

Desarrollo y caracterización de composites de Butirato Acetato de celulosa con biocarbones obtenidos por termocompresión

Rosa Gabriela López Gonzaleznúñez^{*a}, Jeziel Olvera Pineda^b, Felipe Vázquez Dávila^c, Roberto Vázquez Fletes^b.

a) Departamento de Ingeniería Química, Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías, Boulevard Marcelino García Barragán #1421, C.P. 44430, Guadalajara, Jalisco, México. b) Departamento de Química, Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías, Boulevard Marcelino García Barragán #1421, C.P. 44430, Guadalajara, Jalisco, México. c) Departamento de Ingeniería de Proyectos, Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías, Boulevard Marcelino García Barragán #1421, C.P. 44430, Guadalajara, Jalisco, México; rosa.lopez@academicos.udg.mx

Resumen: El incremento de residuos plásticos derivados del petróleo ha impulsado el desarrollo de materiales alternativos basados en biopolímeros. En este trabajo se sintetizaron y caracterizaron materiales compuestos de butirato acetato de celulosa (CAB) reforzados con bio carbón obtenido a partir de fibras de coco mediante pirólisis controlada. Se evaluó el efecto de las condiciones de síntesis del bio carbón (300, 500 y 700 °C; 15 y 30 min) sobre su morfología, así como el impacto de distintas concentraciones de refuerzo (2, 6 y 10 % p/p) en las propiedades de los composites procesados por termocompresión. Los rendimientos de pirólisis oscilaron entre 40 y 82 %, siendo las condiciones intermedias (500 °C, 30 min) las más favorables. El análisis SEM mostró un aumento en la porosidad y la formación de canales, mejorando la interacción con la matriz polimérica. El FTIR confirmó la disminución de grupos hidroxilo y el enriquecimiento en estructuras aromáticas. Estos resultados demuestran que los compósitos CAB/biocarbón de coco son una alternativa sostenible con propiedades mejoradas, y representan un aprovechamiento viable de residuos agroindustriales para aplicaciones en empaques y en la industria automotriz.

Introducción

La dependencia de los productos plásticos generan año con año grandes cantidades de desechos que se acumulan en vertederos, calles, ríos y lagos entre otros lugares, por lo que actualmente existe un gran interés en encontrar alternativas para reducirlos en medida de lo posible, a su vez es una realidad que además de la acumulación de residuos inorgánicos existen residuos provenientes de fuentes agroindustriales que no están siendo aprovechados, en el caso particular de Jalisco tenemos el bagazo de agave obtenida del proceso de producción del tequila, bagazo de caña para la obtención del azúcar, las cáscaras de coco, residuo de café etc.

Los polímeros de uso común como lo son el Tereftalato de polietileno (PET), Poliestireno (PS), Polipropileno (PP), Polietileno (PE) debido a que no poseen un origen orgánico, no poseen un proceso de degradación natural generado por bacterias si no que pueden tardan años en descomponerse, como alternativas se ha estado apostando a los polímeros biodegradables, los cuales por sus

características suelen descomponerse más rápido que los convencionales.

En la actualidad se disponen de diversos polímeros biodegradables teniendo la capacidad de descomponerse por microorganismos bajo ciertas condiciones ambientales generando productos de degradación como agua, biomasa y dióxido de carbono entre los polímeros más comunes se encuentran el Ácido poliláctico (PLA) obtenido a partir de la polimerización del ácido láctico derivado del almidón o la caña de azúcar. Se ha descubierto que es un serio competidor de otros polímeros petroquímicos, el Polihidroxialcanoatos (PHA) sintetizado por bacterias a través de la fermentación microbiana para reserva de carbono y energía, la Policaprolactona (PCL) que se produce mediante la polimerización del ácido ϵ -caprolactona siendo un poliéster alifático, el Almidón termoplástico (TPS) provenientes de productos renovables como el almidón de maíz o patata.

El butirato acetato de celulosa (CAB), es un termoplástico derivado de la celulosa, modifica los grupos acetato y butirato, el cual

puede experimentar algún grado de biodegradación al exponerse a luz ultravioleta. Se utiliza en una amplia gama de aplicaciones como en la adecuación para recubrimientos adhesivos, tintas, lentes, componentes electrónicos, juguetes e industria automotriz. Por otro lado, el biocarbón es el resultado de la carbonización de materias primas vegetales, como residuos de cosecha y desechos de varias especies vegetales teniendo potencial para otros usos como en el desarrollo de colorantes, industria automotriz. Entre las técnicas más usadas para obtener biocarbón se encuentra la pirólisis que es un proceso térmico, durante el cual se descompone la materia orgánica en ausencia de oxígeno, durante la pirólisis el material se calienta a elevadas temperaturas provocando la descomposición térmica de la biomasa formando productos carbonizados. Estos productos tienen diferentes aplicaciones como la producción de biocombustibles, fabricación de carbón activado, la enmienda del suelo y la eliminación de contaminantes.

La síntesis de materiales compuestos como alternativa al uso de materiales plásticos ha cobrado relevancia en los últimos años. Estos materiales están compuestos de una carga que pueda actuar como aditivo o refuerzo. Las fibras naturales han sido ampliamente estudiadas para utilizarlos para muchos compuestos poliméricos porque tienen varias ventajas, como baja densidad, de procesamiento sencillo y además son biodegradables por lo que se reduce la cantidad de residuos en el medio ambiente. Entre algunas fibras que se han usado en materiales compuestos se encuentran en el yute, fibra de coco, el algodón, fibra de palma, etc., estas están compuestas principalmente por fibras lignocelulósicas, que básicamente es la combinación de celulosa, lignina y hemicelulosa. La celulosa tiene grupo (-OH) que forman enlaces de hidrógeno, por tanto, volviéndola hidrofílica debido a esto impiden tener una buena interacción con la matriz polimérica que tienen un carácter hidrofóbico, por lo que sus propiedades se puedan ver afectadas, otra desventaja de las fibras naturales entre sus propiedades físicas son la baja durabilidad en ambientes agresivos debido a su alta absorción de humedad. En general si se tratan adecuadamente pueden ofrecer ventajas significativas en términos de propiedades mecánicas, físicas y térmicas.

En busca de alternativas para el aprovechamiento de residuos agroindustriales y la disminución en el uso de materiales poliméricos se

propone la obtención de materiales compuestos utilizando como matriz polimérica el CAB y biocarbón sintetizado a partir de fibras naturales de coco, con el objetivo de modificar las propiedades físico-mecánicas del CAB para un posible uso comercial.

Materiales.

Se utilizaron desechos agroindustriales de la fibra de coco (suministradas por Grupo Zero en Guadalajara, Jalisco) como materia prima para la producción de carbonos por pirólisis, como matriz termoplástica se utilizó butirato acetato de celulosa CAB-381-20, con un contenido de 37% de grupos butirato, 13.5% de grupos acetato y 1.8 de grupos hidroxilo, suministrado por Química Rana, Guadalajara, México.

Metodología

Producción de biocarbon

La fibra de coco se secó en un horno por 48 horas a 60°C para remover la mayor cantidad de humedad. Después fueron sometidas a pirólisis dentro de un horno tubular, manteniendo la atmósfera inerte con gas nitrógeno para desalojar el oxígeno presente. Las temperaturas que se utilizaron fueron de 300°C, 500°C y 700°C y modificando los tiempos de residencia una vez alcanzada la temperatura máxima durante 15 y 30 minutos. Saliendo del horno se molió.

Caracterización del carbón.

Para determinar los grupos funcionales presentes los carbonos fueron sometidos a pruebas de espectroscopia infrarroja (FT-IR) en un espectrómetro Nicolet iS50 con un total de 30 barridos por muestra con un rango de 4000 a 400 cm^{-1} . Para determinar la morfología de los materiales se analizó mediante la microscopía electrónica de barrido (SEM) mediante Tescan modelo MIRA 3 LMU.

Preparación de los compositos

La incorporación de los agentes reforzantes carbonosos fue mediante el mezclado en seco (dry blending); es decir, se mezclaron los materiales (matrices y refuerzos) directamente en forma de polvo, por 5 minutos a 3750 rpm para garantizar una mezcla

homogénea de los dos materiales. Se prepararon mezclas con 2%, 6% y 10% en masa de biocarbones con respecto a la matriz polimérica.

Los materiales compuestos fueron procesados mediante la técnica de termocompresión a 100 kg/m², 190°C y 10 min, de las cuales se obtuvieron placas cuadradas.

Caracterización de los materiales compuestos.

Las propiedades mecánicas de los materiales compuestos fueron evaluadas mediante ensayos de tensión (ASTM D638-03, impacto (ASTM D6110-04). Con este tipo de prueba se obtuvieron los módulos de Young, de tensión y esfuerzos máximos tensión, además de la resistencia al impacto.

Resultados y discusión.

Rendimiento de los biocarbones

La tabla 1 muestra los resultados del rendimiento las cuales muestran que a mayores tiempos de residencia y temperatura se obtuvo menor cantidad de biocarbón debido a una mayor liberación de compuestos volátiles presentes en las fibras, debido a que la celulosa comenzó a degradarse a partir de los 200°C liberando gases volátiles y aunque la lignina, ligeramente más resistente (250°C), desprendió compuestos fenólicos al avanzar la reacción de pirólisis (Antal, M. J., & Grønli, M. 2003), el rendimiento fue fundamental ya que demostró la eficiencia del producto deseado, si bien el rendimiento a 700°C fue bajo, el carbón obtenido resultó más aromático y rico en carbono fijo como lo menciona la literatura (Keiluweit et al., 2010), lo cual se comprobó en los espectros de FTIR mostrados en la (Figura 2).

Tabla 1. Rendimiento del biocarbón a diferentes condiciones

300 °C 15 min	500 °C 15 min	700 °C 15 min
56.7%	42.7%	36.3%
300 °C 30 min	500 °C 30 min	700 °C 30 min
51.6%	50 %	30.7%

Caracterización de los biocarbones

El análisis por microscopía electrónica mostró que, al aumentar la temperatura y el tiempo de residencia, los biocarbones desarrollaron más poros y mayor área superficial. La pirólisis favoreció la formación de canales profundos

por la evaporación de compuestos orgánicos, conservando inicialmente la estructura fibrosa. Sin embargo, en condiciones más severas se observó una semi-destrucción de las fibras y una pérdida parcial de material carbonoso.

Los cambios más notorios en la porosidad ocurrieron cuando sustancias como el aceite de coco alcanzaron su temperatura de vaporización y se separaron de la estructura. También aparecieron esferas blancas asociadas a la activación de la lignina, potencialmente útiles para aplicaciones de adsorción debido al aumento del área superficial.

A temperaturas y tiempos máximos, la estructura colapsó por la degradación de la lignina, perdiéndose los poros definidos e impidiendo que el material funcionara como refuerzo. En contraste, las condiciones intermedias mantuvieron canales bien formados que permitieron la penetración del polímero fundido y el refuerzo esperado.

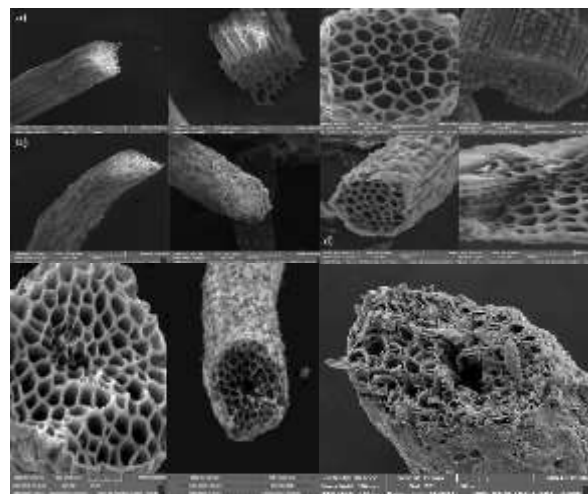


Figura 1. Imágenes SEM a) 300°C 15 min b) 300°C 30 min c) 500°C 15 min d) 500°C 30 min e) 700°C 15 min f) 700°C 30 min

El análisis mostró que los grupos funcionales del biocarbón disminuyeron progresivamente con el aumento de la temperatura de pirólisis, evidenciándose la ruptura de enlaces C=C y la casi total ausencia de grupos funcionales por encima de 500°C. Esto favoreció una carbonización más rápida. Los espectros obtenidos bajo distintas condiciones (Figura 2) confirmaron que la pirólisis eliminó gran parte de los grupos funcionales presentes en la fibra

de coco (Figura 2.a), efecto más marcado a temperaturas elevadas (Figura 2.d). Asimismo, la temperatura tuvo un impacto más significativo que el tiempo de residencia, pues entre 15 y 30 minutos no se apreciaron variaciones relevantes. Como señala la literatura, la celulosa y hemicelulosa se descomponen entre 250 y 400°C (Protim Mudoi & Sinha, 2024). Esto se reflejó en la reducción del pico a 2900 cm⁻¹, casi imperceptible a 700°C, mientras que la señal a 1600 cm⁻¹, asociada a enlaces C=C aromáticos, incrementó su intensidad con la temperatura.

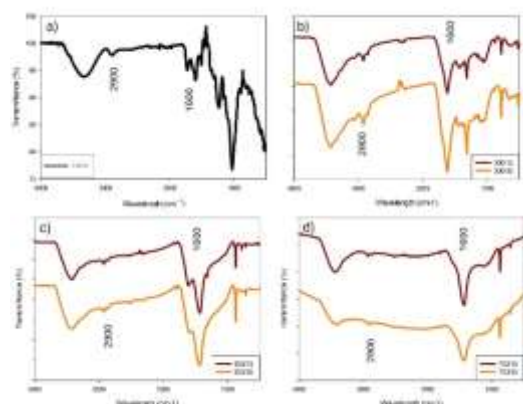


Figura 2. Espectros de FTIR a) Fibra de coco b) 300°C 15 y 30 min c) 500°C 15 y 30 min d) 700°C 15 y 30 min

Propiedades mecánicas de los composites

Debido al rendimiento de los biocarbones el análisis de la concentración se realizó con el biocarbón obtenido a 300°C en ambos tiempos de residencia. La incorporación del biocarbón no modificó de forma significativa el módulo de Young. A 15 minutos, un mayor contenido de carbón produjo un ligero incremento del módulo, indicando mayor rigidez; sin embargo, a 30 minutos este patrón no se mantuvo, destacando el 6% como la concentración con el mayor módulo, aproximadamente 8% superior al de la matriz sin refuerzo. Este comportamiento se relacionó con la baja concentración de carbón, insuficiente para formar una red interconectada o un área interfacial efectiva (Das et al., 2021). La tabla 2 mostró que la resistencia se mantuvo estable a 2% y 6%, disminuyendo a 10%, mientras que la deformación se redujo notablemente, especialmente a mayores concentraciones y tiempos de residencia.

Tabla 2. Propiedades de Tensión de compósitos de CAB/Biocarbón a 300°C

Cantidad de biocarbón	Tiempo de residencia (min)	Resistencia a la tensión (MPa)	Desv	Deformación a la tensión (%)	Desv
0	-	41.08	4.31	9.2	1.52
2	15	44.19	2.60	6.30	0.46
	30	38.97	3.40	6.55	0.60
6	15	40.84	2.15	4.63	0.40
	30	37.55	1.41	3.88	0.34
10	15	36.25	2.80	3.71	0.37
	30	32.30	4.06	3.20	0.35

La resistencia al impacto se consideró como una medida de la tenacidad del material, es decir, su capacidad para absorber energía y deformarse plásticamente antes de fracturarse. La Figura 3 muestra la resistencia al impacto de los diferentes compósitos, donde se observó una notable disminución, siendo menos de la mitad, independientemente del tiempo de residencia. Las partículas de carbono actuaron como concentradores de tensión, nucleando microgrietas, mientras que la interfase débil, facilitó la propagación de las grietas.

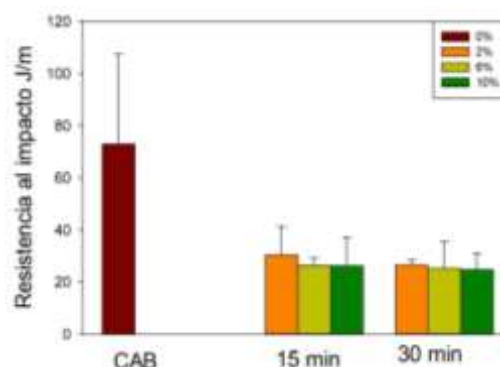


Figura 3. Resistencia al Impacto de compósitos de CAB/Biocarbón a 300°C

Conclusiones.

Se demostró la viabilidad de obtener compósitos a base de butirato acetato de celulosa (CAB) y biocarbón derivado de fibra de coco mediante termocompresión. Se evaluaron biocarbones producidos a 300, 500

y 700 °C con tiempos de residencia de 15 y 30 min, observándose que el rendimiento disminuyó conforme aumentó la temperatura debido a la mayor liberación de volátiles. Sin embargo, la morfología y porosidad se beneficiaron a 500 °C, donde el biocarbón conservó su estructura fibrosa y presentó elevada área superficial. La caracterización por FTIR mostró una pérdida progresiva de grupos funcionales oxigenados conforme aumentó la temperatura, generando un material más aromático y rico en carbono fijo con grupos superficiales capaces de favorecer la adhesión interfacial con el CAB. En cuanto a las propiedades mecánicas, bajas concentraciones de biocarbón (2% y 6%) no mejoraron la resistencia a la tensión y redujeron la deformación e impacto, reflejando mayor rigidez y limitada transferencia de esfuerzos.

Referencias.

Antal, M. J.; Grønli, M. The Art, Science, and Technology of Charcoal Production. *Ind. Eng. Chem. Res.* 2003, 42 (8), 1619–1640.

Carrillo, F., Martín, G., López-Mesas, M., Colom, X., & Cañavate, J. (2011). Módulo alto biocompósitos de acetato-butirato de celulosa reforzados con fibra de celulosa regenerada. *Journal of Composite Materials*, 45(14), 1733–1740.

<https://doi.org/10.1177/0021998310386261>

Das, C.; Tamrakar, S.; Kiziltas, A.; Xie, X. Incorporation of Biochar to Improve Mechanical, Thermal and Electrical Properties of Polymer Composites. *Polymers* 2021, 13 (16), 2663.

Faruk, O., Bledzki, A. K., Fink, H. P., & Sain, M. (2014). Progress report on natural fiber reinforced composites. *Macromolecular Materials and Engineering*, 299(1), 9–26. <https://doi.org/10.1002/mame.201300008>

Keiluweit, M.; Nico, P. S.; Johnson, M. G.; Kleber, M. Dynamic Molecular Structure of Plant Biomass-Derived Black Carbon (Biochar). *Environ. Sci. Technol.* 2010, 44 (4), 1247–1253.

Montoya, J., Chejne Janna, F., Castillo, E., Acero, J., Gomez, C., Sarmiento, J., Valdés, C., Garzon, L., Osorio Velasco, J., Tirado, D., Blanco Leal, L., Safra, N., Marrugo, G., & Ospina, E. (2014). Pirólisis rápida de biomasa. Mudo, M. P.; Sinha, S. Thermal Degradation Study of Natural Fibre through Thermogravimetric Analysis. *Mater. Today Proc.* 2024, 99, 92–97.