

Caracterización Mecánica y Térmica de Ácido Poliláctico (PLA) Reforzado con Polvo de Bambú (PB)

Campaña, Orlando¹; Guerrero, Víctor Hugo¹

¹ Escuela Politécnica Nacional, Laboratorio de Nuevos Materiales, Departamento de Materiales, Quito, Ecuador

Resumen: El empleo de polímeros biodegradables como el ácido poliláctico (PLA) ha crecido notablemente debido a su bajo impacto ambiental. Sin embargo, las propiedades mecánicas y térmicas de estos materiales presentan limitaciones para ampliar sus campos de aplicación. Una opción para mejorar las propiedades mecánicas y térmicas del PLA es reforzarlo con material lignocelulósico, constituyendo así un material compuesto como la madera plástica que posee potenciales aplicaciones como sustituto de la madera convencional. Considerando que el bambú es renovable en corto tiempo, tiene buenas propiedades estructurales y alta disponibilidad en diversas zonas geográficas del Ecuador, se puede predecir que el polvo de bambú (PB) producto del residuo de los aserraderos es un refuerzo interesante para el procesamiento de madera plástica. Este artículo describe la preparación mediante los procesos de extrusión e inyección de material compuesto con matriz polimérica de PLA reforzado con PB. Las propiedades mecánicas evaluadas fueron: resistencia a la tracción, resistencia a la flexión y dureza, mientras que las propiedades térmicas se estudiaron mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC), análisis termo gravimétrico (TGA) y análisis termo mecánico (TMA). El módulo de elasticidad aumentó hasta un 30% en el material compuesto, así también el grado de cristalinidad y coeficiente de expansión térmica lineal mejoraron debido a que el polvo de bambú favorece a la cristalización. Además la temperatura de degradación disminuyó debido a la inclusión de un material orgánico en el polímero.

Palabras clave: Material compuesto, ácido poliláctico, polvo de bambú, madera plástica, propiedades mecánicas, propiedades térmicas.

Mechanical and Thermal Characterization of Poly lactic Acid (PLA) reinforced with Bamboo Powder (PB)

Abstract: Using biodegradable polymers such as poly lactic acid (PLA) has grown significantly due to its low environmental impact. However, the mechanical and thermal properties of these materials have limitations to expand their fields of application. An option to improve the mechanical and thermal properties of the PLA is to reinforce it with lignocellulosic material, thus constituting a composite material such as wood plastic composite (WPC) which has potential applications as a substitute for conventional wood. Bamboo is considered to be renewable in a short time, in addition to having good structural properties and high availability in different geographical areas of Ecuador, it can be predicted that bamboo powder (PB), as a result of the sawmill residue is an interesting reinforcement for the processing of wood plastic composite (WPC). This article describes the preparation by extrusion and injection molding processes of a composite with PLA polymeric matrix reinforced with PB. The mechanical properties evaluated were: tensile strength, flexural strength and hardness, whereas that thermal properties were studied using differential scanning calorimetry (DSC), thermogravimetric analysis (TGA) and thermomechanical analysis (TMA). Elastic modulus increased to 30% in composite, as also crystallinity and thermal expansion coefficient were improved because of bamboo powder favors crystallization. Whereas degradation temperature decreased because of organic material inclusion within the polymer.

Keywords: Composite, poly lactic acid, bamboo powder, wood plastic composite, mechanical properties, thermal properties.

1. INTRODUCCIÓN

El interés en materiales compuestos poliméricos con refuerzo de fibras naturales está creciendo rápidamente debido a sus mejoras en propiedades mecánicas, ventajas en el procesamiento, baja densidad y bajo costo.

Las fibras naturales son recursos renovables en muchos países desarrollados porque son baratas, no generan peligros a la salud y por último, proporcionan una solución a la contaminación del medio ambiente mediante la búsqueda de nuevo uso de materiales de desecho.

La madera ha jugado un papel importante en el desarrollo social, económico y ambiental en la historia de la humanidad. Sin embargo, su alta demanda y sus escasas aplicaciones han motivado la búsqueda de nuevos materiales como sustitutos de la madera. (Behzad et al., 2012).

Los materiales compuestos con matriz termoestable o termoplástica y refuerzo de madera ya sea ésta como polvo o fibras son conocidos como madera plástica o WPC (Wood Plastic Composites, por sus siglas en inglés) y pueden ser un buen sustituto de la madera en algunas aplicaciones debido a que es biodegradable, renovable, de bajo impacto ambiental y por su bajo costo. (Ashori, 2008)

WPC fueron inicialmente utilizados para decoraciones y aplicaciones no estructurales, pero ahora han sido desarrollados para cumplir con un amplio rango de aplicaciones que incluyen partes constructivas edificaciones, partes automotrices y elementos que deben estar a la intemperie como bancas, mesas y accesorios de jardines. Sin embargo, una debilidad de estos compuestos son sus pobres propiedades mecánicas debido a la débil interface entre el polvo de madera y la matriz polimérica. (Ratna et al., 2011)

El estudio de materiales completamente biodegradables es una de las áreas de mayor interés de la ciencia de los materiales ya que el uso excesivo de plásticos derivados del petróleo genera grandes cantidades de desperdicios sólidos no compostables que causan depleción de los rellenos sanitarios. Entre varios polímeros biodegradables, el ácido poliláctico (PLA) es de un interés particular para el desarrollo de plásticos industriales. (Ammas et al., 1998)

El PLA es un poliéster termoplástico alifático lineal producido a partir de recursos renovables, específicamente del ácido láctico que se deriva de la fermentación azúcares provenientes de fuentes de carbohidratos como maíz, caña de azúcar o tapioca. El PLA se puede sintetizar comúnmente por polimerización por apertura de anillo de la lactida del ácido poliláctico o por poli condensación directa del bloque básico de construcción. Sin embargo, las industrias utilizan normalmente la conversión más eficiente de lactida para el PLA catalizado por Sn (II) catalizador basado en la polimerización por apertura de anillo (ROP) en lugar de poli-condensación. (Garlota D., 2001)

Las propiedades térmicas de PLA 3051D son: Tg ~ 55-65 °C, Tc ~ 150-165 °C y la resistencia a la tracción ~ 48MPa, que son bastante similares a otros poliésteres (tales como PET) (Ammas et al., 1998). Las propiedades térmicas son sin embargo un poco menores debido a la ausencia del ciclo benzoico (cadena más libre para moverse). Sus propiedades químicas y la resistencia al agua se debilitan por la presencia del grupo carbonilo (C = O), que permite la degradación de la hidrólisis (Dorgan et al., 2008). El proceso de degradación de PLA a través de una sencilla hidrólisis de los enlaces éster es innecesariamente sobre la presencia de enzimas o catálisis. La tasa de degradación de PLA depende principalmente de la temperatura durante la hidrólisis, el tamaño, la forma y la relación de isómeros del EPL. (Kurkoc et al., 1995)

El precio atractivo y la disponibilidad comercial de ácido láctico fueron razones importantes por las que el PLA se convirtió en el primer poliéster de base biológica producido en masa. El factor de éxito para un avance final de todos los productos químicos y plásticos a base de materiales renovables es la sostenibilidad económica. (Auras et al., 2010).

En este estudio se utilizó polvo de bambú (PB) como refuerzo para el material compuesto con matriz polimérica de PLA; esto debido a las bondades del bambú respecto a otras maderas como su corto tiempo de renovación, buenas propiedades estructurales y a su alta disponibilidad en diversas zonas geográficas del Ecuador.

Entre las fibras naturales conocidas, el bambú ha sido aceptado como un material estructural resistente y ya está siendo utilizado en su forma natural para la construcción de edificios. El desempeño estructural ofrecido por el bambú puede ser mucho más adaptable si la forma, el tamaño y la fuerza de bambú son controlados dimensionalmente y direccionalmente (Kumar et al., 2016)

El bambú es un recurso renovable en corto tiempo ya que alcanza su tamaño máximo en madurez de los seis a ocho meses, menos del 5% del tiempo necesario para los árboles madereros. Por consiguiente, el uso de fibras de bambú como refuerzo de un material compuesto polimérico puede ser una alternativa ventajosa respecto al uso de fibra de madera ya que tienen propiedades mecánicas parecidas. (Chen X., 1996)

La madera plástica con matriz de PLA y refuerzo de PB busca reemplazar algunas aplicaciones a la madera natural, principalmente en usos exteriores como bancos para parques, juegos infantiles, encofrados para construcción, mobiliario urbano, elementos decorativos, muelles, entre otros. (Villamar et al., 2013). Asimismo, este material compuesto se puede utilizar en recipientes de almacenamiento para comida como bandejas, platos, cajas, etc. (Ponce et al., 2014)

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Materiales

En este trabajo de investigación se utilizó como matriz polimérica PLA semicristalino comercializado por Nature Works con el nombre de "PLA polymer 2002D". La gravedad específica es 1,24, el índice de fusión es de 5 a 7 g/10 minutos y la temperatura de fusión es 210 °C.

Como refuerzo se utilizó polvo de bambú (PB) de la especie "Dendrocalamus Asper" proveniente de un aserradero que produce tableros y latillas de bambú. El aserradero es parte de la hacienda San Marcos administrada por la Prefectura de Pichincha y se encuentra ubicada en el cantón Pedro Vicente Maldonado.

2.2 Métodos

En este estudio se evaluaron las propiedades mecánicas y térmicas del material compuesto con matriz de PLA y refuerzo

de hasta el 15% en peso de PB. No se hicieron composiciones con mayor contenido de PB debido a limitaciones en el procesamiento ya que a mayores cantidades de refuerzo a la señalada se evidenció que el material no fluía normalmente y esto producía atascamiento en el dado de la extrusora constantemente, además el material compuesto que se obtuvo presentaba signos de degradación. Un alto contenido de partículas de PB añadido al PLA puede afectar en gran medida la viscosidad del compuesto durante el moldeo por extrusión e inyección (Ho et al., 2015).

Se procesaron materiales compuestos con tres tamaños de partículas y en tres composiciones porcentuales en peso. Para la separación de los tamaños de partículas se utilizó una torre de tamices ASTM normalizados: No. 30 (600 µm), No. 60 (250 µm) y No. 100 (159 µm). Para el proceso de agitación de la torre de tamices se utilizó una tamizadora de vibración marca TYLER, modelo Ro-TAP 20097.

En la Tabla 1 se indican las composiciones de material compuesto producido mediante los procesos de extrusión e inyección.

Tabla 1. Composiciones del material compuesto producido.

Abreviación	Significado
T30-5	PLA reforzado con 5% de PB en peso. PB retenido en el tamiz ASTM No. 30 (600µm)
T30-10	PLA reforzado con 10% de PB en peso. PB retenido en el tamiz ASTM No. 30 (600µm)
T30-15	PLA reforzado con 15% de PB en peso. PB retenido en el tamiz ASTM No. 30 (600µm)
T60-5	PLA reforzado con 5% de PB en peso. PB retenido en el tamiz ASTM No. 60 (250µm)
T60-10	PLA reforzado con 10% de PB en peso. PB retenido en el tamiz ASTM No. 60 (250µm)
T60-15	PLA reforzado con 15% de PB en peso. PB retenido en el tamiz ASTM No. 60 (250µm)
T100-5	PLA reforzado con 5% de PB en peso. PB retenido en el tamiz ASTM No. 100 (159µm)
T100-10	PLA reforzado con 10% de PB en peso. PB retenido en el tamiz ASTM No. 100 (159µm)
T100-15	PLA reforzado con 15% de PB en peso. PB retenido en el tamiz ASTM No. 100 (159µm)

Tanto el PLA como el PB son higroscópicos por lo que se secaron por 15 horas a 80 °C en una estufa marca MMM Group, modelo Venticell 404. El contenido de humedad al final del proceso de secado debe ser de máximo 0,1% para el PLA y 1% para el PB; condiciones que fueron verificadas mediante una termo balanza marca Ohaus, modelo MB 45.

El material fue procesado en una extrusora de doble tornillo marca COPERION, modelo ZSK18ML que dispone de una tolva principal en la que se depositó el PLA y una tolva secundaria en la que se dosificó manualmente el PB. La velocidad de los tornillos de extrusión fue de 120 r.p.m., el perfil de temperaturas para las siete zonas de calentamiento de la extrusora fue de 180 °C, 178°C, 178°C, 176°C, 174°C, 170°C, 174°C; siendo la mayor temperatura en el dado de extrusión y la menor temperatura en la zona en la que empieza la mezcla con el material de refuerzo (PB).

El material que se obtuvo del proceso de extrusión fue triturado en una pelletizadora K-Tron Colormax para obtener material compuesto granulado que fue secado nuevamente por 15 horas a 80 °C y luego moldeado por inyección mediante una inyectora de plásticos marca Milacron MTH55 con el siguiente perfil de calentamiento: 175 °C, 176 °C, 178 °C y 180 °C en la boquilla de inyección, mientras que la presión de inyección fue 120 bar y la velocidad de inyección fue 50 mm/min. El molde utilizado para la obtención de probetas tiene la configuración de las probetas normalizadas ASTM para tracción, flexión en tres puntos e impacto.

2.2.1 Caracterización mecánica

Las sollicitaciones mecánicas que un prototipo construido con este tipo de material compuesto puede experimentar son tracción y flexión ya que sus aplicaciones estarían orientadas a contenedores para comida y elementos mobiliarios. Además, es importante medir la dureza del material compuesto para determinar si el desgaste superficial es menor con respecto al polímero sin refuerzo.

Las pruebas de tracción y flexión se realizaron siguiendo los parámetros de las normas ASTM D638-15 y ASTM D7264M-15 respectivamente para lo cual se utilizó una máquina universal de ensayos marca Tinius Olsen modelo H25KS. Para los ensayos de tracción se ensayaron cinco probetas para cada grupo o composición como lo establece la norma, la configuración de las probetas fue tipo I, la distancia para el extensómetro fue de 50 mm y la velocidad de ensayo 5 mm/minuto. Los resultados de las propiedades mecánicas obtenidos para las cinco probetas de cada composición se promedian y se calcula el coeficiente de variación (CV).

Para los ensayos de flexión en 3 puntos también se utilizaron cinco probetas por cada composición como lo establece la norma respectiva. Se utilizó la relación 1:16 del espesor de las probetas respecto a la distancia entre apoyos y la velocidad de ensayo fue de 1 mm/minuto. En los resultados se reportan los promedios y el CV de las propiedades mecánicas a flexión de cada composición.

Se midió la dureza superficial en escala Shore D siguiendo los lineamientos de la norma ASTM 2240-03 con un durómetro portátil marca Pantec modelo HT-6510D. Para esto se tomaron cinco mediciones como lo establece la norma por cada grupo o composición y se reportaron como resultados los promedios y CV.

Las densidades de las muestras de material compuesto se midieron con una balanza analítica marca Shimadzu, modelo AUX 220 con sus aditamentos de inmersión. También se tomaron cinco mediciones por grupo para luego reportar el promedio y CV de cada uno.

2.2.2 Caracterización térmica

Los ensayos térmicos tienen por objetivo medir las propiedades físicas y termodinámicas del material compuesto en función de la temperatura en condiciones de equilibrio. Se

utiliza la técnica de calorimetría diferencial de barrido (DSC) para medir propiedades termodinámicas de interés como temperatura de fusión (Tm), temperatura de transición vítrea (Tg), temperatura de cristalización (Tc), entalpía de fusión (ΔH_m) y entalpía de cristalización (ΔH_c).

Para medir el coeficiente de expansión térmica lineal (CET) en un rango de temperaturas a las que el material habitualmente se encuentra en una aplicación se utilizó la técnica de análisis termo mecánico (TMA). Asimismo, es necesario determinar la estabilidad térmica del material y su descomposición en peso (%wt) en función de la temperatura, para determinar estas propiedades se utilizó la técnica de análisis termo gravimétrico (TGA).

- Para el ensayo de DSC se utilizó un equipo marca TA instruments modelo Q2000. Se prepararon las muestras entre 10 a 20 mg que fueron ubicadas en cápsulas de aluminio herméticas. Las muestras fueron calentadas de 25 °C a 200 °C con una rampa de 10 °C/minuto y se mantuvieron isotérmicas por 5 minutos para luego ser enfriadas de 200 °C a 25°C con una rampa de 5 °C/minuto bajo un flujo de nitrógeno de 50 mL/minuto. Mediante este ensayo se obtuvieron termogramas que muestran las propiedades termodinámicas, así como las entalpías asociadas a las transiciones termodinámicas.

- Para el TMA Se utilizó un equipo TA Instruments modelo Q400 con sonda de expansión que ejerce una fuerza de 0,02 N, la temperatura se elevó de 25 °C a 80°C con una rampa de 5°C/minuto bajo un flujo de nitrógeno de 50 mL/minuto.

- El TGA se realizó mediante un equipo marca TA instruments modelo Q500. Las muestras en el rango de 15 a 30 mg fueron cargadas en la canastilla de platino del equipo para luego ser calentadas de 25 °C a 800°C con una rampa de 10 °C/minuto bajo un flujo de nitrógeno de 40 mL/minuto y de aire de 60 mL/minuto, luego permanecieron isotérmicas por 5 minutos. Con este ensayo se pudo determinar la temperatura de degradación de las muestras de los materiales compuestos.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Propiedades mecánicas

3.1.1 Ensayos de tracción

La resistencia última a la tracción no tuvo variaciones significativas, apenas mejoró un 4% para el material T100-15% con respecto al PLA puro, para el resto de composiciones la resistencia a la tracción disminuyó. El módulo de elasticidad tangente se incrementó en todas las composiciones teniendo su valor más alto para el material T30-15% con el que se consigue superar hasta un 31% del valor de esta propiedad mecánica en relación con el PLA puro.

Al comparar los resultados de resistencia última a la tracción frente a los obtenidos por Salmah et al. (2007) se observa la misma tendencia; es decir, que esta propiedad disminuye conforme aumenta el contenido del refuerzo. Esta disminución se debe a la pobre adhesión entre la matriz y el refuerzo y a la

aglomeración de partículas de refuerzo. Debido a que las partículas del refuerzo son muy pequeñas, existe una alta superficie interfacial entre el refuerzo polar y la matriz no polar. A medida que esta superficie se incrementa, empeora la unión entre el refuerzo y la matriz y disminuye la resistencia a la tracción. (Innocent et al., 2013)

El módulo de Young se incrementa, mientras la deformación disminuye con el aumento del contenido del PB, al igual que en los estudios hechos por Ho et al. (2015) y Li et al. (2013) en donde el módulo de elasticidad del material compuesto es superior hasta en un 35% respecto a su matriz polimérica. La resistencia creada por las partículas de PB reduce la deformabilidad de las macromoléculas de PLA, por lo que al incorporar partículas PB a la matriz del PLA se reduce la movilidad de las estructuras del PLA y se mejora la rigidez del material compuesto. Como resultado, el módulo de Young aumenta con el incremento de partículas de PB en el material compuesto. (Rahman et al., 2009)

La deformación a la tracción de los materiales compuestos disminuye considerablemente respecto la PLA puro exhibiendo un comportamiento cuasi-frágil debido a que el incremento de PB reduce progresivamente la plasticidad aumentando la resistencia a la deformación; es decir, las partículas de PB reducen la ductilidad del PLA.

En la Tabla 2 se presentan los resultados de los ensayos de caracterización mecánica a tracción para las diferentes composiciones del material compuesto, asimismo se muestran los coeficientes de variación (CV) para el valor promedio de cada propiedad.

Tabla 2. Resultados de los ensayos de tracción

Muestra Id.	Esfuerzo último a tracción		Módulo de elasticidad tangente		Deformación a la Rotura %	
	[MPa]	CV (%)	[MPa]	CV (%)	(%)	CV (%)
PLA Puro	51,79	8	7177	8	1,250	13
T30-5%	45,37	6	7430	16	0,690	16
T30-10%	34,52	1	7934	30	0,808	8
T30-15%	50,84	4	9444	15	0,662	18
T60-5%	46,94	6	7422	14	0,697	16
T60-10%	46,78	11	7696	6	0,733	30
T60-15%	50,23	3	8273	9	0,870	9
T100-5%	48,64	1	5815	35	0,880	6
T100-10%	47,00	3	7727	7	0,803	14
T100-15%	54,20	1	7728	8	0,822	42

Debido a que el módulo de elasticidad es la propiedad mejorada del material compuesto respecto a la matriz y que los valores más altos de esta propiedad se obtuvieron en las composiciones con mayor cantidad de PB, en la Figura 1 se presentan las curvas esfuerzo vs deformación para el PLA puro y para los materiales compuestos que contienen 15% en peso de PB. No se consideran en la gráfica las demás composiciones ya que no representan los valores máximos obtenidos.

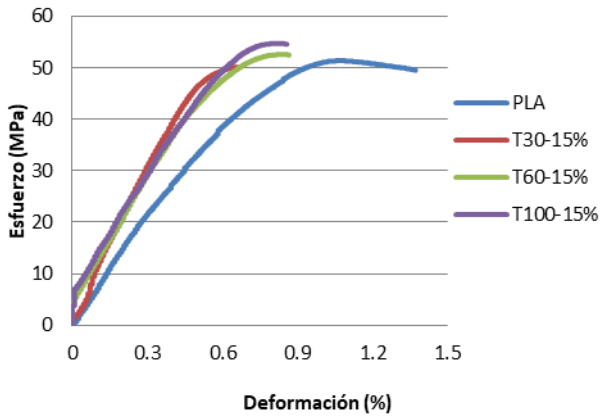


Figura 1. Curva Esfuerzo vs. Deformación de las composiciones con 15% de PB en peso para las que se obtuvieron los mejores resultados de módulo de elasticidad.

3.1.2 Ensayos de flexión

Los resultados de las propiedades mecánicas a flexión de los materiales compuestos y del PLA puro se muestran en la Tabla 3. La adición del PB produce una ligera mejora en la resistencia última a la flexión en los materiales con mayor contenido de refuerzo, mientras que el módulo de elasticidad a flexión se incrementa considerablemente en todas las composiciones del material compuesto, teniendo su valor más alto en la composición T30-15% que en donde esta propiedad es superior con un 37% respecto al PLA puro. Estos resultados coinciden con los reportados por Ho et al. (2015) en el que el módulo a flexión de los compuestos también aumenta hasta un 12% respecto al módulo de la matriz.

Tabla 3. Resultados de los ensayos de flexión

Muestra Id.	Esfuerzo último a flexión		Módulo de Elasticidad		Deformación a la Rotura %	
	[MPa]	CV (%)	[MPa]	CV (%)	(%)	CV (%)
PLA Puro	76,72	6	2759	10	2,711	12
T30-5%	70,71	11	3028	12	2,960	12
T30-10%	66,75	3	3228	6	3,146	6
T30-15%	81,77	5	3772	16	2,670	13
T60-5%	63,49	3	2894	5	5,162	15
T60-10%	79,48	4	3382	6	3,228	2
T60-15%	80,81	3	3524	11	2,428	14
T100-5%	70,87	3	3056	9	2,886	13
T100-10%	79,79	6	3114	13	3,462	11
T100-15%	82,70	2	3228	8	2,728	9

Los módulos de flexión aumentaron en los materiales compuestos debido a que la adición del PB en el PLA restringe la movilidad de las cadenas del polímero y los compuestos se vuelven más rígidos. (Li et al. 2013)

3.1.3 Dureza

En la Figura 2 se muestra la comparación de la dureza medida en escala Shore A para el PLA puro y los materiales compuestos reforzados con PB. Se puede apreciar que hay un incremento de la dureza conforme aumenta el contenido de PB en los materiales compuestos. Esto es debido a la adición de un relleno duro en la matriz del PLA, el PB presente en la superficie del PLA aumenta la resistencia a la deformación plástica del material compuesto.

Dureza Shore D de las muestras de PLA y material compuesto

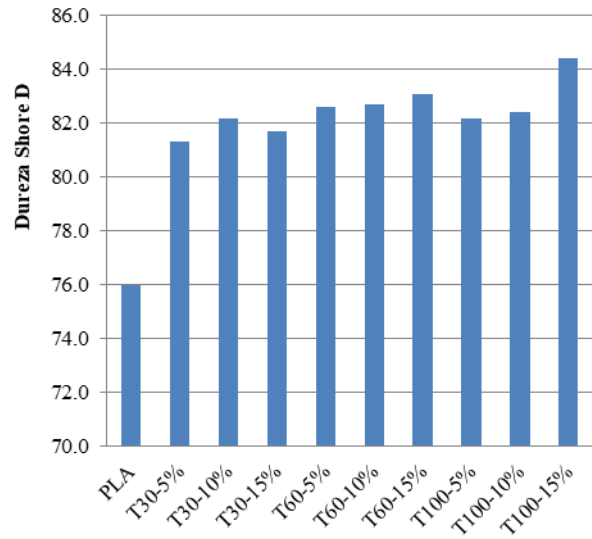


Figura 2. Dureza Shore D para el PLA y los materiales compuestos.

La distribución de las partículas de PB y la reducción de la distancia entre partículas hacen que con el incremento de carga en la matriz se incremente la resistencia a la indentación del material compuesto. Las partículas de PLA y PB son presionadas juntas y hacen contacto entre sí estrechamente debido a que la interface puede transmitir esa presión efectivamente (Phutane et al., 2013).

3.2 Propiedades térmicas

3.2.1 Análisis termo gravimétrico (TGA)

En la Figura 3 se presentan los termogramas correspondientes a la descomposición del PLA puro y los materiales compuestos reforzados con PB.

Se puede apreciar que el PLA puro se descompone sin formación de residuos sólidos, mientras que para los materiales compuestos se forman pequeñas cantidades de residuos sólidos debido a su contenido de material orgánico. El mayor contenido de residuos sólidos le corresponde al material T30-15% con un 4,31% en peso. El PB bloquea la reacción de los grupos químicos y restringe la pérdida de peso del material compuesto (Ho et al., 2015).

En los termogramas de TGA de los materiales compuesto se muestran algunos pasos de descomposición. El primer paso desde 40°C hasta 120 °C corresponde típicamente a liberación de agua; el segundo paso desde 250 °C hasta 340°C está asociado con la descomposición y despolimerización de hemicelulosa y pectina; el tercer paso desde 340 °C hasta 380 °C corresponde a la degradación de la celulosa y finalmente el cuarto paso de 380 °C hasta 500°C corresponde a la degradación de lignina. (Essabir et al. 2013); (Li et al. 2013). Mientras que la curva del TGA para el PLA puro muestra un paso de descomposición del polímero desde 240 °C hasta 370 °C.

El material compuesto presenta una estabilidad térmica intermedia entre el PLA puro y el PB. El resultado sugiere que el PB disminuye la estabilidad térmica del compuesto. Estos resultados coinciden con los reportados por Li et al. (2013) en los que se evidencia esta influencia del refuerzo lignocelulósico en el polímero.

También se puede apreciar que los materiales compuestos empiezan y completan su descomposición antes que el PLA puro; es decir, el PB acelera el proceso de degradación del material compuesto y por lo tanto la temperatura a la que empieza la degradación para los compuestos son menores a la del PLA puro.

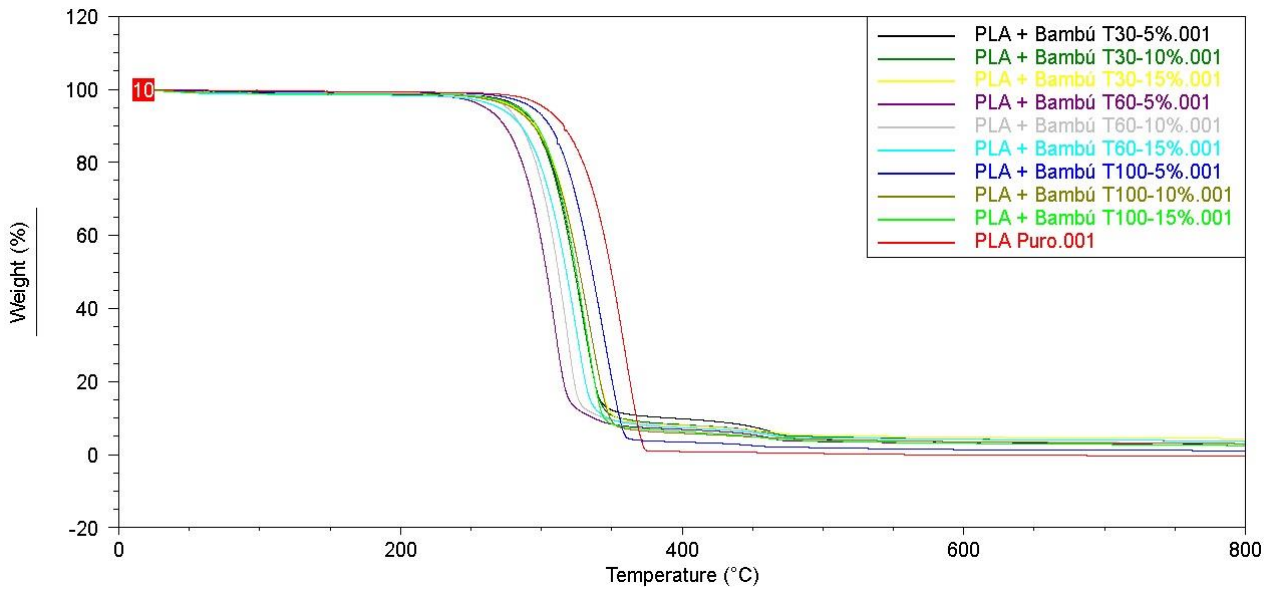


Figura 3. Termogramas del análisis termo gravimétrico realizado en las muestras de PLA puro y de material compuesto.

3.2.2 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

En la Tabla 4 se muestra el resumen de los resultados del análisis de los termogramas obtenidos por DSC, mismos que corresponden a las propiedades de temperatura de transición vítrea (Tg), temperatura de fusión (Tm), temperatura de cristalización (Tc), entalpía de fusión (ΔHm), entalpía de cristalización (ΔHc) y grado de cristalinidad (%Xc). El grado de cristalinidad fue calculado utilizando la Ecuación (1).

$$\%Xc = \frac{\Delta H_m}{93,7 * f_p} * 100 \quad (1)$$

Donde ΔHm es la entalpía de fusión; 93,7 es el valor de la entalpía de fusión del PLA 100 % cristalino en (J/g) y fp es la fracción en peso de la matriz de PLA presente en el material compuesto (Dong et al., 2014).

En la Figura 4 se presentan los termogramas del análisis por DSC para el PLA puro y los materiales compuestos con el 15 % en peso de PB cuyos grados de cristalinidad son los más altos respecto a las composiciones con menor cantidad de refuerzo.

Tabla 4. Propiedades térmicas del PLA y los materiales compuestos obtenidas por DSC.

Muestra	Tg (°C)	Tm (°C)	Tc (°C)	ΔHm (J/g)	ΔHc (J/g)	Xc (%)
PLA Puro	54,1	154,06	-	27,72	-	29,81
T30-5%	51,5	146,92	91,4	27,13	7,88	31,84
T30-10%	53,4	147,73	87,9	27,86	25,39	32,09
T30-15%	53,8	149,19	89,0	28,55	32,36	36,12
T60-5%	50,7	148,97	88,0	28,07	13,08	31,77
T60-10%	52,0	148,35	91,8	29,98	-	32,82
T60-15%	51,1	149,66	85,2	30,35	25,25	34,60
T100-5%	52,0	151,46	89,5	26,28	3,46	29,75
T100-10%	47,4	152,45	89,9	28,07	8,61	31,12
T100-15%	52,0	152,37	79,2	30,21	11,14	33,16

La temperatura de transición vítrea Tg y la temperatura de fusión Tm disminuye un poco en todos los materiales compuestos respecto al PLA puro. Esta disminución en Tg significa que los materiales compuestos requieren menos energía para su movimiento molecular; del mismo modo la disminución en Tm ya que la fusión está relacionada con el movimiento molecular. (Su et al. 2009). Resultados similares se observan en el trabajo desarrollado por Ho et al. (2015); en el que también se menciona que la movilidad de las moléculas pudiese aumentar, lo que significa que los materiales compuestos pueden necesitar más energía para cristalizarse, y por lo tanto, Tc aumenta también.

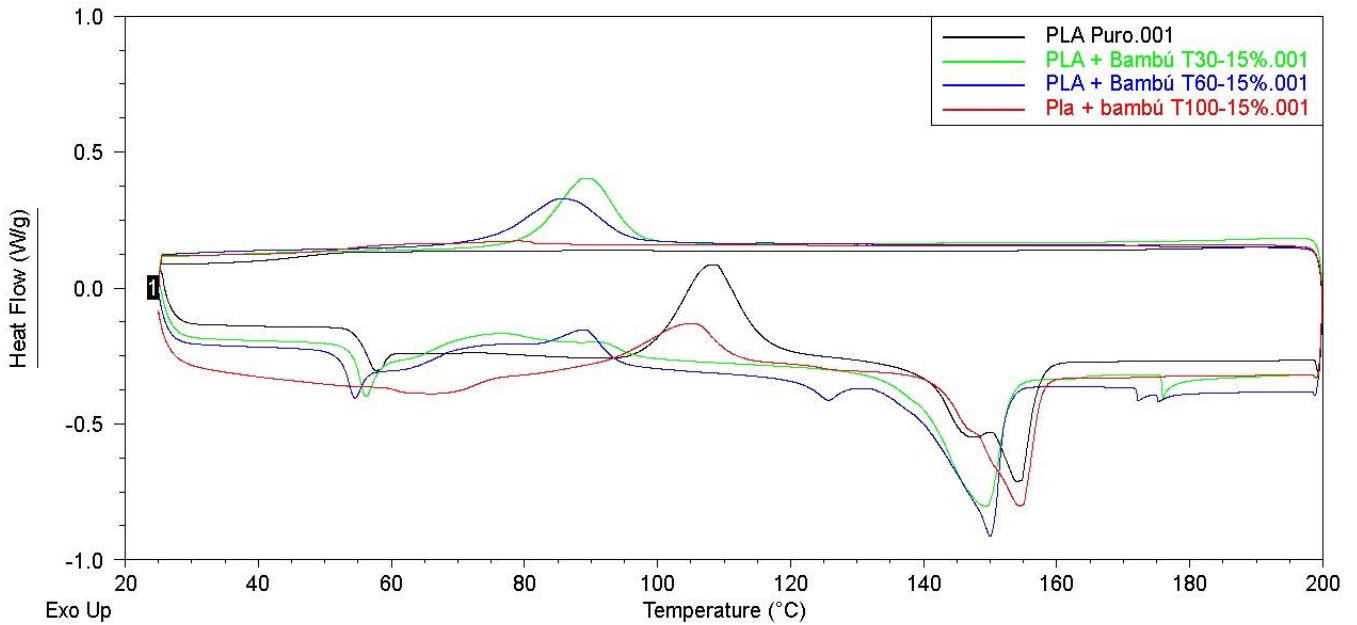


Figura 4. Termogramas del DSC realizado en las muestras de PLA puro y de material compuesto con mayor grado de cristalinidad.

Se puede apreciar que el material con mayor grado de cristalinidad es el que tiene mayor tamaño de partícula; es decir, T30 (600µm). En la Figura 4 se observa que el PLA puro no presenta cristalización en caliente, mientras que los materiales compuestos si se presenta esta propiedad; teniendo el material T30-15% una entalpía de cristalización de 32,36 J/g. Con estos resultados se puede decir que el PB actúa como un agente que favorece la nucleación y mejora la cristalinidad del material compuesto. El material con mayor tamaño de partícula y mayor contenido de PB (T30-15%) es el que tiene mayor grado de cristalinidad, consecuentemente es el material con mejores propiedades mecánicas y térmicas.

3.2.3 Análisis termo mecánico (TMA)

En la Tabla 5 se presentan los coeficientes de expansión térmica lineales (CET) obtenidos por TMA para el PLA puro y los materiales compuestos antes de Tg. Se puede observar que el CET disminuye conforme aumenta el contenido de PB en la matriz de PLA, esto es debido a que el PB genera esfuerzos internos en la matriz polimérica que hacen que los materiales compuestos se expandan menos en relación con el PLA puro.

Tabla 5. Coeficientes de expansión térmica lineales del PLA puro y los materiales compuestos.

Muestra	CET antes de Tg (26 °C a 50 °C) [µm/m °C]
PLA Puro	89,01
T30-5%	86,77
T30-10%	84,42
T30-15%	79,78
T60-5%	88,20
T60-10%	87,98
T60-15%	81,83
T100-5%	85,63
T100-10%	84,51
T100-15%	81,50

4. CONCLUSIONES

El módulo de Young aumenta con el incremento de PB en los materiales compuestos debido a que la resistencia creada por las partículas de PB reducen la deformabilidad de las macromoléculas de PLA, por lo que al incorporar partículas PB a la matriz del PLA se reduce la movilidad de las estructuras del PLA y se mejora la rigidez del material compuesto.

La adición de PB a la matriz de PLA mejora el grado de cristalinidad del material compuesto ya que actúa como agente de nucleación; consecuentemente algunas propiedades mecánicas y térmicas de los materiales compuestos son superiores respecto a la matriz polimérica sin refuerzo, teniendo las mejores propiedades en los materiales con mayor contenido y mayor tamaño de partícula de PB, en el caso de este estudio corresponde al material T30-15%.

El PB acelera el proceso de degradación térmica del material compuesto y por lo tanto la temperatura a la que empieza la degradación para los compuestos son menores a la del PLA puro, además debido a que el PB bloquea la reacción de grupos químicos que restringen la pérdida de peso, se obtienen mayores cantidades de residuos para los materiales compuestos que para el PLA puro.

El PB genera esfuerzos internos en la matriz de PLA, por eso los materiales compuestos se expanden menos y el coeficiente de expansión térmica lineal CET es menor para los materiales compuestos que para el PLA puro.

El material compuesto con matriz de PLA y PB puede ser empleado en la fabricación de contenedores reforzados para alimentos debido a que el polvo de bambú (PB) inhibe el crecimiento de bacterias y mejora algunas propiedades mecánicas y térmicas de la matriz y el PLA tiene

características de barrera de sabor y olor. También se puede emplear este material compuesto como madera plástica en algunas aplicaciones como muebles de jardinería, puertas, pisos y elementos decorativos que comúnmente se los construye con madera.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a los estudiantes de la cátedra de Ciencia de Materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica de la Escuela Politécnica Nacional por su colaboración al procesar los materiales compuestos.

REFERENCIAS

Amass, W., Amass, A., & Tighe B. (1998). A review of biodegradable polymers: uses, current developments in the synthesis and characterization of biodegradable polyesters, blends of biodegradable polymers and recent advances in biodegradation studies, *Polymer International*, 47(2), 89–144. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0126\(199810\)47:2<89::AID-PI86>3.0.CO;2-F](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0126(199810)47:2<89::AID-PI86>3.0.CO;2-F)

Ashori, A. (2008). Wood-plastic composites as promising green-composites for automotive industries, *Bioresource Technology*, 99 (11), 4661–4667. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.09.043>

Auras, R., Tak, Lim, L., Selke, S., & Tsuji, H. (2010). *Poly (Lactic Acid) Synthesis, Structures, Properties, Processing, and Applications*, Hoboken, NJ: Wiley.

Auras, R., Harte, B., & Selke S. (2004). An overview of polylactides as packaging materials, *Macromolecular Bioscience*; 4(9), 64–85. <https://doi.org/10.1002/mabi.200400043>

Behzad, H., Ashori, A., Tarmian, A., & Tajvidi M. (2012). Impacts of wood preservative treatments on some physico-mechanical properties, *Construction and Building Materials*. 35, 246–250. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.04.007> of wood flour/high density polyethylene composites

Chen, X. (1996). Bamboo Fiber Reinforced Polypropylene Composites (Structure, Morphology, and Properties), The Hong Kong University of Science and Technology, 2-3. <https://doi.org/10.14711/thesis-b524628>

Dong, Y., Ghataura, A., Takagi, H., Haroosh, H.J., Nakagaito, A.N., & Lau, K.T. (2014). Poly(lactic acid (PLA) biocomposites reinforced with coir fibres: Evaluation of mechanical performance multifunctional properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 63, 76–84. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.04.003>

Dorgan, J.R., Lehermeier, H., & Mang, M. (2008). Thermal and rheological properties of commercial-grade poly(lactic acid)s. *Journal of Polymers and the Environment*, 8 (1), 1–9. <https://doi.org/10.1023/A:1010185910301>

Essabir, H., Hilali, E., Elgharad, A., El Minor H., Imad, A., Elamraoui, A., & Gaoudi, O. (2013). Mechanical and thermal properties of bio-composites based on polypropylene reinforced with Nut–shells of Argan particles. *Materials and Design*, 49 (1), 442–448. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.01.025>

Garlotta, D. (2001). A Literature Review of Poly(Lactic Acid), *Journal of Polymers and the Environment*, 9(2), 63–84. <https://doi.org/10.1023/A:1020200822435>

Ho, M., Lau, K., Wang, H., & Hui, D. (2015). Improvement on the Properties of Poly(lactic acid (PLA) using Bamboo Charcoal Particles, *Composites Part B: Engineering*, 81, 14–25. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.05.048>

Innocent, O., Innocent, C., & Martin, U. (2013). The effects of bamboo powder on some mechanical properties of recycled low density polyethylene (rldpe) composites, *Part II Natural and Applied Sciences*. 4 (1), 409–419. Obtenido de: [www.savap.org.pk/journals/ARInt./Vol.4\(1\)/2013\(4.1-44\).pdf](http://www.savap.org.pk/journals/ARInt./Vol.4(1)/2013(4.1-44).pdf)

Kumar, N., Ranghul, K., & Jeyakumar R. (2016). Study on Mechanical Behavior of Bamboo Fiber Reinforced With Polymer Matrix Composite: A Review. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, 5 (7), 66–67. Obtenido de: <https://www.ijirset.com/upload/2016/tapsa/TAPSA%2013.pdf>

Li, X., Lei, B., Lin, Z., Huang, L., Tan, S., & Cai, X. (2013). The utilization of bamboo charcoal enhances wood plastic composites with excellent mechanical and thermal properties, *Materials and Design*, 53, 419–424. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2013.07.028>

Phutane, P., Vijay, Kumar S. J., Sekhar, R., & Singh T.P. (2013). Synthesis and Characterization of SiC Reinforced HE-30 Al Alloy Particulate MMCs. *International Journal of Engineering & Technology (IJET)*, 5(3), 2866–2870. Obtenido de: www.enggjournals.com/ijet/docs/IJET13-05-03-313.pdf

Ponce, S., & Guerrero, V. (2014). Propiedades mecánicas de compuestos biodegradables elaborados a base de ácido poliláctico reforzados con fibras de abacá. *Revista Politécnica*. 33(2), 23–31. Obtenido de: http://www.revistapolitecnica.epn.edu.ec/ojs2/index.php/revista_politecnica2/article/viewFile/56/pdf

Rahman, M., Huque, M., Md., Islam, N., & Hasan, M. (2009). Mechanical properties of polypropylene composites reinforced with chemically treated abaca. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40 (4), 511–517. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.01.013>

Ratna, A., & Mohana, K. (2011). Mechanical properties of natural fibre reinforced polyester composites: Jowar, sisal and bamboo. *Materials and Design*, 32 (8, 9), 4658–4663. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.03.015>

Salmah, H., Ismail, H., & Bakar, A. (2007). The Effects of Dynamic Vulcanization and Compatibilizer on Properties of Paper Sludge-Filled Polypropylene/Ethylene Propylene Diene Terpolymer Composites. *Journal of Polymer Applied Science*, 107 (4), 2266–2273. <https://doi.org/10.1002/app.27367>

Su, Z., Guo, W., Liu, Y., Li, Q., & Wu, C. (2009). Non-isothermal crystallization kinetics of poly (lactic acid)/modified carbon black composite. *Polymer Bulletin*; 62(5): 629–642. Obtenido de: https://www.researchgate.net/publication/226995345_Nonisothermal_crystallization_kinetics_of_poly_lactic_acidmodified_carbon_black_composite

BIOGRAFÍAS



Kleber Orlando Campaña Cruz. Ingeniero Mecánico graduado en la Escuela Politécnica Nacional (EPN), 2010. Especialista del Laboratorio de Nuevos Materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica de la EPN desde septiembre de 2014. Experiencia en la operación de equipos de procesamiento y caracterización de materiales compuestos,

caracterización mecánica, microscopía electrónica de barrido (SEM), dispersión dinámica de luz láser (DLS), espectroscopía Raman, análisis termo mecánico (TGA, DSC, TMA), análisis de superficie específica (BET). Participación en proyectos de investigación relacionados al desarrollo de nuevos materiales que incluyen compuestos de matriz polimérica y materiales nano estructurados con propiedades multifuncionales.



Víctor Hugo Guerrero Barragán. Profesor Principal y Decano de la Facultad de Ingeniería Mecánica. Cursó estudios de Doctorado en la Universidad de Búfalo, graduándose con honores. Ha participado en proyectos de investigación, publicado un número significativo de artículos y es coautor de un libro. Fue

pionero en los trabajos en nanotecnología en Ecuador, habiendo recibido varios reconocimientos académicos. Bajo su dirección se creó el Laboratorio de Nuevos Materiales. Como miembro de la Comisión de Evaluación Interna, participó en la acreditación de la EPN como institución categoría A. Se ha desempeñado como consultor para instituciones públicas y privadas.