





Tecnológico Nacional de México Campus Querétaro

# CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN FISICOQUÍMICA DE POLÍMEROS BIODEGRADABLES DE PRODUCTOS DE CONSUMO DIARIO DE UN SOLO USO

Que para obtener el Grado de: MAESTRO EN INGENIERÍA

presenta:

# **RAMIRO RESÉNDIZ BADILLO**

Dirigida por: Director: Dra. Esperanza Rodríguez Morales Codirector: Dra. Yadira Guadalupe Maldonado Asesor: Dr. José Arturo Toscano Giles

Octubre, 2021





Instituto Tecnológico de Querétaro División de Estudios de Posgrado e Investigación

> Querétaro, Qro. 26/octubre/2021 Oficio No. DEPI/265/2021

#### A QUIEN CORRESPONDA:

Por medio de la presente se hace constar que el trabajo de tesis con título: "CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN FISICOQUÍMICA DE POLÍMEROS BIODEGRADABLES DE PRODUCTOS DE CONSUMO DIARIO DE UN SOLO USO"; ha sido revisado por medio de la herramienta de software TURNITIN, cuyo resultado se anexa a la presente y no se ha encontrado evidencias de plagio en su realización. El autor de dicho trabajo, estudiante de Maestría en Ingeniería, RAMIRO RESÉNDIZ BADILLO, es el responsable de la autenticidad y originalidad del mismo y; manifiesta que para su desarrollo ha utilizado diversas citas para su soporte, mismas que han sido marcadas a lo largo del mismo y listadas al final como REFERENCIAS bibliográficas.

Se extiende la presente para la continuación del proceso de obtención del grado de Maestría en



ATENTAMENTE Excelencia en Educación Tecnológica "la tierra será como sean los hombres"

> DIVISIÓN DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

6helt

GABRIELĂ PINEDA CHACÓN JEFA DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

C.c.p. Coordinación de maestría Archivo

Jany\*



Av. Tecnológico s/n esq. Mariano Escobedo, Col. Centro, C.P. 76000, Querétaro, Qro.

Querétaro, Qro. Plantel Centro tel. 01(442) 2274400 ext. 4421 Plantel Norte tel. 01(442) 2435554 e-mail: depin@queretaro.tecnm.mx tecnm.mx | queretaro.edu.mx







Instituto Tecnológico de Querétaro División de Estudios de Posgrado e Investigación

> Querétaro, Qro. 05/octubre/2021 Oficio No. DEPI/229/2021

EDUCACIÓN

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE QUERÉTARO

DIVISIÓN DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

RAMIRO RESÉNDIZ BADILLO ESTUDIANTE MAESTRÍA EN INGENIERÍA PRESENTE

De acuerdo con el Reglamento para Exámenes Profesionales de la Dirección General de Educación Superior Tecnológica, se le autoriza la impresión de la Tesis, para obtener el Grado de MAESTRÍA EN INGENIERÍA, titulada:

"CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN FISICOQUÍMICA DE POLÍMEROS BIODEGRADABLES DE PRODUCTOS DE CONSUMO DIARIO DE UN SOLO USO"

Para el correspondiente Examen de Grado.

A TENTAMENTE Excelencia en Educación Tecnológica "La tierra será, como sean los hombres"

A

GABRIELA PINEDA CHACÓN JEFA DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

ccp. Coordinación de Maestría Archivo

Jany\*



Av. Tecnológico s/n esq. Mariano Escobedo, Col. Centro, C.P. 76000, Querétaro, Qro. Plantel Centro tel. 01(442) 2274400 ext. 4421 Plantel Norte tel. 01(442) 2435554 e-mail: depin@queretaro.tecnm.mx tecnm.mx | queretaro.edu.mx



Santiago de Querétaro, Qro. 22 de noviembre de 2021.

El que suscribe, egresado de MAESTRÍA EN INGENIERÍA; de manera libre y voluntaria autorizo al Centro de Información del Tecnológico Nacional de México Campus Querétaro a difundir la obra de mi autoría con el Título del trabajo <u>CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN FISICOQUÍMICA DE POLÍMEROS</u> BIODEGRADABLES DE PRODUCTOS DE CONSUMO DIARIO DE UN SOLO USO

Para fines académicos, científicos y tecnológicos, mediante formato CD-ROM o digital, desde Internet, Intranet y en general cualquier formato conocido o por conocer.

Dicha obra estará disponible al estudiantado de esta Institución a partir del 22 de noviembre de 2021, fecha en la cual se puede difundir la obra.

Postulante: Ramiro Reséndiz Badillo

No. de Control: M19141442

Correo electrónico: dr.ramirorb96@gmail.com

**Título de la obra:** Caracterización y evaluación fisicoquímica de polímeros biodegradables de productos de consumo diario de un solo uso

Área del conocimiento: Ingeniería (materiales y nanotecnología)

Palabras clave de la obra: polímeros biodegradables, caracterización fisicoquímica, compatibilidad

Redillo

NOMBRE Y FIRMA

## NDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS	IX
ÍNDICE DE TABLA	XIV
ACRÓNIMOS	XVII
AGRADECIMIENTOS	XVIII
RESUMEN	XIX
ABSTRACT	XXII
KEYORDS	XXIV
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO	3
1.1 DEFINICIÓN DE POLÍMERO	3
1.2 CLASIFICACIÓN DE LOS POLÍMEROS	4
1.2.1 POLÍMEROS SEGÚN EL TIPO DE REACCIÓN	4
1.2.1.1 POLÍMEROS OBTENIDOS POR ADICIÓN	4
1.2.1.2 POLÍMEROS OBTENIDOS POR CONDENSACIÓN	5
1.2.2 POLÍMEROS SEGÚN LA ESTRUCTURA DE LA CADENA CARBONADA	5
1.2.2.1 POLÍMEROS LINEALES	5
1.2.2.2 POLÍMEROS RAMIFICADOS	6
1.2.2.3 POLÍMEROS ENTRECRUZADOS	6
1.2.3 POLÍMEROS SEGÚN SU ESTRUCTURA PRIMARIA	6
1.2.3.1 HOMOPOLÍMEROS	6
1.2.3.2 COPOLÍMERO	7
1.2.4 POLÍMEROS SEGÚN SUS PROPIEDADES	8
1.2.4.1 POLÍMEROS TERMOPLÁSTICOS	8
1.2.4.2 POLÍMEROS TERMOFIJOS	8
1.2.4.3 ELASTÓMEROS	9
1.3 POLÍMEROS BIODEGRADABLES	9
1.3.1 DEFINICIÓN DE POLÍMERO BIODEGRADABLE	9
1.3.2 CLASIFICACIÓN DE POLÍMEROS BIODEGRADABLES	9

iii

1.3.3 ÁCIDO POLILÁCTICO (PLA)	11
1.3.4 POLI (BUTILÉN ADIPATO-CO-TEREFTALATO) (PBAT)	14
1.3.5 Almidón	15
1.3.5.1 ALMIDÓN TERMOPLÁSTICO (TPS)	16
1.3.6 ALTERNATIVA TECNOLÓGICA: POLÍMEROS OXO-BIODEGRADA	BLES 17
1.4 OPCIONES DE GESTIÓN DE RESIDUOS PARA POLÍMEROS BIODEC	GRADABLES Y DE BASE BIOLÓGICA. 17
1.4.1 RECICLAJE MECÁNICO Y QUÍMICO	17
1.4.2 INCINERACIÓN CON RECUPERACIÓN DE ENERGÍA	19
1.4.3 RELLENO SANITARIO	19
1.4.4 TRATAMIENTOS DE RESIDUOS BIOLÓGICOS: BIODEGRADACIÓN E	E BIOPLÁSTICOS EN CONDICIONES DE COMPOSTAJE
AERÓBICO Y DIGESTIÓN ANAERÓBICA	20
1.4.4.1 BIODEGRADACIÓN	20
1.4.4.2 COMPOSTAJE	21
1.4.4.3 COMPOSTAJE AERÓBICO	22
1.4.4.4 COMPOSTAJE ANAERÓBICO (DIGESTIÓN ANAERÓBICA)	23
1.4.4.5 ETAPAS DEL PROCESO DE COMPOSTAJE	23
1.4.4.6 CONDICIONES DE LA COMPOSTA	25
1.4.4.7 VARIABLES FÍSICO-QUÍMICAS PARA LA VALORACIÓN DEL PROC	ESO DE COMPOSTAJE 27
1.5 ENSAYOS DE BIODEGRADABILIDAD DE MATERIALES POLIMÉRICO	OS COMPOSTABLES 29
1.5.1 DEFINICIONES RELACIONADAS CON LAS PRUEBAS DE BIODEG	RADACIÓN (FOLINO, KARAGEORGIOU, CALABRÒ, &
Komilis , 2020)	29
1.5.2 PRINCIPALES ESTÁNDARES RELACIONADOS CON EL COMPOS	TAJE Y LAS PRUEBAS DE BIODEGRADABILIDAD 31
1.5.2.1 NORMAS PARA EVALUAR LA BIODEGRADACIÓN DE BIOPLÁS	TICOS EN CONDICIONES DE COMPOSTAJE
AERÓBICO 31	
1.5.2.2 NORMAS PARA EVALUAR LA BIODEGRADACIÓN DE BIOPLÁS	TICOS EN CONDICIONES DE COMPOSTAJE
ANAERÓBICO (DIGESTIÓN ANAERÓBICA)	33
1.5.2.3 NORMAS MEXICANAS PARA EVALUAR LA BIODEGRADACIÓN	Y COMPOSTABILIDAD DE BIOPLÁSTICOS 34
1.6 MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN	35
1.6.1 ESPECTROSCOPIA FT-IR Y MICRO-RAMAN	35
1.6.2 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)	36
1.6.3 CALORIMETRÍA DE BARRIDO DIFERENCIAL (DSC)	36
1.7 MÉTODOS DE PRUEBA DE COMPOSTABILIDAD	38
1.7.1 DURANTE EL PROCESO DE COMPOSTAJE	38
1.7.1.1 PH	38
	iv

1.7.1.2 TEMPERATURA	38
1.7.1.3 OBSERVACIONES VISUALES (OPCIONAL)	38
1.7.2 DESPUÉS DEL PROCESO DE COMPOSTAJE	38
1.7.2.1 PRUEBA DE DESINTEGRACIÓN FÍSICA	38
1.7.2.2 OBSERVACIONES VISUALES	39
1.7.2.3 PRUEBA DE EVALUACIÓN DE TOXICIDAD DEL COMPOST (PRUEBA DE GERMINAD	o) 39
CAPITULO 2. ANTECEDENTES	41
2.1 APLICACIÓN DE LA ESPECTROSCOPIA FT-IR Y MICRO-RAMAN	41
2.2 ANÁLISIS DE DEGRADABILIDAD MEDIANTE MICROSCOPÍA DE BARRIDO CON ELECTRO	NES (MBE) 45
2.3 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)	46
2.4 COMPOSTABILIDAD	48
CAPITULO 3. METODOLOGÍA	51
3.1 Metodología general	51
3.2 ADQUISICIÓN DE MUESTRAS	52
3.3 IDENTIFICACIÓN DE LOS POLÍMEROS PRESENTES EN LA MUESTRA	53
3.3.1 ANÁLISIS QUÍMICO ESTRUCTURAL (AQE)	53
3.3.1.1 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FT-IR)	54
3.3.1.2 ESPECTROSCOPIA MICRO-RAMAN	55
3.3.1.3 DICTAMEN DEL ANÁLISIS QUÍMICO ESTRUCTURAL (AQE)	57
3.4 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL	58
3.5 PROCESO DE COMPOSTAJE	59
3.5.1 PRUEBA DE COMPOSTABILIDAD	61
3.6 CARACTERIZACIÓN DEL SISTEMA DE COMPOSTAJE	64
3.6.1 ANÁLISIS VISUAL	64
3.6.1.1 PRUEBA DE DESINTEGRACIÓN FÍSICA	64
3.7 CALORIMETRÍA DIFERENCIA DE BARRIDO (DSC)	65
3.8 PRUEBA DE GERMINACIÓN DE SEMILLAS PARA LA EVALUACIÓN DE LA TOXICIDAD DEL C	OMPOST 66
CAPITULO 4. RESULTADOS	69
4.1 ANÁLISIS QUÍMICO ESTRUCTURAL (AQE)	69
4.1.1 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FT-IR)	69

v

4.1.1.1 CA	RACTERIZACIÓN DE POLÍMEROS DE ALTO GRADO DE PUREZA TOMADOS COMO DE REFERENCIA (PLA	, PBAT,
ALMIDÓN Y	PE)	69
4.1.1.2	RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS DE BOLSAS	74
4.1.1.2.1	MUESTRA B1 (CATALOGADA COMO BOLSA DE PBAT)	74
4.1.1.2.2	MUESTRA B2 (CATALOGADA COMO BOLSA DE PLA)	75
4.1.1.2.3	MUESTRA B3 (CATALOGADA COMO BOLSA DE POLIETILENO-ALMIDÓN)	76
4.1.1.2.4	MUESTRA B4 (CATALOGADA COMO BOLSA OXODEGRADABLE)	77
4.1.1.2.5	MUESTRA B5 (CATALOGADA COMO BOLSA DE DERIVADOS DE MAÍZ)	78
4.1.1.2.6	MUESTRA B6 (CATALOGADA COMO BOLSA COMPOSTABLE)	79
4.1.1.2.7	MUESTRA B7 (CATALOGADA COMO BOLSA BIODEGRADABLE)	81
4.1.1.2.8	TABLA DE INDEXACIÓN DE PICOS DE MUESTRAS DE BOLSAS	82
4.1.1.3	CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS DE POPOTES	85
4.1.1.3.1	MUESTRA P1 (CATALOGADA COMO POPOTE DE ALMIDÓN)	85
4.1.1.3.2	MUESTRA P2 (CATALOGADA COMO POPOTE RECICLABLE-BIODEGRADABLE)	86
4.1.1.3.3	MUESTRA P3 (CATALOGADA COMO POPOTE DE ALMIDÓN)	87
4.1.1.3.4	MUESTRA P4 (CATALOGADA COMO POPOTE COMPOSTABLE)	88
4.1.1.3.4 T	ABLA DE INDEXACIÓN DE PICOS DE MUESTRAS DE POPOTES	89
4.1.2 E	SPECTROSCOPIA MICRO-RAMAN (RAMAN)	92
4.1.2.1	RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DE POLÍMEROS DE ALTO GRADO DE PUREZA TOMADOS COM	10 DE
REFERENC	IA (PLA, PBAT, ALMIDÓN Y PE)	92
4.1.2.2	CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS DE BOLSAS	97
4.1.2.2.1	MUESTRA B1 (CATALOGADA COMO BOLSA DE PBAT)	97
4.1.2.2.2	MUESTRA B2 (CATALOGADA COMO BOLSA PLA)	98
4.1.2.2.3	MUESTRA B3 (CATALOGADA COMO BOLSA DE POLIETILENO-ALMIDÓN)	99
4.1.2.2.4	MUESTRA B4 (CATALOGADA COMO BOLSA OXODEGRADABLE)	100
4.1.2.2.5	MUESTRA B5 (CATALOGADA COMO BOLSA DE DERIVADOS DE MAÍZ)	102
4.1.2.2.6	MUESTRA B6 (CATALOGADA COMO BOLSA COMPOSTABLE)	103
4.1.2.2.7	MUESTRA B7 (CATALOGA COMO BOLSA BIODEGRADABLE)	104
4.1.2.2.8	TABLA DE INDEXACIÓN DE PICOS DE MUESTRAS DE BOLSAS	106
4.1.2.3	CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS DE POPOTES	109
4.1.2.3.1	MUESTRA P1 (CATALOGADA COMO POPOTE DE ALMIDÓN)	109
4.1.2.3.2	MUESTRA P2 (CATALOGADA COMO POPOTE RECICLABLE-BIODEGRADABLE)	110
4.1.2.3.3	MUESTRA P3 (CATALOGADA COMO POPOTE DE ALMIDÓN)	111
4.1.2.3.4	MUESTRA P4 (CATALOGADA COMO POPOTE COMPOSTABLE)	112
		vi

4.1.2.3.5 TABLA DE INDEXACIÓN DE PICOS DE MUESTRAS DE POPOTES	114
4.1.3 DICTAMEN DEL ANÁLISIS QUÍMICO ESTRUCTURAL (AQE)	117
4.2 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL PREVIO AL PROCESO DE COMPOSTAJE	118
4.2.1 MUESTRA B1 (CATALOGADA COMO BOLSA DE PBAT)	118
4.2.1 MICROANÁLISIS DE ÁREA	118
4.2.1.2 MICROANÁLISIS PUNTUAL DE ZONAS	119
4.2.1.3 MICROANÁLISIS DE MAPEOS	121
4.2.2 MUESTRA B2 (CATALOGADA COMO BOLSA DE PLA)	123
4.2.2.2 MICROANÁLISIS PUNTUAL DE ZONAS	124
4.2.2.3 MICROANÁLISIS DE MAPEOS	126
4.2.3 MUESTRA B5 (CATALOGADA COMO BOLSA DE DERIVADOS DE MAÍZ)	128
4.2.3.1 MICROANÁLISIS DE ÁREA	128
4.2.3.2 MICROANÁLISIS PUNTUAL DE ZONAS	129
4.2.3.3 MICROANÁLISIS DE MAPEOS	131
4.3 PROCESO DE COMPOSTAJE	133
4.3.1 PRUEBA DE COMPOSTABILIDAD	133
4.3.1.1 MUESTRA DE REFERENCIA (CELULOSA)	133
4.3.1.2 MUESTRA B1 (CATALOGADA COMO BOLSA DE PBAT)	134
4.3.1.3 MUESTRA B2 (CATALOGADA COMO BOLSA DE PLA)	135
4.3.1.4 MUESTRA B3 (CATALOGADA COMO BOLSA DE POLIETILENO-ALMIDÓN)	136
4.3.1.5 MUESTRA B4 (CATALOGADA COMO BOLSA OXODEGRADABLE)	137
4.3.1.6 MUESTRA B5 (CATALOGADA COMO BOLSA DE DERIVADOS DE MAÍZ)	138
4.3.1.7 MUESTRA P1 (CATALOGADA COMO POPOTE DE ALMIDÓN)	139
4.3.1.8 MUESTRA P4 (CATALOGADA COMO "COMPOSTABLE")	140
4.3.2 MONITOREO DE VARIABLES EN EL PROCESO DE COMPOSTAJE	141
4.3.3 ANÁLISIS ESTADÍSTICO	143
4.3.4 CARACTERIZACIÓN DEL COMPOST	146
4.3.4.1 OBSERVACIÓN VISUAL	146
4.3.4.2 ANÁLISIS DE DESINTEGRACIÓN FÍSICA	150
4.3.4.3 MUESTRA B5 (BOLSA DE DERIVADOS DE MAÍZ)	150
4.3.4.4 MUESTRA DE REFERENCIA (CELULOSA)	152
4.3.5 ESTUDIO DE LOS CAMBIOS DE PESOS PREVIOS Y POSTERIORES DE LAS MUESTRAS SOMETIDAS AL PROCI	ESO DE
COMPOSTAJE	153
4.3.6 ANÁLISIS MORFOLÓGICO DESPUÉS DEL PROCESO DE COMPOSTAJE	155
	vii

4.3.6.1	MUESTRA B1 (CATALOGADA COMO BOLSA DE PBAT)	155
4.3.6.2	MUESTRA B2 (CATALOGADA COMO BOLSA DE PLA)	157
4.3.6.3	MUESTRA B3 (CATALOGADA COMO BOLSA DE POLIETILENO-ALMIDÓN)	158
4.3.6.4	MUESTRA B4 (CATALOGADA COMO BOLSA OXODEGRADABLE)	160
4.3.6.5	MUESTRA B5 (CATALOGADA COMO BOLSA DE DERIVADOS DE MAÍZ)	162
4.3.6.6	MUESTRA P1 (CATALOGADO COMO POPOTE DE ALMIDÓN)	164
4.3.6.7	MUESTRA P4 (CATALOGADO COMO POPOTE COMPOSTABLE)	165
4.3.7 P	RUEBA DE GERMINACIÓN DE SEMILLAS PARA LA EVALUACIÓN DE LA TOXICIDAD DEL COMPOST	167
4.4 CAI	ORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)	169
4.4.1 RES	ULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DE POLÍMEROS BIODEGRADABLES DE ALTO GRADO DE PUREZA TOM	IADOS
COMO DE F	REFERENCIA (PLA GRADO INDUSTRIAL (PLA-GI)), (PLA GRADO REACTIVO (PLA-GR)) Y (PBAT)	169
4.4.2 MUE	STRA B1 (BOLSA CATALOGADA COMO PBAT)	170
4.4.4 MUE	STRA B5 (BOLSA DE FÉCULA DE MAÍZ)	172
4.4.5 TABI	A DE TEMPERATURAS, $(T_G)$ , $(T_C)$ Y $(T_M)$ DE MUESTRAS DE BOLSAS	173
CAPÍTUL	O 5. CONCLUSIONES	176
BIBLIOG	RAFÍA	179
ANEXOS		185
ANEXO 1	. ESPECTROS DE REFERENCIA DEL (PLA)	185
ANEXO 2	. ESPECTROS DE REFERENCIA DEL (PBAT)	186
ANEXO 3	. TABLA DE ESPECTRO IR POR RANGO DE FRECUENCIA	187
ANEXO 4	. TABLA DE ESPECTRO RAMAN POR RANGO DE FRECUENCIA	192

# ÍNDICE DE FIGURAS

Figura. 1. Representación de un polímero, poli (cloruro de vinilo), en donde se aprecia la unidad mínima	de
repetición, el cual es un monómero el cual se llama cloruro de etilo.	_ 3
Figura. 2. El poliestireno (PS) es un tipo de polímero que fue sintetizado mediante la polimerización del estireno	. 4
Figura. 3. el poli (etilén tereftalato) conocido como PET es un polímero policondensado. Este se obtiene	la
transesterificación del tereftalato de dimetilo con etilenglicol.	_ 5
Figura. 4. Estructura de un polímero lineal (Sebastían & Anbinder, 2011)	_ 6
Figura. 5. Estructura de un polímero ramificado (Sebastían & Anbinder, 2011)	_ 6
Figura. 6. Estructura de un polímero entrecruzado (Sebastían & Anbinder, 2011).	_ 6
Figura. 7. Estructura característica de un homopolímero (Sebastían & Anbinder, 2011).	_ 7
Figura. 8. Estructura característica de un copolímero (Reynoso, 2019).	_ 7
Figura. 9. Esquematización de tipos de copolímeros (Beltrán & Marcilla , 2012).	_ 7
Figura. 10. Resina fenol-formaldehído es un ejemplo claro de un polímero termofijo (Young, 1983).	_ 8
Figura. 11. Ejemplo de un proceso de biodegradación de un polímero (Conasi, 2020).	_ 9
Figura. 12. Clasificación general de los polímeros biodegradables sugerida por (Ebnesajjad, 2012).	10
Figura. 13. Tipos de bioplásticos, tanto biodegradables como no biodegradables, y ejemplos (European Bioplastic	CS,
2020)	11
Figura. 14. Unidad estructural del polímero PLA (Young, 1983).	12
Figura. 15. Vasos desechables compuestos por PLA (Gómez Paniagua , 2015).	13
Figura. 16. Estructura química del PBAT (Gómez Paniagua , 2015).	14
Figura. 17. Estructura química de la amilosa (Brandrup, Immergut, & Grulke, 1999)	15
Figura. 18. Almidón termoplástico biodegradable: Pelet (A). Espuma (B). Película (C) (S. Villada, Acosta, & Velaso	20,
2008)	15
Figura. 19. Reciclado mecánico de plásticos (Residuos profesional , 2019).	18
Figura. 20. Ejemplo de un proceso de biodegradación de un polímero (Conasi, 2020).	20
Figura. 21. Vista pictórica de botellas de ácido poliláctico (PLA) expuestas a 30 días en condiciones de compo	ost
(Folino, Karageorgiou, Calabrò, & Komilis , 2020).	22
Figura. 22. Evolución de la temperatura y el pH durante el proceso de compostaje con respeto a la degradación	de
polímeros (Conasi, 2020)	24
Figura. 23. Determinación de T <sub>g</sub> y T <sub>m</sub> por cambios en su volumen específico	37
Figura. 24. Metodología general del proyecto de caracterización fisicoquímica de polímeros biodegradables	de
productos de consumo diario de un solo uso	51
Figura. 25. Espectrómetro FTIR Thermo Scientific Nicolet 6700.	54
	ix

Figura. 26. Protocolo de análisis por sección para el estudio en FT-IR de las muestras de bolsas	55
Figura. 27. Microscopio DXR3 micro-Raman Thermo Fisher Scientific.	56
Figura. 28. Protocolo de análisis por sección para el estudio en micro-Raman de las muestras de bolsas.	56
Figura. 29. Formato en el cual se desarrolló la tabla de indexación química de los picos más relevantes de	las
muestras de bolsas, popotes y de los polímeros con alto grado de pureza tomados de referencia.	57
Figura. 30. Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6390LV / LGS.	58
Figura. 31. Centro Nacional de Metrología (CENAM). Municipio El Marqués, Querétaro, México.	59
Figura. 32. Charola de 50 cavidades utilizada para el proceso de compostaje y germinación	60
Figura. 33. Tipo de sustrato (compost) empleado para el dimensionamiento de los sistemas de compostaje.	60
Figura. 34. Colocación de muestras en la prueba de compostaje: a) bolsas y b) popotes	61
Figura. 35. Etiquetado de las muestras con respecto al intervalo de tiempo de su evaluación y monitoreo (sema	ına,
mes y para 90 día)	62
Figura. 36. Instrumento genérico de estudio de suelos	62
Figura. 37. Formato de informe de seguimiento de las muestras en el sistema de compostaje.	63
Figura. 38. Protocolo para el análisis visual de la fase de caracterización de la prueba de compostabilidad	: a)
cavidad con muestra y b) papel aluminio con el contenido extendido de composta y muestra.	64
Figura. 39. Analizador térmico diferencial DSC, marca TA Instruments, modelo: DSC2920.	65
Figura. 40. Representación de la colocación de muestra en el analizador térmico diferencial DSC: a) crisoles	de
aluminio, b) tapas de aluminio para los crisoles y c) carga de crisoles en la celda del analizador	66
Figura. 41. Cavidades con capa de sustrato a 3 cm utilizadas para la prueba de germinación de semilla.	67
Figura. 42. Semillas de rábano que se utilizaron en la prueba (Hortaflor, 2020).	67
Figura. 43. Protocolo que se aplica para la prueba de germinación en las muestras de bolsas y popotes: a) ensa	ayo
1: cavidad con semillas sin muestra, b) ensayo 2: cavidad con semillas envuelta en muestra y c) ensayo 3: cavid	dad
con semillas debajo de muestra	68
Figura. 44. Espectros FT-IR de los polímeros de alto grado de pureza tomados como referencia: a) espectro	FT-
IR del ácido poliláctico (PLA), b) espectro FT-IR poli (Butilén Adipato-co-Tereftalato) (PBAT), c) espectro FT-IR	del
almidón y d) espectro FT-IR del polietileno (PE)	69
Figura. 45. Espectro FTIR de la muestra B1 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados co	mo
de referencia.	74
Figura. 46. Espectro FT-IR de la muestra B2 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados co	mo
de referencia.	75
Figura. 47. Espectro FT-IR de la muestra B3 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados co	mo
de referencia.	76

Figura. 48. Espectro FT-IR de la muestra B4 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como
de referencia77
Figura. 49. Espectro FT-IR de la muestra B5 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como
de referencia78
Figura. 50. Espectro FT-IR de la muestra B6 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como
de referencia79
Figura. 51. Espectro FT-IR de la muestra B7 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como
de referencia81
Figura. 52. Espectro FT-IR de la muestra P1 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como
de referencia85
Figura. 53. Espectro FT-IR de la muestra P2 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como
de referencia86
Figura. 54. Espectro FT-IR de la muestra P3 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como
de referencia87
Figura. 55. Espectro FT-IR de la muestra P4 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como
de referencia 88
Figura. 56. Espectros Raman de los polímeros de alto grado de pureza tomados de referencia: a) espectro Raman
del ácido poliláctico (PLA), b) espectro Raman poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT), c) espectro Raman del
almidón y d) espectro Raman del polietileno (PE) 92
Figura. 57. Espectro Raman de la muestra B1 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados
como de referencia97
Figura. 58. Espectro Raman de la muestra B2 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados
como de referencia 98
Figura. 59. Espectro Raman de la muestra B3 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados
como de referencia 99
Figura. 60. Espectro Raman de la muestra B4 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados
como de referencia 100
Figura. 61. Espectro Raman de la muestra B5 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados
como de referencia 102
Figura. 62. Espectro Raman de la muestra B6 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados
como de referencia 103
Figura. 63. Espectro Raman de la muestra B7 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados
como de referencia 104

Figura. 64. Espectro Raman de la muestra P1 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados
como de referencia 109
Figura. 65. Espectro Raman de la muestra P2 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados
como de referencia 110
Figura. 66. Espectro Raman de la muestra P3 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados
como de referencia 111
Figura. 67. Espectro Raman de la muestra P4 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados
como de referencia 112
Figura. 68. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B1: a) aumento a 1000X y b) aumento a 5000X 118
Figura. 69. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B1: zonas puntuales 119
Figura. 70. Análisis elemental por mapeo seleccionadas en la muestra B1: a) partículas seleccionadas para el
análisis elemental b) mapeos de la superficie particular de la muestra B1 121
Figura. 71. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B2: a) aumento a 1000X y b) aumento a 5000X 123
Figura. 72. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B2: zonas puntuales 124
Figura. 73. Análisis elemental por mapeo seleccionadas en la muestra B2: a) partículas seleccionadas para el
análisis elemental b) mapeos de la superficie particular de la muestra B2 126
Figura. 74. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B5: a) aumento a 1000X y b) aumento a 5000X 128
Figura. 75. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B5: zonas puntuales 129
Figura. 76. Análisis elemental por mapeo seleccionadas en la muestra B5: a) partículas seleccionadas para el
análisis elemental b) mapeos de la superficie particular de la muestra B5 131
Figura. 77. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra de referencia (celulosa), en donde el inciso a)
corresponde a los reportes semanales y el b) a los reportes mensuales 133
Figura. 78. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra B1, en donde el inciso a) corresponde a los
reportes semanales y el b) a los reportes mensuales 134
Figura. 79. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra B2, en donde el inciso a) corresponde a los
reportes semanales y el b) a los reportes mensuales 135
Figura. 80. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra B3, en donde el inciso a) corresponde a los
reportes semanales y el b) a los reportes mensuales 136
Figura. 81. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra B4, en donde el inciso a) corresponde a los
reportes semanales y el b) a los reportes mensuales 137
Figura. 82. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra B5, en donde el inciso a) corresponde a los
reportes semanales y el b) a los reportes mensuales 138
Figura. 83. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra P1, en donde el inciso a) corresponde a los
reportes semanales y el b) a los reportes mensuales 139
xii

Figura. 84. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra P1, en donde el inciso a) corresponde a los
reportes semanales y el b) a los reportes mensuales 140
Figura. 85. Promedios de temperaturas y pH de las muestras de bolsas y popotes en el proceso de compostaje.
142
Figura. 86. Análisis de desviación estándar de la variable de temperatura para las muestras sometidas al proceso
de compostaje 143
Figura. 87. Análisis de desviación estándar de la variable de pH para las muestras sometidas al proceso de
compostaje144
Figura. 88. Criba con un tamaño de malla de 2 mm, en donde en los círculos rojos se muestra los fragmentos de la
bolsa B5 150
Figura. 89. Residuo recuperado del proceso de tamizado, malla 2 mm de la muestra de bolsa B5 151
Figura. 90. Tamaño de partícula de composta < 2 mm de la muestra B5 151
Figura. 91. Criba con un tamaño de malla de 2 mm, en donde no se precia fragmentos del material de referencia
(celulosa) 152
Figura. 92. Tamaño de partícula de composta < 2 mm de la muestra de referencia (celulosa) 152
Figura. 93. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B1 después de 90 días en compostaje: a) aumento a
X1000 y b) aumento a X5000 155
Figura. 94. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B2 después de 90 día en compostaje: a) aumento a
X1000 y b) aumento a X5000 157
Figura. 95. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B3 después de 90 día en compostaje: a) aumento a
X1000 y b) aumento a X5000 158
Figura. 96. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B4 después de 90 día en compostaje: a) aumento a
X1000 y b) aumento a X5000 160
Figura. 97. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B5 después de 90 día en compostaje: a) aumento a
X1000 y b) aumento a X5000 162
Figura. 98. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra P1 después de 90 día en compostaje: a) aumento a
X1000 y b) aumento a X5000 164
Figura. 99. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra P4 después de 90 día en compostaje: a) aumento a
X1000 y b) aumento a X5000 165
Figura. 100. Termogramas DSC obtenidos de las muestras de los polímeros biodegradables de alto grado de
pureza tomados como de referencia: poli (Butilén Adipato-co-Tereftalato) (PBAT), ácido poliláctico grado reactivo
(PLA-GR) y ácido poliláctico grado industrial (PLA-GI) 169
Figura. 101. Termogramas DSC de la muestra B1 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados
como de referencia biodegradables: a) grafico general y b) ampliación en la región de 110°C a 120°C 170
xiii

Figura. 102. Termogramas DSC de la muestra B2 en comparación con polímeros de alto grado de pureza	tomados
como de referencia biodegradables	171
Figura. 103. Termogramas DSC de la muestra B5 en comparación con polímeros de alto grado de pureza	tomados
como de referencia biodegradables: a) grafico general y b) ampliación en la región de 110°C a 130°C	172
Figura. 104. Comparación de termogramas DSC de las muestras B1, B2 y B5	175

# ÍNDICE DE TABLA

Tabla 1. Ejemplificación de algunos monómeros en contraste con su unidad de repetición que es base funda	amental			
del desarrollo de un polímero.	3			
Tabla 3. Condiciones óptimas para el compostaje rápido y aeróbico (Rudnik, 2008).				
Tabla 4. Normas para evaluar la biodegradación de bioplásticos en condiciones de compostaje aeróbico (R	uggero,			
Gori, & Lubello, 2019)	31			
Tabla 5. Normas para evaluar la biodegradación de bioplásticos en condiciones de compostaje aeróbico (R	uggero,			
Gori, & Lubello, 2019)	33			
Tabla 6. Normas mexicanas vigentes para evaluar la biodegradación y compostabilidad de bioplásticos	(Diario			
Oficial de la Federación, 2019).	34			
Tabla 7. Bandas de absorción características FTIR para PLA y PBAT (Correa-Pacheco, y otros, 2019).	43			
Tabla 8. Bandas Raman observadas en el almidón y sus asignaciones de modo vibratorio (H. Holder, 2012	<u>?</u> ) 44			
Tabla 9. Muestras de bolsas que se sometieron a las técnicas de caracterización.	52			
Tabla 10. Muestras de popotes que se sometieron a las técnicas de caracterización.	53			
Tabla 11. Muestras de polímeros de referencia que se sometieron a las técnicas de caracterización.	53			
Tabla 12. Descripción de las dimensiones de la charola				
Tabla 13. Especificaciones del instrumento que se utilizó para monitorear las variables de temperatura, el	pH y el			
porcentaje de humedad	62			
Tabla 14. Interpretación de los modos vibracionales encontrados para el ácido poliláctico (PLA).	70			
Tabla 15. Interpretación de los modos vibracionales encontrados para el poli (butilén adipato-co-tereftalato) (	(PBAT).			
	71			
Tabla 16. Interpretación de los modos vibracionales encontrados para el almidón.	72			
Fabla 17. Interpretación de los modos vibracionales encontrados para el polietileno (PE).				
Tabla 18. Tabla de correlación de indexación de picos más relevantes de muestras de bolsas en comparac	ión con			
picos de polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia	82			
	xiv			

Tabla 19. Tabla de correlación de indexación de picos más relevantes de muestras de bolsas en comparación con					
picos de polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia89					
Tabla 20. Interpretación de los modos vibracionales RAMAN encontrados para el ácido poliláctico (PLA) (Correa-					
Pacheco, y otros, 2019)					
Tabla 21. Interpretación de los modos vibracionales RAMAN encontrados para el poli (butilén adipato-co-tereftalato)					
(PBAT) (Correa-Pacheco, y otros, 2019)94					
Tabla 22. Interpretación de los modos vibracionales RAMAN encontrados para el almidón. (H. Holder, 2012)95					
Tabla 23. Interpretación de los modos vibracionales RAMAN encontrados para el polietileno (PE) (Larkin, 2011).        96					
Tabla 24. Tabla de correlación de indexación de picos más relevantes de muestras de bolsas en comparación con					
picos de polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia 106					
Tabla 25. Tabla de correlación de indexación de picos más relevantes de muestras de bolsas en comparación con					
picos de polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia 114					
Tabla 26. Resumen de resultados obtenidos en el análisis químico estructural (AQE), utilizando las técnicas de					
caracterización de espectroscopia infrarroja por transformada de fourier y espectroscopia raman 117					
Tabla 27. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de					
energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B1 119					
Tabla 28. Porcentajes de fracción de masa de elementos químicos presentes en las áreas puntuales 1,2,3 de la					
muestra B1 120					
Tabla 29. Rellenos y/o aditivos encontrados en la muestra B1 y su posible función en la misma (Xanthos, 2005).        122					
Tabla 30. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de					
energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B1 124					
Tabla 31. Porcentajes de fracción de masa de elementos químicos presentes en las áreas puntuales 1,2,3 de la muestra B2.         125					
Tabla 32. Rellenos y/o aditivos encontrados en la muestra B2 y su posible función en la misma (Xanthos, 2005).					
Tabla 33. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de					
energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B5 129					
Tabla 34. Porcentajes de fracción de masa de elementos químicos presentes en las áreas puntuales 1,2,3 de la					
muestra B5130					
Tabla 35. Rellenos y/o aditivos encontrados en la muestra B1 y su posible función en la misma (Xanthos, 2005).					
132					

 Tabla 36. Bitácora de registros de temperatura y pH de las muestras de popotes y bolsas sometidas a compostabilidad.
 141

Tabla 37. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B1 después de ser compostada 90 días.\_\_\_\_\_ 156 Tabla 38. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B2 después de ser compostada 90 días.\_\_\_\_\_ 158 Tabla 39. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B4 después de ser compostada 90 días. 159 Tabla 41. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B4 después de ser compostada 90 días.\_\_\_\_\_ 161 Tabla 42. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra P1 después de ser compostada 90 días.\_\_\_\_\_ 163 Tabla 43. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra P1 después de ser compostada 90 días.\_\_\_\_\_ 165 Tabla 44. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra P4 después de ser compostada 90 días. 166 Tabla 45. Análisis visual de muestras sometidas a compostaje (incluyendo el compost).166; Error! Marcador no definido.

 Tabla 46. Tabla de cambios en peso de muestras antes y después del proceso de compostaje.
 166¡Error!

 Marcador no definido.
 166;Error!

# ACRÓNIMOS

PLA	Ácido poliláctico		
PBAT	Poli (butilén adipato-co-tereftalato)		
PE	Polietileno		
PP	Polipropileno		
FT-IR	Espectroscopía infrarroja por transformada de fourier		
DSC	Calorimetría diferencial de barrido		
MBE	microscopía de barrido con electrones (MBE)		
EDX	Espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX)		
ISO	Organización Internacional de Normalización		
ASMD	Sociedad Americana para Pruebas y Materiales		
AQE	Análisis químico estructural		

#### AGRADECIMIENTOS

Agradezco a **Dios** que me ha dado la vida y la oportunidad de terminar esta importante etapa de mi vida, que me ha cuidado en cada momento, gracias por llevarme al camino de la verdad y de la sabiduría.

Agradezco intensamente a mi familia que siempre me han apoyado a lo largo de mi formación académica.

Agradezco profundamente al **Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT)** y por haberme apoyado con una beca para poder desarrollar este proyecto de maestría y en haber confiado en mí.

Agradezco de todo corazón al **Instituto Tecnológico de Querétaro (ITQ)** por haberme admitido y confiado en mi persona para estudiar un posgrado, también agradezco contundentemente a la <u>Dra. Esperanza Rodríguez Morales</u> porque siempre estuvo atenta de mí, y me guio académicamente y moralmente para llevar a cabo este proyecto, además, de confiar en mis actitudes, aptitudes, habilidades y valores, así también para mi asesor de tesis, el <u>Dr. José Arturo Toscano Giles</u> y a mi tutora la <u>Maestra Margarita</u> <u>Prieto Uscanga</u>.

Por otra parte, quiero dar gracias a los **DOCTORES** y **MAESTRAS** de la División de Posgrado e Investigación del ITQ, por haberme brindado un amplio conocimiento académico y moral.

Agradezco rotundamente al **Centro Nacional de Metrología (CENAM)** haberme abierto las puertas y brindarme todos los medios, plataformas tecnológicas, equipos y acervo académico para realizar este trabajo, en especial le quiero dar muchas gracias a mi <u>Co-Directora la Dra. Yadira Guadalupe Maldonado</u> porque siempre estuvo atenta de mí, y me guio académicamente y moralmente para llevar a cabo este proyecto, además, de confiar en mis actitudes, aptitudes, habilidades y valores. También agradezco al Dr. Armando López Miranda, M. en C. Saul Adrián Gallardo Heredia y al Ing. José Antonio Salas Téllez por haberme brindado su apoyo académico para el desarrollo y culminación de proyecto.

#### RESUMEN

Actualmente, la contaminación generada a partir de desechos plásticos generados a partir de productos denominados "de un solo uso" ha ido en aumento, debido a que, como su nombre lo indica, son productos que son utilizados una sola vez para luego ser desechados sin tener en cuenta una gestión apropiada de sus desechos. Los productos plásticos de un solo uso, generalmente, las bolsas y popotes están fabricados a partir de polímeros de origen petroquímico, tales como, el polietileno (PE) y polipropileno (PP), estos polímeros son resistentes, ligeros y flexibles, desafortunadamente, por su naturaleza, no son capaces de biodegradarse en condiciones ambientales.

Como una respuesta a esta problemática, se ha implementado el uso de polímeros biodegradables, tales como: el ácido poliláctico (PLA), poli (butilén adipato-co-tereftalato), polihidroxialcanoato (PHA) y mezclas de almidón, para la fabricación de este tipo de materiales, los cuáles, brindan una basta variedad de ventajas para la conservación del medio ambiente. El latente incremente en el uso de los polímeros biodegradables ha generado como respuesta una gran cantidad de normativas internacionales referentes al uso, caracterización, manejo y disposición de estos.

A nivel nacional, existen una serie de esfuerzos gubernamentales y normativos enfocados en prohibir el consumo de productos plásticos de un solo uso (bolsas de acarreo, popotes, contenedores, etc.) y sustituirlos por el uso de plásticos biodegradables-compostables, sin embargo, existe un gran desconocimiento sobre este tipo de materiales lo que complica la posible propuesta de reglamentos o leyes al respecto. Este desconocimiento genera una problemática en donde las empresas sintetizan materias primas y fabrican productos plásticos con denotación biodegradable, pero que, en algunos casos para disminuir los costos, estos productos no son fabricados con el grado de biodegradabilidad requerido.

Debido a lo mencionado anteriormente, en el presente trabajo se llevó a cabo la caracterización fisicoquímica de siete muestras de bolsas de acarreo y cuatro muestras de popotes, catalogados como biodegradables-compostables y/o oxodegradables, así como su evaluación a través de en un sistema de compostaje casero.

A partir de las técnicas de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR) y micro-Raman y el uso de materiales de alta pureza (usados como referencia) de Polietileno, Almidón, PLA y PBAT, se encontró que la bolsa B7 y los popotes P1, P2 y P3 no cumplieron con lo catalogado por el fabricante "biodegradable y/o compostable", ya que se identificó al polietileno (B7, P1 y P3) y/o polipropileno (P2) como principales polímeros de fabricación de

estas muestras. Respecto a las muestras de bolsas B1, B2, B3, B4, B5, B6 y P2 se identificó como principales polímeros de fabricación al PLA, PBAT y almidón. En base a estos resultados, a través de un sistema de compostaje casero, se evaluó el comportamiento de las muestras B1 (PLA/PBAT/almidón), B2 (PLA/PBAT), B3 (PE/almidón), B4 (PE/aditivo), B5(PBAT/almidón), P1 (PE/almidón) y P4 (PLA) durante 90 días, monitoreando el pH y la temperatura, usando como material de comparación o de referencia celulosa. Al finalizar el periodo de compostaje, la caracterización de la composta se realizó a través de una observación visual, así como, la determinación de los cambios o perdidas en masa de cada muestra, en donde, se encontró que la muestra B5 presento más del 50% de compostabilidad, las muestra P1 registro un 30% de compostabilidad, las muestras B1 y P4 alcanzaron un 10% de compostabilidad, mientras que las muestras B2, B3 y B4 no presentaron ningún avance en el proceso. Se observó que el retraso en el proceso de compostaje para algunas muestras se presentó en aquellas fabricadas a partir de una mezcla de PLA/PBAT/almidón. Posteriormente a partir de la prueba de desintegración física realizada a la muestra B5 y a la muestra de referencia de celulosa fue posible encontrar pequeños fragmentos de material de muestra B5 con un tamaño menor a 2 mm (tamizado de composta más muestra por malla 2 mm), con respecto a la muestra de referencia de celulosa no se observaron fragmentos en el material lo que indica un 100% de compostabilidad del material.

La evaluación de la toxicidad a través de una prueba de germinación se llevó a cabo mediante tres ensayos, semilla sin muestra, semilla envuelta y semilla debajo de la muestra de donde se encontró que las muestras de celulosa, B2 y B5 germinaron favorablemente en los tres ensayos, siendo un poco más lento el proceso en el ensayo de semilla debajo de la muestra; para las muestras B1, B3 y B4 solo se observó la germinación de semilla en el ensayo de semilla sin muestra y para las muestras P1 y P4 solo se observó la germinación en los ensayos de semilla sin muestra y semilla debajo de la muestra. Los resultados indican que las muestras catalogadas como biodegradables/compostables no alteran de forma significativa el proceso, sin embargo, es necesario la aplicación de métodos de estandarización que apoyen en la identificación de aquellos factores principales que influyen en este proceso.

Mediante la técnica de microscopía de barrido con electrones (MBE) se observaron los cambios morfológicos de las muestras antes y después del proceso de compostaje, encontrando para las muestras B1, B2, B5, P1 y P4 fabricadas de polímeros biodegadables y/o almidón incrustación del material de composta en la matriz del material, contrario a las muestras B3 y B4 fabricadas con polietileno y/o polipropileno, en donde, solo se observó adherencia superficial del material de composta a la matriz del polímero, así mismo, a partir

de un análisis por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) acoplado al MBE se identificó a partir de la composición química la presencia de aditivos en todas las muestras, siendo el principal el Silicio (Si).

Las muestras B1, B2 y B5 fabricadas a partir de PLA/PBAT/almidón, así como los polímeros de PBAT, PLA y almidón de alto grado de pureza fueron caracterizadas mediante la técnica de calorimetría diferencial de barrido (DSC) determinando las temperaturas de transición vítrea (Tg), temperaturas de fusión (Tm) y temperaturas de cristalización (Tc) correspondientes, encontrado que la muestra B5 presenta una curva característica similar al material de alta pureza de PBAT, con respecto a las muestras B1 y B2 se observaron curvas características similares a las de los polímeros PLA y PBAT de alto grado de pureza. Así mismo, para la muestra B1 se observa en base a la altura de los picos correspondientes a Tg y Tm que el porcentaje de PLA contenido es menor con respecto a la muestra B2, en la cual se observaron picos más prominentes a estas temperaturas, estos resultados se relacionan con los tiempos de compostabilidad observados para cada muestra, B1 con un 10% de avance en el proceso de compostabilidad, B2 con un 0% de avance y B5 con un 50% de avance, por lo que, se demuestra que las mezclas PLA/PBAT retardan el proceso de compostabilidad, influyendo de forma significativa el porcentaje de PLA contenido en las muestras. Por otro lado, en base a la bibliografía revisada, se encontró que PLA no se composta en condiciones de compostaje casero, debido a que requiere otros tratamientos adiciones que solo los ofrece un compostaje industrial con temperaturas de 60°C o más.

#### PALABRAS CLAVES

Polímeros biodegradables, caracterización fisicoquímica, compostabilidad

#### ABSTRACT

Currently, the pollution generated from plastic waste generated from products called "single use" has been increasing, because, as its name indicates, they are products that are used only once and then be disposed of without consider proper waste management. Single-use plastic products, generally, bags and straws are made from polymers of petrochemical origin, such as polyethylene (PE) and polypropylene (PP), these polymers are resistant, light and flexible, unfortunately, for their nature, they are not capable of biodegradation under environmental conditions.

As a response to this problem, the use of biodegradable polymers has been implemented, such as: polylactic acid (PLA), poly (butylene adipate-co-terephthalate), polyhydroxyalkanoate (PHA) and starch mixtures, for the manufacture of this type of materials, which provide a wide variety of advantages for the conservation of the environment. The latent increase in the use of biodegradable polymers has generated in response a large number of international regulations regarding the use, characterization, handling and disposal of these.

At the national level, there are a series of governmental and regulatory efforts focused on prohibiting the consumption of single-use plastic products (carry bags, straws, containers, etc.) and replacing them with the use of biodegradable-compostable plastics, however, there is a great lack of knowledge about this type of material, which complicates the possible proposal of regulations or laws in this regard. This ignorance generates a problem where companies synthesize raw materials and manufacture plastic products with biodegradable denotation, but in some cases to reduce costs, these products are not manufactured with the required degree of biodegradability.

Due to the aforementioned, in the present work the physicochemical characterization of seven samples of carry bags and four samples of straws, cataloged as biodegradable-compostable and / or oxodegradable, was carried out, as well as their evaluation through a system home composting.

From Fourier transform infrared (FT-IR) and micro-Raman spectroscopy techniques and the use of high purity materials (used as reference) of Polyethylene, Starch, PLA and PBAT, it was found that bag B7 and the straws P1, P2 and P3 did not comply with what was cataloged by the manufacturer as "biodegradable and / or compostable", since polyethylene (B7, P1 and P3) and / or polypropylene (P2) were identified as the main polymers of manufacture of these samples. Regarding the bag samples B1, B2, B3, B4, B5, B6 and P2, PLA, PBAT and starch were identified as the main manufacturing polymers. Based on these results, through a home xxii

composting system, the behavior of the samples B1 (PLA / PBAT / starch), B2 (PLA / PBAT), B3 (PE / starch), B4 (PE / additive), B5 (PBAT / starch), P1 (PE / starch) and P4 (PLA) for 90 days, monitoring pH and temperature, using cellulose as comparison or reference material. At the end of the composting period, the characterization of the compost was carried out through visual observation, as well as the determination of the changes or losses in mass of each sample, where it was found that sample B5 presented more than 50 % compostability, samples P1 registered 30% compostability, samples B1 and P4 reached 10% compostability, while samples B2, B3 and B4 did not show any progress in the process. It was observed that the delay in the composting process for some samples occurred in those made from a mixture of PLA / PBAT / starch. Subsequently, from the physical disintegration test carried out on the B5 sample and the cellulose reference sample, it was possible to find small fragments of B5 sample material with a size smaller than 2 mm (sieving of compost plus sample per 2 mm mesh), With respect to the cellulose reference sample, no fragments were observed in the material, which indicates 100% compostability of the material.

The evaluation of toxicity through a germination test was carried out through three tests, seed without sample, wrapped seed and seed below the sample, where it was found that the cellulose samples, B2 and B5 germinated favorably in the three tests, the process being a little slower in the seed test below the sample; for samples B1, B3 and B4 only seed germination was observed in the seed test without sample and for samples P1 and P4 only germination was observed in the seed tests without sample and seed below the sample. The results indicate that the samples classified as biodegradable / compostable do not significantly alter the process.

So, however, it is necessary to apply standardization methods that support the identification of those main factors that influence this process.

By means of the scanning electron microscopy technique (MBE) the morphological changes of the samples were observed before and after the composting process, finding for samples B1, B2, B5, P1 and P4 made of biodegradable polymers and / or starch incrustation of the compost material in the matrix of the material, contrary to samples B3 and B4 made with polyethylene and / or polypropylene, where only superficial adhesion of the compost material to the polymer matrix was observed, likewise, from an Analysis by X-ray energy dispersive discrimination spectrometry (EDX) coupled to MBE, the presence of additives in all samples was identified from the chemical composition, the main one being Silicon (Si).

Samples B1, B2 and B5 made from PLA / PBAT / starch, as well as polymers of PBAT, PLA and high-purity starch were characterized using the differential scanning calorimetry (DSC)

technique, determining the transition temperatures. vitreous (Tg), melting temperatures (Tm) and corresponding crystallization temperatures (Tc), found that sample B5 presents a characteristic curve similar to the high purity PBAT material, with respect to samples B1 and B2 characteristic curves were observed Similar to high purity PLA and PBAT polymers. Likewise, for sample B1 it is observed based on the height of the peaks corresponding to Tg and Tm that the percentage of PLA content is lower with respect to sample B2, in which more prominent peaks were observed at these temperatures, these The results are related to the compostability times observed for each sample, B1 with 10% progress in the compostability process, B2 with 0% progress and B5 with 50% progress, therefore, it is shown that the PLA / PBAT mixtures slow down the compostability process, significantly influencing the percentage of PLA contained in the samples. On the other hand, based on the reviewed literature, it was found that PLA is not composted under home composting conditions, because it requires other additional treatments that are only offered by industrial composting with temperatures of 60 ° C or more.

#### **KEYORDS**

Biodegradable polymers, physicochemical characterization, compostability

#### INTRODUCCIÓN

Una de las problemáticas medioambientales más severas es atribuida a los elevados niveles de desechos de plásticos, sobre todo, a los catalogados como de un solo uso (Ivar do Sul & Costa, 2014). Los plásticos de un solo uso son aquellos que se utilizan una vez, y que, por sus características son difíciles y poco viable de gestionar sus residuos, tal es el caso de las bolsas y los popotes que se utilizan para transportar mercancías y para beber líquidos, respectivamente, dos actividades comunes en la sociedad (Wagner, 2017). Generalmente, las bolsas y los popotes están hechos con polímeros de origen petroquímico, tales como, el polietileno (PE) y polipropileno (PP). Estos polímeros son resistentes, ligeros y flexibles, desafortunadamente, por su naturaleza, no son capaces de biodegradarse en condiciones ambientales.

México ocupa el puesto 12° en el ranking mundial basado en el consumo de plásticos y el 47% de sus industrias plásticas se dedica a la producción de plásticos de un solo uso (Shruti et al., 2020).

, el cual es un poliéster alifático termoplástico que generalmente se deriva de productos agrícolas. Tiene varias propiedades atractivas como su biocompatibilidad, alta resistencia, rigidez y termoplasticidad (Elsawy, Kim, Park, & Deep, 2017). Como el PLA exhibe propiedades únicas comparables al PET o al polipropileno (PP) (poliolefina), se ha utilizado preferiblemente en una amplia gama de aplicaciones (Elsawy, Kim, Park, & Deep, 2017).

Por otra parte, análogo al PLA, existe otro polímero prometedor con perspectivas de desarrollo en una amplia gama de aplicaciones, su nombre es el poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT), este polímero biodegradable posee propiedades mecánicas más flexibles y similares a las del polietileno (PE) de baja densidad (Jian, Xiangbin, & Xianbo, 2020).

Actualmente en México, a nivel gubernamental existe una serie de esfuerzos enfocados en prohibir el consumo de productos plásticos de un solo uso (bolsas de acarreo, popotes, contenedores, etc.) y sustituirlos por el uso de plásticos biodegradables-compostables, sin embargo, existe un gran desconocimiento sobre este tipo de materiales lo que complica la posible propuesta de reglamentos o leyes al respecto. Este desconocimiento genera una problemática en donde las empresas sintetizan materias primas y fabrican productos plásticos con denotación biodegradable, pero que, en algunos casos para disminuir los costos, estos productos no son fabricados con el grado de biodegradabilidad requerido.

1

La finalidad de la presente investigación radica en caracterizar fisicoquímicamente popotes y bolsas de acarreo de un solo uso, catalogados como "biodegradables-compostables" mediante análisis químico estructural (AQE) utilizando la espectroscopía infrarroja por transformada de fourier (FT-IR) y la espectroscopia micro-Raman. Estas técnicas de caracterización no son destructivas para el material a estudiar, y generan espectros que exhiben los distintos grupos químicos funcionales presentes en el material que, por ende, brindan información valiosa de la naturaleza del material, además de ser muy versátiles y fáciles de operar.

Por otro lado, una vez que se hayan identificados las bolsas y popotes que contengan polímeros potencialmente biodegradables, mediante el análisis químico estructural (AQE), estas se someterán a un proceso de compostaje casero, durante 90 días, El objetivo de esta prueba de compostabilidad radica en evaluar el tiempo y porcentaje de biodegradabilidad de las bolsas y popotes con base a la literatura.

Utilizando los métodos de prueba de compostabilidad, tales como, el procedimiento de tamizado y observaciones visuales se determina cuáles son las muestras que presentaron un deterioro o descomposición después de 90 días sometidas bajo condiciones de compostaje en condiciones ambientales.

Mediante el uso de microscopía de barrido con electrones (MBE) acoplado a espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) se estudian los cambios morfológicos de las muestras antes y durante el proceso de compostabilidad, así como de estudiar si las muestras poseen ciertas partículas relacionadas con la adicción de aditivos químicos y/o compuestos químicos.

Se aplica la técnica de calorimetría diferencial de barrido (DSC) para identificar las temperaturas de transición vítrea ( $T_g$ ), temperaturas de fusión ( $T_m$ ) y temperaturas de cristalización (Tc) con la finalidad de obtener información acerca de las posibles muestras que no se compostaron en 90 días, y que, en el análisis químicos estructural (AQE) resultaron ser potencialmente biodegradables, además de dar soporte de información con respecto a las anteriores técnicas acerca de la naturaleza de los popotes y bolsas

Finalmente, se implementa una prueba de toxicidad para para evaluar el efecto del material compostado sobre el germinado y crecimiento de semillas la cual esta referenciada y sugerida por ASTM D6400-19.

## **CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO**

#### 1.1 Definición de polímero

El término "polímero" deriva de la palabra griega πολύς (polus, que significa "muchos, mucho") y μέρος (meros, que significa "parte") (Encyclopaedia Britannica, 2020).Un polímero es una molécula grande compuesta de muchas unidades de repetición más pequeñas (monómeros) unidas por enlaces covalentes. (IUPAC, 1997)



poli(cloruro de vinilo)

Figura. 1. Representación de un polímero, poli (cloruro de vinilo), en donde se aprecia la unidad mínima de repetición, el cual es un monómero el cual se llama cloruro de etilo.

El monómero se define como aquella molécula que puede someterse a polimerización, contribuyendo así con unidades constitucionales a la estructura esencial de una macromolécula (Wade, 2012). En la tabla 1 de muestran algunos ejemplos de monómeros.

Tabla 1. Ejemplificación de algunos monómeros en contraste con su unidad de repetición que
es base fundamental del desarrollo de un polímero.

Polímero	Formula del monómero	Unidad de repetición del polímero
Polietileno	$H_2C = CH_2$	$\pm CH_2 - CH_2 \pm_n$
Polipropileno	$H C = C H_3$	$\begin{array}{c} CH_{3} \\ CH_{2} - CH - \\ n \end{array}$
Poliestireno	H H H H	$CH_2$ $CH_1$ $n$

La característica esencial de un monómero es la polifuncionalidad, esto es, la capacidad de formar enlaces químicos con al menos otras dos moléculas de monómero (Wade, 2012). La funcionalidad de una molécula se refiere a su capacidad de interconexión, o al número de sitios que tiene disponible para la unión con otras moléculas (Wade, 2012).

### 1.2 Clasificación de los polímeros

Según (Carey, 2006) se pueden clasificar a los polímeros mediante el tipo de reacción, el crecimiento de la macromolécula, la estructura y sus propiedades.

### 1.2.1 Polímeros según el tipo de reacción

### 1.2.1.1 Polímeros obtenidos por adición

Son polímeros que se obtuvieron mediante un proceso de polimerización<sup>1</sup> (por adicción), en donde, la molécula del monómero pasa a formar parte del polímero sin pérdida de átomos, es decir, la composición química de la cadena resultante es igual a la suma de las composiciones químicas de los monómeros que la conforman (Reynoso, 2019). En la figura 2 se muestra un ejemplo de un polímero por adicción.



Figura. 2. El poliestireno (PS) es un tipo de polímero que fue sintetizado mediante la polimerización del estireno.

Los principales y más utilizados polímeros obtenidos por adicciones son los siguientes:

- Polietileno de baja densidad (LDPE)
- Polietileno de alta densidad (HDPE)
- Cloruro de polivinilo (PVC)

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Polimerización: Proceso químico de convertir un monómero o una mezcla de monómeros en un polímero.

- Poliestireno (PS)
- Poliacrilonitrilo (PAN)

#### 1.2.1.2 Polímeros obtenidos por condensación

Lon polímeros que se obtuvieron mediante un proceso de polimerización (por condensación), el cual consiste en que distintas sustancias reaccionan para crear uno o más monómeros, los cuales se unirán entre sí para formar un dímero, que por reacción con otros monómeros o dímeros (o trímeros, o tetrámeros, etc.) dará lugar al correspondiente polímero (Wade, 2012).



Figura. 3. el poli (etilén tereftalato) conocido como PET es un polímero policondensado. Este se obtiene la transesterificación del tereftalato de dimetilo con etilenglicol.

#### 1.2.2 Polímeros según la estructura de la cadena carbonada

#### 1.2.2.1 Polímeros Lineales

Se repite siempre el mismo tipo de unión. Los polímeros lineales tienen un alto grado de flexibilidad dado que solo existen fuerzas de van der Waals o fuerzas eléctricas, un poco mayores, asociadas con los grupos polares. Estos polímeros fluyen cuando se calientan debido al incremento de movimiento molecular. En la figura 3 se muestra la composición de un polímero lineal.



Figura. 4. Estructura de un polímero lineal (Sebastían & Anbinder, 2011)

#### 1.2.2.2 Polímeros ramificados

Con cadenas laterales unidas a la principal. Los polímeros ramificados poseen grupos voluminosos o cadenas cortas adheridos a la cadena principal. Como resultado, la movilidad de la cadena se ve disminuida y estos polímeros son menos flexibles que los lineales y por lo general tendrán una temperatura de fusión mayor (López Serrano & Mendizábal, 2015). En la siguiente figura se muestra la estructura ramificada de un polímero.



Figura. 5. Estructura de un polímero ramificado (Sebastían & Anbinder, 2011).

#### 1.2.2.3 Polímeros entrecruzados

Se forman enlaces entre cadenas vecina como se observa en la figura 5. Cuando unas cadenas se unen con otras vecinas a través de otras cadenas de igual o diferente naturaleza se llega a obtener una red tridimensional y el polímero se hace insoluble y no funde. Por lo tanto, se conceptualiza entonces como un polímeros entrecruzados o reticulados. Para la formación de la red tridimensional es necesario que cada molécula se una en dos o más puntos a otras moléculas (Beltrán & Marcilla , 2012).



#### 1.2.3 Polímeros según su estructura primaria

1.2.3.1 Homopolímeros

Son macromoléculas compuestas por un solo tipo de unidades constitucionales repetitivas (monómero) que se unen a través de un mecanismo de polimerización único (Lárez Velásquez, Terminología básica utilizada en polímeros, 2013).



Figura. 7. Estructura característica de un homopolímero (Sebastían & Anbinder, 2011).

### 1.2.3.2 Copolímero

Se denomina así al polímero que está formado por al menos dos monómeros diferentes a lo largo de toda su cadena (Lárez Velásquez, Terminología básica utlizada en polímeros, 2013). Generalmente se emplean tan sólo dos, o como máximo tres monómeros diferentes. Los copolímeros se clasifican según la secuencia de los monómeros como copolímeros de bloque, de injerto y al azar (Beltrán & Marcilla , 2012). En la figura 7 y 8 se muestra los tipos de copolímeros.



Figura. 8. Estructura característica de un copolímero (Reynoso, 2019).



Figura. 9. Esquematización de tipos de copolímeros (Beltrán & Marcilla , 2012).

### 1.2.4 Polímeros según sus propiedades

### 1.2.4.1 Polímeros termoplásticos

Son polímeros lineales no entrecruzados, que mediante la exposición de una fuente de calor (aumento de temperatura) estos pueden cambiar de estado de agregación, pasando del estado sólido a lograr hacerse fluidos y, por ende, tomar una forma determinada la cual se mantiene una vez fríos (Beltrán & Marcilla , 2012).

La mayoría de los termoplásticos tienen un alto peso molecular. Las cadenas de polímeros se asocian por fuerzas intermoleculares, que se debilitan rápidamente con el aumento de la temperatura, produciendo un líquido viscoso. En este estado, los termoplásticos se pueden remodelar y se usan típicamente para producir piezas mediante diversas técnicas de procesamiento de polímeros, tales como moldeo por inyección, moldeo por compresión, calandrado y extrusión (Coreno Alonso & Mendez-Bautista, 2010).

### 1.2.4.2 Polímeros termofijos

Son polímeros que tiene estructura entrecruzada, como se observa en la figura 11. Se endurecen de manera irreversible mediante el curado. El curado es la formación mediante reacciones químicas de estructuras reticulares o extensiones de cadenas a través de la formación de enlaces covalentes entre las cadenas individuales del polímero en cuestión (Instituto Nacional de Educación Tecnológica, 2011).

La densidad de reticulación varía según la mezcla de monómero o prepolímero, y el mecanismo de reticulación.

No se pueden fundir y dar nueva forma después de curarlos. Esto generalmente evita el reciclaje con el mismo propósito, excepto como material de relleno (Beltrán & Marcilla , 2012).



Figura. 10. Resina fenol-formaldehído es un ejemplo claro de un polímero termofijo (Young,

1983).

### 1.2.4.3 Elastómeros

Son polímeros con viscoelasticidad (viscosidad y elasticidad) y tienen fuerzas intermoleculares muy débiles, generalmente bajo módulo de Young y alta tensión de falla en comparación con otros materiales. Los elastómeros son polímeros amorfos que se mantienen por encima de su temperatura de transición vítrea, de modo que es factible una reconstitución molecular considerable, sin romper los enlaces covalentes (Young, 1983).

#### 1.3 Polímeros biodegradables

### 1.3.1 Definición de polímero biodegradable

Los polímeros biodegradables o plásticos biodegradables son materiales poliméricos que son capaces de descomponerse en dióxido de carbono, metano, agua, compuestos inorgánicos o biomasa en los que el mecanismo predominante es la acción enzimática de los microorganismos, que puede medirse mediante métodos de prueba estandarizados, en un período de tiempo específico, dando como resultado condiciones de disposición adecuadas (ASTM D6400-19, 2019).



Figura. 11. Ejemplo de un proceso de biodegradación de un polímero (Conasi, 2020).

#### 1.3.2 Clasificación de polímeros biodegradables

Los principales grupos en la clasificación de los polímeros biodegradables son los agropolímeros (polisacáridos, proteínas, etc.) y los biopoliésteres (poliésteres biodegradables), tal es el caso del ácido poliláctico (PLA), polihidroxialcanoato (PHA) y

copoliésteres aromáticos y alifáticos (Ebnesajjad, 2012). Dentro de los polímeros de origen agrícola se encuentran los polisacáridos y las proteínas/lípidos, paralelamente existen polímeros de origen microbiano, polímeros biodegradables de origen de fuentes no renovables (derivados del petróleo). Entre estos biopoliésteres, el PLA es actualmente uno de los polímeros biodegradables más prometedores (Ebnesajjad, 2012). En la figura 12 se extiende la clasificación general de los polímeros biodegradables.



Figura. 12. Clasificación general de los polímeros biodegradables sugerida por *(Ebnesajjad, 2012)*.

En la figura 13 se muestra la clasificación de los polímeros biodegradables sugerida por el "Centro temático europeo sobre residuos y materiales en una economía verde ETC/WMGE", en donde, los polímeros biodegradables pueden ser renovables y/o degradables. En el cuadrante de la parte inferior izquierda se muestra los "polímeros convencionales", mientras que los otros tres cuadrantes se encuentras los polímeros de base biológica.

Los polímeros biodegradables están destinados a productos desechables de corta duración. Los polímeros duraderos de base biológica reemplazarán a los productos plásticos producidos convencionalmente. Un polímero biodegradable también puede cumplir ambos criterios. El ácido poliláctico, los almidones termoplásticos (TPS) y los polihidroxialcanoatos (PHA) se
sintetizan con materias primas naturales/renovables y presentan biodegradación en diversas condiciones.

Los productos como las poliamidas de base biológica y el biopolietileno se fabrican a partir de materias primas bioderivadas, pero no son degradables. Por otro lado, el tereftalato de polibutileno (PBT) y el succinato de polibutileno (PBS) se fabrican típicamente a partir de materias primas petroquímicas, pero son biodegradables.



Figura. 13. Tipos de bioplásticos, tanto biodegradables como no biodegradables, y ejemplos

(European Bioplastics, 2020).<sup>2</sup>

## 1.3.3 Ácido poliláctico (PLA)

El ácido poliláctico (PLA) es un termoplástico biodegradable y biocompatible que se puede producir por fermentación a partir de recursos renovables. También se puede sintetizar por polimerización por condensación de ácido láctico o por polimerización de apertura de anillo de láctida en presencia de un catalizador.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Abreviaciones: PBAT, poli (adipato-co-tereftalato de butileno); PBS, succinato de polibutileno; PCL, poli (e-caprolactona); PE, polietileno; PET, tereftalato de polietileno; PVC, policloruro de vinilo; PGA, PHB, polihidroxibutirato; PLA, ácido poliláctico; PP, polipropileno; PTT, politrimetileno tereftalato.

Este polímero existe en forma de tres estereoisómeros: poli (L - lactida) (L - PLA), poli (D - lactida) (D - PLA) y poli (DL - lactida) (DL - PLA). En la figura 22 se muestra la estructura química del ácido poliláctico (PLA).



Figura. 14. Unidad estructural del polímero PLA (Young, 1983).

El ácido poliláctico (PLA) es completamente biodegradable cuando se composta en una operación a gran escala con temperaturas de 60°C y superiores. La primera etapa de degradación del PLA (dos semanas) es por hidrólisis a compuestos solubles en agua y ácido láctico, luego se metaboliza por microorganismos en dióxido de carbono, agua y biomasa (Brandrup, Immergut, & Grulke, 1999).

El ácido poliláctico (PLA) es en gran medida resistente al ataque de microorganismos en el suelo o las aguas residuales en condiciones ambientales. El polímero primero debe hidrolizarse a temperaturas elevadas (58°C) para reducir el peso molecular antes de que pueda comenzar la biodegradación.

El comportamiento del ácido poliláctico (PLA) en el proceso de compostaje natural fue similar al de las pruebas de biodegradación acuática, la biodegradación comienza solo después del comienzo de la fase termofílica.

#### Propiedades del ácido poliláctico (PLA):

 Propiedades químicas: Debido a la naturaleza quiral del ácido láctico, existen varias formas distintas de polilactida: la poli- L- lactida (PLLA) es el producto resultante de la polimerización de L, L- lactida (también conocida como L- lactida). El PLA es soluble en solventes, benceno caliente, tetrahidrofurano y dioxano (Gómez Paniagua, 2015). Propiedades físicas y mecánicas: Los polímeros de PLA varían desde polímeros vítreos amorfos hasta polímeros semicristalinos y altamente cristalinos con una transición vítrea de 60 °C a 65 °C, una temperatura de fusión de 130 °C a 180 °C y un módulo de tracción de 2.7 GPa a 16 GPa. El PLA resistente al calor puede soportar temperaturas de 110°C (Bastioli, 2005).

La temperatura de fusión de PLLA se puede aumentar en 40 °C–50 °C y su temperatura de deflexión térmica se puede aumentar de aproximadamente 60 °C a hasta 190 °C al mezclar físicamente el polímero con PDLA (poli- D-lactida) (Bastioli, 2005).

La biodegradación del PDLA es más lenta con respecto al PLA debido a una mayor cristalinidad del PDLA. El módulo de flexión del PLA es más alto que el poliestireno y el PLA tiene buena capacidad de sellado por calor (Bastioli, 2005).

## Aplicaciones:

- El PLA se utiliza como materia prima en impresoras 3D de fabricación de filamentos fundidos de escritorio (Labeaga Viteri, 2018).
- El PLA puede degradarse en ácido láctico inocuo, por lo que se usa en implantes médicos en forma de anclajes, tornillos, placas, pasadores, varillas y como una malla (Gómez Paniagua, 2015).
- Es útil para producir envases sueltos, bolsas de compost, envases de alimentos y contenedores desechables, tal y como se muestra en la figura 24. En forma de fibras y telas no tejidas (Gómez Paniagua , 2015).



Figura. 15. Vasos desechables compuestos por PLA (Gómez Paniagua , 2015).

### 1.3.4 Poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT)

El poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT) es un copolímero biodegradable de materia prima convencional, específicamente un copoliéster de ácido adípico, 1,4-butanodiol y ácido tereftálico (del tereftalato de dimetilo). También se suele llamar poli (adipato-co-tereftalato de butileno) y, a veces, poli-butirato-adipato-tereftalato (un nombre inapropiado) o incluso simplemente "polibutirato". Generalmente se comercializa como una alternativa completamente biodegradable al polietileno de baja densidad, que tiene muchas propiedades similares, incluida la flexibilidad y la resistencia, lo que permite su uso para muchos usos similares, como bolsas de plástico y envolturas.

En la figura 16 se muestra la estructura del polímero PBAT, en donde se muestra a la derecha se representa como un copolímero de bloque debido al método sintético común de sintetizar primero dos bloques de copolímero y luego combinarlos. Sin embargo, es importante tener en cuenta que la estructura real del polímero es un copolímero aleatorio de los bloques mostrados (Gómez Paniagua , 2015).



Figura. 16. Estructura química del PBAT (Gómez Paniagua , 2015).

Como característica destacada de los polímeros sintéticos, el poli (butilén adipato-cotereftalato) (PBAT), es 100% biodegradable (V. Ferreira, S. Cividanes, & Rubia, 2017), flexible, con un módulo de Young de 20 a 35 MPa, resistencia a la tracción de 32 a 36 MPa y mayor alargamiento a la rotura (cerca del 700%) que la mayoría de los poliésteres biodegradables, como el poli (ácido láctico) y el polibutilen succinato (V. Ferreira, S. Cividanes , & Rubia, 2017). Estas propiedades del PBAT son comparables a las del polietileno (PE) de baja densidad (LDPE) y estas propiedades hacen del PBAT un material biodegradable muy prometedor para una amplia gama de aplicaciones potenciales, desde dispositivos médicos hasta películas agrícolas y de embalaje.

## 1.3.5 Almidón

El almidón es un componente con un amplio campo de aplicaciones que van desde la impartición de textura y consistencia en alimentos hasta la manufactura de papel, adhesivos y empaques biodegradables.

Estructuralmente, el almidón consiste de dos polisacáridos químicamente distinguibles: la amilosa y la amilopectina. Esta molécula no es soluble en agua, pero puede formar micelas hidratadas por su capacidad para enlazar moléculas vecinas por puentes de hidrógeno y generar una estructura helicoidal que es capaz de desarrollar un color azul por la formación de un complejo con el yodo (Brandrup, Immergut, & Grulke, 1999). En la figura 25 y 26 se muestra la estructura química de la amilosa y ejemplos de almidón.



Figura. 17. Estructura química de la amilosa (Brandrup, Immergut, & Grulke, 1999).



Figura. 18. Almidón termoplástico biodegradable: Pelet (A). Espuma (B). Película (C) ( S. Villada, Acosta, & Velasco, 2008).

El almidón posee tres enfoques diferentes (Ebnesajjad, 2012):

 Como materia prima para la producción de monómeros utilizados en la síntesis de polímeros, que pueden ser no biodegradables, como el polietileno, o biodegradables, como el ácido poliláctico (PLA) (principal polímero comercial biodegradable). cuyo monómero, el ácido láctico, puede obtenerse de la fermentación del almidón.

- Como materia prima para la producción de biopolímeros como polihidroxialcanoatos (de los cuales PHB es el miembro principal).
- Como materia prima para la producción de glucosa, dextrina y otros monómeros que contienen hidroxilo utilizados en la producción de composiciones mixtas a base de almidón y otros monómeros.

En los procesos mencionados anteriormente, la estructura macromolecular del almidón se destruye y los polímeros derivados de los monómeros resultantes son totalmente diferentes de él. Es importante enfatizar que los mismos monómeros (por ejemplo, etileno, azúcares y dextrina) se pueden producir a partir de otras fuentes, tanto renovables como la celulosa y la caña de azúcar, como no renovables como el aceite.

La segunda estrategia requiere el uso de almidón como tal o en combinación con otros materiales y, por lo tanto, es más interesante que la primera en términos de costo y rendimiento. Considerando, por ejemplo, la conversión de almidón en polietileno a través de su fermentación en alcohol etílico y la deshidratación de este último, el rendimiento máximo de etileno producido a partir de almidón es cercano al 35% (Ebnesajjad, 2012).

Para ajustar las propiedades de estos materiales a base de almidón a la aplicación deseada, es necesario combinar el almidón con otros polímeros, como se hace frecuentemente. La necesidad de propiedades ajustables también puede requerir modificaciones del almidón, tales como esterificación o eterificación, injerto y extrusión reactiva o por fusión de almidón termoplástico (TPS). Las principales formas de utilización del almidón como polímero son (Bastioli, 2005):

- Almidón injertado con monómeros de vinilo.
- Almidón como relleno de otros polímeros.
- Almidón plastificado (PLS), comúnmente conocido como TPS.

## 1.3.5.1 Almidón termoplástico (TPS)

El almidón termoplástico (TPS) es un material amorfo y/o semicristalino compuesto de almidón gelatinizado o desestructurado que contiene uno o una mezcla de plastificantes. El almidón termoplástico (TPS) se puede ablandar y endurecer repetidamente para que pueda ser moldeado permitiendo que su procesamiento se realice con las técnicas comúnmente utilizadas en la industria del plástico (Brandrup, Immergut, & Grulke, 1999).

El almidón termoplástico (TPS) o almidón desestructurado también se conoce como PLS (Ebnesajjad, 2012), debido a la inevitable presencia de plastificantes no volátiles en su

composición. Sin embargo, el almidón termoplástico (TPS) es el término predominante utilizado para estos materiales.

## 1.3.6 Alternativa tecnológica: polímeros Oxo-biodegradables

Los polímeros oxodegradables son aquellos que, en lugar de tener una larga cadena ininterrumpida de hidrocarburos, contienen sales metálicas cada cierto número de monómeros. Activada por el calor y la luz solar (fotodegradación) se lleva a cabo una reacción entre la sal metálica y el oxígeno, que deja un espacio en la estructura molecular del polímero, así en lugar de una larga cadena resistente, queden varias cadenas cortas que serán digeridas y descompuestas más fácilmente por los microorganismos, que transformarán al hidrocarburo restante en agua, CO<sub>2</sub> y biomasa.

El añadir una sal cambia el comportamiento del plástico y su degradación comienza inmediatamente después de ser fabricado y este expuesto a la luz, calor o estrés. Los polímeros oxo-biodegradables utilizan los mismos equipos que para la fabricación de productos plásticos convencionales, se biodegrada, pueden compostarse no es necesario ser enterrados para su degradación, son fuertes y versátiles, se elaboran a partir de subproductos de la refinación del aceite haciendo que sea más económicos que productos a partir de almidón (Alfaro Aranda, 2009).

# 1.4 Opciones de gestión de residuos para polímeros biodegradables y de base biológica.

Las opciones para la gestión de los polímeros biodegradables y de base biológica dependen principalmente de las condiciones físico-químicas del tratamiento e incluyen: tratamiento de residuos biológicos, reciclaje, incineración y vertido. El proceso de biodegradación se produce durante el tratamiento de residuos biológicos (por ejemplo, compostaje, digestión anaeróbica) y puede tener lugar en una variedad de entornos.

## 1.4.1 Reciclaje mecánico y químico

El reciclaje mecánico de biopolímeros se introdujo en la década de 1970 y consiste en el procesamiento mecánico de desechos plásticos para obtener materia prima secundaria para la producción de nuevos objetos con propiedades similares.

El reciclaje mecánico consta de las siguientes fases (Folino, Karageorgiou, Calabrò, & Komilis , 2020):

- Eliminación de contaminantes, como residuos de alimentos.
- Triturado, para obtener un material lo más homogéneo posible.
- Procesamiento adicional, como extrusión, moldeo por inyección o estirado.

La principal desventaja de este escenario es el hecho de que normalmente cada polímero debe tratarse por separado para obtener una buena materia prima secundaria y que cada vez que se reprocesa un biopolímero se pierden las propiedades físicas y mecánicas del material (Folino, Karageorgiou, Calabrò, & Komilis , 2020).

El reciclado mecánico, como opción de recuperación, es un proceso costoso y que consume mucha energía, principalmente debido al coste necesario para la separación de los bioplásticos recogidos, como los de los residuos sólidos urbanos. En el caso de residuos de polímeros heterogéneos<sup>3</sup>, el tratamiento químico (despolimerización y refinado) puede ser una mejor opción de reciclado para recuperar combustibles y productos químicos alternativos como sustitutos de los fósiles, reduciendo así la necesidad de productos químicos.



Figura. 19. Reciclado mecánico de plásticos (Residuos profesional, 2019).

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Copolímero: polímero constituido por dos o más monómeros (cadena heterogénea). Algunos ejemplos son los denominados con las siglas: SAN (estireno acrilonitrilo), NBR (Goma de nitrilo butadieno), SBR (caucho estireno-butadieno).

#### 1.4.2 Incineración con recuperación de energía

La mayor parte de los polímeros poseen valores de poder calorífico bruto (PCB) <sup>4</sup>comparables o superiores al del carbón (Davis & Song, 2006). La incineración con recuperación de energía es, por tanto, una opción potencialmente buena después de que se hayan eliminado todos los elementos reciclables. Se argumenta que el carbono petroquímico, que ya ha tenido un uso de alto valor, cuando se usa nuevamente como combustible en la incineración, representa una opción más ecoeficiente que quemar el petróleo directamente.

La recuperación de energía por incineración se considera una opción adecuada para todos los polímeros bioplásticos y se considera que los (bio) recursos (bio) renovables en los productos de polímeros bioplásticos aportan energía renovable cuando se incineran (European Bioplastics, 2020). La fibra de celulosa natural y el almidón tienen un poder calorífico bruto (PCB) relativamente más bajo que el carbón, pero son similares a la madera y, por lo tanto, tienen un valor considerable para la incineración (Davis & Song, 2006). Además, la producción de materiales de fibra y almidón consume significativamente menos energía, por lo tanto, contribuye positivamente al balance energético general en el ciclo de vida.

#### 1.4.3 Relleno sanitario

Los rellenos sanitarios de residuos sólidos municipales (rellenos sanitarios) son áreas asignadas de tierra o excavación que reciben residuos domésticos. Solo se pueden construir en áreas geológicas adecuadas lejos de fallas, humedales, llanuras aluviales u otras áreas restringidas. Además, necesitan un revestimiento compuesto (es decir, una geomembrana) a una distancia aproximadamente de dos pies por encima del revestimiento del suelo arcilloso compactado para proteger el agua subterránea y de la lixiviación<sup>5</sup> del suelo. A pesar de las normas vigentes, los productos desechados se degradan y producen gas de relleno sanitario compuesto de metano y dióxido de carbono; ambos gases son muy efectivos para atrapar el calor en la atmósfera, especialmente el metano (Folino, Karageorgiou, Calabrò, & Komilis , 2020). Esto se debe principalmente a que, en condiciones anaeróbicas, como en vertederos o la descomposición anaeróbica produce metano fugitivo, que es un gas de efecto invernadero cuando se escapa del sistema de recuperación (Davis & Song, 2006).

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Poder calorífico bruto (PCB): mide la cantidad total de calor que se producirá mediante la combustión.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Lixiviación: fenómeno de desplazamiento de sustancias solubles o dispersables (arcilla, sales, hierro, humus) causado por el movimiento de agua en el suelo.

# 1.4.4 Tratamientos de residuos biológicos: Biodegradación de bioplásticos en condiciones de compostaje aeróbico y digestión anaeróbica

Uno de los aspectos clave para biodegradar un polímero está en la posibilidad de evitar la acumulación de residuos plásticos en el medio ambiente y, especialmente, en los océanos. Como ya se vio con anterioridad, la biodegradabilidad depende del entorno elegido y puede diferir de un entorno a otro (Rudnik, 2008). Por lo tanto, las condiciones ambientales afectan la velocidad de descomposición, así como las condiciones de prueba utilizadas, y el tipo de polímero biodegradable que se está examinando debe elegirse correctamente. Los entornos de degradación más comúnmente examinados fueron aeróbicos, como los del compost, que es una opción común de tratamiento de desechos. Otros entornos de interés son el suelo, el agua dulce o el agua marina. Sin embargo, la degradación de los bioplásticos solo se produce en determinadas condiciones y, a menudo, en condiciones ambientales, el proceso de biodegradación es muy lento. Por ejemplo, si la temperatura de fusión (T<sub>m</sub>) es más baja que temperatura de transición vítrea (T<sub>g</sub>) (55-62°C) en los polímeros termoplásticos, estos producen cambios estructurales que facilitan el crecimiento microbiano y la actividad enzimática (Folino, Karageorgiou, Calabrò, & Komilis , 2020).

## 1.4.4.1 Biodegradación

Se define como biodegradación a la acción de los microorganismos sobre un material y su conversión en dióxido de carbono o metano y agua (ASTM D6400-19, 2019). En la figura 20 se muestra a detalle el proceso de biodegradación de un polímero, en donde, mediante la acción de condiciones ambientales, este se degrada.



Figura. 20. Ejemplo de un proceso de biodegradación de un polímero (Conasi, 2020).

El proceso de biodegradación se puede dividir en tres etapas: biodeterioro, biofragmentación y asimilación. El biodeterioro se describe como una degradación a nivel de superficie que modifica las propiedades mecánicas, físicas y químicas del material. Esta etapa ocurre cuando

el material está expuesto a factores abióticos en el ambiente exterior y permite una mayor degradación al debilitar la estructura del material. Algunos factores abióticos que influyen en estos cambios iniciales son la compresión (mecánica), la luz, la temperatura y los productos químicos en el medio ambiente (Bastioli, 2005).

La biofragmentación de un polímero es el proceso en el cual los enlaces dentro de un polímero se separan, generando oligómeros y monómeros en su lugar. Los pasos tomados para fragmentar estos materiales también difieren según la presencia de oxígeno en el sistema. La descomposición de los materiales por microorganismos cuando hay oxígeno presente, es la digestión aeróbica. Y la descomposición de los materiales cuando no hay oxígeno, es la digestión anaeróbica. Los productos resultantes de la biofragmentación se integran en las células microbianas (Bastioli, 2005).

Las siguientes ecuaciones explican la química del proceso de degradación clave de los procesos anaerobios y aerobios (Rudnik, 2008).

• Biodegradación aerobia:

 $C_{polimero+O_2 \rightarrow CO_2+H_2O+C_{Residuo}+C_{Biomasa}}$ 

• Biodegradación anaerobia:

 $C_{polimero \rightarrow CO_2 + CH_4 + C_{Residuo} + C_{Biomasa}}$ 

La biodegradación completa ocurre cuando no quedan residuos, y la mineralización completa se establece cuando el sustrato original ( $C_{polimero}$ ) se convierte por completo en productos gaseosos y sales. Sin embargo, la mineralización es un proceso muy lento en condiciones naturales porque parte del polímero en proceso de biodegradación se convertirá inicialmente en biomasa (Rudnik, 2008). Por lo tanto, el objetivo medible es la biodegradación completa y no la mineralización al evaluar la eliminación del medio ambiente.

#### 1.4.4.2 Compostaje

Es un proceso administrado que controla la descomposición biológica y la transformación de materiales biodegradables en una sustancia similar al humus llamada compost: la degradación aeróbica mesofílica y termofílica de la materia orgánica para hacer compost, se refiere a la transformación del material biológicamente descomponible a través de un proceso controlado

de biooxidación que se realiza a través de fases mesofílicas y termofílicas y resultados en la producción de dióxido de carbono, agua, minerales y materia orgánica estabilizada (compost o humus). El compostaje utiliza un proceso natural para estabilizar el material orgánico descomponible mezclado recuperado de los residuos sólidos municipales, recortes de jardín, biosólidos (lodos de aguas residuales digeridos), ciertos residuos industriales y residuos comerciales (Bastioli, 2005). En la figura 21 se muestra un ejemplo de un biopolímero puesto en un sistema de compostaje.



Figura. 21. Vista pictórica de botellas de ácido poliláctico (PLA) expuestas a 30 días en condiciones de compost (Folino, Karageorgiou, Calabrò, & Komilis , 2020).

## 1.4.4.3 Compostaje aeróbico

El compostaje aeróbico consiste en el consumo de oxígeno y la liberación de H<sub>2</sub>O y CO<sub>2</sub> gaseoso. Para este tipo de compostaje se requiere aireación para proporcionar una cantidad suficiente de O<sub>2</sub> para la oxidación del material orgánico y evaporar el exceso de humedad. Los parámetros convencionales de compostaje aeróbico son: (temperatura, contenido de humedad, pH, C/N, sólidos volátiles). Para probar la biodegradación de bioplásticos en condiciones de compostaje aeróbico, se han utilizado en estudios diferentes equipos estandarizados. Las principales diferencias en las condiciones requeridas por las normas antes mencionadas para realizar los ensayos se refieren a la temperatura, la duración y la escala de la simulación, y la composición de la matriz a la que está expuesto el material de ensayo.

Manteniendo una humedad casi constante de 50% a 55%, las pruebas presentan una sola fase termofílica constante, con un rango de temperatura de 58 °C a 65 °C, o dos fases, de las cuales la primera es termofílica y la segunda mesofílica. Durante la fase mesofílica, la matriz de compostaje se enfría progresivamente hasta la temperatura ambiente. Además, las pruebas cubren un mínimo de 30 días, pero también períodos más largos, de 90 a 180 días.

## 1.4.4.4 Compostaje anaeróbico (digestión anaeróbica)

La digestión anaeróbica, generalmente aplicada a la fracción orgánica de los residuos sólidos urbanos tanto solos como mezclados con lodos de plantas de tratamiento de aguas residuales, involucra un ecosistema complejo de bacterias anaeróbicas<sup>6</sup> y arqueas metanogénicas<sup>7</sup>. Los microbios convierten varios tipos de biomasa y desechos orgánicos en biogás (60-70% de metano, 30-40% de dióxido de carbono, trazas de hidrógeno y sulfuro de hidrógeno), dejando un digestato <sup>8</sup>rico en nutrientes para su aplicación a la tierra.

## 1.4.4.5 Etapas del proceso de compostaje

Durante este proceso suceden una serie de etapas caracterizadas por la actividad de distintos organismos, existiendo una estrecha relación entre la temperatura, el pH y el tipo de microorganismos que actúa en cada fase. En la figura 22 se muestra un esquema del proceso de compostaje.

 <sup>&</sup>lt;sup>6</sup> Organismos anaerobios o anaeróbicos: son aquellos que no utilizan oxígeno (O<sub>2</sub>) en su metabolismo.
 <sup>7</sup> Arqueas metanógenas: microorganismos procariontes que viven en medios estrictamente anaerobios

y que obtienen energía mediante la producción de gas natural, el metano (CH4).

<sup>&</sup>lt;sup>8</sup> Digestato es el material residual que se genera a partir de la digestión anaeróbica.



Figura. 22. Evolución de la temperatura y el pH durante el proceso de compostaje con respeto a la degradación de polímeros (*Conasi, 2020*).

- La primera fase mesofílica: al comienzo del compostaje, las bacterias y hongos mesofílicos degradan los compuestos solubles y fácilmente degradables de la materia orgánica, como los monosacáridos, el almidón y los lípidos. Las bacterias producen ácidos orgánicos y el pH disminuye a 5–5.5. La temperatura comienza a aumentar espontáneamente a medida que se libera calor de las reacciones de degradación exotérmica. La degradación de las proteínas conduce a la liberación de amoníaco y el pH aumenta rápidamente a 8-9. Esta fase dura desde unas pocas horas hasta unos pocos días (Garlotta, 2001).
- Fase termofílica: el compost entra en la fase termofílica cuando la temperatura alcanza los 40°C. Las bacterias y hongos termofílicos se hacen cargo, y la tasa de degradación de los desechos aumenta. Si la temperatura supera los 55–60°C, la actividad microbiana y la diversidad disminuyen dramáticamente. Después del pico de calentamiento, el pH se estabiliza a un nivel neutro. La fase termofílica puede durar desde unos pocos días hasta varios meses (Garlotta, 2001).
- Fase de enfriamiento y maduración: una vez que se han consumido las fuentes de carbono fácilmente degradables, el compost comienza a enfriarse. Después de enfriar,

el compost es estable. Reaparecen las bacterias y hongos mesofílicos, y sigue la fase de maduración. Sin embargo, la mayoría de las especies son diferentes de las especies de la primera fase mesofílica. Los actinomicetos a menudo crecen extensamente durante esta fase, y algunos protistas y una amplia gama de macroorganismos suelen estar presentes. Los procesos biológicos ahora son lentos, pero el compost se humifica aún más y se vuelve maduro. La duración de las fases depende de la composición de la materia orgánica y la eficiencia del proceso, que puede determinarse por el consumo de oxígeno (Garlotta, 2001).

#### 1.4.4.6 Condiciones de la composta

Los parámetros importantes del compostaje son la temperatura, el pH, el contenido de humedad y la transferencia de oxígeno, que se regula por aireación, espacio libre y agitación. Las principales propiedades de los materiales de alimentación incluyen la relación Carbono/Nitrógeno, el tamaño de la relación, la rigidez y el compost de nutrientes y lignina. Los parámetros idóneos vienen descritos en la tabla 3.

Condiciones	Aceptable	ldeal
C/N proporciones de		
materias primas	20:1 a 40:1	25–35:1
combinadas		
Contenido de humedad	40–65%	45–60%
Concentración de oxígeno	<u>∖</u> ⊑0/	>10% o máo
disponible	20%	>10% 0 mas
рН	5.5–9.0	6.5–8.0
Temperatura	43–66°C	54–60°C

Tabla 2. Condiciones óptimas para el compostaje rápido y aeróbico (Rudnik, 2008).

El carbono y el nitrógeno son los dos elementos más importantes en el proceso de compostaje, ya que uno u otro es normalmente un factor limitante. El carbono sirve principalmente como fuente de energía para los microorganismos, mientras que una pequeña fracción del carbono se incorpora en sus células. El nitrógeno es crítico para el crecimiento de la población microbiana, ya que es un componente de la proteína que forma más del 50% de la masa celular bacteriana seca. Si el nitrógeno es limitante, las poblaciones microbianas seguirán siendo pequeñas y tomará más tiempo descomponer el carbono disponible. El exceso de

nitrógeno, más allá de los requisitos microbianos, a menudo se pierde del sistema como gas de amoníaco u otro nitrógeno móvil y puede causar olores u otros problemas ambientales. Si bien las relaciones C/N típicamente recomendadas para el compostaje de residuos sólidos municipales (RSU) son de 25: 1 a 40: 1 en peso, es posible que sea necesario modificar estas relaciones para compensar los diversos grados de disponibilidad biológica. El manejo de la humedad requiere un equilibrio entre estas dos funciones: actividad microbiana y suministro de oxígeno (Garlotta, 2001).

La humedad es esencial para el proceso de descomposición, ya que la mayor parte de la descomposición ocurre en películas líquidas delgadas en la superficie de las partículas. El exceso de humedad llenará muchos de los poros entre las partículas con agua, limitando el transporte de oxígeno. Por lo general, se recomienda un contenido mínimo de humedad del 50 al 55% para el compostaje de alta velocidad de RSU. El calor y el flujo de aire generado durante el compostaje evaporan cantidades significativas de agua y tienden a secar el material. Durante la fase de compostaje activo, generalmente se necesita agregar agua adicional para evitar el secado prematuro y la estabilización incompleta. El oxígeno y la temperatura fluctúan en respuesta a la actividad microbiana, que consume oxígeno y genera calor (Bastioli, 2005). El oxígeno y la temperatura están unidos por un mecanismo de control común: la aireación. La aireación reabastece el oxígeno a medida que se agota y se lleva el exceso de calor. Los niveles inadecuados de oxígeno conducen al crecimiento de microorganismos anaerobios que pueden producir compuestos olorosos. Las concentraciones de oxígeno en los poros grandes normalmente deben ser de al menos 12% a14% (idealmente de 16% a17%) para permitir una difusión adecuada en partículas grandes y poros llenos de agua. La mayoría de los sistemas de compostaje de RSU utilizan un sistema de aireación forzada con sopladores y tuberías de distribución para suministrar oxígeno durante las fases iniciales del compostaje activo. Las temperaturas de 45°C a 59°C proporcionan la mayor tasa de descomposición, con temperaturas superiores a 59°C reducen la tasa de descomposición debido a una reducción en la diversidad microbiana (Rudnik, 2008). Dado que generalmente se requieren temperaturas superiores a 55°C durante varios días para el control de patógenos, el rango operativo de temperatura ideal es relativamente estrecho. Los sistemas de compostaje intentan controlar las temperaturas en un rango estrecho cerca de 55°C a 60°C para comprometer la velocidad de reacción, la reducción de patógenos y la generación de olores. Para mantener estos rangos de temperatura, las ganancias de calor de la actividad microbiana deben equilibrarse con las pérdidas de calor, que ocurren principalmente a través de la evaporación de la humedad y el calentamiento de la velocidad de aireación.

#### 1.4.4.7 Variables físico-químicas para la valoración del proceso de compostaje

- Temperatura: la temperatura del suelo de la composta es un factor físico relevante y tiene efectos importantes sobre los factores biológicos y procesos químicos que tienen lugar en el suelo. Crecimiento microbiano y procesos enzimáticos, en particular, se verá fuertemente afectado por la temperatura. La temperatura también puede afectar directamente al polímero. Por ejemplo, la velocidad de los procesos de degradación abiótica, como la hidrólisis, está controlada por la temperatura (ASTM D6400-19, 2019). Además, la movilidad de las cadenas poliméricas está relacionada con la temperatura ambiental. Esto a su vez afecta la biodisponibilidad del polímero porque una mayor movilidad facilitará el contacto entre los enlaces químicos susceptibles y los sitios activos enzimáticos (Rudnik, 2008).
- Capacidad de intercambio de minerales y cationes del suelo: el estado físico determina el grado de contacto polímero-suelo y, por lo tanto, el proceso de biodegradación. Por ejemplo, los suelos arcillosos forman grumos que dificultan la mezcla de elementos plásticos y tierra; Además, la difusión de aire dentro de los grupos es muy limitada. Esto a su vez hace que la degradación sea difícil. Por lo tanto, la degradación en suelos muy arcillosos se ve afectada por restricciones físicas. Por otro lado, la capacidad de intercambio de cationes de un suelo, un factor controlado por el contenido de arcilla y materia orgánica, es importante porque afecta la disponibilidad de nutrientes necesarios para un crecimiento microbiano equilibrado y un rápido proceso de biodegradación. Se ha postulado que la presencia de arcilla en el suelo promueve la degradación de los polímeros (Rudnik, 2008).
- Materia orgánica del suelo: la materia orgánica del suelo está formada por residuos de plantas y animales parcialmente descompuestos y parcialmente sintetizados (lignina). La materia orgánica del suelo es importante por dos razones principales: como depósito de nutrientes y como mejorador de la estructura del suelo. En general, la mayoría de los suelos (incluida la mayoría de los suelos agrícolas) tienen un contenido de materia orgánica relativamente pobre, que varía entre el 0,5 y el 10%. A pesar de la pequeña contribución a la masa total de minerales, la materia orgánica del suelo tiene un papel crucial para la fertilidad del suelo y ejerce una profunda influencia en la biodegradabilidad. Contiene todos los nutrientes esenciales, liberados durante el proceso de descomposición (mineralización): compuestos orgánicos de carbono, nitrógeno, fósforo y azufre. La disponibilidad de macronutrientes es esencial para obtener una tasa de biodegradación rápida ya que los macronutrientes pueden llegar

a ser limitados. La materia orgánica, junto con microorganismos (especialmente hongos), está involucrado en la unión de pequeñas partículas de suelo en partículas más grandes, con buena difusión de aire. Además, el material orgánico puede afectar directamente la retención de agua debido a su capacidad de absorber hasta 20 veces su masa de agua. En suelos ligeramente ácidos a alcalinos, la materia orgánica puede actuar como amortiguador en el mantenimiento de condiciones aceptables de pH del suelo. Las características de alta carga de material orgánico (debido a la fracción húmica) mejoran la capacidad de intercambio de cationes de un suelo. Se ha demostrado que la adición de materia orgánica (10% del compost) acelera la velocidad de degradación, aunque no cambia el patrón de degradación (Bastioli, 2005).

 Agua: el agua es esencial para el crecimiento de microorganismos, es el solvente de las soluciones del suelo y ocupa espacios de poros de manera competitiva con los gases del suelo. El agua presente en un sustrato o suelo se puede medir como contenido de agua, es decir, la cantidad de agua presente en una masa de suelo definida y se expresa en forma de porcentaje (gramos de agua en 100 gramos de suelo).

El contenido de agua se puede medir secando una muestra de suelo a 105 ° C y midiendo la pérdida de masa, que luego se atribuye al agua evaporada. Un parámetro importante es la actividad del agua porque controla el crecimiento microbiano. La actividad del agua (*aw*) es la relación entre la presión de vapor de agua en el sistema del suelo y la presión de vapor de agua del agua pura.

$$aw = \frac{P_{sustrato}}{P_{agua}}$$

El crecimiento microbiano es posible en el rango de *aw* entre 1 y 0.6, dependiendo de la especie. La mayoría de las bacterias necesitan una actividad de agua superior a 0,98. Los hongos son menos sensibles y pueden crecer a una actividad de agua inferior (es decir, 0.8). Los hongos osmotolerantes pueden crecer hasta una actividad de agua de 0.6 (Rudnik, 2008).

pH: los microorganismos se ven notablemente afectados por el pH ambiental. Una acidez creciente del sustrato de la composta generalmente reduce el desarrollo de bacterias y, por otro lado, favorece el desarrollo de hongos. Debido a esto, habrá menos fijación de nitrógeno y, por ende, la tasa de mineralización del suelo podría disminuir. La degradación de los polímeros biodegradables en suelos ácidos se ralentiza considerablemente (Rudnik, 2008).

Contenido de gas: el contenido de gas de un suelo de composta es proporcional al contenido de agua, debido a que estas dos fases compiten por los mismos poros. Por lo tanto, el contenido de O<sub>2</sub> de un suelo disminuye (y el CO<sub>2</sub> aumenta) al aumentar el contenido de agua, como consecuencia de la respiración del suelo. Cuanto más pequeños sean los granos de un suelo y cuanto más fina sea su porosidad, más lento será el intercambio de gases dentro del sustrato de la composta. Las condiciones anaeróbicas se establecen en condiciones inundadas, mientras que un contenido de agua más bajo es propicio para las condiciones aeróbicas. Generalmente nunca existe una degradación aeróbica en sustancias si se encuentra un sustrato saturado de agua (Rudnik, 2008). Las condiciones aeróbicas son generalmente preferibles para una biodegradación rápida de los plásticos, incluso si existen excepciones.

### 1.5 Ensayos de biodegradabilidad de materiales poliméricos compostables

- **1.5.1 Definiciones relacionadas con las pruebas de biodegradación** (Folino, Karageorgiou, Calabrò, & Komilis , 2020)
  - Lodos activados (ISO 14851): biomasa producida en el tratamiento aeróbico de aguas residuales por el crecimiento de bacterias y otros microorganismos en presencia de oxígeno disuelto.
  - Vermiculita activada (ISO 14855-1): vermiculita colonizada por una población microbiana activa durante una fase de crecimiento preliminar.
  - Demanda bioquímica de oxígeno (ISO 14851): es la concentración másica del oxígeno disuelto consumido en condiciones específicas por la oxidación biológica aeróbica de un compuesto químico o materia orgánica en el agua, expresada como miligramos de absorción de oxígeno por miligramo o gramo de compuesto de prueba.
  - Fase de biodegradación (ISO 14855 parte 2): tiempo, medido en días, desde el final de la fase de retardo de un ensayo hasta que se alcanza aproximadamente el 90% del nivel máximo de biodegradación.
  - Lodos digeridos (ISO 14853): mezcla de aguas residuales sedimentadas y lodos activados que se ha incubado en un digestor anaeróbico a unos 35 °C para reducir la biomasa y el olor y mejorar la capacidad de deshidratación de los lodos. El lodo digerido contiene una asociación de fermentación anaeróbica y bacterias metanogénicas que producen dióxido de carbono y metano.
  - Carbón inorgánico disuelto (ISO 14852): es la proporción del carbono inorgánico (IC) en el agua que no puede eliminarse mediante una separación de fases específica.

- Carbón orgánico disuelto (ISO 14851): es la proporción del carbón orgánico (OC) en el agua que no puede eliminarse mediante una separación de fases especificada.
- Carbón inorgánico (IC) (ISO 14853): IC que se disuelve o dispersa en la fase acuosa de un líquido y es recuperable del líquido sobrenadante después de que se ha dejado sedimentar el lodo.
- Fase de retraso (ISO 14855 parte 2): tiempo, medido en días, desde el inicio de la prueba hasta que se logra la adaptación y/o selección de los microorganismos de degradación y el grado de biodegradación de un compuesto químico o materia orgánica.
- Nivel máximo de biodegradación (ISO 14855 parte 2): grado de biodegradación, medido como porcentaje, de un compuesto químico o materia orgánica en un ensayo, por encima del cual no se produce ninguna biodegradación adicional durante el ensayo.
- Fase meseta (ISO 14855 parte 2): tiempo, medido en días, desde el final de la fase de biodegradación hasta el final del ensayo.
- Biodegradación anaeróbica primaria (ISO 14853): cambio estructural (transformación) de un compuesto químico por microorganismos, resultando en la pérdida de una propiedad específica.
- Sólidos secos totales (ISO 17088; ISO 14855 parte 2): cantidad de sólidos obtenidos tomando un volumen conocido de material de prueba o compost y secando a aproximadamente 105 °C hasta una masa constante.
- Carbono orgánico total (COT) (ISO 14851): todo el carbono presente en la materia orgánica que se encuentra disuelto o suspendido en agua.
- Biodegradación aeróbica final (ISO 14853): descomposición de un compuesto orgánico por microorganismos en ausencia de oxígeno en dióxido de carbono, metano, agua y sales minerales de cualquier otro elemento presente (mineralización) más nueva biomasa.
- Biodegradación aeróbica final (ISO 17088 ISO 14855 parte 2): descomposición de un compuesto orgánico por microorganismos en presencia de oxígeno en dióxido de carbono, agua y sales minerales de cualquier otro elemento presente (mineralización) más nueva biomasa.
- Sólidos volátiles (ISO 17088): cantidad de sólidos obtenidos restando el residuo de un volumen conocido de material de prueba o compost después de la incineración a aproximadamente 550 °C del total de sólidos secos de la misma muestra.

## 1.5.2 Principales estándares relacionados con el compostaje y las pruebas de biodegradabilidad

Los organismos de normalización reconocidos internacionalmente, como la Organización Internacional de Normalización (ISO), así como los organismos regionales de normalización, como la Sociedad Estadounidense de Ensayos y Materiales (ASTM) y el Comité Europeo de Normalización (CEN), participan activamente en el desarrollo de normas relacionadas con el compostaje y la biodegradación. Además, los organismos nacionales de normalización, como el German Deutsches Institut für Normung (DIN) y la Sociedad de Plásticos Biodegradables (BPS) de Japón, contribuyen al desarrollo y la emisión de normas sobre polímeros compostables. Recientemente, ha aparecido interés en desarrollar estándares nacionales relacionados con la compostabilidad y las pruebas de biodegradación en otras regiones.

## 1.5.2.1 Normas para evaluar la biodegradación de bioplásticos en condiciones de compostaje aeróbico

Para evaluar la biodegradación de bioplásticos en condiciones de compostaje aeróbico, existen estudios de diferentes estándares y normativas. En la tabla 4 se exponen los principales estándares que evalúan la biodegradación de bioplásticos en condiciones de compostaje del tipo aeróbico.

Tabla 3. Normas para evaluar la biodegradación de bioplásticos en condiciones de compostaje
aeróbico (Ruggero, Gori, & Lubello, 2019).

Estándar	Breve descripción y objetivo	Condiciones ambientales
ISO 20200	Método de prueba para determinar el grado de desintegración de los materiales plásticos en el compostaje. La prueba requiere el uso de un residuo sólido sintético estándar y homogéneo (reactor de 3 l). La prueba no tiene como objetivo determinar la biodegradabilidad.	Dos fases en serie. Periodo termofílico: 58 °C $\pm$ 2°C durante un máximo de 90 días. Periodo mesofílico: 25 $\pm$ 2°C durante un máximo de 90 días. Periodo mínimo de prueba 45 días.
ISO 16929	Método de prueba utilizado para determinar el grado de desintegración de los materiales plásticos en una prueba de compostaje aeróbico a escala piloto (mínimo 35 l). No se puede utilizar para determinar la biodegradabilidad aeróbica de un material de prueba.	Autocalentamiento natural del ensayo de compostaje espontáneo hasta 65°C durante la fase termofílica. La prueba tiene una duración de 12 semanas.
ISO 14855	Método de prueba para determinar la biodegradabilidad aeróbica final de los plásticos y el grado de desintegración en condiciones controladas de compostaje. La parte 1 es el	58°C ± 2°C durante un período no superior a 6 meses.

	método general y la parte 2 consiste en la medición gravimétrica de CO <sub>2</sub> en una prueba a escala de laboratorio. El método produce el porcentaje de conversión de carbono orgánico en el material de prueba en dióxido de carbono desprendido.	
EN ISO 14851	Método de prueba para determinar la biodegradabilidad aeróbica de materiales plásticos midiendo la demanda de oxígeno en un respirómetro cerrado. El material de prueba se expone en un medio acuoso a un inóculo de lodo activado, compost o suelo.	Entre 20 °C y 25 °C por un período no superior a 6 meses
EN 14806	Método de prueba para determinar el grado de desintegración de los materiales plásticos en el compostaje. La prueba requiere el uso de un residuo sólido sintético estándar y homogéneo (reactor de 3 l). La prueba no tiene como objetivo determinar la biodegradabilidad.	Dos fases en serie. Periodo termofílico: 58°C ± 2°C durante 30 días. Después del día 30, el rango de temperatura permitido es de 21°C a 58°C durante 60 días. Periodo mínimo de prueba 45 días.
EN 14045	Método de prueba para evaluar la desintegración de los materiales de embalaje en una prueba de compostaje aeróbico a escala piloto (140 l). El material de prueba se mezcla con desechos biológicos y se composta espontáneamente en condiciones prácticas de compostaje.	Autocalentamiento natural del ensayo de compostaje espontáneo hasta 65°C durante la fase termofílica. La prueba tiene una duración de 12 semanas.
EN 13432	Método de prueba para determinar la compostabilidad y la tratabilidad anaeróbica del material de envasado abordando: biodegradabilidad, desintegración durante el tratamiento biológico, efecto sobre el proceso de tratamiento biológico y efecto sobre la calidad del compost resultante.	La prueba de biodegradabilidad es técnicamente idéntica a la ISO 14855. La prueba de desintegración es técnicamente idéntica a la EN 14045.
ASTM D5338	Método de prueba para determinar la biodegradabilidad aeróbica final de los plásticos y el grado de desintegración en condiciones controladas de compostaje. El material de prueba se expone a un inóculo derivado del compost. El método arroja el porcentaje de conversión de carbono orgánico en el material de prueba en dióxido de carbono desprendido.	58°C ± 2°C durante un período no superior a 6 meses.
ASTM D6400	Método de prueba estándar que tiene una duración de un mínimo de 90 días hasta un máximo de 180 días. Este estándar incluye análisis elemental, germinación de plantas (fitotoxicidad) y filtración por malla de las partículas resultantes, necesarias para el etiquetado de plásticos diseñados para compostaje aeróbico en instalaciones municipales o industriales.	El método de prueba ASTM D6400 utiliza un conjunto de condiciones que favorecen a los microorganismos que prosperan por encima de los 50 grados centígrados, lo que hace que el método de prueba sea algo selectivo para la biodegradación bacteriana.
ASTM D6868	Especificación estándar para el etiquetado de artículos finales que incorporan plásticos y polímeros como revestimientos o aditivos con	Las pautas para ASTM D6868 se utilizan a menudo después de probar materiales con un método estándar como ASTM D6400.

papel y otros sustratos diseñados para compostaje aeróbico en instalaciones municipales o industriales.	Generalmente, el laboratorio recomienda probar primero el producto terminado y luego realizar pruebas individuales, si el producto y el recubrimiento no alcanzan la tasa de biodegradabilidad requerida en el método. La ASTM D6868 no se aplica al producto sin la película adjunta.
---	--

# 1.5.2.2 Normas para evaluar la biodegradación de bioplásticos en condiciones de compostaje anaeróbico (digestión anaeróbica)

En la tabla 5 se presenta un resumen correspondiente a las normas internacionales referentes a la biodegradación de plásticos y bioplásticos en condiciones anaeróbicas.

Estándar	Breve descripción y objetivo	Condiciones ambientales
ISO 14853	Método de prueba para determinar la biodegradabilidad anaeróbica de materiales plásticos por microorganismos anaeróbicos. El material de prueba se expone en un medio acuoso a lodo.	35°C durante un máximo de 90 días.
ISO 13975	Método de prueba para evaluar la biodegradabilidad de materiales plásticos en un sistema de digestión anaeróbica controlada. Da el porcentaje de conversión de carbono orgánico en CO <sub>2</sub> y CH <sub>4</sub> .	$55^{\circ}C \pm 5^{\circ}C$ (para simular la digestión termofílica) o $35^{\circ}C \pm 3^{\circ}C$ (para simular la digestión mesofílica) durante un máximo de 90 días.
EN 13432	Método de prueba para determinar la compostabilidad y la tratabilidad anaeróbica del material de envasado abordando: biodegradabilidad, desintegración durante el tratamiento biológico, efecto sobre el proceso de tratamiento biológico y efecto sobre la calidad del compost resultante.	La prueba de biodegradabilidad es técnicamente idéntica a la ISO 14853.
ASTM D5526- 94d	Método de prueba para determinar el grado de biodegradabilidad anaeróbica de materiales plásticos en un entorno de prueba de vertedero acelerado. El material de prueba se expone a un inóculo metanogénico <sup>9</sup> derivado de digestores	35°C ± 2°C durante un período de al menos 7 días.

Tabla 4. Normas para evaluar la biodegradación de bioplásticos en condiciones de compostaje
aeróbico (Ruggero, Gori, & Lubello, 2019).

<sup>&</sup>lt;sup>9</sup> Inóculo metanogénico: Bacteria anaerobia estricta capaz de convertir en metano los productos de fermentación, especialmente dióxido de carbono, hidrógeno y formiato, formados por otros microorganismos anaerobios.

	anaeróbicos. El método de prueba produce un porcentaje de conversión de carbono orgánico en la muestra en carbono en forma gaseosa.	
ASTM D5511-02	Método de prueba para determinar el grado de biodegradación anaeróbica de materiales plásticos en condiciones anaeróbicas con alto contenido de sólidos. Los materiales de prueba se exponen a un inóculo metanogénico derivado de digestores anaeróbicos. El método de prueba produce un porcentaje de conversión de carbono en la muestra en carbono en forma gaseosa.	52°C ± 2°C durante un período de al menos 30 días

## 1.5.2.3 Normas mexicanas para evaluar la biodegradación y compostabilidad de bioplásticos

En el marco de la evaluación de la biodegradabilidad de bioplásticos en condiciones de compostaje generales, en el contexto nacional, en la tabla 6 se muestran los principales estándares relacionados.

## Tabla 5. Normas mexicanas vigentes para evaluar la biodegradación y compostabilidad de

bioplásticos (Diario Oficial de la Federación, 2	2019).
--	--------

Estándar	Breve descripción y objetivo	Especificaciones
NMX-E-267-CNCP- 2016       Aplicable para todas las resinas y productos plásticos biobasados que pueden ser incinerados en presencia de oxígeno para producir CO <sub>2</sub> gaseoso y que se fabriquen,	<ul> <li>NOTA 1: Las especificaciones de seguridad y requerimientos asociados con la radioactividad, preparación de las muestras, y operación de los instrumentos no son incluidos en los métodos de prueba. Es responsabilidad del usuario de estos métodos establecer las prácticas de seguridad y salud apropiadas.</li> </ul>	
biobasados-métodos de prueba.	comercialicen y distribuyan en Territorio Nacional.	<ul> <li>NOTA 2: Estos métodos de prueba no abordan impacto ambiental, desempeño del producto y funcionalidad, determinación del origen geográfico o asignación de cantidades de carbono biobasado necesarias para el cumplimiento de las regulaciones nacionales.</li> </ul>
NMX-E-273-NYCE-	Esta Norma Mexicana (de carácter	Las especificaciones se dirigen a establecer
2019	especificaciones mínimas que	productos plásticos para ser catalogados

Título: Industria del	deben cumplir los plásticos que son	como compostables, señalando cuatro
plástico-Plásticos	adecuados para la recuperación	características:
compostables-	orgánica a través de composteo	1) biodegradación;
Especificaciones y	aeróbico.	<ol><li>desintegración durante el composteo;</li></ol>
métodos de prueba		3) efectos negativos sobre el proceso de
		composteo;
		4) efectos negativos sobre la calidad de la
		composta, incluyendo la presencia de
		altos niveles de metales regulados y
		otros componentes dañinos.
		Esta Norma Mexicana es aplicable a todos los
		productos v materiales plásticos
		compostables que se fabriquen.
		comercialicen v distribuyan en territorio
		nacional.

## 1.6 Métodos de caracterización

## 1.6.1 Espectroscopia FT-IR y micro-Raman

La espectroscopía infrarroja (IR) o infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR) ofrece la posibilidad de identificar con precisión los grupos funcionales (análisis estructural) presentes en polímeros de acuerdo con sus espectros IR característicos (Müller & Steinbüchel, 2002).

Los polímeros poseen espectros IR altamente específicos con patrones de banda distintos que hacen que la espectroscopía IR sea una técnica óptima para la identificación del mismo. La espectroscopía FT-IR puede proporcionar más información sobre propiedades fisicoquímicas de partículas de polímeros y/o polímeros muestreados mediante la detección de la intensidad de la oxidación.

Las partículas grandes se pueden analizar fácilmente mediante una técnica de superficie FT-IR (espectroscopía FT-IR de "reflectancia total atenuada" (ATR)) con alta precisión en menos de un minuto (Müller & Steinbüchel, 2002).

Como soporte a los resultados obtenidos con espectroscopía FT-IR, se puede complementar mediante la espectroscopía **micro-Raman**, la cual es una técnica sencilla que se ha utilizado con éxito para identificar de igual manera los grupos funcionales y a la estructura química de biopolímeros compostables en diferentes muestras ambientales con alta fiabilidad.

Durante el análisis con micro-Raman, la muestra se irradia con una fuente láser monocromática. El láser depende del sistema utilizado: las longitudes de onda láser disponibles generalmente oscilan entre 500 nm y 800 nm. La interacción de la luz láser con las moléculas y los átomos de la muestra (vibración, rotación y otras interacciones de baja frecuencia) da como resultado diferencias en la frecuencia de la luz retro dispersada en

comparación con la frecuencia del láser de irradiación. Este cambio se puede detectar y conduce a espectros Raman específicos de la sustancia. Dado que los polímeros poseen espectros Raman característicos, la técnica se puede aplicar para identificar polímeros plásticos en cuestión de minutos en comparación con los espectros de referencia (Van Cauwenberghe, Vanreusel, Mees, & Janssen, 2013).

En consecuencia, la espectroscopía micro-Raman permite la identificación de una amplia gama de clases de tamaños hasta partículas plásticas muy pequeñas de tamaños inferiores a 1 µm. Si la microscopía Raman se combina con imágenes espectrales Raman, es posible generar imágenes químicas espaciales basadas en los espectros Raman de una muestra (Van Cauwenberghe, Vanreusel, Mees, & Janssen, 2013).

#### 1.6.2 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)

La microscopia electrónica de barrido permite examinar los cambios en la morfología de los biopolímeros compostables debido a que se pueden obtener imágenes de áreas que varían aproximadamente de 1 cm a 5 µm de ancho en un modo de escaneo usando técnicas de SEM convencionales (aumento que varía de 20X a aproximadamente 30,000X, resolución espacial de 50 a 100 nm). Para percibir el monitoreo y los cambios en la estructura de las muestras, se utilizaron imágenes del MEB. Esta técnica se aplicó para la evaluación de los biopolímeros al ser sometidos a un proceso de compostaje (Van Cauwenberghe, Vanreusel, Mees, & Janssen, 2013).

#### 1.6.3 Calorimetría de barrido diferencial (DSC)

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) mide el diferencial de potencia (energía térmica por unidad de tiempo) entre una pequeña muestra (desde 5 mg hasta 60 mg) de polímero o biopolímero en un recipiente de aluminio sellado usando como referencia a un recipiente vacío de aluminio para mantener un diferencial de temperatura cero entre ellos durante el calentamiento programado, con escaneos de temperaturas durante todas las etapas de la prueba.

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) permite detectar transiciones endotérmicas y exotérmicas, así como la determinación de las temperaturas de transformación, tales como:

 Temperatura de transición vítrea (Tg): es un intervalo corto de temperaturas en el cual los materiales poliméricos, al enfriarse, pasan de ser flexibles a rígidos. Esta transición está relacionada con la movilidad de segmentos de cadenas y con la disponibilidad de un cierto volumen (volumen libre) para que dicho segmento se mueva. Estos movimientos se pueden visualizar como rotaciones coordinadas en los extremos de los segmentos que abarcan aproximadamente entre 5 y 20 átomos (Coreno Alonso & Mendez-Bautista, 2010).

La temperatura de transición vítrea  $(T_g)$  se observa sólo en las regiones amorfas. Las cadenas que se encuentran dentro de un cristal no pueden ejecutar este movimiento debido a la fuerte interacción que hay entre ellas y a la falta de un volumen libre (Coreno Alonso & Mendez-Bautista, 2010).

Todos los factores que determinan la temperatura de transición vítrea de los polímeros  $(T_g)$  serán aquellos que involucren la movilidad las fracciones de las cadenas poliméricas.

Temperatura de fusión (T<sub>m</sub>): es la temperatura a la cual las regiones cristalinas de una muestra de polímero se funden. En la (T<sub>m</sub>) las fuerzas intermoleculares que mantienen el orden estructural de las cadenas son superadas. Como la (T<sub>m</sub>) implica dar energía suficiente para que las cadenas se muevan en su totalidad, los factores que impiden estos movimientos serán, como en el caso de la (T<sub>g</sub>), la rigidez y las fuerzas intermoleculares, por lo que generalmente un polímero con una (T<sub>g</sub>) alta también tendrá una (T<sub>m</sub>) alta (Coreno Alonso & Mendez-Bautista, 2010).





La técnica también estudia la cinética de reacciones químicas, por ejemplo, oxidación y descomposición. La conversión de un calor de fusión medido se puede convertir en un % de cristalinidad siempre que, por supuesto, se conozca el calor de fusión para el polímero 100% cristalino (Brandrup, Immergut, & Grulke, 1999).

## 1.7 Métodos de prueba de compostabilidad

## 1.7.1 Durante el proceso de compostaje

## 1.7.1.1 pH

Se efectúa una serie pruebas para medir el pH con la finalidad de monitorear si el sustrato no presenta tendencias de tener pH alcalino y/o acido.

## 1.7.1.2 Temperatura

Se mide la temperatura en el medio del material de compostaje al menos una vez por día.

## 1.7.1.3 Observaciones visuales (opcional)

Se inspecciona visualmente la mezcla y el material de prueba durante el proceso. Se verifica la morfología y apariencia general de la muestra.

## 1.7.2 Después del proceso de compostaje

## 1.7.2.1 Prueba de desintegración física

- Se examina el compost obtenido de cada serie de pruebas de compostaje en busca de partículas residuales del material de prueba.
- Cuando se utilice contenedores para la prueba, se debe tomar de cada contenedor una muestra homogénea, preferiblemente todo el contenido del contenedor, pero al menos el 50%.
- Se tamizan cada una de las muestras a través de un tamiz estándar buscando cuidadosamente en el desbordamiento grandes grumos de compost en los que queden trozos de material de prueba y dividiéndolos en partículas desmenuzables, que tienen una distribución de tamaño de partículas más típica para compost y son más fáciles de tamizar.
- Se separa el material tamizado a través de un tamiz estándar de 2 mm.
- De la fracción de 2 mm a 10 mm, se extraen todas las partículas del material de ensayo, se colocan en un tamiz con separación de 2 mm y se limpia cuidadosamente (ISO 16929:2013, 2013).

**Nota:** La selección de las partículas de material de prueba se puede facilitar dividiendo la fracción de 2 mm a 10 mm en fracciones con una distribución de tamaño de partícula más estrecha (por ejemplo, de 2 mm a 5 mm y de 5 mm a 10 mm). Las pérdidas de partículas de material de prueba durante el proceso de limpieza se pueden evitar utilizando un tamiz

adicional de 1 mm debajo del tamiz de 2 mm. Sin embargo, todas las partículas de tamaño <2 mm se suelen despreciar.

Se recomienda que se tomen muestras del compost que queda después de seleccionar el material de prueba para los análisis de calidad del compost y las pruebas de ecotoxicidad (ISO 16929:2013, 2013).

## 1.7.2.2 Observaciones visuales

Se realiza una evaluación visual al menos al principio y al final de la prueba y, si es posible, siempre que se dé la vuelta al material de prueba. Se estima la distribución del tamaño de partícula del material de prueba.

Para ello, se selecciona al menos 10 partículas que proporcionen una impresión de todos los fenómenos de degradación visibles, desde una pequeña descomposición hasta una degradación extensa del material de prueba. Se limpia cuidadosamente las partículas seleccionadas con agua y evaluar visualmente con respecto a lo siguiente:

- consistencia y compacidad del material
- decoloración
- signos de desintegración local (por ejemplo, presencia de agujeros)
- qué tan fácil (o difícil) fue seleccionar el material de prueba.

Se regresan las partículas seleccionadas a la mezcla de compostaje. Se anota los resultados de cada evaluación por escrito y mediante fotografías.

Se recomienda encarecidamente una evaluación visual si el material de prueba no se desintegra completamente después de 12 semanas (ISO 16929:2013, 2013).

## 1.7.2.3 Prueba de evaluación de toxicidad del compost (prueba de germinado)

Después del proceso de compostaje, se analiza una muestra de la matriz con bioensayos de ecotoxicidad junto con una muestra de control no expuesta al artículo de plástico y una muestra de control expuesta a una sustancia GRAS (generalmente reconocida como segura), como la celulosa. No se debe encontrar ninguna diferencia significativa entre las muestras de prueba y las muestras de control.

Las normas sobre compostabilidad (por ejemplo, ASTM D6400) requieren una evaluación de la ecotoxicidad en muestras de compost donde el material plástico agregado a una concentración del 10% ha sido compostado durante 3 meses.

Los requisitos de ecotoxicidad también se hacen cumplir por las normas sobre biodegradabilidad en suelo (Sforzini, Oliveri, Chinaglia, & Viarengo, 2016).

Las pruebas de ecotoxicidad deben realizarse en muestras de suelo, composta, en las que el material plástico añadido a una concentración del 1% se haya degradado durante 3 meses. La concentración prescrita de plásticos es mucho mayor de la cantidad que se espera que termine normalmente en el medio ambiente. Una carga del 1% es mucho más alta que la carga de aplicación esperada de plásticos biodegradables en el suelo (Sforzini, Oliveri, Chinaglia, & Viarengo, 2016).

### **CAPITULO 2. ANTECEDENTES**

#### 2.1 Aplicación de la espectroscopia FT-IR y micro-Raman

Los investigadores (Quiroz, Cadena, & Sinche, 2010) efectuaron un análisis de degradación de dos clases de bolsas plásticas de un solo uso de polietileno: en la primera clase se tomaron bolsas comunes y en la segunda clase se tomaron bolsas con un aditivo pro-degradante. Los métodos que se utilizaron para poder analizar la degradación de las bolsas fueron ensayos de exposición a la intemperie, radiación UV. Como primer paso, caracterizaron las bolsas plásticas, codificadas previamente para ser analizadas por FT-IR, como resultado identificaron ausencia de picos de absorbancia en 1378 cm<sup>-1</sup> y existencia en 1368 cm<sup>-1</sup>, lo que infiere que el polímero usado en la fabricación de las bolsas es polietileno de alta densidad cuya estructura corresponde a un polímero de cadenas lineales que facilitan la cristalización. Posteriormente las bolsas fueron expuestas a la intemperie acopladas en una base, el tiempo de exposición fue de doce meses. Después del proceso de exposición las bolsas fueron analizadas con la técnica de caracterización FT-IR, en la cual no se observaron cambios. Es decir, no existen picos de absorbancia de la región de los carbonilos (1800 cm<sup>-1</sup> a 1600 cm<sup>-1</sup>) por lo que no existen indicios de formación de compuestos oxidados. Tampoco existen picos ubicados a los 3554 cm<sup>-1</sup> y 3410 cm<sup>-1</sup> por lo que se comprueba la ausencia de hidroperóxidos. De igual manera, (Quiroz, Cadena, & Sinche, 2010) evaluaron el grado de oxidación, el cual calcula el índice de carbonilo (IC) que usa la relación entre la altura de absorbancia a los 1710 cm<sup>-1</sup> y un pico de referencia estable durante la oxidación a los 1465 cm<sup>-1</sup>.

El grupo de trabajo de (Mendes, y otros, 2016) sintetizaron un biopolímero mediante mezclas de almidón de maíz termoplástico (TPS) y quitosano (TPC) por extrusión, las mediciones se efectuaron por espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FT-IR) en donde registraron un rango espectral entre 3500 cm<sup>-1</sup> y 6000 cm<sup>-1</sup> a una velocidad de escaneo de 180 escaneos y una resolución específica de 2 cm<sup>-1</sup>, empleando el modo de transmisión. El espectro FT-IR de la película TPS presentó bandas de absorción correspondientes a los grupos funcionales de almidón y glicerol, es decir, bandas de 920 cm<sup>-1</sup>, 1022 cm<sup>-1</sup> y 1148 cm<sup>-1</sup> (estiramiento con CO), 1648 cm<sup>-1</sup> (agua ligada), 3277 cm<sup>-1</sup> (grupos OH), 2914 cm<sup>-1</sup> (estiramiento con CH) y 1423 cm<sup>-1</sup> (glicerol).

El equipo de trabajo de (Adamcová y otros, 2016) obtuvieron ocho materiales degradables, los cuales fueron: bolsas biodegradables basadas en almidón (compostables certificadas), bolsas

de HDPE mezcladas con aditivo plástico totalmente degradable (TDPA) y polietileno adicionado con un aditivo pro-oxidante. Mediante la implementación de espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR) realizaron la caracterización de las bolsas de plástico. Las muestras se compararon con láminas de referencia de polietileno y láminas de referencia de polietileno + 10% de almidón.

Mostafa y otros, 2018, lograron producir a partir de fibras de lino y de algodón láminas de polímeros. Reportaron que los picos de absorción dominantes estuvieron alrededor de 3403 cm<sup>-1</sup> y 2916 cm<sup>-1</sup>, los cuales se atribuyeron a vibraciones de estiramiento del grupo -OH y al enlace C-H en -CH<sub>2</sub> respectivamente. Identificaron un pico de 1646 cm<sup>-1</sup>, el cual lo atribuyeron al enlace b-glucosídico en el glucógeno.

También observaron picos en las dos muestras de C-, estos picos se pueden observar a 1646 cm<sup>-1</sup>, 1456 cm<sup>-1</sup> y 1223 cm<sup>-1</sup>, los cuales se atribuyeron al enlace (C=O-C-H) y al estiramiento (CO-) del grupo acetilo respectivamente.

Por otra parte, (Napper, I. E., y Thompson, R. C. 2019) analizaron la degradabilidad de diferentes tipos de bolsas de plástico, estas incluían dos tipos de bolsas oxo-biodegradables, una bolsa biodegradable, una bolsa compostable y una bolsa de soporte de polietileno de alta densidad (HDPE).

Concluyeron que algunas muestras desarrollaron un pequeño tramo de carbonilo mal definido en un número de onda de aproximadamente 1715 cm<sup>-1</sup>; los cual es indicativo de oxidación, que es un signo de deterioro y fue más evidente para las muestras expuestas al aire libre que en las de expuestas en el suelo, en medio marino y las de escala laboratorio con control.

Los autores (Correa-Pacheco, y otros, 2019), prepararon y caracterizaron fibras extruidas de ácido poliláctico (PLA) y poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT), añadidas con aceite

esencial de canela (CEO) y se evaluó la degradación hidrolítica. En la tabla 7 se muestran los resultados en espectroscopia FTIR para la caracterización de los biopolímeros preparados.

Compuestos	Frecuencias (número de onda cm <sup>-1</sup> )	Asignación
	3034–2874	Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH en -
		CH <sub>3</sub>
	1745	C=O estiramiento
PLA	1448	–CH en -CH₃
	1178	Estiramiento O-C-O
	1122, 1075, y 1050	C-O-C
	758	C-C- estiramiento
	3003–2819	Estiramiento de -CH en -CH <sub>3</sub>
	1709	C=O estiramiento
PBAT	1522–1336	C=O estiramiento para el grupo fenólico
	1187–982	Vibraciones de estiramiento C-O y C-O-C
	730	-C-C- estiramiento

 Tabla 6. Bandas de absorción características FTIR para PLA y PBAT (Correa-Pacheco, y otros, 2019).

Los autores (Yuniarto, y otros, 2016), utilizaron la espectroscopía IR-Raman para estudiar los grupos funcionales presentes en el PLA y PEG<sup>10</sup>, además de su mezcla (PLA/PEG). Utilizaron la absorbancia y el número de onda de frecuencia para observar cualquier cambio entre los grupos funcionales de PLA puro. Los espectros de PLA puro se pueden referenciar con grupos [C=O] de estiramiento que están presentes en muchos valores de número de onda. Los grupos [C=O] débiles están presentes en un rango de frecuencia de 675 cm<sup>-1</sup> a 711 cm<sup>-1</sup>, mientras que los grupos moderados se pueden encontrar entre 736 cm<sup>-1</sup> y 760 cm<sup>-1</sup>. Se pueden encontrar grupos [C=O] fuertes en el polímero PLA en un rango de frecuencia entre 1749 cm<sup>-1</sup>, 1643 cm<sup>-1</sup> y 1773 cm<sup>-1</sup>. Por otro lado, el grupo CH<sub>3</sub> asimétrico de deformación de PLA se desplaza a 1406 cm<sup>-1</sup>. El grupo funcional CH<sub>3</sub> simétrico sgeneralmente se encuentran en 1128 cm<sup>-1</sup>. En el rango de frecuencia de 1179 cm<sup>-1</sup> y 1216 cm<sup>-1</sup> se encuentra el grupo asimétrico [C-OC] moderado y el grupo funcional [CO-C] asimétrico en 1092 cm<sup>-1</sup>.

El grupo de trabajo de (H. Holder, 2012) monitoreó las características de calidad importantes de los almidones y los productos que contienen almidón utilizando la técnica espectroscopía

<sup>&</sup>lt;sup>10</sup> El polietilenglicol es un poliéter compuesto derivado de petróleo con muchas aplicaciones. El PEG también se conoce como óxido de polietileno (PEO) o polioxietileno (POE).

Raman, en donde, se efectuaron las mediciones en la región de 250 cm<sup>-1</sup> a 3200 cm<sup>-1</sup> con una resolución óptica de 6 cm<sup>-1</sup>. La longitud de onda de excitación del láser fue de 785 nm, mientras que la potencia del láser se estableció en aproximadamente 300 mW a 400 mW. Los resultados obtenidos fueron resumidos en la tabla 8.

2911C-H estiramientoMuy fuerte1461CH, CH2, C-O-H deformaciónFuerte1396C-C-H deformaciónFuerte1380C-O-H deformaciónFuerte1340C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1263C-C-H, O-C-H, C-O-H deformaciónMediana1207C-C, C-O estiramientoDébil1127C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1109C-C, C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1053C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte941C-O-C, C-O-H deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformaciónDébil615C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O torsiónDébil441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	Número de onda (cm <sup>-1</sup> )	Asignación	Intensidad relativa
1461CH, CH2, C-O-H deformaciónFuerte1396C-C-H deformaciónFuerte1380C-O-H deformaciónFuerte1340C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1263C-C-H, O-C-H, C-O-H deformaciónMediana1207C-C, C-O estiramientoDébil1127C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1109C-C, C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1053C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte941C-O-C, C-O-H deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformaciónDébil615C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	2911	C-H estiramiento	Muy fuerte
1396C-C-H deformaciónFuerte1380C-O-H deformaciónFuerte1340C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1263C-C-H, O-C-H, C-O-H deformaciónMediana1207C-C, C-O estiramientoDébil1127C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1109C-C, C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1053C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1053C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte941C-O-C, C-O-H deformación; CO deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónDébil441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	1461	CH, CH <sub>2</sub> , C-O-H deformación	Fuerte
1380C-O-H deformaciónFuerte1340C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1263C-C-H, O-C-H, C-O-H deformaciónMediana1207C-C, C-O estiramientoDébil1127C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1109C-C, C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1053C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1053C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte941C-O-C, C-O-H deformación; CO deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-C deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónDébil441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	1396	C-C-H deformación	Fuerte
1340C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1263C-C-H, O-C-H, C-O-H deformaciónMediana1207C-C, C-O estiramientoDébil1127C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1109C-C, C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1053C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte941C-O-C, C-O-H deformación; CO deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil4778C-C-C deformación; C-O torsiónDébil441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	1380	C-O-H deformación	Fuerte
1263C-C-H, O-C-H, C-O-H deformaciónMediana1207C-C, C-O estiramientoDébil1127C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1109C-C, C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1053C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte941C-O-C, C-O-H deformación; CO deformaciónFuerte868C-C-H, C-O-C deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformación; C-O torsiónDébil577C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	1340	C-O estiramiento; C-O-H deformación	Fuerte
1207C-C, C-O estiramientoDébil1127C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1109C-C, C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1053C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte941C-O-C, C-O-H deformación; CO deformaciónFuerte868C-C-H, C-O-C deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformación; C-O torsiónDébil577C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	1263	C-C-H, O-C-H, C-O-H deformación	Mediana
1127C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1109C-C, C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1053C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte941C-O-C, C-O-H deformación; CO deformaciónFuerte868C-C-H, C-O-C deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformación; C-O torsiónDébil577C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	1207	C-C, C-O estiramiento	Débil
1109C-C, C-O estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1053C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte941C-O-C, C-O-H deformación; CO deformaciónFuerte868C-C-H, C-O-C deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformación; C-O torsiónDébil577C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	1127	C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformación	Fuerte
1083C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte1053C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte941C-O-C, C-O-H deformación; CO deformaciónFuerte868C-C-H, C-O-C deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformaciónDébil615C-C-O deformación; C-O torsiónDébil577C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	1109	C-C, C-O estiramiento; C-O-H deformación	Fuerte
1053C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformaciónFuerte941C-O-C, C-O-H deformación; CO deformaciónFuerte868C-C-H, C-O-C deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformaciónDébil615C-C-O deformaciónDébil577C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	1083	C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformación	Fuerte
941C-O-C, C-O-H deformación; CO deformaciónFuerte868C-C-H, C-O-C deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformaciónDébil615C-C-O deformaciónDébil577C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	1053	C-O, C-C estiramiento; C-O-H deformación	Fuerte
868C-C-H, C-O-C deformaciónFuerte769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformaciónDébil615C-C-O deformaciónDébil577C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	941	C-O-C, C-O-H deformación; CO deformación	Fuerte
769C-C-O deformaciónDébil718C-C-O deformaciónDébil615C-C-O deformaciónDébil577C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	868	C-C-H, C-O-C deformación	Fuerte
718C-C-O deformaciónDébil615C-C-O deformaciónDébil577C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	769	C-C-O deformación	Débil
615C-C-O deformaciónDébil577C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	718	C-C-O deformación	Débil
577C-C-O deformación; C-O torsiónDébil524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	615	C-C-O deformación	Débil
524C-C-O deformación; C-O torsiónDébil478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	577	C-C-O deformación; C-O torsión	Débil
478C-C-C deformación; C-O deformaciónMuy fuerte441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	524	C-C-O deformación; C-O torsión	Débil
441C-C-O, C-C-C deformaciónDébil410C-C-O, C-C-C deformaciónDébil	478	C-C-C deformación; C-O deformación	Muy fuerte
410 C-C-O, C-C-C deformación Débil	441	C-C-O, C-C-C deformación	Débil
	410	C-C-O, C-C-C deformación	Débil

## Tabla 7. Bandas Raman observadas en el almidón y sus asignaciones de modo vibratorio (H.Holder, 2012).

Los investigadores (Cai, Lv, & Feng, 2012), emplearon un espectroscopio confocal Raman con dos láseres que emiten a 532 nm/633 nm, para investigar cuatro tipos de plásticos biodegradables: ácido poliláctico, poli (Butilén Adipato-co-Tereftalato), poli (succinato de butilenos) y poli (hidroxibutirato-cohidroxivalerato), que se utilizan cada vez más en la vida cotidiana pero que no se pueden identificar fácilmente con otros instrumentos. Concluyeron que los principales picos en el espectro Raman de PBAT son: 119 cm-1, 206 cm<sup>-1</sup>, 273 cm<sup>-1</sup>, 632 cm<sup>-1</sup>, 704 cm<sup>-1</sup>, 797 cm<sup>-1</sup>, 856 cm<sup>-1</sup>, 878 cm<sup>-1</sup>, 1024 cm<sup>-1</sup>, 1043 cm<sup>-1</sup>, 1105 cm<sup>-1</sup>, 1177 cm<sup>-1</sup>, 1280 cm<sup>-1</sup>, 1300 cm<sup>-1</sup>, 1396 cm<sup>-1</sup>, 1449 cm<sup>-1</sup>, 1577 cm<sup>-1</sup>, 1613 cm<sup>-1</sup>, 1673 cm<sup>-1</sup> y 1718 cm<sup>-1</sup>. Los picos en 2003 cm<sup>-1</sup>, 2760 cm<sup>-1</sup>, 2780 cm<sup>-1</sup>, 2782 cm<sup>-1</sup>, 2875 cm<sup>-1</sup>, 3045 cm<sup>-1</sup> y 3067 cm<sup>-1</sup> encontrados en el espectro Raman de PBAT ampliado no eran lo suficientemente característicos. Por otra parte, en el ácido poliláctico (PLA) encontraron que muchos picos aparecieron en posiciones similares en IR y Raman, por lo que no se interpretaron más en el espectro Raman. Observaron el estiramiento [C=O] tanto en el espectro IR (1754 cm<sup>-1</sup>) como en el espectro Raman (1772 cm<sup>-1</sup>). 315 cm<sup>-1</sup>, 401 cm<sup>-1</sup>, 873 cm<sup>-1</sup>, 1010 cm<sup>-1</sup>, 1096 cm<sup>-1</sup>, 1126 cm<sup>-1</sup>, 1299 cm<sup>-1</sup>, 1383 cm<sup>-1</sup>, 1454 cm<sup>-1</sup>, 1723 cm<sup>-1</sup>, 1772 cm<sup>-1</sup>, 2746 cm<sup>-1</sup>, 2881 cm<sup>-1</sup>, 2947 cm<sup>-1</sup> y 3003 cm<sup>-1</sup> fueron los picos principales en el espectro Raman del ácido poliláctico (PLA).

## 2.2 Análisis de degradabilidad mediante microscopía de barrido con electrones (MBE)

(M. Rutkowska y otros, 2001) estudiaron la degradación en medio acuoso de muestras de polietileno puro (PE + 0%), polietileno con un contenido de 5% de almidón (PE + 5%), polietileno con un contenido de 8% de almidón (PE + 8%) y polietileno con un aditivo prodegradante en cantidades del 20% (PE + MB). El MB consistió principalmente de almidón de maíz, escamas de polietileno de baja densidad como resina portadora, copolímero de estirenobutadieno y estearato de manganeso; los dos últimos se denominan sistemas pro-oxidantes. Las películas de polietileno se cortaron en rectángulos de 15 x 2 cm, con 0,08 mm de espesor. El peso promedio de cada muestra de polietileno fue de 0.2 g.

M. Rutkowska y otros, 2001 concluyeron que después de seis meses de incubación del polietileno con MB en agua, la imagen de referencia de las protuberancias del almidón comenzó a desvanecer en la superficie. Después de 12 y 20 meses de incubación, el proceso de deterioro del almidón es más visible y evidente. También los autores identificaron algunos lugares oscuros, en donde atribuyeron a la presencia de microorganismos (lugares negros

irregulares) o los agujeros después de la eliminación del almidón (en forma de protuberancia) en la superficie de las mezclas de polímeros.

Adamcová, Vaverková, Mašíček, & Břoušková, 2016, investigaron la degradabilidad de bolsas de plástico de un solo uso disponibles en el mercado, las cuales anunciaban un 100% de degradabilidad, por otra parte, también analizaron bolsas certificadas como compostables. El espesor de cada muestra fue de 0.2 mm. Así mismo, analizaron bolsas de polietileno de alta densidad (HDPE) con aditivos plásticos totalmente degradables (TDPA), bolsas de polietileno (PE) con una adición de pro-oxidante y bolsas de almidón (con dimensiones de 0,3 mm de espesor). Como resultado observaron que la hinchazón en los gránulos de almidón se produce en toda la superficie del Polietileno/almidón debido a la absorción de agua por los gránulos. Sin embargo, afirman que casi toda la superficie del PE/almidón se mantuvo relativamente sin cambios, lo que sugiere que solo se había producido un pequeño grado de hinchazón. Además, en su estudio, confirmaron la biodegradación del material plástico biodegradable. Los resultados demuestran que tanto el polietileno (P)E como el PE/almidón son plásticos no biodegradables, mientras que el ácido poliláctico es un plástico biodegradable. Finalmente, concluyeron que el efecto de los aditivos promueve la biodegradación del Polietileno (PE) y tereftalato de polietileno (PET). (Adamcová, y otros, 2018) estudiaron biopolímeros comerciales y un polímero petroquímico (catalogado como degradable), en los análisis realizados por microscopía electrónica de barrido (SEM) a la muestra de polietileno de alta densidad (HDPE) + aditivo (TDPA), solo pudieron observar ligeros cambios en la muestra en donde se presentó cierta erosión de la superficie. El análisis exhibió la actividad microbiana de degradación en la muestra de almidón. La estructura superficial del material de almidón había perdido su suavidad, y las grietas eran evidentes. Las muestras mostraron un cambio significativo en la estructura. (Adamcová, y otros, 2018) Confirmaron el proceso de biodegradación mediante la observación de las imágenes de morfología del SEM, debido a la pérdida de propiedades mecánicas después de 12 semanas de compostaje, lo que produjo un material quebradizo que consiste en piezas rotas con una alta densidad de defectos, como grietas y estructura porosa, lo que permite el fácil acceso de microorganismos a la masa del polímero.

### 2.3 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Los investigadores (Zhao, Liu, Wu, & Ren, 2010), midieron las propiedades térmicas de las mezclas PLA/PBAT con la técnica de caracterización de calorimetría diferencial de barrido
(DSC), en donde observaron la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) en un rango de 50°C a 60 °C correspondientes al PLA, Los autores enfatizaron que la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) de las mezclas no cambió con el porcentaje de contenido de PBAT en las mezclas, lo que sugieren que el PLA y el PBAT no son termodinámicamente compatibles, especialmente con un mayor contenido de PBAT, en contraste, si fueran compatibles, las temperaturas de transición vítrea ( $T_g$ ) del PLA y las de PBAT se moverían para combinarse entre sí, y los picos de temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) deberían ser más débiles y más anchos después de extruirse.

(Zhao, Liu, Wu, & Ren, 2010) también concluyeron que la adición de PBAT a la matriz de PLA resulta en un pico de cristalización débil y ancho (aproximadamente 110°C), lo que se atribuye a que la combinación del PBAT con PLA influye en la cristalización de PLA. Además, infirieron que las temperaturas de fusión (T<sub>m</sub>) de mezclas (alrededor de 150°C) son las mismas que las temperaturas de fusión (T<sub>m</sub>) del PLA puro, lo que indica que la adición de PBAT a PLA no tiene ningún efecto sobre las temperaturas de fusión (T<sub>m</sub>) de fusión (T<sub>m</sub>) de PLA.

En las investigación de (Tolga, Kabasci, & Duhme, 2020), sometieron a ensayos de desintegración en condiciones de laboratorio definidas de acuerdo con la norma DIN EN ISO 16929 mezclas de PLA/PBS de proporción (70:30), así como otra combinación de polímero mediante el intercambio de PBS con PBAT (PLA-PBAT: 70:30) y concluyeron que antes del compostaje, la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) del PLA está aproximadamente a 60°C, la temperatura de fusión ( $T_m$ ) del PLA está a 170°C. En el caso del PBS no se detectó temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) y para el PBAT su temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) está en el rango de -35 a -30°C, los puntos de fusión del PBS y PBAT son casi iguales, alrededor de 115 a 117 °C. Después del período de compostaje de 12 semanas, la temperatura de fusión ( $T_m$ ) del PLAT disminuye a 138 °C en combinaciones de PLA/PBS y 146 °C para mezclas de PLA /PBAT.

En todos los casos, no se presentó el valor de  $\Delta H_{cc}$  para el PLA después del compostaje. Comparando PLA con PBS, el primero mostró una disminución más significativa en la temperatura de fusión (T<sub>m</sub>) de 170 a casi 138°C. Además, las entalpías de fusión del PLA después del compostaje son más bajas que antes, debido a las escisiones de la cadena de polímero obtenidas por degradación hidrolítica y/o enzimática.

#### 2.4 Compostabilidad

Los autores (Ruiz, Acevedo, & Pastor, 2013), sometieron a distintas pruebas cuatro artículos desechables etiquetados como biodegradables hechos de los siguientes materiales: bagazo de caña de azúcar, ácido poliláctico (PLA), papel recubierto por ácido poliláctico (PLA) y polímero de maíz. En la prueba utilizaron, como contenedores, 16 charolas para germinación con un tamaño de 520 mm x 250 mm hechas de polipropileno (PP). El tamaño de partícula del material experimental fue reducido a 10 mm, 5 mm y 2 mm. Las variables que evaluaron semanalmente durante la prueba fueron: temperatura, humedad y pH utilizando un medidor con sonda de 8". El sistema fue monitoreado tres veces por semana para ajustar el contenido de humedad de cada muestra al 50%. El tiempo de duración del experimento fue originalmente de 30 días para todos los materiales, además decidieron alargar el tiempo de duración en múltiplos de 30 días (60, 90, etc.) para los materiales que no mostraron ningún cambio aparente en el plazo inicial de 30 días. Para el caso del desechable de bagazo de caña de azúcar el tiempo total del experimento fue 30 días, para el desechable de ácido poliláctico (PLA), 90 días, para el desechable de papel recubierto de ácido poliláctico (PLA), 180 días y para el desechable de fécula de maíz, 360 días. Como resultado, los autores reportaron que el artículo compuesto por papel recubierto con ácido poliláctico (PLA) sufrió cambios notorios en la prueba debido a que la capa de papel se desintegró, quedando únicamente visible la capa de ácido poliláctico (PLA). El alto porcentaje de pérdida de masa y de espesor de partícula en esta prueba sugiere que la porción de papel es completamente asimilada por el medio. En el caso de las muestras de los artículos desechables compuestos por material de bagazo de caña de azúcar estos se integraron por completo al sustrato en un tiempo menor a un mes.

Adamcová, y otros, 2018, diseñaron un sistema de compostaje, en el cual el compost (compost maduro de tres meses de edad) tenía las siguientes propiedades fisicoquímicas: humedad 30/65 (%), combustibles min. 20 (%), nitrógeno total mín. 0.6 (% DM)<sup>11</sup>, pH 6.0 ÷ 8.5, ingredientes no descomponibles máx. 2,0 (%), relación C/N máx. 30, cadmio 2.0 (mg/kg), plomo 100 (mg/kg), mercurio 1.0 (mg/kg), arsénico 20 (mg/kg), cromo 100 (mg/kg), molibdeno 20 (mg/kg), níquel 50 (mg/kg), cobre 150 (mg/kg), zinc 600 (mg/kg). Los materiales que los autores sometieron al sistema de compostaje fueron bolsas de plástico de un solo uso

<sup>&</sup>lt;sup>11</sup> %DM: materia seca o extracto seco es la parte que resta de un material tras extraer toda el agua posible a través de un calentamiento hecho en condiciones de laboratorio.

disponibles en el mercado, las cuales anunciaban un 100% de degradabilidad, por otra parte, también analizaron bolsas certificadas como compostables. El espesor de cada muestra fue de 0.2 mm. También metieron al proceso de compostaje bolsas de polietileno de alta densidad (HDPE) con aditivos plásticos totalmente degradables (TDPA), bolsas de polietileno (PE) con una adición de pro-oxidante y bolsas de almidón (con dimensiones de 0,3 mm de espesor). (Adamcová, y otros, 2018) diseñaron y fabricaron marcos de listones de madera con las siguientes dimensiones: un ancho de 280 mm, longitud de 340 mm y altura 50 mm. Ajustaron una malla de polietileno de 1x1 mm, la cual la fijaron sobre los marcos. Los marcos fueron diseñados para facilitar la colocación e identificación de las muestras en la pila de compost. Insertaron las ocho muestras en una pinza dentro de la pila de compost. Las muestras las instalaron a una altura de 1 m desde el lado superior de la pila de compost y a 1,5 m desde el lado inferior de la pila. En estas condiciones, (Adamcová, y otros, 2018) los autores estimaron un período experimental de 12 semanas, además, las muestras las verificaron visualmente a intervalos regulares de aproximadamente 14 días.

Los investigadores (Napper, I. E., & Thompson, R. C. 2019), analizaron cinco tipos diferentes de bolsas de plástico, estas incluían dos tipos de bolsas oxo-biodegradables, una bolsa biodegradable, una bolsa compostable y una bolsa de referencias de polietileno de alta densidad (HDPE). Los autores cortaron cada muestra en tiras de 15x25 mm. Las tiras se tomaron del cuerpo principal de la bolsa de transporte con la finalidad de para proporcionar áreas de estructura similar. Posteriormente los autores colocaron una tira de cada tipo de bolsa de plástico en una bolsa hecha de malla de polietileno de alta densidad (HDPE) y las cosieron de manera segura con hilo de nylon. (Napper, I. E., & Thompson, R. C. (2019) Los autores colocaron las muestras en cuatro condiciones diferentes las cuales fueron las siguientes: enterradas en el suelo, expuestas al aire libre, sumergidas en un medio marino y colocadas en una caja oculta en el laboratorio como control. Las muestras enterradas se enterraron a una profundidad de aproximadamente 0.25 m. Las muestras colocadas en el medio marino se sumergieron en el mar a una profundidad de aproximadamente 1m. Por otra parte, los autores colocaron las muestras de control en una caja (mantenida a temperatura ambiente).

Los estudios de desintegración de polímeros de celulosa que llevaron a cabo Briassoulis, D., & Mistriotis, A. 2018 se refieren a la implementación de "biorreactores" (cajas de polipropileno con tres tipos de suelos: suelos de grano grueso, suelos de grano fino y suelos altamente orgánicos), en dónde cada biorreactor contenía aproximadamente 0,8 -1,1 kg de sustrato, el

cual, fue tamizado utilizando una criba de 2 mm de tamaño. Las muestras fueron colocadas en bolsillos de finas redes de polietileno HDPE y fueron enterradas en el suelo. Cada biorreactor contenía 4 muestras de papel de filtro en forma circular (450 mgC) de acuerdo con las disposiciones de la norma ASTM D5988 (2012) para la cantidad de muestra (200 mg C-1000 mgC por 500 g de suelo).

Los experimentos se realizaron a temperatura ambiente (20°C a25°C). El contenido de agua fue ajustado periódicamente a un nivel constante. Las proporciones de pH fueron de entre 6 a8 pH y la relación de C/N de 0.25. Estos parámetros no fueron modificados, debido a que los autores querían cumplir con las disposiciones del método de prueba de la norma ASTM D5988-12 (2012).

Briassoulis, D., & Mistriotis, A. 2018, agregaron nutrientes a los sistemas con el uso de fertilizante que contenían: amonio, fosfato de diamonio ((NH<sub>4</sub>) 2HPO<sub>4</sub>; contenido total de nitrógeno: 21,2%). Añadieron una cantidad de fertilizante de 200 mg en cada biorreactor. Por otra parte, (Briassoulis, D., & Mistriotis, A. 2018) los autores organizaron una serie de pruebas en laboratorio para investigar el efecto de las características clave del suelo en la biodegradación de lubricantes en el suelo en condiciones aeróbicas. Utilizaron el método de prueba de matraz cerrado basado en los estándares ISO17556 (2012) y ASTM5988 (2012). De acuerdo con este método, la biodegradación tiene lugar en biorreactores donde el oxígeno solo se renueva a intervalos de tiempo grandes de 3 a7 días dependiendo de la actividad respiratoria monitoreada, abriendo el matraz. El tamaño que utilizaron en los matraces fue de 2 a 4 litros.

# **CAPITULO 3. METODOLOGÍA**

#### 3.1 Metodología general



Figura. 24. Metodología general del proyecto de caracterización fisicoquímica de polímeros biodegradables de productos de consumo diario de un solo uso.

#### 3.2 Adquisición de muestras

Como se aprecia en la figura 24, para la investigación, se adquirieron muestras de bolsas y popotes de un solo uso catalogados como compostables y biodegradables por el fabricante, en este caso, se utilizaron 7 muestras de bolsas, 4 muestras de popotes, y 4 muestras de polímeros de alta pureza tomados como de referencia. En las tablas 9, 10 y 11 se observan las muestras de bolsas, popotes y de los polímeros de referencia, respectivamente.

	Especíme	nes de bolsas
Identificación de muestra	Nombre asignado por el fabricante	Imagen
Muestra B1	Catalogada como bolsa de PBAT	ADABLES DE A MA AMERICAN 736.
Muestra B2	Catalogada como bolsa de PLA	
Muestra B3	Catalogada como bolsa de polietileno-almidón	
Muestra B4	Catalogada como bolsa oxodegradable	
Muestra B5	Catalogada como bolsa de derivados de maíz	CHANNELED SAFE
Muestra B6	Catalogada como bolsa compostable	
Muestra B7	Catalogada como bolsa biodegradable	11/16

Tabla 8. Muestras de bolsas que se sometieron a las tecnicas de caracterizació
--

Especímenes de popotes									
Identificación de muestra	Nombre asignado por el fabricante	Imagen							
Muestra P1	Catalogado como popote de almidón								
Muestra P2	Catalogado como popote reciclable-compostable								
Muestra P3	Catalogado como popote de almidón								
Muestra P4	Catalogado como popote compostable								

#### Tabla 9. Muestras de popotes que se sometieron a las técnicas de caracterización.

Tabla 10. Muestras de polímeros de referencia que se sometieron a las técnicas de

caracterización.

Polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia						
Identificación de muestra	Nombre asignado por el fabricante					
Ácido poliláctico (PLA)	Grado reactivo (97% al 99.99%)					
Poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT)	Grado reactivo (97% al 99.99%),					
Almidón	Grado reactivo (97% al 99.99%),					
Polietileno (PE)	Grado reactivo (97% al 99.99%)					

#### 3.3 Identificación de los polímeros presentes en la muestra

## 3.3.1 Análisis químico estructural (AQE)

Con el fin de analizar la naturaleza y determinar los polímeros que conforman a cada una de las muestras (bolsas y popotes) catalogados como compostables y/o biodegradables, se implementaron técnicas de caracterización espectroscópicas para el análisis químico estructural (AQE). En la figura 24 se esquematiza el protocolo que se utilizó para la caracterización de las muestras, bolsas, popotes y polímeros de alto grado de pureza tomados

como de referencia. Para el análisis químico estructural (AQE) se utiliza la espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR) y la espectroscopia micro-Raman (RAMAN).

# 3.3.1.1 Espectroscopia infrarroja por transformada de fourier (FT-IR)

La técnica de espectroscopia infrarroja de transformada de fourier (FT-IR) fue aplicada con el objetivo de determinar los grupos funcionales en las muestras de bolsas, popotes, así como de los polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia y así crear una tabla de correlación en base a los picos identificados en los espectros.

El equipo que se utiliza para caracterizar las muestras fue el espectrómetro FT-IR Thermo Scientific Nicolet 6700, la figura 25 se muestra el equipo.



Figura. 25. Espectrómetro FTIR Thermo Scientific Nicolet 6700.

Las condiciones técnicas que se emplean en la caracterización de las muestras son las siguientes: rango de trabajo de número de onda de 4000 cm<sup>-1</sup> a 500 cm<sup>-1</sup>, condiciones normales a temperatura ambiente, 64 barridos con una resolución de 4 cm<sup>-1</sup>, modo reflectancia total atenuada.

Para esta técnica de caracterización se efectúan dos mediciones por cada muestra de bolsa con dimensiones aproximadamente de 2 cm de ancho y 2 cm de largo, en donde las áreas de medición fueron las siguientes:

- Sección A: parte exterior de la bolsa o del popote.
- Sección B: parte interior de la bolsa o popote.

Estas secciones se colocaron directamente en el portaobjetos del equipo. En la figura 26 se muestra el protocolo de preparación de muestras de bolsas en espectroscopia infrarroja de transformada de fourier (FT-IR).



Figura. 26. Protocolo de análisis por sección para el estudio en FT-IR de las muestras de bolsas.

Para el caso de las muestras de popotes se aplica la misma metodología que en las muestras de bolsas, en donde, se efectúa un análisis en el interior de los popotes y en el exterior.

Con las muestras de los polímeros de alto grado de pureza y tomados como de referencia, también se colocaron directamente en el portaobjetos del equipo. En el caso del ácido poliláctico (PLA) y Poli (adipato-co-tereftalato de butileno) (PBAT) al estar extruidos de forma de pellet, se deben realizar 10 análisis con diferente pellet del lote.

Los datos que se obtienen se grafican de manera que se puede apreciar si las muestras de popotes o de bolsas presentaban correlación con los espectros de los polímeros de referencia. Los resultados obtenidos de todos los barridos efectuados para cada sección de las bolsas y popotes se pueden ven los anexos.

#### 3.3.1.2 Espectroscopia micro-raman

La técnica de espectroscopia mico-raman es usada para identificación de los grupos funcionales que conforman a las muestras y como soporte a los resultados obtenidos mediante a la técnica de espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier (FT-IR).

El equipo que se utiliza es el microscopio DXR3 RAMAN Thermo Fisher Scientific y en la figura 27 se visualiza el mismo.



Figura. 27. Microscopio DXR3 micro-Raman Thermo Fisher Scientific.

Para esta fase de caracterización, se emplea el uso de portaobjetos, en donde, son colocadas tres secciones de muestra. Para cada sección se efectuaron 3 análisis haciendo un total de 9 barridos por muestras. En la figura 28 se muestra la metodología que se utilizó para analizar cada sección en micro-Raman.



Figura. 28. Protocolo de análisis por sección para el estudio en micro-Raman de las muestras de bolsas.

Para el caso de los popotes se empleó la misma metodología que en las bolsas. Con respecto a las muestras de polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia, el ácido poliláctico (PLA), poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT), el almidón y polietileno; se realizaron 10 análisis con diferente pellet del lote Con los resultados obtenidos se desarrolló una tabla de correlación.

#### 3.3.1.3 Dictamen del análisis químico estructural (AQE)

Con base en los gráficos y datos obtenidos a partir del análisis químico estructural (AEQ) empleando las espectroscopias FT-IR y micro-Raman, se enumera el pico más relevante en los espectros de las muestras de bolsas, popotes y de los polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia, y con la información resultante se construyen dos tablas (bolsas y popotes), en donde se efectúa una indexación de picos con la finalidad de realizar una revisión exhaustiva en la literatura para la interpretación y asignación química estructural de cada pico en cuestión. En la figura 29 se muestra el formato de tabla de indexación química estructural.

Indexación de picos de muestras de referencia			as		Indexación de picos de las muestras de bolsas y popotes				е У		Interpretación química estructural de los picos con base a la literatura
											l l
							_^				
	REFER	ENCIAS				MUES	TRAS DE BO	ILSAS			
Re. PLA (cm <sup>-1</sup> )	Re. PBAT (cm <sup>-1</sup> )	Re. Almidón (cm <sup>-1</sup> )	Re. PE (cm <sup>-1</sup> )	Muestra B1 (cm²l)	Muestra B2 (cm²)	Muestra B3 (cm²l)	Muestra B4 (cm²)	Muestra B5 (cm²l)	Muestra B6 (cm²l)	Muestra B7 (cm²l)	ASIGNACIÓN
	(	3287		3272.4				3305.21			Estiramiento (OH) (almidón)
2957.83	2951.47				2956.44			2952.54	2954.12		Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH3
2919.87			2914	2917.5	2920.96	2914.84	2914.44		2918.53	2913.93	Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH2
2874.12	2873.37				2873.12			2873.95	2871.85		Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH3
2850.64			2846.53	2849	2850.44	2847.56	2847.43			2847.04	Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH2
1752.18					1756.28				1755.73		Estiramiento (C=O) acido carboxílico PLA
1732.27											Estiramiento (C=O) lactato PLA
	1709.13			1711.48	1711			1711.77	1710.7		Estiramiento (C=O) PBAT
		1635.6									H2O (almidön)
	1504.56							1504.50			Estiramiento (C=O) para el grupo fenólico

Figura. 29. Formato en el cual se desarrolló la tabla de indexación química de los picos más relevantes de las muestras de bolsas, popotes y de los polímeros con alto grado de pureza tomados de referencia.

Una vez que se construyan las tablas de indexación química (tanto para bolsas y popotes), se determina cuáles son las muestras que obtuvieron mayor correlación, con base a sus picos espectrales y los picos espectrales de los polímeros de alto grado de pureza, tomados como de referencia, sobre todo, con el ácido poliláctico (PLA), poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT) y el almidón. Finalmente, con el análisis de correlación de picos espectrales FTIR y micro-Raman se dictamina cuáles son las muestras que son potencialmente biodegradables (por el tipo de polímero que está presente) y cuales contenían polietileno (PE) (polímero no biodegradable). Para el caso de las muestras que, dictaminadas como potencialmente biodegradables, posteriormente, se someterán al proceso de compostaje.

#### 3.4 Análisis microestructural

Se efectuó un análisis con las técnicas de microscopia de barrido de electrones (MBE) y espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX), en donde, se analiza la morfología y composición química de las muestras (haciendo énfasis en las muestras potencialmente biodegradables) con la finalidad de visualizar y estudiar los cambios morfológicos al finalizar el proceso de compostaje, así como de identificar si las muestras contienen alguno elemento químico ajeno a la composición química elemental polimérica de la muestra.

El equipo que se utiliza para ambas técnicas es el microscopio electrónico de barrido **JEOL JSM-6390LV / LGS**, el cual se puede observar en la figura 30.

Las condiciones técnicas que se utilizan en la caracterización de las muestras en (MBE-EDX) son las siguientes:

- Condiciones de medición usados 15 kV.
- Distancia de trabajo 10 mm.
- Tiempo por microanálisis tanto de área como puntual 1 minuto.



Figura. 30. Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6390LV / LGS.

#### 3.5 Proceso de compostaje

El proceso de compostaje se efectuó en las instalaciones del edificio "C" (materiales de referencia) en el Centro Nacional de Metrología (CENAM). Las condiciones climáticas del Centro Nacional de Metrología (CENAM) corresponden mayormente a un clima templadosemiseco. La temperatura media anual está comprendida entre los 18 y los 24°C, mientras que para el clima templado-subhúmedo oscila de los 14 a los 16°C. La precipitación pluvial registra de 400 a 500 milímetros cúbicos, siendo los vientos dominantes de Noreste a Suroeste.



Figura. 31. Centro Nacional de Metrología (CENAM). Municipio El Marqués, Querétaro, México.

El sistema de compostaje consta de 2 etapas paralelas de desarrollo, como se aprecia en la figura 31, en donde, la primera etapa corresponde a la prueba de compostabilidad y la segunda etapa a la prueba de germinación de semillas para la evaluación de la toxicidad del compost. En ambas etapas se emplea una charola para germinación, esto con la finalidad de ordenar y estandarizar las pruebas. En la figura 32, se muestra la charola que se utiliza para el desarrollo del sistema de compostaje.



Figura. 32. Charola de 50 cavidades utilizada para el proceso de compostaje y germinación.

En la tabla 12 se muestran las principales características de la charola que se utiliza para el proceso de compostaje.

Característica	Dimensión
Ancho de la Charola	38.3 cm
Largo de la Charola	58 cm
No. de Cavidades	77
Forma de Cavidades	Cuadradas Redondeadas
Medidas de la Cavidad	4X4 cm
Alto de la charola	7 cm
Volumen total	Celda 82.00 ml / 3.00 fl oz.

#### Tabla 11. Descripción de las dimensiones de la charola.

Por otra parte, el sustrato que se utiliza para los sistemas de composta se observa en la figura 33, donde, se usan aproximadamente 2 kilogramos.



Figura. 33. Tipo de sustrato (compost) empleado para el dimensionamiento de los sistemas de compostaje.

#### 3.5.1 Prueba de compostabilidad

Con base a los resultado del análisis químico estructural (AQE), se seleccionaron las muestras que contenían algún polímero y/o agente que propiciara la biodegradación en composta, en este caso para la prueba de compostabilidad, se analiza los especímenes de bolsas (B1, B2, B3, B4 y B5) y de popotes (P1 y P4), en donde, se cortan las muestras en dimensiones aproximadamente de 2 cm de ancho por 2 cm de largo para las bolsas y en el caso de los popotes se secciona trasversalmente a una distancia aproximadamente de 1 cm de largo. Las muestras se entierran a una profundidad de 4 cm aproximadamente, teniendo por debajo una capa de 4 cm de sustrato. En la figura 34 se muestra las dimensiones de acondicionamiento de las muestras en el sistema de compostaje.



Figura. 34. Colocación de muestras en la prueba de compostaje: a) bolsas y b) popotes.

Posteriormente, se agrega más sustrato hasta llenar las cavidades, cabe señalar que es de suma importancia hacer presión para que el sustrato se compacte bien.

Para el análisis de compostabilidad, se plantea hacer un triplicado de todas las muestras, tanto de popotes, bolsas y celulosa (material de referencia) con la finalidad de obtener resultados reproducibles a través de los monitoreos de inspección visual, medición de temperatura y pH. Estos monitores de variables se efectuaron de manera semanal, mensual y al término del proceso (90 días). Con base a lo anteriormente mencionado se etiquetaron las muestras como se observa en la figura 35.



Figura. 35. Etiquetado de las muestras con respecto al intervalo de tiempo de su evaluación y monitoreo (semana, mes y para 90 día).

En la figura 36 y tabla 13 se muestra el instrumento que se utiliza para monitorear las variables y las especificaciones del mismo, respetivamente.

Descripción	Especificaciones								
Medidor digital para la humedad del suelo, el pH, la temperatura y el medidor de luz solar. Tiene una sonda sensible de 200 mm y la ventana del sensor de luz proporciona información acerca de, pH, humedad, luz solar, °C y °F (suelo y medio ambiente).	Alimentado por: batería de 9V. Apagado automático: la unidad se apagará automáticamente después de 5 minutos de desactivación. Temperatura de funcionamiento: + 5 °C ~ + 40 °C. Dimensión: Unidad principal: 32 cm x 6 cm x 4 cm (aprox.). Sonda de prueba: $\varphi$ 5 mm x 200 mm (aprox.). Peso: 114g. Indicador de batería: indicador de batería baja.								

Tabla 12. Especificaciones del instrumento que se utilizó para monitorear las variables de
temperatura, el pH y el porcentaje de humedad.



Figura. 36. Instrumento genérico de estudio de suelos.

Para dar seguimiento puntual y conciso al proceso de biodegradación de las muestras de bolsas y popotes en el sistema de compostaje, se realizan semanalmente y mensualmente informes, en los cuales se indican los distintos cambios de las muestras. En la figura 37 se muestra el formato de reporte del seguimiento de las muestras en el sistema de compostaje.



Figura. 37. Formato de informe de seguimiento de las muestras en el sistema de compostaje.

El periodo que comprende el seguimiento de las muestras en el sistema de compostaje es de 90 días como lo sugiere la norma (ASTM D6400-19, 2019). En el formato se agregó un apartado en la parte superior derecha en donde se indica la fecha, la semana, el mes y el folio de la toma de datos. Asimismo, se suma otro recuadro en donde se indican los datos generales del proyecto, así como una tabla anexa en donde se redactan las observaciones de las muestras sustentadas a partir de fotografías en alta resolución obtenidas para cada muestra.

## 3.6 Caracterización del sistema de compostaje

#### 3.6.1 Análisis visual

Al finalizar el periodo de 90 días del proceso de compostaje, como lo determina la norma (ASTM D6400-19, 2019), se extrae con mucha precaución el contenido de cada cavidad y se vacía en una lámina de papel aluminio. Con ayuda de una espátula de laboratorio (totalmente sanitizada) se esparce el contenido de tal manera que de forma visual se pueda localice la existencia de fragmentos de material suspendidos en el compost. En la figura 38 se muestra el protocolo para efectuar el análisis visual del contenido de compost con muestra.



Figura. 38. Protocolo para el análisis visual de la fase de caracterización de la prueba de compostabilidad: a) cavidad con muestra y b) papel aluminio con el contenido extendido de composta y muestra.

## 3.6.1.1 Prueba de desintegración física

La prueba de desintegración consiste en obtener el porcentaje exacto de desintegración, el cual se calcula pesando la masa de los fragmentos del material compostado, en este caso, de los fragmentos de bolsas y popotes.

Para efectuar este análisis primeramente se tamiza el contenido de cada cavidad del sistema de compostaje, utilizando una criba con un tamaño de malla <2mm. Posteriormente, si el compost tiene fragmentos de material, se recolectan y se mide sus dimensiones y su masa.

Finalmente, se prepara un balance de masa preciso (masa antes y después de compostar) y se calcula el % exacto de desintegración después de tamizar y recoger el material restante al final de la prueba.

# 3.7 Calorimetría diferencia de barrido (DSC)

Se implementó la técnica de calorimetría diferencia de barrido (DSC) para estimar las temperaturas de transición vítrea (Tg), temperaturas de fusión ( $T_m$ ) y temperatura de cristalización (Tc) de las muestras potencialmente biodegradables sometidas al proceso de compostaje pero que no se compostaron en 90 días.

En la figura 39 se muestra el equipo que se utiliza, en este caso, fue el analizador térmico diferencial DSC, marca TA Instruments, modelo: DSC2920.



Figura. 39. Analizador térmico diferencial DSC, marca TA Instruments, modelo: DSC2920.

Los análisis consisten en pesar aproximadamente 5 mg de muestra y se colocan en pequeños crisoles de aluminio, tal como se aprecia en la figura 40, sellándolos posterior a la colocación de la muestra con una pequeña tapa de aluminio.



Figura. 40. Representación de la colocación de muestra en el analizador térmico diferencial DSC: a) crisoles de aluminio, b) tapas de aluminio para los crisoles y c) carga de crisoles en la celda del analizador.

La rampa de calentamiento que se lleva a cabo para este análisis consistió de:

- Temperatura de inicio: 30°C, permanencia a esta temperatura por 1 minuto
- Calentamiento: desde la temperatura de inicio hasta 200°C a una velocidad de calentamiento de 10°C/ min, permaneciendo a esta temperatura por 2 min.
- Flujo de gas de nitrógeno: 50 mL/min.

Posteriormente, con ayuda del analizador térmico diferencial DSC (DSC2920) se asigna las temperaturas de transición vítrea (Tg), temperaturas de fusión ( $T_m$ ) y temperatura de cristalización (Tc) presentes en las muestras.

# 3.8 Prueba de germinación de semillas para la evaluación de la toxicidad del compost

En esta etapa se someten las mismas muestras utilizadas en la etapa del proceso de compostabilidad. Primeramente, se agrega una capa de 3 cm de sustrato en las cavidades de la charola de germinación. En la figura 41 se muestra las cavidades utilizadas para la prueba de germinación de semillas con el sustrato puesto, cabe señalar que es de suma importancia humectar el sustrato con agua.



Figura. 41. Cavidades con capa de sustrato a 3 cm utilizadas para la prueba de germinación de semilla.

Para la prueba se emplearon semillas de rábano, las cuales son idóneas para el análisis debido a sus tiempos cortos de crecimiento y además no necesitan muchos cuidados adicionales. En la figura 42 se muestra las semillas que se utilizaron en la prueba de germinación.



Figura. 42. Semillas de rábano que se utilizaron en la prueba (Hortaflor, 2020).

Datos de las semillas:

- Las semillas se colocan directamente en la tierra que NO esté recién abonada.
- Cuidados: Regar con regularidad.
- Cosecha: Cuando el rábano esté bien desarrollado.
- Necesitan luz de sol
- Profundidad de siembra: 2 mm
- Distancia entre planta y planta: 5-8 cm
- Días de germinación: 4-6 días

• Días de maduración: 30 días

Para evaluar el germinado de las semillas con las muestras de popotes y de bolsas, se utilizan 3 cavidades correspondientes para efectuar tres ensayos distintos en cada muestra, en donde, para el primer ensayo se colocan tres semillas sin muestra, en el segundo ensayo se utilizan tres semillas debajo de la muestra y en el tercer ensayo se envuelven las tres semillas en la muestra. En la figura 43 se muestra el protocolo de los tres ensayos que se realizaron.



Figura. 43. Protocolo que se aplica para la prueba de germinación en las muestras de bolsas y popotes: a) ensayo 1: cavidad con semillas sin muestra, b) ensayo 2: cavidad con semillas envuelta en muestra y c) ensayo 3: cavidad con semillas debajo de muestra.

Una vez que se siembran las semillas en cada ensayo, diariamente durante el proceso de compostaje (90 días), se deben regar las cavidades dos veces al día: el primer riego se efectuó a las 7 horas y el segundo riego se realizó a las 19 horas.

Como ultimo procedimiento, cada viernes se registraron los datos de temperatura, pH, y crecimiento del germen, mismos que son registrados en una bitácora la cual se anexa a los informes de seguimiento de la prueba de compostabilidad.

#### **CAPITULO 4. RESULTADOS**

#### 4.1 Análisis químico estructural (AQE)

#### 4.1.1 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR)

# 4.1.1.1 Caracterización de polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia (PLA, PBAT, almidón y PE)

A continuación, se muestran los resultados correspondientes a la caracterización por espectroscopía de infrarrojo (FT-IR) para cada muestra de análisis. En la figura 44 se observan los espectros FT-IR obtenidos de los polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.



Figura. 44. Espectros FT-IR de los polímeros de alto grado de pureza tomados como referencia: a) espectro FT-IR del ácido poliláctico (PLA), b) espectro FT-IR poli (Butilén Adipatoco-Tereftalato) (PBAT), c) espectro FT-IR del almidón y d) espectro FT-IR del polietileno (PE). Como se observa, para el ácido poliláctico (PLA) las bandas 1 (2957.83 cm<sup>-1</sup>) y 3 (2874.12 cm<sup>-1</sup>) corresponden a vibraciones de estiramiento simétrico de los grupos funcionales [ $-CH-CH_3$ ], los picos 2 (2919.87 cm<sup>-1</sup>) y 4 (2850.64 cm<sup>-1</sup>) corresponden a vibraciones de estiramiento asimétrico de los grupos funcionales [ $-CH-CH_2$ ]. Los picos 5 (1752.18 cm<sup>-1</sup>) y 6 (1732.27 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a vibraciones del estiramiento de [C=O]. El pico 7 (1451.69 cm<sup>-1</sup>) se atribuye a vibración de deformación de [ $-CH-CH_3$ ], para los picos 8 (1381.38 cm<sup>-1</sup>) y 9 (1360.2 cm<sup>-1</sup>) conciernen a vibraciones de deformación [-OH]. Para el caso de los picos 10(1260.53 cm<sup>-1</sup>), 11 (1181.06 cm<sup>-1</sup>), 12 (1129.08 cm<sup>-1</sup>) y 13 (1085.71 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a vibraciones de los grupos funcionales [C-O] y [C-O-C] presentes del ácido poliláctico (PLA). Finalmente, el pico 16(758 cm<sup>-1</sup>) corresponde a la vibración de estiramiento de [-C-C-] (Cai, Lv, & Feng, 2012). En la tabla 14, se muestran los modos vibracionales para el ácido poliláctico (PLA).

Tabla 13. Interpretación de los modos vibracionales FT-IR encontrados para el ácido poliláctico (PLA) (*Cai, Lv, & Feng, 2012*).

Ácid	o poliláctico	$(PLA) \qquad \qquad \begin{array}{c} CH_3 \\ HO^{(S)} \\ O^{(S)} \\ CH_3 \\ O^{(S)} \\ CH_3 \\ O^{(S)} \\ CH_3 \\ O^{(S)} \\ O^{(S)$
P p	osición de lico (cm <sup>-1</sup> )	Asignación (grupo funcional)
1	2957.83	Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH3
2	2919.87	Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>2</sub>
3	2874.12	Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH3
4	2850.64	Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>2</sub>
5	1752.18	Estiramiento (C=O) acido carboxílico PLA
6	1732.27	Estiramiento (C=O) lactato PLA
7	1451.69	Deformación simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>3</sub>
8	1381.38	Estiramiento (C=O) grupo fenólico
9	1360.2	Deformación simétrico y asimétrico de -CH-CH <sub>2</sub>
10	1301.55	Deformación (OH) fenol
11	1260.53	Estiramiento [C–O–C]
12	1181.06	Estiramiento [C-O] alcohol terciario
13	1129.08	Estiramiento [CH <sub>2</sub> –O–CH <sub>2</sub> ] PLA
14	1085.71	C-O-C PLA
15	1045.06	C-O-C
16	758	Estiramiento de [–C–C–].

Para el caso del poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT), los picos 1 (2951.47 cm<sup>-1</sup>) y 2 (2873.37 cm<sup>-1</sup>) corresponden a vibraciones de estiramiento de  $[CH-CH_2]$ , el pico 3 (1709.13 cm<sup>-1</sup>) se atribuye a una fuerte vibración de estiramiento de [C=O], por otro lado, el pico 4 (1504.56 cm<sup>-1</sup>) se asigna al estiramiento de [C=O] exclusivo del grupo fenólico, los picos 5

(1464.68 cm<sup>-1</sup>) y 8 (1365.79 cm<sup>-1</sup>) corresponde a la vibración de deformación de [CH<sub>2</sub>] y [CH] respectivamente, el pico 6 (1408.85 cm<sup>-1</sup>) se atribuye a una vibración de deformación de grupo funcional [O–CH<sub>2</sub>], en la banda 7 (1392.24 cm<sup>-1</sup>) se presenta un estiramiento de [C=O] grupo fenol. Subsiguiente, en los picos 9 (1268.89 cm<sup>-1</sup>) y 10 (1207.27cm<sup>-1</sup>) se aprecia un fuerte estiramiento vibracional del grupo funcional éster aromático [C=O–C–ar], el pico 11 (1164.1cm<sup>-1</sup>) corresponde al estiramiento del éter alifático [ar–C–O], en los picos 12 (1117.45cm<sup>-1</sup>) y 13 (1100.79 cm<sup>-1</sup>) se presenta el estiramiento de [CH<sub>2</sub>–O–CH<sub>2</sub>], en el pico 14 (1016.78 cm<sup>-1</sup>) se observa un modo vibracional en deformación en el plano del [=C–H], en el caso del pico 15 (933.80 cm<sup>-1</sup>) se atribuye la deformación de [C=C] y el pico 16 (727.2 cm<sup>-1</sup>) se asocia a la deformación fuera del plano del anillo bencénico [=C–H] (Cai, Lv, & Feng, 2012). En la tabla 15 se representan las interpretaciones de los modos vibraciones para el poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT).

Tabla 14. Interpretación de los modos vibracionales FT-IR encontrados para el poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT) (Cai, Lv, & Feng, 2012).

Poli (adipato-co- tereftalato de butileno) (PBAT)									
P K	osición de bico (cm <sup>-1</sup> )	Asignación (grupo funcional)							
1	2951.47	Estiramiento simétrico y asimétrico de [-CH -							
2	2873.37	CH <sub>2</sub> ]							
3	1709.13	Estiramiento [C=O] PBAT							
4	1504.56	Estiramiento [C=O] para el grupo fenólico							
5	1464.68	Deformación simétrico y asimétrico de [-CH - CH <sub>2</sub> ]							
6	1408.85	Deformación [O-CH <sub>2</sub> ]							
7	1393.23	Estiramiento [C=O] grupo fenólico							
8	1365.79	Deformación simétrico y asimétrico de [-CH - CH <sub>2</sub> ]							
9	1268.89	Estiramiento éster aromático [C=O–C–ar]							
10	1207.27								
11	1164.1	Estiramiento éter alifático [ar–C–O]							
12	1102.83	Estiramiento [CH <sub>2</sub> –O–CH <sub>2</sub> ] PBAT							
13	1017	Deformación en el plano del [=C–H]							
14	935.36	Deformación de [C=C]							
15	873.87	Deformación fuera del plano del anillo bencénico [=C–H]							
16	727.97	Deformación de [C=C]							

Con respecto al espectro del almidón, el pico  $1(3271.64 \text{ cm}^{-1})$  se atribuye al estiramiento de [–OH], el pico  $2(1635.60 \text{ cm}^{-1})$  corresponde a la vibración del agua [H<sub>2</sub>O] y los picos  $3(1148.58 \text{ cm}^{-1})$ ,  $4(1078.75 \text{ cm}^{-1})$  y  $5(993.92 \text{ cm}^{-1})$  pertenecen a la intensa vibración de estiramiento de [COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa que es el compuesto químico más importante y representativo del almidón (H. Holder, 2012). En la tabla 16 se muestran la interpretación de los modos vibracionales encontrados para el almidón.



# Tabla 15. Interpretación de los modos vibracionales FT-IR encontrados para el almidón (H. Holder, 2012).

Finamente, para el espectro del polietileno (PE) los picos 1(2914 cm<sup>-1</sup>) y 2(2846.53 cm<sup>-1</sup>) corresponden vibraciones de estiramiento simétrico y asimétrico de [–CH–], los picos  $3(1471.69 \text{ cm}^{-1})$  y 4(1461.68 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a vibraciones de deformación simétrico y asimétrico de [–CH–] y finalmente el pico 5(718.54 cm<sup>-1</sup>) corresponde a la vibración de balanceo de [(CH)<sub>>3</sub>] (Larkin, 2011). En la tabla 17 se expone los modos vibracionales del polietileno, en donde, se observa que son pocos a comparación de los anteriores polímeros de referencia.

#### Tabla 16. Interpretación de los modos vibracionales FT-IR encontrados para el polietileno (PE)

(Larkin, 2011).

Poli	etileno (PE)	$\begin{pmatrix} H & H \\ -C & -C \\ -C & -C \\ H & H \end{pmatrix}_{n}$
	Posición de pico (cm <sup>-1</sup> )	Asignación (grupo funcional)
1	2914	- Estiramiento simátrico y asimátrico do [ CH]
2	2846.53	
3	1471.69	- Deformación simótrico y asimótrico do [ CH]
4	1461.68	Deformation simetrico y asimetrico de [-CH]
5	718.54	Vibración de balanceo de [(CH <sub>2</sub> )>3].

#### 4.1.1.2 Resultados de la caracterización de muestras de bolsas



#### 4.1.1.2.1 Muestra B1 (catalogada como bolsa de PBAT)

Figura. 45. Espectro FTIR de la muestra B1 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 45 se muestra el espectro FT-IR de la muestra B1, la cual se cataloga por el fabricante como de PBAT, en el espectro, para el pico 1 ( $3272.4 \text{ cm}^{-1}$ ) se observa una protuberancia que se atribuye al estiramiento vibracional del radical OH, el cual es representativo del PBAT, posteriormente en los picos 2 ( $2917.5 \text{ cm}^{-1}$ ) y 3 ( $2849 \text{ cm}^{-1}$ ) se asocian a vibraciones de estiramiento simétrico y asimétrico de [ $-CH-CH_2$ ]. En el pico 4 ( $1711.48 \text{ cm}^{-1}$ ) se aprecia un intenso estiramiento vibracional atribuido al grupo funcional [C=O] el cual es característico del PBAT, por otra parte, en el pico 5 ( $1452.18 \text{ cm}^{-1}$ ) se observa la deformación simétrica y asimétrica de [ $-CH-CH_2$ ], el pico 6 ( $1409.46 \text{ cm}^{-1}$ ) corresponde a la vibración de deformación [O-CH<sub>2</sub>] el cual representativo del PBAT. Más adelante, el pico 7 ( $1269.01 \text{ cm}^{-1}$ ) se aprecia una fuerte vibración atribuida al estiramiento de un éster aromático [C=O-C-ar] característico del PBAT. Los picos 8 ( $1147.22 \text{ cm}^{-1}$ ) y 11 ( $1077.96 \text{ cm}^{-1}$ ) corresponde a grupo funcional [COH/C-O-H] del anillo de anhidroglucosa del almidón, las bandas 9( $1118.47 \text{ cm}^{-1}$ ) y 10 ( $1102.99 \text{ cm}^{-1}$ ) se atribuyen a vibraciones del grupo funcional [CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>] representativos del PLA. Las bandas 12 ( $932.59 \text{ cm}^{-1}$ ) y 13( $873.03 \text{ cm}^{-1}$ )

corresponden a vibraciones de deformación de [C=C] y deformación del anillo bencénico [=C–H] fuera del plano los cuales son representativos del PBAT. El pico  $15(727.06 \text{ cm}^{-1})$  corresponde a modos vibracionales de balanceo de [CH<sub>2</sub>]>3.

Con la indexación de los picos FT-IR y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra B1 corresponde a una mezcla de PLA/PBAT/almidón.



4.1.1.2.2 Muestra B2 (catalogada como bolsa de PLA)

Figura. 46. Espectro FT-IR de la muestra B2 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

Los resultados obtenidos en la figura 46 se presentan los picos FT-IR característicos de la muestra B2 (catalogada como PLA), en donde, las bandas 1 (2956.44 cm<sup>-1</sup>), 2 (2920.96 cm<sup>-1</sup>), 3 (2873.12 cm<sup>-1</sup>) y 4 (2850.44 cm<sup>-1</sup>) corresponden a vibraciones de estiramiento de [–CH–CH<sub>2</sub>] y [–CH–CH<sub>3</sub>], los picos 5 (1756.28 cm<sup>-1</sup>) y 6 (1711 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a estiramientos vibraciones del grupo funcional [C=O] del ácido carboxílico presente en el PLA y al estiramiento del [C=O] de una cetona alifática la cual pertenece a la estructura molecular del PBAT, respectivamente. Para el caso de los picos 7 (1451.68 cm<sup>-1</sup>), 9 (1386.23 cm<sup>-1</sup>) y 10 (1363.57 cm<sup>-1</sup>) corresponden a las vibraciones de deformación de [–CH–CH<sub>2</sub>] y [–CH–CH<sub>3</sub>], en la misma región, sobresale la banda 8 (1409.94 cm<sup>-1</sup>) que se atribuye al modo vibracional de

deformación de (O-CH<sub>2</sub>) el cual es representativo del PBAT. El pico 11(1268.07 cm<sup>-1</sup>) corresponde a la vibración de estiramiento de un éster aromático [C=O–C–ar] atribuido al PBAT, por otra parte, la banda 12(1181.16 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al estiramiento de un alcohol terciario [C-O], los picos 13(1119.1 cm<sup>-1</sup>) y 14(1086.4 cm<sup>-1</sup>) pertenecen a señales de vibración de estiramiento [CH<sub>2</sub>–O–CH<sub>2</sub>], en donde, para el pico 13 se asocia al PLA y el 14 para PBAT y los últimos picos presente en la muestra B2 son los 15(873.29 cm<sup>-1</sup>), 16(751 cm<sup>-1</sup>) y 17(727.16 cm<sup>-1</sup>) que se asocian a la deformación fuera del plano del anillo bencénico [=C–H], al estiramiento [–C–C–] PLA y al estiramiento [–C–C–], respetivamente. Con base a lo analizado, la muestra B2 corresponde a una mezcla de PLA/PBAT.

Con la indexación de los picos FT-IR y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra B2 corresponde a una mezcla de PLA/PBAT.



4.1.1.2.3 Muestra B3 (catalogada como bolsa de polietileno-almidón)

Figura. 47. Espectro FT-IR de la muestra B3 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 47 se muestra el espectro FT-IR de la muestra B3 (catalogada como almidónpolietileno) en comparación con los espectros FTIR de los polímeros de alto grado de pureza tomados como referencia, en donde, se puede apreciar evidentemente que los picos 1 (2914.84 cm<sup>-1</sup>) y 2 (2847.56 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a fuertes vibraciones de estiramiento simétricas y asimétricas de [–CH–CH<sub>2</sub>], los cuales son representativos del polietileno (PE), los picos 3 (1471.33 cm<sup>-1</sup>) y 4 (1462.09 cm<sup>-1</sup>) pertenece a la vibración de deformación de [–CH–CH<sub>2</sub>], estos picos de igual manera con característicos del polietileno (PE). Otro otra parte, los picos 5 (1151.16 cm<sup>-1</sup>), 6 (1079.26 cm<sup>-1</sup>) y 7 (1001.88 cm<sup>-1</sup>) corresponden a oscilaciones de estiramiento de [COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa lo que indica que la muestra B3 contiene en su estructura almidón. El pico 6 (718.7 cm<sup>-1</sup>) representa la vibración de balaceo de (CH<sub>2</sub>)>3. La bolsa B3 corresponde a una mezcla de polietileno (PE) y almidón.

Con la indexación de los picos FT-IR y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra B3 corresponde a una mezcla de PE/almidón.



4.1.1.2.4 Muestra B4 (catalogada como bolsa oxodegradable)

Figura. 48. Espectro FT-IR de la muestra B4 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 48 se muestra el espectro FT-IR de la muestra 4 (bolsa catalogada como oxodegradable), en donde se puede observar, que los picos 1 (2914.44 cm<sup>-1</sup>) y 2 (2847.43 cm<sup>-1</sup>) corresponden a vibraciones de estiramiento simétricas y asimétricas [–CH–CH] representativas del polietileno (PE). Por otro lado, los picos 3(1471.33 cm<sup>-1</sup>) y 4(1462.09 cm<sup>-1</sup>) representan los modos vibracionales simétricos y asimétricos de deformación de [–CH–CH] del polietileno (PE), el pico 5 (850 cm<sup>-1</sup>) se atribuye según (Larkin, 2011) a un estiramiento

involucrado de [C-O] por lo que se deduce que esta muestra probablemente contenga un aditivo químico. Finalmente, el pico 6 (729.63 cm<sup>-1</sup>) se atribuye a la vibración de balanceo de (CH)>3 característico del polietileno (PE). Con la indexación de los picos FT-IR y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra B4 corresponde a una bolsa de polietileno (PE) con la adicción de un agente químico.



4.1.1.2.5 Muestra B5 (catalogada como bolsa de derivados de maíz)

Figura. 49. Espectro FT-IR de la muestra B5 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 49 se muestra el espectro FT-IR correspondiente a la muestra B5 en comparación con los espectros de los polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia. En la muestra B5, el pico 1 (3305.21 cm<sup>-1</sup>) se atribuye a la vibración de estiramiento del grupo funcional [O–H] característico del almidón, los picos 2 (2952.54 cm<sup>-1</sup>) y 3 (2873.37 cm<sup>-1</sup>) corresponden a vibraciones de estiramiento de [CH–CH<sub>2</sub>], en el pico 4 (1709.13 cm<sup>-1</sup>) se atribuye a una fuerte vibración de estiramiento de [C=O] representativo del PBAT, por otro lado, el pico 5 (1504.56 cm<sup>-1</sup>) se asigna al estiramiento de [C=O] exclusivo del grupo fenólico perteneciente al PBAT, los pico 6 (1464.68 cm<sup>-1</sup>) y 9 (1365.79 cm<sup>-1</sup>) corresponden a la vibración de estiramiento de [CH<sub>2</sub>] y [CH] respectivamente. Para el pico 7 (1408.85 cm<sup>-1</sup>) se observa

una vibración de deformación de grupo funcional  $[O-CH_2]$  característico del PBAT, en la banda 8(1392.24 cm<sup>-1</sup>) se presenta un estiramiento de [C=O] grupo fenol perteneciente al PBAT. Subsiguiente, en los picos 10 (1268.89 cm<sup>-1</sup>) y 11 (1207.27cm<sup>-1</sup>) se aprecia un fuerte estiramiento vibracional del grupo funcional éster aromático [C=O-C-ar] el cual es característico del PBAT, el pico 12 (1164.1cm<sup>-1</sup>) corresponde al estiramiento del éter alifático [ar-C-O] representativo del PBAT, en los picos 13 (1117.45cm<sup>-1</sup>) y 14 (1100.79 cm<sup>-1</sup>) se presenta el estiramiento de  $[CH_2-O-CH_2]$  los cuales son característicos del PBAT, el pico 15 (1079.15 cm<sup>-1</sup>) se asocia a la vibración del grupo funcional [COH/C-O-H] del anillo de anhidroglucosa del almidón. Mas adelante, el pico 16 (1016.78 cm<sup>-1</sup>) corresponde al modo vibracional en deformación en el plano del [=C-H] perteneciente al PBAT, en el caso del pico 17 (933.80 cm<sup>-1</sup>) se asocian a la deformación de [C=C] del PBAT, las bandas 18 (873.80 cm<sup>-1</sup>) y 19 (727.2 cm<sup>-1</sup>) se asocian a la deformación de los picos FT-IR y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra B5 corresponde a una bolsa de mezcla entre PBAT/almidón.



#### 4.1.1.2.6 Muestra B6 (catalogada como bolsa compostable)

Figura. 50. Espectro FT-IR de la muestra B6 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

La figura 50 muestra el espectro FT-IR de la muestra B6, la cual se cataloga por el fabricante como una bolsa compostable. En el espectro obtenido, los picos 1 (2917.5 cm<sup>-1</sup>) y 2 (2849 cm<sup>-1</sup> <sup>1</sup>) se asocian a vibraciones de estiramiento simétrico y asimétrico de [–CH–CH<sub>2</sub>], más adelante, se aprecia el pico 3 (1711.48 cm<sup>-1</sup>) el cual índica una vibración de estiramiento de [C=O] correspondiente a un ácido carboxílico el cual está presente en el PLA. En la misma región de 1700 cm<sup>-1</sup> se aprecia un intenso estiramiento de [C=O] de una cetona alifática perteneciente al PBAT. En la región de 1500 cm<sup>-1</sup> a 1300 cm<sup>-1</sup> se despliegan los picos 5 (1450.3 cm<sup>-1</sup>), 6 (1409.26 cm<sup>-1</sup>), 7 (1387.68 cm<sup>-1</sup>) y 8 (1363.96 cm<sup>-1</sup>) los cuales se asocian a vibraciones de deformación simétrico y asimétrico de [-CH-CH<sub>2</sub>], deformación [O-CH<sub>2</sub>], estiramiento [C=O] para un grupo fenólico, respectivamente, el pico 10 (1267.38 cm<sup>-1</sup>) corresponde a la vibración de estiramiento éster aromático [C=O-C-ar] atribuido al PBAT, por otra parte, la banda 11 (1179.84 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al estiramiento de un alcohol terciario [C-O], los picos 12 (1118.23 cm<sup>-1</sup>), 13 (1100.88 cm<sup>-1</sup>), 14 (1084.93 cm<sup>-1</sup>) y 15 (1016.28 cm<sup>-1</sup>) aluden a señales de vibración de estiramiento [CH<sub>2</sub>–O–CH<sub>2</sub>] y los últimos picos 16 (935.42 cm<sup>-1</sup>), 17 (873.34 cm<sup>-1</sup>) y 18 (751 cm<sup>-1</sup>) se asocian a la deformación de [C=C], deformación fuera del plano del anillo bencénico [=C-H] y un estiramiento de [-C-C] respectivamente. Con la indexación de los picos FT-IR y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra B6 corresponde a una bolsa de mezcla entre PLA /PBAT/almidón.



4.1.1.2.7 Muestra B7 (catalogada como bolsa biodegradable)

Figura. 51. Espectro FT-IR de la muestra B7 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 51 se muestra el espectro FT-IR de la muestra B7 en comparación con los espectros FT-IR de los polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia, en donde se puede apreciar evidentemente que los picos 1 (2913.93 cm<sup>-1</sup>) y 2 (2847.04 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a fuertes vibraciones de estiramiento simétricas y asimétricas de [–CH–CH<sub>2</sub>] representativos del polietileno (PE), los picos 3 (1471.31 cm<sup>-1</sup>) y 4 (1461.68 cm<sup>-1</sup>) pertenecen a la vibración de deformación de [–CH–CH<sub>2</sub>] pertenecientes al polietileno (PE). Mientras tanto, los picos 5 (1149.2 cm<sup>-1</sup>), 6 (1079.59 cm<sup>-1</sup>) y 7(1015.6 cm<sup>-1</sup>) corresponden a oscilaciones de estiramiento de [COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa lo que indica que la muestra B7 contiene en su estructura almidón; el pico 8 (860 cm<sup>-1</sup>) se asocia a la vibración de [C–O] el cual hacer alusión a un probable aditivo químico (Larkin, 2011) y el pico 9 (718.38 cm<sup>-1</sup>) es atribuido a vibraciones de balanceo de (CH<sub>2</sub>)>3 representativa del polietileno (PE). Con la indexación de los picos FT-IR y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra B7 corresponde a una bolsa de PE/almidón con la adicción de un agente químico.

#### 4.1.1.2.8 Tabla de indexación de picos de muestras de bolsas

A continuación, la tabla 18 muestra la indexación de los picos de los polímeros de referencia, señalando cada uno con un color, en este caso, el PLA se índica con el color azul, el PBAT en color verde, el almidón de color amarillo y el polietileno de color rojo. En las columnas del centro de la tabla, se muestran los picos correspondientes a las muestras de bolsas y en la columna derecha se colocó la asignación química (grupo funcional atribuido) correspondiente, con base a los polímeros de referencia.

# Tabla 17. Tabla de correlación de indexación de picos más relevantes de muestras de bolsas en comparación con picos de polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

	REFER	ENCIAS				MUES	TRAS DE BO	DLSAS			
Re. PLA (cm <sup>-1</sup> )	Re. PBAT (cm <sup>-1</sup> )	Re. Almidón (cm <sup>-1</sup> )	Re. PE (cm <sup>-1</sup> )	Muestra B1 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra B2 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra B3 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra B4 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra B5 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra B6 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra B7 (cm <sup>-1</sup> )	ASIGNACIÓN
		3287		3272.4				3305.21			Estiramiento (OH) (almidón)
2957.83	2951.47				2956.44			2952.54	2954.12		Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>3</sub>
2919.87			2914	2917.5	2920.96	2914.84	2914.44		2918.53	2913.93	Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>2</sub>
2874.12	2873.37				2873.12			2873.95	2871.85		Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>3</sub>
2850.64			2846.53	2849	2850.44	2847.56	2847.43			2847.04	Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>2</sub>
1752.18					1756.28				1755.73		Estiramiento (C=O) acido carboxílico PLA
1732.27											Estiramiento (C=O) lactato PLA
	1709.13			1711.48	1711			1711.77	1710.7		Estiramiento (C=O) PBAT
		1635.6									H <sub>2</sub> O (almidón)
	1504.56							1504.50			Estiramiento (C=O) para el grupo fenólico
			1471.69			1471.33				1471.31	Deformación simétrico y asimétrico de - CH-CH <sub>2</sub>
	1464.68		1461.68			1462.09	1461.68	1457.42		1461.68	Deformación simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>2</sub>
1451.69				1452.18	1451.68				1450.3		Deformación simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>3</sub>
	1408.85			1409.46	1409.94			1409.26	1409.26		Deformación (O-CH <sub>2</sub> )
1381.38	1393.23				1386.23			1390.72	1387.68		Estiramiento (C=O) grupo fenólico
---------	---------	---------	--------	---------	---------	---------	--------	---------	---------	---------	--
1360.2	1365 70				1363 57			126/ 10	1363.06		Deformación simétrico y asimétrico de -
1300.2	1303.79				1303.57			1304.19	1303.90		CH-CH <sub>2</sub>
		1338									Deformación (OH)
	1268.89			1269.01	1268.07			1267.62	1267.38		Estiramiento [C=O–C–ar] PBAT
1260.53											Estiramiento [C–O–C]
	1207.27							1206.52			Estiramiento éster aromático [C=O–C–ar]
1181.06					1181.16				1179.84		Estiramiento [C-O] alcohol terciario
	1164.1							1162.48			Estiramiento éter alifático [ar-C-O]
		1148.58		1147.22		1151.16				1149.26	[COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa (almidón)
1129.08				1118.47	1119.1				1118.23		Estiramiento [CH2–O–CH2] PLA
	1102.83			1102.99				1102.43	1100.88		Estiramiento [CH2–O–CH2] PBAT
1085.71					1086.4				1084.93		C-O-C PLA
		1076.75		1077.96		1079.26		1079.15		1079.59	[COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa (almidón)
1045.06											[C-O-C]
	1017							1016.93			Deformación en el plano del [=C–H],
		993.92		1016.7		1001.88				1015.6	[COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa (almidón)
956.65											
	935.36			932.59				934.87	935.42		Deformación de [C=C]
	873.87			873.03	873.29			873.32	873.34		Deformación fuera del plano del anillo bencénico [=C–H]
							850			860	Estiramiento involucrado [C-O]
843.53											
754.05					751				751		Estiramiento [–C–C–] PLA
	727.97	1	730.07	727.06	727.16		729.63	727.31	726.95		Estiramiento [-C-C-]
		1	718.54			718.7				718.38	(CH <sub>2</sub> )>3 balanceo

En base a la correlación de picos y la comparación espectral de la tabla 18, se encontró que la muestra B1 (cataloga como PBAT) tiene una fuerte correlación con el poli (adipato-cotereftalato de butileno) (PBAT) con un total de 8 bandas similares lo que significa un 53.33 % del total de picos de la muestra, asimismo, se observa una fuerte relación con el ácido poliláctico (PLA) con un 26.66% de picos similares, paralelamente también la muestra presentó bandas relacionadas con el almidón teniendo un 20% de similitud por lo que se deduce que la muestra B1 (cataloga como PBAT) corresponde a una mezcla de PBAT/PLA/almidón lo que se infiere que es una bolsa potencialmente biodegradable.

Para la bolsa B2 (catalogada como PLA), se obtuvo un 70.58% de similitud con el ácido poliláctico (PLA) debido a que 12 picos del ácido poliláctico (PLA) se encuentran presentes en el espectro de la muestra, al mismo tiempo esta muestra obtuvo un porcentaje de 29.41% de similitud con el poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT) lo índica una mezcla de PLA/PBAT, en donde, el polímero mayoritario es ácido poliláctico (PLA). Se concluye que esta bolsa es potencialmente biodegradable.

La muestra B4(bolsa oxodegradable) ostentó una correlación muy alta con el polietileno, sin embargo, la muestra presentó una vibración en el rango de 860 a 840 cm<sup>-1</sup> el cual se atribuye al grupo funcional [C–O], lo que significa que la muestra B4 posee en su estructura química un agente oxidante anclado, que según (Larkin, 2011), está presente en el polietileno oxidado, o comúnmente llamado polietileno oxodegradable. La muestra B5 presentó una evidente y fuerte correlación con picos del poli (Butilén Adipato-co-Tereftalato) con una similitud del 89.48%, además, también se observó una correlación con dos picos característicos del almidón con un porcentaje de semejanza del 10.52%. Por lo que esta muestra es una mezcla de poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT) y almidón.

Otra bolsa que obtuvo correlación de picos espectrales con los polímeros de referencia biodegradables fue el espécimen B6 (bolsa compostable), en donde, obtuvo un 55 % de aproximación con el ácido poliláctico (PLA) y un 45% de analogía con el poli (Butilén Adipato-co-Tereftalato) (PBAT), lo que aparenta ser una mezcla entre el ácido poliláctico (PLA) y el poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT), por lo que esta muestra es latentemente biodegradable.

En los casos de las muestras B3 (bolsa de almidón/polietileno) y B7 (bolsa de cadena comercial de tiendas departamentales) se infiere con base a sus espectros y picos espectrales que corresponden a una mezcla de polietileno y almidón debido a que en ambas bolsas exhibieron las bandas de vibración de estiramiento de [COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa, no obstante, se sabe que el almidón es biodegradable, pero al contener

polietileno limita el potencial de ser biodegradable, aunque no se descartan que las muestras B3 pudieran manifestar un proceso biodegradación acelerado, por lo que se evaluarán posteriormente en compostabilidad. La muestra B7 se descarta para someterla al proceso de compostaje, debido a que contiene polietileno.

# 4.1.1.3 Caracterización de muestras de popotes





Figura. 52. Espectro FT-IR de la muestra P1 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 52 se muestra el espectro FTIR del espécimen P1 (popote de almidón) en comparación con polímeros de referencia, en donde, el pico 1 (3271.64 cm<sup>-1</sup>) de la muestra hace alusión al estiramiento de [–OH] representativo del almidón, los picos 2 y 3 se asocian a vibraciones de estiramiento de [–CH–] característicos del polietileno (PE), el pico 4 está en la misma posición de longitud de onda con el pico de [H<sub>2</sub>O] corresponde al almidón por lo que se asume que pertenece al mencionado compuesto. En el caso del pico 5, este se atribuye a la vibración de deformación de [–CH–], para los picos 6,7,8 se aprecia que estos corresponden a la vibración de estiramiento de [COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa del almidón y

finalmente el pico 9 pertenece a la vibración de estiramiento [-C-C-] característico del polietileno (PE).

Con la indexación de los picos FT-IR y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra P1 corresponde a un popote de mezcla PE/almidón.



4.1.1.3.2 Muestra P2 (catalogada como popote reciclable-biodegradable)

Figura. 53. Espectro FT-IR de la muestra P2 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En el caso de la muestra P2 (popote reciclable-compostable) no se observó alguna correlación de bandas con los polímeros de alto grado de pureza tomados de referencia, sin embargo, como se aprecia en la figura 53, la muestra P2 presentó una contundente similitud con el polímero polipropileno (PP) debido a que presenta los mismos picos espectrales, por ejemplo: los 1 (2949.02 cm<sup>-1</sup>), 2 (2917.02), 3 (2876.62 cm<sup>-1</sup>) y 4 (2837.04 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a vibraciones de estiramiento de [–CH–CH<sub>3</sub>], los picos 5 (1448.28 cm<sup>-1</sup>), 6 (1420.38 cm<sup>-1</sup>) corresponden a la deformación de [–CH–CH<sub>3</sub>]. El único pico diferente de la muestra P2 con respecto al polipropileno fue el pico 10 (1166.76 cm<sup>-1</sup>) el cual se atribuye a una vibración de un grupo funcional oxidante [C-O], lo que indica que posiblemente contenga un aditivo químico

(Larkin, 2011). Con la indexación de los picos FT-IR y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra P2 no presentó ninguna correlación con ningún polímero de referencia ya que es un popote de polipropileno (PP).



4.1.1.3.3 Muestra P3 (catalogada como popote de almidón)

Figura. 54. Espectro FT-IR de la muestra P3 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

Se observa en figura 54 el espectro FT-IR de la muestra P3 (popote de almidón) en comparación con los polímeros de referencia, en donde, el pico 1 (3271.64 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al modo de vibración de estiramiento [–OH] representativo del almidón, los picos 2 y 3 se asocian a vibraciones intensas de estiramiento de [–CH–] característicos del polietileno (PE), el pico 4 corresponde al compuesto [H<sub>2</sub>O] que corresponde al almidón. En el caso del pico 5, este se asocia a la vibración de deformación de [–CH–], para los picos 6,7 y 8 se aprecia claramente que estos corresponden a la vibración de estiramiento de [COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa del almidón y finalmente el pico 9 pertenece a la vibración de estiramiento [–C–C] perteneciente al polietileno (PE). Con la indexación de los picos FT-IR y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra P3 corresponde a un popote de mezcla PE/almidón.



4.1.1.3.4 Muestra P4 (catalogada como popote compostable)

Figura. 55. Espectro FT-IR de la muestra P4 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 55 se muestra el espectro FT-IR para el ejemplar P4 (popote compostable), en el cual, los picos 1 (2960.10 cm<sup>-1</sup>), 2 (2935.2 cm<sup>-1</sup>), 3 (2874.05 cm<sup>-1</sup>) y 4 (2849.75 cm<sup>-1</sup>) se asocian a vibraciones de estiramiento simétrico y asimétrico de los compuestos  $[-CH-CH_3]$  y  $[-CH-CH_2]$ . Los picos 5 (1748.48 cm<sup>-1</sup>) y 6 (1732.27 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a vibraciones de estiramiento de [C=O], que, para ser más específico, el pico 5 corresponde a la vibración del grupo funcional [C=O] de un ácido carboxílico y el pico 6 se asocia al estiramiento vibracional del lactato (PLA). El pico 7 (1451.85 cm<sup>-1</sup>) se atribuye a la vibración de deformación de  $[-CH-CH_3]$ , para los picos 8 (1381.98 cm<sup>-1</sup>) y 9 (1357.55 cm<sup>-1</sup>) conciernen a vibraciones de deformación [-OH]. En el caso de los picos 10 (1267.42 cm<sup>-1</sup>), 11 (1180.98 cm<sup>-1</sup>), 12 (1126.92 cm<sup>-1</sup>) y 13 (1080.98 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a vibraciones de los grupos funcionales [C-O] y [C-O-C] esenciales del ácido poliláctico (PLA). Finalmente, el pico 16 (755 cm<sup>-1</sup>) corresponde a la vibración de estiramiento de [-C-C-]. Con la indexación de los picos FT-IR y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra P4 corresponde a un popote de PLA.

#### 4.1.1.3.4 Tabla de indexación de picos de muestras de popotes

Similarmente, con base a los resultados obtenidos de los espectros FT-IR, se elaboró una tabla de correlación de picos principales de las muestras de popotes con respecto a las bandas de los polímeros de alto grado de pureza tomados como referencia. En la tabla 19, se desglosan los resultados obtenidos de la caracterización de muestras de popotes, en donde, en la parte izquierda de la tabla se exponen los picos de los polímeros de referencia, señalando cada uno con un color, en este caso, para el PLA se le asignó el color azul, para el PBAT el color verde, el almidón de color amarillo, el polietileno de color rojo y el polipropileno en color naranja. En las columnas centrales de la tabla, se muestran los picos de todas las muestras de popotes y la columna derecha corresponde a la asignación química (grupo funcional atribuido) realizada mediante los polímeros de referencia.

 Tabla 18. Tabla de correlación de indexación de picos más relevantes de muestras de bolsas en comparación con picos de polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

		REFERENCI	AS					MUES	TRAS DE POPOTES
Re. PLA (cm <sup>-1</sup> )	Re. PBAT (cm <sup>-1</sup> )	Re. Almidón (cm <sup>-1</sup> )	Re. PE (cm <sup>-1</sup> )	Re. PP (cm <sup>-1</sup> )	Muestra P1 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra P2 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra P3 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra P4 (cm <sup>-1</sup> )	ASIGNACIÓN
		3287			3293.75		3298.08		Estiramiento (OH) (almidón)
2957.83	2951.47			2950.23		2949.02		2960.10	Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>3</sub>
2919.87			2914	2910.56	2915.84	2917.02	2915.57	2935.2	Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>2</sub>
2874.12	2873.37			2884.56		2876.62		2874.05	Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>3</sub>
2850.64			2846.53	2841.56	2847.94	2837.04	2847.93	2849.75	Estiramiento simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>2</sub>
1752.18								1748.48	Estiramiento (C=O) acido carboxílico PLA
1732.27								1732.27	Estiramiento (C=O) lactato PLA
	1709.13								Estiramiento (C=O) cetona alifática PBAT
		1635.6			1646.50		1637.36		H <sub>2</sub> O (almidón)
	1504.56								Estiramiento (C=O) para el grupo fenólico
			1471.69		1472.5		1470.87		Deformación simétrico y asimétrico de -CH-CH <sub>2</sub>
	1464.68		1461.68	1460	1461.50	1448.28	1462.02		Deformación simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>2</sub>
1451.69				1436		1420.38		1451.85	Deformación simétrico y asimétrico de -CH -CH <sub>3</sub>
	1408.85								Deformación (O-CH <sub>2</sub> )
1381.38	1393.23							1381.98	Estiramiento (C=O)
1360.2	1365.79				1365.3		1367.8	1357.55	Deformación simétrico y asimétrico de -CH-CH <sub>2</sub>

		1338							Deformación (OH) fenol
	1268.89								Estiramiento éster aromático [C=O–C–ar]
1260.53								1267.42	Estiramiento [C–O–C]
	1207.27								Estiramiento éster aromático [C=O–C–ar]
1181.06								1180.98	Estiramiento [C-O] alcohol terciario
	1164.1			1166		1166.76			Estiramiento éter alifático [-C-O]/ Estiramiento C-H
		1148.58			1149.62		1150.40		[COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa (almidón)
1129.08								1126.92	Estiramiento [CH <sub>2</sub> –O–CH <sub>2</sub> ] PLA
	1102.83								Estiramiento [CH <sub>2</sub> –O–CH <sub>2</sub> ] PBAT
1085.71								1080.98	[C-O-C] PLA
		1076.75			1077.35		1077.92		[COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa (almidón)
1045.06									[C-O-C]
	1017								Deformación en el plano del [=C–H],
		993.92			1009.5		1002.57		[COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa (almidón)
956.65									
	935.36								Deformación de [C=C]
	873.87								Deformación fuera del plano del anillo bencénico [=C-H]
843.53									
754.05								755	Estiramiento [-C-C-] PLA
	727.97		730.07						Estiramiento [-C-C-]
			718.54	713.2	718.54	712.49	7180.7		(CH <sub>2</sub> )>3 balanceo

Dados los resultados obtenidos en la tabla 19, se puede concluir que los espectros FT-IR correspondientes a las muestras P1 (popote de almidón) y P3 (popote compostable) presentan una fuerte correlación con los picos característicos del almidón debido a que ambos espectros comparten los mismos picos espectrales, por ejemplo: el pico ancho 3500–3100 cm<sup>-1</sup> de la vibración del radical [OH], el pico de 1640-1630 cm<sup>-1</sup> atribuidos [H<sub>2</sub>O] del almidón, y principalmente, los picos asociados a las vibraciones de [COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa (almidón), no obstante, estas muestras también presentaron correlación con los picos del polietileno (PE), lo que deduce que corresponden a una mezcla de almidón y polietileno.

En relación con la muestra P2 (popote reciclable-compostable) se observó que su espectro FTIR posee una fuerte afinidad con el polipropileno (PP), sin embargo, el material mostró un pico en el rango de 860 cm<sup>-1</sup> a 840 cm<sup>-1</sup> el cual se atribuye al grupo funcional [C–O], lo que significa que esta muestra de popote posee en su estructura química un agente oxidante anclado. Al tener polipropileno en su estructura, la muestra P2 tiene un bajo potencial de ser biodegradable (Bastioli, 2005).

Finalmente, la muestra P4 obtuvo una indiscutible y similar correlación con el ácido poliláctico (PLA) de un 100%, por lo que de infiere que este popote es potencialmente biodegradable.

# 4.1.2 Espectroscopia micro-Raman (Raman)

# 4.1.2.1 Resultados de la caracterización de polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia (PLA, PBAT, almidón y PE)

A continuación, se muestran los resultados obtenidos mediante la técnica de caracterización de espectroscopia mico-Raman en las muestras de los polímeros de referencia. Esta técnica, al igual que la espectroscopía infrarroja de transformada de fourier (FT-IR), se utilizó con la finalidad de identificar los distintos grupos funcionales presentes en las muestras y soportar los resultados obtenidos por FT-IR. En la figura 56 se muestra los espectros Raman de los polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.



Figura. 56. Espectros Raman de los polímeros de alto grado de pureza tomados de referencia: a) espectro Raman del ácido poliláctico (PLA), b) espectro Raman poli (butilén adipato-cotereftalato) (PBAT), c) espectro Raman del almidón y d) espectro Raman del polietileno (PE).

Los resultados para el ácido poliláctico (PLA) muestran que los picos (3000.92 cm<sup>-1</sup>), 2(2946.54 cm<sup>-1</sup>), 3(2881.66 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a vibraciones fuertes de estiramiento asimétrico del grupo [CH<sub>3</sub>]. La banda 4(1766.24 cm<sup>-1</sup>) corresponde a una vibración débil de estiramiento de [C=O]. Los picos 5(1451.84 cm<sup>-1</sup>) y 6(1387.9 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a vibraciones de

deformación simétrica y asimétrica de [CH<sub>3</sub>], la banda 7(1292.47 cm<sup>-1</sup>) corresponde al estiramiento vibracional en fase de [CH–CH<sub>3</sub>]. Mas adelante, el pico 8 (1127.9 cm<sup>-1</sup>) se atribuye a la vibración de estiramiento fuera de fase de [C–O–C], el pico 9(1093.07 cm<sup>-1</sup>) se asocia a un modo vibracional de deformación asimétrica de [CH<sub>3</sub>]. Finalmente, las bandas 10(1044.14 cm<sup>-1</sup>), 11(874.09 cm<sup>-1</sup>), 12(736.22 cm<sup>-1</sup>) y 13(410 cm<sup>-1</sup>) corresponden a vibraciones de estiramiento simétrico [C–O–C] del grupo [CH<sub>2</sub>–OH], estiramiento de [C–COO], estiramiento de [C–CO] del grupo [R<sub>3</sub>–C–OH] y deformación de [C–O–C] metil cetona, respectivamente. En la tabla 20, se muestran los modos vibraciones en (RAMAN) para el ácido poliláctico (PLA) (Correa-Pacheco, y otros, 2019).

Tabla 19. Interpretación de los modos vibracionales Raman encontrados para el ácido poliláctico (PLA) (Correa-Pacheco, y otros, 2019).

Ácid	lo poliláctico	(PLA) $\begin{array}{c} CH_3 \\ HO^{(5)} \\ O \\ O \\ CH_3 \\ O \\ CH_3 \\ O \\ CH_3 \\ O \\ O \\ CH_3 \\ O \\ O \\ O \\ CH_3 \\ O \\ $
P p	osición de bico (cm <sup>-1</sup> )	Asignación (grupo funcional)
1	3000.92	Estiramiento asimétrico [CH <sub>3</sub> ]
2	2946.54	Estiramiento asimétrico [CH <sub>3</sub> ]
3	2881.66	Estiramiento asimétrico [CH <sub>3</sub> ]
4	1766.24	Estiramiento [C=O]
5	1451.84	Deformación asimétrica [CH <sub>3</sub> ]
6	1387.9	Deformación simétrica [CH <sub>3</sub> ]
7	1292.47	Estiramiento en fase [CH–CH <sub>3</sub> ]
8	1127.9	Estiramiento fuera de fase [C–O–C]
9	1093.07	Deformación asimétrica [CH <sub>3</sub> ]
10	1044.14	Estiramiento simétrico [C–O–C] del grupo [CH <sub>2</sub> –OH]
11	874.09	Estiramiento [C–COO]
12	736.22	Estiramiento [C–O–C] del grupo [R <sub>3</sub> –C–OH]
13	410	Deformación [C–O–C] metil cetona

Para el poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT) se identificaron 12 picos muy relevantes, en donde, el pico 1(3080.58 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al modo vibracional de estiramiento de [C–H] específicamente para el anillo aromático, por otro lado, el pico 2(2926.05 cm<sup>-1</sup>) corresponde al estiramiento asimétrico vibracional de [CH<sub>2</sub>], el pico 3(1716.85 cm<sup>-1</sup>) se asocia al estiramiento de [C=O], la banda 4(1614.33 cm<sup>-1</sup>) se atribuye a estiramiento vibracional del grupo funcional [C=C], presente en el anillo aromático, la banda 5(1457.04 cm<sup>-1</sup>) es correspondiente a la deformación asimétrica en fase de [CH<sub>2</sub>]. En el caso de las bandas 6(1278.17 cm<sup>-1</sup>), 7(1176.16 cm<sup>-1</sup>) y 8(1105.97 cm<sup>-1</sup>) se asocian al estiramiento del [C-O], en donde, especialmente, los

picos 6 y 8 hacen énfasis en [C-O] conectado al anillo de benceno. Para los picos 9(855.35 cm<sup>-1</sup>) y 11(704.66 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a estiramientos en fase y fuera de fase de [=C-H] dentro del anillo aromático respectivamente, en la misma región se encuentra el pico 10(797.35 cm<sup>-1</sup>) el cual corresponde al modo de vibración en deformación fuera de fase de [C-H] de igual manera del anillo aromático, en características de monosustituido. Posteriormente, el pico 12(632.73 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al torcimiento vibracional de [C=C-H]. En la tabla 21, se muestran los modos vibraciones para el poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT) (Correa-Pacheco, y otros, 2019).

Tabla 20. Interpretación de los modos vibracionales Raman encontrados para el poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT) (Correa-Pacheco, y otros, 2019).

Poli buti	(adipato-co leno) (PBAT)	o-tereftalato de
P F	osición de bico (cm <sup>-1</sup> )	Asignación (grupo funcional)
1	3080.58	Estiramiento [C–H], anillo aromático
2	2926.05	Estiramiento asimétrico [CH <sub>2</sub> ]
3	1716.85	Estiramiento [C=O]
4	1614.33	Estiramiento [C=C], anillo aromático
5	1457.04	Deformación asimétrica en fase [CH2]
6	1278.17	Estiramiento [C-O-ar]
7	1176.16	Estiramiento [C-O]
8	1105.97	Estiramiento [C-O-ar]
9	855.35	Estiramiento en fase [=C–H], anillo aromático
10	707 35	Deformación fuera de fase [C–H], anillo aromático
10	191.00	mono sustituido.
11	704.66	Estiramiento fuera de fase [=C–H], anillo aromático
12	632.73	Torcimiento [C=C-H]

En el caso del almidón se exhibieron 14 picos Raman, de los cuales el pico 1(3361 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al estiramiento vibracional débil de un radical [O-H], el pico 2(2911.8 cm<sup>-1</sup>) corresponde al estiramiento muy intenso de [C-H], para los picos 3(1460 cm<sup>-1</sup>) y 4(1379.9 cm<sup>-1</sup>) se asocian a la deformación de  $[CH-CH_2]$  y [C-H], más adelante, el pico 5(1340.06 cm<sup>-1</sup>) se atribuye a la deformación de un alcohol [O-H], el pico 6 (1261.21 cm<sup>-1</sup>) se asocia a la deformación de [C-O-H]. En el caso de las bandas 7(1127.21 cm<sup>-1</sup>), 8(1082.86 cm<sup>-1</sup>) y 9(1051.6cm<sup>-1</sup>) estas fueron las más relevantes debido a que corresponden a la vibración del compuesto [COH/C-O-H] del anillo de anhidroglucosa (almidón), que dé misma manera las

bandas 10(941.57 cm<sup>-1</sup>), 11(869.12 cm<sup>-1</sup>), 12(770.41 cm<sup>-1</sup>) y 13(723.4 cm<sup>-1</sup>) se asocian al estiramiento del anillo de anhidroglucosa en fase y de su semicírculo y finalmente el pico 14(477.82 cm<sup>-1</sup>) corresponde a la deformación de la cadena [C-C-C]. En la tabla 22, se muestra la interpretación de los modos vibracionales encontrados para el almidón (H. Holder, 2012).

Almi	idón	CH <sub>2</sub> OH OH OH OH OH OH OH OH OH OH OH OH OH O						
Po p	osición de bico (cm <sup>-1</sup> )	Asignación (grupo funcional)						
1	3361	Estiramiento débil [O–H]						
2	2911.8	Estiramiento [C–H]						
3	1460	Deformación [CH–CH <sub>2</sub> ]						
4	1379.9	Deformación [C–H]						
5	1340.06	Deformación [O–H]						
6	1261.21	Deformación [C–O–H]						
7	1127.21							
8	1082.86	[COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa (almidón)						
9	1051.6							
10	941.57							
11	869.12	- Ectiramiento del anillo en faco y comisírculo						
12	770.41							
13	723.4	_						
14	477.82	Deformación [C-C-C]						

Tabla 21. Interpretación de los modos vibracionales Raman encontrados para el almidón. (*H. Holder, 2012*).

Para el polietileno (PE) se identificaron 7 bandas espectrales en donde, los picos 1(2881.65cm<sup>-1</sup>) y 2(2848.02 cm<sup>-1</sup>) se asocian al estiramiento asimétrico y simétrico de [CH<sub>2</sub>], los picos 3(1459 cm<sup>-1</sup>) y 4(1439 cm<sup>-1</sup>) corresponden a la deformación simétrica y asimétrica de [CH<sub>2</sub>], el pico 5(1295.16 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al modo vibracional de torción del [CH<sub>2</sub>] y finalmente los picos 6(1128.95 cm<sup>-1</sup>) y 7(1062.92 cm<sup>-1</sup>) pertenecen a vibraciones de estiramiento de [C–C]. En la tabla 23, se muestran la interpretación de los modos vibracionales encontrados para el polietileno (PE) (Larkin, 2011).

# Tabla 22. Interpretación de los modos vibracionales Raman encontrados para el polietileno (PE)

(Larkin, 2011).

Ро	lietileno (PE)	$\begin{pmatrix} H & H \\ -C & -C \\ -C & -C \\ H & H \end{pmatrix}_n$
	Posición de pico (cm <sup>-1</sup> )	Asignación (grupo funcional)
1	2881.65	Estiramiento asimétrico [CH <sub>2</sub> ]
2	2848.02	Estiramiento simétrico [CH <sub>2</sub> ]
3	1459	Deformación asimétrica [CH <sub>2</sub> ]
4	1439	Deformación asimétrica [CH <sub>2</sub> ]
5	1295.16	Torción [CH <sub>2</sub> ]
6	1128.95	Estiramiento [C–C]
7	1062.92	Estiramiento [C–C]

#### 4.1.2.2 Caracterización de muestras de bolsas



#### 4.1.2.2.1 Muestra B1 (catalogada como bolsa de PBAT)

Figura. 57. Espectro Raman de la muestra B1 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 57, se exhiben los resultados obtenidos en la caracterización por espectroscopía micro-Raman de la bolsa B1 (catalogada como PBAT), en donde, se efectuó una correlación con los espectros de los polímeros de alto grado de pureza. Como resultado se observa que el pico 1 (3082.6 cm<sup>-1</sup>) se asocian al estiramiento de [C–H] concretamente del benceno característico del PBAT, el pico 2 (2925.75 cm<sup>-1</sup>) corresponde al estiramiento asimétrico vibracional de [CH<sub>2</sub>], el pico 3 (1717.49 cm<sup>-1</sup>) corresponde al estiramiento de [C=O] representativo del PBAT, el pico 4 (1614.46 cm<sup>-1</sup>) se asocia al estiramiento [C=C] de anillo aromático del PBAT, la banda 5 (1458.73 cm<sup>-1</sup>) pertenece al modo vibracional de deformación de asimétrica en fase de [CH<sub>2</sub>], para el pico 6 (1381.89 cm<sup>-1</sup>) se asocia con la deformación simétrica de [CH<sub>3</sub>] representativo del PLA, el pico 7 (1294.84 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al estiramiento en fase de [CH–CH<sub>3</sub>] correspondiente al PLA, en el caso de los picos 8 (1277.1 cm<sup>-1</sup>), 9 (1174.03 cm<sup>-1</sup>) y 10 (1106.8 cm<sup>-1</sup>) corresponden a oscilaciones de estiramiento del grupo funcional [C-O] representativos del PBAT, en donde particularmente los picos 8 y 10

representan el enlace de [C-O] con un anillo aromático. Para el pico 11 (1088.98 cm<sup>-1</sup>) se asocia a la deformación en carácter asimétrico de [CH<sub>3</sub>] característico del PLA y finalmente los picos 12 (885.44 cm<sup>-1</sup>) y 13 (632.35 cm<sup>-1</sup>) corresponden al estiramiento en fase de [=C–H] del anillo aromático y de la vibración de torcimiento de [C=C-H] respectivamente ambos característicos del PBAT. Con la indexación de los picos Raman y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra de bolsa B1 corresponde a una mezcla PLA/PBAT.



# 4.1.2.2.2 Muestra B2 (catalogada como bolsa PLA)

Figura. 58. Espectro Raman de la muestra B2 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 58 se observa el espectro RAMAN de la muestra B2 (catalogada como PLA) y los espectros de los polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia. Como resultado, la muestra B2 presentó 14 picos, en donde, el pico 1 (3079.84 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al estiramiento de [C–H] perteneciente al anillo aromático del PBAT, el pico 2 (2946.55 cm<sup>-1</sup>) se asocia al estiramiento asimétrico de [CH<sub>3</sub>] representativo del PLA. Más adelante, el pico 3

(1716.9 cm<sup>-1</sup>) pertenece al estiramiento de [C=O] del PBAT, el pico 4 (1614.72 cm<sup>-1</sup>) corresponde a la vibración de estiramiento del doble enlace [C=C] adentro del anillo aromático del PBAT, el pico 5 (1455.88 cm<sup>-1</sup>) se asocia a la deformación asimétrica en fase de [CH<sub>2</sub>], el pico 6 (1390.2 cm<sup>-1</sup>) corresponde con el modo vibracional de deformación simétrica de [CH<sub>3</sub>] representativo del PLA, el pico 7(1294.54 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al estiramiento en fase de [CH–CH<sub>3</sub>]. Similar a la muestra B1, las bandas 8(1278.43cm<sup>-1</sup>), 9(1177.2 cm<sup>-1</sup>) y 10(1106.55 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a modos de estiramiento del grupo funcional [C-O], haciendo énfasis esencialmente en las bandas 8 y 10 que simboliza el enlace de [C-O] con el benceno del PBAT, en el caso del picos 11 (1090.12 cm<sup>-1</sup>) se asocia al modo de vibración en deformación asimétrica [CH<sub>3</sub>] perteneciente del PLA, el pico 12 (887.72 cm<sup>-1</sup>) se asocian al estiramiento en fase de [=C–H] correspondiente al PBAT, la banda 13 (873.01 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al estiramiento del grupo funcional [C–COO] representativo del PLA y el pico 14 (633.04 cm<sup>-1</sup>) corresponde al modo vibracional de torcimiento de [C=C-H perteneciente al PBAT. Con la indexación de los picos Raman y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra de bolsa B2 corresponde a una mezcla PLA/PBAT.



#### 4.1.2.2.3 Muestra B3 (catalogada como bolsa de polietileno-almidón)

Figura. 59. Espectro Raman de la muestra B3 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 59, se muestra el espectro mico-Raman de la muestra B3 (Bolsa almidónpolietileno) en comparación con los espectros de los polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia. La muestra B3 obtuvo solamente 7 picos, los cuales, para el pico 1 (2882.41 cm<sup>-1</sup>) y 2 (2848.65 cm<sup>-1</sup>) corresponden al estiramiento asimétrico y simétrico de [CH<sub>2</sub>] característicos del polietileno (PE), para las bandas 3 (1448.23 cm<sup>-1</sup>) y 4 (1435.27 cm<sup>-1</sup>) se asocian a la deformación simétrica y asimétrica de [CH<sub>2</sub>] correspondiente al polietileno (PE), el pico 5 (1295.77 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al modo vibracional de torción del [CH<sub>2</sub>] característico del polietileno (PE) y finalmente los picos 6 (1129.77 cm<sup>-1</sup>) y 7 (1063.13cm<sup>-1</sup>) pertenecen a vibraciones de estiramiento de [C–C] pertenecientes al polietileno (PE). Con la indexación de los picos Raman y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra de bolsa B3 obtuvo una correlación con el polietileno (PE), en contraste con el análisis en FT-IR, en Raman no se identificó la presencia de almidón esto se atribuye a que es posible que la concentración másica del almidón es inferior con respecto al polietileno (Liu,, y otros, 2015).



## 4.1.2.2.4 Muestra B4 (catalogada como bolsa oxodegradable)

Figura. 60. Espectro Raman de la muestra B4 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 60 se muestra el espectro miro-Raman del espécimen B4 (Bolsa oxodegradable) en comparación con los picos más relevantes de los polímeros de alto grado de pureza tomados de referencia. En la muestra B4, los picos 1 (2880.35 cm<sup>-1</sup>) y 2 (2847.3 cm<sup>-1</sup>) se asocian al estiramiento asimétrico y simétrico de [CH<sub>2</sub>] característicos del polietileno (PE), los picos 5 (1440.49 cm<sup>-1</sup>) y 6 (1430.15 cm<sup>-1</sup>) corresponden a la deformación simétrica y asimétrica de [CH<sub>2</sub>] pertenecientes al polietileno (PE), el pico 8 (1293.41 cm<sup>-1</sup>) se asigna a la vibracional de torción del [CH<sub>2</sub>] representativo del polietileno (PE), para los picos 10 (1128.04 cm<sup>-1</sup>) y 12 (1061.78 cm<sup>-1</sup>) estos se asocian a vibraciones de estiramiento de [C–C] pertenecientes al polietileno (PE).

En el caso de los picos 3 (1597.05 cm<sup>-1</sup>), 4 (1523.83 cm<sup>-1</sup>), 7 (1399.49 cm<sup>-1</sup>), 9 (1257.35cm<sup>-1</sup>), 11 (1086.09 cm<sup>-1</sup>) y 13 (917.96 cm<sup>-1</sup>) se asocian a la vibración de estiramiento asimétrico de [CO<sub>2</sub>] y al estiramiento [magnesio–CO] lo que revelan la presencia de un agente pro-oxidante, especialmente corresponde a un estearato de un metal en transición (Koide, Fukami, Hisada, Inoue, & Carriere, 2016) (Hernández, Belmares , 2011). Por lo tanto, la muestra B4 corresponde a una bolsa de polietileno (PE) con un aditivo pro-oxidante <sup>12 13</sup>.

<sup>&</sup>lt;sup>12</sup> Aditivo: material programado químicamente para que inicie la desintegración del material en un tiempo determinado; lo anterior provoca una fragmentación progresiva del plástico (Hernández, Belmares , 2011).

<sup>&</sup>lt;sup>13</sup> Estearatos: aditivo o agente pro-oxidante derivados de un carboxilato ligado a: Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu y Zn. Se utilizan para la foto-degradación del polietileno (PE) (Hernández, Belmares , 2011).



4.1.2.2.5 Muestra B5 (catalogada como bolsa de derivados de maíz)

Figura. 61. Espectro Raman de la muestra B5 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 61 se observa el espectro micro-Raman de la muestra B5 (catalogada como bolsa de derivados de maíz) y su correlación con los espectros de los polímeros tomados de referencia con un alto grado de pureza. La muestra B5 presentó 12 picos y para este espécimen, como aprecia en la figura 61, el pico 1 (3080.52 cm<sup>-1</sup>) que se atribuye al modo vibracional de estiramiento de [C–H] específicamente para el anillo aromático perteneciente al PBAT, por otro lado, el pico 2 (2922.75 cm<sup>-1</sup>) corresponde al estiramiento asimétrico vibracional de [CH<sub>2</sub>], el pico 3 (1717.66 cm<sup>-1</sup>) se asocia al estiramiento de [C=O] perteneciente al PBAT, la banda 4 (1614.05 cm<sup>-1</sup>) se atribuye a estiramiento vibracional del grupo funcional [C=C] presente en el anillo aromático del PBAT, la banda 5 (1458.54 cm<sup>-1</sup>) es correspondiente a la deformación asimétrica en fase de [CH<sub>2</sub>]. En el caso de las bandas 6 (1277.28 cm<sup>-1</sup>), 7 (1177.77 cm<sup>-1</sup>) y 8 (1105.52 cm<sup>-1</sup>) se asocian al estiramiento del [C-O], en donde, especialmente, los picos 6 y 8 hacen énfasis en [C–O] conectado al anillo de benceno perteneciente al PBAT. Para los picos 9 (855.46 cm<sup>-1</sup>) y 11 (705.56 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a estiramientos en fase y fuera de fase de [=C–H] dentro del anillo aromático del PBAT respectivamente, en la misma región

se encuentra el pico 10 (797.35 cm<sup>-1</sup>) el cual corresponde al modo de vibración en deformación fuera de fase de [C–H] de igual manera del anillo aromático del PBAT. Posteriormente, el pico 12 (631.22 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al torcimiento vibracional de [C=C-H] característico del PBAT. Con la indexación de los picos Raman y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra de bolsa B5 obtuvo una correlación con el PBAT, en contraste con el análisis en FT-IR, en Raman no se identificó la presencia de almidón esto se atribuye a que es posible que la concentración másica del almidón es inferior con respecto al polietileno (Liu,, y otros, 2015).



#### 4.1.2.2.6 Muestra B6 (catalogada como bolsa compostable)

Figura. 62. Espectro Raman de la muestra B6 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 62, se muestra el espectro micro-Raman de la muestra B6 (bolsa compostable) en comparación con los espectros de los polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia. En la muestra B6, el pico 1 (3079.52 cm<sup>-1</sup>) se asocia al estiramiento de [C–H] perteneciente al anillo aromático del PBAT, el pico 2 (2944.73 cm<sup>-1</sup>) corresponde al estiramiento asimétrico de [CH<sub>3</sub>] representativo del PLA. Posteriormente, el pico 3 (1715.04

cm<sup>-1</sup>) se asocia al estiramiento vibracional de [C=O] característico del PBAT, el pico 4 (1612.76 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al estiramiento del doble enlace [C=C] dentro del anillo aromático del PBAT, el pico 5 (1449.36 cm<sup>-1</sup>) corresponde la vibración en deformación asimétrica en fase de [CH<sub>2</sub>] perteneciente al PLA, el pico 6 (1379.69 cm<sup>-1</sup>) se asocia a la deformación del grupo funcional [O–H] que corresponde al almidón. En el caso de las bandas 7 (1275.35 cm<sup>-1</sup>), 8 (1177.87 cm<sup>-1</sup>) y 9 (1108.73 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a modos de estiramiento del grupo funcional [C–O], pero los picos 7 y 9 hacen alusión al enlace de [C-O] con el benceno del PBAT.

Los picos 10 (1082.68 cm<sup>-1</sup>) y 11 (1050.71 cm<sup>-1</sup>) se asocian a la vibración del grupo funcional [COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa perteneciente almidón. Por otro lado, el pico 12 (887.72 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al estiramiento del grupo funcional [C–COO] perteneciente al PLA, el pico 13 (855.35 cm<sup>-1</sup>) se asocian vibraciones de estiramiento en fase [=C–H] del anillo aromático del PBAT y el pico 14(631.31 cm<sup>-1</sup>) corresponde al modo vibracional de torcimiento de [C=C-H] atribuido al PBAT. Con la indexación de los picos Raman y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra de bolsa B6 corresponde a una mezcla PLA/PBAT/almidón.



#### 4.1.2.2.7 Muestra B7 (cataloga como bolsa biodegradable)

Figura. 63. Espectro Raman de la muestra B7 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 63 se muestra el espectro micro-Raman del espécimen B7 en comparación con los espectros de los polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia. Esta muestra presentó 14 picos, como se aprecia en la figura 63 los picos 1 (2880.7 cm<sup>-1</sup>) y 2 (2846.73 cm<sup>-1</sup>) se asocian a estiramientos asimétricos y simétricos de [CH<sub>2</sub>] pertenecientes al polietileno (PE), el pico 5 (1439.49 cm<sup>-1</sup>) corresponde a la deformación simétrica de [CH<sub>2</sub>] representativo del polietileno (PE), los picos 10 (1128.43 cm<sup>-1</sup>) y 11 (1061.69 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a la torción de [CH<sub>2</sub>] y al estiramiento de [C–C] ambos correspondientes al polietileno (PE), el pico 12 (955.42 cm<sup>-1</sup>) hace alusión a una vibración de estiramiento de [C–O–H] del almidón. Particularmente las bandas 3 (1595.19 cm<sup>-1</sup>), 4 (1524.85 cm<sup>-1</sup>), 6 (1399.89 cm<sup>-1</sup>), pico 9 (1253.53 cm<sup>-1</sup>), 13 (917.89 cm<sup>-1</sup>), 14 (660.94 cm<sup>-1</sup>) y 15 (573.44 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a vibraciones de estiramiento asimétrico de [CO<sub>2</sub>], especialmente para el grupo carboxílico coordinado con iones metálico, en el caso de los picos 13,14 y 15 corresponde vibraciones de complejos de iones de carbonato [CO<sub>3</sub>] y al estiramiento [magnesio-CO] respectivamente lo que revelan la presencia de un agente pro-oxidante, especialmente corresponde a un estearato de un metal en transición (Koide, Fukami, Hisada, Inoue, & Carriere, 2016) (Hernández, Belmares, 2011). Con la indexación de los picos Raman y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra de bolsa B7 corresponde a una mezcla PE/almidón y la adicción de estereato de magnesio como agente pro-oxidante.

## 4.1.2.2.8 Tabla de indexación de picos de muestras de bolsas

En la tabla 24 se observa la indexación realizada a cada muestra, en donde se muestran los picos de los polímeros de referencia, señalando cada uno con un color, en este caso, para el PLA se el color azul, para el PBAT el color verde, el almidón de color amarillo y el polietileno de color rojo. En las columnas centrales de la tabla, se muestran los picos de todas las muestras de bolsas y la columna derecha se colocó la asignación química (grupo funcional atribuido) correspondiente en base a los polímeros de referencia, no obstante, algunas muestras de popotes presentaron picos diferentes a los de los polímeros de referencia, por lo cual únicamente se remarcaron en color rojo.

Tabla 23.	Tabla de correlación de indexación de picos más relevantes de muestras de bolsas en compar	ación con picos de polímeros de
	alto grado de pureza tomados como de referencia.	

	REFER	ENCIAS									
Re. PLA (cm <sup>-1</sup> )	Re. PBAT (cm <sup>-1</sup> )	Re. Almidón (cm <sup>-1</sup> )	Re. PE (cm <sup>-1</sup> )	Muestra B1 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra B2 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra B3 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra B4 (cm⁻¹)	Muestra B5 (cm⁻¹)	Muestra B6 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra B7 (cm⁻¹)	ASIGNACIÓN
		3361									Estiramiento débil [O–H]
	3080.58			3082.6	3079.84			3080.52	3079.52		Estiramiento [C–H], anillo aromático
3000.92											Estiramiento asimétrico [CH <sub>3</sub> ]
2946.54					2946.55				2944.73		Estiramiento asimétrico [CH <sub>3</sub> ]
	2926.05			2925.75				2922.75			Estiramiento asimétrico [CH <sub>2</sub> ]
		2911.8									Estiramiento [C–H]
2881.66			2881.65			2882.41	2880.35			2880.7	Estiramiento asimétrico [CH <sub>3</sub> ]
			2848.02			2848.65	2847.3			2846.73	Estiramiento simétrico [CH2]
1766.24											Estiramiento [C=O]
	1716.85			1717.49	1716.9			1717.66	1715.04		Estiramiento [C=O]
	1614.33			1614.46	1614.72			1612.76	1612.76		Estiramiento [C=C], anillo aromático
							1597.05			1595.19	Aditivo (estiramiento asimétrico de [CO <sub>2</sub> ], grupo carboxílico coordinado con iones metálicos).
							1523.83			1524.85	Aditivo (estiramiento asimétrico de [CO <sub>2</sub> ], grupo carboxílico coordinado con iones metálicos).
1451.84	1457.04	1460	1459	1458.73	1455.88	1448.23	1440.49	1458.54	1449.36		Deformación asimétrica [CH <sub>3</sub> ]
			1439			1435.27	1430.15			1439.49	Deformación asimétrica en fase [CH <sub>2</sub> ]
							1399.49			1399.89	Aditivo (estiramiento asimétrico de [CO <sub>2</sub> ], grupo carboxílico coordinado con iones metálicos).
1387.9				1381.89	1390.2						Deformación simétrica [CH <sub>3</sub> ]

		1379.9							1379.69		Deformación [C–H]
		1340.06								1333.68	Deformación [O–H]
1292.47			1295.16	1294.84	1294.54	1295.77	1293.41			1290.25	Estiramiento en fase [CH–CH <sub>3</sub> ]
	1278.17			1277.1	1278.43			1277.28	1275.35		Estiramiento [C-O-ar]
		1261.21									Deformación [C–O–H]
							1257 25			1052 52	Aditivo (complejos de iones de carbonato.
							1237.33			1233.33	Complejos de [C0 <sub>3</sub> ] (incluidos los puentes)).
	1176.16			1174.03	1177.2			1177.77	1177.87		Estiramiento [C-O]
1127.0		1107 01	1128.05			1120 77	1128 0/			1128 /3	Estiramiento fuera de fase [C–O–C]/
1127.5		1127.21	1120.35			1123.11	1120.04			1120.45	Estiramiento [C–C]
	1105.97			1106.8	1106.55			1105.52	1108.73		Estiramiento [C-O-ar]
1093.07				1088.98	1090.12		_				Deformación asimétrica [CH <sub>3</sub> ]
		1082.86					1085 25		1082.68		[COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa
		1002.00					1005.25		1002.00		(almidón)
			1062.92			1063.13	1061.78			1061.69	Estiramiento [C–C]
		1051.6							1050 71		[COH/C-O-H] del anillo de anhidroglucosa
		1001.0							1000.11		(almidón)
1044 14											Estiramiento simétrico [C–O–C] del grupo [CH <sub>2</sub> –
											OH]
		941.57								955.42	[COH/C-O-H] del anillo de anhidroglucosa
							917.96			917.89	Aditivo (complejos de iones de carbonato.
074.00				005.44	070.04				074.44		Complejos de $[CO_3]$ (incluidos los puentes)).
874.09		000.40		885.44	873.01				871.41		Estiramiento [C-COO]
	055.05	869.12			057 70				055.05		Estiramiento del anilio en fase y semicirculo
	855.35				857.72			855.46	855.35		Estiramiento en fase [=U-H], anilio aromatico
	797.35							797.35			Deformacion fuera de fase [C-H], anillo
		770.44									aromatico mono sustituido.
700.00		110.41									Estiramiento del anilio en fase y semicirculo
/ 30.22		702.4									Estiramiento [C–O–C] dei grupo [R <sub>3</sub> –C–OH]
		723.4							_		Estiramiento del anilio en fase y semicirculo
	704.66							705.56			Estiramiento fuera de fase [=U-H], anilio
											Aditive (astiromiente Metal C1)
										660.04	
										572.44	Aditivo (estiramiento [Metal-CO])
	620 72			620.25	622.04			621.00	621.21	JI J.44	
	032.13	177 00		032.33	033.04			031.22	031.31		
410		411.ŏZ									
410											

Con base a los datos de la tabla 24, se encontró que la muestra B1 (cataloga como PBAT) posee una correlación con el poli (adipato-co-tereftalato de butileno) (PBAT) y con el ácido poliláctico (PLA) teniendo 9 picos similares con el poli (adipato-co-tereftalato de butileno) (PBAT), equivalente al 69.23% del total de picos y 4 picos con el ácido poliláctico (PLA) con un 30.76% de picos, por lo que se deduce que la muestra B1 (cataloga como PBAT) es una mezcla de PBAT/PLA lo que se infiere que es una bolsa potencialmente biodegradable.

En el caso de la muestra B2 (catalogada como PLA), está presentó 5 picos similares con el ácido poliláctico (PLA) con un porcentaje de 35.71% del total de picos, además, esta muestra también presentó semejanza de picos con el poli (adipato-co-tereftalato de butileno) (PBAT) con un total de 9 picos análogos, tendiendo un porcentaje del 64.28%, indicando una mezcla de PLA/PBAT, por lo que se concluye que esta bolsa es potencialmente biodegradable.

El espécimen B5 presentó una evidente y fuerte correlación con picos del poli (Butilén Adipatoco-Tereftalato de butileno) (PBAT) con una similitud del 100%.

Para la muestra B6, esta presentó correlación con el poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT) con 8 picos semejantes, el ácido poliláctico (PLA) con 3 picos y el almidón con 3 picos, teniendo un porcentaje para cada polímero del 57.14%, 21.42% y 21.42 % respectivamente, y que de igual manera se infiere que esta muestra es potencialmente biodegradable.

En contraste, las muestras B3(bolsa de almidón-polietileno), B4(bolsa oxodegradable), B5(bolsa experimental) y B7(bolsa de cadena comercial de tiendas departamental) presentaron correlación con el polietileno (PE). En el caso de las muestras B3 y B7 estas tuvieron relación con algunos picos del almidón. Se observó que estas muestras presentaron picos muy diferentes en comparación con los polímeros de referencia, dichos picos hacen alusión a la presencia de algún aditivo (agente pro-oxidante), el cual, se detectó que era un probable estearato ligado con algún metal de transición. Estas muestras al poseer polietileno (PE) se concluye que no son potencialmente biodegradables.

4.1.2.3 Caracterización de muestras de popotes





Figura. 64. Espectro Raman de la muestra P1 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 64 se muestra el espectro micro-Raman de la muestra P1 (popote de almidón), en donde, los picos 1 (2882.49 cm<sup>-1</sup>) y 2 (2848.86cm<sup>-1</sup>) corresponden al estiramiento asimétrico y simétrico de [CH<sub>2</sub>] representativas del polietileno (PE), las bandas 3 (1461.05 cm<sup>-1</sup>) y 4 (1439.94 cm<sup>-1</sup>) se asocian al modo vibracional de deformación simétrica y asimétrica de [CH<sub>2</sub>] correspondientes al polietileno (PE), el pico 5 (1295.49 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al modo vibracional de torsión el [CH<sub>2</sub>] del polietileno (PE) y finalmente los picos 6 (1129.21 cm<sup>-1</sup>) y 7 (1062.87cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a vibraciones de estiramiento de [C–C] correspondientes al polietileno (PE). Claramente la muestra P1 presenta una fuerte correlación con el polietileno (PE). Con la indexación de los picos Raman y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra de popote P1 obtuvo una correlación con el polietileno (PE), en contraste con el análisis en FT-IR, en Raman no se identificó la presencia de almidón esto se atribuye a que es posible que la concentración másica del almidón es inferior con respecto al polietileno (Liu,, y otros, 2015).



4.1.2.3.2 Muestra P2 (catalogada como popote reciclable-biodegradable)

Figura. 65. Espectro Raman de la muestra P2 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 65, se muestra el espectro micro-Raman de la muestra P2 (popote clasificado como reciclable-biodegradable) en comparación espectral con los polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia. Esta muestra presentó 17 picos característicos, pero ninguno tuvo correlación de bandas con los polímeros de alto grado de pureza tomados de referencia, no obstante, como se aprecia en la figura 68, la muestra P2 presentó una evidente semejanza con el polímero polipropileno (PP) debido a que presenta los mismos picos espectrales RAMAN, donde en este caso, los picos 1 (2950.36 cm<sup>-1</sup>) y 4 (2842.85 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a las vibraciones de estiramiento asimétricas y simétricas de [CH<sub>3</sub>], los picos 2 (2910.87 cm<sup>-1</sup>) y 3 (2884.77 cm<sup>-1</sup>) se asocian a estiramientos vibraciones asimétricos y simétricos de [CH<sub>2</sub>], por otro lado, los picos 5 (1459.96 cm<sup>-1</sup>) y 8 (1330.48 cm<sup>-1</sup>) corresponden a las deformaciones asimétricas y simétricas de [CH<sub>3</sub>], las bandas 6 (1437.35 cm<sup>-1</sup>) y 7 (1379.83 cm<sup>-1</sup>) se asocian a deformaciones asimétricas y simétricas de [CH<sub>2</sub>], el pico 9 (1295.85 cm<sup>-1</sup>) corresponde a la vibración de deformación de [CH], el pico 10(1219.17 cm<sup>-1</sup>) corresponde a la vibración en modo torcimiento de [CH], 11 (1153.15 cm<sup>-1</sup>) corresponde a la vibración de maneo de [CH<sub>2</sub>], 12 (1063.25 cm<sup>-1</sup>) se asocia a la vibración de estiramiento de 110  $[C-CH_3]$ , los picos 13 (999.1 cm<sup>-1</sup>) y 14 (973.7 cm<sup>-1</sup>) pertenecen a la vibración de balanceo de  $[CH_3]$ , los picos 15 (842.22 cm<sup>-1</sup>) y 16 (809.26 cm<sup>-1</sup>) corresponden a la vibración del tipo rock de  $[CH_2]$  y el pico 17 (531.27 cm<sup>-1</sup>) se asocia al maneo de  $[CH_2]$ . Esta muestra presentó una fuerte correlación con los picos espectrales del polipropileno (PP) y, por ende, no presentó ninguna correlación con los polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.



4.1.2.3.3 Muestra P3 (catalogada como popote de almidón)

Figura. 66. Espectro Raman de la muestra P3 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 6 se exhibe el espectro micro-Raman del espécimen P3 (popote de almidón) en comparación con los espectros de polímeros de alto grado de pureza tomados de referencia. Para la muestra P3, los picos 1 (2881.56 cm<sup>-1</sup>) y 2 (2849.81 cm<sup>-1</sup>) se asocian al estiramiento vibracional del carácter asimétrico y simétrico de [CH<sub>2</sub>] pertenecientes al polietileno (PE), las bandas 3 (1460.23 cm<sup>-1</sup>) y 4 (1439.73cm<sup>-1</sup>) corresponden al modo vibracional de deformación simétrica y asimétrica de [CH<sub>2</sub>] características del polietileno (PE), el pico 5 (1295.24 cm<sup>-1</sup>) se atribuye al modo vibracional de torción del [CH<sub>2</sub>] correspondiente al polietileno (PE )y finalmente los picos 6 (1127.84 cm<sup>-1</sup>) y 7 (1062.56cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a vibraciones de estiramiento de [C–C] pertenecientes al polietileno (PE). Con la indexación de los picos Raman y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra de popote P3

presentó una correlación con el polietileno (PE), en contraste con el análisis en FT-IR, en Raman no se identificó la presencia de almidón esto se atribuye a que es posible que la concentración másica del almidón es inferior con respecto al polietileno (Liu,, y otros, 2015).



4.1.2.3.4 Muestra P4 (catalogada como popote compostable)

Figura. 67. Espectro Raman de la muestra P4 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia.

En la figura 67 se muestran que los picos obtenidos en micro-Raman del espécimen P4 (popote biodegradable) en comparación con los espectros de los polímeros tomados como de referencia. Para el espécimen P4, las bandas 1 (3000.56 cm<sup>-1</sup>), 2 (2945.43 cm<sup>-1</sup>), 3 (2887.48 cm<sup>-1</sup>) se asocian al estiramiento asimétrico del grupo [CH<sub>3</sub>] representativos del PLA, el pico 4 (1775.67 cm<sup>-1</sup>) corresponde al estiramiento de [C=O] característico del PLA, los picos 5 (1452.84 cm<sup>-1</sup>) y 6 (1383.1 cm<sup>-1</sup>) se atribuyen a vibraciones de en modo de deformación simétrica y asimétrica de [CH<sub>3</sub>], la banda 7 (1300.85 cm<sup>-1</sup>) corresponde al estiramiento vibracional en fase de [CH–CH<sub>3</sub>] característico del PLA, el pico 8 (1126.89 cm<sup>-1</sup>) se asocia al estiramiento fuera de fase de [C–O–C] correspondiente al PLA, el pico 9 (1093.54 cm<sup>-1</sup>) corresponde a la deformación asimétrica de [CH<sub>3</sub>], paras las bandas 10 (1045.23 cm<sup>-1</sup>), 11 (873.25 cm<sup>-1</sup>), 12 (738.56 cm<sup>-1</sup>) y 13 (408.53 cm<sup>-1</sup>) se asocian a vibraciones de estiramiento

simétrico [C–O–C] del grupo [CH<sub>2</sub>–OH], estiramiento de [C–COO], estiramiento de [C–O–C] del grupo [R<sub>3</sub>–C–OH] y deformación de [C–O–C] metil cetona respectivamente todos correspondientes al PLA. Con la indexación de los picos Raman y su asignación química estructural correspondiente se confirma que la muestra P4 corresponde a un popote de PLA.

# 4.1.2.3.5 Tabla de indexación de picos de muestras de popotes

En la tabla 25 se observan los resultados obtenidos de la caracterización de muestras de popotes en micro-Raman, en donde, en la parte izquierda de la tabla se exponen los picos de los polímeros de referencia, señalando cada uno con un color, en este caso, para el PLA se acuño el color azul, para el PBAT el color verde, el almidón de color amarillo, el polietileno de color rojo, y el polipropileno de color café. En las columnas centrales de la tabla, se muestra los picos de todas las muestras de popotes y en la columna derecha se situó la asignación química (grupo funcional atribuido) correspondiente, con base a los polímeros de referencia.

Tabla 24. Tabla de correlación de indexación de picos más relevantes de muestras de popotes en comparación con picos de polímerosde alto grado de pureza tomados como de referencia.

	REFER	ENCIAS			MUESTRA	S DE POPOTES			
Re. PLA (cm <sup>-1</sup> )	Re. PBAT (cm <sup>-1</sup> )	Re. Almidón (cm <sup>-1</sup> )	Re. PE (cm <sup>-1</sup> )	Re. PP (cm <sup>-1</sup> )	Muestra P1 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra P2 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra P3 (cm <sup>-1</sup> )	Muestra P4 (cm <sup>-1</sup> )	ASIGNACIÓN
		3361							Estiramiento débil [O–H]
	3080.58								Estiramiento [C–H], anillo aromático
3000.92								3000.56	Estiramiento asimétrico [CH <sub>3</sub> ]
2946.54				2950.23		2950.36		2945.43	Estiramiento asimétrico [CH <sub>3</sub> ]
	2926.05								Estiramiento asimétrico [CH <sub>2</sub> ]
		2911.8		2910.56		2910.87			Estiramiento [C–H]
2881.66			2881.65	2884.56	2882.49	2884.77	2881.56	2887.48	Estiramiento simétrico [CH <sub>3</sub> ]/ Estiramiento asimétrico [CH <sub>2</sub> ]
			2848.02	2841.56	2848.86	2842.85	2849.81		Estiramiento simétrico [CH <sub>2</sub> ]
1766.24								1775.67	Estiramiento [C=O]
	1716.85								Estiramiento [C=O]
	1614.33								Estiramiento [C=C], anillo aromático
1451.84	1457.04	1460	1459	1460	1461.05	1459.96	1460.23	1452.84	Deformación asimétrica [CH <sub>3</sub> ]/Deformación [CH–CH <sub>2</sub> ]
			1439	1436	1439.94	1437.35	1439.73		Deformación simétrica [CH <sub>2</sub> ]
1387.9								1383.1	Deformación simétrica [CH <sub>3</sub> ]
		1379.9		1368.25		1379.83			Deformación [C–H]
		1340.06		1330.12		1330.48			Deformación [O–H]
1292.47			1295.16		1295.49	1295.85	1295.24	1300.85	Torción [CH2]/Estiramiento en fase [CH–CH3]
	1278.17								Estiramiento [C-O-ar]
		1261.21							Deformación [C–O–H]
				1219		1219.17			Torcimiento [CH],
	1176.16								Estiramiento [C-O]
				1152		1153.15			Maneo [CH <sub>2</sub> ]

1127.9		1127.21	1128.95		1129.21		1127.84	1126.89	Estiramiento [C–C]/Estiramiento fuera de fase [C–O–C]
	1105.97								Estiramiento [C-O-ar]
1093.07								1093.54	Deformación asimétrica [CH <sub>3</sub> ]
		1082.86							[COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa (almidón)
			1062.92	1060	1062.87	1063.25	1062.56		Estiramiento [C–C]
		1051.6							[COH/C–O–H] del anillo de anhidroglucosa (almidón)
1044.14								1045.23	Estiramiento simétrico [C–O–C] del grupo [CH <sub>2</sub> –OH]
				999		999.1			Balanceo [CH <sub>3</sub> ]
				973		973.7			Balanceo [CH <sub>3</sub> ]
		941.57							Estiramiento del anillo en fase y semicírculo
874.09								873.25	Estiramiento [C–COO]
		869.12							Estiramiento del anillo en fase y semicírculo
	855.35								Estiramiento en fase [=C–H], anillo aromático
				842		842.22			Balanceo [CH <sub>2</sub> ]
				809		809.26			Balanceo [CH <sub>2</sub> ]
	797.35								Deformación fuera de fase [C-H], anillo aromático mono
		770.41							Estiramiento del anillo en fase y semicírculo
736.22								738.56	Estiramiento [C–O–C] del grupo [R <sub>3</sub> –C–OH]
-		723.4							Estiramiento del anillo en fase y semicírculo
	704.66								Estiramiento fuera de fase [=C–H], anillo aromático
	632.73								Torcimiento [C=C-H]
				529		531.27			Maneo [CH <sub>2</sub> ]
		477.82							Deformación [C-C-C]
410								408.53	Deformación [C–O–C] metil cetona

En el caso de lo popotes, en la tabla 25 se observa que la única muestra que presentó una correlación con algún polímero biodegradable fue el espécimen P4 el cual presentó correlación con todos los picos del ácido poliláctico (PLA) lo que significa que este popote es potencialmente biodegradable.

Por el contrario, las muestras P1 (popote de almidón) y P3 (popote compostable) presentaron una fuerte correlación con los picos más característicos del polietileno (PE) y no se observó correlación con el almidón, lo que se infiere que estos popotes no son potencialmente biodegradables.

Para la muestra P2 (popote reciclable-compostable) se observó que está obtuvo una fuerte semejanza con el polipropileno (PP), lo que significa la muestra P2 no es potencial de biodegradable.

#### 4.1.3 Dictamen del análisis químico estructural (AQE)

En la tabla 26, se muestra el resumen de los resultados obtenidos por las técnicas espectroscópicas (FT-IR y micro-Raman), se dictamina que la muestras que son potencialmente biodegradables y que se someterán al proceso de compostaje son: la muestra B1, B2 y B5. Estas muestras mencionadas con anterioridad, transitaron directamente al proceso de compostaje y al análisis morfológico por las técnicas de microscopía electrónica de barrido (MEB) y el análisis de rayos X por energía dispersiva (EDX).

Las muestras B3, B4, P1 y P4 al contener polietileno, no se pueden catalogar como biodegradables, sin embargo, al contener la presencia de almidón y/o un aditivo pro-oxidante, se propusieron para analizarlas en el proceso de compostabilidad. En el caso de la muestra B6, que si presentó haber sido sintetizada con ácido poliláctico (PLA) y poli (butilén adipatoco-tereftalato) (PBAT), no se sometió al proceso de compostaje debido a que es idéntica a la muestra B2 y se evitó el duplicado de muestra. La muestra B7, al ser una bolsa de polietileno (PE)/almidón con un agente pro-oxidante, se dictaminó que es una bolsa oxodegradable y no se sometió al proceso de compostaje debido al carácter de duplicidad con la muestra B4.

Tabla 25. Resumen de resultados obtenidos en el análisis químico estructural (AQE), utilizando las técnicas de caracterización de espectroscopia infrarroja por transformada de fourier y espectroscopia Raman.

Muestra	Catalogada por fabricante	Resultado FT-IR	Resultado micro-Raman
Bolsa 1	PBAT	PLA/PBAT y almidón	PLA/PBAT
Bolsa 2	PLA	PLA/PBAT	PLA/PBAT
Bolsa 3	Almidón/PE	Almidón/PE	Polietileno (PE)
Bolsa 4	Oxodegradable	PE´+ con un adictivo (agente pro-oxidante)	Polietileno (PE) + aditivo (D2W)
Bolsa 5	Derivados de maíz	PBAT/almidón	PBAT
Bolsa 6	Compostable	PLA/PBAT	PBAT/PLA/almidón
Bolsa 7	Biodegradable	PE + con un adictivo (agente pro- oxidante)/almidon	Polietileno (PE) + aditivo (D2W) / almidón
Popote 1	Almidón	Almidón/PE	Polietileno (PE)
Popote 2	Reciclable/biodegradable	Polipropileno (PP)	Polipropileno (PP)
Popote 3	Almidón	Almidón/PE	Polietileno (PE)
Popote 4	Compostable	PLA	PLA

# 4.2 Análisis microestructural previo al proceso de compostaje

### 4.2.1 Muestra B1 (Catalogada como bolsa de PBAT)

## 4.2.1 Microanálisis de área



Figura. 68. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B1: a) aumento a 1000X y b) aumento a 5000X.

En la figura 68 se observa las imágenes obtenidas por microscopía de barrido con electrones (MBE) de la muestra B1 (catalogada como bolsa de PBAT). En la micrografía a aumentos de 1000X, se observa la presencia de partículas distribuidas de manera uniforme, con una microestructura de un cubo con bordes redondeados (micrografía a aumentos de 5000X), donde la presencia de los elementos Ca y O es característico de su composición química, además, también se observa en los aumentos de 5000X una superficie rugosa, con vetas definidas

Por otra parte, se efectuó un análisis químico elemental en espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la superficie de la muestra B1, donde, se encontró que los elementos en mayor proporción en la muestra son el carbono con una fracción masa promedio de 72.24%, el oxígeno con 27.28%, los cuales, en el caso del carbono, corresponde al elemento químico predominante en la estructura molecular polimérica de la bolsa B1, y la presencia de oxígeno se asocia directamente zona partículas de óxido de calcio y de vanadio. Estos materiales se usan ampliamente como aditivos en materiales plásticos, además se utilizan como relleno de materiales plásticos con la finalidad de hacer rendir los costes de materia prima (Chatzitheodoridis & Drushku, 2011). En ese sentido, en el análisis elemental, se presentó una proporción de fracción de masa de calcio con 0.47% y de vanadio con 0.012%.
En la tabla 27 se muestra la fracción en masa % de los elementos químicos encontrados en la muestra B1.

Elemento	Promedio		
Carbono	72.24		
Oxigeno	27.28		
Calcio	0.47		
Vanadio	0.04 *		
*Solo se detectó una vez			

# Tabla 26. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría dediscriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B1.

# 4.2.1.2 Microanálisis puntual de zonas



Figura. 69. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B1: zonas puntuales.

En la figura 69, se muestra las zonas de interés para estudio puntual de la superficie de la muestra B1. Se realizaron microanálisis puntuales de la superficie de la muestra B1, en donde, se seleccionó 3 zonas. Para el área 1 se encontró que el carbono obtuvo una fracción de masa de 64%, el oxígeno con 27.47%, magnesio con un 3.22 %, silicio con un 4.7 % y en menor proporcionalidad, también se presentó calcio con un 0.16% de fracción de masa y hierro con 0.23%. Para la zona 2, se identificó la presencia de carbono con un 69.37% de fracción de masa, oxigeno con un 25.01%, sodio con 0.31%, magnesio con un 0.2%, aluminio con 0.42%, silicio con 1.48 %, potasio con 0.14 %, calcio con 2.7%, hierro con 0.25 % y yodo con 0.12%.

Finalmente, en la zona 3 se encontró carbono con un porcentaje de fracción de masa de 73.77%, oxigeno con 25.16% y calcio con un 1.07%. En la tabla 28, se muestra los valores cuantitativos dé fracción de masa % de los elementos identificados en las zonas puntuales de la superficie de la muestra B1.

_			
Elemento químico	Zona 1	Zona 2	Zona 3
Carbono	64 %	69.37 %	73.77 %
Oxigeno	27.47 %	25.01 %	25.16 %
Sodio	0	0.31 %	0
Magnesio	3.22 %	0.2 %	0
Aluminio	0	0.42 %	0
Silicio	4.7 %	1.48 %	0
Potasio	0	0.14 %	0
Calcio	0.16 %	2.7 %	1.07%
Hierro	0.23 %	0.25 %	0
Yodo	0	0.12%	0

# Tabla 27. Porcentajes de fracción de masa de elementos químicos presentes en las áreaspuntuales 1,2,3 de la muestra B1.

#### 4.2.1.3 Microanálisis de mapeos



# Figura. 70. Análisis elemental por mapeo seleccionadas en la muestra B1: a) partículas seleccionadas para el análisis elemental b) mapeos de la superficie particular de la muestra B1.

En la figura 70 se muestra el análisis de mapeos, en donde, en el inciso a) se muestra el análisis a 3 partículas y en el inciso b) se exhiben los mapeos para cada elemento químico detectado por el equipo. Cada elemento se tiñó de un color característico para poder examinar la distribución del mismo en cuestión.

En primera instancia, los elementos que están más distribuidos en la zona de análisis son el carbono (color amarillo) y oxigeno (color verde) y los elementos que menos se aprecian en el mapeo es el yodo y potasio (ambos de color rojo).

Los resultados de los mapeos, indican que para la partícula 1 se observa que los elementos presentes son el magnesio, silicio y aluminio, además se observa que esa partícula tiene una morfología más rectangular.

En las partículas 2 y 3 se observa que los elementos presentes corresponden al calcio, oxígeno y silicio, siendo que las fracciones de masa del calcio se distribuyen en la mayor parte de la zona de análisis. Las partículas de calcio y silicio se visualizan con una morfología más circular y con dimensiones inferiores.

En la tabla 29 se muestra el resumen de todos los elementos identificados en la muestra B1, en donde, la presencia de esos elementos en la muestra B1 se asocian a varios fines, tales como: mejora de la degradabilidad, relleno, biocompatibilidad, pigmentación, etc. (Xanthos, 2005).

Elementos identificados En muestra B1	Familia química	Tipo de relleno, aditivo, etc.	Funciones en la muestra				
Aluminio Potasio Magnesio Oxigeno Silicio	Inorgánicos Óxidos	<ul> <li>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></li> <li>MgO</li> <li>SiO<sub>2</sub>,</li> </ul>	<ul> <li>Control de permeabilidad.</li> <li>Pigmentación.</li> <li>Mejoras en propiedades mecánicas.</li> </ul>				
Yodo	Compuestos halogenados	• Yodo	<ul> <li>Compuestos halogenados, principalmente polihalogenados R-(X) n (X= F, Cl, Br, I) son agentes de transferencia de cadena prominentes en la polimerización por radicales, empleados principalmente como telógenos en la telomerización u oligomerización. Particularmente, los compuestos de yodo son muy atractivos como potenciales intermediarios para la síntesis de moléculas macromoleculares, debido a la buena propiedad de salida del átomo de yodo, como en las polimerizaciones radicales controladas (CRP) (Moulay, 2013).</li> </ul>				
Aluminio Magnesio Oxigeno	Hidróxidos	<ul> <li>Mg(OH)<sub>2</sub></li> <li>Al(OH)<sub>3</sub></li> </ul>	<ul><li>Bioactividad.</li><li>Relleno.</li></ul>				
Carbono Calcio Oxigeno	Sales	● CaCO₃,	<ul><li>Control de permeabilidad.</li><li>Mejoras en propiedades mecánicas.</li><li>Relleno.</li></ul>				
Hierro Potasio Silicio Oxigeno Vanadio	Silicatos	Talco, mica, caolín, wollastonita, montmorillonita, nanoarcillas, feldespato, amianto.	• Relleno.				

# Tabla 28. Rellenos y/o aditivos encontrados en la muestra B1 y su posible función en la misma (Xanthos, 2005).

### 4.2.2 Muestra B2 (Catalogada como bolsa de PLA)

#### 4.2.2.1 Microanálisis de área



Figura. 71. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B2: a) aumento a 1000X y b) aumento a 5000X.

En la figura 71 se exhiben las imágenes emanadas por microscopía de barrido con electrones (MBE) de la muestra B2 (catalogada como bolsa de PLA). En la micrografía a aumentos de 1000X, se visualiza partículas distribuidas de manera uniforme, con una microestructura de prismas rectangulares con bordes redondeados. En micrografía a aumentos de 5000X, se logra observar patrones con trayectoria ondulatoria, lo que se asocia, según (Weng, Jin, & Meng, 2013), a un comportamiento superficial típico de una mezcla PLA/PBAT, además se visualiza algunas partículas no tan definidas, donde se asocian a los elementos Ca, Mg, O y Si.

Paralelamente, se realizó un análisis químico elemental en espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la superficie de la muestra B2, donde, se localizó que los elementos en mayor proporción en la muestra son el carbono con una fracción masa promedio de 72.48%, el oxígeno con 26.56%. Dichos elementos se asocian, por ejemplo, el carbono es el principal elemento químico en la estructura molecular polimérica de la bolsa B2, y el oxígeno se presume su existencia debido a que las partículas vistas en los microgramos son óxido de calcio, oxido de magnesio y algún cierto tipo de silicato. Los materiales anteriormente mencionados se utilizan como aditivos en materiales plásticos, además se utilizan como relleno de materiales plásticos con la finalidad de hacer rendir los costos de

materia prima (Chatzitheodoridis & Drushku, 2011). En el análisis elemental el magnesio presentó una fracción de masa del 0.30%, el silicio de 0.51% y el calcio con 1.15%. En la tabla 30 se muestra la fracción en masa % de los elementos químicos encontrados en la muestra B2.

Elemento	Promedio
Carbono	71.48
Oxigeno	26.56
Magnesio	0.30
Silicio	0.51
Calcio	1.15

# Tabla 29. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría dediscriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B1

### 4.2.2.2 Microanálisis puntual de zonas



Figura. 72. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B2: zonas puntuales.

En la figura 72, se exhibe las zonas de interés para estudio puntual de la superficie de la muestra B2. Se seleccionaron 3 zona para efectuar el análisis microestructural.

Los resultados para la zona 1 demuestran que el carbono presentó una fracción de masa de 58.47%, el oxígeno con 29.79%, magnesio con un 0.13%, silicio con un 0.14 % y calcio con un 11.47% de fracción de masa.

Para la zona 2, se identificó la presencia de carbono con un 72.05% de fracción de masa, oxigeno con un 23.85%, magnesio con un 0.91%, silicio con 1.41 % y calcio con 1.78%. Posteriormente, en la zona 3 se encontró carbono con un porcentaje de fracción de masa de 72.84%, oxigeno con 25.33%, magnesio con un 0.32%, silicio con un 0.56% y calcio con un 0.95% de fracción de masa. En la tabla 31, se exhibe los valores cuantitativos dé fracción de masa % de los elementos identificados en las zonas puntuales de la superficie de la muestra B2.

Elemento Zona 3 Zona 1 Zona 2 químico 72.05 % 72.84 % Carbono 58.47 % 29.79 % 23.85 % 25.33 % Oxigeno 0.13 % 0.91 % 0.32 % Magnesio Silicio 0.14 % 1.41 % 0.56 % Calcio 11.47 % 1.78 % 0.95 %

Tabla 30. Porcentajes de fracción de masa de elementos químicos presentes en las áreaspuntuales 1,2,3 de la muestra B2.

#### 4.2.2.3 Microanálisis de mapeos





En la figura 73 se observa el análisis de mapeos, en donde, en el inciso a) se muestra el análisis a 3 partículas y en el inciso b) se exhiben los mapeos para cada elemento químico detectado por el equipo. Cada elemento se alude a un color característico con la finalidad de poder inspeccionar la distribución del mismo en cuestión.

Los elementos que están más distribuidos en la zona de análisis son el carbono (color amarillo) y oxigeno (color verde), y, por otro lado, los que están en menos proporción en % fracción de masa son magnesio (color magenta), silicio (color cian) y calcio (color azul). Los resultados de los mapeos, indican que las partículas 1 y 3, los elementos que más tienen proporción son el calcio y el oxígeno, en la partícula 2 el magnesio, silicio y oxígeno. Con respecto a la morfología del mapeo genera, se visualiza que las partículas de calcio están más distribuidas y son más grandes que las partículas de magnesio y silicio.

En la tabla 32 se expone el resumen de todos los elementos identificados en la muestra B1, en donde, la presencia de esos elementos en la muestra B2 se asocian a varios fines, tales como: mejora de la degradabilidad, relleno, biocompatibilidad, pigmentación, etc. (Xanthos, 2005).

Elementos identificados En muestra B2	Familia química	Tipo de relleno, aditivo, etc.	Funciones en la muestra
Magnesio Oxigeno Silicio	Inorgánicos Óxidos	<ul> <li>MgO</li> <li>SiO<sub>2</sub>,</li> </ul>	<ul> <li>Control de permeabilidad.</li> <li>Pigmentación.</li> <li>Mejoras en propiedades mecánicas.</li> </ul>
Magnesio Oxigeno	Hidróxidos	• Mg(OH) <sub>2</sub>	<ul><li>Bioactividad.</li><li>Relleno.</li></ul>
Calcio Oxigeno	Sales	• CaCO <sub>3</sub> ,	<ul> <li>Control de permeabilidad.</li> <li>Mejoras en propiedades mecánicas.</li> <li>Relleno.</li> </ul>
Silicio Oxigeno	Silicatos	Talco, mica, caolín, wollastonita, montmorillonita, nanoarcillas, feldespato, amianto.	Relleno.

Tabla 31. Rellenos y/o aditivos encontrados en la muestra B2 y su posible función en la misma (Xanthos, 2005).

#### 4.2.3 Muestra B5 (Catalogada como bolsa de derivados de maíz)

#### 4.2.3.1 Microanálisis de área



Figura. 74. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B5: a) aumento a 1000X y b) aumento a 5000X.

En la figura 74 se muestran las imágenes obtenidas por microscopía de barrido con electrones (MBE) de la muestra B5 (catalogada como bolsa catalogada de derivados de maíz). En la micrografía a aumentos de 1000X, se aprecia que la superficie de la muestra con una ligera rugosidad, con partículas cuasi-esféricas distribuidas en toda la superficie de análisis. En aumentos de 5000X, se puede observar claramente que esta bolsa posee vetas, y, además, se aprecia que estas vetas ocasionan que visualmente se observen pequeñas cavidades. Ese tipo de morfología según (Weng, Jin, & Meng, 2013) y (Fu, Wu, Bian, Zeng, & Weng, 2020) es característico del PBAT. Por otra parte, se visualiza partículas suspendidas a lo largo del área de estudio de la bolsa B5.

Se efectuó un análisis químico elemental en espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la superficie de la muestra B5, donde, se encontró que los elementos en mayor proporción en la muestra son el carbono con una fracción masa promedio de 69.65%, el oxígeno con 29.7%, los cuales, en el caso del carbono, corresponde al elemento químico predominante en la estructura molecular polimérica de la bolsa B1, y la presencia de oxígeno se asocia directamente zona partículas de óxido de calcio y de vanadio. Estos materiales se usan ampliamente como aditivos en materiales plásticos, además se utilizan como relleno de materiales plásticos con la finalidad de hacer rendir los costes de materia prima (Chatzitheodoridis & Drushku, 2011). En ese sentido, en el análisis elemental, se

presentó una proporción de fracción de masa de azufre con 0.11%, silicio con 0.05%, molibdeno con 0.25%, bario con 0.52% y talio con 0.49%. En la tabla 33 se exhibe la fracción en masa % de los elementos químicos encontrados en la muestra B5.

Elemento	Promedio
Carbono	69.65333333
Oxigeno	29.7
Azufre	0.11**
Silicio	0.05**
Molibdeno	0.25**
Bario	0.52*
Talio	0.49**

Tabla 32. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría dediscriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B5.

\*\*Solo se detectó una vez \*\*Se detectó una 2 veces

### 4.2.3.2 Microanálisis puntual de zonas



Figura. 75. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B5: zonas puntuales.

En la figura 75, se muestra las zonas de interés para estudio puntual de la superficie de la muestra B1. Se realizaron microanálisis puntuales de la superficie de la muestra B5, en donde, se eligieron 3 zonas. Para la zona 1 se encontró que el carbono obtuvo una fracción de masa de 69.18%, el oxígeno con 28.12%, calcio con un 2.64 %, calcio con 2.64% y menor

proporcionalidad, también se presentó yodo con un 0.06% de fracción de masa. En la zona 2, se identificó la presencia de carbono con un 74.21% de fracción de masa, oxigeno con un 25.03%, azufre con 0.19% y en menor proporción bario con 0.3%. Supremamente, en la zona 3 se encontró únicamente carbono con un porcentaje de fracción de masa de 74.28% y oxigeno con 25.72%. En la tabla 3, se muestra los valores cuantitativos dé fracción de masa % de los elementos identificados en las zonas puntuales de la superficie de la muestra B1.

Elemento químico	Zona 1	Zona 2	Zona 3
Carbono	69.18 %	74.21 %	74.28 %
Oxigeno	28.12 %	25.3 %	25.72 %
Azufre	0	0.19 %	0
Calcio	2.64 %	0	0
Yodo	0.06 %	0	0
Bario	0	0.3 %	0

Tabla 33. Porcentajes de fracción de masa de elementos químicos presentes en las áreaspuntuales 1,2,3 de la muestra B5.

#### 4.2.3.3 Microanálisis de mapeos



# Figura. 76. Análisis elemental por mapeo seleccionadas en la muestra B5: a) partículas seleccionadas para el análisis elemental b) mapeos de la superficie particular de la muestra B5.

En la figura 76 se exhibe el análisis de mapeos, en donde, en el inciso a) se muestra el análisis a 3 partículas y en el inciso b) se exhiben los mapeos para cada elemento químico detectado por el equipo. Cada elemento se tiñó de un color particular para poder inspeccionar la distribución del mismo en cuestión.

En primera instancia, los elemento que están más distribuidos en la zona de análisis son el carbono (color amarillo) y oxigeno (color verde), asimismo, los elementos que menos se aprecian en el mapeo son el azufre (color cian), calcio (color azul), yodo (color rojo) y bario (ambos de color verde).

Los resultados de los mapeos, indican que las partículas 1, 2 y 3 se puede observar que los elementos presentes son el oxígeno, azufre, calcio, yodo y bario. En el caso de la muestra B5, en comparación con las muestras B2 y B3, esta presenta mayor uniformidad en la distribución de las partículas de los anteriores elementos mencionado. La morfología de las partículas son circulares con dimensiones muy pequeñas.

En la tabla 35 se muestra el resumen de todos los elementos identificados en la muestra B1, en donde, la presencia de esos elementos en la muestra B5 se asocian a varios fines, tales como: mejora de la degradabilidad, relleno, biocompatibilidad, pigmentación, etc. (Xanthos, 2005).

Elementos identificados En muestra B5	Familia química	Tipo de relleno, aditivo, etc.	Funciones en la muestra
Oxigeno Silicio Talio	Inorgánicos Óxidos	<ul> <li>MgO</li> <li>SiO<sub>2</sub>,</li> <li>Ta</li> </ul>	<ul> <li>Control de permeabilidad.</li> <li>Pigmentación.</li> <li>Mejoras en propiedades mecánicas.</li> <li>Mejora de la procesabilidad</li> </ul>
Molibdeno Azufre	Complejo inorgánico	• MoS <sub>2</sub>	<ul> <li>Cuando se agrega a los plásticos, MoS<sub>2</sub> (Disulfuro de molibdeno) forma un compuesto con mayor resistencia y menor fricción (Moulay, 2013).</li> </ul>
Yodo	Compuestos halogenados	Yodo	<ul> <li>Compuestos halogenados, principalmente polihalogenados R-(X) n (X= F, Cl, Br, I) son agentes de transferencia de cadena prominentes en la polimerización por radicales, empleados principalmente como telógenos en la telomerización u oligomerización. Particularmente, los compuestos de yodo son muy atractivos como potenciales intermediarios para la síntesis de moléculas macromoleculares, debido a la buena propiedad de salida del átomo de yodo, como en las polimerizaciones radicales controladas (CRP) (Moulay, 2013).</li> <li>Los polímeros naturales que proporcionan tales complejos con especies de yodo son almidón (amilosa y amilopectina), quitosano, glucógeno, seda, lana, albúmina, celulosa, xilano y caucho natural; el yodo-almidón es el complejo de yodo-polímero natural más antiguo (Moulay, 2013).</li> </ul>
Bario Oxigeno	Hidróxidos	• Ba(OH) <sub>2</sub>	<ul><li>Bioactividad.</li><li>Relleno.</li></ul>
Silicio Oxigeno	Silicatos	Talco, mica, caolín, wollastonita, montmorillonita, nanoarcillas, feldespato, amianto.	• Relleno.

Tabla 34. Rellenos y/o	aditivos encontrados en la muestra B1	y su	posible función en	la misma	(Xanthos, 200	05)
------------------------	---------------------------------------	------	--------------------	----------	---------------	-----

## 4.3 Proceso de compostaje

#### 4.3.1 Prueba de compostabilidad

La prueba de compostabilidad comprendió un periodo de 90 días con referencia a la norma (ASTM D6400-19, 2019), comenzando a partir del 26 de febrero de 2021 y culminando el 23 de mayo de 2021. Como se mencionó en la metodología, se efectuaron reportes de seguimiento del proceso de compostabilidad de manera semanal, mensual y un reporte correspondiente de 3 meses de compostaje (90 días).

# 4.3.1.1 Muestra de referencia (Celulosa)



Figura. 77. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra de referencia (celulosa), en donde el inciso a) corresponde a los reportes semanales y el b) a los reportes mensuales.

En la figura 77 se muestra el proceso de compostaje efectuado a la muestra de referencia (celulosa), se observa claramente que la muestra comenzó a cambiar su morfología después de la semana 1, en donde, para las semanas 2 y 3 la muestra ya se había fragmentado. En el primer mes de compostaje, se observó que la celulosa ya se había compostado totalmente en el sustrato, de forma visual.

#### 4.3.1.2 Muestra B1 (catalogada como bolsa de PBAT)



Figura. 78. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra B1, en donde el inciso a) corresponde a los reportes semanales y el b) a los reportes mensuales.

En la figura 78 se observa el proceso de compostaje de la muestra B1, la cual en los análisis de espectroscopía infrarroja de trasformada de Fourier (FT-IR) y espectroscopia micro-Raman, se identificó como una mezcla de PLA/PBAT y almidón. Para esta muestra se observó que durante los 2 primeros meses no presentó algún cambio morfológico, sin embargo, en la semana 9 posterior a los 2 meses, se observó un cambio en la pigmentación de la muestra debido a que el espécimen de bolsa presentaba una coloración blanquizca antes del proceso de compostaje y en la semana 9 presenta una coloración marrón en ciertas regiones.

#### 4.3.1.3 Muestra B2 (catalogada como bolsa de PLA)



Figura. 79. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra B2, en donde el inciso a) corresponde a los reportes semanales y el b) a los reportes mensuales.

En la figura 79 se muestra el proceso de compostaje de la muestra B2 (catalogada como bolsa de PLA), la cual, en los análisis de espectroscopía infrarroja de trasformada de fourier (FT-IR) y espectroscopia mico-Raman, se identificó como una mezcla de PLA/PBAT. En la figura 81 se observa claramente que, durante los 3 meses de compostaje, el espécimen, no presentó algún cambio morfológico.

En contraste, en comparación con la muestra B1 (identificada como mezcla PLA/PBAT y almidón), esta muestra no ha cambiado de pigmentación, el único cambio que presentó después de la semana 12 fue que se opacó.

### 4.3.1.4 Muestra B3 (catalogada como bolsa de polietileno-almidón)



Figura. 80. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra B3, en donde el inciso a) corresponde a los reportes semanales y el b) a los reportes mensuales.

En la figura 80 se observa el proceso de compostaje de la muestra B3 (catalogada como bolsa de polietileno-almidón), la cual en los análisis de espectroscopía infrarroja de trasformada de fourier (FT-IR) y espectroscopia micro-Raman, se identificó, que corresponde a una mezcla polietileno-almidón. Para el proceso de compostabilidad de la muestra B3, como se aprecia en la figura 82 se observa que durante los 3 meses de análisis no reveló algún cambio morfológico importante, de igual manera como sucedió con la muestra B2 (catalogada como PLA) el único cambio que presentó fue después de la semana 11, esta muestra se opacó.

#### 4.3.1.5 Muestra B4 (catalogada como bolsa oxodegradable)



Figura. 81. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra B4, en donde el inciso a) corresponde a los reportes semanales y el b) a los reportes mensuales.

En la figura 81 se muestra el proceso de compostaje de la muestra B2 (catalogada como bolsa oxodegradable), la cual en los análisis de espectroscopía infrarroja de trasformada de fourier (FT-IR) y espectroscopia micro-Raman, se identificó que es una bolsa de polietileno con adicción de estereato de magnesio como aditivo pro-oxidante, el cual se identifica por su nombre comercial D2W<sup>™</sup>. Para el proceso de compostabilidad de la muestra B4, como se aprecia en la figura 83 se observa claramente que durante los 3 meses de análisis no mostró ningún cambio morfológico.

#### 4.3.1.6 Muestra B5 (catalogada como bolsa de derivados de maíz)



Figura. 82. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra B5, en donde el inciso a) corresponde a los reportes semanales y el b) a los reportes mensuales.

En la figura 82 se exhibe el proceso de compostaje de la bolsa B5 (catalogada como bolsa de derivados de maíz), la cual en los análisis de espectroscopía infrarroja de trasformada de Fourier (FT-IR) y espectroscopia micro-Raman, se identificó que corresponde a una mezcla PBAT-almidón. Como se aprecia en la figura 82, la muestra B5 comenzó a cambiar morfológicamente después de la semana 1, en donde, para la semana 2 se observó la existencia de orificios en la superficie de la muestra. Para las semanas 3 y 4 se observó que la muestra se empezó a fragmentar. A partir del primer mes de compostaje, se observaron en el compost (sustrato) fragmentos de la muestra. Cabe señalar que, en la semana 5 de compostaje, de "manera visual" no se detectan fragmentos de la muestra en el sustrato, en embargo, se lleva a caracterizar el contenido del compost para verificar si aún existe fragmentos inferiores a 2 mm de la muestra B5.

#### 4.3.1.7 Muestra P1 (catalogada como popote de almidón)



Figura. 83. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra P1, en donde el inciso a) corresponde a los reportes semanales y el b) a los reportes mensuales.

En la figura 83 se muestra el proceso de compostaje de la muestra de popote P1 (catalogada como popote de almidón), la cual en los análisis de espectroscopía infrarroja de trasformada de Fourier (FT-IR) y espectroscopia micro-Raman, se identificó que corresponde a una mezcla polietileno-almidón. En figura 85 se aprecia que la muestra de popote P1, durante los 3 meses de análisis no reveló algún cambio morfológico importante, de igual manera como sucedió con las muestras de bolsas, B1 y B2, el único cambio que presentó fue que después de la semana 8, la muestra cambio de pigmentación a color marrón.

#### 4.3.1.8 Muestra P4 (catalogada como "compostable")



Figura. 84. Reportes del proceso de compostabilidad de la muestra P1, en donde el inciso a) corresponde a los reportes semanales y el b) a los reportes mensuales.

En la figura 84 se exhibe el proceso de compostaje de la muestra P4 (catalogada como popote "compostable"), la cual en los análisis de espectroscopía infrarroja de trasformada de fourier (FTIR) y espectroscopia micro-Raman), se identificó que es un popote de ácido poliláctico (PLA). Para el proceso de compostabilidad de la muestra P4, como se aprecia en la figura 84 se observa evidentemente que durante los 3 meses de compostaje en condiciones ambientales no mostró ningún cambio morfológico esto debido a que el PLA es completamente biodegradable cuando se composta en un sistema de compostaje industrial a gran escala con temperaturas de 60°C o más.

El PLA es en gran parte resistente al ataque de microorganismos en el suelo o las aguas residuales en condiciones ambientales. El polímero debe hidrolizarse primero a temperaturas elevadas (> 58°C) para reducir el peso molecular antes de que pueda comenzar la biodegradación. Por lo tanto, el PLA no se degradará en un sistema de compostaje en condiciones ambientales (jardín típico) (Rudnik, 2008).

#### 4.3.2 Monitoreo de variables en el proceso de compostaje

Durante el proceso de compostaje, se realizó el monitoreo del pH y la temperatura para cada cavidad con muestra en proceso de compostaje. En la tabla 36 se muestran los registros de los datos obtenidos en las mediciones de temperatura y pH de las muestras de bolsas y popotes sometidas al proceso de compostabilidad.

Facha	Mues	tra B1	Muest	ra B2	Muest	tra B3	Muest	ra B4	Muest	ra B5	Mues	tra P1	Muestr	a P4	Celulo	osa
геспа	Т	pН	Т	pН	Т	pН	Т	pН	Т	pН	Т	pН	Т	pН	Т	pН
23-feb-21	28.4	7.2	28.3	7.1	28.2	7.1	28.2	7	28.3	7.2	28.1	7.2	28.1	7.2	28.3	7.2
26-feb-21	27.2	7.1	27.3	7.2	27.3	7.2	27.1	7.4	27.5	7.2	27.5	7.2	27.5	7.2	27.1	7
05-mar-21	26.5	7.3	26.7	7.3	26.7	7.3	26.2	7.3	26.5	7.2	26.4	7.3	26.6	7.1	26.3	7.1
12-mar-21	25.8	7	25.2	7	25.2	7.5	25.7	7.2	25.7	7.3	25.4	7.4	25.8	7.4	25.1	7.2
19-mar-21	27.5	6.8	27.6	6.9	27.6	7.5	27.5	7.1	26.9	7.4	27.6	7	27.2	7.2	27.8	7.3
26-mar-21	28.5	7	28.4	6.7	28.3	7.3	28.6	7.1	27.9	6.8	28.5	7.1	28.6	6.8	27.9	7.3
02-abr-21	29.5	7.1	29.5	7.2	29.1	7.4	29.2	7.2	29.6	6.9	29.7	7.3	30.1	7.4	29	7.3
09-abr-21	29.2	7.2	29.2	7.1	29.2	7.3	29.7	7.2	30.1	6.7	29.2	7.2	30	7.5	29.4	7.1
16-abr-21	29.2	7.2	29.2	7.2	29.2	7.1	29.3	7	31.2	6.9	29.4	6.8	29.8	7.4	28.7	6.9
23-abr-21	28.4	7.3	28.5	7.2	28.6	6.8	28.8	7.3	27.9	7.4	28.2	7.2	28.6	7.2	27.9	7.4
30-abr-21	27.5	7.1	27.5	7.3	27.7	7.1	27.1	7.2	27.6	7.1	27.7	6.7	27.4	7	27.8	7.5
07-may-21	27.6	7.2	27.4	7.4	27.8	7.2	27.4	6.9	27.4	7.3	28	6.7	27.5	7.3	27.1	6.8
14-may-21	25.3	7.1	25.1	7.4	25.4	7.3	25.2	7.4	26.3	6.8	24.8	7.2	24.9	7.4	26.4	6.8
22-may-21	25.4	7.2	25.1	7.3	25.8	7.4	25.1	7.2	25.7	6.8	24.5	7.2	24.2	7.4	24.2	7.4
23-may-21	25.2	7	25.2	7.2	25.2	7.4	25.2	7.2	25.5	7	25.8	7.1	25.5	7.6	26.1	6.8
Promedio	27.34	7.11	27.28	7.17	27.36	7.27	27.29	7.19	27.56	7.06	27.34	7.10	27.41	7.28	27.20	7.14
• T=	temperat	ura en °C	)													
● nH	= notenci	al de hidr	óaeno													

#### Tabla 35. Bitácora de registros de temperatura y pH de las muestras de popotes y bolsas sometidas a compostabilidad.

Con base a los resultados presentados en la tabla 32, se calculó el promedio de las variables de monitoreo en cada muestra en cuestión y se construyó un gráfico para poder observar el comportamiento de las variables en las muestras en compostaje.



Figura. 85. Promedios de temperaturas y pH de las muestras de bolsas y popotes en el proceso de compostaje.

En la figura 85, se observa el comportamiento de las variables de pH y temperatura para cada muestra sometida en el proceso de compostaje, en donde se aprecia que en la muestra B1 (catalogada como bolsa de PBAT) obtuvo promedio de temperatura de 27.34°C y un pH relativamente neutro de 7.11, por otra lado, para la muestra B2 (catalogada como bolsa de PLA) mantuvo un promedio de temperatura de 27.28°C y con pH de 7.17, para muestra B3 (catalogada como bolsa de polietileno y almidón) presentó una promedio de temperatura de 27.36°C y un pH de 7.27, en el caso de la bolsa B4 (catalogada como bolsa oxodegradable) tuvo un promedio de temperatura de 27.29°C y un pH de 7.19. Para el caso de la muestra B5(catalogada como bolsa de derivados de maíz), única muestra que presento un alto porcentaje de fragmentación, presentó una temperatura de 27.56°C y un pH de 7.06. Como se observa en la figura 86, los valores de las variables de temperatura y pH se asemejaron a los valores de la muestra de referencia (celulosa) con 27.20°C y un pH de 7.14. Finalmente, el caso de los especímenes de popotes, el popote P1 (catalogado como popote de almidón) presenta un promedio de temperatura de 27.34°C y un promedio de pH de 7.10, y para el popote P4 (catalogado como popote compostable) se obtuvo un promedio de temperatura de 27.41°C y un promedio de pH de 7.28. Las muestras B2, B3 y B4 presentaron un ligero aumento de pH en comparación con las muestras B1, B5, P1, P4 y el material de referencia (celulosa).



#### 4.3.3 Análisis estadístico

Figura. 86. Análisis de desviación estándar de la variable de temperatura para las muestras sometidas al proceso de compostaje.

En la figura 86 se muestra el análisis de desviación estándar de las temperaturas de las muestras sometidas al proceso de compostaje, en donde, se puede apreciar que las temperaturas de muestras B1, B3 y P1 están sobre el promedio aproximadamente de 27.35°C. Para el caso de las temperaturas de las muestras B2 y B4 están ligeramente por debajo del promedio de 27.35°C y la temperatura de la muestra P4 está tenuemente por arriba del promedio. En contraste, las temperaturas de las muestras B5 y la celulosa (material de referencia) se desviaron del promedio y de los límites, por ejemplo, la temperatura de la muestra B5 de 27.55°C se desvió del límite máximo que corresponde a 27.45°C, y la temperatura de 27.2°C correspondiente a la muestra de celulosa se desvió por debajo del límite mínimo de 27.25°C.

El aumento de temperatura que presentó la muestra B5 se atribuye la existencia de una etapa termofílica que principalmente es influenciada por el nivel de actividad microbiana que provocan cambios significativos en las propiedades químicas del material compostado lo que significa que el material empezó a compostar (Zakarya, Baya Khalib, & Ramz, 2018).

La disminución de la temperatura indica que las actividades microbianas comenzaron a disminuir debido a la baja cantidad de material orgánico disponible (Zakarya, Baya Khalib, & Ramz, 2018). Las muestras que presentaron los valores de temperatura más bajo fueron las bolsas B2 y B4, mismas que se comportaron durante 90 días.



Figura. 87. Análisis de desviación estándar de la variable de pH para las muestras sometidas al proceso de compostaje.

En la figura 87, se observa el análisis de desviación estándar de los valores de pH de las muestras sometidas al proceso de compostaje, en donde, únicamente la muestra B2 presentó un pH sobre el promedio y las muestras B1, B2, P1 y la muestra de celulosa se mantuvieron en valores dentro de los limites tanto mínimo como máximo. Para el caso de las muestras B3 y P4 estas presentaron un pH ligeramente fuera del límite máximo y el pH de la muestra B5 se desvió ligeramente fuera de límite mínimo, lo que se atribuye a un ligero comportamiento ácido.

El pH óptimo para un proceso de compostaje de polímeros debe existir entre un rango de 7-8 (Müller & Steinbüchel, 2002). En el caso de la muestra B5, que fue la que presentó el valor de pH más bajo se atribuye ese comportamiento debido a la formación de gas dióxido de carbono y ácido orgánico durante la descomposición de materia orgánica, lo que es un indicio de descomposición de materia orgánica dentro del medio; y que efectivamente se comprueba porque la muestra B5 se compostó (Zakarya, Baya Khalib, & Ramz, 2018).

# 4.3.4 Caracterización del compost

# 4.3.4.1 Observación visual

Después de cumplirse los 90 días en compostaje, se extrajeron las muestras de bolsas y popotes de las cavidades (incluyendo el compost) del sistema de compostaje. Las muestras fueron colocabas en una base de aluminio y se efectuó un análisis visual. En la tabla 45 se muestra los resultados del análisis visual.



Tabla 36. Análisis visual de muestras sometidas a compostaje (incluyendo el compost).



Se observó que la muestra B3, no presentó alguna fragmentación, o algún indicio de descomposición. El compost no presenta cambio alguno. No se observa cambio de pigmentación tan relevante.

Muestra Bolsa B3 Catalogada de origen: PE/almidón Dictaminada en AQE: PE/almidón



Se observó que la muestra B4, no presentó alguna fragmentación, o algún indicio de descomposición. El compost no presenta cambio alguno. No se observa cambio de pigmentación.

Muestra Bolsa B4 Catalogada de origen: oxodegradable Dictaminada en AQE: PE + aditivo



Se observó que la muestra B5 si se degradó en el proceso de compostaje. De forma visual no se aprecian fragmentos de tamaños importantes macroscópicos. El aspecto del compost es normal, no

presenta alteraciones, agentes y/o cambios de pigmentación, etc.

Muestra Bolsa B5 Catalogada de origen: derivados de maíz Dictaminada en AQE: PBAT/almidón



Muestra popote P1 Catalogada de origen: de almidón Dictaminada en AQE: PE/almidón

Se observó que la muestra P1, no presentó alguna fragmentación, o algún indicio de descomposición.

El compost no presenta cambio alguno. A primera instancia se observa que la muestra cambio de pigmentación.



Muestra popote P4 Catalogada de origen: compostable Dictaminada en AQE: PLA

Se observó que la muestra P4, no presentó alguna fragmentación, o algún indicio de descomposición. El compost no presenta cambio alguno. No se observa cambio de pigmentación.

*Nota:* El PLA es en gran parte resistente al ataque de microorganismos en el suelo o las aguas residuales en condiciones ambientales. El polímero debe hidrolizarse primero а temperaturas elevadas (> 58°C) para reducir el peso molecular antes de que pueda comenzar la biodegradación. Por lo tanto, el PLA no se degradará en un sistema de compostaje en condiciones ambientales (jardín típico) (Rudnik, 2008).



Se observó que la muestra de celulosa, tomada como de referencia para determinar si el compost estuviera en buenas condiciones, si se degrado en el proceso de compostaje. A simple vista no se precia fragmentos de tamaños importantes macroscópicos. El aspecto del compost es normal, no presenta alteraciones, agentes y/o cambios de pigmentación, etc.

Muestra de referencia

# 4.3.4.2 Análisis de desintegración física

Con respecto a los resultados obtenidos en el proceso de compostaje y del análisis visual, la muestras que se compostaron fueron la muestra B5 y la celulosa (material de referencia). Sin embargo, la norma (ASTM D6400-19, 2019) sugiere efectuar un análisis en donde, por medio de cribas con tamaño de malla de 2 mm, se pueda identificar si a aun existe presencia de material polimérico.

# 4.3.4.3 Muestra B5 (bolsa de derivados de maíz)

Se vació el compost de la muestra B5, y utilizando una criba con un tamaño de mall de 2 mm se tamizó el contenido. Se logró identificar la presencia de la bolsa B5 fragmentada, tal y como se observa en la figura 95, en donde, en los círculos rojos se señala los fragmentos de bolsa.



Figura. 88. Criba con un tamaño de malla de 2 mm, en donde en los círculos rojos se muestra los fragmentos de la bolsa B5.

Posteriormente, en un vidrio de Petri, se recolectaron los fragmentos de la bolsa con mucha precaución y lo resultados se pueden observar en la figura 96.



Figura. 89. Residuo recuperado del proceso de tamizado, malla 2 mm de la muestra de bolsa B5.

En la figura 97 se muestra el compost ya tamizado con un tamaño de aproximadamente de 2 mm. Este compost se resguardo para efectuar en un futuro más investigaciones.



Figura. 90. Tamaño de partícula de composta < 2 mm de la muestra B5.

# 4.3.4.4 Muestra de referencia (Celulosa)

De igual manera como se efectuó en la bolsa B5, se vació el compost de la muestra de referencia (celulosa), y utilizando una criba con un tamaño de mallada de 2 mm se tamizó el contenido. Para este material no se encontró evidencia de fragmentos suspendidos en el compost como se aprecia en la figura 98, lo que significa que el material se compostó totalmente durante los 90 días de compostaje.



Figura. 91. Criba con un tamaño de malla de 2 mm, en donde no se precia fragmentos del material de referencia (celulosa).

De igual manera, como se desarrolló en la muestra de bolsa B5, en la figura 99 se muestra el compost ya tamizado con un tamaño de aproximadamente de 2 mm. Este compost se resguardo para efectuar en un futuro más investigaciones.



Figura. 92. Tamaño de partícula de composta < 2 mm de la muestra de referencia (celulosa).

# 4.3.5 Estudio de los cambios de pesos previos y posteriores de las muestras sometidas al proceso de compostaje

Muestra	Tamaño	Peso Previo proceso de compostaje	Peso Después del proceso de compostaje	% compostado
Muestra Bolsa B1				
Catalogada de origen: PBAT	2x2 cm	0.015 g	0.013 g	> 10%
Dictaminada en AQE: PLA/PBAT y almidón				
Muestra Bolsa B2				
Catalogada de origen: PLA	2x2 cm	0.006 g	0.008 g	0
Dictaminada en AQE: PLA/PBAT				
Muestra Bolsa B3		0.004	0.005	0
Catalogada de origen: PE/almidon	1x1 cm	0.004 g	0.005 g	0
Dictaminada en AQE: PE/almidon				
Muestra Boisa B4		0.002 ~	0.001 ~	0
Catalogada de origen: oxodegradable	ZXZ CM	0.003 g	0.004 g	0
Dictaminada en AQE: PE + aditivo				
Muestra Boisa Bo	JvJ om	0.013 a	0.006 a	> 50%
Dictaminada en AOE: PBAT/almidón		0.015 g	0.000 g	> 30 %
Muestra popote P1				
Catalogada de origen: de almidón	1 cm de	0 073 a	0 046 a	> 30%
Dictaminada en AQE: PE/almidón	longitud	0.070 g	0.010 g	0070
Muestra popote P4	0.5			
Catalogada de origen: compostable	0.5 cm de	0.017 g	0.015 q	> 10%
Dictaminada en AQE: PLA	longitud	0	0	
Celulosa				
Muestra de referencia	2x2 cm	0.016 g	0.000 g	100%

Tabla 37 Tabla de cambios en	neso de muestras antes v	v desnués del l	nroceso de comn	ostaie
Tabla 31. Tabla ue callibius ell	peso de muestras ames	y ucspues uci	proceso de comp	usiaje.

En la tabla 46, se muestra el estudio de los cambios de peso antes y después de las muestras de bolsas, popotes y el material de referencia (celulosa) sometidas al proceso de compostaje, en donde se puede apreciar que las muestras B2, B3 y B4 no presentaron degradación en compostaje, debido a que no se disminuyó el peso, al contrario se observa un aumento de peso lo que se asocia a que es posible que cierta cantidad de composta se haya incrustado en el material, lo que alude a que es factible que a lo largo del tiempo la composta incrustada empiece a degradar las muestras.

En el caso de la bolsa B1 y el popote P4 presentaron un 10% de compostabilidad. Para el popote P1, este presentó un 30% de compostabilidad, el cual se asocia a la posibilidad de que el almidón presente en la muestra se haya degradado.

Finalmente, las muestras que si presentaron un importante porcentaje de compostabilidad fueron las muestras B5 y el material de referencia (celulosa), en donde, para la bolsa B5 tuvo un peso antes de compostar de 0.013 g y después del proceso de compostaje presentó un peso de 0.006 g, esto significa que la muestra se compostó un 50% aproximadamente.

En el caso del material de referencia (celulosa), este compostó en su totalidad debido a que al inicio del proceso de compostaje presentó un peso de 0.016 g y al finalizar el proceso de compostaje no se encontró ningún fragmento o partícula del material por lo que el peso fue de 0g.
#### 4.3.6 Análisis morfológico después del proceso de compostaje

#### 4.3.6.1 <u>Muestra B1 (catalogada como bolsa de PBAT)</u>



Figura. 93. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B1 después de 90 días en compostaje: a) aumento a X1000 y b) aumento a X5000.

En la figura 88 se exhiben las micrografías obtenidas de la muestra B1(bolsa catalogada como PBAT) después de ser sometidas al proceso de compostaje, el cual, duró 90 días. En aumentos de X5000, no se observa algún indicio de que la muestra se haya fragmentado o algún indicio de degradación enzimática.

Se observan claramente los aumentos de X5000 y de X1000 partículas en formas de cubos y prismas rectangulares (protuberancias); estas partículas distribuidas al alrededor de la superficie se asocian a la presencia de aditivos y extractos de composta impregnado en material.

En el análisis elemental por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) se identificó que la muestra B1 contiene varios elementos, como, por ejemplo, carbono con un 71.75% y oxigeno con un 23.26%. La presencia de carbono en la muestra alude a que es el principal elemento de la cadena polimérica de la muestra y el oxígeno se atribuye su presencia a ser el ion presento en los aditivos químicos.

Por otra parte, se identificó la presencia en % de fracción de masa de ciertos elementos químicos, tales como: sodio con 0.12%, magnesio con 0.158, aluminio con 0.611%, silicio con 1.63%, fosforo con 0.24%, potasio con 0.29%, calcio con 2.02 y hierro con 0.36%. La presencia de estos elementos se atribuye que la muestra B1 contiene adictivos y/o compuestos

químicos (Moulay, 2013), también se asocia su presencia de los elementos gracias a las partículas de compost impregnada en la superficie de la muestra B1. En la tabla 38 se los resultados obtenidos por la espectrometría de discriminación de energías dispersiva de rayos X (EDX) de los porcentajes de fracciones de masa de los elementos químicos encontrados en la muestra B1.

Tabla 38. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría dediscriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B1 después de sercompostada 90 días.

Elemento	Promedio				
Carbono	71.75833333				
Oxigeno	23.26833333				
Sodio	0.12				
Magnesio	0.158				
Aluminio	0.611666667				
Silicio	1.633333333				
Fosforo	0.24				
Potasio	0.29				
Calcio	2.02				
Hierro	0.366666667				

4.3.6.2 Muestra B2 (catalogada como bolsa de PLA)



Figura. 94. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B2 después de 90 día en compostaje: a) aumento a X1000 y b) aumento a X5000.

En la figura 89 se muestra las micrografías obtenidas de la muestra B2 posteriormente del proceso de compostaje, el cual, duró 90 días. En primera instancia no se aprecia ninguna fragmentación en la superficie de la muestra, sin embargo, en comparación con las micrografías antes de compostar, no se aprecia las vetas características de la superficie de la muestra. Por otro lado, se observa regiones con protuberancias lo que hace alusión a que es posible cierta cantidad de composta se haya impregnado en la superficie del material.

Por otro lado, se efectuó análisis elemental por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) para la muestra B2, en donde, como se puede identificar en la tabla 39, los principales elementos presentes en la muestra son el carbono con un 68.93%, el oxígeno con un 24.09%, La presencia de carbono en la muestra alude a que es el principal elemento de la cadena polimérica de la muestra y el oxígeno se atribuye su presencia a ser el ion presento en los aditivos químicos. También en el análisis elemental se identificaron algunos elementos (% de fracción de masa), tales como: sodio con 0.175%, magnesio con 0.55%, aluminio con 0.594%, fosforo con 0.08%, azufre con 0.35%, potasio con 0.3625%, hierro con 0.38% y en el caso del silicio, y calcio estos fueron lo que más % de fracción de masa presentaron con un 3.11% y 2.23% respectivamente. Se asume que la presencia de estos elementos se asocia a que cierto porcentaje de masa del compost se impregnó en la superficie de la muestra B2.

Tabla 39. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B2 después de ser compostada 90 días.

Elemento	Promedio
Carbono	68.93
Oxigeno	24.0933333
Sodio	0.175
Magnesio	0.54666667
Aluminio	0.594
Silicio	3.11166667
Fosforo	0.08
Azufre	0.35
Potasio	0.3625
Calcio	2.235
Hierro	0.38666667

#### 4.3.6.3 Muestra B3 (catalogada como bolsa de polietileno-almidón)



Figura. 95. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B3 después de 90 día en compostaje: a) aumento a X1000 y b) aumento a X5000.

En la figura 90 se muestran las micrografías obtenidas de la muestra de bolsa B3 después de estar 90 días en compostaje. En primera instancia no se observa en los aumentos, tanto en X1000 como en X5000, indicios de fragmentación por descomposición. En aumentos X1000 se visualizar claramente protuberancias que hacen alusión que hacen alusión a la presencia de partículas con una morfología cubica con bordes circulares. Estas partículas se atribuyen a que la muestra B3 presenta aditivos o alguno otro compuesto químico.

Por otra parte, también se puede observar escamas las cuales se atribuyen a fragmentos de compost impregnado en la superficie del material.

En la tabla 40 se muestran los resultados del análisis elemental por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX), en donde para el espécimen B3 de identificó un 74.58% de fracción de masa de carbono y 19.34% de fracción de masa de oxígeno. En el caso del carbono su presencia se debe a que es el elemento transcendental de la estructura polimérica de la muestra, y la presencia de oxígeno se asocia a que el elemento presente en las estructuras químicas de los aditivos químicos. La presencia de aditivos químicos (Flury & Papritz, 1993) en la muestra se atribuye principalmente a las partículas visualizadas en las micrografías, que gracias al análisis en (EDX) se identificaron una serie de elementos químicos (% de fracción de masa) ligados directamente los mismo: 0.368% de sodio, 0.218% de magnesio, 0.7816 % de aluminio 2.34% de silicio, 0.206% de fosforo, 0.15% de azufre, 0.348% de potasio, 2.06% de calcio y 0.55% de hierro.

# Tabla 40. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B4 después de ser compostada 90 días.

Elemento	Promedio
Carbono	74.56833333
Oxigeno	19.34166667
Sodio	0.14
Magnesio	0.218
Aluminio	0.781666667
Silicio	2.341666667
Fosforo	0.206666667
Azufre	0.15
Potasio	0.348
Calcio	2.063333333
Hierro	0.55

4.3.6.4 <u>Muestra B4 (catalogada como bolsa oxodegradable)</u>



Figura. 96. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B4 después de 90 día en compostaje: a) aumento a X1000 y b) aumento a X5000.

En la figura 91 se exhiben las micrografías obtenidas de la muestra B4 después de haberla sometido al proceso de compostaje, el cual, duró 90 días. En aumentos de X5000, no se observa algún indicio de que la muestra se haya fragmentado, o en su defecto, que se presente algún cambio morfológico que haga énfasis en descomposición. Además, tanto en los aumentos de X5000 y de X1000 se observa zonas con protuberancias lo que hace alusión a que es posible cierta cantidad de composta se haya impregnado en la superficie del material. En el análisis elemental, como se muestra en la tabla 41, se encontró que la muestra B4 presentó varios elementos, como, por ejemplo, carbono con un 71.08% y oxigeno con un 22.19%, los cuales, en el caso del carbono es el elemento químico que da lugar a la formación de la estructura del polímero en cuestión y el oxígeno está presente en los probables aditivos químicos presentes en la muestra.

En contraste, también se identificó la presencia (% de fracción de masa) de ciertos elementos químicos, tales como: sodio con 0.09%, magnesio con 0.19, aluminio con 0.60%, silicio con 2.195%, fosforo con 0.18%, azufre con 0.1%, potasio con 0.26%, calcio con 3.19%, titanio con 0.23% y hierro con 0.31%. La presencia de estos elementos se asocia que la muestra B4 tiene adictivos y/o agentes pro-oxidantes (Moulay, 2013), mismos que se pudieron identificar en la fase del proyecto del análisis químico estructural (AQE), además, la presencia de metales hace

énfasis de que cierta cantidad de compost se haya impregnado en la superficie de la muestra B4.

# Tabla 41. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra B4 después de ser compostada 90 días.

Elemento	Promedio
Carbono	71.08
Oxigeno	22.19166667
Sodio	0.09
Magnesio	0.19
Aluminio	0.601666667
Silicio	2.195
Fosforo	0.18
Azufre	0.1
Potasio	0.26
Calcio	3.198333333
Titanio	0.2325
Hierro	0.31

4.3.6.5 Muestra B5 (catalogada como bolsa de derivados de maíz)



Figura. 97. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra B5 después de 90 día en compostaje: a) aumento a X1000 y b) aumento a X5000.

En la figura 92 se exhiben las micrografías obtenidas de los fragmentos resultantes de la muestra B5(bolsa catalogada como PBAT) después de ser sometidas al proceso de compostaje, el cual, duró 90 días. En aumentos de X5000, se visualiza detalladamente fracturas y/o fisuras muy pronunciadas las cuales indican que el material se encuentra en una fase de degradación, además, también como se observa en la micrografía en X5000 aumentos, se aprecian partículas en forma de cuasi- esferas y escamas. Dichas partículas se asocian a la presencia de aditivos y a fragmentos de partículas de composta impregnadas en la superficie de la muestra.

En la tabla 41 se muestran los resultados obtenidos por el análisis elemental por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX), en donde se identificó que la muestra B5 contiene varios elementos, como, por ejemplo, carbono con un 74.56% de fracción de masa y oxigeno con un 19.34% de fracción de masa. El carbono en la muestra tiene un papel fundamental debido a que es el principal elemento de la estructura química del polímero, y en caso de presencia de oxígeno se asocia a que está presente en las estructuras químicas de los aditivos químicos (Moulay, 2013).

Por otra parte, se identificó la presencia en % de fracción de masa de ciertos elementos químicos, tales como: sodio con 0.14%, magnesio con 0.218%, aluminio con 0.781%, silicio

con 2.34%, fosforo con 0.206%, potasio con 0.348%, calcio con 2.06 y hierro con 0.55%. La presencia de estos elementos se atribuye que la muestra B5 contiene adictivos y/o compuestos químicos (Moulay, 2013), y también partículas de compost impregnada en la superficie de la muestra B5. En la tabla 41 se los resultados obtenidos por la espectrometría de discriminación de energías dispersiva de rayos X (EDX) de los porcentajes de fracciones de masa de los elementos químicos encontrados en la muestra B5.

# Tabla 42. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra P1 después de ser compostada 90 días.

_				
Elemento	Promedio			
Carbono	74.56833333			
Oxigeno	19.34166667			
Sodio	0.14			
Magnesio	0.218			
Aluminio	0.781666667			
Silicio	2.341666667			
Fosforo	0.206666667			
Azufre	0.15			
Potasio	0.348			
Calcio	2.063333333			
Hierro	0.55			

4.3.6.6 Muestra P1 (Catalogado como popote de almidón)



Figura. 98. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra P1 después de 90 día en compostaje: a) aumento a X1000 y b) aumento a X5000.

En la figura 93 se muestran las micrografías obtenidas de la muestra de popote P1 después de estar 90 días en compostaje. En aumentos X5000 se visualizar claramente la superficie del popote, la cual es rugosa con vetas, además, como también se puede apreciar en los aumentos de X1000 protuberancias muy marcadas y evidentes, las cuales se atribuyen a fragmentos de compost impregnado en la superficie del popote.

En la tabla 41 se muestran los resultados del análisis elemental, en donde para el espécimen P1 de identificó un 67.715% de carbono y 22.47%. El carbono en la muestra representa el principal elemento de la estructura química del polímero, y en caso de la presencia de oxígeno se asocia a que está presente en las estructuras químicas de los aditivos químicos (Moulay, 2013).

Por otro lado, también se identificó la presencia en la muestra P1 de 0.368% de sodio, 0.433% de magnesio, 0.87 de aluminio, 3.83% de silicio, 0.556% de fosforo, 0.096% de azufre, 0.155% de cloro, 1.88 de potasio, 1.6825% de calcio, 0.45 de hierro y un 2.84% de bromo. La presencia de sodio, magnesio, aluminio, silicio, fósforo, azufre, potasio, calcio y hierro se asocia a partículas impregnadas de compost en la superficie del material, sin embargo, la presencia de cloro y bromo según (Flury & Papritz, 1993) se asocia directamente al compost y al riego de agua que fue suministrado al compost. El bromo tiene una baja toxicidad aguda y crónica para los mamíferos y los organismos acuáticos.

Tabla 43. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de
discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra P1 después de ser
compostada 90 días

Elemento	Promedio
Carbono	67.715
Oxigeno	22.47
Sodio	0.368
Magnesio	0.4333333333
Aluminio	0.871666667
Silicio	3.838333333
Fosforo	0.556
Azufre	0.096666667
Cloro	0.155
Potasio	1.8883333333
Calcio	1.6825
Hierro	0.48
Bromo	2.84

#### 4.3.6.7 <u>Muestra P4 (catalogado como popote compostable)</u>



Figura. 99. Micrografías obtenidas por MBE de la muestra P4 después de 90 día en compostaje: a) aumento a X1000 y b) aumento a X5000.

En la figura 94 se muestran las micrografías obtenidas de la muestra de popote P4 después de estar 90 días en compostaje. En aumentos X1000 se logra observar la presencia de

partículas muy definidas en forma de primas rectangulares, que a igual a los aumentos de X5000 se aprecia con más detalle dichas partículas. Las partículas vistas se atribuyen a la posibilidad de que la muestra de popote contiene aditivos y fragmentos de compost impregnado en la superficie del mismo.

En la tabla 41 se muestran los resultados del análisis elemental por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX), en donde para la muestra P4 de identificó un 82.013% de fracción de masa de carbono y 14.72% de fracción de masa de oxígeno. En el caso del carbono su presencia se debe a que es el elemento más importante la estructura polimérica de la muestra, y la presencia de oxígeno El carbono en la muestra tiene un papel fundamental debido a que es el principal elemento de la estructura química del polímero, y el oxígeno se asocia a que está presente en las estructuras químicas de los aditivos químicos (Flury & Papritz, 1993).

Por otra parte, se identificó la presencia en % de fracción de masa de ciertos elementos químicos, tales como: aluminio con 0.57%, silicio con 2.176%, potasio con 0.305% y calcio con 0.31%. La presencia de estos elementos se asocia que la muestra B5 contiene adictivos y/o compuestos químicos (Moulay, 2013), y también partículas de compost impregnada en la superficie de la muestra 91. En la tabla 44 se los resultados obtenidos por la espectrometría de discriminación de energías dispersiva de rayos X (EDX) de los porcentajes de fracciones de masa de los elementos químicos encontrados en la muestra P4.

## Tabla 44. Composición química general en fracción de masa % obtenido por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) de la muestra P4 después de ser

Elemento	Promedio			
Carbono	82.01333333			
Oxigeno	14.72666667			
Aluminio	0.57			
Silicio	2.176666667			
Potasio	0.305			
Calcio	0.31			

compostada 90 días.

#### 4.3.7 <u>Prueba de germinación de semillas para la evaluación de la toxicidad del</u> <u>compost</u>

El día 1 de mayo de 2021, se efectuó la prueba de germinación de semilla para evaluar la toxicidad al compostar las muestras de bolsas y popotes en base al crecimiento de semillas.

### Tabla 45. Resultados de la prueba de germinación de semilla para la evaluación de la toxicidaddel sustrato.

	PRUF	BA DE GERMIN	ACIÓN	
Muestra	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Datos del germen
<ul> <li>Muestra Bolsa B1</li> <li>Catalogada de origen: PBAT</li> <li>Dictaminada en AQE: PLA/PBAT y almidón</li> </ul>				<ul> <li>Fecha de brote: 11/mayo/2021</li> <li>Duración: 11 días Solamente germinó la semilla sin muestra.</li> </ul>
<ul> <li>Muestra Bolsa B2</li> <li>Catalogada de origen: PLA</li> <li>Dictaminada en AQE: PLA/PBAT</li> </ul>				<ul> <li>Fecha de brote: 13/mayo/2021</li> <li>Duración: 13 días Brotó el germen en los 3 ensayos, pero lentamente.</li> </ul>
<ul> <li>Muestra Bolsa B3</li> <li>Catalogada de origen: PE/almidón</li> <li>Dictaminada en AQE: PE/almidón</li> </ul>				<ul> <li>Fecha de brote: 11/mayo/2021</li> <li>Duración: 11 días Solamente germinó la semilla sin muestra.</li> </ul>
<ul> <li>Muestra Bolsa B4</li> <li>Catalogada de origen: oxodegradable</li> <li>Dictaminada en AQE: PE + aditivo</li> </ul>				<ul> <li>Fecha de brote: 11/mayo/2021</li> <li>Duración: 11 días Solamente germinó la semilla sin muestra.</li> </ul>
<ul> <li>Muestra Bolsa B5</li> <li>Catalogada de origen: derivados de maíz</li> <li>Dictaminada en AQE: PBAT/almidón</li> </ul>				<ul> <li>Fecha de brote: 11/mayo/2021</li> <li>Duración: 11 días Brotó el germen en los 3 ensayos, sin embargo, en el ensayo 3 germino más lento.</li> </ul>
<ul> <li>Muestra popote P1</li> <li>Catalogada de origen: de almidón</li> <li>Dictaminada en AQE: PE/almidón</li> </ul>	E/-			<ul> <li>Fecha de brote: 11/mayo/2021</li> <li>Duración: 11 días No brotó el germen en el ensayo de la semilla envuelta en muestra.</li> </ul>



• Ensayo 3: cavidad con semillas debajo de muestra.

En la tabla 47 se exponen los resultados de la prueba de germinación, en donde, para el ensayo 1 (cavidad con semillas sin muestra) se observó que las semillas si germinaron en todas las muestras.

Para el ensayo 2 (cavidad con semillas envueltas) se observó que las semillas que si germinaron fueron las de las cavidades de las muestras B2, B5 y el material de referencia (celulosa); en el caso de las muestras B2 y P4 solamente germinó una semilla, pero más lentamente en comparación con el germinado de las cavidades de las muestras de celulosa y B5. En contrate las muestras en donde no germinaron las semillas para el ensayo 2 fueron las muestras B1, B3, B4 y P1.

Finalmente, en el ensayo 3 (cavidad con semillas debajo de muestra) se observó que las semillas que si germinaron fueron las de las cavidades de las muestras B2, B5, P1, P4 y el material de referencia (celulosa); en el caso de las muestras B2 solamente germinó una semilla, pero más lentamente en comparación con las demás muestras. A diferencia de las muestras B1, B3 y B4 que no germinaron las semillas en el ensayo 3.

#### 4.4 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

#### 4.4.1 Resultados de la caracterización de polímeros biodegradables de alto grado de pureza tomados como de referencia (PLA grado industrial (PLA-GI)), (PLA grado reactivo (PLA-GR)) y (PBAT)

Debido a que las muestras B1(catalogada como bolsa de PBAT) y B2(catalogada como bolsa de PLA) no se compostaron en la misma proporción en comparación con la muestra B5(catalogada como bolsa de derivados de maíz) y a pesar de que dichas muestras se identificaron como potencialmente biodegradables en el análisis químico estructural (AQE), se empleó el uso de la técnica de caracterización de calorimetría diferencia de barrido (DSC) para estudiar las posibles diferencias entre ellas que pudieran generar un retardo en el proceso de compostabilidad. Esta técnica se utilizó para poder identificar una serie de propiedades térmicas características de muestras de polímeros obteniendo las temperaturas de fusión (T<sub>m</sub>) y cristalización (T<sub>c</sub>), así como temperaturas de transición vítrea (T<sub>g</sub>) para cada muestra, así mismo, se caracterizaron las muestras de polímeros de referencia. En la figura 100 se muestran las curvas de DSC de los polímeros biodegradables de alto grado de pureza tomados como de referencia.



Figura. 100. Termogramas DSC obtenidos de las muestras de los polímeros biodegradables de alto grado de pureza tomados como de referencia: poli (Butilén Adipato-co-Tereftalato) (PBAT), ácido poliláctico grado reactivo (PLA-GR) y ácido poliláctico grado industrial (PLA-GI).

Para el caso del poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT) se presentó únicamente una temperatura de fusión (T<sub>m</sub>) en 120°C. En el caso del ácido poliláctico (PLA), se sometieron a análisis dos tipos de PLA, respecto a la naturaleza de su procesamiento: ácido poliláctico grado reactivo (PLA-GR) el cual es amorfo y ácido poliláctico grado industrial (PLA-GI) que debido a su procesamiento industrial es semicristalino

Para el (PLA-GR), la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) y la temperatura de fusión ( $T_m$ ) fueron de 68°C y 152°C, respectivamente, como se observa en la figura 107. El PLA (PLA-GI) presentó una temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) de 66°C y una temperatura de fusión ( $T_m$ ) de 154°C. Como se observa en la figura 100, el (PLA-GR), que corresponde a un polímero amorfo debido a que presentó un pico descendente situado entre la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) y la temperatura del punto de fusión ( $T_m$ ) el cual se asocia a una temperatura de cristalización ( $T_c$ ) (Fang & Hanna, 1999).



#### 4.4.2 Muestra B1 (bolsa catalogada como PBAT)

Figura. 101. Termogramas DSC de la muestra B1 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia biodegradables: a) grafico general y b) ampliación en la región de 110°C a 120°C.

En la figura 101 se muestra el termograma DSC correspondiente a la muestra B1 en comparación con los termogramas del poli (butilén adipato-co-tereftalato) (PBAT), el ácido poliláctico grado reactivo (PLA-GR) y el ácido poliláctico grado industrial (PLA-GI). Esta muestra presentó a 53 °C una temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ), la cual tiene una correlación con la temperatura de transición vítrea con el PLA-GI, esta misma muestra también presentó una temperatura de fusión ( $T_m$ ) de 163 °C y una temperatura de cristalización ( $T_c$ ) de 77 °C relacionada con el PLA-GI. Por otro lado, en la ampliación del termograma en la región de 110 °C a 120 °C, se observó claramente un pico exotérmico atribuido a la temperatura de fusión ( $T_m$ ) del PBAT de 120 °C. En esa misma región, se alcanza a observar un pico exotérmico en 111 °C el cual se atribuye a la presencia de otro material en la muestra, se sugiere que es posible que se asocie a un aditivo y/o pigmento. Con base a los resultados arrojados para la muestra B1, esta muestra corresponde a mezcla de PLA y PBAT, en donde, por el tamaño de los picos de la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) y temperatura de fusión ( $T_m$ ) tan pequeños (asociadas al PLA), la muestra contiene menor concentración de PLA en relación con el PBAT.



#### 4.4.3 Muestra B2 (bolsa catalogada como PLA)

Figura. 102. Termogramas DSC de la muestra B2 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia biodegradables.

En la figura 102 se observa el termograma DSC del espécimen B2 en comparación con los termogramas del poli (Butilén Adipato-co-Tereftalato) (PBAT), ácido poliláctico grado reactivo (PLA-GR) y ácido poliláctico grado industrial (PLA-GI). En este espécimen se observa una temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) de 63°C, una temperatura de fusión ( $T_m$ ) de 147°C y una temperatura de cristalización ( $T_c$ ) de 86°C, dichas temperaturas se asocian al PLA-GR. Por otro lado, en el termograma también se observó la temperatura de fusión ( $T_m$ ) de 118°C, la cual se asocia al PBAT. Con base a los resultados obtenidos para la muestra B2, esta muestra es una mezcla de PLA y PBAT, en donde, debido al tamaño de los picos de la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) y temperatura de fusión ( $T_m$ ) muy evidentes y pronunciados (asociadas al PLA), la muestra contiene mayor concentración de PLA en relación con el PBAT.



#### 4.4.4 Muestra B5 (bolsa de fécula de maíz)

Figura. 103. Termogramas DSC de la muestra B5 en comparación con polímeros de alto grado de pureza tomados como de referencia biodegradables: a) grafico general y b) ampliación en la región de 110°C a 130°C.

En la figura 113 se muestra el termograma DSC del espécimen B5 en comparación con los termogramas del poli (butilén Adipato-co-tereftalato) (PBAT), ácido poliláctico grado reactivo (PLA-GR) y ácido poliláctico grado industrial (PLA-GI). Para esta muestra, se observó una

temperatura de fusión (T<sub>m</sub>) de 120 °C la cual se logra ver en la ampliación en la región de 110 °C a 130 °C, y que se asocia directamente a la temperatura de fusión del (T<sub>m</sub>) PBAT. Por otro lado, existe una protuberancia exotérmica en el rango de 60 °C a 80 °C, la cual hace alusión a que es posible que el material contenga almidón. Cabe señar, que la presencia de almidón en la muestra B5 se sustenta con los resultados emanados en el análisis químico estructural (AQE) y con base a los estudios de (Nur Can & Ozkoc, 2017) y (Ratnayake, Otani, & Jackson, 2009), en donde los autores identificaron diferentes parámetros de transición DSC de almidones tratados con solventes en rango de temperaturas de 65 °C a 80 °C. Con base a los resultados arrojados para la muestra B5, esta muestra tiene una fuerte relación con el termograma DSC del PBAT.

#### 4.4.5 Tabla de temperaturas, (Tg), (Tc) y (Tm) de muestras de bolsas

En la tabla 48 se presenta la tabulación de los resultados obtenidos en la caracterización por calorimetría diferencial de barrido (DSC) de las muestras de bolsas B1, B2 y B5, en comparación con los resultados de los polímeros biodegradables de alto grado de pureza tomados de referencia, en donde, se indican las temperaturas de Tg, Tc, Tm (para el caso de las muestras de PLA se acuñó el color azul, para el PBAT el color verde) y el porcentaje de compostabilidad de cada muestra.

## Tabla 46. Tabla correlación de indexación de temperaturas termodinámicas picos de muestras de bolsas (más interesantes) en comparación con picos de: poli (Butilén Adipato-co-Tereftalato) (PBAT), ácido poliláctico grado reactivo (PLA-GR) y ácido poliláctico grado industrial (PLA-GI) y el % de compostabilidad.

Muestra	$T_{g}$	Tc	T <sub>m</sub> (PBAT)	T <sub>m</sub> (PLA)	% Compostabilidad
PLA-GR	68°C	115°C		152°C	N/A
PLA-GI	66°C			154°C	N/A
PBAT			120°C		N/A
B1	53°C	77°C	120°C	163°C	10 %
B2	63°C	86°C	118°C	147°C	0%
B5			120°C		50%

En la figura 104 se muestra un comparativo de las curvas características obtenidas para las muestras B1, B2 y B5, en donde se observa que la muestra B5 presenta una curva característica similar al material de alta pureza de PBAT, por otro lado, las muestras B1 y B2 presentan curvas similares a las de los polímeros PLA y PBAT de alto grado de pureza de

donde es posible determinar cualitativamente y de forma nominal tomando como base la altura de los picos correspondientes a T<sub>g</sub> y T<sub>m</sub> que el porcentaje de PLA contenido en la muestra B1 es menor con respecto a la muestra B2, en la cual se observan picos más prominentes a estas temperaturas, estos resultados se relacionan con los tiempos de compostabilidad que presenta cada muestra, B1 con un 10% de avance en el proceso de compostabilidad, B2 con un 0% de avance y la muestra B5 que no contiene PLA con un 50% de avance, por lo que, se demuestra que las mezclas PLA/PBAT retardan el proceso de compostabilidad, influyendo de forma significativa el porcentaje de PLA contenido en las muestras. A partir de los resultados obtenidos, se encontró que las muestras B1 y B2 corresponden a una mezcla de PLA-PBAT, en donde, en base a la altura de los picos correspondientes a T<sub>g</sub> y T<sub>m</sub> es posible determinar cualitativamente y de forma nominal el porcentaje de PLA contenido encontrando que en la muestra B1 es menor con respecto a la muestra B2, en la cual se presentaron picos más prominentes a estas temperaturas, estos resultados se relacionan con los tiempos de compostabilidad observados para cada muestra, B1 con un 10% de avance en el proceso de compostabilidad, B2 con un 0% de avance y B5 con un 50% de avance, por lo que, se demuestra que las mezclas PLA/PBAT retardan el proceso de compostabilidad, influyendo de forma significativa el porcentaje de PLA contenido en las muestras.

También en la figura 104, se logra visualizar que las muestras B1 y B2 presentaron picos exotérmicos diferentes a los polímeros biodegradables de referencia, lo cual hace alusión, que es factible que la muestra contenga un aditivo u otro compuesto químico.

Se deduce que las muestras B1 y B2 no se compostaron en el tiempo estipulado de 90 días ya que, en base a la bibliografía, las mezclas PLA/PBAT retardan el proceso de degradación (Weng, Jin, & Meng, 2013).

Por otro lado, la muestra B5 obtuvo una evidente y contundente correlación con el PBAT y con la presencia de posible almidón tratado con algún medio tecnológico.



Figura. 104. Comparación de termogramas DSC de las muestras B1, B2 y B5 y porcentaje de compostabilidad para cada muestra.

#### **CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES**

En este trabajo se caracterizaron fisicoquímicamente 7 muestras de bolsas y 4 muestras de popotes catalogados por el fabricante como biodegradables/compostables y oxodegradables de un solo uso, además se evaluó la biodegradabilidad de los mismos a través de un sistema de compostaje casero, de donde se presentan las siguientes conclusiones generales:

- Se encontró que mediante el uso de las técnicas espectroscópicas de infrarrojo por transformada de Fourier (FT-IR) y micro-Raman y el uso de materiales de alta pureza (usados como referencia) de Polietileno, Almidón, PLA y PBAT, es posible la identificación de los polímeros potencialmente biodegradables y no biodegradables en muestras de productos poliméricos de un solo uso, en donde se encontró que la bolsa B7 y los popotes P1, P2 y P3 no cumplieron con la especificación, establecida por el fabricante mediante la leyenda "biodegradable y/o compostable", ya que se identificó al polietileno (B7, P1 y P3) y/o polipropileno (P2) como principales polímeros de fabricación de estas muestras. Respecto a las muestras de bolsas B1, B2, B3, B4, B5, B6 y P2 se identificó como principales polímeros de fabricación al PLA, PBAT y almidón, los cuales se consideran en la literatura como polímeros potencialmente biodegradables.
- En la evaluación de la biodegradación, se encontró que el producto polimérico (bolsa B5) constituido por los polímeros PBAT/almidón, presentó el mayor grado de biodegradación en el sistema de compostaje casero, con aproximadamente un 50 %, determinado por desintegración física (tamizaje y pérdida de peso) en concordancia con lo establecido en las Normas Internacionales.
- A su vez, en el estudio de biodegradación por compostaje casero, se identificó que los productos fabricados con la mezcla PLA/PBAT, presentan menores porcentajes de biodegradación en sistemas de compostaje casero, en comparación de la mezcla PBAT/almidón (50%). La muestra P1 registro un 30% de compostabilidad, las muestras B1 y P4 alcanzaron solamente un 10% de compostabilidad, mientras que las muestras B2, B3 y B4 no presentaron ningún avance en el proceso. Por lo tanto, se concluye que la presencia de PLA en estos productos provoca un retardo muy claro en el proceso de biodegradación de los productos en sistemas de compostaje en casa o incluso, como en algunos casos que no se observe biodegradación alguna, dependiendo el contenido de PLA en el producto.

- En este sentido, se encontró que mediante la técnica de calorimetría diferencial de barrido (DSC), es posible determinar cualitativamente y de forma nominal, una posible correlación entre la altura de los picos correspondientes a Tg y Tm, el contenido de PLA en la mezcla y su biodegradación en el sistema de compostaje casero. En la muestra B1 se observan picos, correspondientes a Tg y Tm, de menor altura con respecto a la muestra B2, en la cual se observaron picos más prominentes a estas temperaturas, lo cual está correlacionado al mayor contenido de PLA en la muestra B2. A su vez, estos resultados se relacionan con los tiempos de compostabilidad observados para cada muestra, donde la muestra con menor contenido de PLA (muestra B1) presentó un 10% de avance en el proceso de compostabilidad, y la muestra con mayor contenido de PLA (muestra B2) presentó un 0% de avance de biodegradación, recordando que la muestra sin presencia de PLA (muestras B5) presentó con un 50% de biodegradación en tres meses. Por lo que, se demuestra que la presencia de PLA, así como el porcentaje de PLA en las muestras, tiene una influencia significativa en la velocidad de biodegradación, retardando el proceso o incluso inhibiéndola descomposición.
- Se encontró que PLA no se composta en condiciones de compostaje casero, debido a que requiere condiciones experimentales diferentes que solo los ofrece un compostaje industrial con temperaturas de 60°C o más, estos resultados coinciden con los resultados presentados en la bibliografía revisada.
- A partir de la prueba de germinación de semilla los resultados indican que las muestras catalogadas como biodegradables/compostables no alteran de forma significativa el proceso de germinación, sin embargo, es necesario la aplicación de métodos de estandarización que apoyen en la identificación de aquellos factores principales que influyen en este proceso.
- Mediante la técnica de microscopía de barrido con electrones (MBE) se observaron los cambios morfológicos de las muestras antes y después del proceso de compostaje, encontrando para las muestras B1, B2, B5, P1 y P4 fabricadas de polímeros biodegradables y/o almidón incrustación del material de composta en la matriz del material, contrario a las muestras B3 y B4 fabricadas con polietileno y/o polipropileno, en donde, solo se observó adherencia superficial del material de composta a la matriz del polímero, así mismo, a partir de un análisis por espectrometría de discriminación de energía dispersiva de rayos X (EDX) acoplado al MBE se identificó a partir de la

composición química la presencia de aditivos en todas las muestras, siendo el principal el Silicio (Si).

 Para la validación del proceso de compostaje casero, la muestra de referencia fue celulosa (filtro de celulosa), la cual se compostó en un 100% en concordancia con la prueba de desintegración física y tamizaje.

#### **BIBLIOGRAFÍA**

- Adamcová, D., Radziemska, M., Zloch, J., Dvořáčková, H., Elbl, J., Kynický, J., Vaverková, M. (2018). SEM Analysis and Degradation Behavior of Conventional and Bio-Based Plastics During Composting. *Acta Universitatis Agriculturae et Silviculturae Mendelianae Brunensis, 66*(2). doi:https://doi.org/10.11118/actaun201866020349
- Adamcová, D., Vaverková, M., Mašíček, T., & Břoušková, E. (22 de 9 de 2016). ANALYSIS OF BIODEGRABILITY OF DEGRADABLE/BIODEGRADABLE PLASTIC MATERIAL IN CONTROLLED COMPOSTING ENVIRONMENT. *Journal of Ecological Engineering*, *17*(4). doi:10.12911/22998993/64564
- Alfaro Aranda, J. (2009). *Materiales biodegradables para envases alimentarios*. Mexico, D.F: Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química, UNAM.
- Álvarez da Silva, L. (12 de 2016). Bioplásticos: obtención y aplicación de polihidroxialconoatos. Sevilla, España.
- ASTM D6400-19. (2019). Standard Specification for Labeling of Plastics Designed to be Aerobically Composted in Municipal or Industrial Facilities. ASTM International.
- Bastioli, C. (2005). *Handbook of Biodegradable Polymers.* Crewe, UK: Rapra Technology Limited.
- Beltrán , M., & Marcilla , A. (2012). *Tecnologías de Polímeros, Procesado y propiedades.* UNIVERSIDAD DE ALICANTE. SERVICIO DE PUBLICACIONES.
- Brandrup, J., Immergut, E., & Grulke, E. (1999). *Polymer Handbook, 4th.* United States of America.
- Cai, Y., Lv, Y., & Feng, J. (2012). Spectral Characterization of Four Kinds of Biodegradable Plastics: Poly (Lactic Acid), Poly (Butylenes Adipate-Co-Terephthalate), Poly (Hydroxybutyrate-Co-Hydroxyvalerate) and Poly (Butylenes Succinate) with FTIR and Raman Spectroscopy. *Journal of Polymers and the Environment, 12*(1), 108-114. doi:10.1007/s10924-012-0534-2
- Carey, F. (2006). *Química orgánica* (Sexta ed.). (V. G. Jorge Alberto Velázquez Arellano, Trad.) México, D. F: McGRAW-HILL/INTERAMERICANA EDITORES, S.A. DE C.V.
- Chatzitheodoridis, E., & Drushku, S. (2011). Morphological and chemical study of recycled plastic materials by using scanning electron microscopy and energy dispersive analysis.

Department of Industrial Che-mistry, Faculty of Natural Sciences, University of Tirana. doi::620.187:628.7.004.8

- Conasi, V. (23 de 3 de 2020). *Plásticos reciclables, biodegradables, compostables ¿qué son?* Obtenido de https://www.conasi.eu/blog/consejos-de-salud/consejos-de-saludconsejos-de-salud/plasticos-reciclables-biodegradables/
- Coreno Alonso, J., & Mendez-Bautista, M. T. (2010). Relación estructura-propiedades de polímeros. *Educ. quím, 21*(4), 291-299.
- Correa-Pacheco, Z. N., Black-Solís, J. D., Ortega-Gudiño, P., Sabino-Gutiérrez, M. A., Benítez-Jiménez, J. J., Barajas-Cervantes, A., . . Hurtado-Colmenares, L. B. (2019).
   Preparation and Characterization of Bio-Based PLA/PBAT and Cinnamon Essential Oil Polymer Fibers and Life-Cycle Assessment from Hydrolytic Degradation. *Polymers*, *12*(1). doi:10.3390/polym12010038
- Davis, G., & Song, J. (2006). Biodegradable packaging based on raw materials from crops and their impact on waste management. *Industrial Crops and Products, 23*(2). doi:10.1016/j.indcrop.2005.05.004
- De los Ángeles Rosales, A. (10 de 2016). Obtención de biopolímero plástico a partir del almidón de malanga (Colocasia esculenta), por el laboratorio 110 de la UNAN-Managua. Managua, Nicaragua.

De, S. K., & White, J. (1996). *Rubber Technologist's Handbook* (Vol. 1). Smithers Rapra Press. Diario Oficial de la Federación. (2019). *DOF - Diario Oficial de la Federación.* 

- Ebnesajjad, S. (2012). Handbook of Biopolymers and Biodegradable Plastics: Properties, Processing and Applications. Waltham,, MA, USA: Elsevier Inc.
- Encyclopaedia Britannica. (20 de 5 de 2020). *Encyclopaedia Britannica*. Obtenido de https://www.britannica.com/science/polymer
- European Bioplastics. (2020). *Bioplastics 2020-2025 A technology and market perspective for biobased polymers.*
- Fang, Q., & Hanna, M. (1999). Rheological properties of amorphous and semicrystalline polylactic acid polymers. *Industrial Crops and Products, 10*(1). doi:https://doi.org/10.1016/S0926-6690(99)00009-6
- Fiore, G., Jing, F., & Young, Jr., V. (2010). High Tg aliphatic polyesters by the polymerization of spirolactide derivatives. *Polymer Chemistry*, *1*(6).
- Flury, M., & Papritz, A. (Octubre de 1993). Bromide in the Natural Environment: Occurrence and Toxicity. *Journal of Environmental Quality*, 747-758. doi:10.2134/jeq1993.00472425002200040017x

- Folino, A., Karageorgiou, A., Calabrò, P. S., & Komilis, D. (27 de Julio de 2020).
   Biodegradation ofWasted Bioplastics in Natural and Industrial Environments: A Review.
   Sustainability, 12(6030). doi:doi:10.3390/su12156030
- Fu, Y., Wu, G., Bian, X., Zeng, J., & Weng, Y. (29 de 8 de 2020). iodegradation Behavior of Poly(Butylene Adipate-Co-Terephthalate) (PBAT), Poly(Lactic Acid) (PLA), and Their Blend in Freshwater with Sediment. *Molecules*, 25(17), 3946. doi:10.3390/molecules25173946
- Garlotta, D. (2001). A Literature Review of Poly(Lactic Acid). *Journal of Polymers and the Environment*, 63-84. doi:10.1023/a:1020200822435
- Gómez Paniagua , M. (2015). Compostabilidad de envases de bolsa de PBAT + PLA y envases rígidos de PLA mediante tecnologías de pila y túnel . Madrid , España : Tesis.
- H. Holder, B. (2012). Characterization of starch by vibrational spectroscopy. Lincoln, Nebraska, USA: University of Nebraska. doi:https://digitalcommons.unl.edu/cgi/viewcontent.cgi?article=1027&context=foodscid iss
- Hernández, Belmares, P. J. (2011). Estudio comparativo de diferentes sales metálicas comerciales en su capacidad degradante sobre el polietileno. Saltillo, Coahuila, Mexico: Centro de Investigación en Química Aplicada.
- Hortaflor. (2020). La semillería, Tienda de semillas. Obtenido de https://www.hortaflor.net/semillas-de-r%C3%A1bano.html
- Instituto Nacional de Educación Tecnológica. (2011). *Polimeros, Guia Didactica.* Buenos Aires : Ministerio de Educación.
- ISO 16929:2013. (2013). Determinación del grado de desintegración de los materiales plásticos en condiciones de compostaje definidas en un ensayo a escala piloto. (ISO 16929:2019). ISO.
- IUPAC. (1997). Macromolecule (polymer molecule). *IUPAC Compendium of Chemical Terminology*. doi:10.1351/goldbook.m03667
- Koide, T., Fukami, T., Hisada, H., Inoue, M., & Carriere, J. (2016). Identification of Pseudopolymorphism of Magnesium Stearate by Using Low-Frequency Raman Spectroscopy. Organic Process Research & Development, 20(11), 1906-1910. doi:10.1021/acs.oprd.6b00199
- Labeaga Viteri, A. (2 de 2018). Polímeros biodegradables. Importancia y potenciales aplicaciones. Mádrid, España.

- Lárez Velásquez, C. (2012). *TERMINOLOGIA BASICA UTILIZADA EN POLIMEROS*. Caracas : Universidad de los Andes .
- Lárez Velásquez, C. (2013). *Terminología básica utlizada en polímeros.* Caracas: Universidad de los Andes (Venezuela). Facultad de Ciencias.
- Larkin, P. (2011). *Infrared and Raman Spectroscopy: Principles and Spectral Interpretation.* Waltham, MA, USA: Elsevier.
- Liu,, Y., Xu, Y., Yan, Y., Hu, D., Yang, L., & Shen, R. (2015). Application of Raman spectroscopy in structure analysis and crystallinity calculation of corn starch. *Starch -Stärke*, 67, 612-619. doi:10.1002/star.201400246
- López Serrano , F., & Mendizábal, E. (2015). *Introducción a la ciencia de los polímeros.* Guadalajara: Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías.
- Mendes, J., Paschoalin, R., Carmona, V., Sena Neto, A., Marques, A., Marconcini, J., & Mattoso, L. (2016). Biodegradable polymer blends based on corn starch and thermoplastic chitosan processed by extrusion. *Carbohydrate Polymers*, 452-458.
- Ministerio de Educación. Instituto Nacional de Educación Tecnológica. (2011). Polímeros. En *Guía Didáctica.* Ciudad Autónoma de Buenos Aires.
- Mirana Cuenca, J. (27 de 11 de 2015). *Reacciones y sus mecanismos en la degradación de polímeros*. Ciudad de México, Mèxico.
- Moulay, S. (2013). Molecular iodine/polymer complexes. *Journal of Polymer Engineering*, 389-443. doi:10.1515/polyeng-2012-0122
- Müller, R.-J., & Steinbüchel, A. (2002). Biodegradability of Polymers: Regulations and Methods for Testing.
- Nur Can, B., & Ozkoc, G. (15 de 12 de 2017). PBAT/thermoplastic starch blends: "Effects of oxidized starch and compatibilizer". AIP Conference Proceedings. doi: https://doi.org/10.1063/1.5016731
- Quiroz, F., Cadena, F., & Sinche, L. (2010). *Estudio de la degradación en polímeros oxobiodegradables.* Quito.
- Ratnayake, W., Otani, C., & Jackson, D. (2009). DSC enthalpic transitions during starch gelatinization in excess water, dilute sodium chloride, and dilute sucrose solutions. *Journal of the Science of Food and Agriculture, 89*(12), 2156–2164. doi:10.1002/jsfa.3709
- Residuos profesional . (02 de Abril de 2019). Las plantas de reciclado mecánico de plásticos autorizadas no han sufrido incendios en seis años. Obtenido de https://www.residuosprofesional.com/incendios-plantas-reciclado-plasticos/

Reynoso, S. L. (2019). Los polimeros plásticos. Ciudad de México.

- Rudnik, E. (2008). *Compostable Polymer Materials.* Maarssen, Países Bajos: Elsevier Gezondheidszorg.
- Ruggero, F., Gori, R., & Lubello, C. (2019). Methodologies to assess biodegradation of bioplastics during aerobic composting and anaerobic digestion: A review. Waste Management & Research, 37(10), 959-975. doi:10.1177/0734242x19854127
- Ruiz, M., Acevedo, A., & Pastor, K. (2013). Biodegradabilidad de Artículos Desechables en un Sistema de Composta con Lombriz. *Información tecnológica*, 24(2). doi:10.4067/s0718-07642013000200007
- Sebastían, P., & Anbinder, A. (2011). Caracterización, evaluación y aplicaciones de películas poliméricas activas.
- S. Villada, H., Acosta, H., & Velasco, R. (2008). Investigación de Almidones Termoplásticos, Precursores. *Información Tecnológica, 9*(2), 3-14.
- Sforzini, S., Oliveri, L., Chinaglia, S., & Viarengo, A. (2016). Application of Biotests for the Determination of Soil Ecotoxicity after Exposure to Biodegradable Plastics. *Frontiers in Environmental Science*. doi:10.3389/fenvs.2016.00068
- Tolga, S., Kabasci, S., & Duhme, M. (22 de Diciembre de 2020). Progress of Disintegration of Polylactide (PLA)/Poly(Butylene Succinate) (PBS) Blends Containing Talc and Chalk Inorganic Fillers under Industrial Composting Conditions. *Polymers 2021, 13*(10). doi:https://doi.org/10.3390/polym13010010
- V. Ferreira , F., S. Cividanes , L., & Rubia , F. (Noviembre de 2017). An overview on properties and applications of poly(butylene adipate-co-terephthalate)-PBAT based composites. *Polymer Engineering & Science*, 53. doi:https://doi.org/10.1002/pen.24770
- Van Cauwenberghe, L., Vanreusel, A., Mees, J., & Janssen, C. (2013). Microplastic pollution in deep-sea sediments. *Environmental Pollution*, 495-499. doi:doi.org/10.1016/j.envpol.2013.08.013
- Wade, L. (2012). Química orgánica Volumen 2. PEARSON EDUCACIÓN.
- Weng, Y., Jin, Y., & Meng, Q. (2013). Biodegradation behavior of poly(butylene adipate-coterephthalate) (PBAT), poly(lactic acid) (PLA), and their blend under soil conditions. *Polymer Testing*, 918-926. doi:10.1016/j.polymertesting.2013.05.001
- Xanthos, M. (2005). Functional Fillers for Plastics. En Functional Fillers for Plastics. Wiley.
- Young, R. (1983). Introduction to Polymers. New York, Estados Unidos: Springer Publishing.

- Yuniarto, K., Purwanto, Y., Purwanto, S., Welt, B., Purwadaria, H., & Sunarti, T. (19 de 4 de 2016). Infrared and Raman studies on polylactide. *The 3rd International Conference on Advanced Materials Science and Technology*. doi:https://doi.org/10.1063/1.4945555
- Zakarya, I., Baya Khalib, S., & Ramz, N. (2018). Effect of pH, temperature and moisture content during composting of rice straw burning at different temperature with food waste and different temperature with food waste and. *E3S Web of Conferences, 38*(02019). doi:https://doi.org/10.1051/e3sconf/20183402019
- Zhao, P., Liu, W., Wu, Q., & Ren, J. (2010). Preparation, Mechanical, and Thermal Properties of Biodegradable Polyesters/Poly(Lactic Acid) Blends. *Journal of Nanomaterials*. doi:10.1155/2010/287082

Zuluaga, F. (2013). ALGUNAS APLICACIONES DEL ÁCIDO POLI-L-LÁCTICO. Colombia.

#### **ANEXOS**

#### ANEXO 1. ESPECTROS DE REFERENCIA DEL (PLA)



185

#### ANEXO 2. ESPECTROS DE REFERENCIA DEL (PBAT)



**Referencia PBAT** 

Rango de frecuencia	Absorción (cm <sup>-1</sup> )	Apariencia	Grupo	Clase compuesta	Comentarios
	3700-3584	medio, agudo	OH estiramiento	alcohol	libre
-	3550-3200	fuerte, amplio	OH estiramiento	alcohol	intermolecular unido
-	3500	medio	Estiramiento NH	amina primaria	
-	3400				
- 4000 2000 cm-1	3400-3300	medio	Estiramiento NH	amina primaria alifática	
4000-3000 cm <sup>-+</sup> _	3330-3250				
-	3350-3310	medio	Estiramiento NH	amina secundaria	
-	3300-2500	fuerte, amplio	OH estiramiento	ácido carboxílico	generalmente centrado en 3000 cm-1
-	3200-2700	débil, amplio	OH estiramiento	alcohol	adherido intramolecular
	3000-2800	fuerte, amplio	Estiramiento NH	sal de amina	
- 3000-2500 cm <sup>-1</sup>	3333-3267	fuerte, afilado	Estiramiento CH	alquino	
	3100-3000	medio	Estiramiento CH	alqueno	
	3000-2840	medio	Estiramiento CH	alcano	
	2830-2695	medio	Estiramiento CH	aldehído	doblete
-	2600-2550	débil	SH estiramiento	tiol	
_ _ _ 2400-2000 cm <sup>-1</sup>	2349	fuerte	O = C = O estiramiento	dióxido de carbono	
	2275-2250	fuerte, amplio	N = C = O estiramiento	isocianato	
	2260-2222	débil	Estiramiento CEN	nitrilo	
	2260-2190	débil	Estiramiento CEC	alquino	disustituido
	2175-2140	fuerte	Estiramiento S-CEN	tiocianato	

N = N = N estiramiento

C = C = O estiramiento

N = C = N estiramiento

azida

cetena

carbodiimida

#### ANEXO 3. TABLA DE ESPECTRO IR POR RANGO DE FRECUENCIA

2160-2120

2150

2145-2120

fuerte

fuerte

	2140-2100	débil	Estiramiento CEC	alquino	monosustituido
	2140-1990	fuerte	N = C = S estiramiento	isotiocianato	
	2000-1900	medio	C = C = C estiramiento	allene	
	2000		C = C = N estiramiento	ketenimina	
	2000-1650	débil	Doblado CH	compuesto aromático	armónico
	1870-1540				
	1818	fuerte	C = O estiramiento	anhídrido	
	1750				
	1815-1785	fuerte	C = O estiramiento	haluro de ácido	
	1800-1770	fuerte	C = O estiramiento	haluro de ácido conjugado	
	1775	fuerte	C = O estiramiento	anhídrido conjugado	
	1720				
	1770-1780	fuerte	C = O estiramiento	éster de vinilo / fenilo	
	1760	fuerte	C = O estiramiento	ácido carboxílico	monómero
2000-1650 cm <sup>-1</sup>	1750-1735	fuerte	C = O estiramiento	ésteres	Lactona de 6 miembros
	1750-1735	fuerte	C = O estiramiento	δ-lactona	γ: 1770
	1745	fuerte	C = O estiramiento	ciclopentanona	
	1740-1720	fuerte	C = O estiramiento	aldehído	
	1730-1715	fuerte	C = O estiramiento	éster α, β-insaturado	o formiatos
	1725-1705	fuerte	C = O estiramiento	cetona alifática	o ciclohexanona o ciclopentenona
	1720-1706	fuerte	C = O estiramiento	ácido carboxílico	dimer
	1710-1680	fuerte	C = O estiramiento	ácido conjugado	dimer
	1710-1685	fuerte	C = O estiramiento	aldehído conjugado	
	1690	fuerte	C = O estiramiento	amida primaria	gratis (asociado: 1650)
	1690-1640	medio	C = N estiramiento	imina / oxima	

	1685-1666	fuerte	C = O estiramiento	cetona conjugada	
-	1680	fuerte	C = O estiramiento	amida secundaria	gratis (asociado: 1640)
-	1680	fuerte	C = O estiramiento	amida terciaria	gratis (asociado: 1630)
	1650	fuerte	C = O estiramiento	δ-lactámicos	γ: 1750-1700 β: 1760-1730
1670-1600 cm <sup>-1</sup>	1678-1668	débil	C = C estiramiento	alqueno	disustituido (trans)
	1675-1665	débil	C = C estiramiento	alqueno	trisustituido
	1675-1665	débil	C = C estiramiento	alqueno	tetrasustituido
	1662-1626	medio	C = C estiramiento	alqueno	disustituido (cis)
	1658-1648	medio	C = C estiramiento	alqueno	vinilideno
	1650-1600	medio	C = C estiramiento	alqueno conjugado	
	1650-1580	medio	Doblado NH	amina	
	1650-1566	medio	C = C estiramiento	alqueno cíclico	
	1648-1638	fuerte	C = C estiramiento	alqueno	monosustituido
	1620-1610	fuerte	C = C estiramiento	cetona α, β-insaturada	
1600-1300 cm <sup>-1</sup>	1550-1500	fuerte	NO estirar	compuesto nitro	
	1372-1290				
	1465	medio	Doblado CH	alcano	grupo metileno
	1450	medio	Doblado CH	alcano	grupo metilo
	1375				
	1390-1380	medio	Doblado CH	aldehído	
	1385-1380	medio	Doblado CH	alcano	joya de dimetilo
	1370-1365				
1400-1000 cm <sup>-1</sup>	1440-1395	medio	OH doblando	ácido carboxílico	
	1420-1330	medio	OH doblando	alcohol	
	1415-1380	fuerte	S = O estiramiento	sulfato	

1200-1185					
1410-1380	fuerte	S = O estiramiento	cloruro de sulfonilo		
1204-1177					
1400-1000	fuerte	Estiramiento de la FQ	compuesto de flúor		
1390-1310	medio	OH doblando	fenol		
1372-1335	fuerte	S = O estiramiento	sulfonato		
1195-1168					
1370-1335	fuerte	S = O estiramiento	sulfonamida		
1170-1155					
1350-1342	fuerte	S = O estiramiento	ácido sulfónico	anhidro	
1165-1150				hidratar: 1230-1120	
1350-1300	fuerte	S = O estiramiento	sulfona		
1160-1120					
1342-1266	fuerte	Estiramiento CN	amina aromática		
1310-1250	fuerte	Estiramiento de CO	éster aromático		
1275-1200	fuerte	Estiramiento de CO	alquil aril éter		
1075-1020					
1250-1020	medio	Estiramiento CN	amina		
1225-1200	fuerte	Estiramiento de CO	éter de vinilo		
1075-1020					
1210-1163	fuerte	Estiramiento de CO	ester		
1205-1124	fuerte	Estiramiento de CO	alcohol terciario		
1150-1085	fuerte	Estiramiento de CO	éter alifático		
1124-1087	fuerte	Estiramiento de CO	alcohol secundario		
1085-1050	fuerte	Estiramiento de CO	alcohol primario		
	1070-1030	fuerte	S = O estiramiento	sulfóxido	
---------------------------	------------	----------------	----------------------	-------------------------	----------------------
	1050-1040	fuerte, amplio	Estiramiento CO-O-CO	anhídrido	
1000-650 cm <sup>-1</sup>	995-985	fuerte	C = C flexión	alqueno	monosustituido
	915-905				
	980-960	fuerte	C = C flexión	alqueno	disustituido (trans)
	895-885	fuerte	C = C flexión	alqueno	vinilideno
	850-550	fuerte	Estiramiento de C-Cl	compuesto de halo	
	840-790	medio	C = C flexión	alqueno	trisustituido
	730-665	fuerte	C = C flexión	alqueno	disustituido (cis)
	690-515	fuerte	Estiramiento C-Br	compuesto de halo	
	600-500	fuerte	Estiramiento de CI	compuesto de halo	
900-700 cm-1	880 ± 20	fuerte	Doblado CH	1,2,4-trisustituido	
	810 ± 20				
	880 ± 20	fuerte	Doblado CH	1,3-disustituido	
	780 ± 20				
	(700 ± 20)				
	810 ± 20	fuerte	Doblado CH	1,4-disustituido o	
				1,2,3,4-tetrasustituido	
	780 ± 20	fuerte	Doblado CH	1,2,3-trisustituido	
	(700 ± 20)				
	755 ± 20	fuerte	Doblado CH	1,2-disustituido	
	750 ± 20	fuerte	Doblado CH	monosustituido	
	700 ± 20			derivado de benceno	

Fuente: © 2021 Merck KGaA, Darmstadt, Alemania y/o sus filiales. Todos los derechos reservados.

## ANEXO 4. TABLA DE ESPECTRO RAMAN POR RANGO DE FRECUENCIA

Spectral range of Raman features (cm <sup>-1</sup> ) [28]	Present work (cm <sup>-1</sup> )	Assignment
720-725	725	(ring breathing, n.a.)
746-748	747	(ring breathing, n.a.)
780-788	785	(O-P-O str,. n.a.)+(ring breathing, n.a.)
810-859	830, 853	(O-P-O str,. n.a.)+(ring breathing, Tyr.)
	893, 932, 964	vibrational modes of glass substrate
1000-1006	1003	(symmetric ring breathing, Phe)
1031-1033	1031	(C-H in-plane bend., Phe)
1053-1064	1060	(C-O C-C, c.)+ (C-N str., p.) +(C-C str., l.)
1087-1096	1092	(PO <sub>2</sub> <sup>-</sup> str., n. a.)
1123-1128	1127	(C-N str., p.)+ (C-O, c.) +(C-C str., l.)
1163–1176	1173	(C-H bending, Tyr)
1220–1284	1223, 1260	(Amide III, p.)
1300–1313	1307	$(CH_2 \text{ twist., l.})$
1335–1343	1341	(CH <sub>3</sub> def., CH <sub>2</sub> wagg., p. and n.a.)
1360-1379	1378	(CH bend., Trp)+(ring breathing, n.a.) +(CH <sub>3</sub> bend., l.)
1420-1421	1416	(ring breathing, n.a.)
1436-1460	1460	(CH <sub>2</sub> sciss., l.)+ (CH <sub>2</sub> sciss., p.)
1485–1490	1488	(ring breathing, n.a.)
1573–1582	1578	(ring breathing, n.a.)
1615–1618	1615	(C = C, Tyr., Trp.)
1655–1685	1665	(Amide I, p.) + (C = C str., l.)

## Table 1. Attribution of Raman peaks.

Assignment of Raman spectral structures, based on the results reported in literature [28] and in the present investigation. Abbreviations: Phe: phenylalanine, Tyr: tyrosine, Trp: tryptophan, p: proteins, c: carbohydrates, l: lipids, n.a.: nucleic acids, str: stretching, bend: bending, wagg: wagging, twist: twisting, sciss.: scissoring.

https://doi.org/10.1371/journal.pone.0192894.t001