



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICO BIOLÓGICAS
MAESTRÍA EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

**“ELABORACIÓN DE MATERIALES BIODEGRADABLES A PARTIR
DE UNA MATRIZ DE ALMIDÓN REFORZADA CON FIBRAS DE
CELULOSA DE BAGAZO DE CAÑA.”**

T E S I S

Que presenta:

IBQ. ALFONSO BERNAL PARRA

Para obtener el grado de

MAESTRO EN CIENCIA

Y

TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

DIRECTOR

DR. ERNESTO AGUILAR PALAZUELOS



Dirección General de Bibliotecas
Ciudad Universitaria
Av. de las Américas y Blvd. Universitarios
C. P. 80010 Culiacán, Sinaloa, México.
Tel. (667) 713 78 32 y 712 50 57
dgbuas@uas.edu.mx

UAS-Dirección General de Bibliotecas

Repositorio Institucional Buelna

Restricciones de uso

Todo el material contenido en la presente tesis está protegido por la Ley Federal de Derechos de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

Queda prohibido la reproducción parcial o total de esta tesis. El uso de imágenes, tablas, gráficas, texto y demás material que sea objeto de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente correctamente mencionando al o los autores del presente estudio empírico. Cualquier uso distinto, como el lucro, reproducción, edición o modificación sin autorización expresa de quienes gozan de la propiedad intelectual, será perseguido y sancionado por el Instituto Nacional de Derechos de Autor.

Esta obra está bajo una Licencia Creative Commons Atribución-No Comercial
Compartir Igual, 4.0 Internacional



PRESENTACIÓN

Este trabajo fue realizado en los laboratorios de Caracterización Físicoquímica y Reológica y Análisis Proximales en el Posgrado de Ciencia y Tecnología de Alimentos de la Facultad de Ciencias Químico Biológicas de la Universidad Autónoma de Sinaloa, bajo la dirección del Dr. Ernesto Aguilar Palazuelos. El IBQ. Alfonso Bernal Parra recibió beca del Consejo Nacional de Humanidades, Ciencia y Tecnología, CONAHCYT.

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer de manera infinita a mi **Esposa Diana, a mis hijos Alejandro y Natalia** que con su apoyo me dieron ánimos de continuar a pesar de las adversidades de la pandemia y falta de tiempo.

Al **Dr. Ernesto Aguilar Palazuelos** por la oportunidad de trabajar en el equipo y bríndame su mano cuando las cosas se pusieron difíciles.

Al **MC. Agustín López Díaz** y la **Dra. Alma Ahydee Astorga Gaxiola** por su amistad, apoyo y respaldo, sin ustedes esto no hubiera sido posible.

A la **Universidad Autónoma de Sinaloa** por brindarme esta oportunidad de formarme como profesional a través de la **Facultad de Ciencias Químico-Biológicas** y proporcionarme las herramientas para completar satisfactoriamente esta etapa. Asimismo, a **CONAHCyT** por el apoyo otorgado durante este periodo de formación académica.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS	viii
ÍNDICE DE CUADROS	x
I. RESUMEN.....	1
II. ABSTRACT	2
III. INTRODUCCIÓN.....	3
IV. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	5
A. BIOPOLIMEROS	5
1. Biopolímeros a partir de residuos agrícolas	8
B. BIOCOPÓSITOS	11
1. Fibras Naturales.....	13
a. Propiedades mecánicas	16
b. Propiedades tensiles	17
c. Flexibilidad	19
d. Propiedades de impacto.....	20
e. Tenacidad y dureza	21
2. Almidón.....	21
a. Cristalinidad.....	27
b. Gelatinización.....	27
c. Retrogradación.....	28
3. Almidón termoplastificado	30
a. Modificaciones químicas del almidón	32

b.	Entrecruzamiento del almidón	36
4.	Caña de azúcar.....	37
a.	Bagazo de caña como reforzamiento de compósitos	40
C.	EXTRUSIÓN.....	42
1.	Extrusión del almidón.....	45
V.	JUSTIFICACIÓN	48
VI.	HIPÓTESIS	49
VII.	OBJETIVOS	50
A.	OBJETIVO GENERAL.....	50
B.	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	50
VIII.	MATERIALES Y METODOS	51
A.	Materiales.....	51
B.	Selección de la matriz polimérica.	51
1.	Elaboración de Biocompósitos.....	52
C.	PROPIEDADES MECÁNICAS	54
1.	Ensayos de tensión deformación	54
2.	Propiedades Fisicoquímicas	54
a.	Índice de Desintegración en Agua (IDA).....	54
b.	Capacidad de Absorción de Agua.....	55
c.	Índice de solubilidad en agua (ISA) e Índice de absorción en agua (IAA).	
	56	
3.	Análisis de biodegradabilidad	57

4.	Análisis estadístico.....	57
IX.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	59
A.	Propiedades fisicoquímicas de la fibra de bagazo de caña sometida a diferentes tratamientos.....	59
B.	Elaboración por extrusión de biocompósitos reforzados con fibras de celulosa, variando la matriz polimérica para la evaluación de características fisicoquímicas y mecánicas.	62
1.	Resultados experimentales de las variables de respuesta de los biocompósitos de almidón de trigo y fibra de bagazo de caña.	66
2.	Propiedades fisicoquímicas	66
a.	Absorción de humedad a 53% (AH%).....	66
b.	Solubilidad en agua (S)	69
c.	Índice de absorción de agua	72
d.	Índice de Solubilidad de Agua	75
e.	Biodegradabilidad.....	78
f.	Módulo de Young (E).....	80
g.	Elongación (ϵ).....	82
h.	Resistencia a la tracción (σ).....	82
i.	Optimización.....	86
IX	CONCLUSIONES	90
X.	BIBLIOGRAFÍA.....	91

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura	Descripción	Pág.
1	Clasificación de los biopolímeros	6
2	Tipos de Residuos en la agricultura	9
3	Principales aplicaciones de los compuestos poliméricos reforzados con fibras naturales (PRFN)	12
4	Ciclo de vida de los plásticos reforzados con fibras naturales (PRFN)	15
5	Representación esquemática de los componentes del almidón.	23
6	Estructura del gránulo del almidón	24
7	Micrografías obtenidas por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) de gránulos de almidón de diferentes fuentes botánicas	25
8	Representación de las transformaciones de fase del almidón	29
9	Reacciones presentes durante el proceso de oxidación del almidón	35
10	Bagazo de caña de azúcar	38
11	Diferentes tipos de extrusores	43
12	Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña y contenido de glicerol sobre la absorción de humedad a 53% (AH53%).	70
13	Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña y contenido de glicerol sobre la solubilidad (Solubilidad).	71
14	Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña y contenido de glicerol sobre el índice de absorción en agua (IAA)	73

15	Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña acetilada y contenido de glicerol sobre el índice de solubilidad en agua (ISA).	77
16	Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña y contenido de glicerol sobre el índice de biodegradabilidad	79
17	Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña y contenido de glicerol sobre el módulo de Young.	81
18	Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña y contenido de glicerol sobre la máxima extensión por tracción.	83
19	Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña y contenido de glicerol sobre el máximo esfuerzo de tracción.	85
20	Deseabilidad individual y global (combinada) de los factores de estudio y variables de respuesta analizadas durante la optimización.	88

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro	Descripción	Pág.
1	Distintas fuentes de almidón y sus proporciones de amilosa/amilopectina y cristalinidad	26
2	Tipos de modificación química del almidón y sus propiedades	33
3	Diseño central compuesto rotatable con 13 tratamientos y $\alpha = 1.414$	53
4	Propiedades fisicoquímicas de la fibra de bagazo de caña, fibra alcalinizada y fibra blanqueada.	61
5	Propiedades fisicoquímicas y mecánicas de biocompuestos de maíz, papa y trigo.	63
6	Propiedades fisicoquímicas de los biocompuestos de almidón de trigo y fibra de bagazo de caña.	66
7	Análisis de varianza de las propiedades mecánicas y fisicoquímicas de los biocompuestos de almidón reforzados con bagazo de caña.	68
8	Criterios y límites empleados para la optimización numérica.	87

I. RESUMEN

En las últimas décadas, la preocupación por el impacto ambiental de los materiales no renovables, como el petróleo, ha aumentado. Por ello, se busca generar biocompuestos sostenibles con mejores propiedades mecánicas para aplicaciones prácticas. Al emplear subproductos agrícolas, se promueve una economía circular, reduciendo la dependencia de plásticos derivados del petróleo y la generación de residuos. El uso del bagazo de caña de azúcar añade valor a un residuo agrícola abundante y fomenta prácticas industriales sostenibles, beneficiando a las comunidades rurales. El objetivo de este proyecto es ofrecer una alternativa ecológica a los plásticos convencionales mediante materiales biodegradables de almidón reforzado con fibras de celulosa de bagazo de caña. Para cumplir con el objetivo del proyecto se evaluaron las propiedades fisicoquímicas del bagazo de caña y de fibras obtenidas por alcalinización y blanqueado, y se elaboraron biocompuestos por extrusión con matrices poliméricas de maíz, papa y trigo. Se optimizaron las propiedades mecánicas de las matrices (ϵ , σ y E). Las fibras tratadas por blanqueamiento mostraron mejores características, disminuyendo la lignina y hemicelulosa e incrementando más celulosa, FND y FAD. El almidón de trigo presentó las mejores características mecánicas y fue elegido para fortificarlo con el bagazo blanqueado. Un contenido de fibra de 8.8% y 12.7% de glicerol permitió elaborar un biocompuesto con características óptimas. Los resultados de este proyecto representan un avance significativo en la búsqueda de alternativas ecológicas a los plásticos convencionales, combinando innovación, sostenibilidad y uso eficiente de recursos naturales e industriales.

II. ABSTRACT

In recent decades, concern about the environmental impact of non-renewable materials, such as petroleum, has increased. Consequently, the aim is to generate sustainable biocomposites with improved mechanical properties for practical applications. Utilizing agricultural by-products promotes a circular economy, reducing dependence on petroleum-derived plastics and waste generation. The use of sugarcane bagasse adds value to an abundant agricultural residue and promotes sustainable industrial practices, benefiting rural communities. The objective of this project is to offer an environmentally friendly alternative to conventional plastics through biodegradable starch materials reinforced with cellulose fibers from sugarcane bagasse. To achieve this objective, the physicochemical properties of sugarcane bagasse and fibers obtained through alkalinization, and bleaching were evaluated, and biocomposites were produced by extrusion with polymeric matrices of corn, potato, and wheat. The mechanical properties of the matrices (ϵ , σ , and E) were optimized. Fibers treated by bleaching showed improved characteristics, with decreased lignin and hemicellulose and increased cellulose, neutral detergent fiber (NDF), and fiber acid detergent (FAD). Wheat starch exhibited the best mechanical properties and was selected for fortification with the bleached bagasse. A fiber content of 8.8% and 12.7% glycerol enabled the production of a biocomposite with optimal characteristics. The results of this project represent a significant advancement in the search for ecological alternatives to conventional plastics, combining innovation, sustainability, and the efficient use of natural and industrial resources.

III. INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas ha ido en aumento la preocupación por los efectos que el uso de materiales elaborados de fuentes no renovables como el petróleo tienen sobre el medio ambiente. Por lo tanto, existe un esfuerzo a nivel mundial por desarrollar materiales elaborados de fuentes renovables como los polímeros biodegradables, que sean más amigables con el entorno, fácilmente reincorporados al medio ambiente, de fácil procesamiento y precio accesible comparado con los materiales ya existentes (Jagadeesh y col 2021).

El almidón, componente natural del jugo de caña de azúcar, es causante de pérdidas y problemas operacionales en la industria azucarera, debido al incremento en la viscosidad en el jugo, que inhibe la cristalización e incrementa la pérdida de sacarosa (Chávez y col 2023). Sin embargo, cumple las expectativas descritas anteriormente, y a menudo se ha utilizado como uno de los materiales naturales para crear polímeros biodegradables ya que presenta la compostabilidad total sin producir residuos tóxicos y es relativamente fácil de obtener del medio ambiente, lo que lo convierte en un material rentable. (NAFCHI y col 2013).

Los almidones al ser tratados con alta temperatura y fuerza de cizalla en presencia de plastificantes, los gránulos sufren un rompimiento que conduce a una masa fundida homogénea conocida como almidón termoplástico (TPS), el material resultante puede procesarse con tecnologías convencionales utilizadas para la fabricación de polímeros sintéticos (Surendren y col 2022). Sin embargo, estos materiales presentan algunas desventajas como: la falta de rigidez y su carácter altamente hidrófilo. Además, con el tiempo la estabilidad estructural se reduce por

la retrogradación haciendo que el material se vuelva opaco y más elástico, los que provoca la pérdida de propiedades en ambientes con alto porcentaje de humedad.

Una alternativa es la utilización del almidón reforzado con fibras naturales, como la celulosa, el lino, el yute, etc. (Ma y col 2005; Bodros y col 2007). Con este refuerzo, las propiedades mecánicas del almidón mejoran, mientras que el envejecimiento, el carácter hidrófilo y los valores de contracción disminuyen (Surendren y col 2022).

En este sentido el objetivo del presente proyecto fue el de elaborar materiales biodegradables a partir de una matriz de almidón reforzada con fibras de celulosa de bagazo de caña.

IV. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

A. BIOPOLIMEROS

El prefijo "bio" en el término "biopolímeros" significa que estos polímeros se producen intrínsecamente a partir de materia viva. Formados por moléculas estructuradas en forma de cadenas, lineales o ramificadas/reticuladas, los biopolímeros han revolucionado el mundo de los materiales. Las unidades monoméricas de la mayoría de los biopolímeros suelen consistir en moléculas recurrentes de ácido nucleico de nucleótidos, proteínas de aminoácidos o sacáridos derivados de azúcares. (Cuevas-Carballo y col 2017; Ashish y col 2020).

Los biopolímeros se clasifican exhaustivamente en dos grupos principales: biodegradables y no biodegradables (**Figura 1**). La importancia de realizar investigaciones meticulosas sobre biopolímeros radica en el desarrollo de nuevos productos que se degraden de manera inocua. Igualmente, relevante es la clasificación de los biopolímeros según su origen, ya que pueden ser producidos a partir de fuentes naturales (plantas, animales y microorganismos) o de combustibles fósiles. En términos de cantidad, los biopolímeros de base biológica no degradables superan a los biopolímeros biodegradables de base biológica en su aplicabilidad en diversas áreas funcionales (George y col 2020; Lizárraga-Cárdenas y col 2024)

Polímeros de biomasa tales como los agro-polímeros de recursos agrícolas:

- Polisacáridos como almidones (trigo, patatas, maíz), productos lignocelulósicos (madera, paja, etc.) y otros (pectinas, quitosano / quitina, gomas).

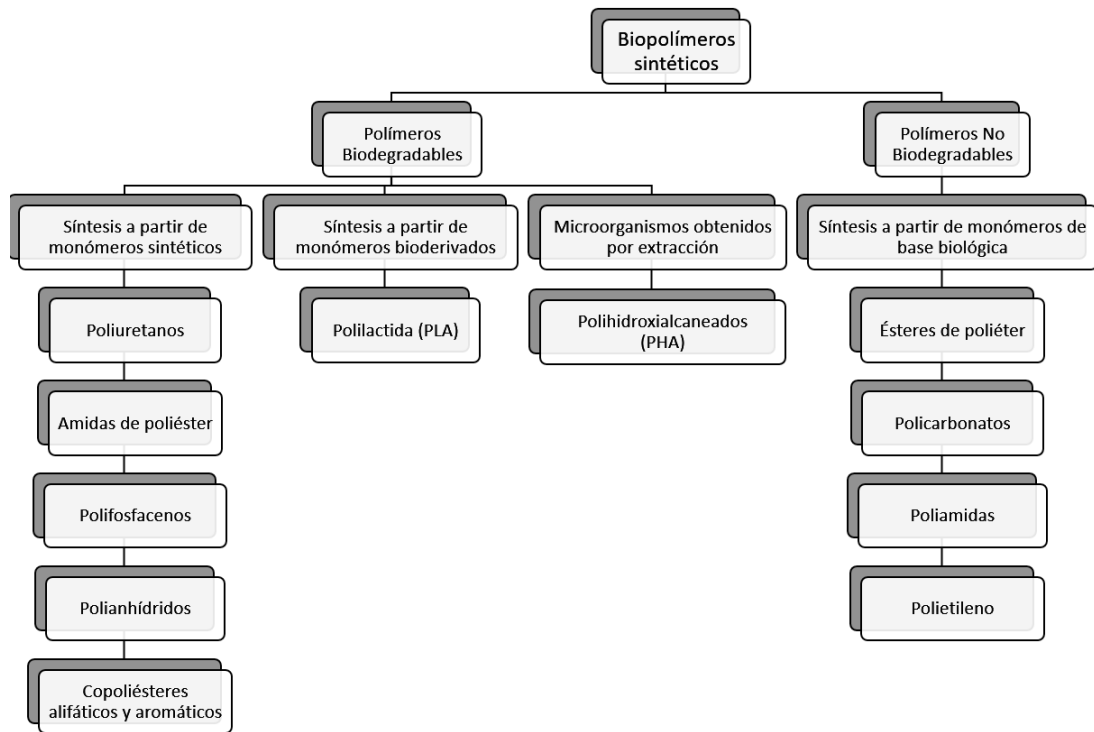


Figura 1. Clasificación de los biopolímeros (George y col 2020; Lizárraga-Cárdenas y col 2024)

- Proteínas y lípidos de animales (caseína, suero de leche, colágeno / gelatina) y plantas (zeína, soya y gluten).

Polímeros obtenidos por producción microbiana:

- polihidroxicanoatos (PHA) tales como polihidroxibutirato (PHB) y polihidroxibutirato cohidroxivalerato (PHBv).
- Polímeros químicamente sintetizados usando monómeros obtenidos a partir de recursos agrícolas, por ejemplo, poliácido láctico (PLA).

Polímeros cuyos monómeros y polímeros se obtienen por síntesis química a partir de recursos fósiles:

- Policaprolactonas (PCL), poliesteramidas (PEA), copoliésteres alifáticos (ejem. PBSA) y copoliésteres aromáticos (ejem. PBAT).

Por otro lado, con base en su capacidad de respuesta a las condiciones térmicas, los biopolímeros se dividen en elastómeros, termoestables y termoplásticos. Recientemente, los termoestables de origen biológico han generado mayor interés para el desarrollo de componentes en comparación con los termoplásticos de origen biológico. Por su parte, los elastómeros han impulsado a numerosos científicos e investigadores a desarrollar materiales innovadores con propiedades específicas. Además, en función de su composición, los biopolímeros se clasifican en tres categorías: mezclas, laminados y compuestos. Muchos biopolímeros han mostrado un gran potencial para ser procesados mediante técnicas de mezcla (George y col 2020).

1. Biopolímeros a partir de residuos agrícolas

La agroindustria se refiere a un conjunto de procesos de manufactura que transforman materias primas agrícolas en productos de mayor valor agregado (Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación [FAO], 2023). Esta industria se destaca como uno de los segmentos más importantes y vitales del sector económico, aunque también es una de las mayores generadoras de grandes cantidades de residuos (**Figura 2**) (Preciado y col 2022).

Los residuos agroindustriales han captado el interés debido a sus características físicas, químicas y biológicas (Aguilar y col 2022). Además, su abundante disponibilidad, renovabilidad, biodegradabilidad y bajo consumo energético les otorgan un gran potencial para aplicaciones en diversas industrias como la medicina, la construcción y la agroalimentaria. Estas características permiten mitigar los impactos ambientales negativos, agregar valor a los residuos y mejorar la economía regional (Morales-Escobar y col 2023).

Smyth y col (2017) destacan la importancia de utilizar materiales provenientes de residuos agrícolas en la producción de biopolímeros, ya que esto contribuiría a reducir el impacto ambiental y optimizar el uso del suelo, al emplear los residuos agrícolas como materia prima. Asimismo, Cornejo-Reyes y col (2020) indican que los cultivos pueden ser procesados para generar productos de base biológica sin afectar la sostenibilidad alimentaria. En otras palabras, esto se logra sin disminuir la disponibilidad del cultivo destinado para alimentación u otros usos. Además, es importante señalar que la amplia disponibilidad, la rentabilidad y las diversas

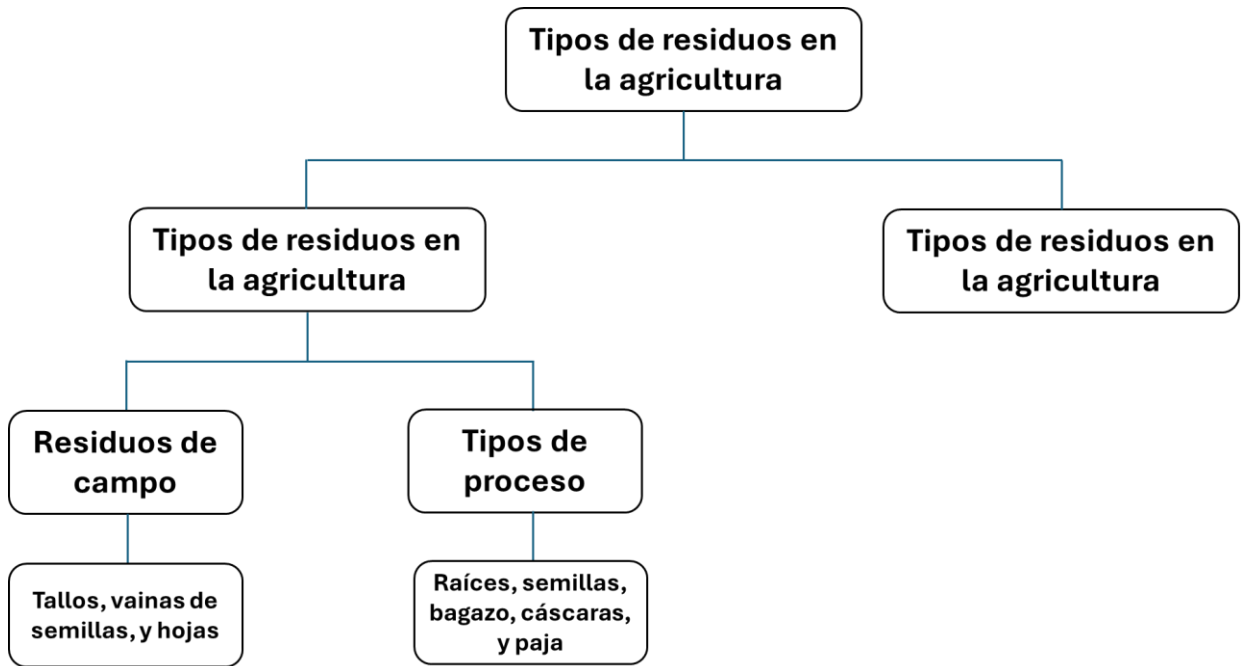


Figura 2. Tipos de Residuos en la agricultura (modificado de Morales-Escobar y col 2023)

propiedades de los recursos vegetales proporcionan una perspectiva económica prometedora para el desarrollo de polímeros de origen vegetal (Yadav y col 2021).

En la literatura, existen numerosas investigaciones sobre la obtención de biopolímeros a partir de recursos vegetales, como residuos de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) (De Resende y Da Costa, 2019), yuca (*Manihot esculenta*) (Jumaidin y col 2020), maíz (*Zea mays*) (Avellán y col 2020; Bernhardt y col 2019; Costa y col 2015; Smyth y col 2017), cacao (*Theobroma cacao L.*) (Herrera-Rengifo y col 2020), cáscara de papa (*Solanum tuberosum*) (Cornejo-Reyes y col 2020), y paja de arroz (*Oryza sativa*) entre otros (Sindhu y col 2016).

Sin embargo, se ha informado que los biopolímeros actualmente representan solo una fracción muy pequeña del mercado de polímeros, con un 1% de la producción mundial (Kosior y Mitchell, 2020). A pesar de esto, Bajpai (2019) señala que la producción de biopolímeros sigue creciendo anualmente y están emergiendo como una alternativa viable para reemplazar a los polímeros petroquímicos. Kabir y col (2020) indican que, si los biopolímeros mejoran en términos de biodegradabilidad y cumplen con todas las especificaciones técnicas, como las propiedades fisicoquímicas y las funcionalidades mecánicas requeridas, podrían convertirse en una innovación destacada en el mercado. Además, se proyecta que la capacidad de producción mundial de bioplásticos aumente de 2.1 millones de toneladas métricas en 2020 a 2.8 millones de toneladas métricas en 2025 (European Bioplastics, 2020).

B. BIOCOMPÓSITOS

Los compósitos son mezclas heterogéneas de materiales estructurales, elaboradas al combinar dos o más materiales constituyentes con propiedades significativamente diferentes. El término "biocompósitos" se refiere a los materiales compuestos biodegradables que se obtienen al reforzar diversas fibras naturales de origen animal y vegetal con biopolímeros, tanto naturales como sintéticos (Christian y col 2020). En estos materiales compuestos, la fibra natural actúa como agente de refuerzo en una fase discontinua, que se incorpora a la matriz de biopolímero en fase continua, mejorando así la rigidez y la resistencia a la tracción del compósito resultante. El objetivo de preparar este tipo de compósitos es lograr un producto que combine un buen rendimiento mecánico con durabilidad, gracias a las propiedades de la fibra natural y del biopolímero, respectivamente. Por lo general, los biocompósitos alcanzan valores máximos de rigidez y resistencia a la tracción que varían entre 1 y 4 GPa y entre 20 y 200 MPa, respectivamente (Azammi y col 2020; Aaliya y col 2021).

Los refuerzos de fibras naturales también afectan a las propiedades térmicas, la conductividad eléctrica, las características morfológicas, la cristalinidad, la degradabilidad y el coste de producción de los biocompósitos. Las principales aplicaciones de estos compuestos poliméricos reforzados con fibras naturales se encuentran en los campos de la automoción, la industria aeroespacial y las construcciones estructurales (**Figura 3**) (Hosseini y col 2020). Algunas ventajas notables de las aplicaciones de esta clase de compósitos son la sostenibilidad, la rentabilidad, las características de ligereza, la apreciable resistencia específica, la

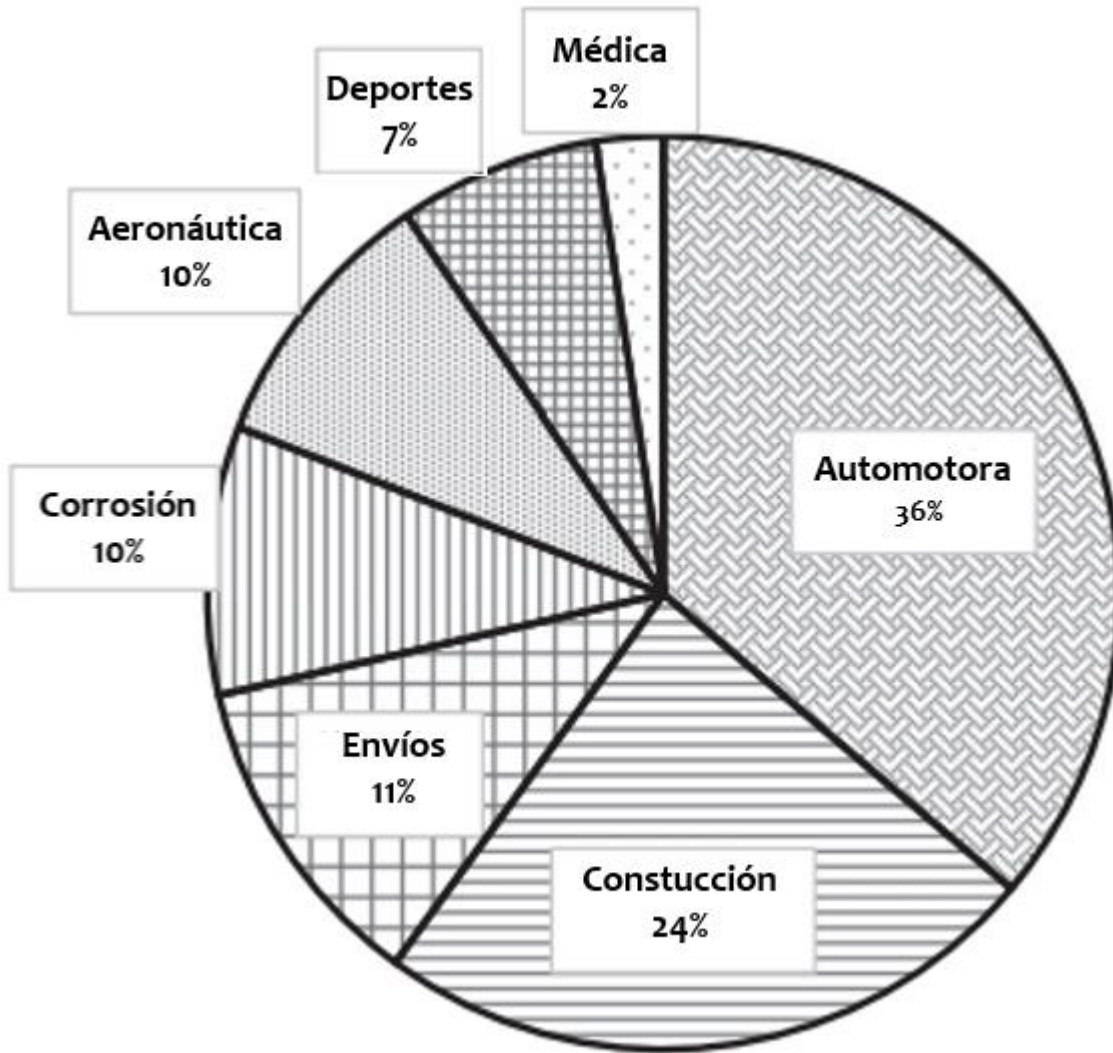


Figura 3. Principales aplicaciones de los compuestos poliméricos reforzados con fibras naturales (PRFN) (Hosseini y col 2020).

biodegradabilidad, el respeto por el medio ambiente de los materiales renovables y la salud y seguridad del fabricante y los consumidores (Mohamed y col 2018).

Las propiedades de los materiales de los biocompuestos se ven afectadas por el tipo de fibra, el porcentaje de contenido de fibra, la absorción de humedad de la fibra, el método de modificación de la superficie de la fibra, la estructura y el diseño del material compuesto, la adhesión interfacial entre la fibra y la matriz, la presencia de huecos y la incorporación de aditivos como plastificantes, compatibilizantes, nanorrellenos y agentes aglutinantes (Kabir y col 2012; Getme y col 2020). Diversos materiales de refuerzo y plastificantes afectan a la densidad, la sensibilidad al agua, la permeabilidad a los gases, la degradabilidad y la vida útil de los biocompuestos. Así pues, la hidrofiliidad de la fibra natural y la hidrofobicidad del biopolímero impulsan a los investigadores a modificar la superficie de las fibras para mejorar la adhesión entre ellas en un compuesto. El rendimiento se mejora mediante la modificación química en función del tipo de procesamiento, los requisitos de procesamiento y las condiciones ambientales (Vinod y col 2020). La biocompatibilidad y la durabilidad de los materiales compuestos de biopolímeros son motivo de gran preocupación, ya que no existe ninguna solución adecuada adaptada hasta ahora para controlar completamente estos dos factores (Aaliya y col 2020).

1. Fibras Naturales

Desde los primeros tiempos de la civilización, las fibras naturales se han empleado para fabricar cuerdas, cordeles y tejidos, y han desempeñado un papel importante en la sociedad. Las fibras naturales no dañan el medio ambiente, ya que

son recursos sostenibles, neutros en carbono, renovables y biodegradables (Vinod y col 2020). Debido a su versatilidad y disponibilidad local, las fibras naturales son materiales alternativos potenciales a las fibras sintéticas en la industria de los compuestos (Azammi y col 2020). A diferencia de las fibras sintéticas, las fibras naturales son biodegradables y ecológicas por naturaleza. Son recursos renovables que poseen propiedades notables como ligereza, baja densidad, fácil producción y procesabilidad, y rentabilidad (Hosseini y col 2020). En la actualidad se prefieren las fibras naturales a las sintéticas, ya que las primeras producen un menor desgaste de la máquina y sus piezas durante el procesamiento, y además no contaminan la masa terrestre ni las masas de agua (Getme y col 2020). Estas fibras naturales se utilizan mucho como refuerzo en matrices poliméricas, en las que los polímeros se emplean como aglutinantes para sujetar las fibras y proporcionar estabilidad dimensional (Asim y col 2020). La excepcional resistencia por unidad de masa de las fibras naturales las convierte en una opción excelente y atractiva como materiales de refuerzo (Bari y col 2018). Alrededor de 30.000.000 de toneladas de fibras naturales se producen anualmente y se han utilizado como materia prima adecuada en sectores como la confección, la fabricación de papel, el embalaje, los equipos deportivos, los automóviles y los materiales de construcción **(Figura 4)** (Jawaid y col 2011). Las fibras naturales se clasifican en seis categorías principales: fibras de líber (como yute, lino, cáñamo, ramio y kenaf), fibras de hojas (abacá, sisal y piña), fibras de semillas (como bonote, algodón y kapok), fibras de núcleo (kenaf, cáñamo y yute), fibras de hierba y caña (trigo, maíz y arroz) y otras variedades (madera y raíces).



Figura 4. Ciclo de vida de los plásticos reforzados con fibras naturales (PRFN)
(Jawaid y col 2011)

Entre las fibras naturales más estudiadas y aplicadas se encuentran el lino, yute, cáñamo, sisal, ramio y kenaf. Para maximizar el potencial de las fibras naturales, es esencial comprender sus propiedades físicas, ya que varían en dimensiones, defectos, resistencia, variabilidad, cristalinidad y estructura según el tipo de fibra. No obstante, las fibras naturales presentan ciertos desafíos en el refuerzo de materiales compuestos, como la baja compatibilidad con la matriz polimérica y su alta absorción de humedad. Para mitigar estos problemas, se han empleado técnicas de modificación de fibras y el uso de agentes acoplantes (Mileo y col 2016; Lomelí-Ramírez y col 2018; Hosseini y col 2020)

En las últimas décadas, el fuerte impacto ambiental, la deforestación y la demanda de materiales fibrosos en sectores como el papel, muebles y la construcción, han promovido el uso de materiales lignocelulósicos reciclados como fuentes alternativas de fibra (Ashori y Nourbakhsh, 2008).

Entre los materiales alternativos investigados se incluyen residuos postindustriales como bagazo de caña, bagazo de agave, fibra de coco, fibra de piña, cascarilla de diversas semillas, aserrín y fibras secundarias de papel (Lomelí-Ramírez et al., 2018; Sarasini y Fiore, 2018).

a. Propiedades mecánicas

Los biocompositos fortalecidos con fibras naturales exhiben propiedades mecánicas notables requeridas para diversas aplicaciones. Múltiples factores inciden en estas propiedades mecánicas, incluyendo la composición química y las propiedades físicas tanto de la fibra natural como del biopolímero, la modificación

superficial de la fibra, los procesos de elaboración del compuesto (temperatura y fuerza aplicada), el entorno de procesamiento, la concentración de carga de la fibra, la orientación de la fibra dentro de la matriz, la copolimerización y la plastificación (Getme y col 2020; Vinod y col 2020). Además, las propiedades mecánicas pueden ser afectadas por la presencia de sustancias cerosas en la fibra, que influyen en las características de adhesión y humectabilidad de los compuestos (Ramamoorthy y col 2018). Se han examinado una variedad de propiedades mecánicas en los compuestos de biopolímeros, destacando entre ellas la tracción, la flexión, el impacto, las propiedades térmicas mecánicas dinámicas, la tenacidad, la dureza, la ductilidad, la fragilidad, la resistencia al rompimiento y la fatiga (Aaliya y col 2021).

b. Propiedades tensiles

Uno de los métodos más comúnmente utilizados para evaluar las propiedades mecánicas y comprender el diseño estructural de los compuestos de biopolímeros son los ensayos de tracción. El módulo de Young, que mide la relación entre la tensión y la deformación (conocida como rigidez) de un material en la fase elástica del ensayo de tracción (Azammi y col 2020), es fundamental en estos análisis. Dado que las fibras poseen mayor resistencia y rigidez que los biopolímeros, se integran en la matriz de biopolímeros para mejorar las propiedades de tracción del compuesto. La resistencia a la tracción, el módulo de Young y el alargamiento a la rotura varían según el tipo de fibra y biopolímero utilizados (Ramamoorthy y col 2018).

Entre las fibras naturales, las fibras de líber destacan por su alta resistencia a la tracción y su elevado módulo de Young, siendo las más empleadas en compuestos

de biopolímeros debido a su disponibilidad. Las fibras de lino también exhiben propiedades similares, gracias a su bajo ángulo microfibrilar y alta cantidad de celulosa. Fibras como las de ramio y curaua presentan un excelente módulo de rotura, mientras que las fibras de cáñamo tienen una rigidez superior a la de las fibras de vidrio E (Aaliya y col 2021).

Se ha documentado que los compuestos de concentrado de proteína de soja (SPC) reforzados con fibra de ramio orientada unidireccionalmente poseen propiedades de tracción comparables a las del acero (Netravali y col 2003). En contraste, el coco muestra la resistencia a la tracción más baja entre las fibras naturales, debido a su elevado ángulo microfibrilar y baja cantidad de celulosa (Ramamoorthy y col 2018).

La concentración de fibra reforzada influye significativamente en las propiedades de tracción de los materiales compuestos de biopolímeros. En un experimento, se prepararon compuestos de PHB reforzados con 0-30 % en peso de fibra de coco, obteniendo los mejores resultados con un 10 % en peso, lo que mejoró la resistencia a la tracción y el alargamiento a la rotura en un 35 % y un 25 %, respectivamente, en comparación con el PHB puro (Macedo y col 2010). Sin embargo, Petinakis y col (2009) señalaron que la resistencia a la tracción del compuesto de fibra de harina de madera/PLA no depende significativamente del contenido de harina de madera. Mejoraron la resistencia y el módulo de tracción de los compuestos de biopolímeros en un 10 % y un 135 %, respectivamente, mediante la adición de un agente de acoplamiento, el metilendifenil-diisocianato (MDI). Además, diversos estudios han demostrado que la modificación superficial de las fibras mediante tratamiento

químico también mejora las propiedades de tracción de los compuestos de biopolímeros, al reducir la naturaleza hidrófila de la fibra y mejorar la interacción fibra-matriz (Aaliya y col 2021).

c. Flexibilidad

La flexibilidad es un indicador crucial para evaluar la deformabilidad de un material, siendo el ensayo de flexión el segundo método mecánico más utilizado para dicha caracterización. La propiedad de flexión está determinada por el módulo de Young y el momento de inercia, que es una función de la geometría de la sección transversal del material (Faruk y col 2013). Los compuestos reforzados con fibras de madera presentaron el módulo de Young más elevado, mientras que aquellos reforzados con fibras de cáñamo, ramio, sisal y caraua mostraron un mejor módulo de rotura por flexión (Ramamoorthy y col 2018). En general, al incrementar el contenido de fibra en los compuestos de biopolímeros, tanto el módulo de Young como la resistencia a la flexión aumentan a lo largo de la dirección longitudinal, mientras que estos parámetros muestran variaciones mínimas a lo largo de la dirección transversal (Aaliya y col 2021). En un estudio realizado por Sawpan y col (2012), se investigaron las propiedades de flexión de compuestos termoplásticos (PLA) reforzados con un 30 % en peso de fibra de cáñamo y de resina de poliéster insaturada, utilizando el método de moldeo por compresión. Se descubrió que, al aumentar la carga de fibra, el módulo de Young incrementaba, pero la resistencia a la flexión disminuía.

La disminución de la resistencia a la flexión se atribuye a los puntos débiles o "retorcimientos" en las fibras de cáñamo, los cuales inducen una concentración de

tensiones en la matriz polimérica. A medida que se incrementa el contenido de fibra, el número de pliegues también aumenta, lo que resulta en una reducción del esfuerzo de flexión en los materiales compuestos (Aaliya y col 2021). En otro estudio, utilizando la técnica de mezcla fundida, se fabricaron materiales compuestos biodegradables reforzando una matriz de PCL con fibra de racimo de fruta vacía de palma aceitera. Debido a la incompatibilidad entre la fibra de palma aceitera y la PCL, se empleó polivinilpirrolidona (PVP) como aglutinante para mejorar la interacción entre la fibra y la matriz. Los materiales compuestos preparados fueron sometidos a irradiación para evaluar sus propiedades mecánicas. El estudio mostró que, con una dosis de 10 kGy y la adición de un 1 % en peso de PVP, se incrementaron tanto la resistencia a la flexión como el módulo de los materiales compuestos biodegradables (Ibrahim y col 2009).

d. Propiedades de impacto

La resistencia al impacto de un material se refiere a su capacidad para resistir la fractura bajo una velocidad aplicada (Faruk y col 2013). Las fibras naturales, debido a su baja resistencia al impacto intrínseca, requieren que los materiales compuestos de biopolímeros sean sometidos a ensayos de impacto. Diversos factores influyen en la resistencia al impacto de estos compuestos, tales como el tipo de fibra y biopolímero, el tamaño de las partículas, la adhesión interfacial y las condiciones del ensayo, así como el estado de la probeta (con o sin muescas) (Ramamoorthy y col 2018). Un estudio reveló que la resistencia al impacto disminuía al reforzar los compuestos de PLA con fibra de bambú; para contrarrestar esta disminución, las fibras fueron tratadas con silano, lo que resultó en un incremento del 33% en la

resistencia al impacto del composite (Huda y col 2008). Además, la resistencia al impacto de los compuestos de biopolímeros puede mejorarse mediante la técnica de hibridación (Ramamoorthy y col 2018).

e. Tenacidad y dureza

Propiedades de rigidez y dureza La tenacidad y la dureza de un compuesto biopolimérico están influenciadas por su resistencia y ductilidad. La tenacidad de un material se define como su capacidad para absorber energía y deformarse plásticamente sin llegar a fracturarse, mientras que la tenacidad a la fractura se refiere a la habilidad del material para resistir la fractura cuando se desarrolla una grieta (Ramamoorthy y col 2018). La tenacidad de un biopolímero compuesto puede evaluarse mediante ensayos de impacto, y la tenacidad a la fractura se estudia utilizando técnicas como el ensayo de Kahn y el análisis de tenacidad a la fractura por deformación plana. Por otro lado, la dureza de un biopolímero compuesto, que es su capacidad para resistir la deformación plástica permanente bajo una fuerza de compresión, se mide principalmente mediante el durómetro Rockwell, entre otros métodos como la hendidura, el rebote y el rayado. Las escalas de dureza, que miden el tamaño de la impresión dejada por un penetrador, más comunes son Vickers, Rockwell, Brinell y Shore. La dureza de un biopolímero compuesto está influenciada por varios factores, incluyendo la rigidez, resistencia, ductilidad, plasticidad y viscoelasticidad (Ramamoorthy y col 2018; Aaliya y col 2021).

2. Almidón

El almidón es un polímero biológico derivado de fuentes como el maíz, la patata y el arroz. Este material es abundante, económico, biodegradable y posee una

notable capacidad para formar películas (Thakur y col 2019). La estructura del almidón está compuesta por dos elementos principales: amilosa y amilopectina (**Figura 5**). La amilosa, que es una cadena lineal no ramificada y soluble en agua, presenta monómeros conectados por enlaces glicosídicos α -1,4. Por otro lado, la amilopectina, formada por unidades de α -D-glucosa unidas por enlaces α -1,6, tiene una estructura ramificada. Aproximadamente, el almidón se compone de un 30% de amilosa y un 70% de amilopectina, aunque estos porcentajes pueden variar según la fuente botánica (**Cuadro 1**). Las propiedades funcionales del almidón pueden ser mejoradas a través de diferentes tratamientos físicos, químicos y enzimáticos (Nawaz y col 2020). El almidón encuentra aplicaciones en diversos campos, incluyendo el tratamiento del agua, la industria farmacéutica, la administración de fármacos, la industria alimentaria y la fabricación de materiales compuestos (Ogunsona y col 2018; Thomas y col 2021).

El almidón se encuentra organizado en partículas discretas denominadas gránulos (**Figura 6**) los cuales se sintetizan mediante la polimerización de la glucosa que se produce a través de la fotosíntesis del dióxido de carbono en las plantas. Su tamaño, forma, composición y estructura supramolecular dependen de la fuente botánica (**Figura 7**). Los diámetros de los gránulos generalmente varían de menos de 1 μm a más de 100 μm , y las formas pueden ser regulares (por ejemplo, esféricas, ovoides o angulares) o bastante irregulares (Ogunsona y col 2018)

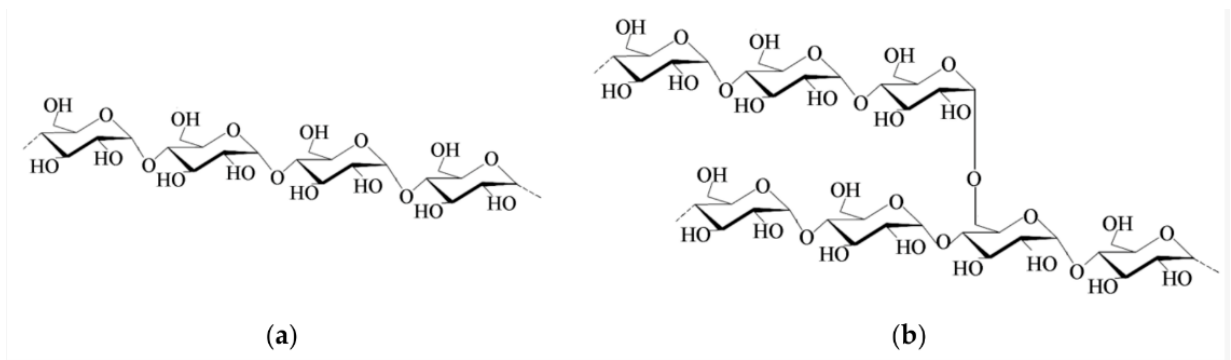


Figura 5. Representación esquemática de los componentes del almidón. a) Amilosa y b) Amilopectina (Torres y col 2019).

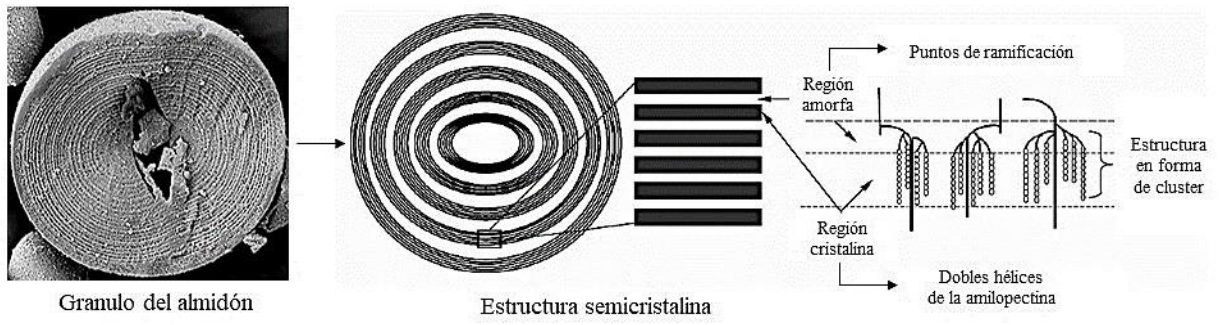


Figura 6. Estructura del gránulo del almidón (Ogunsona y col 2018).

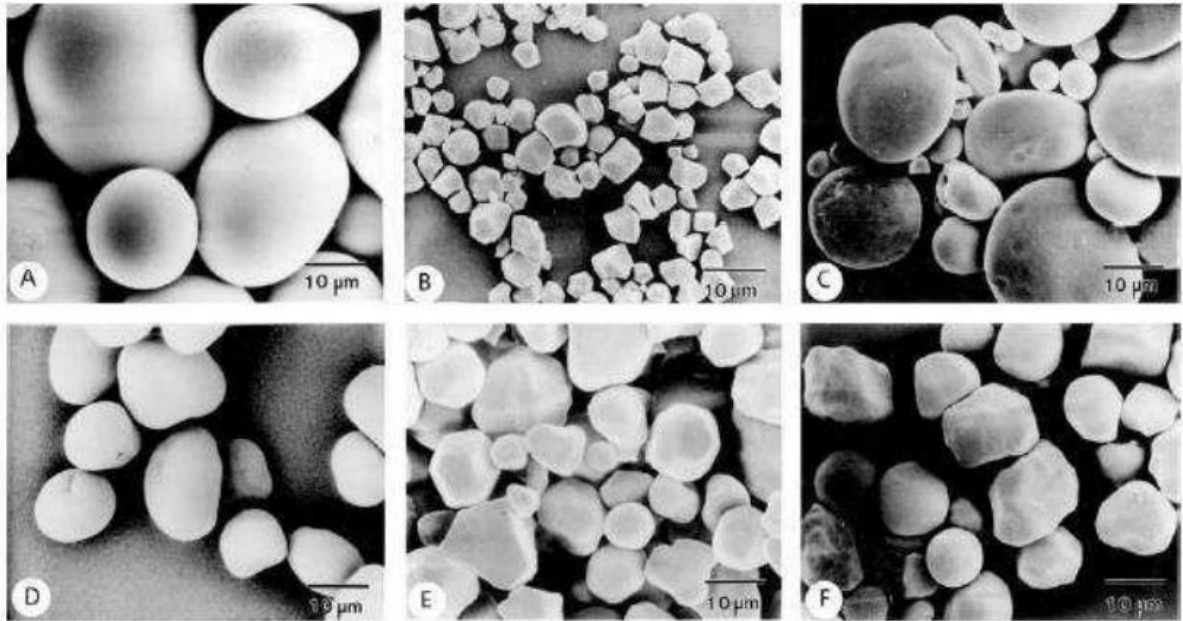


Figura 7. Micrografías obtenidas por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) de gránulos de almidón de diferentes fuentes botánicas. (a) papa, (b) arroz, (c) trigo, (d) poroto verde (China), (e) maíz, (f) maíz ceroso. Magnificación 1500X (Fraser-Reid y col 2008).

Cuadro 1. Distintas fuentes de almidón y sus proporciones de amilosa/amilopectina y cristalinidad

Fuente	Cristalinidad (%)	Amilosa (%)	Amilopectina (%)
Arroz	38	20-30	80-70
Papa	23-53	23-31	77-69
Yuca	31-59	16-25	84-75
Yuca cerosa	N/A	0	100
Trigo	36-39	30	70
Maíz	43-48	28	72
Sorgo	22-28	24-27	76-73

(Ogunsona y col 2018)

a. Cristalinidad

El almidón presenta entre un 15 y un 45 % de cristalinidad. Las dobles hélices de la amilopectina pueden organizarse en distintas estructuras cristalinas, conocidas como formas polimórficas, dependiendo de su disposición. Estas estructuras cristalinas pueden clasificarse en Tipo A, B o C. El almidón Tipo A se caracteriza por formar paquetes densos con cadenas de 23 a 29 unidades de glucosa, resultando en una celda unitaria. Este tipo de almidón se encuentra principalmente en cereales como patatas, maíz, guisantes, frijoles y yuca, siendo esta última una fuente de almidón Tipo A y/o C, donde el Tipo C es una mezcla de los tipos A y B. La caracterización por difracción de rayos X de estos almidones muestra picos en $2\theta = 15.3, 17.1$ y 23.5° . Por otro lado, el almidón Tipo B forma paquetes menos densos que el Tipo A, con cadenas de 30 a 44 unidades de glucosa, resultando en una celda unitaria hexagonal (Dufresne 2014; Lourdin y col 2015).

b. Gelatinización

Se refiere al proceso en el cual ocurren cambios irreversibles que provocan el hinchamiento y disrupción del gránulo de almidón, teniendo como consecuencia la pérdida de cristalinidad. Para este proceso se requiere un porcentaje de agua mayor al 30% y una temperatura entre 60 y 75°C , valor que depende de la fuente de origen del almidón. Durante el proceso, las moléculas de almidón vibran rompiendo los puentes de hidrógeno intermoleculares de las zonas amorfas de los gránulos, lo que provoca el hinchamiento por una absorción progresiva e irreversible de agua que finalmente se liga a la estructura (Pineda y col 2011).

c. Retrogradación

La retrogradación es un fenómeno observado en dispersiones de almidón gelatinizado durante su almacenamiento. Este proceso se define como la insolubilización y precipitación espontánea, principalmente de las moléculas de amilosa. Tras la gelatinización, las moléculas de almidón adoptan una forma amorfa que gradualmente se reagrupa, formando cristales mediante las dobles hélices del almidón. Estas dobles hélices se forman gracias a las interacciones hidrofóbicas y los puentes de hidrógeno (Avilés, 2006). Las moléculas de amilopectina retrogradan más lentamente que las de amilosa debido a su estructura ramificada, generalmente ocurriendo a lo largo de días o semanas. La velocidad de la retrogradación depende de diversos factores como la longitud de las cadenas de amilopectina, y la concentración de lípidos y fosfatos (Chung y col 2008).

La retrogradación ocurre en tres etapas: a) dilatación de las cadenas, observándose la ruptura de los enlaces intermoleculares responsables de la configuración helicoidal; b) pérdida del agua ligada, seguida de una reorientación molecular; y c) formación de puentes de hidrógeno entre moléculas vecinas, constituyendo una organización cristalina. La formación de esta estructura cristalina endurece el gel y promueve el proceso de sinéresis, donde se expulsa una porción del disolvente al exterior del gel, lo que lleva a la pérdida de viscosidad (Chung y col 2008) **(Figura 8)**.

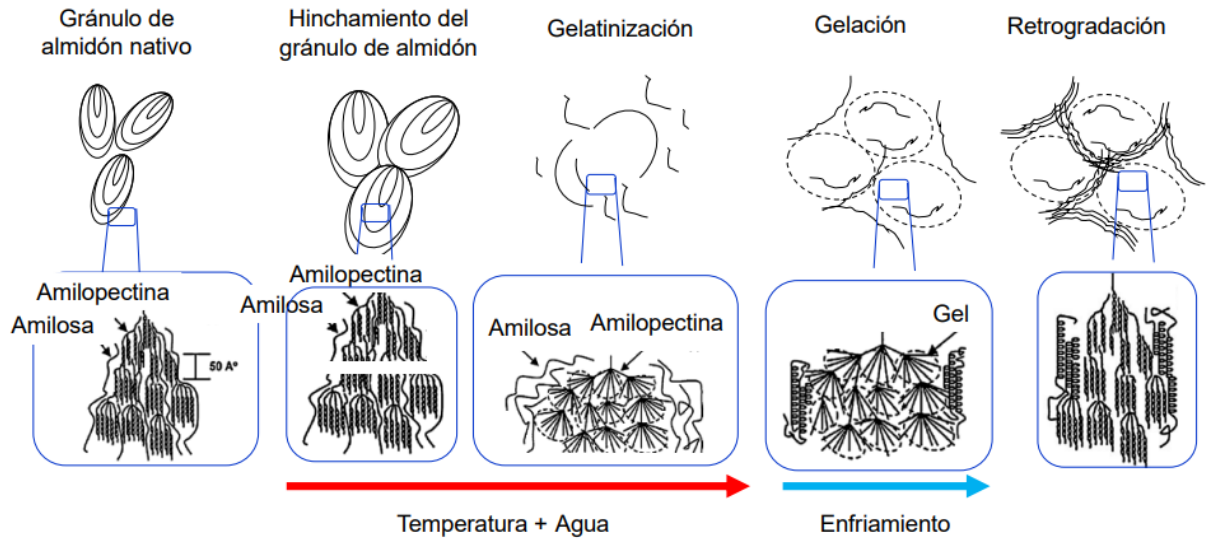


Figura 8. Representación de las transformaciones de fase del almidón (Wang y col 2015)

3. Almidón termoplastificado

El almidón puro presenta ciertas limitaciones debido a su alta solubilidad en agua, fragilidad, bajo punto de fusión y propiedades mecánicas inferiores en comparación con los materiales fabricados con polímeros sintéticos. Para mejorar las propiedades del almidón, se han investigado diversas modificaciones físicas y químicas, como la plastificación, mezcla, derivación y copolimerización por injerto (Diyana y col 2021). El almidón termoplástico (TPS) se produce aplicando energía mecánica y térmica a los gránulos de almidón junto con la adición de plastificantes. Estos plastificantes son cruciales en la preparación del TPS, ya que mejoran el comportamiento del almidón al reducir el enlace de hidrógeno interno entre las cadenas poliméricas y aumentar el volumen libre. Esto, a su vez, incrementa la flexibilidad, la procesabilidad y favorece la movilidad de las cadenas moleculares. La eficacia de los plastificantes depende de la similitud química con el polímero utilizado (Sanyang y col 2015; Demash y col 2020; Diyana y col 2021).

Los plastificantes se presentan en diversas formas, tales como glicerol, sorbitol, urea, fructosa, sacarosa y glicol (Jumaidin y col 2017). No obstante, los plastificantes más comunes pertenecen al grupo de los polioles, específicamente el glicerol y el sorbitol (Sanyang y col 2015). Recientemente, se han desarrollado investigaciones para explorar ciertos líquidos iónicos (LI) como nuevos plastificantes para el almidón. Entre estos líquidos iónicos se encuentran el acetato de 1-etil-3-metilimidazolio ([emim+][Ac-]) (Demash y col 2015; Domene-López y col 2020) y el cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio ([bmim+][Cl-]). Además, un estudio reciente utilizó aceite de girasol frito como plastificante en compuestos termoplásticos de

almidón, mostrando mejoras en las propiedades de los materiales basados en almidón y demostrando ser una opción ecológica para los biocomposites (Volpe y col 2018).

Demash y Miyake (2020) llevaron a cabo un estudio exhaustivo sobre el efecto de cuatro tipos diferentes de plastificantes en películas de almidón de anchoa (*Coccinia abyssinica*). Utilizaron glicerol, acetato de 1-etil-3-metilimidazolio, sorbitol y trietilenglicol en concentraciones del 30% y 40% p/p en la mezcla de almidón. Las muestras de película termoplástica se secaron durante la noche en un horno a 50 °C y luego se conservaron en un desecador durante al menos dos días antes de la caracterización. Las películas resultantes eran transparentes, homogéneas y flexibles. Este método de preparación de muestras fue reportado también por Sanyang y col aboradores (2015). Los resultados mostraron un aumento del espesor en todas las muestras con el incremento de la concentración de plastificante. La muestra con 40% de trietilenglicol presentó el mayor espesor de película, con un valor de 0.26 mm, reflejando la menor densidad de 0,88 g/cm³ entre las demás muestras. Se observó que la solubilidad en agua de las películas plastificadas con glicerol y trietilenglicol se redujo de 32.57 g/cm³ a 20.97 g/cm³ y de 34.19 g/cm³ a 18.92 g/cm³, respectivamente.

Sahari y col (2013) observó un comportamiento similar al usar glicol como plastificante. Esto se atribuye a la formación de fuertes enlaces de hidrógeno con el almidón, lo que impide la combinación de las moléculas de agua con el almidón plastificado. Los plastificantes mejoraron la película al reducir su afinidad por el agua. Sin embargo, las películas plastificadas con sorbitol y acetato de 1-etil-3-

metilimidazolio mostraron un aumento en la solubilidad en agua al incrementar la concentración de plastificante.

a. Modificaciones químicas del almidón

El almidón nativo tiene aplicaciones limitadas debido a su naturaleza hidrofílica y sus pobres propiedades mecánicas en comparación con los polímeros sintéticos. Para mejorar sus propiedades funcionales, es necesario modificarlo. Existen cuatro tipos principales de modificaciones: física, química, enzimática y genética. Todas estas modificaciones se centran en los grupos hidroxilos disponibles en los carbonos 2, 3 y 6 del almidón (Zia-ud-Din y col 2017).

La modificación química implica la sustitución de los grupos hidroxilo del almidón por grupos funcionales. Esto puede lograrse mediante procesos como el entrecruzamiento, la esterificación, la eterificación, la oxidación y el tratamiento ácido (Zia-ud-Din y col 2017). Las propiedades finales del almidón modificado dependen de la fuente botánica, las condiciones de reacción, el grado de sustitución y la distribución del grupo funcional a lo largo de la molécula de almidón. Por ejemplo, en la modificación ácida, que se realiza a la temperatura de gelatinización, el almidón modificado presenta un mayor poder de hinchamiento y solubilidad **(Cuadro 2)** (Montiel, 2020).

Se han desarrollado nuevas estrategias de modificación para mejorar aún más las propiedades del almidón y aumentar su funcionalidad y aplicaciones. Una de estas estrategias es la doble modificación, que combina métodos de modificación química, física y enzimática (Zia-ud-Din y col 2017; Montiel, 2020).

Cuadro 2. Tipos de modificación química del almidón y sus propiedades

Modificación química	Grupos funcionales/Reactivos	propiedades
Entrecruzamiento	Grupos hidroxilo reaccionan con agente entrecruzante que contiene más de dos grupos funcionales	Incremento de la temperatura de gelatinización
Esterificación	Inorgánico: formación de almidón aniónico (fosfato, sulfato)	Mayor viscosidad, transparencia.
	Orgánico: vía esterificación (anhídrido acético)	Mayor solubilidad, poder de hinchamiento
Eterificación	Almidón catiónico, aniónico, anfótero (reacciona como ácido o base)	
Oxidación	Carbonilo, carboxilo, aldehído	Baja viscosidad, mayor estabilidad
Ácida	Se utiliza ácido y mantener a temperatura de gelatinización	Poder de hinchamiento, solubilidad

(Zia-ud-Din y col 2017)

El almidón oxidado se obtiene típicamente en solución, donde los gránulos de almidón reaccionan con un agente oxidante a un pH y temperatura controlados. Los agentes oxidantes utilizados incluyen hipoclorito de sodio, permanganato de potasio y peróxido de hidrógeno, entre otros. Durante el proceso de oxidación, ocurren dos reacciones principales: los grupos hidroxilo del almidón se oxidan a grupos carbonilo y luego a grupos carboxilo, y la oxidación induce la degradación de las moléculas de almidón al romper los enlaces glicosídicos α -1,4 (**Figura 9**) (Masina y col 2017; Maqsood y col 2020; Montiel, 2020).

El contenido de carboxilo, carbonilo y el grado de despolimerización en el almidón oxidado son indicadores del grado de oxidación, el cual depende de la naturaleza de la reacción, es decir, del pH, la temperatura y los reactivos utilizados, que afectan de manera diferente la estructura y organización del almidón (Maqsood y col 2020).

Además, el almidón oxidado se ha utilizado en combinación con otros polímeros para crear mezclas o como aditivo en compuestos, como poliestireno y PLA. Por ejemplo, Maqsood y col (2020) mezclaron PLA y almidón oxidado, y luego añadieron polifosfato de amonio como retardante de llama. Los compuestos fueron procesados en estado fundido para obtener fibras multifilamento. Las pruebas mecánicas mostraron que la elongación a la rotura fue inferior en comparación con el PLA debido a la baja cristalinidad inducida en las fibras. El análisis mediante SEM de las fibras obtenidas mostró una superficie sin aglomerados, lo que indica una buena afinidad química entre el PLA, el almidón oxidado y el polifosfato (Kuakpetoon y col 2006; Maqsood y col 2020; Montiel y col 2020).

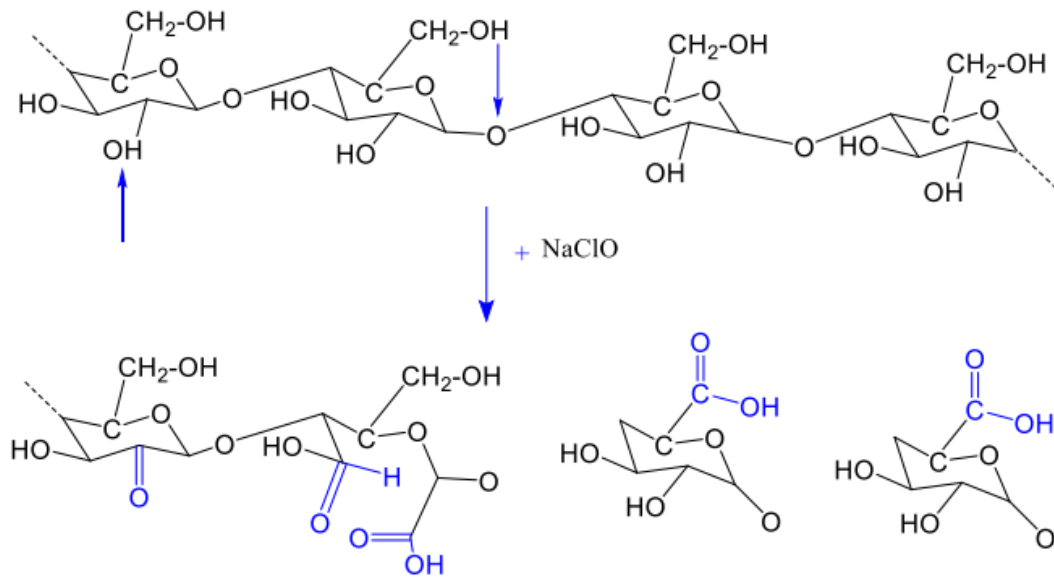


Figura 9. Reacción presente durante el proceso de oxidación del almidón. Formación de grupos carbonilo y carboxilo, así como escisión de cadena (Masina y col 2017).

b. Entrecruzamiento del almidón

La modificación del almidón termoplástico se puede lograr a través de mezclas, lo que amplía sus aplicaciones a un costo reducido. Es esencial evaluar la compatibilidad de estas mezclas para mejorar las propiedades del compuesto, como la resistencia al agua, la alta resistencia a la tracción y el alto módulo de tracción. Además, las mezclas son cruciales para ajustar la biodegradabilidad de los bioplásticos, permitiendo que se descompongan fácilmente por procesos naturales y abordando así el problema de las limitadas tecnologías de eliminación. Desde la década de 1970, se han desarrollado mezclas de almidón con polímeros polares que contienen grupos hidroxilo, como el alcohol polivinílico, el copolímero de etileno y el acetato de vinilo parcialmente hidrolizado (Carvalho y col 2008). La mezcla es una de las alternativas más prometedoras para hacer que el almidón sea útil como polímero sustituto de otros plásticos, y el rápido avance en este campo se refleja en varias revisiones publicadas recientemente (Diyana y col 2021).

La unión química de las moléculas de PLA y almidón se logra mediante el uso de un agente de acoplamiento. Entre estos agentes se encuentran (Akrami y col 2016):

- Anhídrido maleico (MA)
- Ácido acrílico (AA)
- Injerto de glicidilmetacrilato (GMA)

El anhídrido maleico es ampliamente utilizado como compatibilizador debido a su baja toxicidad. En las mezclas de PLA/almidón, el MA se utiliza en presencia de peróxidos como BPO o L101, que actúan como iniciadores al generar radicales

libres. Estos radicales extraen hidrógeno de las cadenas de PLA, lo que permite el injerto de MA en el PLA.

Otra reacción posible es entre el grupo anhídrido y el grupo hidroxilo del almidón, resultando en un enlace éster. Cuando se utiliza TPS, el grupo anhídrido puede reaccionar con el grupo hidroxilo del plastificante, como el glicerol. Por ejemplo, Akrami y col aboradores (2016). Utilizaron anhídrido maleico injertado en polietilenglicol (mPEG-g-St) como estrategia de compatibilización en mezclas de PLA/almidón. Se sugiere que el extremo libre del compatibilizador, que contiene grupos de ácido carboxílico (mPEG-g-St), interactúa con los grupos activos de las fases de TPS y PLA, lo que resulta en una distribución homogénea y reducida del tamaño de partícula del almidón en las mezclas (Montiel y col 2020).

4. Caña de azúcar

La caña de azúcar se cultiva globalmente como cultivo agrícola, y el residuo que queda tras la extracción del jugo se denomina bagazo. Se estima que solo en India se generan más de 200 millones de toneladas de bagazo de caña de azúcar anualmente. Este residuo es un recurso agrícola renovable y natural. El bagazo de caña de azúcar está compuesto aproximadamente por un 50% de celulosa, un 25% de hemicelulosa y un 25% de lignina (**Figura 10**) (Huang y col 2012; Devadiga y col 2020). La eficacia del bagazo como refuerzo en materiales compuestos se atribuye al alto contenido de celulosa, que presenta una estructura cristalina. Químicamente, el bagazo contiene alrededor de 50% de α -celulosa, 30% de pentosanos y 2% de cenizas.



Figura 10. Bagazo de caña de azúcar (Devadiga y col 2020).

La composición de la fibra varía según la edad, la fuente de fibra, la condición del suelo y el método de extracción utilizado. Otras fibras naturales, como la paja de arroz y la paja de trigo, tienen contenidos de cenizas del 17,5% y 11,0%, respectivamente, que suelen ser superiores a los del bagazo de caña de azúcar, limitando su uso en la fabricación de compuestos. El bagazo se compone de corteza y brea (Devadiga y col 2020). La corteza, que es la parte exterior dura compuesta de fibras de bajo peso molecular, contiene celulosa, hemicelulosa y lignina (Almazan y col 2001).

La celulosa constituye aproximadamente el 40-50% de la biomasa y es un polímero lineal formado por unidades de glucosa D unidas mediante enlaces β -1,4-glicosídicos, con un grado de polimerización que oscila entre 500 y 1500. Este alto grado de polimerización genera enlaces de hidrógeno tanto inter como intramoleculares. La orientación de estos enlaces y las interacciones secundarias confieren a la celulosa una alta resistencia a la tracción y la hacen insoluble en la mayoría de los disolventes (Devadiga y col 2020). La naturaleza hidrófila de la celulosa puede dificultar la degradación de los productos circundantes y la difusión de enzimas, debido a la formación de una capa más densa de agua. Investigaciones han determinado que el bagazo presenta una densidad de 1,28 g/cm³ y un índice de cristalinidad de aproximadamente el 35% (Ibrahim y col 2020). La resistencia a la tracción del bagazo se encuentra en el rango de 20-50 MPa, con un módulo de tracción de aproximadamente 2.7 GPa. Sin embargo, el bagazo de caña de azúcar, al igual que otras fibras celulósicas naturales, presenta la desventaja de ser hidrofílico, lo que le permite absorber humedad del entorno, provocando hinchazón

y una disminución de sus propiedades mecánicas. Esta limitación puede reducirse mediante diversas modificaciones químicas (Devadiga y col 2020).

a. Bagazo de caña como reforzamiento de compósitos

Diversos estudios han explorado el uso del bagazo como refuerzo en sistemas de polímeros para la creación de materiales compuestos. Se han reportado cargas de fibra de bagazo de hasta el 30% en numerosos sistemas de matrices tanto sintéticas como naturales. Matrices como alcohol polivinílico, polietileno, polipropileno, poliéster y resina fenólica fueron reforzadas con fibras de bagazo picadas mediante técnicas como embolsado al vacío, laminado a mano y moldeo por compresión. Además, matrices de base biológica, como el almidón de maíz con fructosa como plastificante, el almidón y el ácido poliláctico, también fueron reforzadas con fibras de bagazo (Devadiga y col 2020).

En un estudio realizado por Moubarik y col (2013) utilizaron compuestos de biomasa de bagazo de caña de azúcar marroquí y polietileno de baja densidad (LDPE) para investigar el efecto del contenido de fibra en las propiedades mecánicas. En este caso, el LDPE fue extruido en forma de gránulos y mezclado con celulosa de bagazo seca en varios porcentajes en peso (10, 15, 20 y 25%). Los resultados indicaron una mejora en las propiedades mecánicas, con un aumento del 72% en el módulo de Young y un incremento del 85% en el módulo de flexión con una carga de fibra del 25% en peso.

Asimismo, Agunsoye y Aigbodion (2013) produjeron biocompuestos de polietileno reciclado rellenos de bagazo de caña mediante moldeo por composición

y compresión. Se crearon dos conjuntos de compuestos utilizando partículas de bagazo sin carbonizar (UBp) y carbonizadas (CBp), variando su contenido entre el 10% y el 50% en peso. La resistencia a la tracción y a la flexión de las probetas aumentó con el incremento del porcentaje de bagazo hasta un máximo del 20% en peso para UBp y del 30% en peso para CBp. Sin embargo, la energía de impacto y la tenacidad a la fractura disminuyeron con el aumento del contenido de partículas de bagazo. Estos compuestos demostraron tener las mejores propiedades hasta un 30% en peso de partículas.

Debido a su baja densidad y a sus razonables propiedades mecánicas, acústicas y de aislamiento térmico, las fibras de bagazo se están adaptando para una variedad de aplicaciones en la vida cotidiana. Entre las aplicaciones que utilizan bagazo como uno de los materiales de refuerzo se encuentran los compuestos de cemento, tableros de partículas, falsos techos y estructuras ligeras. Compuestos híbridos de bagazo de caña de azúcar y racimos vacíos de fruta de palma aceitera (25% cada uno en peso) con formaldehído de fenol (50% en peso) se emplearon en la preparación de paneles de aislamiento térmico (Ramleea y col 2019).

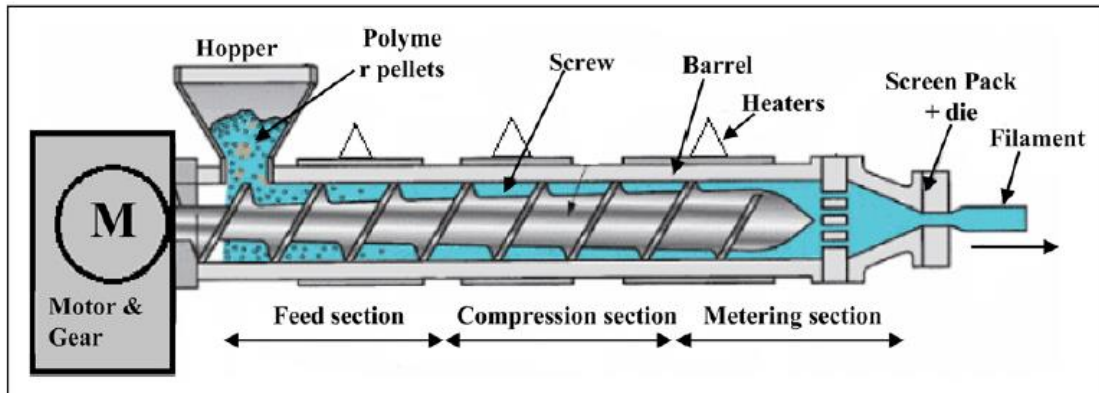
Se prepararon paneles de cemento utilizando tres niveles de nanotubos de carbono (CNT) (0.5, 1 y 1.5% en peso) mezclados con 10 y 20% en peso de fibras de bagazo de 1.45 mm de longitud, empleando un mezclador de tipo rotativo. Los paneles así preparados mostraron propiedades de flexión superiores a las de los paneles de cemento sin refuerzo. Los paneles compuestos con 10% de bagazo exhibieron una mayor resistencia al impacto en comparación con los paneles de cemento con 20% de fibra de bagazo y las muestras de cemento puro. Cabe

destacar que los compuestos de fibra de bagazo podrían encontrar aplicaciones en estructuras ligeras o artículos con propiedades de media a buena calidad, donde los requisitos de costo y propiedades de ingeniería son moderados (Ramleea y col 2019).

C. EXTRUSIÓN

Los extrusores son dispositivos comúnmente utilizados en las industrias del plástico, el metal y el procesamiento de alimentos. Los procesos de extrusión son especialmente frecuentes en la fabricación de productos que emplean polímeros como materia prima. Entre los productos típicos fabricados a partir de polímeros extruidos se encuentran tuberías, mangueras, alambres aislados, cables, láminas, películas y baldosas (Hyvärinen y col 2020). Los extrusores se dividen en dos categorías: de un solo tornillo y de doble tornillo (**Figura 11**). Las de un solo tornillo son ampliamente utilizadas en el procesamiento general de polímeros, mientras que los de doble tornillo se emplean para la combinación de diversas fibras, cargas y mezclas de polímeros antes del moldeo final (Pricci y col 2021). Los extrusores de tornillo simple, son más sencillos de construir, pero tienden a obstruirse con mayor frecuencia en comparación con las de tornillo doble. En el proceso de extrusión, la matriz es un factor crucial que influye tanto en el rendimiento como en la calidad del producto. Una manera sencilla de aumentar el rendimiento de un extrusor es incrementar la velocidad del tornillo. Sin embargo, esta solución puede resultar en una mala calidad del material fundido, debido a que se supera la capacidad de fusión del diseño del tornillo y se produce degradación por la alta temperatura del material fundido (Christiano y col 2012; Hyvärinen y col 2020).

A)



B)

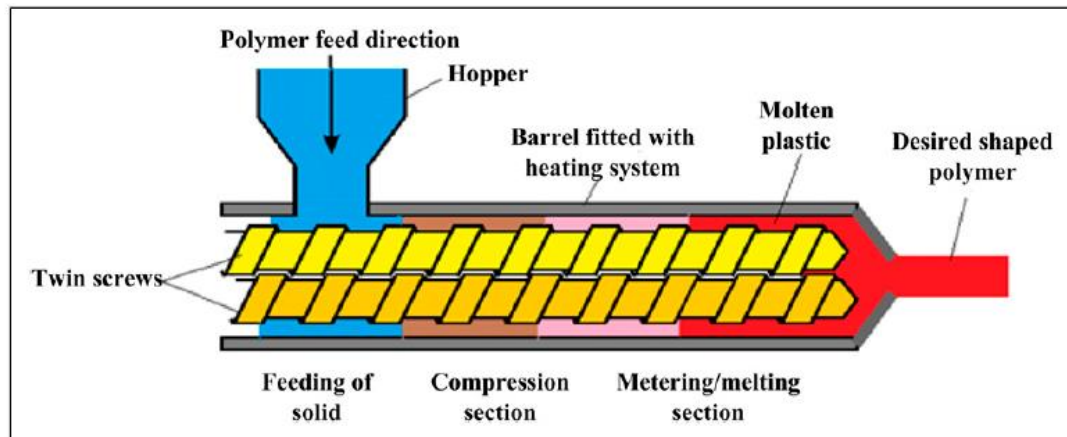


Figura 11. Diferentes tipos de extrusores. A) Extrusor de un tornillo, B) Extrusor de doble tornillo (Misrha y col 2023)

El uso de un tornillo de menor diámetro puede proporcionar varias ventajas para lograr un mayor rendimiento a una mayor velocidad del tornillo, incluyendo mejores características de transferencia de calor. Esto permite alcanzar un mayor rendimiento a una mayor velocidad del tornillo, mejorando las características de transferencia de calor (Christiano y col 2012; Hyvärinen y col 2020).

En las últimas décadas, numerosos estudios han examinado el impacto del daño a las fibras en las propiedades de los materiales compuestos durante los procesos de formación de compuestos (compounding) y extrusión (Hyvärinen y col 2020). Diversos factores del proceso, como la geometría y velocidad del tornillo, las dimensiones de las fibras, la velocidad de alimentación, la temperatura del barril y la viscosidad del polímero, influyen en la rotura de las fibras en los tornillos. Aunque algunos estudios han intentado modelar el daño de las fibras durante estos procesos, la modelización ha resultado ser un desafío (Albrecht y col 2017; Berzin y col 2017). Por ejemplo, Berzin y col (2017) destacaron la importancia de integrar el software de modelización con las leyes de evolución de las dimensiones de las fibras. La reducción de la longitud de las fibras es más pronunciada durante la fase inicial del procesamiento, cuando los haces de fibras se están fragmentando.

Existe una limitación en la longitud de las fibras durante el proceso de extrusión de materiales compuestos. Para mejorar la resistencia del material compuesto, la longitud media de la fibra en la matriz debe superar la longitud crítica. Por lo tanto, es crucial evaluar el efecto de las variables de procesamiento sobre el grado de degradación de las fibras durante la extrusión. Las reducciones en la longitud y la distribución de las fibras tienen un impacto negativo en la estructura del

producto compuesto. Se genera una concentración de tensiones de cizallamiento cerca de los extremos de las fibras, lo que conduce al inicio de fallos. Una mayor rotura de las fibras resulta en un mayor número de extremos de fibra, que actúan como puntos de concentración de tensiones donde se inician y propagan grietas interfaciales, culminando en el fallo por tensión de tracción (Hausnerova y col 2006; Zhang y col 2015; Hyvärinen y col 2020)

La extrusión es un proceso que consume mucha energía. Por lo tanto, la optimización del uso de la energía del proceso al tiempo que se mantiene la estabilidad de la masa fundida del polímero es esencial para obtener un producto de alta calidad a un coste unitario bajo. La estabilidad térmica y la eficiencia energética están fuertemente influenciadas por las condiciones del proceso, el material polimérico y el extrusor utilizado, así como por el control del proceso y el sistema de monitorización (Abeykoon y col 2014; Hyvärinen y col 2020)

1. Extrusión del almidón

La extrusión es una de las técnicas predominantes en el procesamiento de materiales poliméricos, principalmente mediante la fusión y solidificación. Durante este proceso, los gránulos de almidón experimentan una serie de complejas transformaciones de fase, incluyendo el hinchamiento, la pérdida de refracción, la fusión y la solubilización (Yu y col 2005; Jiang y col 2020). En ausencia de cizallamiento, la gelatinización térmica del almidón está controlada principalmente por el contenido de agua y la temperatura. A temperaturas inferiores a 50°C, la estructura granular del almidón permanece estable, con sus moléculas unidas por fuerzas de van der Waals o enlaces de hidrógeno, manteniendo en gran parte

intactos sus componentes cristalinos. Cuando los gránulos de almidón se calientan por encima de su temperatura de gelatinización, los enlaces de hidrógeno se rompen y las moléculas de agua se unen a los grupos hidroxilo del almidón, lo que provoca un mayor hinchamiento y la disolución de los cristales (Lim y col 2000; Tester y col 2000).

La extrusión, al introducir condiciones de alto cizallamiento y alta presión, permite la gelatinización con un bajo contenido de agua, ya que las fuerzas de cizallamiento pueden desgarrar físicamente los gránulos de almidón, facilitando una transferencia más rápida de agua a las moléculas internas. Durante la extrusión en condiciones de baja humedad, coexisten pequeñas cantidades de almidón gelatinizado y fundido, junto con la fragmentación del almidón (por degradación o descomposición) (Jiang y col 2020).

Debido a las transiciones multifásicas del almidón durante la extrusión, las microestructuras y las propiedades mecánicas de los materiales basados en almidón dependen significativamente de las técnicas y condiciones de procesamiento (Jiang y col 2020). Balta-Calleja y col (2006) informaron que el moldeo por compresión resultaba en materiales relativamente quebradizos, ya que los cristales de amilopectina del polvo nativo se conservaban en gran medida. En contraste, el recubrimiento de películas a partir de geles acuosos producía una nueva estructura semicristalina, mientras que los productos obtenidos del moldeo por inyección presentaban propiedades mecánicas superiores debido al incremento de la fase amorfa. Asimismo, la extrusión se ha utilizado extensamente para modificar el almidón, incluyendo injertos y pregelatinización. Es notable la alta

eficiencia y la aceleración de las reacciones de modificación que se logran en el extrusor, en comparación con los procesos por lotes (Moad y col 2011; Bao y col 2018; Jiang y col 2020).

V. JUSTIFICACIÓN

La creciente demanda de materiales biodegradables y ecológicamente responsables ha impulsado la investigación en la producción de materiales con estas características. En particular, los materiales basados en almidón, enriquecidos con plastificantes, han emergido como una alternativa prometedora a los polímeros sintéticos ampliamente utilizados en la industria global. Sin embargo, las propiedades mecánicas de los biopolímeros aún no alcanzan las exigencias de los plásticos utilizados en la ingeniería.

Una solución viable para mejorar las propiedades de los biopolímeros es el refuerzo con fibras de celulosa obtenidas del bagazo de caña de azúcar, un subproducto de la industria azucarera. Aprovechar este residuo no solo enriquece el uso de materiales biodegradables a nivel mundial, sino que también contribuye a una economía circular, reduciendo residuos y fomentando la sostenibilidad. Esta investigación es crucial, ya que no solo busca mejorar las propiedades de los biopolímeros, sino también promover el uso de recursos renovables y disminuir el impacto ambiental de la industria de materiales.

VI. HIPÓTESIS

El empleo como refuerzo de microfibras de celulosa provenientes del bagazo de la caña de azúcar, mejora las propiedades mecánicas y estructurales de materiales biodegradables elaborados a partir de una matriz biopolimérica.

VII. OBJETIVOS

A. OBJETIVO GENERAL

Éste trabajo tiene como principal objetivo la obtención y caracterización de materiales biodegradables a partir de matrices poliméricas reforzadas con microfibras obtenidas de bagazo de caña.

B. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 1.- Procesar y evaluar las propiedades fisicoquímicas de la fibra de bagazo de caña, y las fibras obtenidas por alcalinización y blanqueado.
- 2.- Elaborar por extrusión, biocompuestos reforzados con microfibras de celulosa, variando la matriz polimérica con almidón de maíz, papa y trigo, para evaluar sus características fisicoquímicas y mecánicas.
- 3.- Evaluación del efecto del contenido de fibras y plastificante para la obtención de placa flexible.
- 4.- Realizar un proceso de optimización utilizando MSR con el propósito de obtener las mejores características mecánicas y de biodegradación.
- 5.- Evaluar las características fisicoquímicas, mecánicas y de biodegradabilidad del material obtenido con el tratamiento óptimo.

VIII. MATERIALES Y METODOS

A. Materiales

Bagazo de fibra de caña de la zafra 2019 fue donado por el ingenio azucarero de El Dorado S.A. de C.V. (Eldorado, Culiacán, Sinaloa, México), para llevar a cabo este proyecto, dicho bagazo fue procesado para la extracción de microfibras de celulosa.

En una primera etapa se utilizaron tres diferentes materiales en presentación comercial que sirvieron como matrices poliméricas. Almidón de maíz, trigo y papa, con los cuales al incorporar micro fibras de bagazo de caña como refuerzo y glicerol grado alimenticio como agente plastificante, se formaron biocompósitos.

Cada biocompósito fue tratado por extrusión, para la obtención de placas flexibles. Los materiales resultantes fueron evaluados física y mecánicamente para definir la matriz a utilizar. De acuerdo con los resultados obtenidos se decidió utilizar el almidón de trigo como matriz polimérica.

B. Selección de la matriz polimérica.

Para elegir la matriz polimérica, se elaboraron diferentes mezclas de almidón con plastificantes y fibras de celulosa, entre ellas almidón de maíz, almidón de trigo y almidón de papa. Se utilizó un extrusor de tornillo simple (Brabender 20DN, modelo 8–235–00, Brabender, Duisburg, Alemania) con una relación de compresión de tornillo de 1:1 y una matriz de salida rectangular con una abertura de 20 mm de ancho, 1 mm de altura y 100 mm de largo. El perfil de temperatura (zonas de alimentación, mezcla/cocción y troquel) será operado a 50–90–70 °C (según

experimentos preliminares). Las velocidades de alimentación y de tornillo se mantendrán constantes a 10 y 50 rpm respectivamente.

1. Elaboración de Biocompósitos

De acuerdo con las pruebas realizadas se decidió utilizar el almidón de trigo como matriz polimérica y con este se procedió a elaborar mezclas diferentes porcentajes de glicerol y MFBC de acuerdo con un diseño central compuesto rotatable, **Cuadro 3**, para la elaboración de biocompositos por extrusión con las condiciones antes descritas.

Las mezclas fueron procesadas mediante extrusión termoplástica empleando un extrusor de tornillo simple (Modelo 8-235-00, Brabender 20DN, Duisburg, Alemania) con relación de compresión 1:1 y una matriz de salida rectangular con una abertura de 20 mm de ancho, 1 mm de altura y 100 mm de largo. El perfil de temperaturas (zonas de alimentación, mezclado/cocción y dado) se operó a 50–90–70°C (basado en experimentos preliminares). Las velocidades de alimentación y de tornillo se mantuvieron constantes a 10 y 50 rpm, respectivamente.

Los biocompositos se cortaron en tiras de 12 cm de largo y se secaron a 25 ± 2 °C durante 48 h. Finalmente, todos los tratamientos se mantuvieron a una humedad relativa (HR) del 53% en un desecador, hasta su posterior caracterización.

Cuadro 3. Diseño central compuesto rotable con 13 tratamientos y $\alpha = 1.414$

Tratamiento ^a	Variables independientes			
	Codificadas		Descodificados	
	A	B	CF (%)	CG (%)
1	-1.0	-1.0	2.92	12.93
2	1.0	-1.0	17.07	12.93
3	-1.0	1.0	2.92	27.07
4	1.0	1.0	17.07	27.07
5	-1.414	0.0	0.00	20.0
6	1.414	0.0	20.0	20.0
7	0.0	-1.414	10.0	10.0
8	0.0	1.414	10.0	30.0
9	0.0	0.0	10.0	20.0
10	0.0	0.0	10.0	20.0
11	0.0	0.0	10.0	20.0
12	0.0	0.0	10.0	20.0
13	0.0	0.0	10.0	20.0

^aEl orden de la tabla no corresponde al orden de corrida experimental

C. PROPIEDADES MECÁNICAS

1. Ensayos de tensión deformación

Para evaluar la tensión y deformación, los materiales fueron evaluados de acuerdo con ASTM D638. Se utilizó un texturómetro (Texture Analyzer TA–XT2, Texture Technologies Corp., NY, USA). Las muestras consistieron en tiras de 115 mm de largo por 19 mm de ancho con una longitud y ancho de sección de prueba de 65 y 6 mm respectivamente. La tasa de deformación fue de 1 mm/s y se analizaron 20 repeticiones por tratamiento, de los cuales se obtuvieron los valores de esfuerzo de tensión (σ) el cual es el valor máximo registrado de fuerza necesaria para fracturar el material reportado en MPa; elongación (ε) siendo esta la relación entre la distancia inicial del sistema de agarre del equipo y distancia final que existe entre garras justo antes de que falle el material, el cual es un valor adimensional; y módulo de Young (E) el cual es una relación del σ entre la ε obtenidos en la etapa lineal de la curva de esfuerzo-deformación. Las probetas se mantuvieron en reposo durante 48 horas para equilibrar su humedad relativa a aproximadamente $50 \pm 2\%$.

2. Propiedades Fisicoquímicas

a. Índice de Desintegración en Agua (IDA)

El Índice de Desintegración en Agua (IDA) se determinó de acuerdo con una adaptación de la metodología de solubilidad propuesta por Gontard y col (1992). Las placas flexibles fueron secadas en una estufa por un periodo de 24 h a 105°C . Una vez secas, se utilizaron 2.0 g de estas placas (mi), las cuales fueron inmersas

en 50 mL de agua destilada en un tubo falcón de 50 mL, con agitación constante durante 24 horas.

Después de este periodo las muestras fueron secadas por 24 h a 105 °C para determinar el peso final (mf). El IDA se determinó en términos de porcentaje de material desintegrado, como se expresa en la siguiente ecuación:

$$\%IDA = \frac{(mi - mf)}{(mi)} \times 100$$

Donde:

%IDA = porcentaje de desintegración en agua

mi = masa inicial de la muestra

mf = masa final de la muestra

b. Capacidad de Absorción de Agua

La absorción de humedad de las placas flexibles se determinó mediante el peso ganado de las muestras de acuerdo con la metodología propuesta por Belhassen y col (2009). Muestras con medidas de 3 cm de largo y 1 cm de ancho, fueron secadas a 80°C por 48 hrs hasta conseguir peso constante y se colocaron en una cámara climática con solución saturada de $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ para obtener una HR constante de 53% a 25°C.

Las muestras se pesaron cada 24 horas hasta que el incremento del peso relativo fue menor que 0.001 g. La Capacidad de Absorción de Agua (CAA) de las muestras se calculó usando la siguiente ecuación:

$$\%CAA = \frac{(mf - mi)}{mi} \times 100$$

Donde:

%CAA = porcentaje de capacidad de absorción de agua

mi = masa inicial de la muestra

mf = masa final de la muestra

c. Índice de solubilidad en agua (ISA) e Índice de absorción en agua (IAA).

La determinación de los IAA e ISA fue llevada a cabo por triplicado de acuerdo con los procedimientos marcados por Aguilar-Palazuelos (2007). Las placas flexibles fueron molidas a un tamaño de partícula menor a 420 μm (malla 40). Muestras de 2.0 g del material fueron dispersadas en 40 mL de agua destilada utilizando tubos de centrifuga de 40 mL previamente tarados; los cuales se agitaron a una velocidad moderada en un homogeneizador (Vari-Mix Aliquot Mixer, Modelo M48725, Dubuque, Iowa, EE. UU. durante 30 min. Posteriormente, la suspensión fue centrifugada en un equipo (Eppendorf, 5804R, Hamburgo, Alemania) a 4 000 x g durante 30 min, a una temperatura de 25°C. El sobrenadante fue decantado cuidadosamente en un recipiente tarado de vidrio para la determinación del contenido de sólidos. El gel formado se pesó y el índice de absorción de agua fue calculado mediante la relación g de agua absorbida/g de sólidos secos. El ISA se obtuvo de la cantidad de sólidos secos recuperados por la evaporación del sobrenadante, obtenido de la determinación del IAA. Los sólidos solubles en agua

fueron expresados como el porcentaje de sólidos secos recuperados en 2.0 g de muestra.

3. Análisis de biodegradabilidad

La prueba de biodegradabilidad se llevó a cabo de acuerdo al método de enterrado en suelo de acuerdo a lo reportado por Guleria y col (2018) con algunas modificaciones. Piezas de las placas flexibles (100 mm x 10 mm x 1mm) fueron enterradas en una mezcla de tierra preparada con humus de lombriz. Se mantuvieron a una temperatura de 35°C y una HR 70-80%. Se tomaron mediciones cada 7 días durante 5 semanas (día 0, 7, 14, 21, 28), tres muestras fueron recolectadas cada semana, y éstas fueron lavadas con agua destilada hasta quitar todo el exceso de mezcla de tierra y posteriormente fueron secadas en estufa, a 60°C durante 24 horas.

La pérdida de peso fue calculada utilizando la ecuación:

$$\text{Pérdida de peso (\%)} = \frac{(P_{inicial} - P_{final})}{P_{inicial}} \times 100$$

4. Análisis estadístico

Para el análisis de datos de la caracterización fisicoquímica de las fibras de bagazo de caña, se implementó un diseño experimental unifactorial completamente aleatorizado. El factor de estudio fue el tipo de fibra con tres niveles (FBC, FBCalc y FBCbla). El análisis estadístico se realizó mediante análisis de varianza (ANOVA) utilizando el software Statgraphics Plus 6.0 (Manugistics, Rockville, MD, EE. UU.),

y las comparaciones de medias se efectuaron mediante la prueba de diferencia mínima significativa (LSD, Least Significant Difference) de Fisher, con un nivel de confianza del 95%.

Para la elaboración de los biocompósitos mediante extrusión termoplástica, se utilizó un diseño central compuesto rotacional con 13 tratamientos y $\alpha = 1.414$. Los factores de estudio fueron el contenido de FBCbla (CF, 0.0–20%) y el contenido de glicerol (CG, 20.0–30.0%). Todos los tratamientos se realizaron de forma aleatoria. Se empleó un modelo polinomial de segundo orden para predecir el comportamiento experimental, donde Y representa la respuesta genérica, $b_1 \dots b_{12}$ son los coeficientes de regresión, X_1 es el contenido de FBCbla y X_2 es el contenido de glicerol. Los datos fueron analizados utilizando la metodología de superficie de respuesta con el software Design Expert® Version 7 (Stat-Ease, Inc., MN, EE. UU.). La significancia de los modelos fue confirmada mediante análisis de varianza (prueba F), y el efecto de los factores de estudio sobre las variables de respuesta se ilustró mediante gráficos de superficie.

IX. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A. Propiedades fisicoquímicas de la fibra de bagazo de caña sometida a diferentes tratamientos

Los resultados obtenidos para cada uno de los tipos de fibra con base en su procesamiento fueron los siguientes: fibra de Bagazo de caña (**FBC**), fibra de bagazo de caña alcalinizado (**FBCalc**) y Fibra de bagazo de caña blanqueada (**FBCbla**). Adicionalmente, se midió la fibra neutro detergente (FND), la cual comprende de la fracción insoluble en detergente neutro, compuesta básicamente por celulosa, hemicelulosa y lignina, y la fibra ácido detergente (FAD), la cual se refiere a los constituyentes menos solubles en la pared celular, representados por la celulosa, lignina, insolubles en detergente ácido (**Cuadro 4**).

La FBCbla mostró un aumento significativo ($p \leq 0.05$) del 6% de FND, del 20% en FAD y, del 54% de celulosa (FBC=47.8 FBCbla= 73.9%), así como una disminución ($p \leq 0.05$) de lignina (FBC= 12.8 FBCbla= 1%) y hemicelulosa (FBC=15.1 FBCbla= 3.7%) en comparación con su contraparte sin tratamiento (FBC). El blanqueo es un factor importante que debe tenerse en cuenta porque no sólo actúa como un eliminador de color no deseado, sino que también es capaz de degradar los compuestos no celulósicos (Gedik y Avinc 2018). Las características o calidad de la celulosa están fuertemente influenciadas por el proceso y el tipo de agente blanqueador utilizado. En el proceso de blanqueo influyen diversos factores, como la temperatura, el pH, la agitación y el tiempo de procesamiento. Un proceso de blanqueo bueno y aceptable es capaz de reducir las impurezas, la lignina y la

hemicelulosa sin dañar la estructura de la fibra, operando a bajas temperaturas y poco tiempo (Arnata y col 2019).

Nuestros resultados concuerdan con Espitia y col aboradores (2010) quienes evaluaron el uso de bagazo de caña para el aislamiento de celulosa en la producción de compósitos termoplásticos reforzados con celulosa, reportando valores para FND de 73.7%, FAD: 50.8%, Hemicelulosa: 22.9%, Lignina: 8.6% y celulosa de 42.7%.

Adicionalmente, los resultados de este estudio están en concordancia con Arnata y col aboradores (2020) quienes evaluaron el blanqueamiento de muestras de palma de sagú reportando un aumento de los niveles de FND, FAD y celulosa, seguido de una disminución de los niveles de hemicelulosa y lignina en cada etapa del proceso de preparación. El contenido de celulosa de la materia prima era inicialmente del 23,70% y, tras los procesos de deliginificación y blanqueo, aumentó hasta el 68,42%, mientras que el contenido de hemicelulosa y lignina disminuyó hasta el 4,70% y el 9,73%, respectivamente.

Cuadro 4. Propiedades fisicoquímicas de la fibra de bagazo de caña, fibra alcalinizada y fibra blanqueada.

Respuesta (%)	FBC	FBCalc	FBCbla
FND	72.4 ± 0.7^b	76.0 ± 0.8^a	76.8 ± 0.6^a
FAD	62.2 ± 0.9^c	69.8 ± 0.4^b	73.7 ± 0.4^a
Hemicelulosa	15.1 ± 0.6^a	7.1 ± 0.9^b	3.7 ± 0.7^c
Lignina	12.8 ± 0.4^a	5.6 ± 0.3^b	1.0 ± 0.1^c
Celulosa	47.8 ± 0.3^c	64.3 ± 0.5^b	73.9 ± 0.4^a

FBC= Fibra de bagazo de caña, FBCalc= Fibra de bagazo de caña alcalinizado, FBCbla= Fibra de bagazo de caña blanqueado, FND= Fibra neutro detergente, FAD= Fibra acido detergente. Letras diferentes (a, b, c) en la misma fila representa diferencia estadística ($p \leq 0.05$) de acuerdo a la diferencia mínima significativa.

B. Elaboración por extrusión de biocompósitos reforzados con fibras de celulosa, variando la matriz polimérica para la evaluación de características fisicoquímicas y mecánicas.

Debido a la creciente preocupación global por el medio ambiente y la conciencia sobre los recursos ecológicos renovables, se han realizado grandes esfuerzos para desarrollar materiales ecológicos y biodegradables para la próxima generación de productos compuestos. El uso creciente de materiales naturales en estos compuestos ha contribuido a reducir las emisiones de gases de efecto invernadero y la huella de carbono. Sin embargo, a pesar de los beneficios de los materiales ecológicos, se enfrentan desafíos como la baja compatibilidad entre la fibra natural de refuerzo y la matriz, y la alta absorción de humedad de las fibras naturales. (Arnata y col 2020; Gholampour y col 2020).

Con base en lo anterior, una vez que se obtuvo la caracterización fisicoquímica de las fibras tratadas por alcalinizado y blanqueado, se procedió a elaborar por extrusión biocompósitos reforzados con fibras de celulosa, proponiendo 3 posibles matrices poliméricas; 1) almidón de maíz, 2) almidón de papa y 3) almidón de trigo, para elegir la mejor matriz con base en nuestros propósitos, se procedió a evaluar sus características fisicoquímicas y mecánicas **(Cuadro 5)**.

Cuadro 5. Propiedades fisicoquímicas y mecánicas de biocompuestos de maíz, papa y trigo.

Propiedades fisicoquímicas			
Respuesta	Biocompuesto maíz	Biocompuesto papa	Biocompuesto trigo
IAA (g A.A./g S.S.)	6.8 ± 0.07 ^b	6.2 ± 0.02 ^c	7.3 ± 0.1 ^a
ISA (% S.S.)	8.5 ± 1.2 ^b	14.2 ± 0.4 ^a	13.7 ± 2.5 ^a
AH53	8.2 ± 0.2 ^a	6.7 ± 0.09 ^b	8.9 ± 1.3 ^a
S	17.8 ± 0.2 ^b	18.2 ± 0.6 ^b	20.3 ± 0.6 ^a
Propiedades Mecánicas			
σ (MPa)	8.7 ± 0.6 ^a	6.4 ± 0.9 ^b	4.8 ± 0.4 ^c
ε (%)	10.9 ± 2.4 ^b	6.2 ± 0.9 ^c	27 ± 7.5 ^a
E (MPa)	630.6 ± 54 ^a	467 ± 66 ^b	190 ± 36 ^c

Letras diferentes (a, b, c, d) en la misma fila (tipo biocompuesto) representa diferencia estadísticamente significativa ($p \leq 0.05$).

En el **Cuadro 5** se muestran las características evaluadas, las cuales fueron, Índice de absorción de agua (IAA), Índice de Solubilidad en Agua (ISA), Capacidad de Absorción de Agua (AH 53%), Índice de desintegración en agua (S), elongación (ϵ), resistencia a la tracción (σ) y módulo de young (E).

Los resultados de estas evaluaciones fueron las siguientes; el biocompósito de almidón de papa presentó el menor valor de IAA (6.2 %) ($p \leq 0.05$). Mientras que, para el ISA fue el biocompósito de almidón maíz el que presentó el menor valor (8.5%) ($p \leq 0.05$). Por otro lado, el valor más bajo para AH se observó en el biocompósito de almidón de papa (6.7%) ($p \leq 0.05$).

Montero y col (2017), evaluaron la fabricación biocompósitos a base de almidón en forma de película para su uso potencial en la industria del envasado. Analizaron el efecto de dos parámetros: la naturaleza del almidón y la cantidad de nanopartículas de celulosa en las propiedades finales de los almidones plastificados. Similar a lo observado en nuestro estudio, ellos reportan que el almidón de papa presentó los valores más bajos de absorción de agua en comparación con sus contrapartes (almidón de maíz y almidón de chícharo).

En cuanto a la evaluación de la solubilidad el valor más bajo fue observado por el biocompósito de almidón de maíz (17.8%) ($p \leq 0.05$). Los valores obtenidos en este estudio para este parámetro difieren a los reportados por Wang y col (2017) quienes al elaborar biocompósitos con fibra y pulpa de plátano, reportaron un valor superior de solubilidad (37.82%). La baja solubilidad en agua del biocompósito de almidón de maíz puede relacionarse con la presencia de una mayor cantidad de

almidón lo que impide que las moléculas de agua penetren en las películas compuestas para disolver las proteínas de la fibra y los gránulos de almidón (Wang y col 2027).

Durante la evaluación de las características mecánicas se observó que el biocompósito de almidón de trigo presentó las mejores características ($\sigma = 4.8$, $\epsilon = 27$, y $E = 190$, estos resultados contrastan a los reportados por Mulinari y col (2016), ellos compararon las propiedades mecánicas de bagazo de caña solo (CCB) y reforzado con polietileno de alta densidad (HDPE), reportaron valores de 8.9% para (HDPE) y de 7.4% para el CCB reforzado al 10% con HDPE. Por otro lado, los valores de tracción fueron de 15.7% para HDPE y de CCB de 23.2%.

Asimismo, Guimarães y col (2010) evaluaron la preparación y caracterización de materiales compuestos de almidón que contienen glicerina comercial y cruda como plastificante y fibras de plátano y bagazo de caña de azúcar como fibras de refuerzo. Las pruebas de tracción de estos compuestos indicaron mejoras marginales en las propiedades de resistencia con respecto a las de la matriz. En el caso de los materiales compuestos, las propiedades de tracción dependían de los métodos de procesado y la presión aplicada mejoraron las propiedades con la misma cantidad de fibra.

1. Resultados experimentales de las variables de respuesta de los biocompósitos de almidón de trigo y fibra de bagazo de caña.

En el **Cuadro 6** son mostrados los valores experimentales obtenidos a partir de cada uno los tratamientos generados por el diseño de experimentos (13 tratamientos). Para las propiedades fisicoquímicas fueron obtenidos los siguientes valores mínimos y máximos respectivamente: AH 53% = 7.16–10.9%, S = 12.9–28.4%, IIA = 5.2–8.5%, ISA = 8.1–14.8% y Biodegradabilidad = 9.4–30.0%.

El análisis de varianza de las propiedades mecánicas y fisicoquímicas de los biocompósitos de almidón reforzado con bagazo de caña se muestra en el **Cuadro 7**. Los datos del modelo mostraron que los modelos de regresión fueron significativos, obteniendo valores de R^2 ajustada ≥ 0.710 , coeficientes de variación (CV) $< 22.96\%$ y p de F < 0.0369 . Ningún modelo presentó falta de ajuste.

2. Propiedades fisicoquímicas

a. Absorción de humedad a 53% (AH%)

Para la variable de respuesta AH 53%, el ANDEVA mostró que el modelo de regresión fue significativo (**Cuadro 7**), teniendo como resultado que el contenido de glicerol y la fibra presentaran efecto significativo en sus términos lineales, cuadráticos y cúbicos, generando la siguiente ecuación:

$$AH\ 53\% = 8.85 + 0.65A + 0.52B - 0.25A^2 - 0.075B^2$$

Donde

A = contenido de glicerol

B = contenido de fibra

Cuadro 6. Propiedades fisicoquímicas de los biocompuestos de almidón de trigo y fibra de bagazo de caña.

Tratamiento	AH53 (%)	S (%)	IAA (%)	ISA (%)	Biodegradabilidad (%)
1	8.36 ± 0.01	16.2 ± 0.7	6.2 ± 0.2	8.4 ± 0.4	15.4 ± 0.9
2	9.01 ± 0.04	14.4 ± 0.3	7.2 ± 0.3	8.9 ± 0.6	16.5 ± 0.5
3	8.13 ± 0.03	27.9 ± 0.8	7.9 ± 0.2	8.9 ± 0.9	21 ± 2.5
4	7.35 ± 0.03	28.4 ± 1.1	7.7 ± 0.3	10.4 ± 1.1	18.0 ± 0.8
5	7.45 ± 0.05	25.8 ± 0.7	8.5 ± 0.1	9.4 ± 0.4	30.0 ± 6.1
6	9.30 ± 0.03	18.5 ± 0.1	7.7 ± 0.3	8.4 ± 1.0	20.3 ± 2.4
7	8.01 ± 0.04	12.9 ± 0.2	7.8 ± 0.2	8.0 ± 0.4	9.4 ± 1.3
8	10.90 ± 0.01	23.3 ± 0.5	5.2 ± 0.2	14.8 ± 0.5	21.4 ± 0.9
9	9.09 ± 0.08	19.1 ± 0.2	7.7 ± 0.2	8.1 ± 0.3	15.4 ± 1.1
10	8.80 ± 0.05	18.9 ± 0.6	8.1 ± 0.2	8.5 ± 0.4	15.5 ± 0.5
11	8.83 ± 0.04	19.0 ± 0.6	7.3 ± 0.1	8.8 ± 0.3	14.6 ± 0.7
12	7.16 ± 0.04	26.2 ± 0.5	6.5 ± 0.2	13.2 ± 0.3	14.2 ± 1.9
13	9.01 ± 0.01	18.8 ± 0.2	7.6 ± 0.2	9.7 ± 0.6	14.8 ± 1.2

Cuadro 7. Análisis de varianza de las propiedades mecánicas y fisicoquímicas de los biocompósitos de almidón reforzados con bagazo de caña.

Respuesta	R² Ajustada	CV¹ (%)	p de F (Modelo)	Falta de ajuste
AH 53%	0.94	1.46	<0.001	0.5859
Solubilidad	0.9041	7.03	< 0.0001	0.1034
%IAA	0.7864	7.11	0.0091	0.1248
%ISA	0.7774	9.32	0.0043	0.2809
Biodegradabilidad	0.9114	9.01	< 0.0001	0.0790
Módulo de Young	0.8090	47.03	0.0066	0.1710
Extensión por tracción	0.8690	22.96	0.0056	0.0980
Esfuerzo de tracción	0.8184	21.73	0.0262	0.3221
Deformación	0.710	27.68	0.0369	0.1114

¹CV, coeficiente de variación.

El rango de valores para la respuesta AH 53% fue de 7.16–10.9%. El punto más pequeño se presentó en los valores más altos de glicerol, y fueron aumentando conforme el glicerol disminuía. Los valores mayores de AH 53% fueron encontrados a puntos intermedios de fibra y glicerol (**Figura 12**). Esto puede ser debido a que la interacción de glicerol con la fibra pudo haber reducido los puentes de hidrógeno entre la matriz polimérica fibra-almidón e incrementar los espacios internos de las moléculas. Por tal razón, la interacción de estos dos componentes pudo generar un hinchamiento en la matriz polimérica, generando debilitamiento entre los enlaces de ella misma, favoreciendo las interacciones de moléculas de agua con grupos funcionales hidrofílicos de las fibras y el almidón (Mendes y col 2016; Maran y col 2014).

b. Solubilidad en agua (S)

La variable solubilidad en agua (S) mostró un modelo significativo, donde el ANDEVA determinó que el contenido glicerol y el contenido de fibra presentaron efecto en sus términos lineales y cuadráticos (**Figura 13**), generando la siguiente ecuación:

$$S = 18.74 - 1.82A + 4.69B + 1.89A^2$$

Donde:

A = contenido de glicerol

B = contenido de fibra

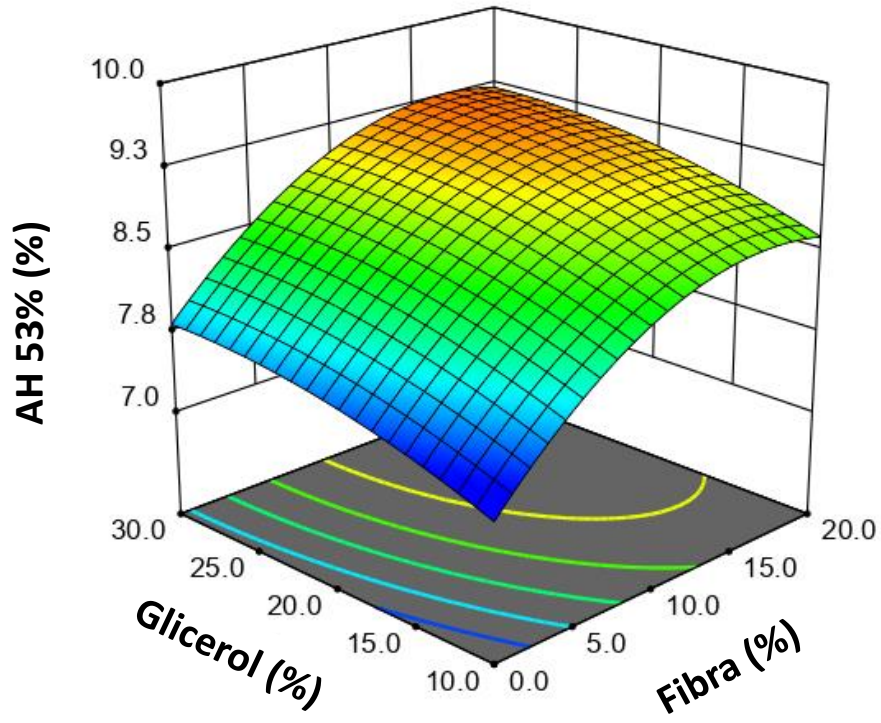


Figura 12. Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña y contenido de glicerol sobre la absorción de humedad a 53% (AH53%).

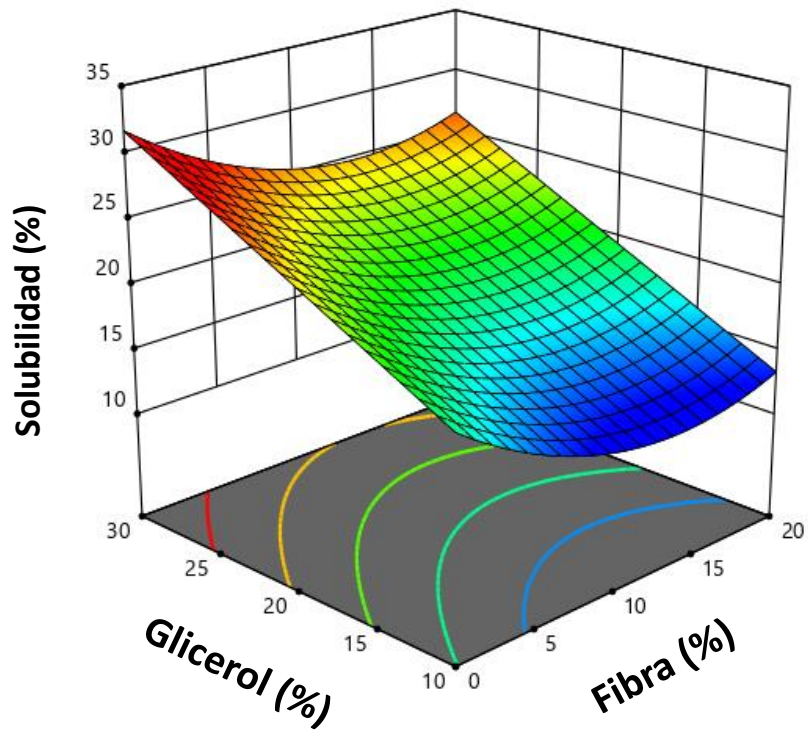


Figura 13. Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña y contenido de glicerol sobre la solubilidad (Solubilidad).

El rango de valores obtenido para la respuesta solubilidad fue de 12.9–28.4%.

El punto más pequeño de solubilidad se encontró a contenido de fibra de entre 10 a 15%, y contenido de glicerol bajo (10%). Esto puede ser debido a que dentro del biocompósito los componentes se encuentran con una buena adhesión entre ellos, generando una alta interacción almidón-fibra (Lu y col 2006). De igual manera, la alta cantidad de grupos acetilos presentes en el almidón y las fibras disminuyen considerablemente la afinidad de estos componentes con el agua (Bello-Pérez y col 2010; Babae y col 2015).

Al momento de aumentar el contenido de glicerol hasta 30 por ciento manteniendo un contenido bajo de fibra, se puede observar que la solubilidad aumenta, encontrando el punto máximo a condición de 30% de glicerol y 0% de fibra. Esto puede ser debido a que la interacción del plastificante con la matriz polimérica, independientemente cual sea el plastificante, produce espacios libres entre las cadenas poliméricas, generando un gradiente de difusividad de agua, teniendo como consecuencia mayor arrastre de componentes y por lo tanto mayor solubilidad (Maran y col 2014).

c. Índice de absorción de agua

El ANDEVA mostró que para el índice de absorción de agua el modelo de regresión generado fue significativo (**Figura 14**), donde las variables de proceso presentaron efecto en los términos lineales y cuadráticos, generando la siguiente ecuación:

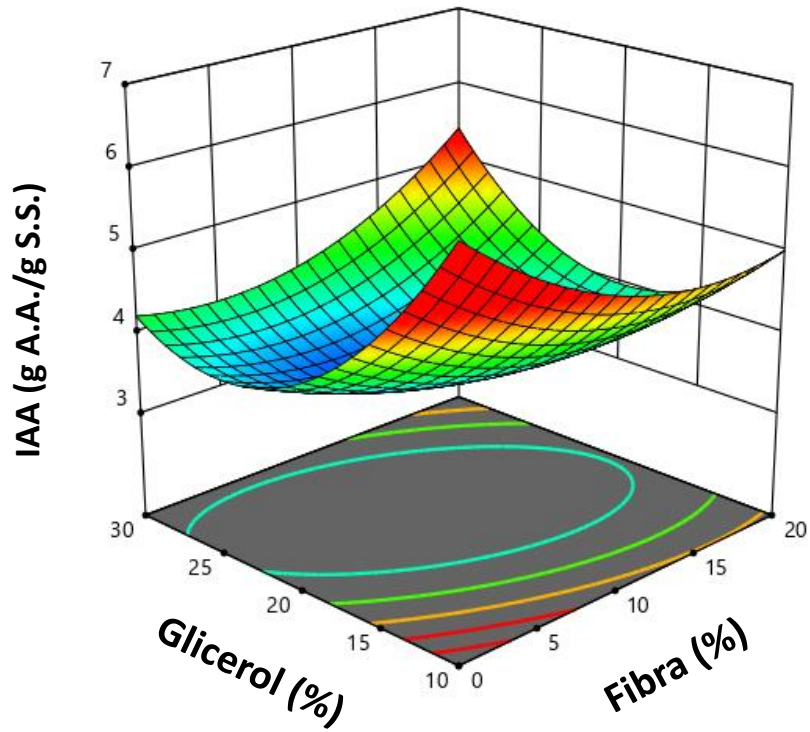


Figura 14. Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña acetilada y contenido de glicerol sobre el índice de absorción en agua (IAA).

$$IAA = 3.47 - 0.03A - 0.32B + 0.32AB + 0.29A^2 + 0.61B^2$$

La figura 14 muestra una superficie de respuesta tridimensional que describe el efecto del contenido de fibra de bagazo de caña acetilada y el contenido de glicerol sobre el índice de absorción de agua (IAA). En el eje X se representa el porcentaje de glicerol, en el eje Y se muestra el porcentaje de fibra, y en el eje Z se encuentra el IAA expresado en gramos de agua absorbida por gramo de sólido seco (g A.A./g S.S.).

Al evaluar el efecto del contenido de glicerol y fibra de bagazo de caña se observó que a bajos contenidos de glicerol (0-10%), el IAA disminuye con el incremento del contenido de fibra, alcanzando valores mínimos alrededor del 3.5 g A.A./g S.S. Por otro lado, a contenidos intermedios de glicerol (10-20%), se observa una ligera recuperación en el IAA, especialmente a contenidos de fibra bajos a intermedios. Finalmente, a contenidos altos de glicerol (20-30%), el IAA aumenta considerablemente, alcanzando valores máximos cercanos a 6-7 g A.A./g S.S. independientemente del contenido de fibra.

Este comportamiento observado sugiere una interacción significativa entre el contenido de glicerol y fibra sobre la capacidad de absorción de agua del material. El glicerol, al ser un plastificante, mejora la flexibilidad y la movilidad de las cadenas poliméricas, facilitando la absorción de agua a altos contenidos. La fibra de bagazo de caña, por su parte, puede proporcionar una estructura más rígida que inicialmente disminuye la absorción de agua, pero a mayores niveles de glicerol,

este efecto se ve compensado por la mayor capacidad de absorción de agua proporcionada por el plastificante (Sanyang y col 2015).

Estos resultados concuerdan con Sanyang y col (2015) quienes reportaron que el glicerol actúa como un agente plastificante efectivo que incrementa la capacidad de absorción de agua en matrices poliméricas. Adicionalmente, diversos autores mencionan que la introducción del grupo acetilo en las fibras de celulosa puede obtenerse por el método de esterificación utilizando reactivos acetilantes (Zhao y col 2008). La reducción de la naturaleza polar de las fibras naturales aumenta la estabilidad dimensional de los composites. Los grupos hidroxilo de la fibra (OH) reaccionan con grupos acetilo (CH₃CO-) para hacer la superficie más hidrófoba. La acetilación reduce la tendencia de absorción de humedad de las fibras en un 50% aproximadamente. Se ha informado de que los grupos hidroxilo presentes en la hemicelulosa, la lignina y la celulosa sufren acetilación (John & Ananddjiwala, 2008).

d. Índice de Solubilidad de Agua

La **Figura 15** es una gráfica tridimensional que muestra la relación entre el contenido de fibra de bagazo de caña acetilada y el contenido de glicerol sobre el índice de solubilidad de agua (ISA). En el eje X se muestra el % de fibra, en el eje Y el contenido de glicerol (%) y el eje Z se muestra el índice de solubilidad de agua en porcentaje de sólido seco (%).

Referente a la relación entre el contenido de fibra y glicerol sobre el ISA se observó que a niveles bajos y moderados de fibra (entre 0% y 10%), el ISA tiende a incrementarse de forma proporcional con el contenido de glicerol, alcanzando

valores máximos en alrededor de 15% de glicerol. Asimismo, a mayores contenidos de fibra (más de 10%), el incremento del ISA con el contenido de glicerol es menos pronunciado. Por otro lado, al presentarse altos contenidos de glicerol (más de 20%), el ISA parece estabilizarse o incluso disminuir ligeramente, indicando una posible saturación en la capacidad de solubilidad proporcionada por el glicerol.

Estos resultados son consistentes con lo descrito por Aloui y col (2011) quienes reportan que el glicerol puede aumentar la solubilidad de biopolímeros al reducir las interacciones intermoleculares. Esto debido a que el glicerol actúa como un plastificante, mejorando la flexibilidad y la solubilidad del material en agua. Lo que explica por qué el ISA aumenta con el contenido de glicerol hasta cierto punto. Observando que a niveles óptimos de glicerol (alrededor de 15%), se presenta el ISA máximo.

A bajos niveles de fibra, el aumento de glicerol tiene un efecto más pronunciado en el ISA, posiblemente porque la estructura menos rígida de la matriz permite una mejor incorporación del glicerol. Sin embargo, a altos niveles de fibra, la matriz se vuelve más rígida y menos susceptible a la plastificación por glicerol, resultando en menores incrementos del ISA (Sanyang y col 2015).

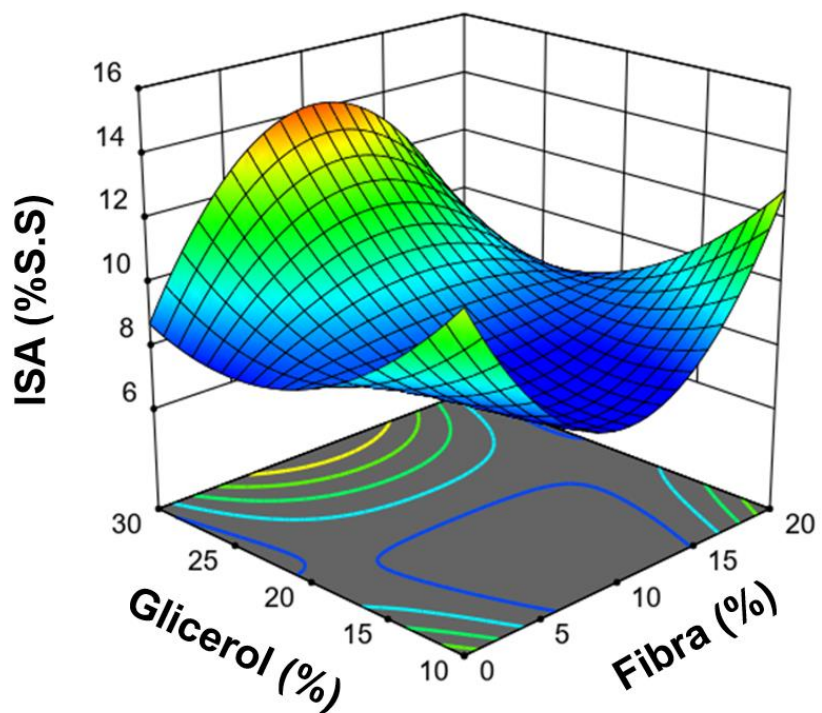


Figura 15. Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña acetilada y contenido de glicerol sobre el índice de solubilidad en agua (ISA).

e. Biodegradabilidad

En el caso de la pérdida de peso (PP) durante la prueba de biodegradabilidad, el ANDEVA mostró resultados significativos en el modelo de predicción generado. Teniendo efecto en los términos lineales y cuadráticos. De dicho modelo se generó la siguiente ecuación:

$$PP = 14.78 - 2.45A + 3.51B - 2.03AB + 4.77A^2$$

Donde

A = contenido de glicerol

B = contenido de fibra

Este valor de biodegradabilidad dentro de los tratamientos osciló de 9.4% hasta un 30% de pérdida de peso, durante las 5 semanas que duró el ensayo. Los resultados más bajos de biodegradabilidad se encontraron en las condiciones de fibra de 10% aproximadamente y a contenido de glicerol bajo (10%) (**Figura 16**). Esto puede ser debido a que, en este punto, la alta adherencia y mayor cohesión de la mezcla almidón fibra junto con la poca concentración de plastificante, permite una alta cristalinidad del biocompósito, teniendo como resultado la restricción de la actividad enzimática de los microorganismos, generando de esta manera una disminución en la tasa de degradación (Guleria y col 2018).

Los valores más altos encontrados para pérdida de peso se registraron a los valores más bajos de fibra y altos contenidos de glicerol.

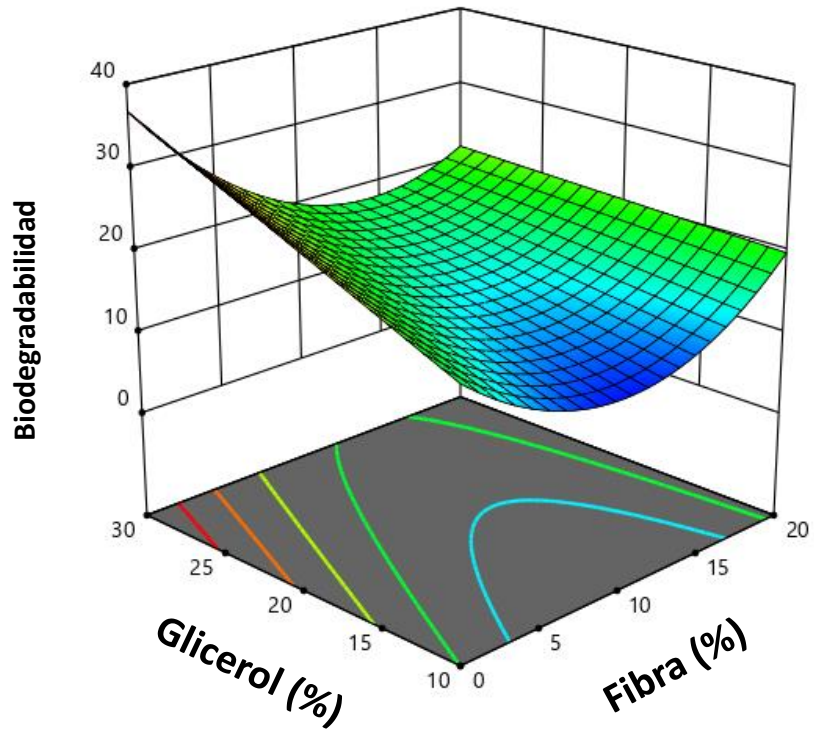


Figura 16. Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña y contenido de glicerol sobre el índice de biodegradabilidad.

Se ha reportado en la literatura que este efecto es debido a que, al momento de bajar la cantidad de fibra, la matriz conformada con almidón y plastificante pierden la protección de las fibras. La degradación de los bioplásticos ocurre en dos etapas, que consiste en la hidrólisis de la matriz, seguido del ataque microbiológico. Al no tener la suficiente fibra, la primera etapa dura menor tiempo (Maran y col 2014).

f. Módulo de Young (E)

Para la variable de respuesta módulo de Young, se encontró un modelo significativo de segundo orden, teniendo efecto en los términos lineales y cuadráticos. Asimismo, las interacciones AB, A²B and AB² presentaron efecto significativo. La ecuación de regresión del modelo se muestra a continuación:

$$E = 100 + 33.00A - 234.08B - 83.55AB + 33.49A^2 + 188.99B^2$$

El rango de valores obtenidos para el módulo de Young varió de 36 hasta 783 MPa. El valor de la variable de respuesta fue incrementando a medida que aumentaba el contenido de fibra, teniendo el valor más alto en el 20%, a contenido bajo de glicerol (**Figura 17**). Se han encontrado reportes que demuestran que la fibra en biomateriales genera un reforzamiento en la matriz polimérica, ya que interaccionan fuertemente con el almidón dándole rigidez a la mezcla (Karimi y col 2016; El Halal y col 2018).

Al momento de que se incrementa el contenido de glicerol, el valor de la respuesta módulo de Young disminuye, encontrando su punto más bajo a contenido de 30%. Este comportamiento puede ser debido a las interacciones que genera el

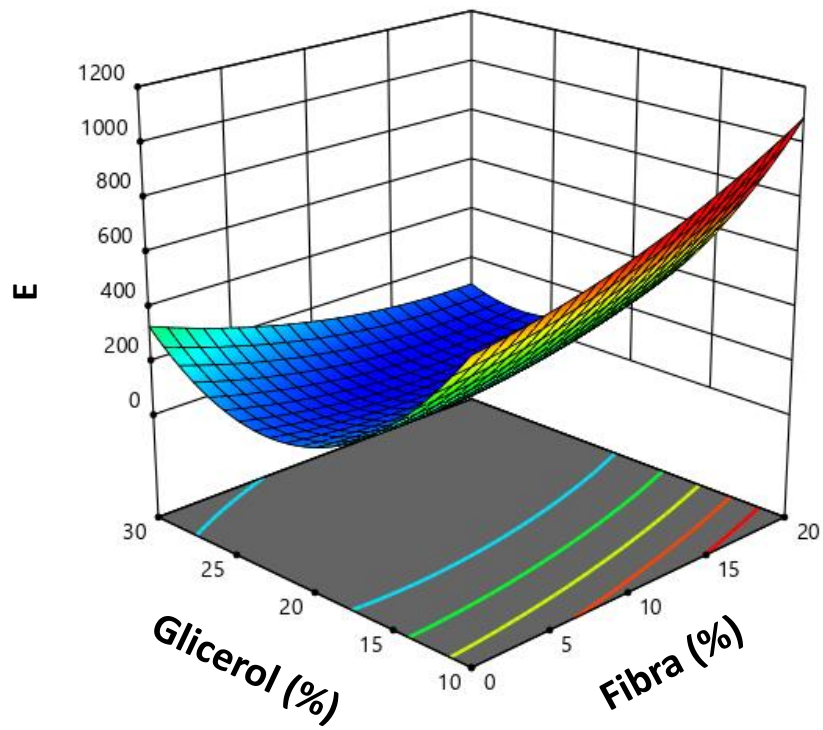


Figura 17. Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña y contenido de glicerol sobre el módulo de Young.

glicerol a altas concentraciones, impidiendo que las fibras y el almidón se unan en gran medida, permitiendo la flexibilidad que otorga un plastificante y, por ende, generando una estructura pobre mecánicamente hablando (Lu y col 2006; Maran y col 2014).

g. Elongación (ϵ)

El parámetro elongación mostró un modelo significativo, donde el contenido de glicerol y fibra generaron términos lineales y cuadráticos. La siguiente ecuación representa el modelo matemático usado para la respuesta:

$$\epsilon = 2.58 + 0.37A - 2.49B - 1.28AB + 0.77A^2 + 2.30B^2$$

Los valores obtenidos para esta respuesta fueron de 2.3 a 10.58 mm. El punto más alto de elongación fue a contenido de glicerol de 10% y contenido de fibra de 20% (**Figura 18**). Esto puede ser debido a que el glicerol a esas concentraciones interactuar dentro de la matriz polimérica, permitiendo que la zona plástica del material sea más larga que la parte plástica, generando un acomodo de la matriz polimérica, otorgándole mayor elongación. Se han encontrado reportes en la literatura de elongación de 2 a 8 milímetros en compósitos de almidón con fibra de yute (Wang y col 2017). Plásticos convencionales como el poliestireno y polivinílico presentan valores de ϵ de 1.3–5.0% y 10.0–50.0%, respectivamente.

h. Resistencia a la tracción (σ)

El análisis de varianza mostro un modelo significativo de segundo orden para la resistencia a la tracción, presentando efecto significativo ambas variables de

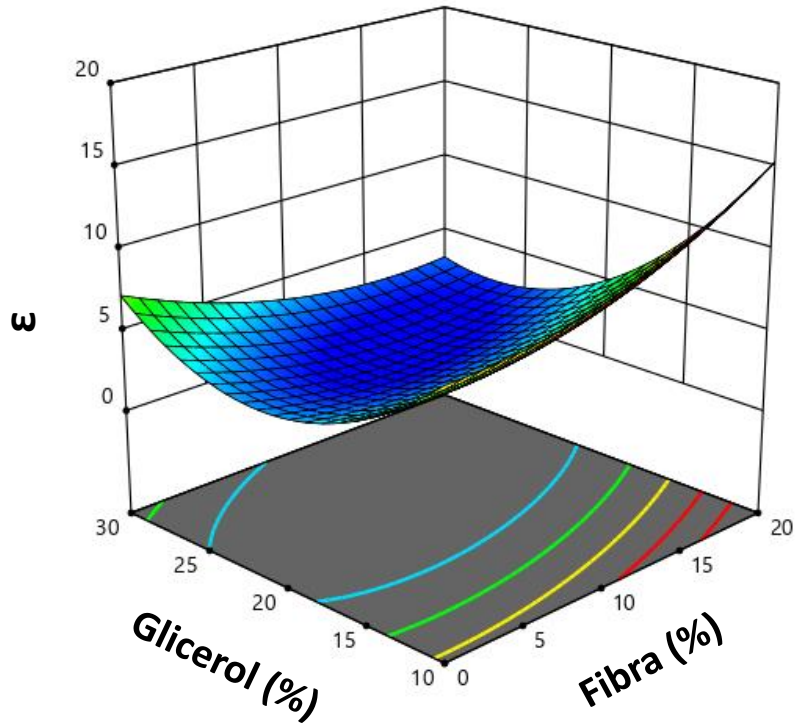


Figura 18. Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña y contenido de glicerol sobre la máxima extensión por tracción.

proceso en sus términos lineales y cuadráticos. Se muestra a continuación el modelo de predicción para la variable de respuesta:

$$\sigma = 32.92 - 3.60A + 6.91B + 1.65AB - 5.36A^2 - 9.72B^2$$

El rango obtenido para la resistencia a la tracción fue de 2.38 a 34.56 MPa. Los valores de esta respuesta para plásticos sintéticos son de 30 a 55 MPa para poliéster y de 25 a 440 MPa para propileno, teniendo una similitud a los valores encontrados en este estudio. En la **Figura 19** se muestra que el punto más alto de resistencia a la tracción se encontró entre 20-25% de glicerol.

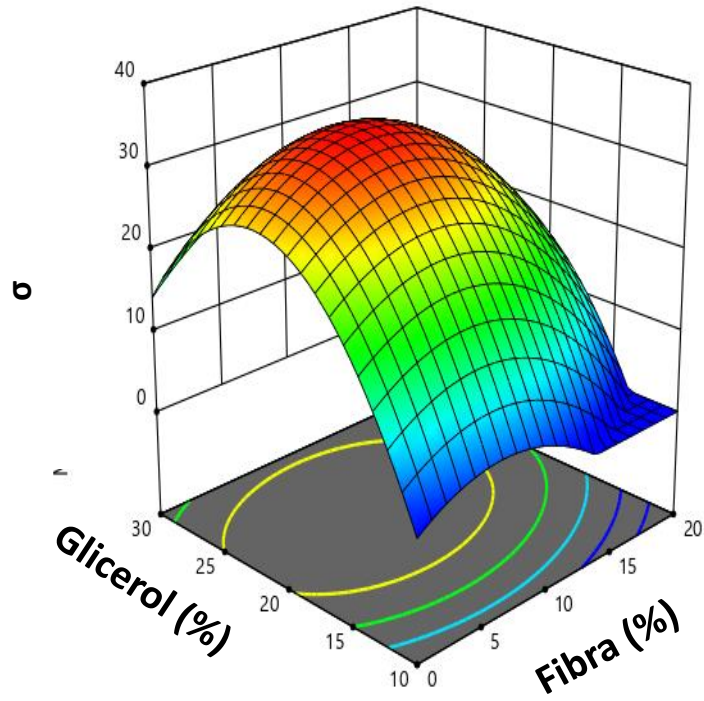


Figura 19. Efecto del contenido de fibra de bagazo de caña y contenido de glicerol sobre el máximo esfuerzo de tracción.

i. Optimización

Fue llevada a cabo una optimización para la determinación de la mejor mezcla de fibra y glicerol, con el objetivo de tener un pellet fuerte, flexible y con una alta resistencia a la absorción de agua, para que puedan ser utilizados como material de empaque biodegradable. Debido a esto, en el **Cuadro 8** fueron establecidos los siguientes criterios de optimización: absorción de humedad al 53% y biodegradabilidad al mínimo, y valores altos elongación (ϵ) y resistencia a la tracción (σ).

En la **figura 20** se muestra la gráfica de barras obtenido a partir de la optimización utilizando el método numérico. Se muestra las barras de la deseabilidad de cada una de las variables de respuesta y la deseabilidad global. Fue elegido el criterio de “en rango” los criterios de la optimización para las variables de proceso (contenido de glicerol y fibra), por este motivo, los valores fueron de 1.

El AH 53% mostró una deseabilidad de 0.59, mostrando que alcanzó aproximadamente el 59% del criterio pedido al programa. La variable de respuesta biodegradabilidad presentó una deseabilidad de 0.90, σ de 0.60 y ϵ de 0.43. La deseabilidad global (DG) o combinada es determinada con la siguiente fórmula: **DG = (d1d2...dm)^{1/m}**. Dónde: d1 representa el valor de deseabilidad de las respuestas independientes y m es el número de respuestas. **DG = (0.59*0.90*0.60*0.43)^{1/3}, DG = 0.61.**

Las condiciones óptimas que generó el método numérico fueron de contenido de fibra de 8.8% y 12.7% de glicerol, los cuales generaron los siguientes valores

Cuadro 8. Criterios y límites empleados para la optimización numérica.

Nombre	Fibra	Glicerol	AH 53%	Biodegradabilidad	σ	ε
Objetivo	Rango	Rango	Mínimo	Mínimo	Máximo	Máximo
Límite Inferior	0	10	7.45	9.4	2.3	2.38
Límite Superior	20	30	9.49	30	10.58	34.56
Importancia	3	3	3	3	3	3
Peso	1	1	1	1	1	1

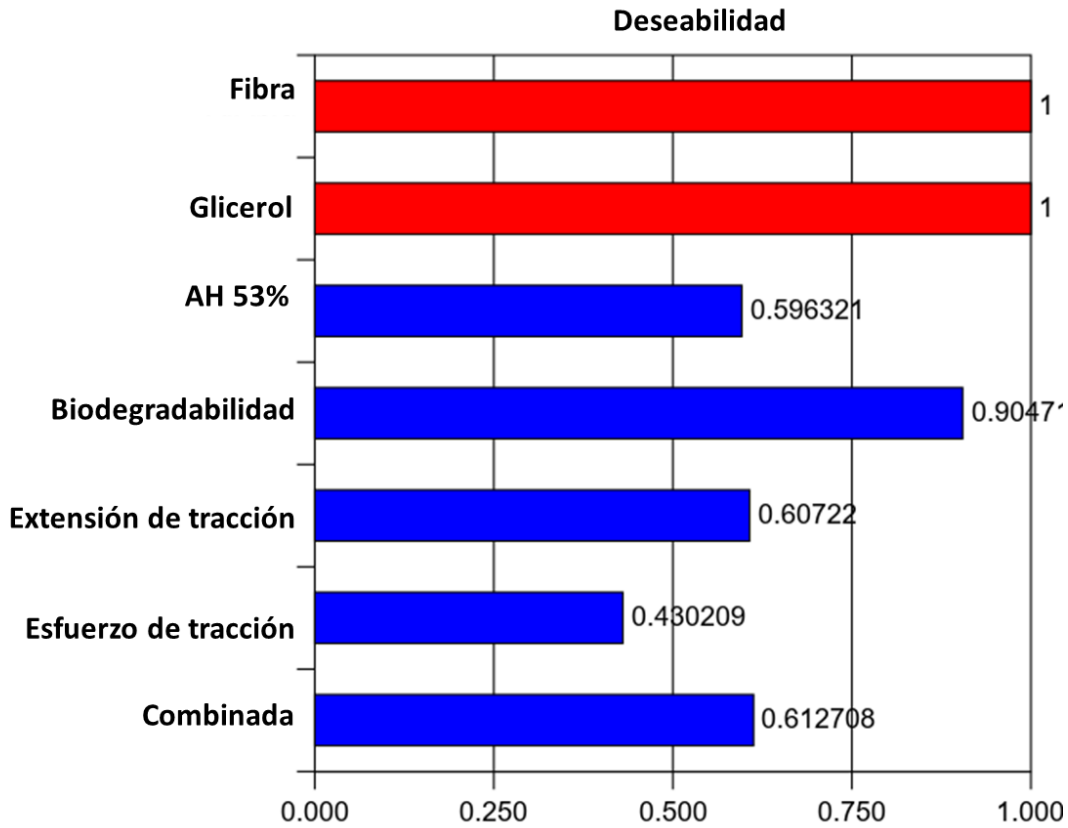


Figura 20. Deseabilidad individual y global (combinada) de los factores de estudio y variables de respuesta analizadas durante la optimización.

predichos: AH 53% = $8.27 \pm 0.13\%$, PP = $11.37 \pm 1.6\%$, $\sigma = 7.32 \pm 1.11$ MPa, $\varepsilon = 16.24 \pm 4.53\%$. Los valores experimentales obtenidos con las condiciones óptimas fueron de: AH 53% = $9.2 \pm 0.53\%$, PP = $10.37 \pm 0.9\%$, $\sigma = 4.17 \pm 1.1$ MPa, $\varepsilon = 14.48 \pm 2.3\%$. Los valores experimentales fueron muy cercanos o dentro del intervalo de los valores predichos, por este motivo, los modelos empleados mostraron tener un ajuste correcto para generar la mejor combinación posible y así generar un biocompósito con buenas propiedades mecánicas y resistencia al agua.

IX CONCLUSIONES

1. Fue posible obtener mediante la tecnología de extrusión termoplástica, compósitos biodegradables a base de Almidón y glicerol reforzados con fibra con buenas propiedades mecánicas y de barrera.
2. Se registró un mejoramiento en la resistencia al agua de los biocompósitos, mientras que, las propiedades mecánicas fueron iguales o mejores que las reportadas en la bibliografía para polímeros convencionales.
3. Los modelos matemáticos fueron adecuados ya que se registraron valores de $R^2 > 0.94$, $CV < 10.4\%$ y $p < 0.05$. Todas las variables de respuesta fueron afectadas significativamente ($p < 0.05$) por los factores de estudio (contenido de fibra y glicerol).
4. Del análisis de optimización mediante el método numérico de la metodología de superficie de respuesta, se encontró una formulación óptima (Fibra = 8.8%, Glicerol = 12.7%) para ser procesada por diferentes técnicas de transformación de plásticos.
5. Se produjeron satisfactoriamente materiales biodegradables a partir de una formulación óptima empleando para obtener un material en forma de película plana. Con buenas propiedades mecánicas, fisicoquímicas y térmicas.

X. BIBLIOGRAFÍA

- Abera G. Woldeyes B. Demash HD. Miyake G. 2020. The effect of plasticizers on thermoplastic starch films developed from the indigenous Ethiopian tuber crop Anchote (*Coccinia abyssinica*) starch. *International journal of biological macromolecules*, 155, 581-587.
- Abeykoon C. Kelly AL. Vera-Sorroche J. Brown EC. Coates PD. Deng J. Price M. 2014. Process efficiency in polymer extrusion: Correlation between the energy demand and melt thermal stability. *Applied Energy*, 135, 560-571.
- Aguiar S. Enríquez Estrella M. Uvidia Cabadiana H. 2022. Residuos agroindustriales: su impacto, manejo y aprovechamiento. *AXIOMA*: 1(27), 5–11.
- Agunsoye JO. Aigbodion VS. 2013. Bagasse filled recycled polyethylene bio-composites: Morphological and mechanical properties study. *Results in Physics*: 3, 187–194. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2013.09.003>
- Almazan O. Gonzalez L. Galvez L. 2001. The sugarcane, it's byproducts and co-products. *Sugarcane International*: 3–8.
- Aloui, H., Khwaldia, K., Slama, M. B., & Hamdi, M. (2011). Effect of glycerol and coating weight on functional properties of biopolymer-coated paper. *Carbohydrate polymers*, 86(2), 1063-1072.
- Arnata IW. Fahma F. Richana N. Sunarti TC. 2019. Cellulose Production from Sago Frond with Alkaline Delignification and Bleaching on Various Types of Bleach Agents. *Oriental Journal of Chemistry*, 35.

Arnata IW. Suprihatin S. Fahma F. Richana N. Sunarti TC. 2020. Cationic modification of nanocrystalline cellulose from sago fronds. *Cellulose*. doi:10.1007/s10570-019-02955-

3

Ashter SA. Overview of biodegradable polymers, Introduction to Bioplastics Engineering (2016) 19–30.

Avellán A. Díaz D. Mendoza A. Zambrano M. Zamora Y. Riera MA. 2020. Obtención de bioplástico a partir de almidón de maíz (*Zea mays* L.). *Revista Colón Ciencias, Tecnología y Negocios*, 7(1).

Avilés GR. 2006. Obtención y caracterización de un polímero biodegradable a partir del almidón de yuca. *Ingeniería y ciencia*, 2(4), 5-28.

Azammi AN. Ilyas RA. Sapuan SM. Ibrahim R. Atikah MSN. Asrofi M. Atiqah A. 2020. Characterization studies of biopolymeric matrix and cellulose fibres based composites related to functionalized fibre-matrix interface. In Interfaces in particle and fibre reinforced composites (pp. 29-93). *Woodhead Publishing*.

Bajpai P. 2019. Background and introduction. In Biobased Polymers (pp. 1–12). *Elsevier*. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818404-2.00001-1>

Bao X. Yu L. Simon GP. Shen S. Xie F. Liu H. Zhong L. 2018. Rheokinetics of graft copolymerization of acrylamide in concentrated starch and rheological behaviors and microstructures of reaction products. *Carbohydrate polymers*, 192, 1-9.

- Bernhardt DC. Ponce NMA. Basanta MF. Stortz CA. Rojas AM. 2019. Husks of Zea mays as a potential source of biopolymers for food additives and materials' development. *Heliyon*, 5(3), e01313. <https://doi.org/10.1016/J.HELIYON.2019.E01313>
- Berzin F. Beaugrand J. Dobosz S. Budtova T. Vergnes B. 2017. Lignocellulosic fiber breakage in a molten polymer. Part 3. Modeling of the dimensional change of the fibers during compounding by twin screw extrusion. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 101, 422-431.
- Carvalho AJ 2008. Starch: major sources, properties and applications as thermoplastic materials. *Monomers, polymers and composites from renewable resources*, 321-342.
- Chavez VY. Zúñiga MM. Calderón AC. Balta JD. 2023. Optimización de la hidrólisis enzimática del almidón en el jugo de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*): Hidrólisis enzimática del almidón. *Revista Bio Ciencias*, 10.
- Christian SJ. 2020. Natural fibre-reinforced noncementitious composites (biocomposites). In *Nonconventional and vernacular construction materials* (pp. 169-187). *Woodhead Publishing*.
- Chung JH. Han JA. Yoo B. Seib PA. Lim ST. 2008. Effects of molecular size and chain profile of waxy cereal amylopectins on paste rheology during retrogradation. *Carbohydrate polymers*, 71(3), 365-371.
- Cornejo Reyes GV. Marinero Orantes EA. Funes Guadrón C. Toruño PJ. Zúñiga- González CA. 2020. Biopolímeros para uso agro industrial: Alternativa sostenible para la elaboración de una película de almidón termo plástico biodegradable. *Revista*

Iberoamericana de Bioeconomía y Cambio Climático, 6, 2020.

<https://doi.org/10.5377/ribcc.v6i11.9824>

Costa LAS. Assis D. de J. Gomes GVP. Da Silva JBA. Fonsêca AF. Druzian JI. 2015.

Extraction and Characterization of Nanocellulose from Corn Stover. *Materials Today: Proceedings*, 2(1), 287–294. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2015.04.045>

De Resende TM. Da Costa MM. 2019. Biopolymers of sugarcane. In Sugarcane Biorefinery,

Technology and Perspectives (pp. 229–254). *Elsevier*. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814236-3.00012-3>

Devadiga DG. Bhat KS. Mahesha G. 2020. Sugarcane bagasse fiber reinforced composites:

Recent advances and applications. *Cogent Engineering*, 7(1), 1823159. [doi:10.1080/23311916.2020.1823159](https://doi.org/10.1080/23311916.2020.1823159)

Domene-López, D., Delgado-Marín, J. J., García-Quesada, J. C., Martín-Gullón, I., &

Montalbán, M. G. (2020). Electroconductive starch/multi-walled carbon nanotube films plasticized by 1-ethyl-3-methylimidazolium acetate. *Carbohydrate polymers*, 229, 115545.

El Halal SLM, Pinheiro-Bruni G, Amaral-do Evangelho J, Biduski B, Silva FT, Guerra-Dias

AR, da Rosa-Zavareze E y de Mello-Luvielmo M. 2018. The properties of potato and cassava starch films combined with cellulose fibers and/or nanoclay. *Starch-Stärke* 70(1-2):1700115.

FAO. 1993. Determinación de Fibra por Detergente Ácido.

In MA. Olvera CA. Martínez E. Real de León (Eds.), Manual de técnicas para laboratorio de nutrición de peces y crustáceos contenido.

Faruk O. Ain MS 2013. Biofiber reinforced polymer composites for structural applications. In *Developments in fiber-reinforced polymer (FRP) composites for civil engineering* (pp. 18-53). Woodhead Publishing.

George A. Sanjay MR. Srisuk R. Parameswaranpillai J. Siengchin S. 2020. A comprehensive review on chemical properties and applications of biopolymers and their composites. *International Journal of Biological Macromolecules*; 154, 329–338. doi:10.1016/j.ijbiomac.2020.03.120

Guimarães JL. Wypych F. Saul CK. Ramos LP. Satyanarayana KG. 2010. Studies of the processing and characterization of corn starch and its composites with banana and sugarcane fibers from Brazil. *Carbohydrate Polymers*, 80(1), 130–138. doi:10.1016/j.carbpol.2009.11.002

Hausnerova B. Honkova N. Lengalova A. Kitano T. Saha P. 2006. Rheology and fiber degradation during shear flow of carbon-fiber-reinforced polypropylenes. *Polymer Science Series A*, 48, 951-960.

Herrera-Rengifo J. Villa-Prieto L. Villa-Prieto A. García-Alzate L. 2020. Extracción de almidón de cáscara de cacao *Theobroma cacao* L. como alternativa de bioprospección. *Revista Ion*, 33(2), 25–34.

Hosseini SB. 2020. Natural fiber polymer nanocomposites. *Fiber-Reinforced Nanocomposites: Fundamentals and Applications*, 279-299.

- Hosseini SB. 2020. Natural fiber polymer nanocomposites. *Fiber-Reinforced Nanocomposites: Fundamentals and Applications*, 279-299.
- Huang Z. Wang N. Zhang Y. Hu H. Luo Y. 2012. Effect of mechanical activation pretreatment on the properties of sugarcane bagasse/poly (vinyl chloride) composite. *Composites. Part A, Applied Science and Manufacturing*, 43(1), 114–120. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.09.025>
- Hyvärinen M. Jabeen R. Kärki T. 2020. The modelling of extrusion processes for polymers—A review. *Polymers*, 12(6), 1306.
- Ibrahim MIJ. Sapuan SM. Zainudin ES. Zuhri MYM. 2020. Preparation and characterization of cornhusk/sugar palm fiber reinforced Cornstarch-based hybrid composites. *Journal of Materials Research & Technology*, 9(1), 200–211. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.10.045>
- Ibrahim NA. Ahmad SNA. Yunus WMZW. Dahlan KZM. 2009. Effect of electron beam irradiation and poly (vinyl pyrrolidone) addition on mechanical properties of polycaprolactone with empty fruit bunch fibre (OPEFB) composite. *Express Polym. Lett*, 3(4), 226-234.
- Jawaid MHPS. Khalil HA. 2011. Cellulosic/synthetic fibre reinforced polymer hybrid composites: A review. *Carbohydrate polymers*, 86(1), 1-18.
- John, M. J., & Ananddjiwala, R. D. (2008). Recent developments in chemical modification and characterisation of natural fiber reinforced composite. *Polymer Composite*, 29,(2), 187–207. <https://doi.org/10.1002/pc.20461>

- Jiang T. Duan Q. Zhu J. Liu H. Yu L. 2020. Starch-based biodegradable materials: Challenges and opportunities. *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research*, 3(1), 8-18.
- Jumaidin R. Khiruddin MAA. Asyul Sutan Saidi Z. Salit MS. Ilyas RA. 2020. Effect of cogon grass fibre on the thermal, mechanical and biodegradation properties of thermoplastic cassava starch biocomposite. *International Journal of Biological Macromolecules*, 146, 746–755. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.11.011>
- Kabir E. Kaur R. Lee J. Kim KH. Kwon EE. 2020. Prospects of biopolymer technology as an alternative option for non-degradable plastics and sustainable management of plastic wastes. In *Journal of Cleaner Production* (Vol. 258, p. 120536). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.120536>
- Kuakpetoon D. Wang YJ. 2006. Structural characteristics and physicochemical properties of oxidized corn starches varying in amylose content. *Carbohydrate Research*, 341(11), 1896-1915.
- Lim MH. Wu H. Reid DS. 2000. The effect of starch gelatinization and solute concentrations on T g' of starch model system. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 80(12), 1757-1762.
- Lizarraga Cardenas BM. 2024. Producción de Biopolímeros a partir de Residuos Agroindustriales: Una Revisión Sistemática.
- Lomelí-Ramírez MG. Satyanarayana Kestur G. Manríquez-González R. Iwakiri S. De Muniz GB. Flores-Sahagun TS. 2014. Bio-composites of cassava starch-green coconut fiber:

Part II - Structure and properties. *Carbohydrate Polymers*, 102(1), 576– 583.

<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.11.020>

Lourdin D. Putaux JL. Potocki-Véronèse G. Chevigny C. Rolland-Sabaté A. Buléon A. 2015.

Crystalline Structure in Starch. In: Nakamura, Y. (eds) *Starch*. Springer, Tokyo.

https://doi.org/10.1007/978-4-431-55495-0_3

Macedo JDS. Costa MF. Tavares MI. Thire RM. 2010. Preparation and characterization of

composites based on polyhydroxybutyrate and waste powder from coconut fibers processing. *Polymer Engineering & Science*, 50(7), 1466-1475.

Maqsood M. Seide G. 2020. Improved thermal processing of polylactic acid/oxidized starch

composites and flame-retardant behavior of intumescent non-wovens. *Coatings*, 10(3), 291.

Maran, J. P., Sivakumar, V., Thirugnanasambandham, K., & Sridhar, R. (2014). Degradation

behavior of biocomposites based on cassava starch buried under indoor soil conditions. *Carbohydrate polymers*, 101, 20-28.

Masina N. Choonara YE. Kumar P. du Toit LC. Govender M. Indermun S. Pillay V. 2017. A

review of the chemical modification techniques of starch. *Carbohydrate polymers*, 157, 1226-1236.

Miléo PC. Oliveira MF. Luz SM. Rocha GJM. Goncalves AR. 2016. Thermal and chemical

characterization of sugarcane bagasse cellulose/lignin-reinforced composites. *Polymer Bulletin*, 73, 3163–3174. <https://doi.org/10.1007/s00289-016-1647-x>

- Moad G. 2011. Chemical modification of starch by reactive extrusion. *Progress in Polymer Science*, 36(2), 218-237.
- Mohamed SAN. Zainudin ES. Sapuan SM. Azaman MD. Arifin AMT. 2018. Introduction to natural fiber reinforced vinyl ester and vinyl polymer composites. In Natural fibre reinforced vinyl ester and vinyl polymer composites (pp. 1-25). Woodhead Publishing.
- Montero B. Rico M. Rodríguez-Llamazares S. Barral L. Bouza R. 2017. Effect of nanocellulose as a filler on biodegradable thermoplastic starch films from tuber, cereal and legume. *Carbohydrate polymers*, 157, 1094-1104.
- Montiel EG. 2020. Modificación dual del almidón de yuca: oxidación-esterificación, y termoplastificación, para la compatibilización con PLA (Doctoral dissertation, Tesis de Grado], Centro de Investigación de Química Aplicada).
- Morales-Escobar DP. Almarío ÁÁÁ. 2023. Utilización de residuos agroindustriales en la elaboración de materiales. Prácticas investigativas de jóvenes investigadores en Sucre, Colombia, 230.
- Moubarik A. Grimi N. Boussetta N. 2013. Structural and thermal characterization of Moroccan sugar cane bagasse cellulose fibers and their applications as a reinforcing agent in low density polyethylene. *Composites Part B: Engineering*, 52, 233–238. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.04.040>
- Mulinari DR. Voorwald HJ. Cioffi MO. da Silva ML. 2017. Cellulose fiber-reinforced high-density polyethylene composites—Mechanical and thermal properties. *Journal of Composite Materials*, 51(13), 1807-1815.

Netravali AN. Chabba S. Composites get greener. *Mater Today*. 2003;6(4):22–29.

Ogunsona E. Ojogbo E. Mekonnen T. 2018. Advanced material applications of starch and its derivatives. *European Polymer Journal*, 108, 570–581.

Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura. (04 de abril de 2023). Biotecnología agrícola en la agricultura, la silvicultura, la ganadería, la pesca y la agroindustria. <https://www.fao.org/biotech/sectoral-overviews/agro-industry/es/#:~:text=Las%20agroindustrias%20constituyen%20un%20medio,en%20os%20pa%C3%ADses%20en%20desarrollo>.

Pérez IMM. MAESTRA EN CIENCIA DE PRODUCTOS FORESTALES.

Petinakis E. Yu L. Edward G. Dean K. Liu H. Scully AD. 2009. Effect of matrix–particle interfacial adhesion on the mechanical properties of poly (lactic acid)/wood-flour micro-composites. *Journal of Polymers and the Environment*, 17, 83-94.

Pineda-Gómez, P., Coral, D. F., Ramos-Rivera, D., Rosales-Rivera, A., & Rodríguez-García, M. E. (2011). Thermo-alkaline treatment. A process that changes the thermal properties of corn starch. *Procedia Food Science*, 1, 370-378.

Preciado A. Canizales J. Villegas M. Domínguez JA. González G. 2022. Aprovechamiento de subproductos de la industria agroalimentaria. Un acercamiento a la economía circular. *Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha*, 23(2), 92–99.

Pricci A. de Tullio MD. Percoco G. 2021. Analytical and numerical models of thermoplastics: A review aimed to pellet extrusion-based additive manufacturing. *Polymers*, 13(18), 3160.

- Ramleea NA. Jawaid M. Zainudinb ES. Yamani SAK. 2019. Tensile, physical and morphological properties of oil palm empty fruit bunch/ sugarcane bagasse fibre reinforced phenolic hybrid composites. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(4), 3466–3474. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.06.016>
- Sindhu R. Kuttiraja M. Prabisha TP. Binod P. Sukumaran RK. Pandey A. 2016. Development of a combined pretreatment and hydrolysis strategy of rice straw for the production of bioethanol and biopolymer. *Bioresource Technology*, 215, 110–116. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.02.080>
- Tester RF. Debon SJ. 2000. Annealing of starch—a review. *International journal of biological macromolecules*, 27(1), 1-12.
- Thakur R. Pristijono P. Scarlett CJ. Bowyer M. Singh SP. Vuong QV. 2019. Starch-based films: Major factors affecting their properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 132, 1079–1089
- Torres FG. Troncoso OP. Pisani A. Gatto F. Bardi G. 2019. Natural polysaccharide nanomaterials: an overview of their immunological properties. *International journal of molecular sciences*, 20(20), 5092.
- Vinod A. Sanjay MR. Suchart S. Jyotishkumar P. 2020. Renewable and sustainable biobased materials: An assessment on biofibers, biofilms, biopolymers and biocomposites. *Journal of Cleaner Production*, 258, 120978.

- Wang K. Wang W. Ye R. Liu A. Xiao J. Liu Y. Zhao Y. 2017. Mechanical properties and solubility in water of corn starch-collagen composite films: Effect of starch type and concentrations. *Food Chemistry*, 216, 209–216. doi:10.1016/j.foodchem.2016
- Wang S. Li C. Copeland L. Niu Q. 2015. Starch retrogradation: A comprehensive review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 14(5), 568-585.
- Yadav C. Saini A. Zhang W. You X. Chauhan I. Mohanty P. Li X. 2021. Plant-based nanocellulose: A review of routine and recent preparation methods with current progress in its applications as rheology modifier and 3D bioprinting. In *International Journal of Biological Macromolecules* (Vol. 166, pp. 1586–1616). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.11.038>
- Yu L. Christie G. 2005. Microstructure and mechanical properties of orientated thermoplastic starches. *Journal of materials science*, 40, 111-116.
- Zhang S. Wang P. Tan L. Huang H. Jiang G. 2015. Relationship between screw structure and properties of recycled glass fiber reinforced flame retardant nylon 46. *RSC advances*, 5(18), 13296-13306.
- Zhao, X., Wang, L., & Liu, D. (2008). Peracetic acid pretreatment of sugarcane bagasse for enzymatic hydrolysis: A continued work. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 83(6), 950–956.
- Zia-ud-Din. Xiong H. Fei P. 2017. Physical and chemical modification of starches: A review. *Critical reviews in food science and nutrition*, 57(12), 2691-2705.

- Albrecht K. Osswald T. Baur E. Meier T. Wartzack S. Müssig J. 2018. Fibre length reduction in natural fibre-reinforced polymers during compounding and injection moulding—experiments versus numerical prediction of fibre breakage. *Journal of Composites Science*, 2(2), 20.
- Jagadeesh P. Puttegowda M. Mavinkere Rangappa S. Siengchin S. 2021. A review on extraction, chemical treatment, characterization of natural fibers and its composites for potential applications. *Polymer Composites*, 42(12), 6239-6264.
- Aguilar Palazuelos E. 2007. Obtención y caracterización de materiales biodegradables utilizando las tecnologías de extrusión termoplástica y moldeo por inyección [Tesis de Doctorado]., Querétaro: 211.
- Huda MS. Drzal LT. Ray D. Mohanty AK. Mishra M. 2008. Natural-fiber composites in the automotive sector. In *Properties and performance of natural-fibre composites* (pp. 221-268). Woodhead Publishing.
- Fraser-Reid BO. Tatsuta K. Thiem J. 2008. Glycoscience: Chemistry and Chemical Biology. In: Robyt JF. (editor), *Starch: Structure, Properties, Chemistry, and Enzymology*. 2 nd ed., Berlin: Springer, 1437-1472
- Kabir MM. Wang H. Lau KT. Cardona F. 2012. Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview. *Composites Part B: Engineering*, 43(7), 2883-2892.
- Christiano JP. Davis Standard L. Pawcatuck C. 2012 April. Examination of the performance of a high speed single screw extruder for several different extrusion applications.

In *Proceedings of the Annual Technical Conference—ANTEC, Orlando, FL, USA* (pp. 2-4).

Dufresne A. 2014. Crystalline starch based nanoparticles. *Current opinion in colloid & interface science*, 19(5), 397-408.

Sanyang ML. Sapuan SM. Jawaid M. Ishak MR. Sahari J. 2015. Effect of plasticizer type and concentration on dynamic mechanical properties of sugar palm starch-based films. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 20(7), 627-636.

Akrami M. Ghasemi I. Azizi H. Karrabi M. Seyedabadi M. 2016. A new approach in compatibilization of the poly (lactic acid)/thermoplastic starch (PLA/TPS) blends. *Carbohydrate Polymers*, 144, 254-262.

Karimi S, Abdulkhani A, Tahir PM y Dufresne A. 2016. Effect of cellulosic fiber scale on linear and non-linear mechanical performance of starch-based composites. *International Journal of Biological Macromolecules* 91:1040-1044.

Smyth M. García A. Rader C. Foster EJ. Bras J. 2017. Extraction and process analysis of high aspect ratio cellulose nanocrystals from corn (*Zea mays*) agricultural residue. *Industrial Crops and Products*, 108, 257–266.
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.06.006>

Asim M. Saba N. Jawaid M. Nasir M. 2018. Potential of natural fiber/biomass filler-reinforced polymer composites in aerospace applications. In *Sustainable composites for aerospace applications* (pp. 253-268). Woodhead Publishing.

- Gedik G. Avinc O. 2018. Bleaching of hemp (*Cannabis sativa* L.) fibers with peracetic acid for textiles industry purposes. *Fibers and Polymers*; 19, 82-93.
- Bari E. Morrell JJ. Sistani A. 2019. Durability of natural/synthetic/biomass fiber-based polymeric composites: Laboratory and field tests. *Durability and life prediction in biocomposites, fibre-reinforced composites and hybrid composites*, 15-26.
- Getme AS. Patel B. 2020. A review: Bio-fiber's as reinforcement in composites of polylactic acid (PLA). *Materials Today: Proceedings*, 26, 2116-2122.
- Gholampour A. Ozbakkaloglu T. 2020. A review of natural fiber composites: Properties, modification and processing techniques, characterization, applications. *Journal of Materials Science*, 55(3), 829-892.
- Kosior E. Mitchell J. 2020. Current industry position on plastic production and recycling. In *Plastic Waste and Recycling* (pp. 133–162). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-817880-5.00006-2>
- European Bioplastics. 2020, December. Actualización del mercado 2020.
- Nawaz H. Waheed R. Nawaz M. Shahwar D. 2020. Physical and Chemical Modifications in Starch Structure and Reactivity. In M. Emeje (Ed) *Chemical properties of starch*, IntechOpen, doi: 10.5772/intechopen.88870.
- Aaliya B. Sunooj KV. Lackner M. 2021. Biopolymer composites: a review. *International Journal of Biobased Plastics*, 3(1), 40–84. doi:10.1080/24759651.2021.1881214

Surendren A. Mohanty AK. Liu Q. Misra M. 2022. A review of biodegradable thermoplastic starches, their blends and composites: recent developments and opportunities for single-use plastic packaging alternatives. *Green Chemistry*, 24(22), 8606-8636.

Mishra V. Negi S. Kar S. Sharma AK. Rajbahadur YNK. Kumar A. 2023. Recent advances in fused deposition modeling based additive manufacturing of thermoplastic composite structures: A review. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 36(7), 3094-3132.

Ramamoorthy SK. Åkesson D. Rajan R. Periyasamy AP. Skrifvars M. 2019. Mechanical performance of biofibers and their corresponding composites. In *Mechanical and physical testing of biocomposites, fibre-reinforced composites and hybrid composites* (pp. 259-292). Woodhead Publishing.