfibras se mantienen dispersas sobre la superficie y otras tantas se encuentran entrelazadas gracias a los agentes tensoactivos (b).

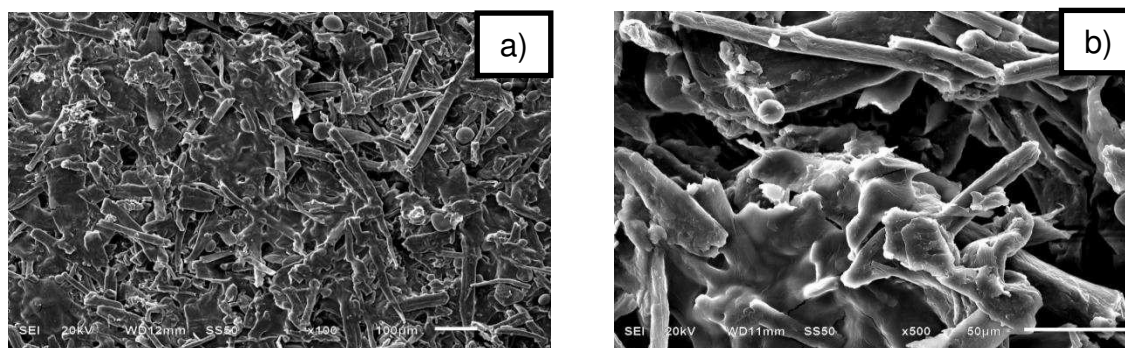


Figura 32. Micrografía de la película termoplástica: a) 100X, b) 500X.

3.3 Caracterización por espectroscopía de energía dispersiva de rayos x (EDS)

En todos los espectros de dispersión se identifica únicamente la presencia de azufre, debido al ácido empleado en el proceso de hidrólisis, carbono en mayor porcentaje y oxígeno, ambos provenientes del material celulósico; el hidrógeno no se puede identificar ya que su sensibilidad de detección coincide con la sensibilidad límite de detección de la técnica. En las Figuras 38-40 se presentan los espectros EDS obtenidos.

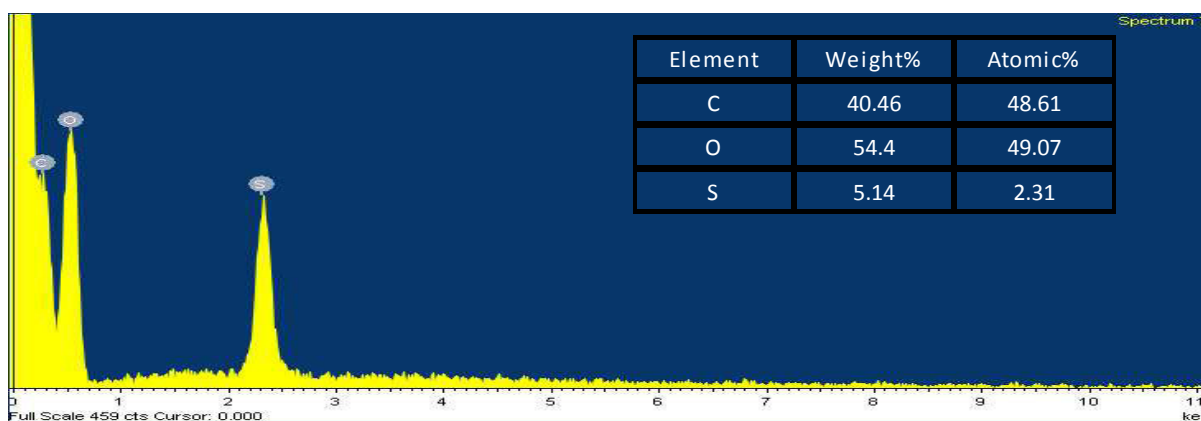


Figura 33. Espectro EDS de la muestra A1.

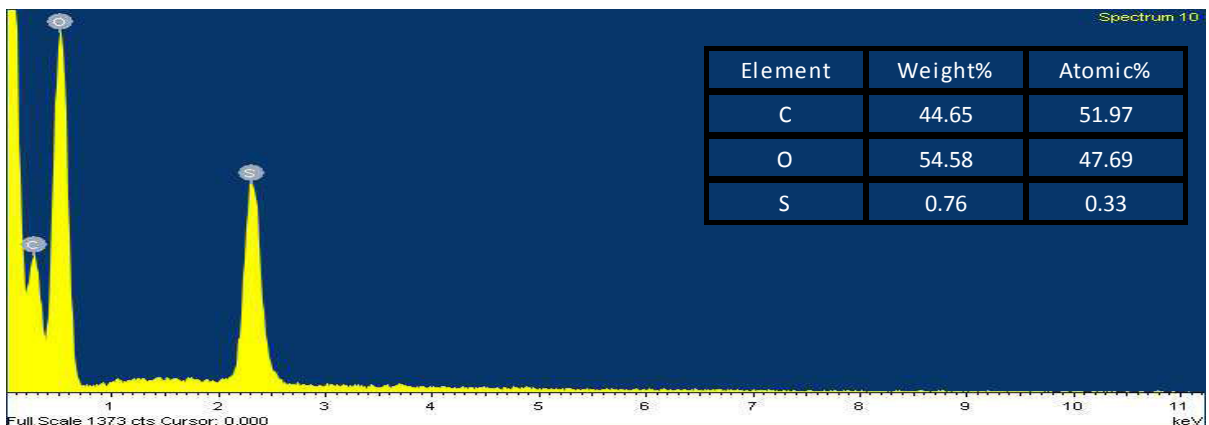


Figura 34. Espectro EDS de la muestra A2

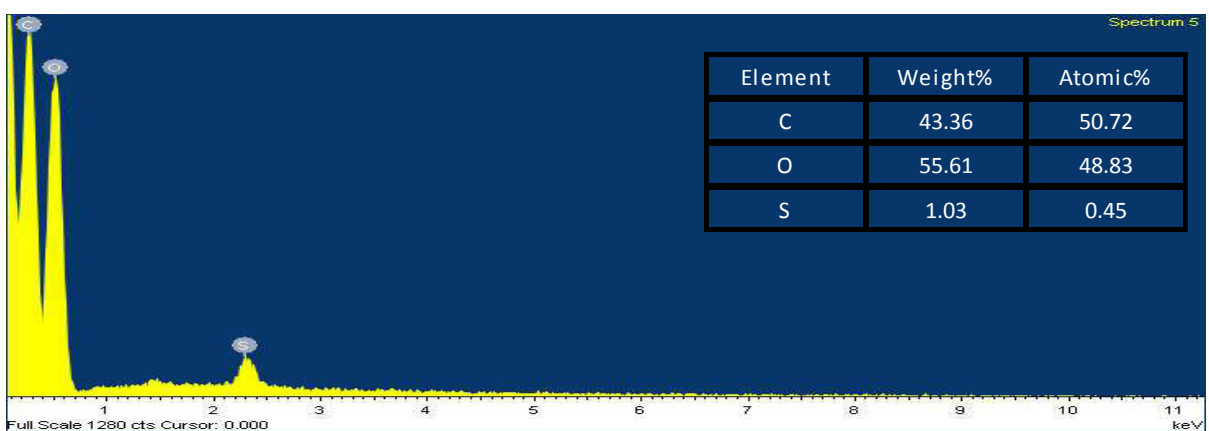


Figura 35. Espectro EDS de la muestra A3.

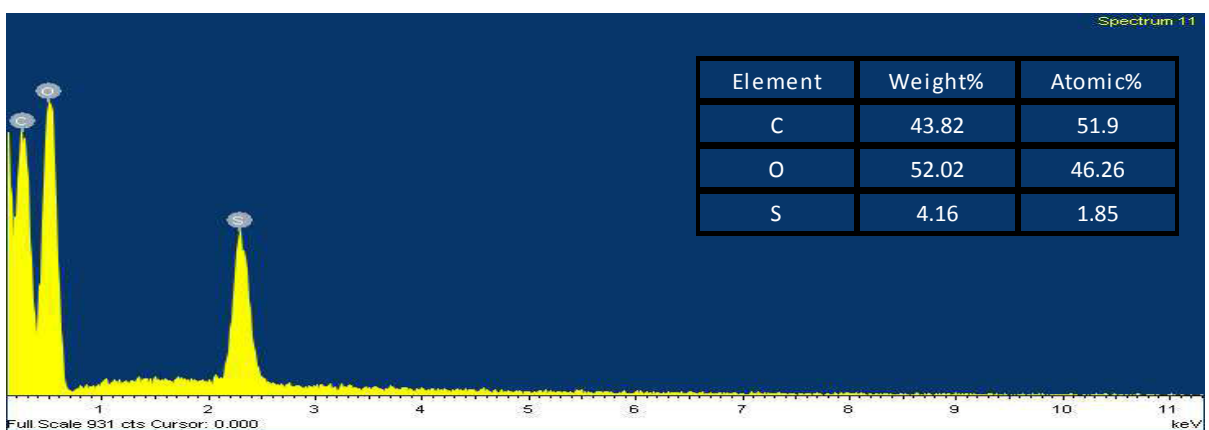


Figura 36. Espectro EDS de la muestra A4.

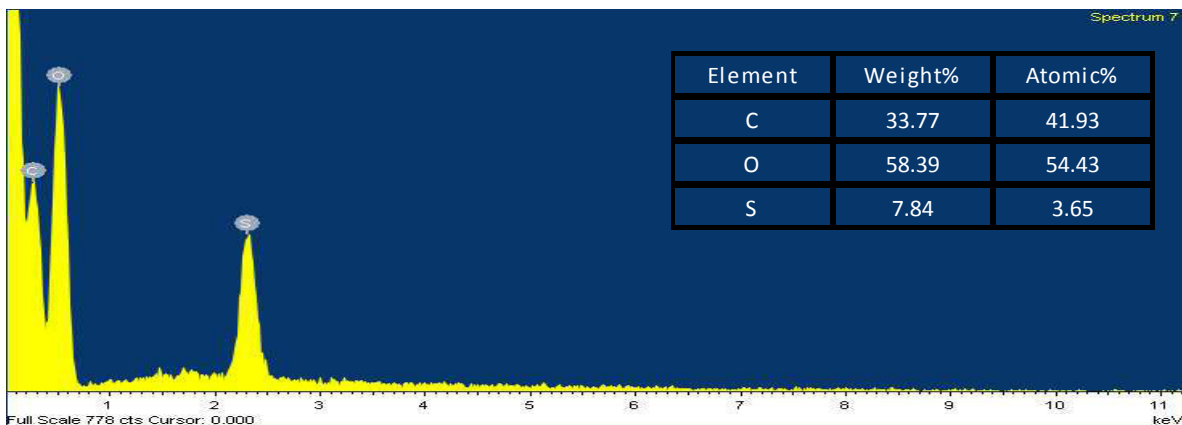


Figura 37. Espectro EDS de la muestra A5.

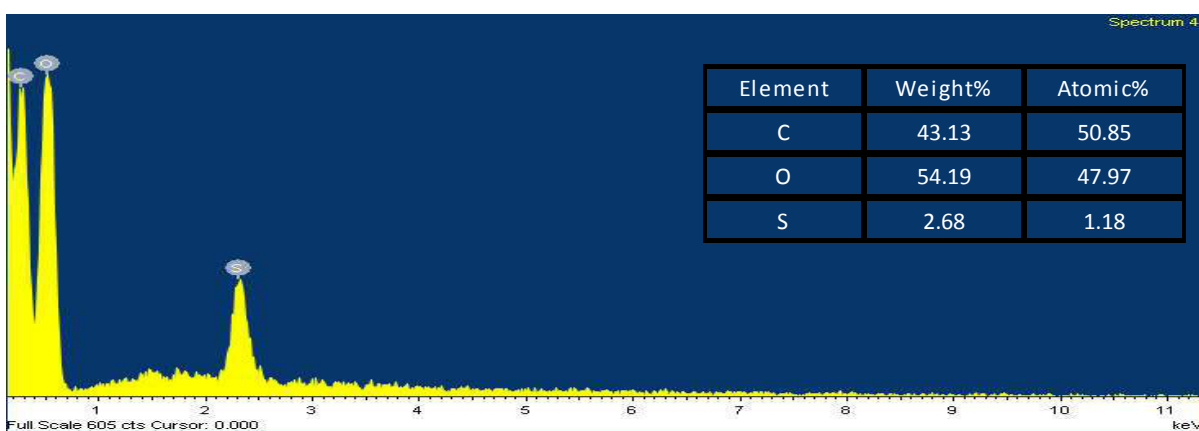


Figura 38. Espectro EDS de la muestra A6.

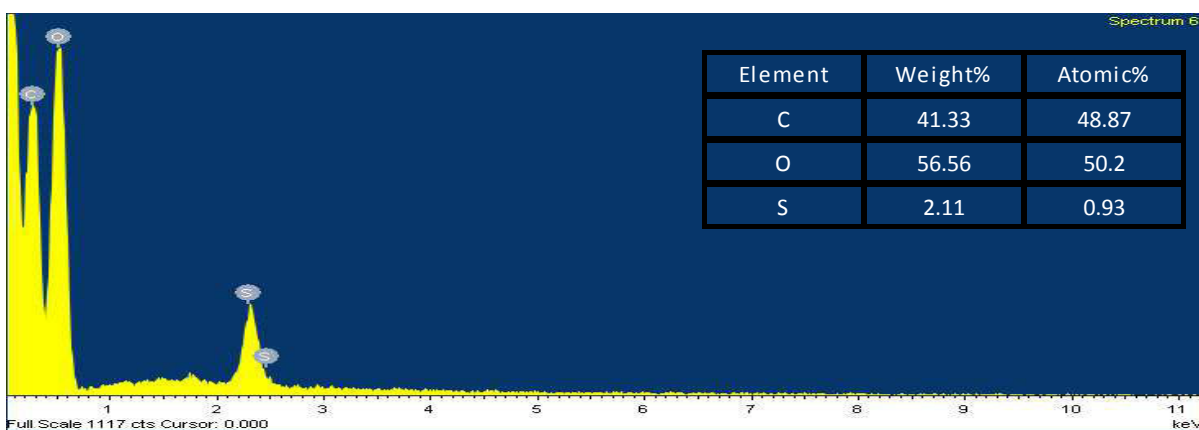


Figura 39. Espectro EDS de la muestra A7.

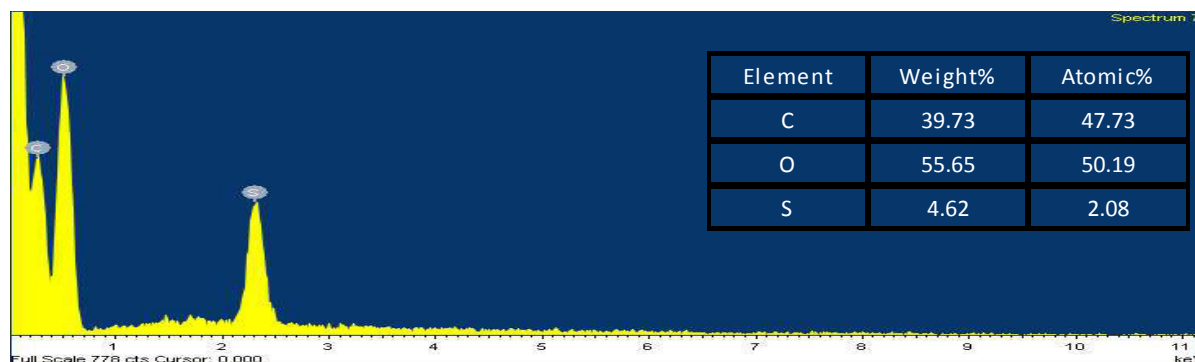


Figura 40. Espectro EDS de la muestra A8.

3.4 Caracterización por espectroscopía de infrarrojo FT-IR

La Figura 41 muestra el espectro de absorción de la fibra recuperada; se observan las señales característicos de la celulosa: en 3280 cm^{-1} el grupo OH, en 2010 y 1480 cm^{-1} el grupo C-H correspondiente a las vibraciones de tensión y flexión respectivamente [51]. En 1035 cm^{-1} se identifica la vibración de tensión del grupo C-O-C, así como señales múltiples en la región comprendida entre 1100 y 1450 cm^{-1} asociadas a las vibraciones de los grupos C-O y C-C, todas propias de la hemicelulosa, las señales ubicadas en 1420 y 1317 cm^{-1} pertenecen al grupo CH_2 correspondiente a vibraciones de tijereteo y aleteo respectivamente, la señal en 1207 cm^{-1} pertenece al modo de flexión en el plano del grupo OH y finalmente en 714 cm^{-1} se observa la señal característica de la celulosa I β .

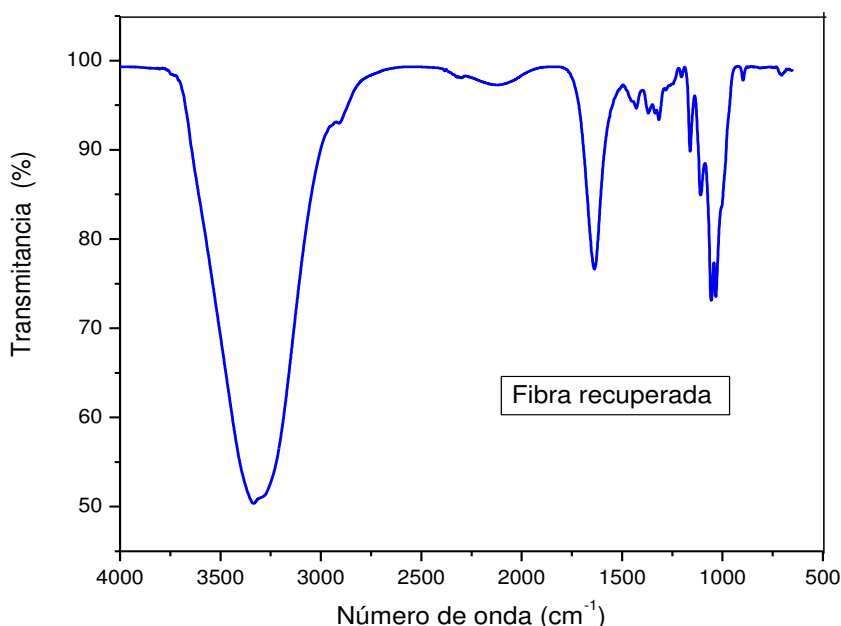


Figura 41. Espectro infrarrojo de fibra recuperada.

La Figura 42 presenta los espectros de absorción de las muestras de las fibras de celulosa con proceso de hidrólisis. Se observa que las muestras A1, A3, A4 y A6 conservan las señales características de la celulosa y aparecen dos señales nuevas en 2919 y 2847 cm^{-1} correspondientes a la vibración del enlace C-H presente en la cadena alifática de la lignina que está más expuesta en la superficie debido al tratamiento químico que degrada impurezas. Las señales en 1596 y 1516 cm^{-1} pertenecen a la vibración del anillo aromático de la lignina y también se definen mejor y se confirma con la señal en 1228 cm^{-1} que pertenece al grupo éter de su estructura. Por el contrario, las muestras A2, A5, A7 y A8 presentan señales de absorción muy débiles debido a la degradación de la celulosa ocasionada por la alta concentración del H_2SO_4 . La muestra A6 presenta el mejor espectro de absorción en comparación con las diferentes muestras a las que se les realizó el tratamiento químico, esto es debido a que es más fácil identificar las señales características de los principales componentes fibrosos: celulosa, hemicelulosa y lignina.

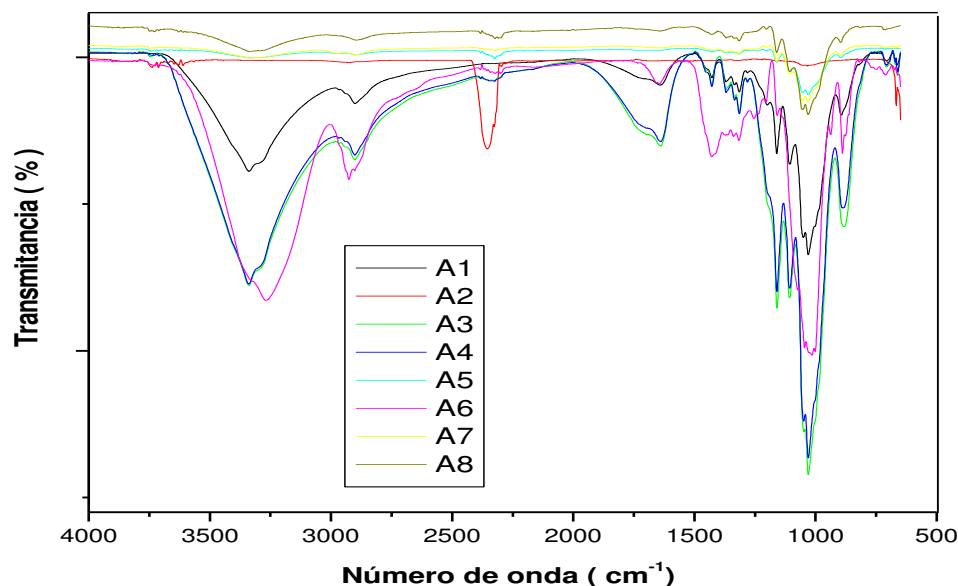


Figura 42. Espectro infrarrojo de las muestras con tratamiento de hidrólisis.

En la Figura 43 se muestra una comparación de los espectros de absorción correspondientes a la fibra recuperada sin tratamiento químico y la muestra A6; se puede observar que la señal en 2850 cm^{-1} presentan mayor intensidad en las señales correspondientes a los grupos C-H y C-O-C, En base a este análisis puede ver que las condiciones óptimas del proceso de hidrólisis pertenecen a la muestra A6.

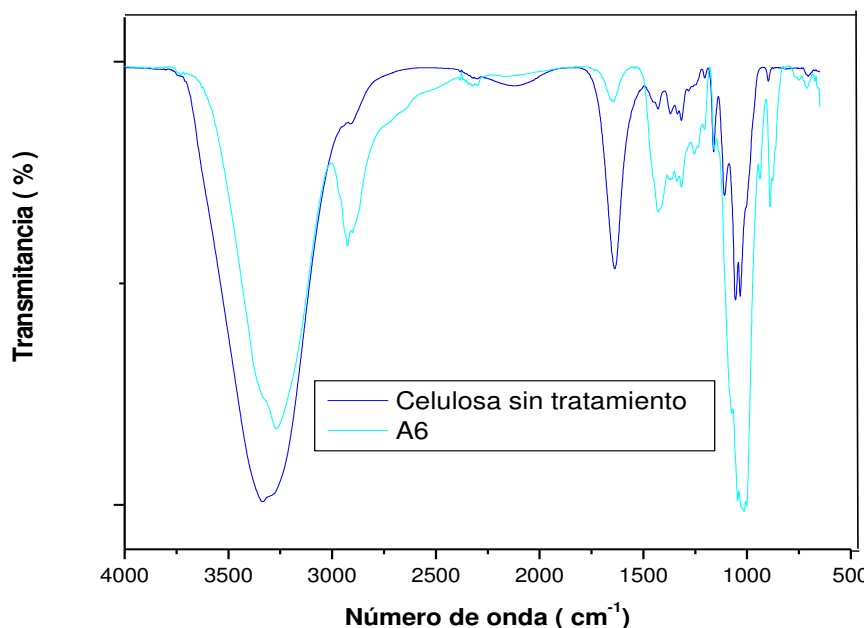


Figura 43. Espectros FTIR de la celulosa recuperada y la muestra A6



La Figura 44 muestra a detalle los espectros de absorción de los componentes de la película termoplástica elaborada. Se puede observar los espectro de muestra A6 y los aditivos utilizados son muy parecidos entre si, debido a la isoestructura de ambos compuestos. La película termoplástica muestra un espectro limpio de absorción respecto a la formación de nuevos compuestos y mejora la identificación de las señales características de la celulosa y los polisacáridos que conforman la película.

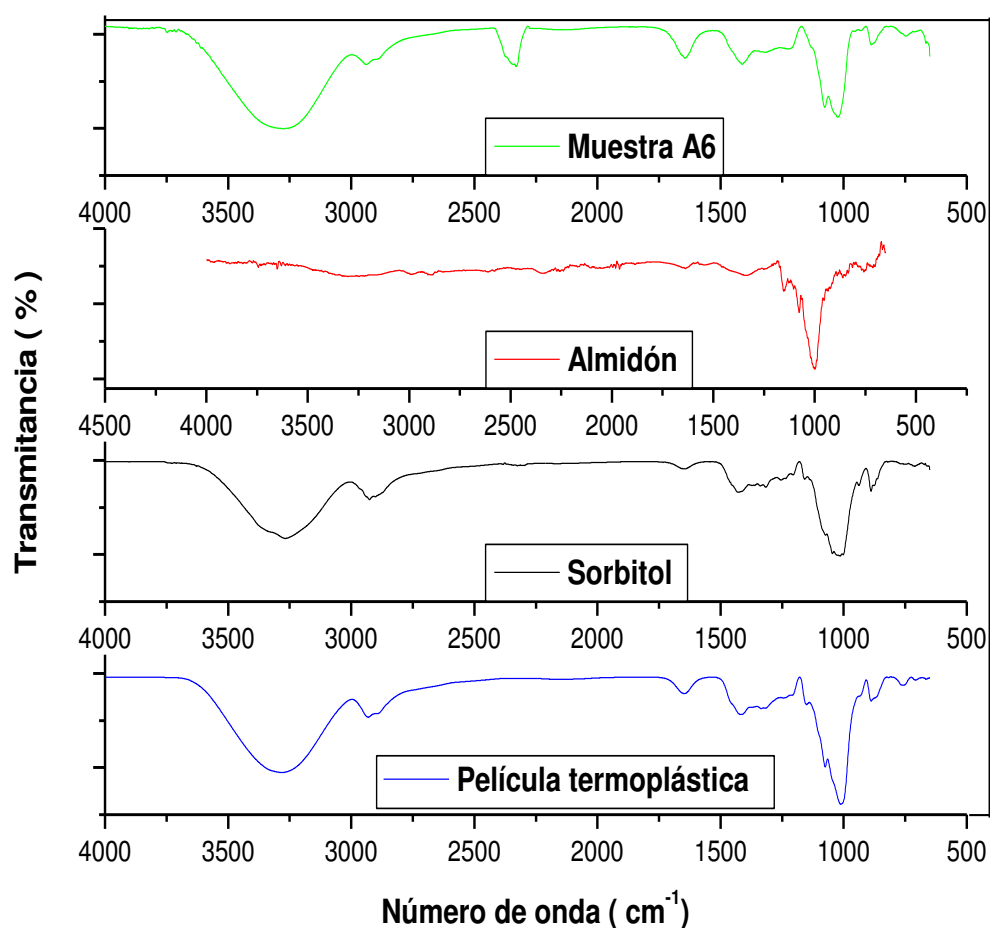


Figura 44. Espectros FITR de los materiales utilizados en la elaboración de película termoplástica.



3.5 Caracterización por difracción de rayos X

En la Figura 45 se muestra el patrón de difracción de la celulosa recuperada sin tratamiento químico, se observan las señales características de la celulosa cristalina I β (JCPDS 00-036-1718), las inflexiones principales de esta fase corresponden a los ángulos de Bragg 15°, 17°, 22° y 34.5° en 2 Θ de acuerdo a lo reportado por Klemm y colaboradores [56].

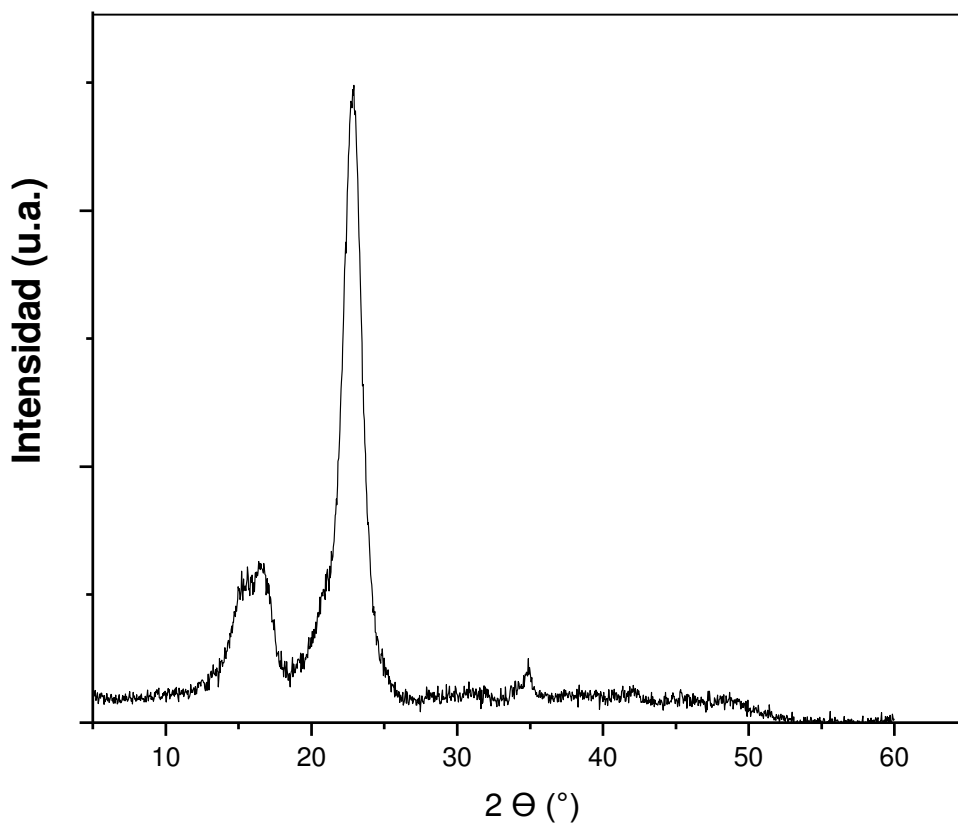


Figura 45. Difractograma de la fibra recuperada.

Se determinó el índice de cristalinidad (I_c) utilizando la siguiente ecuación:

$$I_c = \frac{(I_{002} - I_{101})}{I_{002}} \times 100 \quad (8)$$



Donde I_{002} corresponde a la intensidad de la inflexión $2\theta=22^\circ$ en el material cristalino e I_{101} corresponde a la intensidad de la inflexión $2\theta=17^\circ$ asociada al material amorfo. El Índice de cristalinidad calculado fue de 66.

En la Figura 46 se muestran los patrones de difracción de las microfibras obtenidas; puede observarse que todas conservan los picos de difracción propios de la fase celulosa $I\beta$ y no hay presencia de nuevas señales. Las muestras A2 y A5 presentan una disminución en la intensidad del pico de difracción (002), un ensanchamiento del pico (101) y prácticamente la desaparición del pico de difracción (040), esto es debido a la descomposición del material celulósico y disminución de la cristalinidad debido las condiciones agresivas del proceso de hidrólisis lo que da origen a un aumento de la región amorfa (componentes no celulósicos). La muestra A6 presenta el patrón de difracción de mejor carácter cristalino.

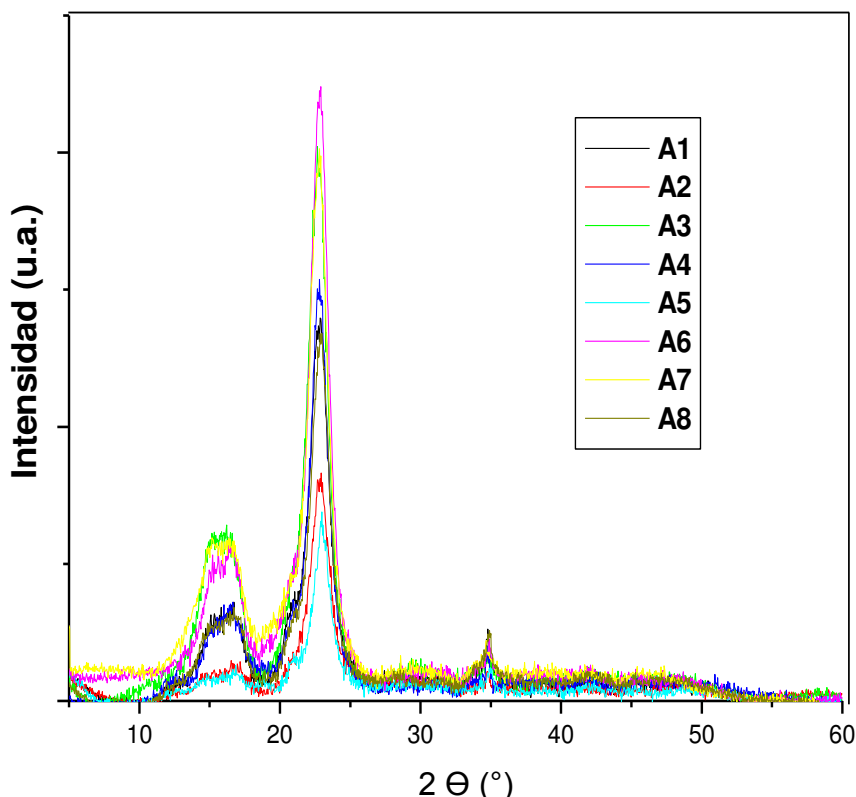


Figura 46. Difractograma de las muestras con tratamiento químico.

Los valores del índice de cristalinidad I_c de las muestras se presenta en la Tabla 4, y coinciden con los valores de I_c reportados en la literatura para la celulosa [57].



Las muestras A2 y A5 presentan el menor índice de cristalinidad, mientras que la muestra A6 se confirma como la de mayor calidad cristalina.

Tabla 4. Índice de cristalinidad.

Muestra	I_{002}	I_{101}	I_c (%)
A1	3321	1577	52.51
A2	2371	1250	47.27
A3	5549	2480	55.30
A4	5886	1798	53.73
A5	1927	1130	41.17
A6	5789	1763	69.54
A7	5084	2258	55.58
A8	2441	1187	51.37

Para confirmar la pureza y calidad de la microfibras de celulosa obtenida en la muestra A6, se compara su patrón de difracción con el de la fibra recuperada sin tratamiento químico; se observa un incremento en la intensidad de las inflexiones de la muestra procesada debido a un aumento de celulosa $I\beta$ lo que favorece el aumento de la cristalinidad (Figura 47).

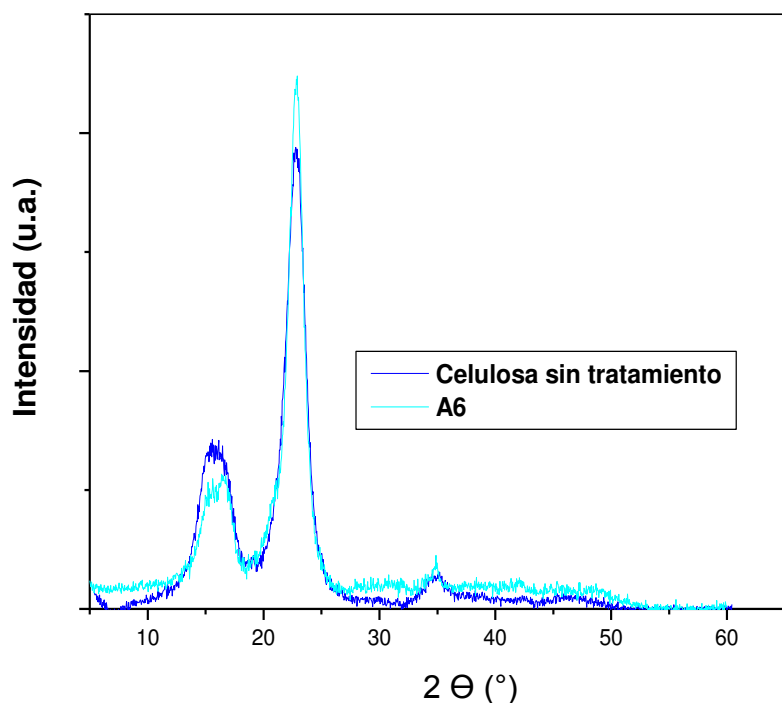


Figura 47. Difractograma de la celulosa sin tratamiento químico y la muestra A6.



En la Figura 48 se muestra el patrón de difracción de la película termoplástica, se pueden observar los picos característicos de la celulosa I β , así como un incremento en la intensidad y un ensanchamiento en los picos de inflexión en 15, 17 y 18 grados, esto debido a que durante el proceso de formación de la película se llevan a cabo interacciones intermoleculares en la región cristalina de la celulosa con los aditivos empleados, además se traslapan los picos de difracción característicos del almidón presente en la película (JCPDS 00-053-1663).

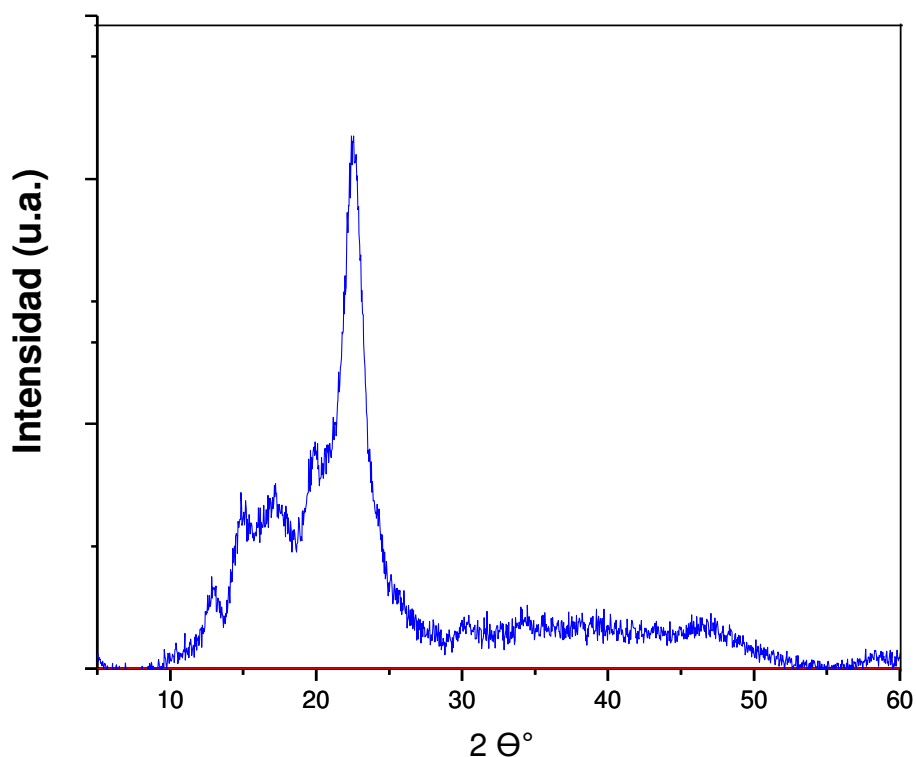


Figura 48. Difractograma de la película termoplástica.

El I_C calculado para la película termoplástica fue de 65.86, lo que confirma una disminución en la calidad cristalina.



3.6 Caracterización por análisis termogravimétrico

El análisis termogravimétrico de las fibras de celulosa, microfibras (A6) y la película se muestran en Figura 49. Las curvas pueden dividirse en tres regiones de degradación. La primera región va de 50-125 °C, se aprecia una disminución de un 1.5 % en peso en las muestras de fibra recuperada y microfibra de celulosa, mientras que para la película termoplástica obtenida experimentalmente la disminución es del 6% en peso, lo que revela un mayor porcentaje de humedad presente en la muestra experimental. La segunda región se encuentra de 210-450 °C, se aprecia una pérdida de 72 % en peso en la fibra recuperada, el 75 % en peso 76 % en peso debe a la degradación de la celulosa, hemicelulosa y la lignina, esta degradación forma principalmente levoglucosano así como residuos carbonosos [58], así como una pérdida del 92 % en peso en la película termoplástica debida a su composición. Finalmente la tercera región se encuentra en 450-800 °C, aquí se observa un peso residual del 18% en la fibra recuperada, mientras que en las microfibras de celulosa el peso residual es del 14 %. La degradación en esta región de la película termoplástica es alta obteniendo un peso residual del 5 %.

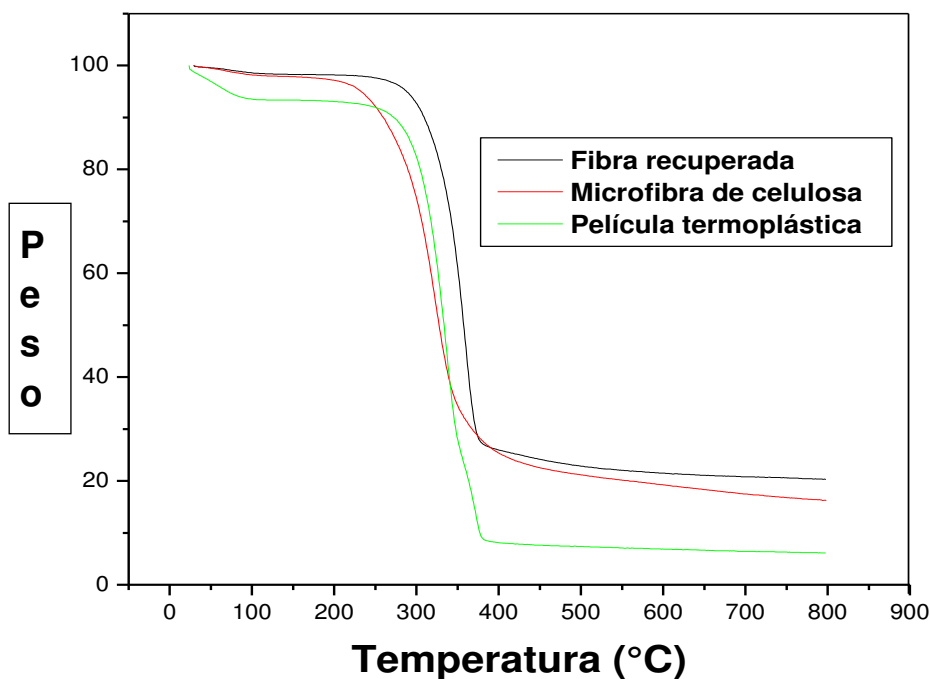


Figura 49. Termograma de las muestras analizadas.



3.7 Caracterización por calorimetría diferencial de barrido (DSC)

En la Figura 50 se muestran los termogramas obtenidos de la celulosa recuperada, de la microfibrila de celulosa y la película termoplástica, se observa un pico endotérmico a 65 °C en la película termoplástica y a 70 °C en la fibra y microfibrila de celulosa que corresponde a la temperatura de transición vítrea (T_g). Además se observa dos picos endotérmicos más el segundo a 320 °C y el tercero a 351 °C para la película termoplástica, estos picos son asociados a la fusión de dominios cristalinos de la celulosa [59].

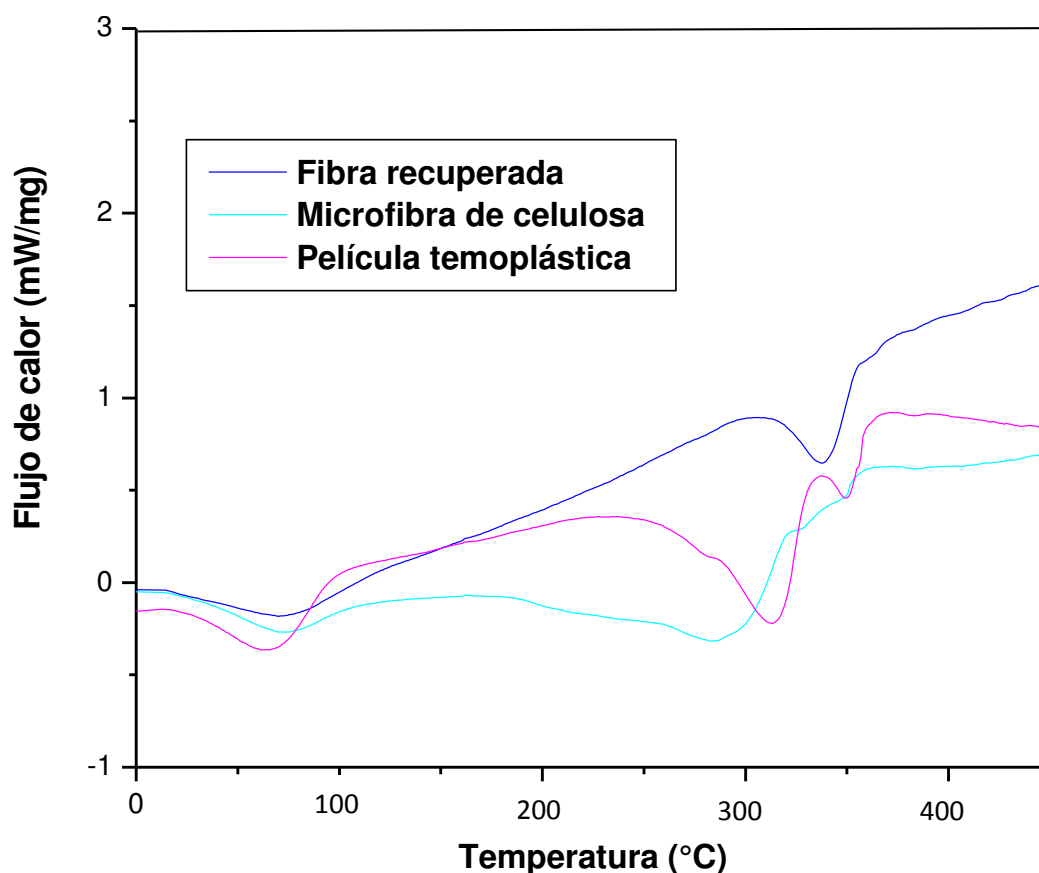


Figura 50. Termograma DSC de las muestras analizadas.



Conclusiones

- En este trabajo fue posible recuperar el 60% de celulosa presente en los envases Tetra Pak mediante un proceso sencillo y práctico a través de un sistema de hidropulpeo simple.
- Se implementó la metodología para obtener microfibras de celulosa a partir de la fibra recuperada de los envases Tetra Pak.
- El proceso de hidrólisis permitió tener buen efecto en la calidad cristalina, lo que facilitó obtener películas termoplásticas a partir de la biomasa recuperada.
- Los resultados obtenidos por SEM muestran la presencia de microfibras de celulosa que se degradan con tratamiento ácido al 70% y temperaturas de 90°C, así como la presencia de microfibras de 82 μm de longitud por 15 μm de diámetro en promedio con tratamiento ácido al 60% y temperaturas de 90°C.
- La caracterización por FTIR permitió identificar la presencia de los grupos funcionales característicos de la celulosa en la fibra recuperada, en las microfibras y en la película termoplástica. Así como el seguimiento de la degradación.
- El análisis por DRX de las microfibras y la película termoplástica mostró que el tipo de celulosa obtenido corresponde a celulosa en fase I β . El índice de cristalinidad de la película disminuye ligeramente un 3.68%.
- Este trabajo de tesis presenta una alternativa de aprovechamiento de biomasa para la obtención de un material de alto valor agregado.



Bibliografía

- [1] Secretaría de desarrollo urbano y ecología, *Norma mexicana NMX-AA-16-1984. Protección al ambiente -Contaminación del suelo-residuos sólidos municipales - determinación de humedad*. Recuperado el 17 de marzo de 2012 en <http://legismex.mty.itesm.mx/normas/aa/aa016.pdf>.
- [2] Secretaría de comercio y fomento industrial, *Norma mexicana NMX-F-066-S-1978 Determinación de cenizas en alimentos*. Recuperado el 17 de marzo de 2012 en <http://www.colpos.mx/bancodenormas/nmexicanas/NMX-F-066-S-1978.PDF>.
- [3] Secretaría de desarrollo urbano y ecología. *Norma mexicana NMX-AA-25-1984 Protección al ambiente-contaminación del suelo-residuos sólidos-determinación del pH-método potenciométrico*. Recuperado el 17 de marzo de 2012 en <http://legismex.mty.itesm.mx/normas/aa/aa025.pdf>.
- [4] Secretaría de desarrollo urbano y ecología. *Norma mexicana NMX-AA-021-1985 Protección al ambiente-contaminación del suelo – residuos sólidos municipales - determinación de materia orgánica*. Recuperado el 17 de marzo de 2012 en <http://legismex.mty.itesm.mx/normas/aa/aa021.pdf>.
- [5] Secretaría de desarrollo urbano y ecología. *Protección al ambiente - contaminación del suelo – residuos sólidos municipales - peso volumétrico "in situ*. Recuperado el 17 de marzo de 2012 en <http://legismex.mty.itesm.mx/normas/aa/aa019.pdf>.
- [6] SEMARNAT, *Residuos*. Recuperado el 15 de mayo de 2012 en <http://www.semarnat.gob.mx/educacionambiental/Páginas/inicio.aspx>.



[7] Consejería de Medio Ambiente Junta de Andalucía. *Los Residuos Urbanos y Asimilables*. Primera edición. España: Comunidad Europea Fondo Europeo de Cohesión.

[8] SEMARNAT. (2006). *Bases para Legislar la Prevención y Gestión Integral de Residuos*. México.

[9] SEMARNAT, *Residuos peligrosos*. Recuperado el 15 de mayo de 2012 en http://app1.semarnat.gob.mx/dgeia/informe_04/08_residuos/cap8_2.html.

[10] SEMARNAT, *Residuos de manejo especial*. Recuperado el 15 de mayo de 2012 en http://app1.semarnat.gob.mx/dgeia/informe_2008/07_residuos/cap7_2.html.

[11] SEMARNAT. *Indicadores Básicos del Desempeño Ambiental de México 2005*. México. 2006.

[12] BID-OPS. *Diagnóstico de la Situación del Manejo de Residuos Sólidos Municipales en América Latina y el Caribe*. Banco Interamericano de Desarrollo. Washington, D. C. 1997.

[13] INEGI. *Residuos sólidos urbanos - generación - tipo de residuo - 2000-2012*. Recuperado 15 de junio de 2012 en <http://www.inegi.org.mx/sistemas/sisept/default.aspx?t=mamb311&c=33223&s=est=33223&s=es>.

[14] INEGI. (2012). Censo Nacional de Gobiernos Municipales y Delegacionales 2011 (CNGMD). Módulo 6: Residuos Sólidos Urbanos. INEGI. México.

[15] Almanza, E., Escalona, E. (2012). *Recuperación y caracterización de celulosa de envases Tetra pak*. Reporte de servicio social, Universidad autónoma de Puebla, Puebla, México.



- [16] INEGI. (2013). Estadística básica sobre medio ambiente datos de Puebla. INEGI. *México*. Boletín de prensa núm. 155/13
- [17] Secretaría de Desarrollo Social. (1995). Dirección de proyectos de residuos sólidos para la preservación del medio ambiente.
- [18] Tetra Pak. *Cuadernillo de contenidos y sugerencias para el docente*. Recuperado el 6 de marzo de 2012 en <http://www.tetrapak-info.com>.
- [19] Hull D, Clyne. (1996). "*An Introduction to Composite Materials*", Cambridge University Press, Cambridge, Inglaterra.
- [20] Álvarez, B. Bernal, C. (2003). Comportamiento Mecánico de Compuestos de celulosa modificada/almidón reforzada con fibras sisal cortas. *Jornadas SAM/ CONAMET/ Simposio materiales* (926-926). Serena, Chile: Universidad Técnica Federico.
- [21] Klemm D., Schmauder, H. (2005). Cellulose: Fascinating Biopolymer and Sustainable Raw Material. *Angewandte Chemie International Edition*, 44 (22), 3358–3393.
- [22] García, F., Martínez E., Álvarez, A., Castaño, J. (1995). Aprovechamiento integral de los materiales lignocelulósicos. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 13 (14), 140-150.
- [23] López, R., Licea, A., Ávalos, M., (2000). Alkaline surface modification of sugar cane bagasse. *Advanced Composite Materials*, 9 (2), 99-108.
- [24] Salgado, R., Vázquez, S., García, E. (2002). Numerical Analysis Of The Mechanical Properties Of Rice Husk-Polyester Composites. *Advanced Composite Letters*. 11 (4), 197.



-
- [25] Zizumbo, A., Licea, A., García, E. (2011). Polystyrene Composites Prepared with Polystyrene Grafted-fibers of Sugarcane Bagasse as Reinforcing Material. *J. Mex. Chem. Soc*, 55 (1), 33-41.
- [26] Dufresne, A. (2010). Processing of Polymer Nanocomposites Reinforced with Polysaccharide Nanocrystals. *Molecules*, 15, 4111-4128.
- [27] Kroon, J., Northolt, M.G. (1986). Chain modulus and intramolecular hydrogen bonding in native and regenerated cellulose fibers. *Polymer communication*. 10, (27), 290-292.
- [28] Espitia, H. (2010). *Aislamiento de nanofibras de celulosa a partir de residuos agroindustriales de fique y caña de azúcar, con potencial aplicación en reforzamiento de polímeros termoplásticos*. Tesis de magister en ciencias-químicas, Universidad nacional de Colombia, Medellín, Colombia.
- [29] Pastor de Abram Ana. (2004). *Quitina y quitosano: obtención, caracterización y aplicaciones*. Primera edición. Perú: Pontificia Universidad Católica del Perú/Fondo Editorial.
- [30] Hepworth D. (2008). The Mechanical Properties of a Composite Manufactured from Non Fibrous Vegetable Tissue y PVA. *Composites*. 31, 283–285.
- [31] Maya, J., Sabu, T., (2008). Biofibres and biocomposites. *Carbohydrate Polymers*. (71), 343–364.
- [32] Rong, MZ., Zhang, MQ., Lui, Y. (2007). The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epox. *Composites Science and Technology*.
- [33] Samir, M., Alloin, F., Paillet, M., Dufresne, A. (2004). Tangling effect in fibrillated cellulose reinforced nanocomposites. *Macromolecules*. 37, (11), 313-317.
- [34] Chandra, R., Rustgi, R. (1998). Biodegradable polymers. *Elsevier Science*.
-



23, (7), 1273-1336.

[35] Ruiz, G. (2006). Obtención y caracterización de un polímero biodegradable a partir del almidón de yuca. *Ingeniería y ciencia*. 2 (5), 5-28.

[36] Wittaya, T. (2009). Microcomposites of rice starch film reinforced with microcrystalline cellulose from palm pressed fiber. *International Food Research Journal* . 16, (4), 493-500.

[37] Juárez, T. A., Arias, G. G., Rodríguez G. F. *Eterificación del Almidón*. Universidad Autónoma de Coahuila. Verano de la Ciencia 2008.

[38] Peñaranda, C. O. I., Perilla, P. J. E. y Algecira E. N. A. (2008). Revisión de la modificación química del almidón con ácidos orgánicos. *Revista Ingeniería e Investigación*. 28 (3), 47-52.

[39] HALLEY, P. (2005). *Biodegradable polymers for Industrial applications: Thermoplastic starch biodegradable polymers*. Woodhead publishing limited. England.

[40] Orashikin, M., Ibrahim, M. (2009). The Potential of Natural Waste (CornHusk) for Production of Environmental Friendly Biodegradable Film for Seedling. *World Academy of Science Engineering and Technology*. 3. (10), 176-180.

[41] Márquez, M., Deléglise, M. (2006). Thermosetting (bio) materials derived from renewable resources: A critical review. *Elsevier Science*. 35, (4), 487-509.

[42] Arroyo, K. (2008). *Biopósitos de almidón termoplástico con microfibras de celulosa*. Tesis de maestro en tecnología avanzada, Instituto politécnico nacional, Altamira, Tamaulipas, México.

[43] Wang, M., & Shen, J., (2004). Preparation and characterization of biodegradable chitosan/hydroxyapatite nanocomposite rods via in situ



hybridization: a potential material as internal fixation of bone fracture. *Biomaterials*. 25(5), pp. 779-785.

[44] Monhanty, A., Khan, M. (2007). Novel nanostructured polylactide bioplastics for multifarious applications. *Bioplastics Magazin*. 2, 32-33.

[45] Azevedo, H. S., Gama, F. M., & Reis, R. L., (2003). In vitro assessment of the enzymatic degradation of several starch based biomaterials. *Biomacromolecules*. 4, (6), 1703-1712.

[46] García-Hernández E, Licea Claverie A, Zizumbo A. (2004). Improvement of the interfacial compatibility between sugar cane bagasse fibers and polystyrene for composites. *Polymer Composites*, 25, (2), 134-145.

[47] Notingher PV, Panaitescu D, Vuluga Z, Iorga M, Paven H, Florea D, J. (2006). *Optoelectronics & Advanced Materials. Revista Mexicana de Ingeniería Química*. 8, (2), 687.

[48] Tonoli GHD, Rodrigues Filho UP, Savastano H Jr. (2009). *Composite. Revista Iberoamericana de Polímeros*. 40, (20), 46.

[49] Lee J, Broughton RM, Worley SD, Huang TS, J. (2007). Engineered Fibers & Fabrics. *Revista Iberoamericana de Polímeros*. 2, (4), 25.

[50] Saxena M, SornaGowri V. (2003). Studies on Bamboo Polymer Composites with Polyester Amide Polyol as Interfacial Agent. *J. Polym. Comp.* 24, (6), 428.

[51] Zuluaga, R., Putaux, J., L., Restrepo, A., Mondragon, I., Gañán, P. (2007). Cellulose microfibrils from banana farming residues: isolation and characterization. *Cellulose*. 14, (5), 92.



- [52] J. Morán. Analía Vazquez. (2008). Extracción de celulosa y obtención de nanocelulosa a partir de fibra sisal-caracterización. *2do Encuentro de Jóvenes Investigadores en Ciencia y Tecnología de Materiales – Posadas – Misiones*. Asociación argentina de materiales.
- [53] Shih, C. M.; Shieh, Y. T.; Twu, Y. K. (2009). Preparation and characterization of cellulose/chitosan blend films. *Carbohydr Polym.* 78, 169-174.
- [54] Rangel, A, Leal, T. (2010). Spectroscopy Analysis of Chemical Modification of Cellulose Fibers. *Sociedad Química de México*. 54, (4), 192-197.
- [55] Visakh, P.M y Thomas, S. (2010). Preparation of biomateriales and their polymer nano composites from and biomass. *Waste biomas valor.* 1, 121-134.
- [56] Asfanasev, N.I., Prokshin, G. F., Lichutina, T. F., Gusakova, M. A., Vishnyakova, A. P., Surkhov, D. A. y Derkacheva, O. Yu. (2007). Effect of residual lignin on the supramolecular structure of sulfate hardwood cellulose: a Fourier IR study. *Macromolecular Chemistry and Polymeric Materials*. 80, (10), 1695-1698.
- [57] Zugenmaier, P. (2010). *Crystalline Cellulose and Derivatives Characterization and Structures*. Berlin, Germany: Springer.
- [58] Arceo, E. (2006). *Extracción y caracterización física de celulosa a partir de vainas de la leguminosa*. Tesis de Maestría, Facultad de Ingeniería Química, Universidad Autónoma de Yucatán, México.
- [59] Yang, H., Yan, R. (2007). Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Elsevier Science*. 86, (12), 1781-1788.
- [60] Hinestroza, J., Netravali, N. (2014). *Cellulose based composites new green nanomaterials*. Weinhein, Alemania: WILEY-VCH.