

EXTRACTION OF CELLULOSE NANOCRYSTALS FROM TEXTILE WASTE AND THEIR INCORPORATION INTO POLYLACTIC ACID COMPOSITES

Andrea López González^{a*}, Rosa Gabriela López Gonzalez^b, Erick Omar Cisneros López^c, Emma Rebeca Macias Balleza^d

Universidad de Guadalajara: ^{a)} Departamento de Ingeniería de Proyectos; ^{b-d)} Departamento de Ingeniería Química, Blvd. Gral. Marcelino García Barragán #1421, Guadalajara, Jal. C.P. 44430 México. andrea.lopez4107@alumnos.udg.mx

Resumen: En el presente trabajo, se obtuvieron nanocristales de celulosa (CNC) a partir de pantalones de mezclilla posconsumo para reforzar matrices de ácido poliláctico, con el objetivo de mejorar sus propiedades mecánicas. Los CNC fueron obtenidos mediante hidrólisis ácida a diferentes parámetros (concentración de ácido, temperatura y tiempo) y caracterizados mediante dispersión de luz dinámica (DLS), espectroscopia infrarroja (IR), microscopia electrónica de barrido (SEM), microscopia de fuerza atómica (AFM), y difracción de rayos X (DRX). Se realizaron 27 hidrólisis siguiendo un diseño de experimentos multifactorial de 3 niveles con tamaños en el rango de 160-460 nm, y con un índice de cristalinidad de hasta 90%. Se corroboró la influencia de los parámetros de hidrólisis en el tamaño y cristalinidad de los CNC resultando en que todos los factores tienen influencia significativa siendo la concentración de ácido, tiempo y temperatura en orden de relevancia. Los CNC fueron secados en una estufa de ultravacío e incorporados en matrices de ácido poliláctico a 0.5% w/wt de concentración, utilizando diferentes tamaños de nanocristal. Se realizó el ensayo a la flexión y resistencia al impacto tipo Charpy según las normas ASTM D790 y ASTM D611 respectivamente. Se demostró una relación entre el desempeño de los CNC como refuerzo con el porcentaje de cristalinidad; entre más cristalino el nanocristal, mayor es su resistencia, siendo el compuesto reforzado con el nanocristal de tamaño más pequeño y cristalinidad más alta que mejor desempeño mecánico obtuvo, aumenta su módulo de Young un 100% y su resistencia al impacto un 52%.

Introducción

La Organización de las Naciones Unidas (ONU) estableció que la industria de la moda es la segunda más contaminante del mundo (UNCTAD, 2021), debido a que el impacto ambiental de la industria textil comienza en la agricultura; el cultivo de algodón contamina el suelo al uso de pesticidas, consume miles de litros de agua y emite gases de efecto invernadero [1], [3]. En especial, los jeans, son una de las prendas más contaminantes de producir, ya que su fabricación requiere aproximadamente 10 000 litros de agua y emite alrededor de 33,3 kg de Dióxido de Carbono (CO₂) [4]. Además, el proceso de teñido suele implicar "leucoíndigo", diluido con hidrosulfito de sodio, así como blanqueadores y otros detergentes que finalmente terminan en los sistemas de aguas residuales [5]. Sin embargo, la etapa más contaminante de los textiles es al final de su ciclo de vida. Conforme la ropa se degrada, libera CO₂ y

Metano (CH₄); ambos potentes gases de efecto invernadero que contribuyen al calentamiento global. Además, los lixiviados generados durante la descomposición pueden contaminar el suelo y el agua, lo que representa un riesgo tanto para la salud humana como para los ecosistemas cercanos [6].

Recientemente, la sostenibilidad ha ganado popularidad en la industria de la moda, promoviendo la reducción del consumo de recursos, la reutilización de prendas y el reciclaje textil. No obstante, una vez que los residuos textiles se mezclan con otros tipos de residuos, ya no pueden ser reciclados. Solo alrededor del 13 % de la ropa desechada se recicla, mientras que el resto se incinera o termina en vertederos [6][7].

Debido a esta situación, se presenta el siguiente trabajo como una alternativa para revalorizar los residuos textiles, que no pueden reincorporarse al ciclo de comercio

tradicional, mediante su aprovechamiento como materia prima en el desarrollo de productos sostenibles. En este trabajo se utilizaron pantalones de mezclilla posconsumo, donados por la comunidad estudiantil, con el objetivo de obtener nanocristales de celulosa (CNC); nanovarillas de entre 150 a 400 nm de longitud constituidos casi en su totalidad de celulosa cristalina, presentando un índice de 68-94% de estructura celulosa I β . Estos han despertado gran interés en la última década gracias a sus destacables propiedades, entre las que sobresale su alta resistencia mecánica, lo que ha impulsado su aplicación como fase reforzante en materiales compuestos.

Por otro lado, el ácido poliláctico (PLA) es un biopolímero biodegradable que ha ganado gran relevancia en los últimos años principalmente a su uso como filamento para la impresión 3D. Sin embargo, a pesar de sus ventajas sustentables, no ha podido reemplazar a los plásticos tradicionales derivados del petróleo debido a sus propiedades mecánicas como lo es su alta fragilidad e inestabilidad térmica.

Parte experimental.

Materiales. Los pantalones de mezclilla fueron lavados y esterilizados. Se removieron costuras, cierres y botones, para posteriormente deshilarlo con un cepillo de alambre. Las fibras resultantes fueron blanqueadas y molidas en un molino modelo IKA MF 10 con una malla de 2mm.

Se realizaron 27 hidrólisis ácidas con ácido sulfúrico a diferentes condiciones de concentración de ácido, temperatura, y tiempo de reacción, con un hidromódulo de 20:1 (Tabla 1).

La reacción se llevó a cabo en un baño isoterma con agitación constante. La solución resultante fue centrifugada a 2000 rpm, y dializada hasta obtener un pH neutro. Finalmente, fueron sonicados, filtrados y secados en una estufa de ultravacio.

Tabla 1.- Parámetros para la hidrólisis ácida

Tiempo (Min)	Concentración (%)	Temperatura (°C)
30	50	60
60	55	65
90	60	70

Compósitos PLA/CNC

Se obtuvieron compósitos de PLA/CNC a 0.5% w/wt con diferente tamaño de nanocristal mediante termocompresión, por 8 minutos con una presión constante de 150kgf.

Instrumentación.

Dispersión de luz dinámica (DLS)

Se midió el diámetro hidrodinámico de los CNC mediante DLS, modelo Zetasizer Nano, marca Mavern, en una celda de poliestireno con una solución de CNC de 10:1

Espectroscopia Infrarroja (Reflectancia Total Atenuada, ATR)

El análisis de ATR fue llevado a cabo en un espectrómetro Nicolet iS50. Se realizaron 30 barridos en un rango de 4000 a 400 cm⁻¹.

Difracción de rayos- X (XRD)

Se realizó el análisis de XRD en un espectrómetro marca Malvern Panalytical EMPYREAN, con una radiación de CuK α a 45 kV y 40 mA. Las mediciones se realizaron con un paso de 30s por grado, desde 5° a 70°.

Ensayo de Flexión

Basándonos en la norma ASTM D790, la prueba se realizará en una máquina de ensayo universal de la marca INSTRON modelo 4411 en donde se empleará un accesorio de flexión de tres puntos dejando una separación entre soportes de 35 mm.

Resistencia al Impacto

Se utilizará el método Charpy descrito en la norma ASTM D6110, en donde, una masa acoplada a un péndulo, se dejará caer a una altura y velocidad determinada en una probeta con una muesca para propagar la fractura en el centro de la muestra.

Resultados y discusión.

DLS

Los CNC obtenidos tienen una estructura típica de celulosa con una estructura tipo Ib, y forma elipsoidal.

El nanocristal más pequeño obtenido fue de 167 $\pm$ 12.8 nm a 60% con 70C y 60 minutos, y el más grande fue de 460.9 $\pm$ 42.7 a 50% con 60C a 30 min. El análisis estadístico de los CNC arrojó que, con un 95% de confianza, todos los parámetros de la hidrólisis son significativos en el tamaño de los nanocristales siendo la concentración de ácido, tiempo y temperatura en orden de relevancia, sin embargo, las interacciones demuestran que a condiciones extremas el

parámetro menos relevante es el tiempo, ya que la cantidad de protones disponibles y energía en la reacción favorecen la hidrólisis aún en tiempos cortos (Figura 1).

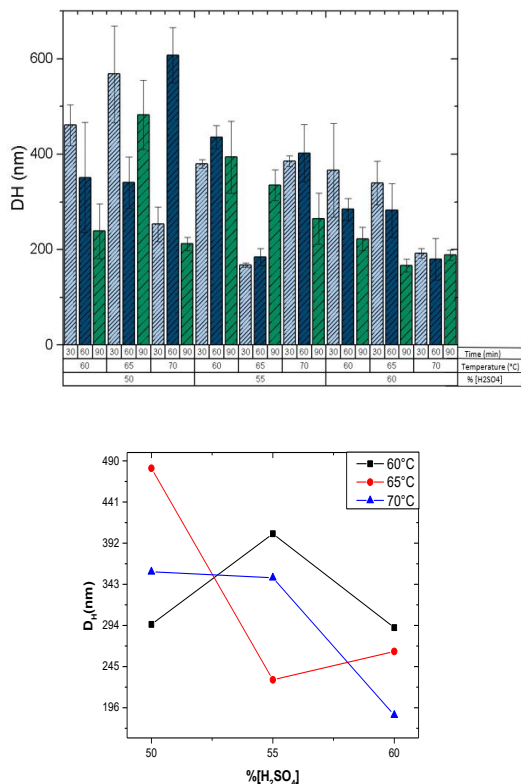


Figura 1.- Diámetros Hidrodinámicos de los CNC, b) Interacciones del Dh con la concentración de ácido.

ATR

La composición química de los nanocristales mediante FTIR-ATR se observó la estructura típica de la celulosa Ib. Se realizó una comparación entre las diferentes condiciones de hidrólisis, en donde se vio que ninguno de los parámetros influye en la estructura principal de los CNC, lo que demuestra la viabilidad de la hidrólisis para obtener CNC de alta pureza. (Figura 2a)

DRX

Se obtuvieron nanocristales con alta cristalinidad de hasta un 90%. Observamos que al aumentar el ácido y tiempo de reacción, aumenta la cristalinidad de los CNC, debido a que, a tiempos largos de reacción, se favorece

la hidrólisis y el ordenamiento de las cadenas poliméricas.

Observamos que, en la muestra más alta un índice de cristalinidad máximo del 90.1% para la muestra tratada con 60%, 70°C durante 90 minutos, lo que se debe a la capacidad de este método para ajustar correctamente las señales superpuestas en la región alrededor de los $20^\circ 2\theta$, que otros métodos no logran captar con la misma exactitud. (Figura 2b)

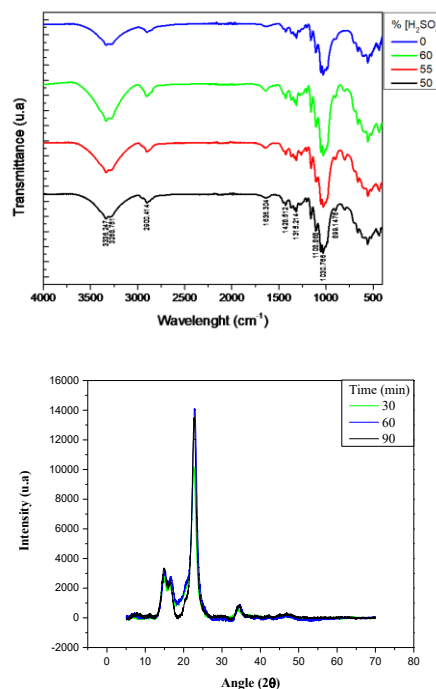


Figura 2.- Espectro de a) ATR, b) DRX de los CNC

Compósitos PLA/CNC

Los compósitos obtenidos tienen una apariencia transparente a excepción al compuesto PLA/CNC2, debido a la posible degradación del nanocristal a temperaturas elevadas. Se les realizó prueba de impacto, y flexión a los compósitos obtenidos, resultando en el aumento del 52% y 100% respectivamente, esto atribuido al aumento de densidad: las cadenas poliméricas tienen una mayor compactación lo cual lo vuelve más resistente en comparación al polímero puro. En la figura 3, se observan las pruebas mecánicas de los compósitos.

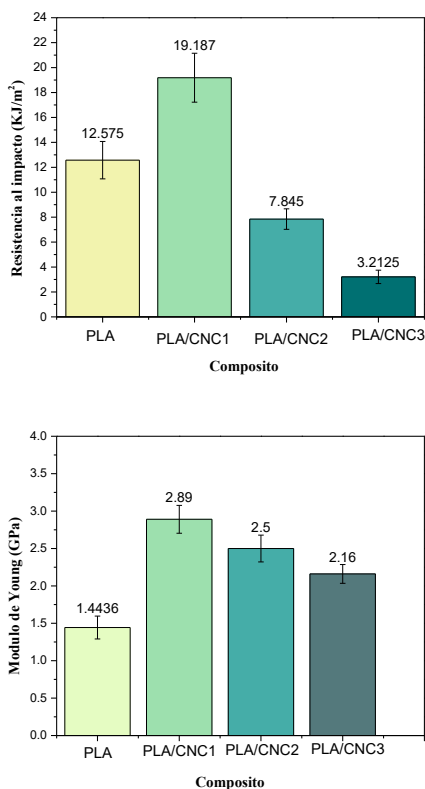


Figura 3.- a) Prueba de resistencia al impacto de los compósitos de PLA/CNC, b) Módulo de Young de los compósitos de PLA/CNC

Conclusiones.

Se obtuvieron CNC a partir de pantalones de mezclilla posconsumo a diferentes parámetros. Se encontró que la relación más significativa entre los parámetros de hidrólisis con el tamaño de diámetro hidrodinámico es la concentración de ácido sulfúrico, y el menos relevante la temperatura, sin embargo se obtuvo que la interacción de los 3 factores entre sí es significativa. El tamaño más pequeño de CNC obtenido fue de 167 ± 12.8 nm a 60% con 70C y 60 minutos de reacción y un porcentaje de cristalinidad de 90%. El ATR demostró la viabilidad de la metodología para la obtención de CNC ya que no modifica la estructura principal de la celulosa. El análisis del DRX mostró que entre mayor concentración de ácido, mayor cristalinidad se obtiene, siendo el factor menos relevante en la cristalinidad la temperatura de reacción. Se

obtuvieron nanocompositos de PLA/CNC a 0.5 w/wt mediante termocompresión. Obtuvimos un aumento del módulo de Young del 100% y un aumento a la resistencia al impacto del 52% en el compósito con CNC de menor tamaño y mayor índice de cristalinidad, corroborando el potencial uso de los CNC como refuerzo.

Agradecimientos.

El primer autor agradece al SECIHTY por el apoyo económico para estudio de Maestría.

Referencias.

- [1] J. E. DeVoy, E. Congiusta, D. J. Lundberg, S. Findeisen, and S. Bhattacharya, "Post-Consumer textile waste and disposal: Differences by socioeconomic, demographic, and retail factors," *Waste Management*, vol. 136, pp. 303–309, Dec. 2021, doi: 10.1016/j.wasman.2021.10.009.
- [2] M. Gálvez Alfonso, "Sostenibilidad y moda. del fast fashion al slow fashion," Universidad pontificia, Madrid, 2019.
- [3] K. Niinimäki, G. Peters, H. Dahlbo, P. Perry, T. Rissanen, and A. Gwilt, "The environmental price of fast fashion," Apr. 01, 2020, Springer Nature. doi: 10.1038/s43017-020-0039-9.
- [4] Gobierno de Zapotlanejo, "Comercio de la Industria Textil," *Industria Textil*. Accessed: Jul. 07, 2025. [Online]. Available: <https://zapotlanejo.gob.mx/2016/menu/desarrollo-econ%C3%93mico/industria-textil>
- [5] Secretaría de Medio Ambiente y Desarrollo Territorial, "Programa Estatal de Gestión Integral de Residuos," Guadalajara, Jul. 2022.
- [6] Prensa UdeG, "Urge compostar y separar la basura para disminuir contaminación de las 8 mil toneladas que se generan a diario en Jalisco," *Noticias*. Accessed: Jul. 12, 2025. [Online]. Available: <https://www.udg.mx/es/noticia/urge-compostar-y-separar-la-basura-para-disminuir-contaminacion-de-las-8-mil-toneladas-que>