**Centro de Investigación en**

**Alimentación y Desarrollo, A.C.**

**Obtención de un Material Biocompuesto a partir de Residuos de Paja de Trigo en una Matriz de Ácido Poliláctico**

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

POR:

**EFREN GUADALUPE MARTÍNEZ ENCINAS**

TESIS APROBADA POR LA

COORDINACIÓN DE TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS DE ORIGEN VEGETAL

Como requisito parcial para obtener el grado de

**MAESTRÍA EN CIENCIAS**

Hermosillo, Sonora Noviembre 2016

**APROBACIÓN**

Los miembros del comité designado para revisar la tesis de Efrén Guadalupe Martínez Encinas, la han encontrado satisfactoria y recomiendan que sea aceptada como requisito parcial para obtener el grado de Maestra en Ciencias.









**DECLARACIÓN INSTITUCIONAL**

La información generada en esta tesis es propiedad intelectual del Centro de Investigación en Alimentación y Desarrollo, A.C. (CIAD). Se permiten y agradecen las citas breves del material contenido en esta tesis sin permiso especial del autor, siempre y cuando se dé crédito correspondiente. Para la reproducción parcial o total de la tesis con fines académicos, se deberá contar con la autorización escrita del Director General del CIAD.

La publicación en comunicaciones científicas o de divulgación popular de los datos contenidos en esta tesis, deberá dar los créditos al CIAD, previa autorización escrita del manuscrito en cuestión del director de tesis.

****

**AGRADECIMIENTOS**

A CONCYT por el apoyo brindado a lo largo de la maestría.

A CIAD por permitir formar parte del programa de posgrado.

Al Doctor Tomás Madera, por permitirme ser parte de su grupo de investigación y por todo el apoyo, la ayuda, los consejos, enseñanzas y la amistad que me brindo.

A mis padres por brindarme todo el apoyo siempre.

A mis compañeros de laboratorio Heidy, Diana, Brianda y Cristopeer por su ayuda, momentos graciosos, sus consejos y la compañía para hacer amenas las horas en el laboratorio.

A mis compañeros gordos Ofelia, Ariel, Alicia y Selene por las experiencias, consejos y momentos graciosos en estos 2 años.

Al Doctor Iram Mondaca del Instituto Tecnológico de Sonora por proporcionar la materia prima del proyecto y apoyar con la caracterización de esta. Al Doctor José Carmelo de la Universidad de Sonora las facilidades bridadas para la elaboración del biocompuesto, caracterización, consejos y enseñanzas. Al Laboratorio Nacional de Nano Biomateriales (LANNBIO) del Centro de Investigación y Estudios Avanzados (CINVESTAV) del Instituto Politécnico Nacional (IPN) Unidad Mérida. Proyecto FOMIX-YUCATÁN 2008-108160 y CONACYT LAB-2009-01 No. 12913. Por las facilidades brindadas en la caracterización de los biocompuestos elaborados en esta investigación. A las M.C. Dora Huerta Quintanilla y Ana Ruth Cristóbal por el apoyo brindado en la caracterización morfológica de los biocompuestos por medio de la microscopia electrónica de barrido en el CINVESTAV Unidad Mérida. Dr. José Fernando May Crespo Catedrático CONACyT Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial (CIDESI).Laboratorio de Materiales Compuestos. Por el apoyo brindado en las caracterización térmica de los biocompuestos por DSC Y TGA.

**DEDICATORIA**

A Marisol Gámez por motivarme a seguir superándome en mis estudios, por brindarme su cariño, consejos y apoyarme a través de estos años.

**CONTENIDO**

|  |  |
| --- | --- |
| LISTA DE FIGURAS……………………………………………………...….. | IX |
| LISTA DE TABLAS…………………………………………………………… | XI |
| RESUMEN…………………………………………………………………….. | XII |
| ABSTRACT……………………………………………………………...……. | XIV |
| **I. INTRODUCCIÓN**………………………………………………..…………. | 1 |
| **II. ANTECEDENTES**……………………………………………….………… | 4 |
| 2.1 Importancia de las Fuentes de Biopolímeros en el Medio Ambiente. | 4 |
| 2.2. Concepto de Materiales Compuestos……………...…………… | 9 |
| 2.3 Reforzamiento con Fibras Celulósicas a Polímeros Biodegradables | 10 |
| 2.4. Aprovechamiento de Residuos Agroindustriales de Paja de Trigo... | 14 |
| 2.5. Usos de Materiales de Residuos Lignocelulósicos (Celulosa y  Lignina)……..………………………………….……………………….……... | 18 |
| 2.5.1. Aplicaciones de La lignina. ……………………….……………….. | 19 |
| 2.5.2. Biomateriales Compuestos con Fibras de Celulosa………………. | 24 |
| **III. JUSTIFICACIÓN**..………………………..……………………………..... | 26 |
| **IV. HIPÓTESIS**.………………………………………………………………. | 27 |
| **V. OBJETIVOS**……………………………………………………………….. | 28 |
| 5.1. Objetivo General…………….…………………………………………... | 28 |
| 5.2. Objetivos Específicos………….……………………………………...... | 28 |
| **VI. MATERIALES y MÉTODOS**…………………...……………………….. | 29 |
| 6.1. Material………………….……………………………………………...... | 29 |
| 6.2. Caracterización de la Paja de Trigo………...………………………… | 29 |
| 6.2.1. Determinación de Humedad.………………………………………… | 29 |
| 6.2.2. Determinación de Cenizas**.**……………………..……………….… | 30 |
| 6.2.3. Determinación de Celulosa……………………..……................... | 30 |
| 6.2.4. Determinación de Hemicelulosa……………..……………………… | 31 |
| 6.2.5. Determinación de Lignina……………………………….…………. | 31 |
| 6.3. Modificación Superficial de la Paja de Trigo………………...……….. | 32 |
| 6.3.1. Tratamiento Térmico para Fragmentación de Hemicelulosa…….. | 32 |
| **CONTENIDO** **(Continuación)** |  |
| 6.3.2. Tratamiento Alcalino para Fragmentación de Lignina………….… | 32 |
| 6.4. Caracterización Morfológica de la Paja de Trigo…………………….. | 33 |
| 6.5. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier de la Paja de Trigo………………………………………………………………….. | 33 |
| 6.6. Procesamiento del Biocompuesto…………………….………………. | 33 |
| 6.7. Caracterización del Biocompuesto………………………….………… | 34 |
| 6.7.1. Color…………………………………................................................ | 34 |
| 6.7.2. Absorción de Agua………………………………………................... | 35 |
| 6.7.3. Caracterización Morfología de los Biocompuestos…..…………… | 35 |
| 6.7.4. Propiedades Mecánicas……..………...…………………………….. | 35 |
| 6.7.5. Análisis Mecánico Dinámico (DMA)………………………………… | 36 |
| 6.7.6 Propiedades Térmicas……………………...………………….……. | 36 |
| 6.7.6.1 Análisis termogravimétrico (TGA)……....…………………………. | 36 |
| 6.7.6.2 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)….…………………..… | 36 |
| 6.7.7 Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier………. | 37 |
| 6.8 Diseño Experimental y Análisis Estadístico………………….…….... | 37 |
| **VII. RESULTADOS y DISCUSIÓN**.............................................…......... | 39 |
| 7.1 Caracterización de la Paja de Trigo……………………………...….... | 39 |
| 7.2 Modificación Superficial por Tratamientos a la Paja de Trigo……… | 41 |
| 7.3 Caracterización Morfológica de la Paja de Trigo…………..………… | 44 |
| 7.4 Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier de la Paja de Trigo………………………………………………………………..… | 46 |
| 7.5 Procesamiento del Biocompuesto……………….……………............. | 48 |
| 7.6 Caracterización del Biocompuesto………………...……….……….…. | 49 |
| 7.6.1 Color…………………………..……………………….………………... | 49 |
| 7.6.2 Absorción de Agua…………….…………………….......................... | 52 |
| 7.6.3 Propiedades Mecánicas……………………………….……………... | 56 |
| 7.6.4 Análisis Mecánico Dinámico (DMA)…………….……….................. | 60 |
| 7.6.5 Análisis Térmicos……………………………………………………. | 67 |
| **CONTENIDO** **(Continuación)** |  |
| 7.6.5.1 Análisis termogravimétrico (TGA)…………………………………. | 67 |
| 7.6.5.2 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)……………………….. | 70 |
| 7.6.6 Propiedades Estructurales………………………………..………….. | 73 |
| 7.6.6.1 Espectroscopia de Infrarrojo con transformada de Fourier….… | 73 |
| 7.6.6.2 Morfología de la Superficie de Fractura……..………………….. | 76 |
| **VIII. CONCLUSIONES**………………………….……………………..…….. | 79 |
| **IX. RECOMENDACIONES**……………………………………………..…… | 81 |
| **X. BIBLIOGRAFÍA**………………………………………………………...…. | 82 |

**LISTA DE FIGURAS**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1 | Estructura química de la molécula básica del ácido poliláctico…….. | 6 |
| 2 | Ácido láctico con sus isómeros D y L…………………………………. | 8 |
| 3 | Producción de ácido poliláctico………………………………………… | 8 |
| 4 | Estructura de lignina…………………………………………………….. | 20 |
| 5 | Estructura de celulosa…………………………………………………... | 21 |
| 6 | Estructura de hemicelulosa…………………………………………….. | 21 |
| 7 | Contenido de Celulosa de la paja de trigo antes y después de los tratamientos………………………………………………………………. | 42 |
| 8 | Contenido de hemicelulosa de la paja de trigo antes y después de los tratamientos………………………………………………………….. | 43 |
| 9 | Contenido de lignina de la paja de trigo antes y después de los tratamientos……………………...………………………………………. | 44 |
| 10 | Micrografías de las partículas de paja de trigo (a) sin tratamiento, (b) Tratamiento alcalino y (c) Tratamiento térmico, a diferentes magnificaciones (1) 100X, (2) 500X y (3) 1000X…………………..… | 45 |
| 11 | Espectros de partículas de paja a) sin tratamiento, b) tratamiento Alcalino y c) tratamiento térmico……………………………………….. | 48 |
| 12 | Curvas de absorción de agua de los biocompuestos PLA- paja de trigo……………………………………………………………………..…. | 55 |
| 13 | Valores de la resistencia a la tensión del biocompuesto de PLA-Paja de trigo……………………………………………………………… | 56 |
| 14 | Valores de % elongación de los biocompuestos de PLA-Paja de trigo……………………………………………………………………..…. | 57 |
| 15 | Comportamiento del módulo elástico de los biocompuestos de PLA-Paja de trigo………………………………………………………... | 58 |
| 16 | Módulo de almacenamiento a) PLA y Paja sin tratamiento, b) PLA y Paja con tratamiento alcalino y c) PLA y Paja con tratamiento térmico………………………………………………………………….… | 64 |
| 17 | **LISTA DE FIGURAS** **(Continuación)**  Módulo de pérdida a) PLA y Paja sin tratamiento, b) PLA y Paja contratamiento alcalino y c) PLA y Paja con tratamiento térmico….. | 65 |
| 18 | Tan delta a) PLA y Paja sin tratamiento, b) PLA y Paja con tratamiento alcalino y c) PLA y Paja con tratamiento térmico………. | 66 |
| 19 | Termogramas de TGA de los biocompuestos a) PLA y Paja sin tratamiento, b) PLA y Paja con tratamiento alcalino y c) PLA y Paja con tratamiento térmico…………………………………………………. | 69 |
| 20 | Espectros de infrarrojo: a) PLA y Paja sin tratamiento, b) PLA y Paja con tratamiento alcalino y c) PLA y Paja con tratamiento térmico……………………………………………………………………. | 75 |
| 21 | Micrografías de las películas A) PLA, B) 2.5% sin tratamiento, C) 2.5% tratamiento alcalino, D) 7.5% sin tratamiento y E) 7.5% tratamiento térmico, a diferentes magnificaciones, (1) 500X y (2) 1000X……………………………………………………………………. | 77 |

**LISTA DE TABLAS**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1 | Formulaciones del biocompuesto de PLA y partículas de paja de trigo…………………………………………………………………………. | 34 |
| 2 | Caracterización de la paja de trigo variedad Cirno 2014…………….. | 39 |
| 3 | Contenido lignocelulósico de paja de trigo reportado por diferentes autores…………………………………………………………………..…. | 40 |
| 4 | Comparación de los componentes lignocelulósicos de la paja de trigo sin tratamiento y después de los tratamientos…………………… | 41 |
| 5 | Formulaciones empleadas para el procesamiento del biocompuesto. | 48 |
| 6 | Valores de los parámetros de color del biocompuesto PLA-Paja de trigo…………………………………………………………………….....… | 52 |
| 7 | Parámetros térmicos obtenidos por DSC de los biocompuestos PLA y PLA-Paja de trigo…………………………………………………………… | 73 |

**RESUMEN**

Hoy en día, la acumulación de los desechos derivados de los plásticos se convertido en un serio problema. El uso de los biopolímeros podría ser una posible; sin embargo, sus propiedades no son comparables a la de los polímeros derivados del petróleo. Por consecuencia, la adición de fibras o partículas naturales a matrices poliméricas para obtener los biocompuestos ha presentado una mejora de las propiedades fisicoquímicas. Sin embargo, estas fibras o partículas necesitan ser sometidos a diferentes tratamientos para mejorar la interacción con la matriz polimérica. En la actualidad, existen desechos agroindustriales que no son aprovechados y uno de estos es la paja de trigo. El objetivo de esta investigación fue comprobar si la paja de trigo, sometida a varios tratamientos, podrían mejorar las propiedades fisicoquímicas cuando son incorporadas a la matriz de ácido poliláctico (PLA). El contenido lignocelulósico de la paja de trigo utilizada fue de 44% de celulosa, 26% de hemicelulosa y 19% de lignina. Los tratamientos alcalino (hidróxido de sodio al 2% por 30 min con una relación de 25 mL/g) y térmico (115°C por 30 min a una relación 25 mL/g) fueron aplicados a la paja modificaron la superficie, limpiaron al material de impurezas (tierra y suciedad) y removieron algunos componentes propios de la paja (ceras, sílice, gomas). Los tratamientos también redujeron el contenido lignocelulósico de lignina (2.6%) y hemicelulosa (2.3%). La paja de trigo (sin tratamiento, tratamiento alcalino y tratamiento térmico) fue añadida a PLA y procesadas por extrusión para obtener películas de biocompuestos con 0, 2.5, 5.0 y 7.5% de paja. Los biocompuestos con paja de trigo tratada mostraron una disminución en las propiedades mecánicas de tensión y en % elongación a la ruptura de los biocompuestos obtenidos, aunque una similitud en los módulos elásticos en ambos, y de la matriz de PLA, fue observada. El análisis térmico reveló que los biocompuestos conteniendo paja de trigo con tratamiento, presentaron una mejora en la estabilidad térmica. Estos resultados sugieren que si bien los tratamientos no mejoran la interacción entre la matriz de PLA y la paja de trigo, se observan cambios en las propiedades fisicoquímicas de los biocompuestos.

**Palabras clave:** ácido poliláctico (PLA), paja de trigo, biocompuesto, propiedades fisicoquímicas

**ABSTRACT**

Nowadays, the accumulation of waste derived from plastics has become a serious problem. The use of biopolymers could be a possible solution; however, their properties are not comparable to those of polymers derived from petroleum. Consequently, the addition of natural fibers or particles to the polymeric matrices to obtain biocomposites has shown to improve the physicochemical properties. Nevertheless, these fibers or particles need to be subjected to different treatments to improve the interaction with the polymeric matrix. At present, there are agro-industrial wastes that are not utilized and one of them is the wheat straw. The objective of this research was to test if the wheat straw, subjected to various treatments, could improve the physicochemical properties when are incorporated to polylactic acid (PLA) matrix. The lignocellulosic content of the wheat straw used was 44% cellulose, 26 % hemicellulose and 19% lignin. Alkaline (sodium hydroxide 2% for 30 min at a ratio 25 mL/g) and thermal (115°C for 30 min at a ratio 25 mL/g) treatments were applied to the straw modifying the surface, cleaning the material of impurities (dirt and debris) and remove some components naturally present in the straws (waxes, silica, gums). The treatments also reduced the lignocellulosic content of lignin (2.6%) and hemicellulose (2.3%). The wheat straw (non-treated, alkaline treated and thermic treated) was added to PLA and processed by extrusion to obtain films of biocomposites with 0, 2.5, 5.0 and 7.5% of the straws. The biocomposites with treated wheat straw showed a decrease in the mechanical properties of tensile strength and % elongation at break, although a similarity in the elastic modulus of both, the biocomposites and PLA matrix, was observed. Thermal analysis revealed that the biocomposites containing wheat straw with treatment, presented an improvement in thermal stability. These results suggested that although the treatments did not improve the interaction between the PLA matrix and wheat straw, some changes were observed in physicochemical properties of the biocomposites.

**Key words:** polylactic acid (PLA), wheat straw, biocomposite, physicochemical properties.

**I. INTRODUCCIÓN**

Los polímeros sintéticos son considerados uno de los grandes avances del siglo XX, debido a la versatilidad de posibles usos que pueden brindar en la vida diaria. En la actualidad, los polímeros son obtenidos principalmente del petróleo y son usados para diversas aplicaciones (López et al., 2011). Sin embargo, la alta resistencia a la corrosión, al agua y a la descomposición bacteriana los convierten en residuos difíciles de eliminar y consecuentemente, en un grave problema ambiental y el reciclado no es la solución para todos los plásticos. Por lo anterior, a lo largo de los años se han buscado formas de resolver estos problemas ambientales.

Los polímeros naturales o biopolímeros como el ácido poliláctico, son considerados una buena alternativa a la solución del problema, ya que en su mayor parte proceden de recursos renovables, se convierten en una interesante alternativa para la industria de los plásticos (Chávez et al., 2013). Estos biopolímeros pueden incorporarse a los plásticos y procesarse mediante las mismas tecnologías convencionales, tales como extrusión, inyección o soplado (Villada et al., 2007). Así, los polímeros basados en recursos renovables mezclados con plásticos sintéticos o fibras naturales producen materiales compuestos biodegradables.

Las mezclas de los polímeros con fibras naturales son tema de interés actual para muchos investigadores tanto a nivel académico, como a nivel industrial. La mayor parte de la investigación reciente está relacionada con los materiales compuestos de poliolefinas y fibras lignocelulósicas (Gopakumar et al., 2012; Wu et al., 2013), abacá (Haque et al., 2012), entre otras y otras. Por ejemplo, Paul *et al.* (2008) mostraron el papel de la adhesión interfacial en las propiedades mecánicas de los materiales reforzados con fibras cortas de plátano. En la última década, varios autores han reportado las propiedades fisicoquímicas de compositos basados en polímeros biodegradables (como ácido poliláctico, polihidroxibutirato, entre otros) y de biopolímeros de fuentes renovables; estos son conocidos hoy en día como biocompositos o biocompuestos, y han recibido una atención especial (Huda et al., 2008).

Aunque se han reportado la mejora de las propiedades fisicoquímicas en los biocompuestos reforzados con fibras naturales, no todas las fibras son compatibles con las matrices poliméricas. Por lo que se usan agentes acoplantes que ayudan a mejorar la interacción entre las fibras y la matriz polimérica creando diferentes reacciones. Sin embargo, estos agentes acoplantes pueden ser tóxicos para el medio ambiente, por lo que se ha buscado la manera de dejar de utilizar estos agentes acoplantes. Las opciones que se han tomado para descartar estos químicos, es modificar las superficies de las fibras mediantes diversos tratamientos, que pueden ser tratamientos biológicos, químicos, físicos, fisicoquímicos y mecánicos. Aunque cada uno de estos tienen sus ventajas y desventajas, lo que hace necesario conocer tanto el tratamiento a utilizar como las fibras que se quieren modificar, ya que hay una gran variedad de fibras procedentes de residuos agroindustriales que pueden ser utilizadas.

Sin embargo, existen varias fuentes renovables de materiales lignocelulósicos las cuales no han explotados, como lo son los desechos agroindustriales. La paja de trigo es uno de los desechos agroindustriales más abundantes a nivel mundial. Esto se debe a que el trigo es una de las especies más cultivadas en el mundo y su producción anual se estima en unos 697 millones de ton/año según el Departamento de Agricultura de Estados Unidos (USDA, 2015). Por lo tanto, se ha buscado la manera de aprovechar estos residuos agroindustriales ricos en materiales lignocelulósicos. La paja de trigo debido a su versatilidad está siendo utilizada como una fuente de energía renovable, producción de productos farmacéuticos, obtención de nanocristales de celulosa y como reforzamiento de matrices poliméricas en la producción de biocompuestos (Halvarsson et al., 2010). Este estudio pretende cuantificar el contenido lignocelulósico de la paja de trigo, además de someterla a dos diferentes tratamientos que permitan mejorar la interacción superficie con la matriz polimérica del ácido poliláctico. Así como determinar las propiedades fisicoquímicas del biocompuesto obtenido, para considerar si la paja de trigo es un buen material de refuerzo y pueda competir con las propiedades de los plásticos sintéticos existentes, pero con la característica de ser un material biodegradable.

**II. ANTECEDENTES**

2.1. Importancia de las Fuentes de Biopolímeros en el Medio Ambiente

Los residuos sólidos (basura) constituyen uno de los grandes problemas ambientales con diferentes impactos a nivel global y local. La gestión de los residuos, va más allá de su disposición; por tanto es necesario analizar las diferentes variables de manera que se pueda comprender la complejidad que implican los nuevos retos ambientales. Mientras las concentraciones humanas eran reducidas y los residuos eran en su gran mayoría de origen orgánico, los residuos no constituían un problema relevante (Melosi et al., 2005). Con el aumento de las concentraciones humanas, se fueron acumulando grandes volúmenes de residuos plásticos, cuya difícil descomposición resulta en un daño al medio ambiente.

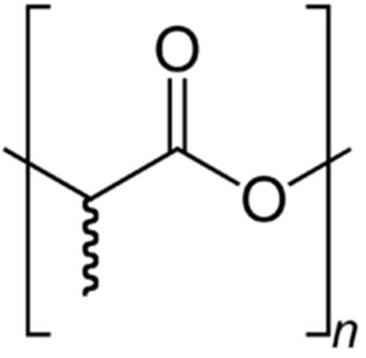
Pese a no ser considerados como residuos peligrosos, los residuos plásticos tienen implicaciones ambientales significativas que suelen pasar desapercibidas, y forman parte de una problemática de gran impacto y escala. El plástico es un material de innegable utilidad presente en infinidad de productos de uso cotidiano. Sin embargo, su alto consumo y la poca cultura del uso y desecho, hacen que la generación de residuos ocurra de manera masiva y continua (Platt et al., 2015). En México, según el Centro Empresarial del Plástico la producción de plásticos es de 5.3 millones de toneladas, de los cuales el 50 % es destinado para envases. De acuerdo a la Asociación Nacional de Industrias del Plástico (ANIPAC et al., 2011), México genera 3.8 millones de toneladas de basura plástica al año. Además, los plásticos tienen un extenso tiempo de degradación, permaneciendo por largos periodos y afectando de diferentes maneras los lugares donde quedan dispuestos. Se calcula que puede tardar entre 100 y 1000 años para degradarse dependiendo del tipo de plástico (González et al., 2003).

Estos materiales son cuestionados por su relativo largo tiempo de degradación y una alta tasa de producción de residuos. A nivel mundial, la industria ha desarrollado diferentes tecnologías y alternativas para que el plástico acelere su proceso de degradación y se biodegraden. La biodegradación consiste en degradar un material con hongos, bacterias y otros microorganismos, para obtener dióxido de carbono, metano, compuestos inorgánicos, agua y biomasa (BPI, 2010). Sin embargo, actualmente no todos los plásticos son biodegradables, lo cual ha motivado a la búsqueda de diferentes formas de contribuir a solución de estos problemas ambientales mediante la aplicación de los biopolímeros.

Los biopolímeros son todos aquellos polímeros producidos por la naturaleza como lo son el almidón y la celulosa. Pueden ser asimilados por varios microorganismos (biodegradables) y no tienen efecto tóxico en el hospedero (biocompatibles) dándoles una gran ventaja con respecto a los polímeros tradicionales (Luengo et al., 2003). De estos se derivan los bioplásticos que en ocasiones provienen de la misma materia prima pero al sufrir un procesamiento distinto se originan bioplásticos diferentes. La biodegradabilidad de un material no depende del origen del material sino de su estructura química por lo que existen bioplásticos no degradables. La American Society of Testing Materials (ASTM D- 5488) define la biodegradabilidad como la capacidad de un material para descomponerse en CO2, metano, agua y componentes orgánicos, o biomasa, en donde el mecanismo predominante es la acción enzimática de microorganismos.

Actualmente, los polímeros provenientes de recursos naturales se dividen en 3 grandes grupos dependiendo de su origen: polímeros a partir de biomasa (polisacáridos y proteínas) como el almidón, celulosa, caseína y gluten. Los polímeros a partir de síntesis química utilizando monómeros obtenidos a partir de recursos naturales como bio-poliésteres, ejemplo el ácido poliláctico (PLA). Los polímeros obtenidos a partir de microorganismos como polihidroxialcanoatos (PHA) y los polihidroxibutiratos (PHB) (Sprajcar et al., 2012). Dentro de estos tres grandes grupos hay una gran variedad de bioplásticos, ya que éstos pueden generar productos puros o mezclas. Aunque a nivel mundial la industria se esfuerza por encontrar la solución para la degradación, el uso de alguno de estos biopolímeros podría ser la solución.

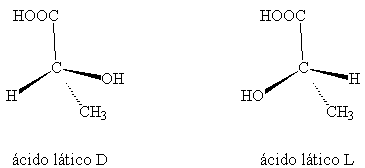
El ácido poliláctico (PLA) es actualmente considerado como líder en cuanto a biopolímeros utilizados. El PLA es utilizado ampliamente en la industria alimenticia, química, farmacéutica, del plástico, textil, agrícola, alimentación animal, entre otras. El interés en este bioplástico respecto a su posible aplicación se fundamenta en que además de ser termoplástico, biodegradable y compostable, es producido a partir de recursos renovables. Además, el PLA muestra un comportamiento en propiedades comparables al de los polímeros sintéticos más utilizados como el poliestireno (PS) y el polietileno tereftalato (PET) (Siracusa et al., 2012). Debido a su biodegradabilidad, propiedades de barrera y biocompatibilidad, este biopolímero ha encontrado numerosas aplicaciones. Por lo tanto, el PLA presenta un amplio rango inusual de propiedades las cuales pueden lograrse manipulando las mezclas entre los isómeros D (-) y L (+), los pesos moleculares y la copolimerización. En la Figura 1 se muestra la estructura química de la molécula del PLA.



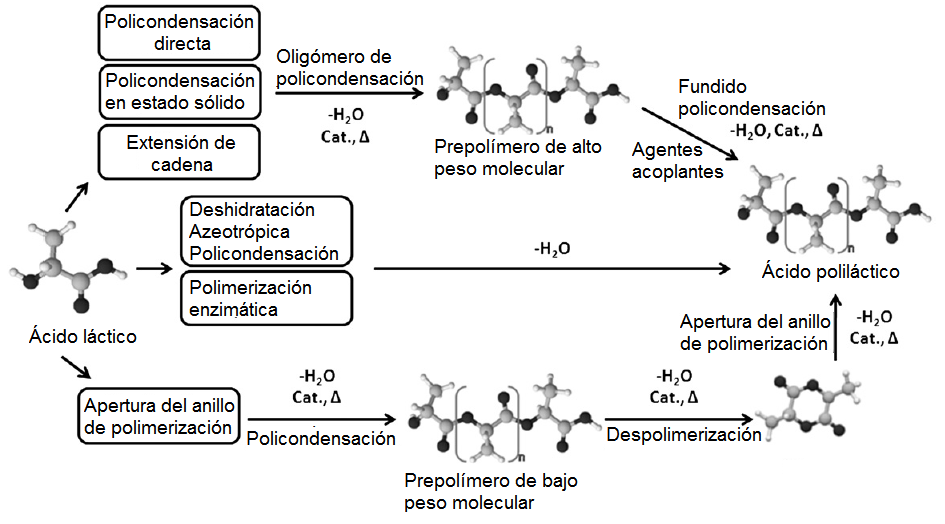
**Figura 1.** Estructura química de la molécula básica del ácido poliláctico.

El PLA puede ser utilizado en una variedad de aplicaciones y se puede formular para ser rígido o flexible. Se considera que algunas de las propiedades mecánicas son similares a la del PET, sin embargo las propiedades barrera son mejores las del PET y sus principales limitaciones son su poca resistencia a altas temperaturas después de ser procesado, falta de fuerza y translucidez en comparación con algunos otros plásticos. La principal desventaja sigue siendo el costo de producción, que se considera aproximadamente 20% mayor que el de los plásticos convencionales. El PLA soporta los procesos térmicos de extrusión y termoformado, mejor que los polímeros convencionales como PET y PS (Gross et al., 2002). Por lo que el PLA sería un buen biopolímero para combinarlo con otros materiales y mejorar sus propiedades.

A pesar de las desventajas ya mencionadas, la aplicación más interesante del ácido láctico radica en la posibilidad que ofrece para producir PLA. Este polímero puede producirse por la fermentación anaeróbica de substratos orgánicos, con microorganismos como hongos y bacterias (Madhavan et al., 2010). El ácido láctico obtenido de la fermentación es ópticamente activo, ya que cuando se hace pasar luz polarizada a través del material, esta emerge vibrando en un plano diferente. La producción específica de los enantiómeros L (+) o D (–), que se muestran en la Figura 2, puede determinarse utilizando un lactobacilo apropiado. Dependiendo de la proporción de los enantiómeros se puede obtener PLA con propiedades diferentes Figura 3. Esto permite la producción de una amplia gama de polímeros PLA para que cumplan con los requisitos de desempeño. El PLA tiene buenas propiedades ópticas, físicas, mecánicas y de barrera frente a los polímeros derivados del petróleo que se utilizan actualmente.



**Figura 2.** Ácido láctico con sus isómeros D y L.



**Figura 3.** Producción de ácido poliláctico. (Modificado de Garlotta, 2001 y

Auras et al., 2010)

El método más importante de degradación del PLA es la hidrólisis. Bajo condiciones secas el PLA puro puede durar más de 10 años (Bastioli et al., 2005). Los cambios en las propiedades del PLA durante la hidrólisis han sido estudiados por varios autores principalmente para desarrollo de aplicaciones en diferentes industrias del PLA (Kolybaba et al., 2003; Villada et al., 2007; Sprajcar et al., 2012). Esto con la finalidad de observar el comportamiento del material frente a la degradación y poder diseñar biomateriales. Por consiguiente, el estudio de la biodegradabilidad de los biopolímeros en la actualidad, es un tema de suma importancia. Por tal razón, los bioplásticos como el PLA son una alternativa para resolver los problemas que actualmente afectan el medio ambiente.

2.2. Concepto de Materiales Compuestos

Los materiales compuestos pueden definir como la combinación de dos o más materiales que permanecen en fases separadas y que se encuentran mezclados, comportándose como un material único, cuyas propiedades suelen ser, generalmente superiores al de los componentes por separado (Ochoa et al., 2005). Dentro de estos se encuentran los biocompuestos, los cuales, se caracterizan porque sus componentes son de distinta naturaleza en alguna de sus propiedades. Los biocompuestos, constan fundamentalmente, de una matriz o fase continua, plástica, metálica o cerámica, y un relleno o refuerzo de material biológico, compuesto por partículas de pequeño tamaño o fibras de elevada relación longitud/diámetro. Es decir, la fabricación de materiales compuestos está relacionada con tres elementos básicos: matriz, refuerzo e interface. El principal atractivo que los materiales compuestos están teniendo hoy en día, es en el uso de matrices poliméricas biodegradables, con lo cual estos biocompuestos al concluir su ciclo de uso, pueden ser desechados para biodegradarse o fotodegradarse, es decir no causan daños al medio ambiente.

2.3. Reforzamiento con Fibras Celulósicas a Polímeros Biodegradables

El uso de las fibras naturales para reforzar matrices poliméricas ha crecido en los últimos años. Las fibras se pueden clasificar en naturales y sintéticas. Las naturales suelen ser las de origen vegetal, animal y/o mineral (Salgado et al., 2006). Las fibras sintéticas provienen básicamente del petróleo o gas natural y son fruto de la investigación del ser humano. Las fibras biológicas o también conocidas como fibras vegetales son un producto derivado de los materiales lignocelulósicos. Las fibras vegetales se encuentran en las raíces, tallos, hojas, frutos y semillas. Comercialmente, las fibras vegetales o fibras naturales son clasificadas como suaves y duras (Mohanty et al., 2005).

Numerosos estudios se han realizado en torno a la elaboración de nuevos materiales con una matriz polimérica reforzada con fibras de origen vegetal (Yang et al., 2007). Sin embargo, las materias primas de los biocompuestos sujetos a pruebas de esfuerzo provienen en su mayoría de los hidrocarburos, lo cual trae consigo dos impactos importantes. Por una parte, la escasez y el encarecimiento de los insumos y por otro, el daño ambiental debido a las emisiones de aromáticos proveniente de los procesos de elaboración de plásticos y quema de combustible (Maya et al., 2008). Además, los biocompuestos que emplean insumos provenientes del petróleo exhiben desventajas para algunos campos importantes de aplicación, como la densidad relativamente alta de la fibra, (aproximadamente un 40% en comparación con las fibras naturales), dificultad para ser maquinadas y pocas opciones de reciclaje.

La historia de los polímeros reforzados con fibra data desde 1908, con los primeros compuestos de fibra de celulosa reforzando fenólicos. Posteriormente, se extendió a la combinación de urea y melamina, hasta alcanzar altos niveles de resistencia en plásticos reforzados por fibra de vidrio (Maya et al., 2008). Desde hace dos décadas, los compuestos poliméricos reforzados con fibras naturales han sido rediseñados con resultados favorables, como los obtenidos con conglomerados para pisos en la industria de la construcción, o con partes no estructurales, como son los paneles interiores y tableros de la industria automotriz, siendo estos los más representativos. En menor grado se encuentran las aplicaciones como envases para la industria alimentaria y médica, y otras más como la manufactura de contenedores para macetas y recipientes de compostaje que llevan ya un largo periodo de aplicación (Mohanty et al., 2004).

Países desarrollados, como los que integran la Unión Europea, son precursores en el uso de materiales biodegradables. Ellos han promovido nuevas políticas ambientales con normas más rigurosas, que promueven el uso de materiales naturales como materia prima para la elaboración de biocompuestos (Holbery et al., 2006). Las fibras naturales más empleadas para refuerzos han sido: yute, cáñamo, sisal, plátano, algodón, lino, kenaf, abacá, coco, bambú entre otras (Amigo et al., 2008).

El comportamiento mecánico de biocompuestos elaborados con polietileno de alta densidad (HDPE) reforzado con fibras de henequén fue estudiado por Herrera y Valadez (2004). Las fibras fueron previamente tratadas con una solución de hidróxido de sodio y una mezcla de xileno-polímero, actuando como agente de acoplamiento. Los compuestos se moldearon por compresión y ensayados de acuerdo a las normas ASTM, concluyendo que las propiedades mecánicas aumentaron para los materiales que contenían fibra tratada. En el 2006, Balam et al., (2006), utilizaron como refuerzo de polipropileno virgen y reciclado, así como el subproducto de la piña aplicando el procesamiento de moldeo por compresión. Las fibras fueron reducidas a dos tamaños de partícula por medio de molienda y se emplearon diferentes contenidos (5, 10, 15 y 20 % peso) dentro de la matriz polimérica. Los autores realizaron ensayos de tensión, además observaron la morfología y estructura del compuesto mediante un microscopio electrónico de barrido. Encontraron que los compuestos que contenían fibras pequeñas (malla 100) y los que emplearon polipropileno virgen presentaron mejores propiedades mecánicas.

Por su parte, Bessadok et al., (2008) aplicaron tratamientos químicos (soluciones de anhídrido acético, estireno, ácido acrílico y anhídrido maleico) en la superficie de las fibras de agave (Agave Americana L*.*), para usarlas como refuerzo en una matriz de poliéster. Los tratamientos tuvieron como objetivo mejorar la adhesión entre las fibras y la matriz, y así incrementar la resistencia mecánica del compuesto. Mejoramiento de las propiedades como la resistencia a la ruptura y a la deformación y en el módulo de tensión fue encontrado cuando las fibras se sometieron a un tratamiento de acetilación, el cual induce la disminución de la absorción de humedad.

La obtención de materiales compuestos de matriz polimérica con diferentes fibras de refuerzo de origen vegetal han sido reportados por varios autores (Mominul et al., 2009; Mohan et al., 2010). Mohan et al., (2010) utilizaron resina de poliéster reforzada con fibras de abacá, sisal, bambú y de banana para evaluar propiedades mecánicas de resistencia a la tensión, flexión y módulo de elasticidad. Por su parte, el equipo de investigación de Mominul et al., (2009) utilizó los procesos de extrusión y moldeo por inyección para fabricar compuestos de PP reforzado con fibras de coco y palma, con y sin tratamiento con sal de diazonio benceno para diferentes niveles de contenido de fibra (15, 20, 25, 30 y 35 % peso). Los materiales fueron evaluados mediante ensayos de flexión y tensión, presentando mejores resultados aquellos materiales compuestos con la contenido del 30% con fibras tratadas.

Los biopolímeros hoy en día son incorporados en adhesivos, pinturas, lubricantes para motores, y materiales para construcción (Fomin et al., 2001; Kolybaba et al., 2003). Los compuestos de matriz polimérica totalmente biodegradables, denominados también como biocompuestos, han sido investigados en varias publicaciones. Huda et al., (2008) desarrollaron biocompuestos de PLA reforzado con mazorca de maíz molida, en contenido del 30 y 70% peso. La investigación concluyó que este tipo de materiales puede traer un beneficio directo en el medio ambiente, ya que reduce considerablemente el gasto energético en su elaboración. Este polímero tiene las mismas características que algunos de origen sintético, ya que se puede inyectar, extruir o termomoldear, razón por la cual ha sido objeto de numerosos estudios, e introducido en el mercado desde 1990 (Brown et al., 1990). El campo de la elaboración de envases de alimentos mediante el empleo de películas delgadas ha sido la más demandada. Sin embargo, en la agricultura la aplicación de películas a partir de biopolímeros está presentando interés (Huang et al., 1990).

Hasta el momento, no existe un biocompuesto que sea totalmente biodegradable y que cumpla con los requisitos de resistencia establecidos en las normas internacionales. De hecho, los parámetros de resistencia de compuestos con polímeros y refuerzos sintéticos se pretenden alcanzar con los biocompuestos, pero no ha reportado en la literatura la obtención de estas propiedades en los polímeros reforzados con fibras naturales (Bilyeu et al., 2000).

Sin embargo, las principales desventajas de utilizar fibras naturales en materiales compuestos como refuerzo es la poca compatibilidad entre la fibra y la matriz, así como su relativa alta absorción de humedad. Por lo tanto, las modificaciones que se realizan en las fibras naturales consideran tratamientos que cambian las propiedades superficiales de las fibras naturales para mejorar su adherencia con diferentes matrices. Un ejemplo de fuerza y la rigidez podrían alcanzarse con una interface fuerte, pero que es muy frágil en la naturaleza con la propagación de grietas, a través de la matriz y la fibra. Por lo que las investigaciones recientes, se basan en el pretratamiento previo para modificar las superficies de las fibras y obtener mayor accesibilidad a los componentes lignocelulósicos.

Diferentes procedimientos de pretratamiento se han desarrollado con el fin de aumentar la accesibilidad a los compuestos lignocelulósicos, mediante la remoción de la lignina e interrupción de la estructura de la celulosa (Wang et al., 2012). Por lo tanto, los diferentes métodos se han reportado con la finalidad de preparar la fracción de hidratos de carbono para la hidrólisis enzimática se puede clasificar en físicos (fresado), físico-químico (autohidrólisis, explosión de vapor, etc.), biológicos (pudrición de hongos blancos) y los procesos químicos (organosilanos y agentes de acoplamiento) (Sokhansanj et al., 2009; Wang et al., 2012). Sin embargo, en los últimos años se ha buscado tener una mayor eficiencia con los tratamientos utilizados. Además, de que el tratamiento sea amigable con el medio ambiente.

* 1. . Aprovechamiento de Residuos Agroindustriales de Paja de Trigo

Desde hace varias décadas los residuos agroindustriales han sido un foco de atención para varios investigadores a nivel mundial. Debido a que parte de sus constituyentes pueden ser materia prima para generar diversos productos de interés, esta situación sigue prevaleciendo en la actualidad y se prevé que continuará en el futuro (Carreón et al., 2009). En la década de los años 70, una parte importante de los biotecnólogos de todo el mundo enfocaron sus investigaciones hacia la utilización y aprovechamiento de los residuos agroindustriales. Estos pueden ser aprovechados para la producción de materiales compuestos útiles como insumos de otros procesos industriales (Cuervo et al., 2009). En los primeros años, la prioridad se enfocó a la generación de productos con valor agregado, posteriormente se sumó la prioridad de utilizar los residuos para reducir el impacto ambiental que ocasiona su disposición.

Por lo anterior, los residuos agroindustriales son materiales en estado sólido o líquido que se generan a partir del consumo directo de productos primarios o de su industrialización. Ya que no son de utilidad para el proceso que los generó, pero si son susceptibles de aprovechamiento o transformación para generar otro producto con valor económico, de interés comercial y/o social (Oliverio et al., 2004). El problema al que se enfrentan los residuos agroindustriales es que no existe una clara conciencia ambiental para su manejo. Aún en nuestros días, esta problemática prevalece a nivel mundial. En general, las características de los residuos agroindustriales son muy variadas, dependen de la materia prima y del proceso que los generó. No obstante, comparten una característica principal que es el contenido de materia orgánica, constituida por diferentes porcentajes de celulosa, lignina y hemicelulosa (Aburto et al., 2008). Por ser la materia orgánica su principal componente, en la práctica se les denomina “residuos orgánicos”.

Valdez et al. (2010) publicaron datos oficiales de 2010 que establecen que en México se produjeron 75.73 millones de toneladas de materia seca proveniente de 20 cultivos, de los cuales 60.13 millones de toneladas corresponden a residuos primarios, obtenidos al momento de la cosecha, entre los que están: hojas y tallos del maíz, tallos y vaina de sorgo, puntas y hojas de caña de azúcar, paja de trigo, paja de cebada y de frijol, así como cáscara de algodón. La diferencia, 15.60 millones de toneladas, corresponden a residuos secundarios obtenidos del procesamiento post-cosecha, entre los que están: bagazo de caña de azúcar, mazorcas y olotes, bagazo de maguey o agave, así como pulpa de café.

Al buscar una oportunidad de aprovechamiento de los residuos, se hace necesaria su caracterización para conocer su composición, así como la calidad de sus componentes y la cantidad que se genera, con esto se pueden definir las tecnologías más apropiadas para su aprovechamiento y posterior tratamiento (Sánchez et al., 2008). Respecto a esto último, es de esperar que después del aprovechamiento de un residuo se genere un siguiente residuo más agotado que podría tener otra aplicación, o bien, convertirse en un desecho. En la búsqueda de oportunidades de aprovechamiento de residuos este aspecto deberá ser considerado, con un enfoque de responsabilidad ambiental (Ribeiro et al., 2007). Sin embargo, muchos de estos residuos no son aprovechados como por ejemplo el desecho del trigo que a nivel nacional, es producido en abundancia, por lo que se genera una gran cantidad de desechos que podrían ser aprovechados.

El trigo es el principal cultivo de acuerdo con lo reportado en 2010, con una superficie cultivada de 89,152 ha (SFA, 2011). El trigo es utilizado comúnmente para la obtención de grano con diversas aplicaciones y como forraje para el ganado, previo al espigamiento donde es aprovechado en su totalidad. El rendimiento promedio del trigo cosechado es de 6.3 ton/ha. El cultivo de trigo se realiza en el periodo denominado otoño-invierno y la siembra se efectúa en diciembre y a principios de enero. La madurez fisiológica del trigo llega a los 125 días después de su siembra y la cosecha tiene una duración aproximada de 2 a 3 semanas (INIFAP, 2008). Sin embargo, no toda la planta es de interés comercial por lo que los desechos del trigo son abundantes.

El 85 % de la paja de trigo que se genera en cada cosecha (aproximadamente 553,188 ton), es quemado *in situ* a cielo abierto (Moncada et al., 2008). La quema de los residuos del cultivo de trigo, es una práctica común que utilizan los agricultores para disponer de tales residuos. Puesto que reduce los costos en la preparación de la tierra para el próximo ciclo agrícola y además evita la propagación de plagas y enfermedades en futuros cultivos. Además, del desaprovechamiento energético que implican las quemas agrícolas, éstas tienen asociadas emisiones considerables que deterioran el ambiente (Moncada et al., 2008). En los últimos años los componentes lignocelulósicos, son utilizados en la producción de etanol, sin embargo en la actualidad se le han desarrollado diversos productos. Esto se debe a que la lignina y la celulosa se pueden emplear en diversos tratamientos para la obtención de diversos productos tanto industriales como de la vida cotidiana.

En la actualidad diversos investigadores han adicionado las fibras de la paja de trigo a matrices poliméricas como polipropileno, almidón termoplástico, PEHD y PLA. En el año 2006, Oksman adicionaron micro-fibrillas de celulosa a una matriz de PLA para desarrollar un nuevo biocompuesto por el método de extrusión. Estos autores observaron que las propiedades mecánicas, en este caso la resistencia a la ruptura del biocompuesto obtenido, mejoraron en un 80% en comparación con la muestra original. Por otro lado, Ayse et al., (2008) aislaron fibras de celulosa obtenidas a partir de paja de trigo mediante tratamientos químicos-mecánicos para adicionarlos a una matriz de almidón termoplástico y evaluó tanto la estabilidad térmica como las propiedades mecánicas del nuevo compuesto. Estos resultados mostraron que las propiedades térmicas del compuesto obtenido cambiaron por la adición de las fibras de paja.

Panthapulakkal et al., (2006) utilizaron 30% en peso de fibras de paja de trigo tratadas mediante tratamientos químico y mecánico para reforzar la matriz polimérica del polipropileno por la técnica de inyección. Estos autores evaluaron el biocompuesto reforzado, observando que mejoró (49% en la tensión) de forma significativa las propiedades en comparación con polipropileno virgen. Los autores utilizaron fibras de paja tratadas químicamente, sin embargo, las propiedades mecánicas no fueron las esperadas, esto se atribuye a la mala dispersión de las fibras en las condiciones de elaboración utilizadas. En comparación con el estudio realizado por Ravindra et al., (2010) utilizaron polipropileno reforzado con partículas de paja de trigo procesado por el método de extrusión. Estos autores reportaron un aumento del 35% en la flexión del compuesto obtenido, lo que conlleva a que el método de fabricación del compuesto reforzado influye en las propiedades mecánicas del producto final.

Por otro lado, Mihai et al., (2014), adicionó diversas contenido de partículas de paja de trigo (10-40% en peso) a la matriz de PLA. Reportaron que el mejor resultado obtenido fue cuando se adicionó 10% en peso de partículas de paja. La flexión del biocompuesto obtenido mejoró en un 30% en comparación con el compuesto original. Berthet et al., (2015) utilizó una matriz de poli*-*3*-*hydroxybutyrato-co-3-hidroxivalerato (PHBV) adicionado con partículas de paja de trigo y procesados por el método de extrusión. En este estudio se observó que la propiedad de tensión del compuesto final mejora en un 15%. Como se puede observar en las investigaciones, la adición de paja de trigo a diferentes matrices poliméricas, confiere mejores propiedades mecánicas de los compuestos reforzados y aumentan su biodegradabilidad (Ranjan et al., 2010).

2.5. Usos de Materiales de Residuos Lignocelulósicos (Celulosa y Lignina)

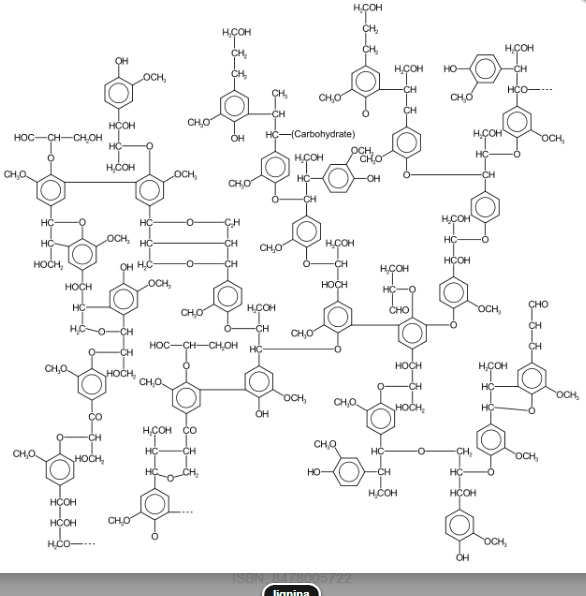
Estamos en una época crucial para el desarrollo futuro de la humanidad la cual está enmarcada en un contexto integral sobre protección ambiental. Es del interés para el ser humano varios factores, entre los que podemos destacar son, las nuevas tendencias en sustentabilidad, a la nueva era de la nanotecnología y a las crisis petroleras de las últimas décadas. Estos factores han generado otra visión en las tendencias para el aprovechamiento de los recursos naturales. De estos recursos naturales los materiales lignocelulósicos juegan un papel muy importante debido a la enorme disponibilidad de este subproducto y a las diferentes fuentes agroindustriales que lo generan. Además, debido al inminente agotamiento de los recursos petrolíferos en el mundo, es necesario encontrar tecnologías novedosas utilizando recursos renovables, por ejemplo, biomasa lignocelulósica.

Por lo que las nuevas tendencias en el aprovechamiento integral de los materiales lignocelulósico, que pueden representar grandes oportunidades de negocio en el futuro cercano. Obtención de fibras de carbón a partir de la lignina (Alfaro et al., 2009), obtención de *whiskers* de celulosa (Demirbas et al., 2008), la obtención de bioetanol utilizando la celulosa y hemicelulosa, y el desarrollo de biomateriales (López et al., 2008). Todos estos a partir de los residuos lignocelulósicos, con ayuda de estos residuos se podrían disminuir el uso de los combustibles fósiles. Los combustibles fósiles representan arriba del 80% del abastecimiento energético total en el mundo. Por lo que es necesaria la búsqueda y utilización de nuevas fuentes de recursos y productos químicos (Demirbas et al., 2008). Es aquí donde la biomasa, en particular la biomasa lignocelulósica, se revela como una fuente de energía renovable. Por otro lado, la producción mundial de la biomasa se estima sea de 146 billones de toneladas métricas que comprende en su mayoría el crecimiento de plantas silvestres y 10 a 50 billones en base seca (López et al., 2008).

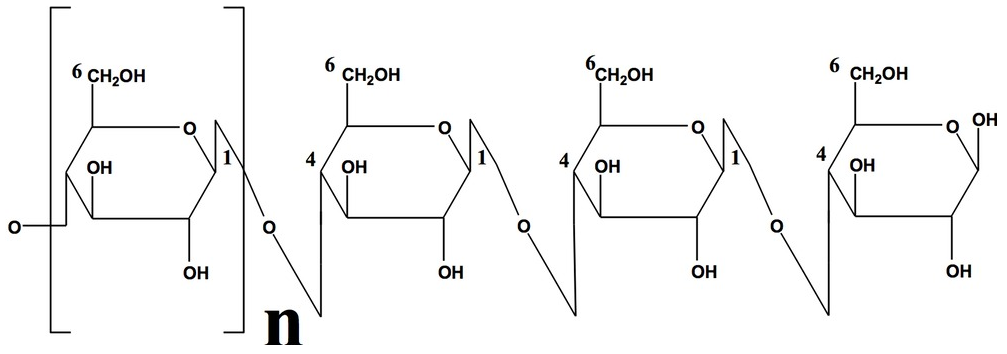
De los principales componentes de los materiales lignocelulósicos, la celulosa es uno de los biopolímeros más abundantes en la naturaleza y su biosíntesis, química y su estructura aún permanecen activos como campo de investigación (Zhang et al., 2007). Tal es el caso, en las últimas décadas ha habido un creciente interés por desarrollar proyectos sostenibles basados en la química verde (Petersson et al., 2006). Esto ha conducido a la generación de materiales celulósicos novedosos y materiales compuestos que incluyen materiales celulósicos y whiskers de celulosa. Así como también, la generación de energía por medio de la obtención del bioetanol, bioaceites o el uso integral del material lignocelulósico. Además, después de la celulosa, la lignina es la segunda fuente renovable más abundante que existe en la naturaleza y es por esta razón que se han desarrollado usos alternativos para aprovechar este subproducto agroindustrial (Zhang et al., 2007). Tal como la generación de fibras de carbón para la industria de los materiales compuestos avanzados.

**2.5.1. Aplicaciones de la Lignina**

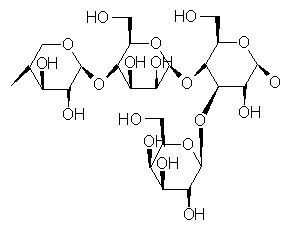
La lignina puede considerarse una red polimérica tridimensional al azar formada por unidades de fenil propano unidas entre sí en diferentes posiciones (Figura 4). No se ha podido, por las razones anteriores, definir cuál es la estructura exacta de la lignina, pero lo que sí parece evidente, de todas las estructuras propuestas para las ligninas, es el gran contenido de núcleos aromáticos. Después de la celulosa, la lignina es la segunda fuente renovable más abundante que existe en la naturaleza. Este compuesto consiste de una gran variedad de enlaces C–C y C–O, que caracteriza las propiedades biológicas, químicas y físicas de la lignina y sus interacciones con las estructuras moleculares con otros constituyentes como la celulosa y la hemicelulosa Figuras 5 y 6 (Kubo et al., 2005).



**Figura 4.** Estructura de lignina



**Figura 5.** Estructura de celulosa



**Figura 6.** Estructura de hemicelulosa

Además, ya seca la lignina es vendida a la industria química para ser utilizada como reactivo para productos poliméricos. Por otro lado, en la degradación controlada de lignina de desechos lignocelulósicos se generan compuestos aromáticos que pueden ser utilizados como materia prima (Mimms et al., 1993). Por ejemplo, la producción de vainillina, fenil propano di-sustituidos en las posiciones 3 y 4, así como tri substituidos en 3, 2, 5, fenil etano y fenil metano. Pero en la misma referencia se concluye que a esas fechas no se tenía mucho éxito en la extracción de compuestos químicos a partir de lignina de los residuos agroindustriales.

Una de las alternativas que se han propuesto en las últimas décadas para aprovechar la lignina es la generación de carbón o fibras de carbón para la industria de los materiales reforzados. Al respecto, se ha estudiado la grafitización catalítica de lignina proveniente de maderas fina tratada con ácido acético, utilizando acetato de níquel (II), como catalizador, con la finalidad de obtener carbono altamente cristalino (Kadla et al., 2002). Donde, a pesar de la adición del catalizador, su moldeabilidad es una de las buenas propiedades que preserva este tipo de materiales, en donde el tamaño del cristal aumenta con la cantidad del catalizador utilizado. Teniendo esto en cuenta, se han obtenido fibras de carbón y fibras de carbón activado a partir de maderas finas (duras) y maderas blandas.

Otra alternativa de producción de fibras de carbón utilizando lignina es mediante la mezcla con diferentes polímeros (poliolefinas, poliéster, etc.), para producir primeramente pequeños pellets (Kubo et al., 2002). Posteriormente, estos fueron hilados en fundido con diámetros de fibra de 10 a 30 m que consiste de 4 a 28 filamentos. En donde, se utilizó un extrusor de doble husillo para obtener las fibras y luego fueron estabilizadas, carbonizadas y grafitizadas (Kadla et al., 2007). Estos autores basaron la justificación de estos estudios en el análisis del reemplazo de partes metálicas en los automotores con materiales compuestos hechos con fibras con precios reducidos. Es claro que previamente al uso de mezclas de lignina y polímeros sintéticos como precursores para la producción de fibras de carbón, es necesario el estudio de la miscibilidad de los polímeros involucrados en la mezcla. Tal es el caso del reporte de miscibilidad de la lignina proveniente de maderas blandas con oxido de polietileno (PEO), en donde resalta el hecho de que ambos componentes son miscibles en todas proporciones (Leitten et al., 2010).

Además, los mismos autores analizaron la influencia que tiene el peso molecular del PEO en la miscibilidad con lignina. Otros estudios de miscibilidad de lignina con polietilenglicol (PEG), polipropileno (PP), tereftalato de polietileno (PET) y etilén vinil acetato (EVA) demuestran por análisis térmico que el PEO y PET son solubles con la lignina, mientras que PP y EVA no son solubles (Kadla et al., 2002). En otro reporte similar, se ha utilizado lignina *Kraft* procedente de madera fina, mezclada con polímeros reciclables, PET y PP (Kubo et al., 2005). El análisis de los resultados de esta publicación arroja que las fibras hechas con pura lignina necesitan más tiempo para su obtención, mientras que, las mezclas lignina–polímero sintético pueden termoestabilizarse a mayores velocidades de calentamiento, sin embargo, la incorporación de polímero sintético disminuye el rendimiento en la obtención de la fibra de carbón.

Sin embargo, el rendimiento con 25 % de polímero sintético arrojó mejores resultados que los que se obtienen al obtener fibras de carbón con brea (*pitch*) de petróleo. Además, la mezcla inmiscible lignina–PP conduce a la formación de una morfología superficial porosa, mientras que, la mezcla miscible lignina–PET tiene una superficie lisa. Es importante aclarar que en una fibra de carbón, los poros mermarán sus propiedades mecánicas. Debido a que el área que soportaría la carga se ve disminuida a medida que aumentamos el número de poros. Por eso es importante para aplicaciones en materiales compuestos, que la fibra de carbón esté libre de poros para maximizar sus propiedades reforzantes (Li et al., 2008). En este sentido, es necesario investigar a fondo la interacción de la lignina con diferentes polímeros y así tener un mayor conocimiento de estas interacciones.

**2.5.2. Biomateriales Compuestos con Fibras de Celulosa**

Desde la producción tan antigua del papel hasta la fecha, los usos de la celulosa han cambiado sustancialmente y generado tendencias mundiales debido a la volatilidad de precios y el del petróleo. Actualmente, los usos de los materiales lignocelulósicos que presentan alto contenido de celulosa han cubierto básicamente los siguientes aspectos: la generación de biomateriales compuestos (Salgado et al., 2006), materiales novedosos en base a celulosa (Martínez et al., 2007), la generación de bioetanol (Cuervo, 2009) y la obtención de *whiskers* de celulosa (Samir et al., 2005).

Las agroindustrias que generan subproductos, que contienen como base a la celulosa y que no son aprovechados completamente, están desperdiciando un recurso y un costo de oportunidad. Una de las vertientes para utilizar estos subproductos con alto contenido de celulosa es su uso en materiales compuestos. Las matrices que se han utilizado abarcan termoplásticos (Salgado et al., 2005), termoestables (Salgado et al., 2006) y cemento (López et al., 2000), principalmente. Estas han abarcado una gama muy variada de fuentes de residuos lignocelulósicos, entre los que podemos mencionar son: plátano, henequén, sisal, madera, algodón, bamboo, bagazo de caña y cascarilla de arroz, entre otros (Lee et al., 2007; Acharya et al., 2008; Álvarez et al., 2009).

Por otro lado, la parte medular en el desarrollo de este tipo de materiales es mejorar la compatibilidad del material lignocelulósico con las matrices utilizadas, para lo cual, se utiliza una variedad de métodos de modificación superficial (Youssef et al., 2009). Estos métodos incluyen tratamientos alcalinos, ácidos y agentes compatibilizantes, así como el uso de los materiales lignocelulósicos sin tratamiento (Leal et al., 2010). Todas estas modificaciones superficiales tienen como objetivo final el de mejorar las propiedades del material compuesto desarrollado.

Al respecto, se han reportado en la literatura diversas formulaciones en las cuales señalan la mejora en algunas de las propiedades mecánicas de los materiales compuestos formulados y elaborados. Por ejemplo, Domínguez et al., (2011) reportó que el módulo de elasticidad (módulo de *Young)* aumenta con el contenido de fibras largas de paja de trigo utilizadas en una matriz de PLA, mientras que, la resistencia a la tensión del material compuesto disminuye. La disminución en la resistencia a la tensión puede deberse a que se utilizó las fibras lignocelulósicas sin tratamiento. Así como, la utilización de fibras cortas sin tomar en cuenta el concepto de longitud crítica en el reforzamiento o bien si se utilizaron fibras con tratamiento básico únicamente. Por lo tanto, es necesario conocer tanto el material a utilizar así como el tratamiento a aplicarse, para de esta forma poder desarrollar el mejor resultado posible en la interface fibra-polímero del material compuesto.

**III. JUSTIFICACIÓN**

El problema ambiental ocasionado por los plásticos derivados del petróleo está alcanzando grandes dimensiones, no obstante se ha buscado la manera de reducir su consumo mediante los biopolímeros. Sin embargo, éstos solo presentan algunas propiedades que son capaces de competir al mismo nivel de los polímeros derivados del petróleo. Por lo que la alternativa de incorporar residuos agroindustriales a la matriz de PLA permitiría cambiar las propiedades del biocompuesto obtenido. En este sentido, las fibras podrían no ser compatibles con la matriz polimérica, por lo que es necesario realizar tratamientos para mejorar la interacción superficial entre la matriz y la fibra para mejorar su compatibilidad. Estos tratamientos pretenden modificar la estructura de los compuestos lignocelulósicos mediante hidrólisis, para tener grupos –OH libres que puedan interactuar con la estructura del PLA.

**IV. HIPÓTESIS**

La adición de paja de trigo sometida a diferentes tratamientos, a una matriz de ácido poliláctico mejorará las propiedades mecánicas y térmicas de un material biocompuesto.

**V. OBJETIVOS**

5.1. Objetivo General

Fabricar y caracterizar un material biocompuesto a partir de ácido poliláctico y paja de trigo tratada con diferentes tratamientos con la finalidad de mejorar sus propiedades fisicoquímicas.

5.2. Objetivos Específicos

* Caracterizar la composición de la paja de trigo.
* Evaluar el efecto de los tratamientos aplicados a la paja de trigo en el contenido de componentes lignocelulósicos.
* Establecer las condiciones de procesamiento para la obtención del material biocompuesto.
* Evaluar el efecto de los tratamientos en las propiedades del material biocompuesto obtenido.

**VI. MATERIALES y MÉTODOS**

6.1. Material

La paja de trigo variedad Cirno fue obtenida en el Valle del Yaqui y cultivada en el ciclo 2014. Este subproducto agroindustrial fue proporcionado por los agricultores de la localidad. La paja se secó a 60°C durante 3 días, para posteriormente ser molida en un molino de cuchillas marca Thomas Wiley modelo VR 4 para facilitar la alimentación de las partículas de paja en la mini extrusora de la marca Polymer modelo ATLAS (Chicago, IL). Posteriormente, se tamizó utilizando diferentes tipos de malla (40, 60, 80 y 100 Tyler) para homogenizar el tamaño de partículas y finalmente trabajar con partículas de menores a 149 µm.

6.2. Caracterización de la Paja de Trigo

**6.2.1. Determinación de Humedad**

Se pesó 1 g de muestra y se colocó en horno a 105 ºC por 12 h se enfrió en un desecador y se pesó (AOAC, 1990). El porcentaje de humedad se calculó mediante la siguiente fórmula:

**6.2.2. Determinación de Cenizas**

La determinación de cenizas se usó la norma TAPPI T 15 os-58. Se tomaron 4 g de muestra, colocándose en un crisol a peso constante. La paja se secó hasta obtener un peso constante. Después se quemó directamente con una flama hasta que ésta desapareció y se introdujo en una mufla aumentando la temperatura gradualmente hasta alcanzar los 575 ± 25°C y se dejó en la mufla por un período de 6 h o hasta que todo el carbón se quemó, indicado por la desaparición de partículas negras. La muestra se colocó en un horno a 125°C para posteriormente enfriar en un desecador y se pesó. El porcentaje de cenizas se calculó en base al peso seco de la muestra.

**6.2.3. Determinación de Celulosa**

La determinación de celulosa se llevó a cabo de acuerdo con la norma TAPPI T 203 os-74. Cinco gramos de paja se transfirieron a un matraz, agregando hidróxido de sodio (NaOH) al 17.5% a 25°C. Después de 30 minutos se añadieron 100 mL de agua destilada a 25°C, agitándose con una varilla de vidrio y dejándose en baño maría a 25°C por otros 30 min para que el tiempo total de contacto con el NaOH fuera de 60 min. Posteriormente, se filtró a través de un crisol de porosidad media, desechando los primeros 10-20 mL y colectando 100 mL. Se tomaron 25 mL de la solución y 10 mL de dicromato de potasio 0.5 N y se transfirieron a un matraz de 250 mL. Se agregaron 50 mL de ácido sulfúrico concentrado, se dejó calentar por 15 min a ebullición, para después agregar 50 mL de agua y dejar enfriarse a temperatura ambiente. Se le agregaron de 3 a 4 gotas de indicador de ferroín y se tituló con una solución de sulfato de amonio ferroso 0.1 N hasta que adquirió un color púrpura. Una titulación en blanco se llevó a cabo con 12.5 mL de NaOH 17.5% y 12.5 mL de agua. El porcentaje de celulosa se calculó como:

Dónde:

V1 = volumen de la titulación de la muestra

V2 = volumen de la titulación en blanco

P = peso de la muestra

N = normalidad del sulfato de amonio ferroso.

**6.2.4. Determinación de Hemicelulosa**

La determinación de holocelulosa se llevó a cabo de acuerdo con la norma TAPPI T 203 os-93 se pesaron 2.5 g de muestra libre en un matraz Erlenmeyer de 250 mL de capacidad, aplicando un tratamiento de cinco etapas con hipoclorito sódico (NaClO2) al 1.5 %. Cada etapa duró 1 h y se realizó a una temperatura de 70ºC en baño maría con agitación ocasional. Después se enfrío la muestra, colocando el Erlenmeyer en un recipiente con hielo, hasta que la temperatura fue de 10°C. Se filtró la muestra por un filtro Gooch de porosidad fina, se lavó con agua fría destilada, posteriormente con acetona y se dejó secar en una estufa a 105ºC durante 24 h. Por último, se colocó en un desecador y se pesó. Se obtuvo el contenido de hemicelulosa restando el contenido de celulosa.

**6.2.5. Determinación de Lignina**

Se utilizó la norma TAPPI T 222 os-74 para determinar el contenido de lignina de la paja. A un gramo de muestra se le agregaron 15 mL de ácido sulfúrico al 72%, manteniéndose en agitación en baño maría a 20 ± 1°C. Después se transfirió a un matraz con agua destilada (500-400 mL), se enjuagó y diluyó con agua hasta alcanzar una concentración de ácido del 3% y un volumen de 575 mL. Posteriormente, se hirvió por 4 h y se añadió agua constantemente para asegurar tener un volumen de 575 mL. La solución se decantó manteniendo el matraz en una posición inclinada hasta que el material estuvo finalmente dividido, se filtró a través de un crisol tipo Gooch de porosidad fina, se lavó con agua caliente y se secó a 105°C hasta alcanzar un peso constante. El porcentaje de lignina se calculó como:

6.3. Modificación Superficial de la Paja de Trigo

**6.3.1. Tratamiento Térmico para Fragmentación de Hemicelulosa**

Se realizaron tratamientos térmicos (autohidrólisis) en un matraz de vidrio con un volumen total de 2 L como reportó Rossberg et al., (2014). La paja de trigo se mezcla con agua en el reactor con el fin de obtener una relación de líquido a sólido de 25 mL/g a una temperatura máxima de 115°C por 30 min. Cuando la temperatura y tiempo deseados se alcanzaron, el matraz se enfría, las fases líquida y sólida se separan mediante un filtrado. La fase sólida se lava con agua y se seca.

**6.3.2. Tratamiento Alcalino para Fragmentación de Lignina**

El tratamiento alcalino se llevó a cabo en un digestor 2 L como reportaron García et al., (2009). Las condiciones fueron: relación líquido-sólido 25 mL/g, concentración de la solución de sodio-hidróxido 2% en peso y el tiempo de exposición fue de 30 min. La fase sólida se separa por medio de filtración en un embudo Büchner, y se dieron lavados con agua destilada hasta obtener un pH de 7. Después la fase sólida se secó a 60°C.

6.4. Caracterización Morfológica de la Paja de Trigo

Se realizaron estudios morfológicos de muestras de paja de trigo antes y después de los tratamientos utilizando un microscopio electrónico de barrido (SEM) modelo FEI XL30 ESEM de la marca Philips Corp.-FEG (Hillsboro, OR). Las muestras se recubrieron con una capa fina de Au-Pd usando un recubridor de plasma (modelo Quorum QI5OR-ES, Sussex, UK) antes de su análisis.

6.5. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier de la Paja de Trigo

Los espectros de infrarrojo con transformada de Fourier se analizaron empleando el accesorio de reflexión total atenuada (ATR-FTIR), los espectros se obtuvieron a temperatura ambiente usando un modelo de espectrómetro de Thermo Nicolet Nexus 670-FTIR (Madison, WI). Las partículas de paja se analizaron en el rango 4000 a 600 cm-1 con 4 cm-1 de resolución.

6.6. Procesamiento del Biocompuesto

El procesamiento del biocompuesto se realizó por el método de extrusión con extrusora de la marca Polymer Evaluation Products Inc. modelo ATLAS (Chicago, IL), utilizando PLA comercial Ingeo 2003D de NatureWorks procesado en el Departamento de Investigación de Polímeros y Materiales de la Universidad de Sonora. El perfil de temperaturas utilizado fue: en la zona de mezclado de 190°C y la zona del dado de 195°C. Las formulaciones ensayadas se presentan en la Tabla 1.

**Tabla 1.** Formulaciones del biocompuesto de PLA y partículas de paja de trigo.

|  |  |
| --- | --- |
| PLA (% v/v) | Partículas de paja de trigo (%p/p) |
| 100 | 0 |
| 97.5 | 2.5 |
| 95 | 5 |
| 92.5 | 7.5 |

6.7. Caracterización del Biocompuesto

**6.7.1. Color**

Se caracterizó el color de las películas obtenidas mediante el colorímetro Minolta CR 300 series. Las mediciones se realizaron sobre un mosaico estándar y todas las muestras fueron analizadas en 5 partes diferentes. Se utilizó la escala CIE Lab para medir los parámetros de color *a* (rojos), *b* (amarillos) y luminosidad (L\*) y se evaluaron los parámetros de matiz (°HUE\* o *h\**), cromaticidad (*C\**) y diferencia total de color (*∆E\**).

El matiz (°HUE\*) se calculó con la siguiente ecuación:

La cromaticidad se calculó con la siguiente ecuación:

El *∆E\** se calculó con la siguiente ecuación:

**6.7.2. Absorción de Agua**

El ensayo se llevó a cabo como por triplicado siguiendo un procedimiento adaptado de la ASTM D570-98. Las probetas fueron cortadas con las siguientes dimensiones: 60 x 10 mm y se pesaron. Después fueron sumergidas en agua destilada a temperatura ambiente, las muestras se pesaron en diferentes intervalos de tiempo y el aumento de peso corresponde a la absorción de agua de la muestra (*A %*), Como se muestra por la siguiente ecuación, las variables *mt* es el peso medido a la muestra en diferentes intervalos de tiempo hasta alcanzar la máxima absorción de agua y *mo* el peso inicial:

**6.7.3. Caracterización Morfología de los Biocompuestos**

Se realizaron estudios morfológicos de la superficie de fractura de los biocompuestos obtenidos, mediante un microscopio electrónico de barrido (SEM) modelo FEI XL30 ESEM de la marca Philips Corp.-FEG (Hillsboro, OR). Las muestras se recubrieron con una capa fina de Au-Pd usando un recubridor de plasma (modelo Quorum QI5OR-ES, Sussex, UK) antes de su análisis.

**6.7.4. Propiedades Mecánicas**

El equipo que se utilizó para la determinación de las propiedades de tensión es una máquina universal de pruebas mecánicas de la marca United modelo SSTM-5KN (EEUU), la velocidad de separación de las mordazas fue de 1 mm/m. Las probetas para la prueba de tensión se elaboraron y ensayaron bajo la norma ASTM D-882. Se cortaron probetas de forma rectangular de 1 x 7 cm y se midió el espesor para calcular el área de la sección transversal de la probeta. En esta prueba de tensión se obtuvieron los datos para realizar las gráficas de esfuerzo versus deformación de las muestras ensayadas, a partir de las cuales se realizaron los cálculos para la determinación de resistencia a la tensión, elongación a la ruptura y módulo de elasticidad.

**6.7.5. Análisis Mecánico Dinámico (DMA)**

El equipo utilizado para medir propiedades viscoelásticas utilizando la geometría de tensión fue un equipo DMA 8000 de Perkin Elmer, las condiciones a las cuales se llevó a cabo el análisis fue de un 1 Hz y 0.01 mm de deformación en un rango de temperatura de 0° a 100°C. Para los análisis, se cortaron probetas de 6 x 15 mm y se midió el espesor de la misma para cálculos posteriores, esto de acuerdo a la ASTM-D5026. En este análisis se obtuvo el módulo de almacenamiento y módulo de perdida.

**6.7.6. Propiedades térmicas**

6.7.6.1. Análisis termogravimétrico (TGA).Para analizar las propiedades térmicas se utilizará una balanza termo-gravimétrica marca Perkin Elmer modelo TGA-7. La muestra se someterá a un incremento de temperatura ambiente hasta llegar a 600°C, con velocidad de calentamiento de 10°C/min. Con el termograma que se obtuvo de este análisis, se evaluó la temperatura de descomposición de los componentes que constituyen al material.

6.7.6.2. Calorimetría diferencial de barrido (DSC).Para analizar las propiedades térmicas de las muestras, éstas serán pesadas y selladas en charolas de aluminio. Para el análisis se utilizará un calorímetro diferencial de barrido marca Perkin Elmer modelo Pyris Diamond. La muestra se someterá a un incremento de temperatura de 25 a 200°C, a la velocidad de calentamiento de 10°C/min y se obtendrá un termograma para evaluar las propiedades térmicas. Con este termograma se determinó los parámetros térmicos siguientes: entalpías y temperaturas de fusión y cristalización, así como la temperatura de transición vítrea de los biocompuestos formulados.

**6.7.7. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)**

Los espectros de infrarrojo con transformada de Fourier se analizaron empleando el accesorio de reflexión total atenuada (ATR-FTIR), los espectros se obtuvieron a temperatura ambiente usando un modelo de espectrómetro de Nicolet iS5 con un accesorio de reflexión total atenuada (ATR) modelo iD3 de la marca Thermo Scientific. Las películas de PLA y los biocompuestos formados se analizaron en el rango 4000 a 600 cm-1 con una resolución de 4 cm-1.

6.8. Diseño Experimental y Análisis Estadístico

Se realizó un análisis estadístico completamente al azar y análisis de medias por prueba de Tukey-Kramer utilizando el programa NCSS 2007 a un 95% de confianza evaluando:

El efecto de los tratamientos a los que se sometió la paja de trigo

Diseño completamente al azar (Anova de un vía)

Tratamiento: Control, térmico y alcalino.

Variables de respuesta: contenido celulosa, hemicelulosa y lignina.

Las propiedades fisicoquímicas del biocompuesto

Diseño completamente al azar con arreglo factorial 3x4 (Anova GLM).

Factores: Tratamientos (Control, térmico y alcalino) y contenido de paja (0, 2.5, 5 y 7.5 % peso).

Variable de respuesta: propiedades mecánicas (σmax, εb, E), térmicas (Td, Tg, Tm ∆Hm), color (∆*E\**, °Hue, *C\**).

**VII. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

7.1. Caracterización de la Paja de Trigo

Se caracterizaron los componentes lignocelulósicos y se determinó el contenido de humedad y cenizas de la paja de trigo variedad Cirno 2014, los resultados promedio de los componentes para esta variedad se presentan en la Tabla 2.

**Tabla 2.** Caracterización de la paja de trigo variedad Cirno 2014

|  |  |
| --- | --- |
| Componente | Valor promedio % ± DE |
| Humedad | 6.59 ±0.28 |
| Cenizas | 4.83 ± 0.12 |
| Celulosa | 44.98 ± 0.54 |
| Hemicelulosa | 26.09 ± 0.21 |
| Lignina | 14.37 ± 0.32 |

Cada valor representa la media de tres réplicas. DE = Desviación estándar

El contenido lignocelulósico puede ser diferente dependiendo de la variedad de trigo utilizada, así como los cuidados que se le den a la planta durante su desarrollo y los cambios climáticos (Aita et al., 2009). Lo anterior ha sido reportado con anterioridad por varios autores, como se muestra en la Tabla 3. Por lo tanto, el contenido lignocelulósico de la variedad Cirno evaluada está dentro de los rangos reportados por diferentes autores.

**Tabla 3.** Contenido lignocelulósico de paja de trigo reportado por diferentes autores.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Autor | Hemicelulosa  % | Lignina  % | Celulosa  % |
| Kim (2007) | 35 | 20 | 45 |
| Ballesteros (2008) | 36 | 18-20 | 44 |
| Boshini (2008) | 35.5 | 15.9 | 48.5 |
| Saldívar (2009) | 34.6 | 18.7 | 45.3 |
| Aita (2009) | 30-35 | 11-20 | 40-45 |
| Anusith (2011) | 25.4 | 14.9 | 58.3 |
| Reddy (2013) | 35-40 | 13-20 | 45 |

Si bien la composición lignocelulósica de la variedad Cirno no ha sido reportada anteriormente, los valores del análisis realizado en este trabajo se comparó con cantidades de los componentes lignocelulósicos presentes en diferentes variedades reportados por diversos autores (Tabla 3). Los resultados indican, que los componentes reportados en otras variedades son similares a la paja de trigo empleada en este trabajo. Una de las principales características que destacan de esta variedad de paja, es el contenido de celulosa, la cual es señalada por diversos autores que es componente que interacciona con los polímeros, en este el PLA, cuando se fabrican materiales compuestos.

Por lo anterior, esto nos puede dar una perspectiva a futuro del aprovechamiento que este desecho agroindustrial podría tener en la fabricación de materiales. Debido al alto contenido de celulosa de este desecho agroindustrial, este podría ser utilizado en la producción de papel o en este caso, en la producción de biocompuestos como propone Halvarsson et al. (2010). Las alternativas de uso para la paja de trigo como agente de relleno para la fabricación de materiales compuestos utilizando plásticos derivados del petróleo (no biodegradables), o bien de biocompuestos utilizando una matriz polimérica biodegradable son alternativas prometedoras y altamente viables.

7.2 Modificación Superficial por Tratamientos a la Paja de Trigo

Se evaluaron los efectos de la modificación superficial de los diferentes tratamientos a los que fue sometida la paja de trigo. De nueva cuenta, se caracterizó nuevamente el contenido de lignocelulósico las muestras de paja sin tratamiento (Control) y con los tratamientos, mediante las normas de la TAPPI T 203 os-74 y TAPPI T 222 os-74, los resultados se muestran en el Tabla 4.

**Tabla 4**. Comparación de los componentes lignocelulósicos de la paja de trigo sin tratamiento y después de los tratamientos.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Componente | Sin Tratamiento | Tratamiento Alcalino | Tratamiento Térmico |
| Celulosa (%) | 44.98 ±0.54 | 44.19 ±0.61 | 44.46 ±0.59 |
| Hemicelulosa (%) | 26.09 ±0.41 | 25.20 ±0.58 | 23.70 ±0.53 |
| Lignina (%) | 19.01 ±0.42 | 16.38 ±0.45 | 18.29 ±0.56 |

Cada valor representa la media de tres réplicas ± Desviación estándar

Como se puede observar en la Tabla 4,el contenido de algunos componentes lignocelulósicos es afectado después de los tratamientos a los que se sometió la paja. En el caso del contenido de celulosa (Figura 7), no se encontraron diferencias significativas (p>0.05), por lo tanto ninguno de los tratamientos a los que se sometió la paja de trigo afecta a este componente, esto se debe a que se necesita un tratamiento más abrasivo para hidrolizar la celulosa. Esto es debido a que la estructura de la celulosa, se encuentra rodeada por las estructuras de lignina y hemicelulosa. Por lo anterior, los tratamientos principalmente se encargan de hidrolizar las estructuras lignina y celulosa, por esta razón el contenido de celulosa no se ve afectado por los tratamientos a los que se sometido la paja (Spiridon et al., 2015).



**Figura 7.** Contenido de celulosa de la paja de trigo antes y después de los tratamientos. Literales iguales indican que no existen diferencias significativas (p <0.05) de acuerdo con el método de Tukey-Kramer.

Se encontraron diferencias significativas (p<0.05) en el contenido de hemicelulosas después del tratamiento térmico con respecto al tratamiento alcalino y la paja sin tratamiento (Figura 8). Los efectos mecánicos causados por la rápida presurización del tratamiento térmico provocan una evaporación del agua interna, creando fuerzas de cizalladura que producen separación de las fibras, principalmente en las zonas de celulosa amorfa más débiles. El efecto químico se debe a que algunos grupos acetilos de las hemicelulosas son hidrolizados produciendo ácido acético, éste disminuye ligeramente el pH del agua y a la temperatura del proceso, cataliza la hidrólisis de la hemicelulosa. Por lo anterior el contenido de este componente se ve reducido en un 2.39% después del tratamiento, esto concuerda con lo reportado por Rossberg et al., (2014).



**Figura 8.** Contenido de hemicelulosa de la paja de trigo antes y después de los tratamientos. Literales iguales indican que no existen diferencias significativas (p <0.05) de acuerdo con el método de Tukey-Kramer.

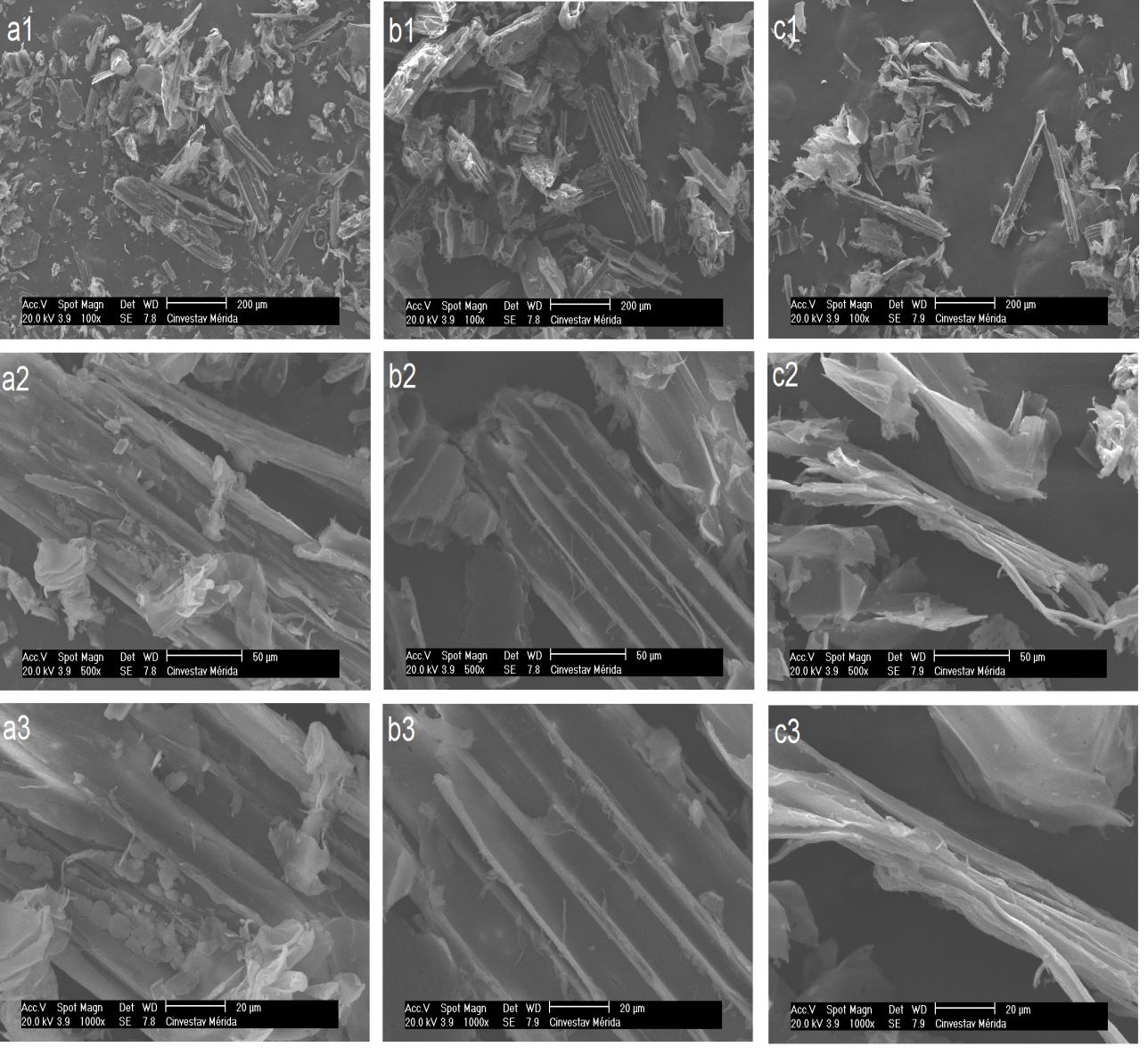
Por otro lado, el contenido de lignina se ve afectado significativamente (p<0.05) por el tratamiento alcalino. En comparación con el tratamiento térmico y la paja sin tratamiento, el tratamiento alcalino presentó una mayor hidrólisis de la lignina (Figura 9). Esto es debido a que el tratamiento con NaOH, logra que la biomasa se hinche, llevando a un aumento del área superficial interna, una disminución del grado de cristalinidad y una disrupción en la estructura de la lignina. Además, la condición alcalina conduce a la disociación de los grupos hidroxilo y fenólicos en la lignina y aumenta su solubilidad. Este último, está argumentado por la fragmentación de lignina y la liberación de metanol. Por lo tanto, se observó una reducción de 2.63% de lignina que de acuerdo con lo reportado por algunos autores, quienes señalan que este tratamiento puede ocasionar la reducción hasta alrededor del 2% de lignina, con tratamientos a bajas concentraciones de NaOH (Epelde et al., 1998; Garcia et al., 2010).



**Figura 9.** Contenido de lignina de la paja de trigo antes y después de los tratamientos. Literales iguales indican que no existen diferencias significativas (p <0.05) de acuerdo con el método de Tukey-Kramer.

7.3 Caracterización Morfológica de la Paja de Trigo

Para evaluar el efecto de los tratamientos se realizó análisis de la morfología de superficie de la paja tratada y sin tratamiento, a diferentes magnificaciones (100x, 500x y 1000x) como se muestra en la Figura 10. El efecto de los tratamientos a los que se sometió la paja de trigo fue el esperado, además esto ha sido corroborado para otras fibras naturales (Epelde et al., 1998; Garcia et al., 2007), ya que se logró modificar la superficie de las fibras de la paja. Sin embargo, como se puede constatar de las micrografías de la caracterización morfológica, no se tiene homogeneidad de tamaño y forma de las partículas aun cuando se tamizaron las partículas, lo que afecta tanto la distribución como la interacción de la matriz del PLA con la paja.

****

**Figura 10**. Micrografías de las partículas de paja de trigo (a) sin tratamiento, (b) Tratamiento alcalino y (c) Tratamiento térmico, a diferentes magnificaciones (1) 100X, (2) 500X y (3) 1000X.

La paja sin tratar en laFigura 10(a1-a3) presenta una superficie con algunas impurezas, tales como sustancias que pueden ser ceras, aceites, impurezas no relacionadas con componentes lignocelulósicos que cubren su superficie. Además, se encuentran presentes tanto partículas, hojuelas y fibras en la micrografía de la muestra. Sin embargo, después del tratamiento alcalino, las impurezas son removidas y la superficie de la fibra se torna en una textura más suave y lisa. Además, el contenido de partículas es menor en comparación con la paja sin tratamiento y prevalecen las fibras y hojuelas Figura 10 (b3).

En las micrografías se muestran canales en las fibras tratadas lo cual puede ser beneficioso en la producción de biocompuestos, ya que puede facilitar la penetración de polímero en la fibra y por lo tanto, crear una buena adhesión el polímero y la fibra por interacción física (Madera-Santana et al., 2009). Estas características son similares a las descritas por otros investigadores (Ibrahim *et al.* 2010, Mahmud *et al.* 2013).

Por otra parte, la paja tratada con tratamiento térmico se muestra en la Figura 10 (c3) puede observarse claramente, que en su mayoría son fibras completas y hojuelas. Sin embargo, el tratamiento aplicado no alcanzó ocasionar que las fibras implosionaran, aunque se observa la presencia de hojuelas, las cuales poseen una mayor superficie de contacto con el material termoplástico. Lo anterior, daría lugar a una mejora en la adhesión mecánica, debido a que el polímero puede adherirse en los poros y cavidades de la paja (Mittal et al., 2015).

7.4 Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier de la Paja de Trigo

Los espectros de FTIR la paja de trigo con y sin tratamiento se muestran en la Figura 11, en el rango de número de onda entre 4000 cm-1 a los 600 cm-1. Se puede observar que después de los tratamientos se observar una reducción en la intensidad en las señales de los grupos –OH, esto debido principalmente a la remoción de ceras, gomas y polisacáridos de cadenas cortas propias de la paja de trigo. Las fibras de paja sin tratamiento muestran una mayor señal en la banda de los grupos –OH, lo cual es evidente por la intensidad en la banda entre 3300 y 3100 cm-1 en comparación con la paja después de los tratamientos, similar característica ha sido reportada por Mwaikambo et al*.,* (2011).

En la banda situada a 1600 cm-1 se observa que ésta desaparece después del tratamiento alcalino. Esto es debido a la eliminación del grupo carbonilo por tratamiento alcalino mediante el proceso llamado desesterificación (Sun et al., 1999), aunque en este trabajo solo se presentó una desesterificación parcial de la lignina con el tratamiento alcalino ya que no se pretendía eliminar en su totalidad este componente. Después de la hidrólisis alcalina, los componentes principales son unidades monoméricas o diméricas, así como unidades fenólicas libres, p-hidroxifenil, guayacil, siringil y ácido p-cumárico (Crestini et al., 1997). Sin embargo para asegurar que estos compuestos son los liberados tendría que hacerse otros análisis para corroborar lo descrito. Las bandas situadas a 1300 cm-1 y 1200 cm-1 presentan una reducción en su intensidad después de los tratamientos, lo que se atribuye a una reducción de enlaces éter tanto de la pentosa y hexosa, de la lignina y la hemicelulosa, en comparación de la paja sin tratar (López et al., 2013). La banda situada entre 1100 cm-1 y 900 cm-1 corresponde a vibración de estiramiento y deformación de enlaces β-glucosídico (hexosas/pentosas) de celulosa que no son afectadas por ningún tratamiento. Como se esperaba, ningún tratamiento de los efectuados sobre la paja de trigo ha sido suficiente para la hidrólisis de la cadena de celulosa, como lo han reportado algunos autores en diferentes residuos agroindustriales (López et al., 2013).



**Figura 11.** Espectros de partículas de paja a) sin tratamiento,

b) tratamiento Alcalino y c) tratamiento térmico.

7.5 Procesamiento del Biocompuesto

Con el fin de tener una partícula homogénea de la paja de trigo, se tamizó para tener un tamaño de partícula aproximado de ≤149 µm que corresponde a las partículas que pasaron la malla 100 (Serie Tyler), con lo cual se pretendió mejorar la homogeneidad, distribución y dispersión de éstas en la matriz de PLA. Las formulaciones elaboradas en términos de porcentaje en peso de PLA y paja de trigo en la Tabla 5.

**Tabla 5**. Formulaciones empleadas para el procesamiento del biocompuesto.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Formulación | % en peso PLA | % en peso paja |
| 1 | 100 | 0 |
| 2 | 97.5 | 2.5 |
| 3 | 95 | 5 |
| 4 | 92.5 | 7.5 |

(Nota: La base para el procesamiento fue 40 g de material).

Las condiciones del procesamiento fueron la temperatura de la zona de mezclado de 190°C y se varió la temperatura de la zona del dado de 185°C a 195°C, con el fin de facilitar el procesamiento de las películas del biocompuesto a los diferentes contenidos de paja. Se procesaron las cuatro formulaciones antes mencionadas por el método de extrusión. Las películas con una baja contenidos de partículas de paja, no presentaron problemas en el momento de procesar. Sin embargo, la película con mayor contenido de partículas de paja (7.5%) sí presentó problemas, lo que motivó a modificar las temperaturas de procesamiento, como se ha mencionado anteriormente. Además, la película no alcanzó una buena homogenización de las partículas de paja en la matriz, esto se puede atribuir a que la fracción en volumen de la paja es alta, debido a su baja densidad, en comparación con el PLA. Otra explicación puede deberse a que el tornillo del extrusor es muy corto por tanto el tiempo de mezclado de los componentes es breve, es por ello que no se alcanza una completa homogenización en el biocompuesto.

7.6. Caracterización del Biocompuesto

**7.6.1. Color**

El color es un atributo importante tanto en los polímeros como en los biocompuestos, ya que este parámetro puede influir en las posibles aplicaciones de los materiales. En este estudio, los biocompuestos extruidos de PLA son flexibles y con superficie aparentemente lisa, sin embargo, al observar las micrografías se pueden observar pequeñas rugosidades y agujeros en la película, en contraste con los adicionados con paja de trigo son rígidos con superficies rugosas. Los cambios de color fueron el resultado de la variación en el contenido de partículas de paja en la matriz de PLA. La Tabla 6 muestra los parámetros analizados en la escala CIE Lab para todas las películas de los biocompuestos elaborados. Los valores de luminosidad (*L\**) mostraron una disminución gradual que se atribuye a la adición de paja ya que esta presenta un parámetro de luminosidad baja, aun a bajos contenidos de partículas de paja en comparación con el control. Se encontraron diferencias significativas (p<0.05) en los valores de *L\** entre la película de PLA y los biocompuestos. Así mismo, se encontraron diferencias significativas de este parámetro (p <0.05) entre los biocompuestos al aumentar el contenido de partículas de paja.

Sin embargo, al adicionar bajos contenidos de paja (2.5 y 5%) no se encontraron diferencias significativas (p>0.05) entre las películas en el parámetro de *L\**. Este mismo efecto reportó Madera et al., (2015), donde adicionó residuos agroindustriales de la extracción de agar en una matriz de PLA y observó que al aumentar el contenido de residuo a la matriz, la luminosidad del biocompuesto disminuyó. También se evaluó la tonalidad o matiz de las películas (°Hue\*) donde se apreció que el control de PLA tiene un matiz blanco opaco y se encontró diferencias significativas (p<0.05) en comparación con las películas adicionadas con partículas de paja. Las películas que fueron adicionadas con paja mostraron un matiz amarillento en la esfera de color según el °Hue\*, que se atribuye a la coloración impartida por la adición de paja debido a sus componentes lignocelulósicos principalmente a la lignina que es el que atribuye el color amarillo debido a una reacción de oxidación debido a factores como el oxígeno, la luz del sol. Así mismo, se observó que las películas con mayor carga de partículas de paja (5 y 7.5%) tienen un matiz similar, por lo que no se obtuvieron diferencias significativas entre estas formulaciones (p>0.05).

Otro parámetro evaluado fue a saturación de color (Croma), donde se observó que las películas presentaron cambios significativos (p<0.05) al añadir las partículas de paja en la matriz de PLA. Se encontraron diferencias significativas (p<0.05) al aumentar el contenido de partículas de paja, teniendo bajos contenidos (2.5%) se tiene una tonalidad amarilla de las películas, y al aumentar el contenido de paja la saturación aumenta y la película toma una tonalidad amarrillo-marrón, esto se puede apreciar en las películas de alto contenido de paja (7.5%). Estos resultados son similares a los reportados por Khoshgozaran et al., (2012) donde reportó que al adicionar un material ajeno a la matriz polimérica esta tiende a reducir su *L\** y aumentar su cromaticidad en una matriz de quitosano adicionando diferentes concentraciones de aloe.

Se evaluó el *∆E\** el cual nos indica el cambio total de color que no puede ser apreciado por el ojo como se muestra en la Tabla 6, el valor de *∆E\** del PLA se usó como referencia. En la Tabla 6 se puede observar que los tratamientos a los que se sometió la paja no afectaron el color de los biocompuestos como se explicó con anterioridad. Sin embargo, se pueden observar cambios significativos (p<0.05) al aumentar el contenido de paja, siendo los biocompuestos adicionados con 7.5% de paja los que tienen un *∆E\** mayor.

**Tabla 6**. Valores de los parámetros de color del biocompuesto PLA-Paja de trigo.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Película | *L\** | *°HUE\** | *Croma* | *∆E\** |
| PLA | 90.60±0.2 a | 325.08±2.3a | 0.85±0.1 a | - |
| PLA + 2.5% paja sin tratamiento | 82.20±0.1 b | 82.24±0.3 b | 16.37±0.2 b | 19.4±0.5 a |
| PLA + 5% paja sin tratamiento | 80.86±0.2 b | 80.79±0.6 c | 22.86±0.5 c | 24.7±0.7 b |
| PLA + 7.5% paja sin tratamiento | 71.67±0.3 c | 80.24±0.2 c | 28.90±0.3 d | 34.8±0.8 c |
| PLA + 2.5% paja tratamiento alcalino | 82.48±0.2 b | 82.40±0.4 b | 15.29±0.3 b | 19.8±0.2 a |
| PLA + 5% paja tratamiento alcalino | 80.73±0.2 b | 80.31±0.1 c | 21.54±0.8 c | 23.6±0.5 b |
| PLA + 7.5% paja tratamiento alcalino | 72.83±0.9 c | 80.70±0.8 c | 29.35±0.9 d | 34.6±0.9 c |
| PLA + 2.5% paja tratamiento térmico | 82.33±0.8 b | 82.42±1.2 b | 17.19±0.9 b | 19.4±0.4 a |
| PLA + 5% paja tratamiento térmico | 80.84±0.8 b | 80.88±0.3c | 23.73±0.8 c | 24.3±0.6 b |
| PLA + 7.5% paja tratamiento térmico | 71.54±0.3 c | 80.87±0.1 c | 29.52±0.2 d | 34.5±0.9 c |

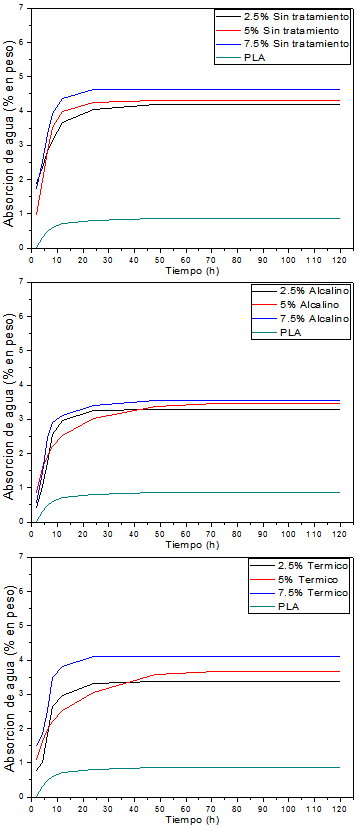
Cada valor representa la media de cinco réplicas ± desviación estándar. Medias con diferente literal en la misma columna indica diferencia significativa (p<0.05)

**7.6.2. Absorción de Agua**

Se evaluó la capacidad de absorción de agua de los biocompuestos obtenidos mediante la construcción de curvas de absorción las cuales se muestran en la Figura 12. En esta figura se puede observar que los biocompuestos adicionados con 2.5 y 5% de paja tienen una baja capacidad de absorción de agua, siendo esta de alrededor del 3%, mientras que la matriz de PLA es de 0.85%. En cambio a los biocompuestos que se les adicionó 7.5% de paja, éstos tienen un incremento en la capacidad de absorción de agua, alcanzando el 4%, en comparación con el PLA que solo absorbe menos del 1% todos los biocompuestos presentaron una mayor absorción de agua. Sin embargo, los biocompuestos que presentaron una mayor capacidad de absorción de agua son aquellos a los que se les adicionó la paja de trigo sin ningún tratamiento. Esta mayor capacidad de absorción de agua puede atribuirse a que la paja de trigo sin tratamiento por su conformación estructural, esta posee micro poros y cavidades donde puede alojarse una mayor cantidad de agua (Patil et al., 2000; Pfister et al., 2010).

Por el contrario, la paja que ha sido sometida a los tratamientos alcalino y térmico no presentan estas concavidades ya que estas se remueven dejando una superficie más lisa, que la paja sin tratamiento. Además, los biocompuestos que contienen la paja de trigo sin tratamiento y con tratamiento alcalino tienden a absorber el agua más rápido. Esta mayor velocidad de absorción permitió que los biocompuestos alcancen la máxima absorción de agua en aproximadamente 24 h. Esta característica de los biocompuestos anteriores, se puede explicar a la naturaleza de la paja de trigo arriba mencionada, así como a la presencia de grupos hidroxilo y carboxilo que tienen carácter hidrofílico en el PLA (Liu et al., 2006).

Los biocompuestos elaborados con PLA-paja de trigo presentan una baja absorción de agua, esto se atribuye a que la matriz polimérica recubre la fibra, los valores obtenidos al compararse con los reportados por otros autores, éstos presentan porcentajes de absorción de agua de alrededor de 10% (Alemdar et al., 2009; Hosseinaei et al., 2012). Además, es importante señalar que en este experimento se utilizó una mezcla de partículas, hojuelas y fibras cortas, que podrían interferir en la medición este parámetro. Los valores de baja absorción de agua tienen una relevancia particular en la aplicación de estos biocompuestos, particularmente en la de materiales aglomerados. Los cuales deben presentar una baja absorción de humedad, pero que al término de su vida útil puedan ser biodegradados en condiciones de compostaje o bien en rellenos sanitarios.

****

**Figura 12.** Curvas de absorción de agua de los biocompuestos PLA-paja de trigo.

**7.6.3. Propiedades Mecánicas**

Las propiedades mecánicas a tensión de los biocompuestos de PLA con paja de trigo con y sin tratamiento, se efectuaron de acuerdo con el procedimiento descrito por la ASTM 882. En la Figura 13 se muestran los valores dela resistencia a la tensión de los biocompuestos formulados, se observa que este parámetro mecánico disminuyó con la adición de la paja de trigo, por lo que se encontraron diferencias significativas (p<0.05) entre la matriz de PLA y los biocompuestos obtenidos. Sin embargo, no se encontraron diferencias significativas en la resistencia a la tensión cuando se adicionó la paja de trigo con y sin tratamiento a bajo contenido (2.5 y 5 %). Esto indica que al aumentar la adición de paja a la matriz del PLA, ésta se convierte en una carga para el biocompuesto, es decir no está ejerciendo un efecto de reforzamiento en el material compuesto.



**Figura 13.** Valores de la resistencia a la tensión del biocompuesto de PLA-Paja de trigo. Literales iguales indican que no existen diferencias significativas (p<0.05) de acuerdo con el método de Tukey-Kramer.

El mismo efecto observado en la resistencia a la tensión también se ve reflejado en el % de elongación a la ruptura (Figura 14). En la cual, se observa una caída drástica de este parámetro al comparar las películas de PLA con respecto a los biocompuestos adicionados con paja, se aprecian diferencias significativas (p<0.05). La disminución en esta propiedad se puede atribuir a que la paja se introduce en las zonas amorfas del PLA rompiendo la continuidad normal de la matriz en los biocompuestos, al aumentar el contenido de paja. Hull et al. (1987) señalan que esta es una característica común de los materiales compuestos particulados.



**Figura 14.** Valores de % elongación de los biocompuestos de PLA-Paja de trigo. Literales iguales indican que no existen diferencias significativas (p <0,05) de acuerdo con el método de Tukey-Kramer.

Por otro lado, el módulo elástico o de Young que indica la relación lineal que existe entre la resistencia a la tensión y la deformación en una curva de esfuerzo vs. Deformación. En la Figura 15 se puede observar que este parámetro no es afectado significativamente (p>0.05), particularmente cuando se adiciona la paja a bajos contenidos (2.5 y 5%).

Este parámetro nos permite asumir que se puede dar una interacción debido a una adhesión mecánica entre el relleno y la matriz, al usarse bajos contenidos de paja como se muestra en los resultados de morfología de superficie a la ruptura. En términos generales, la disminución de los parámetros mecánicos evaluados en los biocompuestos, se puede atribuir a que no se tiene una adecuada homogenización en la forma y en el tamaño de la paja de trigo, ya que algunas de estas tienen forma de partículas, hojuelas y fibras, lo cual puede influir en la interacción de la matriz del PLA con la paja de trigo (Seki et al., 2013, Abdul et al., 2014).



**Figura 15.** Comportamiento del módulo elástico de los biocompuestos de PLA-Paja de trigo. Literales iguales indican que no existen diferencias significativas (p <0.05) de acuerdo con el método de Tukey-Kramer.

Aunque se han realizados trabajos previos, en los cuales se utilizan las fibras de paja de trigo para reforzar la matriz del PLA, estos trabajos reportan una mejora en las propiedades mecánicas de los biocompuestos obtenidos (Oksman et. Al.*,* 2006; Mihai et. al., 2014). Esta mejora las propiedades se debe al uso de agentes acoplantes, que permiten tener una mejor interacción con la fibra y el polímero. En este trabajo no se utilizó ningún agente acoplante, por lo que las propiedades del biocompuesto obtenido disminuyeron en comparación con el polímero sin fibra. Este efecto esta reportado por otros autores como Ayrilmis et al. (2013), quienes utilizaron harina de cáscara de nuez en una matriz de polipropileno sin el uso de agentes acoplantes, ellos observaron un decremento en las propiedades mecánicas. Por otro lado, Finkenstadt et al. (2010), utilizó fibras de un árbol de naranjo para adicionar a una matriz de PLA y evaluaron las propiedades de tensión de los biocompuestos fabricados tanto como material seco y húmedo, estos autores observaron que la resistencia a la tensión del biocompuesto es disminuida tanto en estado seco como en el húmedo, en comparación con el PLA.

Sutivisedsak et al. (2012), utilizaron rebabas de algodón y cascarilla de algodón en una matriz de PLA y observaron un decremento en la tensión y en el % de elongación de la ruptura en los biocompuestos que obtuvieron. Por lo tanto, el decremento de las propiedades mecánicas de los biocompuestos obtenidos al adicionar paja de trigo tiene el mismo comportamiento de disminuir estos parámetros al no emplear agentes acoplantes. Los resultados indican que no se dio una interacción molecular que se esperaba, sin embargo la interacción que se dio en este biocompuesto fue una interacción mecánica como propone Mittal et al., (2015), la cual tiene lugar por las porosidades y cavidades propias de la paja, el polímero ocupo estos espacios.

**7.6.4. Análisis Mecánico Dinámico (DMA)**

El análisis mecánico dinámico (DMA) se utiliza con frecuencia para estudiar el comportamiento viscoelástico de los materiales poliméricos, los cuales presentan propiedades viscosas y elásticas. Los parámetros reportados en este análisis son el módulo de almacenamiento (E' refleja la respuesta elástica del material), módulo de pérdida (E'' describe la energía por deformación que se disipa o se pierde por fricción y movimientos internos producidos por movilidad) y tan delta (fricción interna o amortiguamiento*)*. En la Figura 16 se muestra el módulo de almacenamiento (E') de los biocompuestos en comparación con la matriz de PLA. En estas gráficas se puede observar que al adicionar paja a la matriz de PLA, esta actúa como un amortiguador eficaz que resulta en un aumento en el módulo de almacenamiento en comparación con la matriz de PLA.

En la Figura 16 se puede observar que los biocompuestos de todas las formulaciones y con los diferentes tratamientos de paja de trigo que se adicionaron a la matriz de PLA, han presentado un efecto positivo aumentando el módulo de almacenamiento, esto indica que las fibras naturales imparten rigidez al material mediante la reducción de la movilidad y la deformabilidad de la matriz (Pfister et al., 2010). Además, podemos observar que en todos los biocompuestos, que al aumentar el contenido de paja este aumenta el módulo de almacenamiento, siendo la formulación de 7.5% de paja la que confiere el mayor aumento en el módulo de almacenamiento para el biocompuesto obtenido, como han reportado diversos autores que al aumentar la cantidad de fibra a una matriz están pueden conferir una mejora en el módulo de almacenamiento (Abdelmouleh et al., 2007; Kaushik et al., 2011).

Si bien todas las formulaciones de los biocompuestos obtenidos presentaron un aumento en el módulo de almacenamiento, los biocompuestos adicionados con paja sometida al tratamiento térmico este aumento fueron mayores con respecto a los biocompuestos con paja sin tratamiento y paja con tratamiento alcalino. Esto se puede atribuir, a que este biocompuesto en su matriz cuenta con una mayor cantidad de fibras como se observó en las imágenes de SEM, debido a que después de los tratamientos el contenido de partículas presentes en los biocompuestos son menores a los que se presentan en los biocompuestos sin tratamiento.

Además, como ha sido corroborado por diversos autores, las propiedades mecánico-dinámicas de un material compuesto son el resultado de las propiedades de los componentes individuales y las interacciones entre la matriz y las fibras que contiene el material, en comparación con las pruebas mecánicas que disminuyeron, estas se atribuyen a la naturaleza de la prueba. Por lo anterior, estas formulaciones proporcionan un mayor refuerzo en el biocompuesto al ser ensayadas por DMA, similar característica ha sido reportada por Sun et al. (2007) y Stelte et al. (2011).

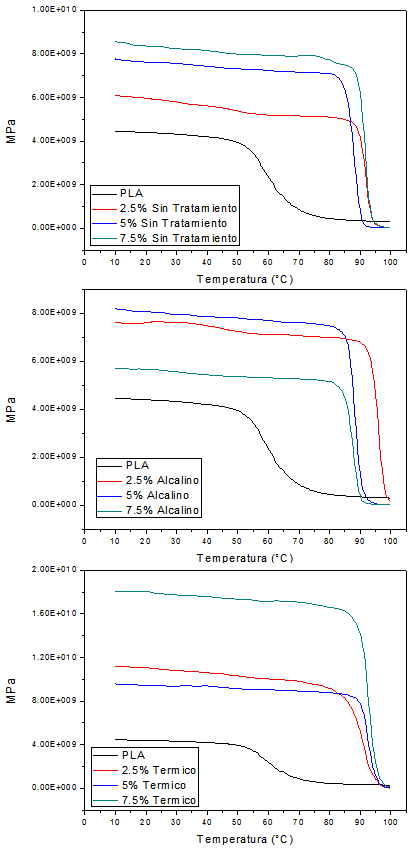
En la Figura 17 podemos observar el módulo de pérdida de la matriz de PLA y los biocompuestos adicionados con paja de trigo, este parámetro nos indica la capacidad del material para disipar la energía. Como se puede observar, los biocompuestos adicionados con paja tienen un módulo de pérdida alto en comparación con la matriz de PLA. La cual presenta un pico donde se muestra la pérdida máxima antes de que el material ceda y es a 60°C. Al comparar los biocompuestos adicionados con paja en todas las formulaciones y tratamientos, presentaron un desplazamiento en el pico hasta alrededor de los 90°C. Esto se debe a que presentan a la capacidad de los biocompuestos disipar la energía por deformación producidos por el movimiento de las cadenas poliméricas de la matriz de PLA.

Los resultados del DMA revelaron que el biocompuesto tiene un alto módulo de almacenamiento ya que al adicionar la paja de trigo el biocompuesto se volvió más rígido que el PLA, como consecuente el material también tiene un módulo de pérdida alto debido a que las fibras ayudan a disipar esta energía que se suministró en la prueba (Pfister et al., 2008; Nassiopoulos et al., 2015). Estos resultados permiten vislumbrar, el comportamiento del biocompuesto a diferentes temperaturas (entre 10° y 95°C), es decir con las características de un material rígido (alto módulo de almacenamiento), en un material blando en aproximadamente 60°C, hasta convertirse en un material huloso alrededor de los 90°C debido a que alcanzó su temperatura de transición vítrea (Tg).

Por otra parte, en la Figura 18 se muestra la tan delta la matriz de PLA y los biocompuestos la cual, nos indica la capacidad de amortiguamiento (capacidad de perder energía en forma de calor) del material. En la figura podemos observar que el pico de tan delta en la matriz de PLA se encuentra alrededor de 65°C, mientras que en los biocompuestos los picos se encuentran entre 95 y 100°C. El efecto de reforzamiento de la paja de trigo indica de que esta actúa como amortiguador al momento de aplicar una fuerza oscilatoria al biocompuesto (Oksman et al., 2003). El tan delta nos indica la relación que se tiene entre el módulo de almacenamiento y el módulo de pérdida, debido a que este parámetro registra el desplazamiento o desfase después de que la fuerza oscilatoria es aplicada, en este caso la fase del módulo de pérdida se presenta entre 0° y 90° (Bilyeu et al., 2000).

Por lo anterior, la fase necesita una mayor temperatura en el biocompuesto, con respecto a la matriz de PLA. Esto concuerda con el hecho de que la tangente de delta es una medida de la movilidad molecular, la cual está más restringida por la presencia de las cargas, por lo que es de esperar que sea necesaria mayor temperatura para alcanzar el mismo valor de tan delta. Al aumentar la temperatura de la matriz polimérica, se incrementa su comportamiento viscoso y por consecuente, las cadenas tienen a deslizarse con mayor facilidad (Pan et al., 2007; Dong et al., 2015).

Por lo observado en los resultados del módulo de almacenamiento, podemos apreciar que los biocompuestos mantienen su rigidez hasta temperaturas menores de 90°C, en comparación con la matriz de PLA, después de la cual los biocompuestos que se vuelven hulosos. Además, el módulo de pérdida nos indica que estos biocompuestos, la paja de trigo ayuda a disipar el calor a temperaturas menores de 70°C. Así mismo, el análisis mecánico-dinámico permite determinar la Tg de mezclas poliméricas, copolímeros, materiales compuestos y biocompuestos con matriz polimérica, así como su comportamiento a diferentes temperaturas. Por lo anterior, los resultados de DMA han descrito el comportamiento del biocompuesto en función de la temperatura, las cuales pueden simular condiciones de la vida cotidiana (temperatura y fuerza aplicada). Sin duda, esta es información útil para posibles aplicaciones en envases rígidos (charolas, platos, vasos), embalaje (cajas, separadores de frutas o alimentos) empleados durante la distribución y transporte de productos. Considerando de que algunos productos contenidos en un envase fabricado con este tipo material, podría someterse a una serie de fuerzas (cargas) o bien de diferentes temperaturas durante su uso, los biocompuestos mantendrán su rigidez en el rango de temperaturas entre 5 y 10°C, a temperatura ambiente y hasta aproximadamente 75°C. Por otro lado, si el biocompuesto se somete a mayor temperatura (>80°C) no podrá mantener su rigidez (forma estructural), así como de disipar el calor que ingresa al ser calentado (por ejemplo: algún recipiente o charola que se introduce en un microondas). Por lo anterior, las aplicaciones de este biocompuesto se encuentra limitado por la temperatura de uso.

****

Módulo de almacenamiento

(MPa)

Módulo de almacenamiento

(MPa)

Módulo de almacenamiento

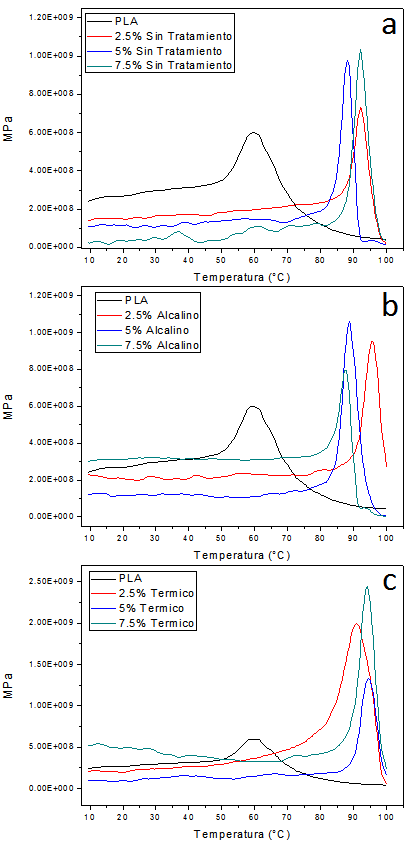
(MPa)

c

b

a

**Figura 16.** Módulo de almacenamiento a) PLA y Paja sin tratamiento, b) PLA y Paja con tratamiento alcalino y c) PLA y Paja con tratamiento térmico.



Módulo de pérdida

(MPa)

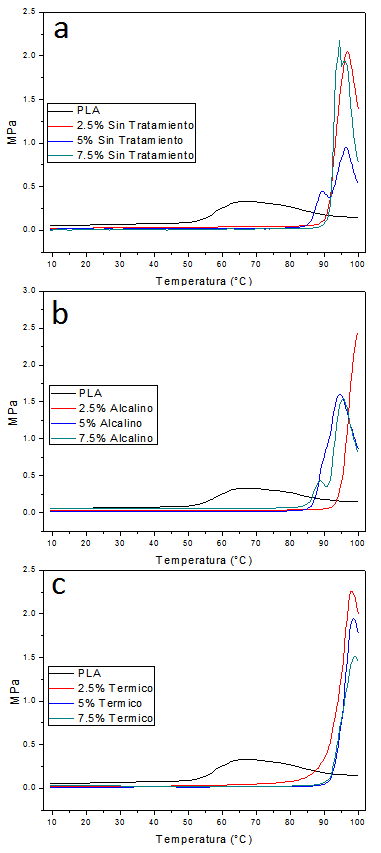
Módulo de pérdida

(MPa)

Módulo de pérdida

(MPa)

**Figura 17.** Módulo de pérdida a) PLA y Paja sin tratamiento, b) PLA y Paja con tratamiento alcalino y c) PLA y Paja con tratamiento térmico.



Tan delta

Tan delta

Tan delta

**Figura 18.** Tan delta a) PLA y Paja sin tratamiento, b) PLA y Paja con tratamiento alcalino y c) PLA y Paja con tratamiento térmico.

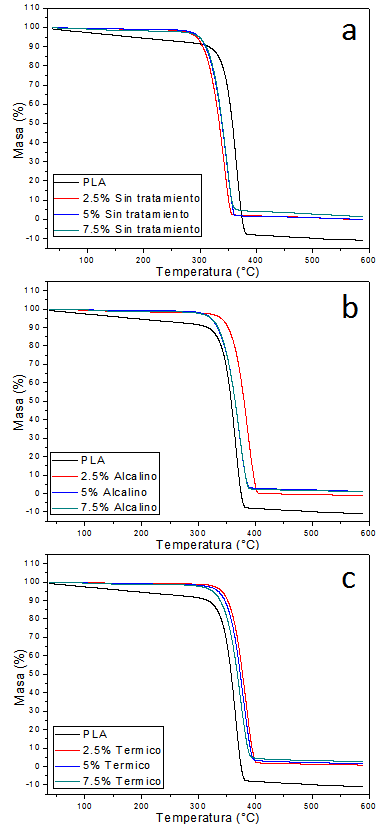
7.6.5. Análisis Térmicos

7.6.5.1. Análisis termogravimétrico (TGA).En la Figura 19 se muestran los termogramas del PLA y de los biocompuestos PLA-Paja de trigo. En los termogramas se puede apreciar que todos los biocompuestos presentan una sola etapa de degradación. El estudio reveló que la descomposición del PLA se inició alrededor de 310°C y se completó a 360°C. Sin embargo, los biocompuestos con paja sin tratamiento presentaron un ligero desplazamiento aproximadamente de 10°C menor que el PLA, es decir que su descomposición comenzó a 300°C. Los biocompuestos adicionados con paja sin tratamiento presentaron su descomposición entre 340°C y 350°C. Lo cual indica, que la adición de paja sin tratamiento a la matriz de PLA, le confiere menor estabilidad térmica en comparación con los otros biocompuestos obtenidos.

Lo anterior, se puede atribuir al alto contenido de componentes lignocelulósicos presentes en la paja, como son la hemicelulosa, lignina y celulosa. Algunos autores reportan que la descomposición de materiales lignocelulósicos tiene un rango de descomposición variado que va desde 280°C hasta 500°C dependiendo de su composición (Baltazar et al, 2008; Awal et al, 2015). Debido a que los componentes de la fibra son muy complejos, no es posible separarlos cuando estos componentes no han sido tratados y se encuentran en su forma natural, por lo que se pueden encontrar porosidades, canales internos propios de la estructura de la paja que pueden reducir la estabilidad térmica del biocompuesto (Tomczak et. al., 2007; Pfister et. al., 2010).

Por otro lado, en la Figura 19 b y c se puede observar los termogramas de los biocompuestos adicionados con paja sometida a tratamiento alcalino y con tratamiento térmico. Se puede notar en los termogramas un desplazamiento de 10°C con respecto a la matriz de PLA, por lo que el inicio de su proceso de descomposición es a 320°C y su descomposición total ocurre entre 360 y 370°C, en las formulaciones de contenido de paja de 5 y 7.5% de paja de ambos tratamientos. Sin embargo, los biocompuestos con el menor contenido de paja de 2.5% de ambos tratamientos (alcalino y térmico), presentaron un pequeño incremento en la estabilidad térmica, ya que su descomposición total se presentó entre 370 a 375°C, lo cual se puede atribuir al bajo contenido de paja de los biocompuestos. Resultados similares reportó Huda et. al., (2008) donde observó que las fibras de kenaf modificadas con diferentes tratamientos aumentaron la estabilidad térmica en una matriz de PLA.

Por lo tanto, los resultados anteriores indican que los tratamientos a los que se sometió la paja confieren una mejora en la estabilidad térmica de los biocompuestos obtenidos. De acuerdo a lo reportado por otros autores, el aumento en la estabilidad térmica de los biocompuestos obtenidos, es atribuido a los diversos tratamientos a los que se someten las fibras, como reportaron Hornsby et al., (1997) y Panthapulakkal et al., (2006) quienes observaron este efecto al caracterizar diferentes biocompuestos. Por lo anterior, se puede concluir que los tratamientos a los que se sometió la paja antes de ser incorporada a la matriz de PLA, confieren una mayor estabilidad térmica a los biocompuestos en comparación con la matriz pura.

****

**Figura 19.** Termogramas de TGA de los biocompuestos a) PLA y Paja sin tratamiento, b) PLA y Paja con tratamiento alcalino y c) PLA y Paja con tratamiento térmico.

7.6.5.2. Calorimetría diferencial de barrido (DSC). En la Tabla 7 se muestra los parámetros térmicos calculados a partir del análisis por DSC, tanto de la matriz de PLA como los biocompuestos PLA-Paja de trigo con sus diferentes formulaciones. Los parámetros térmicos que se han calculado en las muestras son: temperatura de transición vítrea (Tg), temperatura de cristalización (Tc), entalpía de cristalización (ΔHc), temperatura de fusión (Tm), entalpía de fusión total (ΔHmT) y grado de cristalización (χ), a los que se sometieron las muestras de las diferentes formulaciones.

En la Tabla 7 se puede observar que el valor de la Tg (es la temperatura a la cual una resina termoplástica cambia de estado vítreo a uno más suave, más elástico) del PLA es de 61.23°C, en comparación con los biocompuestos adicionados con paja disminuyó ligeramente y se encuentra entre 59 y 60°C, por lo que nos indica que probablemente se tiene una buena interacción interfacial de la paja y el PLA. Una evaluación similar ha sido reportada por Madera et al., (2015) cuando adicionó residuos de algas marinas a la matriz de PLA, estos autores observaron que cuando se tiene una buena compatibilidad entre fibra y matriz, no se observan cambios en los valores de la Tg de los biocompuestos. Sin embargo, se puede observar que las formulaciones con un bajo contenido de paja (2.5%) el valor de la temperatura de transición vítrea disminuyó menos de 1°C, por lo que su puede intuir que se tiene una mejor homogenización y mejor compatibilidad con la matriz de PLA que los biocompuestos con mayor carga de paja (5 y 7.5%).

Al comparar los resultados obtenidos de los análisis de DSC y DMA se observan valores de Tg a 60°C y 90°C, respectivamente. Este aumento en la Tg registrado en el análisis por DMA, se atribuye a la naturaleza de la prueba. El análisis DMA que se realiza en el biocompuesto, este se encuentra sometido a una fuerza constante y a medida que se calienta, se expande y aumenta el volumen libre. Como consecuente, los movimientos de los enlaces (flexión y estiramiento) y los movimientos de las cadenas del biocompuesto desplazan la Tg, este efecto es conocido como transición gamma de la Tg. En comparación con el análisis de DSC, en esta técnica registrar la diferencia entre el cambio de entalpía que ocurre en una muestra y un material inerte de referencia cuando ambos se calientan. Los valores obtenidos a partir de estos métodos pueden diferir hasta 25°C unos de otros en el mismo plazo de tiempo, además, se han observado diferencias entre 10 y 20°C por los método de DSC y DMA.

Por otro lado, los biocompuestos adicionados con paja mostraron un incremento en la temperatura cristalización, lo cual se atribuye a la presencia de la paja de trigo en la matriz polimérica. No obstante, los valores de la entalpía de cristalización son muy similares en los biocompuestos con contenido de 2.5 y 5% de paja y el PLA. Los biocompuestos adicionados con un bajo contenido en peso de 7.5% de paja presentaron un aumento de 2°C en la temperatura de cristalización que se atribuye a la saturación por la fibra de paja.

Con respecto a la temperatura de fusión, esta presentó dos picos, esto es debido a que en el PLA se encuentran cristales de diferentes tamaños y cuando el material se está calentando las cadenas del polímero tiene una influencia particular en el re-arreglo de las fases amorfa/cristalina y con las propiedades fisicoquímicas. Algunos polímeros semi-cristalinos tienen lenta capacidad de cristalización, como es el caso del PLA, es por esta razón que la temperatura de fusión en este caso presentó dos temperaturas de fusión (Tm1 y Tm2) debido a que contiene diferentes tipos de cristales (Yasuniwa et al., 2007; Di Lorenzo, 2006).

Con base a los resultados obtenidos por DSC, se calculó el porcentaje de cristalinidad de la matriz de PLA y de los biocompuestos formulados. Como se puede observar en la Tabla 7, el porcentaje de cristalinidad del PLA es de 3.2%, el cual coincide con lo reportados por Madera et al., (2015). Con respecto a los biocompuestos obtenidos, se puede observar que el porcentaje de cristalinidad aumentó en todos los biocompuestos, en comparación con la matriz de PLA, esto se atribuye a la incorporación de la paja de trigo (Spiridon et al., 2015). Como se puede notar en la Tabla 7, a manera de que el contenido de paja aumenta (contenido 2.5, 5% de paja), se observa un incremento en la cristalinidad del biocompuesto para todos los tratamientos, pero cuando se alcanza el contenido máximo (7.5% de paja) se puede observar que el porcentaje de cristalinidad disminuye, este efecto se apreció en todos los biocompuestos. Esto se atribuye al procesamiento del biocompuesto, la paja de trigo toma la función de relleno ocupando los espacios amorfos del PLA y por lo tanto, aumentando la cristalinidad del material a bajos contenidos de paja (Hossain et al., 2014). En este caso la adición de paja sirvió como agente nucleante (proporciona una densidad de núcleos considerable que facilitan el proceso de cristalización) aumentando los sitios de cristalización, y por consecuente la velocidad de cristalización del biocompuesto (Liu et al., 2014; Madera et al., 2015). Sin embargo, al tener un contenido alto de paja en la matriz, esta llega a una saturación en la matriz y como consecuente una disminución en la cristalinidad como se ha reportado con anterioridad (Finkenstadt et al., 2010; Racha et al., 2012; Moigne et al., 2014).

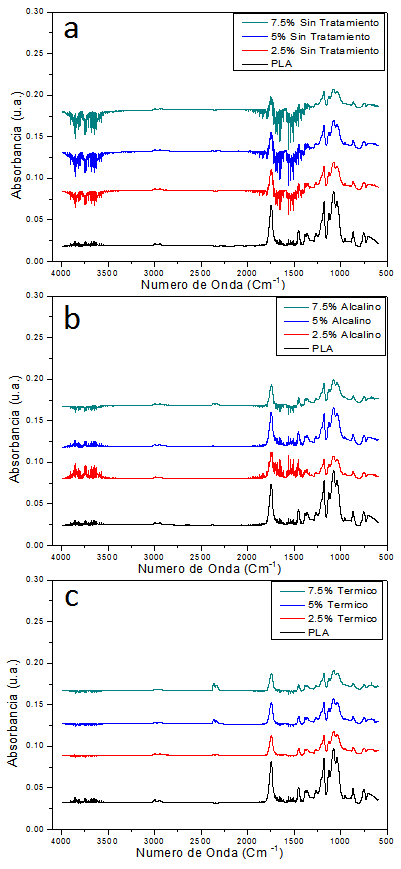
**Tabla 7.** Parámetros térmicos obtenidos por DSC de los biocompuestos PLA y PLA-Paja de trigo.

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | Tg (°C) | Tc (°C) | ∆Hc·  (J/g) | Tm¹·(°C) | Tm²·(°C) | ∆Hm·  (J/g) | χc·(%) |
| PLA | 61.2 | 105.0 | 20.2 | 147.3 | 154.4 | 23.2 | 3.2 |
| PLA+2.5% Paja | 60.7 | 106.4 | 20.8 | 147.1 | 154.8 | 21.0 | 48.7 |
| PLA+ 5% Paja | 59.2 | 106.7 | 21.1 | 147.6 | 154.7 | 20.4 | 69.0 |
| PLA+7.5% Paja | 59.3 | 108.3 | 22.0 | 148.5 | 155.7 | 24.7 | 52.8 |
| PLA+2.5% Paja T/Alcalino | 60.8 | 108.7 | 20.4 | 148.3 | 154.6 | 28.8 | 59.4 |
| PLA+5% Paja T/Alcalino | 59.2 | 107.2 | 20.6 | 148.0 | 154.9 | 27.7 | 66.8 |
| PLA+7.5% Paja T/Alcalino | 59.5 | 109.0 | 22.0 | 149.2 | 155.3 | 21.0 | 41.5 |
| PLA+2.5% Paja T/ Térmico | 60.6 | 107.1 | 20.9 | 148.1 | 155.0 | 24.7 | 34.1 |
| PLA+5% Paja T/ Térmico | 59.3 | 107.0 | 21.7 | 148.0 | 155.0 | 25.5 | 57.2 |
| PLA+7.5% Paja T/ Térmico | 59.1 | 109.2 | 22.8 | 148.4 | 155.2 | 22.4 | 24.2 |

**7.6.6. Propiedades estructurales**

7.6.6.1. Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier.Los espectros de FTIR del PLA y los biocompuestos PLA-Paja de trigo del rango de 4000 a 400 cm-1 se muestran en la Figura 20. Se puede observar en los espectros de PLA y PLA-Paja de trigo son similares, por lo que se infiere que la fibra de paja de trigo se recubrió con la matriz de PLA, efecto similar reportó Madera et al., (2015). Donde los biocompuestos elaborados con residuos de algas marinas en una matriz PLA, el polímero recubrió las fibras y por consecuente, los espectros de los biocompuestos presentaron una atenuación de las señales. Los espectros que obtuvieron estos autores son muy similares a los obtenidos en este trabajo, la atenuación en las bandas se atribuye a la poca penetración del infrarrojo que solo puede penetrar de 0.2 a 5 µm. Como consecuente las fibras no pueden ser penetradas por el haz del infrarrojo y por lo tanto solo se obtuvieron los espectros de la matriz polimérica con picos atenuados. Se puede observar una pequeña señal débil alrededor de 3000 cm-1, la cual corresponde a la banda de los grupos metilos y metilenos provenientes de las partes terminales de la cadena de PLA. En la banda alrededor de 1750 cm-1 es la correspondiente al estiramiento de los grupos carbonilo correspondientes a grupos éster (C=O), mientras que en la banda entre 1470 y 1380 cm-1 son característicos de grupos metilo (CH3)y bandas de deformación de grupos CH, respectivamente.

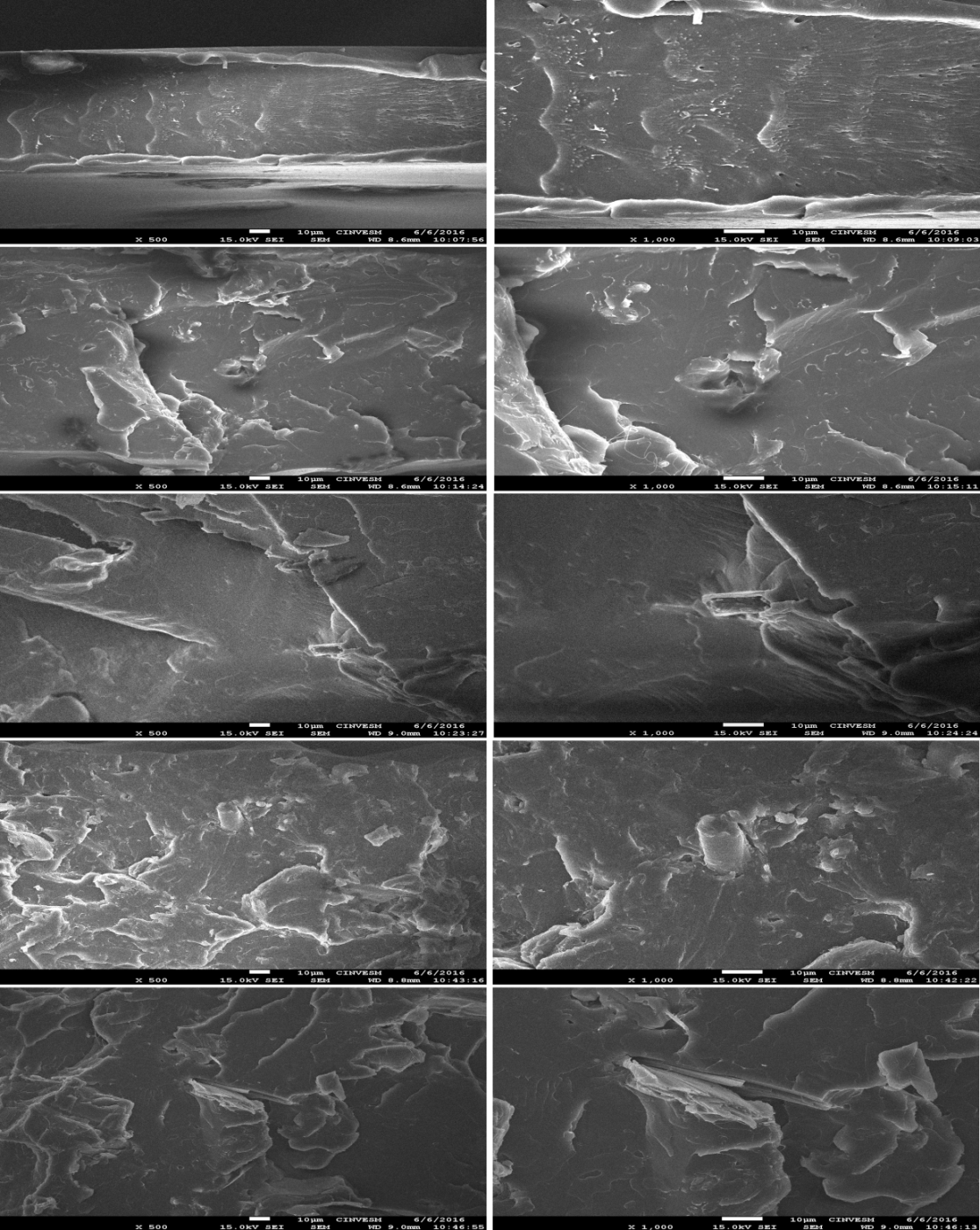
La banda a 1180 cm-1 corresponden estiramiento de grupos éster (O-C=O), con respecto a las bandas situadas a 1132, 1080, y 862 cm-1 se atribuyen al estiramiento asimétrico del grupo éter (C-O-C), grupos CH3 en plano de flexión, simétrica de los grupos COC y COO presentes en la cadena de PLA, respectivamente (Kim et. al., 2009;Kaczmarek et. al., 2012; Ndazi et. al., 2011; Zakir et al., 2014). Con respecto a los espectros de los biocompuestos de PLA-Paja de trigo, se pueden observar los picos característicos del PLA, aun en los biocompuestos con mayor contenido de paja. Sin embargo, se puede apreciar una reducción en la intensidad de los espectros tanto a los biocompuestos con paja sin tratamiento y paja después de los tratamientos, lo que concuerda con lo reportado por Madera et. al. (2015) y que en este caso la paja solo se recubrió en la matriz de PLA. Por lo anterior, se puede concluir que no se formaron nuevos grupos funcionales, ya que no se observaron grupos funcionales diferentes a los presentes en los espectros de la paja y del PLA, así como el desplazamiento de las bandas antes señaladas.



**Figura 20.** Espectros de infrarrojo: a) PLA y Paja sin tratamiento, b) PLA y Paja con tratamiento alcalino y c) PLA y Paja con tratamiento térmico.

7.6.6.2. Morfología de la superficie de fractura.La morfología interfacial de la zona de fractura en los biocompuestos de PLA-Paja de trigo se determinó utilizando la caracterización por SEM a dos magnificaciones 500X y 1000X, como se muestra en la Figura 21. En las micrografías se compararon la superficie de fractura de matriz de PLA (A), así como las formulaciones de 2.5% sin tratamiento (B), 2.5% tratamiento con alcalino (C), la formulación de 7.5% sin tratamiento (D) y 7.5% con tratamiento térmico (E). La matriz de PLA se muestra en la Figura 21 A1 y A2, en donde se muestra una superficie rugosa y con algunos poros, lo que podría indicar la presencia de humedad residual en el PLA, aun cuando el polímero se secó antes de ser procesado. Estos defectos pueden inferir en las propiedades mecánicas del PLA, sin embargo, en este caso no afectó a estos parámetros.

En las Figuras 21 B y C, que corresponden a los biocompuestos con 2.5% paja de trigo sin tratamiento y con tratamiento alcalino, respectivamente. Se puede observar que las superficies de fractura de los biocompuestos presentan mayor rugosidad, además, además es posible observar en micrografías de mayor magnificación de que hay una adhesión mecánica entre la matriz del PLA y las fibras de paja de trigo cómo reportó Mittal et al., (2015). De acuerdo con Moigne et al., (2014) esto se debe a que los tratamientos a los que fue sometida la paja no fueron muy eficaces. Sin embargo, por lo que se observó en el estudio de las pruebas mecánicas, aunque no hay una buena adhesión entre la matriz y las partículas de paja de trigo, al adicionarlas a bajos contenidos algunas propiedades mecánicas no se ven afectadas.

****

D2

E11

E21

D1

C2

C1

B2

B1

A2

A1

**Figura 21.** Micrografías de las películas A) PLA, B) 2.5% sin tratamiento, C) 2.5% tratamiento alcalino, D) 7.5% sin tratamiento y E) 7.5% tratamiento térmico, a diferentes magnificaciones, (1) 500X y (2) 1000X.

Por el contrario, las micrografías de la Figura 21 D y E, corresponden a los biocompuestos con mayor contenido de paja (7.5%) sin tratamiento y con tratamiento térmico, respectivamente. Se observan que las fibras son recubiertas por la matriz de PLA. En la micrografía de la Figura 21 E se muestra una aglomeración de paja recubierta por PLA, esto puede atribuirse a una mala dispersión de la paja de trigo dentro de la matriz polimérica debido al alto contenido de la paja (Ning et al., 2012; Madera et al., 2015). Otro factor que influye en la distribución y dispersión, es la densidad de la paja de trigo que es muy baja, el volumen que ocupa es mayor que el PLA, por esta razón no se alcanza distribuir y dispersar la paja en la matriz cuando se procesó el material.

**VIII. CONCLUSIONES**

Se cuantificó el contenido lignocelulósico de la paja de trigo variedad Cirno 2014 la cual contiene 44% celulosa, 29% hemicelulosa y 19% de lignina. Después de los tratamientos a los que fue sometida la paja de trigo, se redujo el contenido de lignina en un 2.6% y hemicelulosa en 2.3%, aunque en el contenido de celulosa no se encontraron cambios. Los tratamientos de modificación superficial (tratamiento alcalino y tratamiento térmico) que se aplicaron a la paja de trigo permitieron la remoción de algunos componentes antes de ser añadida a la matriz de PLA. Aunque se realizó la modificación superficial con los tratamientos a la paja de trigo, los análisis estructurales de FTIR no mostraron la formación de nuevos grupos funcionales en el biocompuesto obtenido. Debido a lo anterior, se asume que solo se dio una interacción mecánica entre la matriz y la fibra.

Se evaluaron las propiedades mecánicas de los biocompuestos de PLA - Paja de trigo, los biocompuestos presentaron una disminución en las propiedades de resistencia a tensión y el % de elongación a la ruptura. Se observó que al incrementar el contenido de paja, el módulo elástico del biocompuesto aumentó, aunque a bajo contenido de paja de trigo en el biocompuesto, este presenta un módulo elástico similar al de la matriz de PLA. Los resultados de las propiedades indican que la paja de trigo en la matriz de PLA tiene la acción de servir como carga y no de agente de refuerzo. Otro factor que afectó las propiedades mecánicas de los biocompuestos ha sido la homogenización en la paja dentro de la matriz, así como la forma de la paja de trigo que se utilizó y que se encontraba en forma de partículas, hojuelas y fibras.

Los resultados del análisis mecánico dinámico revelaron con el módulo de almacenamiento, de que los biocompuestos tienen mayor rigidez en comparación con la matriz de PLA. Además, los biocompuestos conservan esta rigidez hasta temperaturas próximas a 75°C, en comparación con el PLA (60°C). Se observó en el módulo de pérdida, que los biocompuestos son buenos para disipar la energía en forma de calor, debido a que la paja de trigo sirvió para disipar el calor que se suministra al biocompuesto durante el ensayo. Estos parámetros podrían ser considerados elementos de evaluación para posibles aplicaciones como envases rígidos o productos utilizados en la vida cotidiana como platos, charolas, vasos, contenedores de frutas o separadores de alimentos.

Por otra parte, las propiedades térmicas determinadas por TGA y DSC de los biocompuestos demostraron que la adición de paja tratada en la matriz de PLA, aumentó su estabilidad térmica, así como la cristalinidad. Las micrografías de la superficie de fractura del biocompuesto muestran que la fibra está recubierta por el PLA.

Con estos resultados de los análisis realizados a los biocompuestos formulados, se demostró que la adición de paja de trigo a la matriz de PLA produce biocompuestos rígidos, los cuales podrían ser utilizados como material para envases rígidos o bien en productos de la vida cotidiana; la limitación en las diferentes aplicaciones de estos biocompuestos es la temperatura de uso.

Finalmente, la contribución de los biocompuestos desarrollados en este trabajo está encaminada a reducir el uso de materiales compuestos con matriz plástica derivada del petróleo.

**IX. RECOMENDACIONES**

Analizar el contenido lignocelulósico de las materias primas que se utilicen como agente de refuerzo en las matrices poliméricas.

Probar diferentes contenidos y tiempos de exposición en los tratamientos que la fibra sea sometida.

Realizar la homogenización del tamaño de las fibras y/o partículas antes de realizar el procesamiento del material.

Se debe tener particular atención al secado de materiales, tanto del polímero como de las fibras, ya que estas podrían contener humedad.

Probar diferentes técnicas de extrusión, con las cuales se pueda alcanzar una mejor dispersión y distribución de la paja en la matriz, y de esta manera comparar las propiedades fisicoquímicas de esos biocompuestos con lo reportado en este trabajo.

**X. BIBLIOGRAFÍA**

Abdelmouleh M., Boufi S., Belgacem M., Dufresne A. (2007). Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: effect of silane coupling agents and fibres loading. Composites Science and Technology 67, 1627–1639.

Abdul R., Ibrahim N., Zainuddin N., Rayung M., Saad W. (2014) The influence of chemical surface modification of kenaf fiber using hydrogen peroxide on the mechanical properties of biodegradable kenaf fiber/poly(lactic acid) composites. Molecules 2957–2968.

Aburto J., Martínez T., Murrieta F. (2008). Evaluación técnico-económica de la producción de bioetanol a partir de residuos lignocelulósicos. Revista Tecnológica y Educación 23(1): 23-30.

Acharya S., Mishra P., Mehar S., Dikshit V. (2008). Mechanical behaviour of bagasse fiber epoxy composites at liquid nitrogen temperature. Reinforced Plastics & Composites, 27(16–17), 1839.

Aita, G.M., Salvi, D. (2009). Lignocellulose: a source for fuels and chemicals. Louisiana Agriculture Magazine 52(4), 12-13.

Alfaro A., Rivera A., Pérez A., Yáñez R., García J., López F.(2009). Integral valorization of two legumes by authohydrolysis and organosolv delignification. Bioresource Technology 100 (1), 440–445.

Alemdar A., Oksman K., Sain M. (2009). The effect of decreased fiber size in wheat straw/polyvinyl alcohol composites. Journal of Biobased Materials and Bioenergy 3(1):75-80.

Álvarez C. (2009). Biocombustibles: desarrollo histórico-tecnológico, mercados actuales y comercio internacional. Economía Informa 359, 63-89.

Amigo V., Salvador M., Sahuquillo O. (2008). Aprovechamiento de residuos de fibras naturales como elementos de refuerzo de materiales poliméricos. Quinto Congreso Internacional de Fibras Naturales. 1-12.

Anusith T. (2011). Chemical and microbial hydrolysis of sweet sorghum bagasse for ethanol production. World Renewable Energy Congress 55-74.

Asociación Nacional de Industrias del Plástico (2011). Recuperado el día 7 de abril del 2015 en: http://www.teorema.com.mx/residuos/mexico-genera-3-8- millones-de-toneladas-de-basura-plastica-al-ano-anipac/.

Auras R., Lim L., Selke S., Tsuji H. (2010). Poly (lactic acid): synthesis, structures, properties, processing, and application. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.

Ayrilmis N., Kaymakci A., Ozdemir F. (2013). Physical, mechanical, and thermal properties of polypropylene composites filled with walnut shell flour. Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 19, 908.

Ayse A., Mohini S. (2008). Isolation and characterization of nanofibers from agricultural residues wheat straw and soy hulls. Bioresource Technology 99.1664–1671.

Awal A., Rana M., Sain M. (2015). Thermorheological and mechanical properties of cellulose reinforced PLA bio-composites. Mechanics of Materials 80 87–95.

Balam C., Duarte A., Canché E. (2006). Obtención y caracterización de materiales compuestos de fibras de la “piña” de henequén y polipropileno. Revista Mexicana de Ingeniería Química 5 (1) 39-44.

Ballesteros I., Ballesteros M., Manzanares P., Negro M., Oliva J., Sáez F. (2008). Dilute sulfuric acid pretreatment of cardoon for ethanol production. Biochemical Engineering Journal 42 (1) 84-91.

### Baltazar A., Juntaro J., Bismarck A. (2008). Effect of atmospheric air pressure plasma treatment on the thermal behaviour of natural fibres and dynamical mechanical properties of randomLy-oriented short fibre composites. Journal of Biobased Materials and Bioenergy 2 (3) 264–272.

Bastioli C. (2005). Global status of the production of biobased packaging materials. Starch/Starke 53 351-355.

Berthet M., Angellier H., Chea V., (2015). Sustainable food packaging: valorizing wheat straw fibers for tuning PHBV-based composites properties. Composites: Part A. Applied Science and Manufacturing 72 139–147.

Bessadok A., Marais S., Roudesli S., Lixon C., Métayer M. (2008). Influence of chemical modifications on water-sorption and mechanical properties of Agave fibers. Composites Part A. Applied Science and Manufacturing 39 29-45.

Bilyeu B., Brostow W., Menard K., (2000). Compuestos epóxicos termoestables y sus aplicaciones II. Análisis Térmico. Journal of Materials Educations 22 (4-6) 109-131.

Biodegradable Products Institute – BPI (2010) Background on Biodegradable Additives. USA: BPI. Recuperado el día 3 de abril del 2015 en http://www.bpiworld.org/resources/Documents/Biodegradable%20Additives%20Fact%20Sheet%20v8%20July%2009.pdf.

Boschini F., Elizondo S. (2008). Determinación de la calidad y la producción de sorgo. Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal 16 (1) 29-36.

Brown J, Gold M. (1990).Behavior of biocomposite materials from flax strands and starch based biopolymer. Chemical Engineering Science 64 (11) 2651-2658.

Carreón R., Sabido L., Centeno S., Leal J., Martínez J., Fernández S. (2009). Etanol carburante. BioTecnología 13 (3) 79-102.

Chavez P., Thiry J., Pestieau A., Evrard B. (2013). PAT tools for the control of co-extrusion implants manufacturing process. International Journal of Pharmaceutics, 458 (1), 15-24.

Contreras O., Perilla J., Algecira N. (2008). Revisión de la modificación química del almidón con ácidos orgánicos. Ingeniería e Investigación, 28 (3), 47-52.

### Crestini C., Argyropoulos D. (1997). Structural analysis of wheat straw lignin by quantitative 31P and 2D NMR Spectroscopy. the occurrence of ester Bonds and r-O-4 Substructures. Journal of Agricultural and Food Chemistry 45, 1212−1219.

Cuervo L., Folch J., Quiroz R. (2009). Lignocelulosa como fuente de azúcares para la producción de etanol. BioTecnología 13 (3) 11-25.

Demirbas A. (2008). The Importance of bioethanol and biodiesel from biomass. Energy Sources 3 177–185.

Departamento de Agricultura de Estados Unidos (2015). Recuperado el día 10 de abril del 2015 en: http://www.elfinanciero.com.mx/economia/usda-ve-cosecha-mundial-de-trigo-2013-2014-cerca-de-nivel-record.html

Di Lorenzo M. (2006). The crystallization and melting processes of poly(L-lactic acid). Macromolecular Symposium 234 176-183.

Domínguez M., Álvarez A., Castrejó T., Granados M., Hernández F., Alcalá O, Tapia P. (2011). Estudio de la cinética de la hidrólisis ácida del bagazo de caña de azúcar sin pretratamiento para la obtención de azúcares reductores. Revista Iberoamericana de Polímeros, 12 (3) 1.

Dong Y., Ghataura A., Takagi H., Haroosh H., Nakagaito A., Lau K. (2014). Polylactic acid (PLA) biocomposites reinforced with coir fibers: evaluation of mechanical performance and multifunctional properties. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 63 76-84.

Epelde I., Lindgren C., Lindström M. (1998). Kinetics of wheat straw deligniﬁcation in soda and Kraft pulping. Journal of Wood Chemistry and Technology 18, 69–82.

Finkenstadt V., Tisserat B. (2010). Poly(lactic acid) and osage orange wood fiber composites for agricultural mulch films. Industrial Crops and Products 31 (2) 316-320.

Fomin V. (2001). Biodegradable polymers, their present state and future prospects. Progress in Rubber and Plastics Technology 17 (3) 186-204.

García A., Toledano A., Serrano L., Egüés I., González M., Marín F., Labidi, J., (2009). Characterization of lignins obtained by selective precipitation. Separation and Purification Technology 68 (2) 193–198.

García E., Claveríe A., Zizumbo A., Alvarez A., Herrera F., (2010). Spectroscopy analysis of chemical modification of cellulose fibers. Polymer Composites 25 (2) 134.

García J., Díaz M., García M., Feria M., Gómez D., López F. (2013) Search for optimum conditions of wheat straw hemicelluloses cold alkaline extraction process. Biochemical Engineering Journal 71 127– 133.

García M., (2007). Distribution of the genus Agave (Agavaceae) and its endemic species in Mexico, en Cactus and Succulent. Ciencias 74 177-187.

Garlotta D. (2001). A Literature Review of Poly(Lactic Acid). Journal of Polymers and the Environment 9(2), 71-74.

González W., Manhini H, (2003). It’s not easy to being green. Recuperado el día 15 de abril del 2015 en: http://money.cnn.com/2006/11/01/news/companies/pluggedin\_gunther\_natureworks.fortune/index.htm?postversion=2006110207.

Gopakumar S., McDonald A., Li H. (2012) Lignin valorization by forming toughened lignin-co-polymers: development of hyperbranched prepolymers for cross-linking. Biomass and Bioenergy 47 99-108.

Gross R., Kalra B. (2002). Biodegradable polymers for environment. Science 297 803-807.

Halvarsson S., Edlund H. (2010). Manufacture of non-resin wheat straw fibreboards. Industrial Crops and Products 29, 437–445.

Haque M., Islam M., Islam M. (2012). Preparation and characterization of polypropylene composites reinforced with chemically treated coir. Journal of Polymer Research 19 (5) 1-8.

Herrera P., Valadez A. (2004). Mechanical properties of continuous natural fiber- reinforced polymer composites. Compos Part A: Applied Sciences 35 339-345.

Holbery J., Houston D. (2006). Natural fiber reinforced polymer composites in automotive applications. Journal of the Minerals, Metals and Materials Society, 58 (11) 80-86.

Hornsby P., Hinrichsen E., Trivedi K. (1997). Preparation and properties of polypropylene composites reinforced with wheat and flax straw fibers. Part II. Analysis of composite microstructure and mechanical properties. Journal of Materials Science. 32, 1009–1015.

Hossain K., Parsons A, Rudd C., Ahmed I., Thielemans W. (2014). Mechanical, crystallisation and moisture absorption properties of melt drawn polylactic acid fibres. European Polymer Journal 53 270–281.

Hosseinaei O., Wang S., Taylor A., Kim J. (2012). Effect of hemicellulose extraction on water absorption and mold susceptibility of wood–plastic composites. International Biodeterioration and Biodegradation 71 29–35.

Huang X., Chen D. (1990). Study of the mechanical, thermal and thermodegradative properties of virgin PP with recycled and non-recycled HDPE. Polymer Engineering and Science, 39, 1456-1462.

Huda M., Drzal L., Mohanty A. (2008). Effect of fiber surface-treatments on the properties of laminated biocomposites from poly(lactic acid) (PLA) and kenaf fibers. Composites Science and Technology 68 (2), 424-432.

Hull D. (1987). Materiales compuestos. Editorial Reverte. Madrid, España, 254.

Ibrahim N., Hadithon K., Abdan K. (2010) Effect of fiber treatment on mechanical properties of kenaf-ecoflex composites. Journal of Reinforced Plastics and Composites 2192–2198.

INIFAP (2008). Estudio estadístico-documental sobre variedades, grupos y calidad de trigo. Instituto Nacional de Investigaciones Forestales, Agrícolas y Pecuarias.http://www.oeidrusbc.gob.mx/oeidrus\_bca/biblioteca/Estudios/Agricolas/variedadesTrigo.pdf [en línea] 02/05/2011.

Kaczmarek H., Vukovi I. (2012). Preparation and characterization of interpenetrating networks based on polyacrylates and poly(lactic acid). Express Polymer Letters Vol.6, No.1 78–94.

Kadla J., Kubo S., Gilbert R. Vendetti R. (2002). Lignin based carbon fibers. in chemical modification, properties and usage of lignin. Carbon 40 (15) 2913-2920.

Kadla J., Kubo S., Vendetti R., Gilbert R., Compere A., Griffith W. (2007). Lignin based carbon fibers for composite fiber applications. Carbon 40 (29) 13-27.

Kaushik A., Singh M, Verma G. (2011). Green nanocomposites based on thermoplastic starch and steam exploded cellulose nanofibrils from wheat straw. Carbohydrate Polymers 82 337–345.

Khoshgozaran S., Azizi M., Hamidy Z., Bagheripoor N. (2012). Mechanical, physicochemical and color properties of chitosan based-films as a function of Aloe era gel incorporation. Carbohydrate Polymer 87 (3) 2058-2062.

Kim H., Kim S., Kim C. (2007). The Effects of nonionic surfactants on the pretreatment and enzymatic hydrolysis of recycled newspaper. Biotechnology and Bioprocess Engineering, 12 (2) 147-151.

Kim I., Lee S., Jeong Y. (2009). Tensile behavior and structural evolution of poly (lactic acid) monofilaments in glass transition region. Fibers Polymers 10 (5) 687–93.

Kolybaba M., Tabil L., Panigrahi S., Crerar W., Powell T., Wang B. (2003). “Biodegradable polymers: past, present, and future”, proceeding of 2003 CSAE/ASAE annual intersectional meeting.

Kubo S, Kadla J., (2002). Lignin-based carbon fibers: effect of synthetic Polymer blending on fiber properties. Journal of Polymers and the Environment, 13 (2) 97.

Kubo S. Kadla J. (2005). Kraft lignin/poly(ethylene oxide) blends: Effect of lignin structure on miscibility and hydrogen bonding. Journal of Applied Polymer Science 98 (3) 1437-1444.

Leal R., Fonseca S., Ferreira A., Bohrz Nachtigall S., (2010). Silk-based materials for biomedical applications. Materials Research 12 (3) 333.

Lee J., Broughton R., Worley S., Huang T., J. (2007). Antimicrobial polymeric materials; cellulose and aramid composite fibers. Engineered Fibers and Fabrics 2 (4) 25.

Leitten C., Compere A., Griffith W., Petrovan S. (2010). Improving the fundamental properties of lignin-based carbon fiber for transportation applications. Long Beach Symposium (16-20).

Li Y., Hu C., Yu Y. (2008). Interfacial studies of sisal fiber reinforced high density polyethylene (HDPE) composites. Composites 39, 570-578.

Liu R., Peng Y., Cao J., Chen Y. (2014). Comparison on properties of lignocellulosic flour/polymer composites by using wood, cellulose, and lignin flours as fillers. Composites Science and Technology 103 (2014) 1–7.

Liu Z., Erhan S., Akin D., Barton F.( 2006). Green composites from renewable resources: preparation of epoxidized soybean oil and flax fiber composites. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 54 (6) 2134–7.

López H., (2008). Pruebas de resistencia a la tensión en fibras del Agave angustifolia Haw para determinar su comportamiento mecánico. Oaxaca, Mex., Instituto Politecnico Nacional.

López J., Vilaplana J. Jiménez A. (2011). Study of the influence of heating rate in degradation parameters of common polymers. Recent Research Developments in Macromolecules Research 39, 454-458.

López O., López C., Zaritzky C., García M., Barbosaa S., Villar M. (2013). Thermoplastic starch films reinforced with talc nanoparticles. Carbohydrate Polymers 95 664–674.

López R., Poblano V., Licea A., Avalos M., Alvarez A., Castaño V. (2000). Alkaline surface modification of sugar cane bagasse Advanced. Composite Materials 9 (2) 99.

Luengo J., Garcia B., Sandoval A., Naharro G., Olivera E. (2003). Bioplastics from microorganisms. Current Opinion in Microbiology 6 251-260.

Madera T., Freile Y., Encinas J., Ríos C., Quintana P. (2015). Biocomposites based on poly(lactic acid) and seaweed wastes from agar extraction: Evaluation of physicochemical properties. Journal of Polymer Science. 132 (31).

Madhavan K., Nimisha R., Rojan P. (2010). An overview of the recent developments in polylactide (PLA) research. Bioresource Technology 101 8493–8501.

Mahmud N., Baharuddin A., Bahrin E., Sulaiman A., Naim M., Zakaria R., Hassan M., Nishida, H., Shirai Y. (2013). Enzymatic saccharification of oil palm mesocarp fiber (OPMF) treated with superheated steam. Bioresources 1320–1331.

Martínez N., Cruz R., Alvarez C., Mendoza A., Morales C. (2007). Aprovechamiento de residuos agroindustriales. Revista Mexicana de Ingeniería Química, 6 (3), 337.

Maya J., Sabu T. (2008). Review. biofibers and biocomposites. Carbohydrate Polymers 71 (2) 343-364.

Melosi M. (2005). Garbage in the cities. USA: University of Pittsburgh Press.

Mihai M., Minh T. (2014). Novel Polylactide/Triticale straw biocomposites: processing, formulation, and properties. Polymer Engineering and Science 54 (2) 446-458.

Mimms A., Kocurek m., Pyate A., Wright E. (1993). Kraft pulping: A compilation of notes, TAPPI PRESS. Atlanta, GA.

Mittal K. (2015). Progress in adhesion and adhesives. Editorial John Wiley & Sons. 129-130.

Mohanty A., Misra M., Drzal L. (2005). Natural fibers, biopolymers, and biocomposites. CRC Press.

Mohanty A., Arora S. (2004). Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites? Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 35, 371- 376.

Mohan R., Mohana R., Ratna P. (2010). Fabrication and testing of natural fibre composites: vakka, sisal, bamboo and banana. Materials and Design 31 (1) 508-513.

Moigne N., Longerey M., Taulemesse J., Bénézet J., Bergeret A. (2014). Study of the interface in natural fibres reinforced poly (lactic acid)biocomposites modified by optimized organosilane treatments. Industrial Crops and Products 52 481– 494.

Mominul H., Mahbub H., Saiful I., Ershad A. (2009). Physico-mechanical properties of chemically treated palm and coir fiber reinforced polypropylene composites. Bioresource Technology 100 4903–4906.

Moncada A., Quintero M. (2008). Contaminación y control de las quemas agrícolas. Región y Sociedad XX, 3-24.

Mwaikambo Y. Ansell P. (2011). Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization. Journal of Applied Polymer Science, 84 (12) 2222-2234.

Moigne N., Longerey M., Taulemesse J., Bénézet J., Bergeret A. (2014). Study of the interface in natural fibres reinforced poly (lactic acid) biocomposites modified by optimized organosilane treatments. Industrial Crops and Products 52 481– 494.

Nassiopoulos E., Njuguna j. (2015). Thermo-mechanical performance of poly(lactic acid)/flax fibre-reinforced biocompositos. Materials and Design 66 473–485.

Ndazi B., Karlsson S. (2011).Characterization of hydrolytic degradation of polylactic acid/rice hulls composites in water at different temperatures. Express Polymer Letters 5 (2) 119–31.

Ning N., Fu S., Zhang W., Chen F., Wang K., Deng H., Zhang Q., Fu Q., (2012). Realizing the enhancement of interfacial interaction in semi crystalline poly- mer/filler composites via interfacial crystallization. Progress in Polymer Science 37, 1425–1455.

Ochoa M. (2005). Reciclado de Materiales Compuestos con Fibras de Celulosa. Madrid, España, Universidad Politécnica de Madrid 87-88.

Oliverio J., Hilst A. (2004). DHR dedini rapid hydrolysis revolutionary process for producing alcohol from sugarcane bagasse. International Sugar Journal 106 169-171.

Oksman K, Skrifvars M, Selin J. (2003).Natural fibers as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites. Composites Science and Technology 63 (9) 1317–24.

Oksman K., Mathew A., Bondeson D., Kvien I. (2006). Manufacturing process of cellulose whiskers/polylactic acid nanocomposites. Composites Science and Technology 66 2776–2784.

Pan P., Zhu B., Kai W., Serizawa S., Iji M., Inoue Y.(2007). Crystallization behavior and mechanical properties of bio-based green composites based on poly(L-lactide) and kenaf fiber. Journal of Polymer Science 105 (3) 15–20.

Panthapulakkal S., Zereshkian A., Sain M. (2006). Preparation and characterization of wheat straw fibers for reinforcing application in injection molded thermoplastic composites. Bioresource Technology 97, 265–272.

Patil Y., Gajre B., Dusane D., Chavan S., Mishra S. (2000). Effect of maleic anhydride treatment on steam and water absorption of wood polymer composites prepared from wheat straw, cane bagasse, and teak wood sawdust using novolac as matrix. Journal of Applied Polymer Science 77 (13) 2963–2967.

Petersson L, Oksman K. (2006). Structure and thermal properties of poly(lactic acid)/cellulose whiskers nanocomposite materials. Composites Science and Technology, 66 (13), 2187

Pfister D, Baker J, Henna P, Lu Y., Larock R. (2008). Preparation and properties of tung oil-based composites using spent germ as natural filler. Journal of Applied Polymer Science 108, 3618–3625.

Pfister D., Larock R. (2010). Thermophysical properties of conjugated soybean oil/corn stover biocomposites. Bioresource Technology 101 (15), 6200–62111.

Paul S. , Boudenne A., Ibos L., Candau Y., Kurubilla J., Thomas S. (2008). Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite materials. Composites 1582–1588

Platt B. (2015). Biodegradable Plastics: True or False? Good or Bad? Recuperado el 15 de abril del 2015, en http://www.sustainableplastics.org/spotlight/biodegradable-plastics-true-or-false-good-or-bad

Racha A., Khalid L., Abderrahim M. (2012). Improvement of thermal stability, rheological and mechanical properties of PLA, PBAT and their blends by reactive extrusion with functionalized epoxy. Polymer Degradation and Stability 97 1898-1914.

Ranjan P., Manjusri M. , Erickson L., Mohanty A. (2010). Compostability and biodegradation study of PLA–wheat straw and PLA–soy straw based green composites in simulated composting bioreactor. Bioresource Technology 101, 8489–8491

# Ravindra C. Sardashti P., Simon L. (2010) Preparation and characterization of polypropylene–wheat straw–clay composites. Composites Science and Technology 70, 1674–1680

Razera I., Frollini E. (2004) Composites based on jute fibers and phenolic matrices: Properties of fibers and composites. Journal of Applied Polymer Science 1077–1085.

Reddy N., Yang Y. (2013). Biofibers from agricultural by products for industrial applications. Trends in Biotechnology, 23 (1), 22-7.

Ribeiro H., Romero A., Pereira H., Borges P., Cabral F., Vasconcelos E. (2007). Evaluation of a compost obtained from forestry wastes and solid phase of pig slurry as a substrate for seedlings production. Bioresources Technology 98 (17): 3294-3297.

Rossberg C., Steffien D., Bremer M., Koenig S., Carvalheiro F., Duarte L., Moniz P., Hoernicke M., Bertau M., Fischer S. (2014). Pulp properties resulting from different pretreatments of wheat straw and their influence on enzymatic hydrolysis rate. Bioresource Technology 169 206–212.

Sánchez M., Cayuela L., Mondini C., Serramiá N., Roig A. (2008) Potential of olive mill wastes for soil C sequestration. Waste Management 28 (4): 767-773.

Saldívar S., Licea D., Vazquez A. (2009). Quimica, almacenamiento e industralizacion de los cereales. Química del Cereal 70, 762-762.

Salgado R., García E., Álvarez A., Garza B., Castaño V. (2006). Aprovechamiento integral de los materiales lignocelulósicos. Revista Iberoamericana de Polímeros 33,71.

Salgado R., Vazquez S., Alvarez A., Licea A., Castaño V. (2005). Chemical modification of rice husk surface through alkaline treatments. Materials Technology, 20 (1), 26

Samir M., Alloin F., Dufresne A. (2005). POE-based nanocomposite polymer electrolytes reinforced with cellulose whiskers. Electrochimica Acta, 50 (19), 3897-3903.

Seki Y., Sarikanat M., Sever K., Durmuskahya C. (2013). Extraction and properties of ferula communis (chakshir) fibers as novel reinforcement for composites materials. Composites Part B: Engineering, 44 (1), 517-523.

SFA. (2011). Anuario Estadístico de la producción Agrícola para el Estado de Sonora. Secretaría de Fomento Agropecuario. www.sfa.gob.mx.

Siracusa V., Rocculi P., Romani S., Rosa M. (2012). Biodegradable polymers for food packaging: a review. Trends in Food Science & Technology. 19 634-643.

Spiridon L., Leluk K., Resmerita A, Darie R. (2015). Evaluation of PLA–lignin bioplastics properties before and after accelerated weathering. Composites: Part B Engineering 69 342–349.

Sprajcar M., Horvat P., Krzan A. (2012). Biopolymers and bioplastics: plastics aligned with nature, plastice project innovative value chain for development for sustainable plastics in Central Europe. European Union. 1-32.

Stelte W., Clemons C., Holm J., Ahrenfeldt J. , Henriksen U., Sanadi A. (2011). Thermal transitions of the amorphous polymers in wheat straw. Industrial Crops and Products 34 1053– 1056.

Sokhansanj S., Mani S., Turhollow A., Kumar A., Bransby D., Lynd L., Laser M. (2009). Large-scale production, harvest and logistics of switchgrass (Panicumbirgatum L.) current technology and envisioning a mature technology. Biofuels, Bioproducts and Biorefining 3 124–41.

Sun N., Das S., Frazier C., (2007). Dynamic mechanical analysis of dry wood: linear viscoelastic response region and effects of minor moisture changes. Holzforschung 61 (1), 28–33.

Sun R., Fang J., Bolton J., (1999). Resource for sustainable biomaterials and biofuels. Chemistry, 53, 253.

Sutivisedsak N., Cheng N., Dowd M. Selling G., Biswas (2012). Evaluation of cotton byproducts as fillers for poly (lactic acid) and low density polyethylene. Industrial Crops and Products. 36, 127.

### Tomczak F., Sydenstricker T., Satyanarayana K. (2007). Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part II: morphology and properties of brazilian coconut fibers. Compos Part A: Applied Sciences 38 (7) 1710–21.

Valdez I., Acevedo J., Hernandez S. (2010). Distribution and potential of bioenergy resources from agricultural activities in Mexico. Renewable & Sustainable Energy 14 2147-2153.

Villada H., Acosta H. (2007). Biopolímeros naturales usados en empaques biodegradables. Temas Agrarios. 12 (2):5-13.

Wang M., Wu M., Huo H., Liu J. (2012). Life-cycle energy use and greenhouse gas emission implications of Brazilian sugarcane ethanol production simulated with the GREET model. International Sugar Journal 110 527–45.

Yang H., Wolcott M., Kim H., Kim S., Kim H. (2007). Effect of different compatibilizing agents on the mechanical properties of lignocellulosic material filled polyethylene bio-composites. Composite Structures, 79, 369-375.

Yasuniwa M., Iura K., Dan Y. (2007). Melting behavior of poly(L-lactic acid): effects of crystallization temperature and time. Polymer, 48 (18), 5398-5407.

Youssef H., Ismail M., Ali M., Zahran A. (2009). Elastomers and plastics. Composite Structures 41, 245

Wu T., Chien Y., Chen T., Wu J., (2013). The influence of hot-press temperature and cooling rate on thermal and physicomechanical properties of bamboo particle-poly(lactic) acid composites. Holzforschung, 67 (3) 325-331.

Zhang X., Xu C., Wang H. (2007). Pretreatment of bamboo residues with coriolus versicolor for enzymatic hydrolysis. Bioscience and Bioengineering 104 149-151.

Zakir K., Parsons A., Rudd C., Ahmed I., Thielemans W. (2014). Mechanical, crystallisation and moisture absorption properties of melt drawn poly(lactic) acid fibres. European Polymer Journal 53 270–281