



UNIVERSIDAD
NACIONAL
DE COLOMBIA

Extracción e incorporación de micropartículas de bagazo de fique en un material espumado obtenido a partir de almidón de yuca

Amanda Parra Campos

Universidad Nacional de Colombia
Facultad de Ingeniería y Administración, Maestría en Ingeniería Agroindustrial
Palmira, Colombia
2020

Extracción e incorporación de micropartículas de bagazo de fique en un material espumado obtenido a partir de almidón de yuca

Amanda Parra Campos

Tesis o trabajo de investigación presentada(o) como requisito parcial para optar al título de:

Magister en Ingeniería Agroindustrial

Director (a):

Ph.D., Liliana Serna Cock

Codirector (a):

Ph.D., José Fernando Solanilla Duque

Línea de Investigación:

Desarrollo de empaques biodegradables a partir de biomoléculas de interés agroindustrial

Grupo de Investigación:

Ciencia y Tecnología de Biomoléculas de Interés Agroindustrial - CYTBIA

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ingeniería y Administración, Maestría en Ingeniería Agroindustrial

Palmira, Colombia

2020

Dedicatoria

Dedico este trabajo a Dios por cada una de sus bendiciones y por guiarme y fortalecerme en los momentos difíciles, a mi familia por la motivación y apoyo incondicional, a mis profesores, compañeros y amigos por su acompañamiento y colaboración.

Declaración de obra original

Yo declaro lo siguiente:

He leído el Acuerdo 035 de 2003 del Consejo Académico de la Universidad Nacional. «Reglamento sobre propiedad intelectual» y la Normatividad Nacional relacionada al respeto de los derechos de autor. Esta disertación representa mi trabajo original, excepto donde he reconocido las ideas, las palabras, o materiales de otros autores.

Cuando se han presentado ideas o palabras de otros autores en esta disertación, he realizado su respectivo reconocimiento aplicando correctamente los esquemas de citas y referencias bibliográficas en el estilo requerido.

He obtenido el permiso del autor o editor para incluir cualquier material con derechos de autor (por ejemplo, tablas, figuras, instrumentos de encuesta o grandes porciones de texto).

Por último, he sometido esta disertación a la herramienta de integridad académica, definida por la universidad.



Amanda Parra Campos

Fecha 10/12/2020

Agradecimientos

A Dios por su infinito amor, a mis padres y hermanos por la motivación y apoyo incondicional.

A mis tutores, Liliana Serna Cock, Ph.D y José Fernando Solanilla Ph.D, por sus enseñanzas y por guiarme en la ejecución de este trabajo de investigación.

A si mismo doy gracias al proyecto INNOVACIÓN CAUCA y COLFUTURO, quienes contribuyeron a la financiación de este estudio de maestría mediante la aprobación y desembolso de un crédito beca

También agradezco al grupo de Investigación Ciencia y Tecnología de Biomoléculas de Interés Agroindustrial_ CYTBIA por facilitarme los espacios, materiales y equipos del laboratorio de Reología y Empaques de la Facultad de Ciencia Agrarias de la Universidad del Cauca, para desarrollar la parte experimental de este proyecto.

Y por último agradezco a todos lo que hicieron posible el desarrollo de este proyecto

Resumen

La acumulación indiscriminada de materiales de desecho de origen petroquímico, ha impulsado investigaciones que conllevan a obtener materiales amigables con el ambiente empleando materias primas renovables. La presente tesis tuvo como objetivo el establecimiento de las condiciones de proceso para la extracción de micropartículas de bagazo de fique y la evaluación del efecto de su incorporación en un material espumado obtenido a partir de almidón de yuca.

La extracción de las micropartículas se realizó mediante un proceso de hidrólisis con ácido sulfúrico empleando bagazo de fique previamente acondicionado. Para determinar las condiciones del proceso, se corrió un diseño factorial 3^3 en el que se evaluó la concentración de ácido (5, 10 y 15%), la temperatura (70, 80 y 90°C) y el tiempo (3, 5 y 7h) de hidrólisis, obteniéndose efecto significativo sobre las propiedades morfológicas, químicas y térmicas destacándose grupos funcionales, morfología, color y temperaturas de degradación y fusión característicos de la celulosa, siendo 10%, 70°C y 7h las condiciones que permitieron obtener el menor tamaño de partícula.

Para determinar el efecto de la incorporación de las micropartículas sobre las propiedades de las espumas, se evaluó un diseño unifactorial con cinco niveles de concentración de micropartículas (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25%) en la mezcla de obtención de espuma, encontrando efecto significativo en las propiedades de índice de expansión, densidad, compresibilidad y absorción de agua, siendo el tratamiento 0,75% el que presentó destacadas propiedades con respecto a los demás tratamientos. Lo cual indica que el bagazo de fique en concentraciones adecuadas tiene potencial de aprovechamiento en la producción y mejora de las propiedades de espumas a base de almidón.

Palabras clave: residuo lignocelulósico, hidrólisis, celulosa, extrusión, material compuesto

Abstract

The indiscriminate accumulation of waste materials of petrochemical origin has prompted research that leads to obtaining environmentally friendly materials using renewable raw materials. The objective of this thesis was to establish the process conditions for the extraction of microparticles of fique bagasse and the evaluation of the effect of their incorporation in a foamed material obtained from cassava starch.

The extraction of the microparticles was carried out by means of a hydrolysis process with sulfuric acid using previously conditioned fique bagasse. To determine the process conditions, a 33 factorial design was run in which the acid concentration (5, 10 and 15%), temperature (70, 80 and 90 ° C) and time (3, 5 and 7h) of hydrolysis, obtaining a significant effect on the morphological, chemical and thermal properties, highlighting functional groups, morphology, color and degradation and melting temperatures characteristic of cellulose, with 10%, 70 ° C and 7h being the conditions that allowed obtaining the smallest size of particle.

To determine the effect of the incorporation of the microparticles on the properties of the foams, a unifactorial design was evaluated with five levels of concentration of microparticles (0.0, 0.5, 0.75, 1.0 and 1.25%) in the mixture for obtaining foam, finding a significant effect on the properties of expansion index, density, compressibility and water absorption, being the 0.75% treatment the one that presented outstanding properties with respect to the other treatments. This indicates that fique bagasse in adequate concentrations has potential for use in the production and improvement of the properties of starch-based foams.

Keywords: lignocellulosic residue, hydrolysis, cellulose, extrusion, composite material.

Contenido

	Pág.
Resumen	IX
Lista de figuras	XIV
Lista de tablas	XVI
Introducción	1
1. Planteamiento del problema	3
2. Justificación	7
3. Marco teórico	9
3.1 Espuma termoplástica.....	9
3.2 Polímeros naturales o de base biológica	9
3.2.1 Almidón	10
3.2.2 Almidón de yuca (Manihot esculenta)	11
3.2.3 Almidón termoplástico (TPS)	11
3.2.4 Fique	12
3.2.5 Celulosa	12
4. Estado del arte	15
4.1 Extracción de celulosa a partir de diferentes residuos lignocelulósicos mediante hidrólisis ácida	15
4.2 Obtención de espuma a partir de almidón con la incorporación de material lignocelulósico	18
4.3 Obtención de espuma a base de almidón mediante extrusión.....	21
5. Objetivos	25
5.1 Objetivo general	25
5.2 Objetivos específicos	25
5.3 Hipótesis	25
6. Materiales y métodos	27
6.1 Determinación del efecto de la concentración de ácido, temperatura y tiempo de hidrólisis sobre las propiedades morfológicas, químicas y térmicas de micropartículas de bagazo de fique.	27
6.1.1 Adecuación del bagazo de fique	28
6.1.2 Deslignificación y blanqueamiento	29
6.1.3 Hidrólisis ácida del bagazo de fique.....	30

6.1.4	Caracterización de las partículas de bagazo de fique.....	30
▪	Microscopía óptica de alta resolución (MOAR).	31
▪	Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).....	31
▪	Estimación del color.	32
▪	Análisis termogravimétrico - TGA.	32
▪	Calorimetría de Barrido Diferencial – DSC.	33
6.1.5	Diseño de experimentos.....	33
6.1.6	Análisis estadístico.....	34
6.2	Evaluación del efecto de la incorporación de micropartículas de bagazo de fique sobre las propiedades físicas, térmicas y químicas de un material espumado obtenido mediante proceso de extrusión a partir de almidón de yuca.	34
6.2.1	Obtención del material espumado.....	34
6.2.2	Caracterización física y mecánica del material espumado.....	36
▪	Índice de expansión radial.....	36
▪	Densidad aparente.....	36
▪	Resistencia a la compresión e índice de amortiguación.	37
▪	Absorción de agua.	37
▪	Adsorción de agua.	38
▪	Análisis termogravimétrico - TGA.	39
▪	Calorimetría de Barrido Diferencial – DSC.	39
6.2.3	Diseño de experimentos.....	39
6.2.4	Análisis estadístico.....	40
7.	Resultados y discusión.....	41
7.1	Determinación del efecto de la concentración de ácido, temperatura y tiempo de hidrólisis sobre las propiedades morfológicas, químicas y térmicas de micropartículas de bagazo de fique.....	41
7.1.1	Tamaños de partícula.....	41
7.1.2	Espectroscopia FTIR.....	44
7.1.3	Color.....	51
7.1.4	Análisis térmico TGA y DSC.....	54
7.2	Evaluación del efecto de la incorporación de micropartículas de bagazo de fique sobre las propiedades físicas, térmicas y químicas de material espumado obtenido mediante proceso de extrusión a partir de almidón de yuca.	57
7.2.1	Índice de expansión.....	57
7.2.2	Densidad.....	58
7.2.3	Índice de amortiguación y compresibilidad.....	59
7.2.4	Adsorción de agua.....	61
7.2.5	Absorción de agua.....	62
7.2.6	Análisis termogravimétrico (TGA).....	63
7.2.7	Calorimetría de Barrido Diferencial – DSC.....	65
7.2.8	Espectroscopia FTIR.....	67
8.	Conclusiones y recomendaciones.....	69
8.1	Conclusiones.....	69
8.2	Recomendaciones.....	70
A.	Anexo: Datos y análisis estadístico de la caracterización del bagazo de fique	73
B.	Anexo: Datos y análisis estadístico del material espumado.....	85

Bibliografía89

Lista de figuras

	Pág.
Figura 3-1: Estructura química del almidón a) amilosa b) amilopectina.	10
Figura 3-2: Estructura química de la celulosa.	13
Figura 6-1: Procesamiento de la hoja de fique y obtención de bagazo.	27
Figura 6-2: Procesos de acondicionamiento del bagazo de fique a) secado, b) molienda en molino industrial y c) molienda en molino analítico.	28
Figura 6-3: Proceso de autoclavado del bagazo de fique: a) equipo de autoclave y b) bagazo de fique autoclavado.	29
Figura 6-4: Procesos de deslignificación y blanqueamiento: a) equipo, b) muestra deslignificada, b) muestra blanqueada.	29
Figura 6-5: Proceso de hidrólisis: a) montaje b) bagazo de fique hidrolizado.	30
Figura 6-6: Infrarrojo IK-Fourier Modelo IRAffinity-1S Spectrometer.	31
Figura 6-7: Colorímetro Konica Minolta CR-400.	32
Figura 4-8: Analizador térmico TA Instruments: a) Q50 TGA y b) Q20 DSC.	33
Figura 6-9: Proceso de obtención de material espumado: a) mezclado de almidón plastificado con el polímero biodegradable y demás aditivos, b) proceso de extrusión y c) material espumado.	35
Figura 6-10: Medición de la compresibilidad e índice de amortiguación.	37
Figura 6-11: Prueba de absorción de agua.	38
Figura 7-1: Tamaño de partícula de bagazo de fique hidrolizado a) área y b) Diámetro máximo y mínimo.	42
Figura 7-2: Condiciones óptimas del proceso de hidrólisis ácida para la obtención de partícula de bagazo de fique.	43
Figura 7-3: Espectros FTIR del bagazo de fique sin tratamiento (BST), deslignificado y blanqueado (BD) e hidrolizado (BH) en función de: a) temperatura, b) concentración y c) tiempo de hidrólisis.	45
Figura 7-4: Espectro FTIR del bagazo sin tratamiento químico (BST) e hidrolizado (BH) (tratamiento 70°C, 7h, 10%).	46
Figura 7-5: Índice de cristalinidad del bagazo de fique obtenido por la relación de absorbancia de las bandas FTIR a) Lateral (1432/897) y b) total (1372/2900), con respecto a los factores temperatura, tiempo y concentración.	49
Figura 7-6: Espectros FTIR de la región OH del bagazo de fique sin tratamiento químico (BST), deslignificado y blanqueado (BD), e hidrolizado (BH). a) Variación de temperatura, b) concentración y c) tiempo.	50

Figura 7-7: Variación de la claridad (L^*) del bagazo de fique hidrolizado (BH) por efecto de los factores de mayor influencia del proceso de hidrólisis (temperatura (70, 80 y 90°C) y concentración (5, 10 y 15%)).	52
Figura 7-8: a) Diferencia de color (ΔE), b) Índice de blancura (WI), c) Índice de amarillamiento (YI) del bagazo de fique hidrolizado (BH) por efecto de los factores temperatura (70, 80 y 90°C) y concentración (5,10 y 15%).	53
Figura 7-9: Curvas TGA y DTG del bagazo sin tratamiento químico (BST), deslignificado y blanqueado (BD) e hidrolizado (BH).	55
Figura 7-10: Curvas DSC del bagazo de fique sin tratamiento químico (BST), deslignificado y blanqueado (BD) e Hidrolizado (BH)	56
Figura 7-11: Índice de expansión radial del material espumado en función a la concentración de micropartículas de bagazo de fique (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25%).	58
Figura 7-12: Densidad aparente del material espumado en función a la concentración de micropartículas de bagazo de fique (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25%).	59
Figura 7-13: Índice de amortiguación del material espumado en función de la concentración de micropartículas de bagazo de fique (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25%).	60
Figura 7-14: Compresibilidad (kPa) del material espumado en función de la concentración de micropartículas de bagazo de fique (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %).	61
Figura 7-15: Adsorción de agua (%) del material espumado en función de la concentración de micropartículas de bagazo de fique (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %).	61
Figura 7-16: Absorción de agua (%) del material espumado en función de la concentración de micropartículas de bagazo de fique (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %).	63
Figura 7-17: Curva TGA y DTG del material espumado con diferentes concentraciones (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %) de micropartículas de bagazo de fique.	64
Figura 7-18: Curva DSC del material espumado con diferentes concentraciones (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %) de micropartículas de bagazo de fique.	66
Figura 7-19: Espectro FTIR de la espuma con diferentes concentraciones (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %) de micropartículas de bagazo de fique.	67

Lista de tablas

	Pág.
Tabla 4.1: Resumen de investigaciones en las que se ha obtenido celulosa por hidrólisis a partir de diferentes fuentes de residuos lignocelulósicos.	16
Tabla 4.2: Resumen de investigaciones en las que se ha obtenido espuma a partir de almidón con la incorporación de materiales lignocelulósicos.	18
Tabla 6.1: Diseño experimental para determinar las condiciones del proceso de hidrólisis ácida del bagazo de fique.	34
Tabla 6.2: Diseño experimental para determinar el efecto de la incorporación de micropartículas de bagazo de fique sobre las propiedades físicas de un material espumado a base de almidón de yuca.	39
Tabla 7.1: Datos de análisis termogravimétrico TGA y DTG del bagazo de fique sin tratamiento químico (BST), deslignificado y blanqueado (BD) e Hidrolizado (BH).	55
Tabla 7.2: Datos de análisis térmico DSC del bagazo de fique sin tratamiento químico (BST), deslignificado y blanqueado (BD) e Hidrolizado (BH).	56
Tabla 7.3: Análisis termogravimétrico (TGA y DTG) del material espumado con diferentes concentraciones (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %) de inclusión de micropartículas de bagazo de fique.	65
Tabla 7.4: Análisis térmico DSC del material espumado con diferentes concentraciones (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %) de micropartículas de bagazo de fique....	66

Introducción

Los polímeros a base del petróleo son ampliamente utilizados por sus características funcionales en diferentes sectores industriales (Cruz-Tirado, Siche, et al., 2017; Leal Filho et al., 2019; Shaghaleh, Xu, & Wang, 2018; Trisia & Ian, 2017). No obstante, estos materiales no son biodegradables y presentan gran problemática ambiental (Gutiérrez-Estupiñán, Gutiérrez-Gallego, & Sánchez-Soledad, 2020; Hidayat, Kiranamahsa, & Zamal, 2019; Leal Filho et al., 2019). Se estima que en el año 2015 se produjeron más de 300 millones de toneladas de residuos plásticos de un solo uso a nivel mundial, de los cuales el 79% se dispusieron en rellenos sanitarios, vertederos o en el medio ambiente, 12% se incineraron y solo el 9% se reciclaron (Jang, Lee, Kwon, Lim, & Jeong, 2020). Siendo la acumulación de residuos plásticos un grave problema de contaminación ambiental (Hu et al., 2019).

Lo anterior ha permitido que se den investigaciones en el desarrollo de materiales derivados de fuentes renovables que pueden servir como sustituto de polímeros provenientes del petróleo en algunas aplicaciones específicas (Cruz-Tirado, Siche, et al., 2017; Ding et al., 2016; Pornsuksomboon, Holló, Szécsényi, & Kaewtatip, 2016; Shaghaleh et al., 2018; Soykeabkaew, Thanomsilp, & Suwantong, 2015; Zafar, Zarrinbakhsh, Mohanty, Misra, & Ghosh, 2016).

Como alternativa a las espumas de poliestireno expandido (EPS), uno de los principales productos plásticos a base del petróleo (Hu et al., 2019), algunos estudios han demostrado que a partir de almidón es posible obtener materiales de empaque espumados utilizando procesos como la extrusión (Combrzy, Mo, Kwa, Oniszcuk, & Wójtowicz, 2018; Combrzyński et al., 2017; Georges, Lacoste, & Damien, 2018; Kaisangsri, Kowalski, Kerdchoechuen, Laohakunjit, & Ganjyal, 2019; Mitrus et al., 2016). El almidón es un biopolímero natural, renovable de alta disponibilidad, abundancia y con capacidad de procesamiento térmico (Kaisangsri et al., 2019), sin embargo, los materiales a base de almidón son altamente hidrofílicos, absorben gran cantidad de agua, lo que hace que se

debilita drásticamente sus propiedades funcionales y dificulta su aplicación en el sector industrial (Bergel, Dias Osorio, da Luz, & Santana, 2018; Cruz-Tirado, Siche, et al., 2017). Por lo tanto, se ha estudiado diferentes estrategias para superar estas limitaciones, entre las que se destaca, mezclas de almidón termoplástico (TPS) con otros polímeros biodegradables (Bergel et al., 2018; Combrzyński et al., 2017; Mali, 2018; Soykeabkaew et al., 2015) y la incorporación de materiales lignocelulósicos como la fibra de sisal (Xie et al., 2018; Zhang et al., 2017), bagazo de caña de azúcar (Cruz-Tirado, Siche, et al., 2017), y demás subproductos de cosecha (Juliana B. Engel, Ambrosi, & Tessaro, 2019; Lopez-Gil, Silva-Bellucci, Velasco, Ardanuy, & Rodriguez-Perez, 2015; Machado, Benelli, & Tessaro, 2020).

Se ha reportado que materiales lignocelulósicos como las fibras naturales adicionados a los materiales espumados, mejora las propiedades mecánicas, especialmente la resistencia a la flexión y compresión (Combrzyński et al., 2017; Mali, 2018). Lo anterior, debido a la compatibilidad y fuerte interacción entre la celulosa y el almidón, por su similitud en la composición química (Kaisangsri, Kerdchoechuen & Laohakunjit, 2014; Mello & Mali, 2014; Soykeabkaew et al., 2015). Por lo anterior, en el desarrollo de la presente tesis de investigación se realizó la extracción de micropartículas de bagazo de fique y se incorporaron a un material espumado obtenido a partir de almidón de yuca mediante extrusión de tornillo simple, encontrando que concentraciones adecuadas de micropartículas de bagazo de fique en el material espumado influyen de forma positiva sobre sus propiedades, considerándose a este subproducto agroindustrial con potencial de aprovechamiento en la obtención de materiales compuestos biodegradables.

1. Planteamiento del problema

El poliestireno expandido (EPS), conocido en Colombia como icopor, es ampliamente utilizado en la industria del envasado, embalaje, transporte y almacenamiento, debido a sus excelentes propiedades mecánicas, de aislamiento térmico, baja densidad y bajo costo (Cruz-Tirado, Siche, et al., 2017; Pornsuksomboon et al., 2016), sin embargo, debido a la gran demanda de esta espuma para usar y tirar, sobre todo en el sector alimentario, ha generado graves problemas ambientales (Mali, 2018; Soykeabkaew et al., 2015; Wagner, 2020). El EPS es aire entre un 95 a 98% en peso, lo cual lo hace un material muy liviano y voluminoso (Wagner, 2020) y las tecnologías para el reciclaje en la actualidad no son asequibles, al menos a un costo razonable, por lo que, el reciclaje de este material se considera prácticamente nulo y poco rentable para las personas que se dedican a esta actividad económica (Cabanes, Valdés, & Fullana, 2020; L. K. Contreras, 2015; Gallego-Schmid, Mendoza, & Azapagic, 2019; Wagner, 2020).

El EPS debido a su alta estabilidad estructural y baja degradabilidad puede permanecer más de 500 años en el medioambiente (Hu et al., 2019; Trisia & Ian, 2017; Venero, 2019) y terminar en aguas marinas, donde al descomponerse en pequeñas partículas de tamaño micro o nano, es comúnmente ingerido por la fauna marina, causando graves inconvenientes de salud e incluso la muerte (Gallego-Schmid et al., 2019; Wagner, 2020; Yin et al., 2019), además de la contaminación de las aguas marinas, acumulación y reciclaje ineficiente, existe la preocupación de los efectos del EPS sobre la salud y seguridad de los alimentos (Gallego-Schmid et al., 2019). Por lo anterior, varias ciudades del mundo como: Portland (Oregón, EE. UU.), Toronto (Canadá), Muntinlupa (Filipinas), París (Francia) y Tainan (Taiwán) prohíben la venta, posesión y distribución de EPS de un solo uso (Trisia & Ian, 2017).

Por las razones expuestas, en los últimos años se ha incentivado la búsqueda y estudio de materiales de origen renovable para la obtención y producción de espumas biodegradables, siendo el almidón y la celulosa polímeros naturales que ha recibido gran atención, debido a su bajo costo, alta disponibilidad, baja toxicidad y biodegradabilidad (Bergel et al., 2018; Juliana B. Engel et al., 2019; Kaisangsri et al., 2019; Machado, Benelli, & Tessaro, 2017; Mali, 2018; Soykeabkaew et al., 2015).

A nivel regional, el grupo de investigación Ciencia y Tecnología de Biomoléculas de Interés Agroindustrial, CYTBIA, de la Universidad del Cauca, desde el año 2001 viene trabajando en el tema de los materiales biodegradables a partir de fuentes de origen renovables con importantes resultados. En el tema de obtención de espumas, se ha avanzado en el estudio de la adición de plastificante y agentes espumantes a la mezcla de almidón termoplástico (Alban, Delgado, Ceron, & Villada, 2016) y en la caracterización de espumas obtenidas por extrusión de tornillo simple (Delgado, Alban, Montilla, Ceron & Villada, 2016). Sin embargo, como se indicó, el inconveniente de los materiales resultantes a base de almidón es su fragilidad y alta afinidad por el agua, lo que provoca la pérdida de sus propiedades funcionales. Para superar estas limitaciones, se ha reportado la adición de plastificantes, fibras y la mezcla con otros polímeros y aditivos (Combrzyński et al., 2017; Juliana Both Engel, Ambrosi, & Tessaro, 2019; Machado et al., 2020; Mali, 2018; Soykeabkaew et al., 2015).

De otro lado, el fique (*Furcraea bedinghausii*) es una planta nativa de Colombia, de sus hojas se extrae fibra, durante este proceso se obtiene subproductos como el bagazo, constituido por celulosa (41,81- 52,3%), hemicelulosa (22,17 – 23,8%) y lignina (15,56 – 23,9%) (Castro, Escalante, Quintero, Ortiz & Guzman, 2009; Muños-Vélez, Hidalgo-Salazar & Mina-Hernández, 2014), siendo la celulosa el componente principal que confiere resistencia y estabilidad a las paredes celulares de la planta, presentando una estructura altamente ordenada, con un índice de cristalinidad del 57% (Gómez, Alvarez, Rojo, & Vázquez, 2012; Ovalle-Serrano, Gómez, Blanco-Tirado & Combariza, 2018).

La fibra extraída del fique con interés industrial solo representa el 5% del peso total de la hoja de fique, mientras que los productos restantes (bagazo y jugo), 95% en peso, carecen de aplicaciones comerciales y típicamente se eliminan en aguas superficiales

contaminando y causando daños ambientales graves (Sergio A. Ovalle-Serrano, Blanco-Tirado, & Combariza, 2018). Se ha reportado que por cada hectárea sembrada de fique, se generan 4 toneladas de residuos (bagazo) (Rivera, Plata, Castro, Guzmán & Escalante, 2012). Por lo que, es importante buscar alternativas de aprovechamiento de este subproducto, por ejemplo en la obtención de materiales biocompuestos como las espumas de almidón, surgiendo las siguientes preguntas de investigación:

¿Cómo se ven afectadas las propiedades morfológicas, químicas y térmicas de micropartículas de bagazo de fique por efecto de las condiciones del proceso de hidrólisis?

¿Cómo se ven afectadas las propiedades físicas, químicas y térmicas de una espuma elaborada con almidón de yuca por efecto de la adición de diferentes concentraciones de micropartículas de bagazo de fique?

2. Justificación

La búsqueda de materiales de envasado más seguros, ecológicos, provenientes de fuentes renovables, se ha convertido en un tema importante en los últimos años, debido a la preocupación por el cuidado del planeta, a las políticas ambientales y a que los consumidores cada vez son más conscientes de las implicaciones del uso indiscriminado de envases no degradables a base del petróleo (Juliana Both Engel et al., 2019). Por lo anterior, los productores de estos materiales están bajo una creciente presión para desarrollar productos basados en materias primas naturales, amigables con el ambiente (Combrzy, Mo, Kwa, Oniszczyk & Wójtowicz, 2018), que se puedan emplear como sustitutos de polímeros sintéticos en algunas aplicaciones (Kasemsiri, Dulsang, Pongsa, Hiziroglu, & Chindaprasirt, 2017; Machado et al., 2017; Mali, 2018).

El desarrollo de materiales de envasado o embalaje basados en biopolímeros, como las espumas fabricadas a base de almidón termoplástico (TPS) han presentado características prometedoras para sustituir productos de poliestireno (Juliana Both Engel et al., 2019; Georges et al., 2018; Mali, 2018; Pornsuksomboon et al., 2016) y el éxito de la aplicación de estos materiales depende del ajuste de sus características y propiedades a los requisitos de seguridad y calidad de normas internacionales (Trache et al., 2016). Además, es importante que estos materiales se puedan procesar empleando equipos estándar utilizados en el procesamiento de plásticos convencionales (Combrzy et al., 2018), con el fin de que los nuevos desarrollos puedan ser transferidos a la industria satisfactoriamente, facilitando la transmisión del conocimiento y el fomento de la relación universidad empresa.

Los materiales lignocelulósicos incorporados en los sistemas de biocompuestos a base de almidón, generalmente proporcionan una mejora significativa en las propiedades mecánicas de las espumas (Juliana B. Engel et al., 2019; Kaisangsri et al., 2019; Machado et al., 2017, 2020; Xie et al., 2018). La razón principal de las mejoras radica en que estos

dos biopolímeros, almidón y celulosa (constituyente principal del material lignocelulósico), tienen una composición química similar, por lo tanto, se obtiene una buena compatibilidad y fuerte interacción entre ellos, lo que lleva a una mejor capacidad de transferencia de tensión en el sistema almidón/fibra (Kaisangsri et al., 2014; Machado et al., 2017). Existen antecedentes del uso de materiales lignocelulósicos provenientes de diferentes fuentes vegetales para la elaboración de espuma a base de almidón (Juliana B. Engel et al., 2019; Lopez-Gil et al., 2015; Machado et al., 2020; Xie et al., 2018; Zhang et al., 2017).

Colombia es considerado el mayor productor de fibras de fique en el mundo, con producción neta de 30000 toneladas por año (S. A. Ovalle-Serrano et al., 2018), cultivadas en un promedio de 17000 hectáreas, concentrándose el 98% de la producción en los departamentos de Cauca, Nariño, Antioquia y Santander, generando esta actividad aproximadamente 11200 empleos directos anuales (Muños-Vélez et al., 2014). Lo cual indica, que existe disponibilidad de bagazo (residuo de la producción de fibra) para ser aprovechado en la obtención de materiales espumados amigables al ambiente.

Con base en lo anterior, uno de los aportes importantes del desarrollo de la presente propuesta de investigación se relaciona con el hecho de que los nuevos hallazgos ayudarán a cubrir el vacío de conocimiento en el tema de los materiales espumados y en la consolidación de la metodología de obtención de espumas biodegradables con la incorporación de otros componentes, como el bagazo de fique, lo que sería una contribución importante al fortalecimiento de la línea de investigación de los biopolímeros, los cuales son contemplados en el área estratégica para la innovación y productividad del departamento del Cauca, mediante el estudio de nuevas aplicaciones del almidón de yuca y el bagazo de fique, productos y subproductos de la agroindustria de la región.

3. Marco teórico

3.1 Espuma termoplástica

Es un material poroso con estructura de célula nucleada, formado por la agregación de burbujas, que se obtienen generalmente al saturar un polímero con gas a alta presión, (inyectado o generado in situ) y sometido a inestabilidad termodinámica inducida por una liberación repentina de presión o aumento de la temperatura, provocando que numerosas células crezcan hasta estabilizarse (Zafar et al., 2016; Zhao, Zhao, Turng, & Peng, 2015). Se pueden fabricar a través de métodos como la expansión por congelación, espumado por microondas, moldeo por inyección o extrusión (Mali, 2018; Najafi, Heuzey, Carreau, Therriault, & Park, 2015), empleando agentes de soplado físicos o químicos (Zafar et al., 2016).

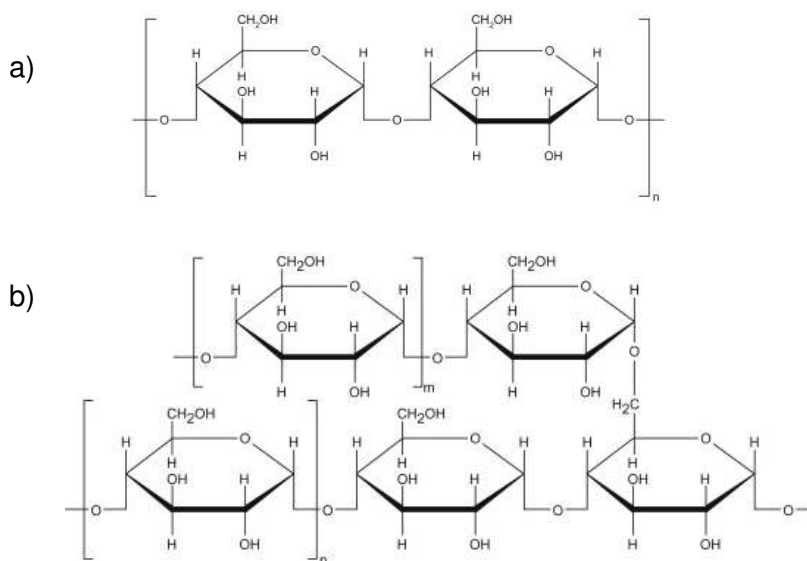
3.2 Polímeros naturales o de base biológica

Los polímeros naturales o de base biológica se derivan totalmente o en parte a partir de recursos renovables, biomasa o microorganismos y se pueden clasificar en tres grandes grupos: polímeros naturales (almidón y celulosa), polímeros sintetizados a partir de monómeros naturales (ácido poliláctico (PLA)) y polímeros obtenidos de la fermentación microbiana (polihidroxibutirato (PHB)) (Shekar & Ramachandra, 2018). El PLA se puede sintetizar a partir del ácido láctico o producir a partir de la fermentación de polisacáridos y azúcar, sin embargo es un polímero costoso y de síntesis complicada (Kaisangsri et al., 2019). Por lo que, una opción más prometedora para reemplazar los polímeros sintéticos a base de petróleo son los polímeros naturales como el almidón y celulosa, ya que son fácilmente disponibles, económicos y biodegradables (Kaisangsri et al., 2019; Machado et al., 2020; Mali, 2018).

3.2.1 Almidón

El almidón es un polímero abundante en la naturaleza, se encuentra en las plantas en forma de gránulos, para el suministro de energía. El almidón se compone de dos polisacáridos, amilosa (Figura 3-1 a) y amilopectina (Figura 3-1 b) y su contenido varía en función de la especie de la planta de la cual es obtenido, sin embargo, la amilopectina siempre es más abundante. La amilosa es de estructura lineal con enlaces α -1,4 y la amilopectina es un polímero ramificado con puntos de ramificación α -1,6 (Machado et al., 2020; Rudin & Choi, 2013).

Figura 3-1: Estructura química del almidón a) amilosa b) amilopectina.



Nombre de la fuente: Rudin & Choi (2013)

El almidón es un polímero cristalino debido a la presencia de la amilopectina y sus propiedades variarán según la fuente de obtención y la relación amilosa / amilopectina. Las dos principales desventajas del almidón son su solubilidad en agua y sus limitadas propiedades mecánicas. Por lo tanto, este polímero es adecuado para aplicaciones donde no se requiere durabilidad de largo plazo y donde la degradación rápida es una ventaja. Por lo anterior, el almidón se considera con potencial para sustituir a la espuma de poliestireno en aplicaciones como empaquetado de relleno suelto o en la fabricación de utensilios desechables para alimentos (Shekar & Ramachandra, 2018).

3.2.2 Almidón de yuca (Manihot esculenta)

Es extraído de una especie de raíces amiláceas comúnmente llamadas yuca o mandioca, las cuales se cultivan en regiones tropicales y países en vía de desarrollo como África, América del Sur y Asia, el cultivo de yuca es el quinto más abundante en la producción de almidón en el mundo, debido a que estas raíces contienen cerca del 80% en peso seco de almidón y la extracción de este es fundamental para ampliar su valor poscosecha (Teixeira et al., 2012).

El almidón de yuca ha sido utilizado en la industria de los plásticos como material de relleno para aumentar la biodegradabilidad y la rigidez de los polímeros sintéticos y en la producción de almidón termoplástico (TPS) para aplicaciones en embalajes, sin embargo su carácter hidrofílico ha limitado su aplicación (Chandanasree, Gul, & Riar, 2016; Li et al., 2014).

3.2.3 Almidón termoplástico (TPS)

Para aplicaciones en bioplásticos, el almidón debe someterse a un proceso y convertirse en TPS. En dicho proceso, se extraen del gránulo de almidón las estructuras de amilosa y amilopectina, mediante la interrupción por solubilización de la estructura granular en agua a altas temperaturas, proceso denominado gelatinización. En presencia de agua y temperatura los gránulos de almidón se hinchan y estallan, lo que conduce a la liberación del polímero en el agua circundante (Rudin & Choi, 2013).

El almidón desestructurado o gelatinizado se combina con uno o más aditivos (plastificantes) para producir un material que puede ser tratado como otros polímeros termoplásticos. Los plastificantes comúnmente utilizados son el glicerol, sorbitol, polietilenglicol, u otros polioles que se agregan al polímero extraído. Los plastificantes son capaces de separar la temperatura de fusión de la temperatura de degradación térmica para permitir que los polímeros extraídos (amilosa, amilopectina) puedan ser procesados usando tecnologías convencionales, tales como extrusión y moldeo por inyección (Rudin & Choi, 2013).

3.2.4 Fique

El fique (*Furcraea bedinghausii*), es una planta nativa de la zona intertropical del continente americano, cultivada principalmente en Colombia, Venezuela y Ecuador, de esta planta se extrae fibra, que es empleada generalmente en la obtención de productos artesanales, hilos, tejidos, empaques, entre otros (M. F. Contreras, Hormaza, & Marañón, 2009; Hidalgo-Salazar & Correa, 2018). La composición físico-química de la fibra de fique indica que está compuesta por polímeros complejos tales como celulosa, hemicelulosas y lignina (Quintero, Castro, Ortiz, Guzmán, & Escalante, 2012), siendo la celulosa el constituyente principal (Mishra, Sabu, & Tiwari, 2018).

En los últimos años, las fibras naturales han atraído gran atención de los investigadores para reforzar compuestos de matriz polimérica, debido a su bajo costo, alta rigidez, resistencia al impacto, renovabilidad, biodegradabilidad, ligereza estructural, reducción de peso, entre otras (Hidalgo-Salazar & Correa, 2018).

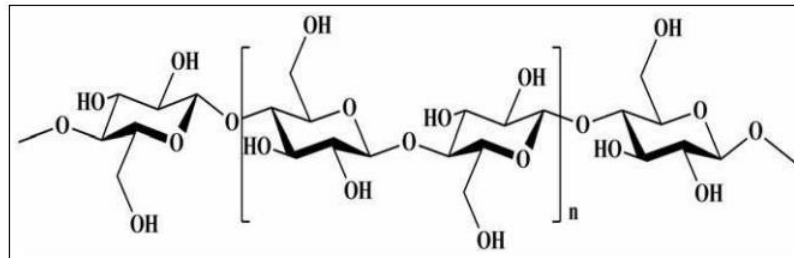
3.2.5 Celulosa

La celulosa es un componente estructural, que se encuentra principalmente en la pared celular de las plantas comprendiendo entre un 35 a 50% del total de la biomasa lignocelulósica de éstas (Mishra et al., 2018). La celulosa está formada por la unión de moléculas de D-glucosa mediante enlace covalente entre el carbono 1 y 4 (β 1-4) formando una cadena lineal (Figura 3-2). Cada cadena de celulosa tiene dos grupos finales diferentes: uno tiene una funcionalidad reductora química (una unidad hemiacetal) y el otro tiene un grupo hidroxilo y es el extremo nominal no reductor, dándose asociación entre cadenas lineales (cristalización) por puentes de hidrógeno y fuerzas de Van der Waals, formando estructuras denominadas microfibrillas de celulosa. El número de unidades de glucosa o el grado de polimerización puede ser de hasta 20000, pero depende de la fuente de celulosa (Klemm et al., 2018; Mishra et al., 2018).

Los grupos hidroxilo (OH) presentes en la celulosa en la posición de los carbonos C-2, C-3 y C-6, juegan un papel importante en la conformación de la estructura cristalina y en la determinación de las propiedades físicas de la celulosa, ya que son los responsables de

la formación de los enlaces de hidrógeno intermoleculares e intramoleculares en dicha molécula (Wulandari, Rochliadi, & Arcana, 2016).

Figura 3-2: Estructura química de la celulosa.



Nombre de la fuente: Fan, Dai, & Huang (2012)

Para caracterizar los enlaces de hidrógeno de la celulosa, se han empleado diversas técnicas, entre las cuales la espectroscopia infrarroja por transformadas de Fourier (FTIR), ha demostrado ser uno de los métodos más útiles para estudiar la estructura supramolecular y determinar la composición química de las fibras naturales nativas y modificadas (Fan et al., 2012).

4. Estado del arte

4.1 Extracción de celulosa a partir de diferentes residuos lignocelulósicos mediante hidrólisis ácida

Entre los diversos métodos aplicados para la obtención de celulosa, la hidrólisis ácida es uno de los procesos más utilizados (Tarchoun, Trache, Klapötke, Derradji, & Bessa, 2019; Tibolla, Pelissari, Martins, Vicente, & Menegalli, 2018; Wulandari et al., 2016). Este proceso permite la digestión de la región amorfa (menos ordenada) de las microfibrillas de celulosa y la obtención de las partículas cristalinas. Se ha reportado, que el rendimiento de las partículas de celulosa como material de refuerzo se ve afectado por las condiciones de la hidrólisis y la fuente de extracción de la celulosa (Bano & Negi, 2017; Leite, Zanon, & Menegalli, 2017). En las últimas décadas, las investigaciones se han centrado en el uso de desechos agrícolas como fuente de celulosa más económicas, abundantes y fácilmente disponible (Bano & Negi, 2017; Y. Liu, Liu, Ibrahim, Yang, & Huang, 2018; Shao et al., 2020; Tibolla et al., 2018; Wulandari et al., 2016).

En la tabla 4.1 se presentan algunas de las investigaciones más relevantes relacionadas con la extracción de celulosa de diferentes subproductos agroindustriales, donde se puede identificar que el proceso de hidrólisis requiere de tratamientos previos encaminados a eliminar el contenido de lignina, hemicelulosa y realizar el proceso de blanqueo de la fibra. Además, que el ácido más utilizado para realizar el proceso de hidrólisis es el ácido sulfúrico (H_2SO_4). Se ha reportado que el H_2SO_4 es uno de los ácidos preferidos para el proceso de hidrólisis ácida, dado que permite la eliminación de la región amorfa de la estructura de la celulosa dejando la región cristalina intacta (Hemmati, Jafari, Kashaninejad, & Barani Motlagh, 2018) y genera suspensiones acuosas de nano fibras más estables, ya que los grupos sulfato proporcionan una superficie cargada negativamente, evitando la aglomeración de las fibras (Tibolla et al., 2018). Sin embargo, la efectividad de la hidrólisis depende de la correcta combinación de factores, tales como

la concentración de ácido, la temperatura y el tiempo de proceso (Frone, Panaitescu, & Donescu, 2011).

Tabla 4.1: Resumen de investigaciones en las que se ha obtenido celulosa por hidrólisis a partir de diferentes fuentes de residuos lignocelulósicos.

Fuente de celulosa	Tratamiento previo a la hidrólisis	Condiciones de hidrólisis	Métodos de caracterización	Autor
Tusa de maíz	Molienda, tamizado (Malla 46 μm)	2,5ml CH_3COOH / 1,5g NaClO_2 / 10g muestra / 325ml H_2O desionizada, 75°C, 1 h	FTIR, X (DRX), LPSA, DP	(Shao et al., 2020)
Árbol de olivo (Olea europea)	1:60 (g/ml) NaClO 10 (p/v), 80°C, 1h, CH_3COOH (pH 4) 1:50 (g/ml) NaOH 8% (p/v), 30 min	1:30 (g/ml) HCl 2.5M, 30min, 80°C	FTIR, X (DRX), SEM, DSC, TGA	(Kian, Saba, Jawaid, & Fouad, 2020)
Caña común (Arundo donax)	Lavado, molido, secado, tamizado (300 μm), tolueno/etanol (1:2v/v), 6h H_2O_2 (2.6 M) y CH_3COOH (4.4M), 100°C H_2O_2 (2.6 M) y NaOH (1M), 01:20, 50°C, 90min	HCl , HNO_3 , H_2SO_4 , (HCl/HNO_3 , 2:1v/v), ($\text{HCl}/\text{H}_2\text{SO}_4$, 2:1v/v) 30min, 2.5M, 100°C	FTIR, X (DRX), SEM, DSC, TGA	(Tarchoun et al., 2019)
Cáscara de pomelo (Citrus grandis (L.) Osbeck)	NaOH 4% (p/p), con 0.9% (v/v) de H_2O_2 , 80°C, 4h	CH_3COOH 80% / HNO_3 68% (10:1v/v), 100°C, 15 min	SEM, FTIR, XRD y TG	(Y. Liu et al., 2018)
Cáscara de plátano verde	Secado a 60°C, 24h, molido (tamiz malla 200, 24,5 μm). KOH 5%p/v (relación 1:20), 14h. NaClO_2 1%p/v pH 5.0, 70°C, 1h.	H_2SO_4 (0.1, 1 y 10% v/v), 80°C, 1h, Lavado y neutralización (pH 7,0, KOH 5%) centrifugado (10000 rpm; 5°C; 20min)	SEM, TEM, AFM, FTIR, DRX	(Tibolla et al., 2018)
Cáscara y bagazo de yuca	KOH 5% p/v (relación 1:18), 25°C, 14h. Blanqueo (H_2O_2 4%v/v, NaOH 2%v/v, DTPA, 0.2p/v y MgSO_4 3%w/v), 90°C, 3h.	H_2SO_4 (30, 40 o 50%), tiempo (30, 60 o 90min), a 60°C. Neutralización (pH 7,0) con KOH 5% y centrifugado (10000rpm, 15°C, 15min)	FTIR, SEM, potencial Z, XRD, TEM	(Leite et al., 2017)

Tabla 4-1: (Continuación)

Fuente de celulosa	Tratamiento previo a la hidrólisis	Condiciones de hidrólisis	Métodos de caracterización	Autor
Cáscara de cacahuete	1.5% NaClO ₂ , pH 3-4, 70°C, 2h 1M NaOH, 65°C, 2h	H ₂ SO ₄ al 65%, (relación cáscara/ácido 1:20), 45°C, 75 min, 1500 rpm, centrifugado (10000 rpm, 10 min)	FTIR, TGA, DSC, SEM, potencial Z, TEM	(Bano & Negi, 2017)
Bagazo de caña	Secado, molido, blanqueo: NaClO 250mL 0,735% p/v, 6h, 45°C, lavado (pH 7) NaOH 150 mL 17,5%, lavado (pH 7), secado	H ₂ SO ₄ , al 50% relación bagazo/ácido 1:25 , 40°C, 10min	TEM, FTIR, XRD	(Wulandari et al., 2016)
Bagazo de yuca	Molido (pasa malla 100) KOH 4%, 80°C, 1h NaClO ₂ 5%, 70°C, 1h Homogenización 22000 rpm, 10min	H ₂ SO ₄ 6.5 M, 60°C, 1h, lavado por centrifugación a 5000 rpm, 10min, hasta pH 5-6	FTIR, SEM, potencial Z, XRD	(Wicaksono, Syamsu, Yuliasih, & Nasir, 2013)
Bagazo de piña	Secado 50°C, 24h. 5g bagazo 400mL de 1-octanol (relación 1:80). 10mL, NaOH 40%, 160°C, 3h. Filtrado y secado a 45°C, 24h	Hidrólisis fuerte: H ₂ SO ₄ al 72%, relación 1g de residuo/ 10mL de ácido, 30°C, 1h Hidrólisis diluida: 8%, 105°C , 3h	FTIR	(Cruz, Martínez, Chávez, Armenta, & Gómez, 2011)

Además en la tabla 4-1 se observa que las técnicas más empleadas para caracterizar la celulosa son: microscopía electrónica de barrido (SEM), Microscopía electrónica de transmisión (TEM), difracción de rayos X (DRX) y Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR). Entre estas técnicas, se ha informado que FTIR es una técnica particularmente potente, confiable, sensible, rápida y económica, que se utiliza para estudiar la estructura química, los grupos funcionales, examinar la formación de enlaces de hidrógeno inter e intramoleculares y correlacionarlos con las propiedades físicas (por ejemplo, solubilidad, reactividad de los grupo hidroxilo y cristalinidad) y mecánicas de la celulosa (Fan et al., 2012; Parida, Dash, & Pradhan, 2015; Trache et al., 2016).

4.2 Obtención de espuma a partir de almidón con la incorporación de material lignocelulósico

Los materiales espumados fabricados a base de almidón y celulosa pueden ser una alternativa para sustituir espumas sintéticas como las de EPS, debido a que son polímeros naturales, de bajo costo, alta disponibilidad, biodegradabilidad y baja toxicidad (Bergel et al., 2018; Juliana Both Engel et al., 2019; Kaisangsri et al., 2019; Mali, 2018; Soykeabkaew et al., 2015).

Varias investigaciones han sido realizadas con el fin de obtener materiales espumados a partir de diferentes fuentes de almidón, fibra natural o residuos lignocelulósicos (bagazo). En la tabla 4-2 se resume algunas de las investigaciones más relevantes, donde se puede visualizar que en la obtención de espumas se han empleado almidones nativos y modificados de trigo, patata, yuca, entre otros, con la incorporación de material lignocelulósico proveniente de diferentes fuentes vegetales (Cruz-Tirado, Siche, et al., 2017; Juliana Both Engel et al., 2019; Lopez-Gil et al., 2015; Machado et al., 2020).

Tabla 4.2: Resumen de investigaciones en las que se ha obtenido espuma a partir de almidón con la incorporación de materiales lignocelulósicos.

Fuente de almidón	Otros componentes	Material lignocelulósico			Autor
		Fuente	tamaño	Concentración	
Almidón de yuca	Goma guar, estearato de magnesio, glicerol, agua	Piel de maní	550 μm	24 % p/p / total de solidos	(Machado et al., 2020)
Almidón de yuca	Goma guar, estearato de magnesio, glicerol	Tallos de uva	< 0.18mm	7 % en peso /total de la mezcla	(Juliana Both Engel et al., 2019)
Almidón de oca (<i>Oxalis tuberosa</i>)	Agua, glicerol, Estearato de magnesio	Bagazo de caña de azúcar y fibra de cáscara de espárragos	300 μm (Tamiz Tyler malla 50)	Almidón/bagazo 100/0, 95/5, 90/10, 85/15, 80/20, 70/30, y 60/40	(Cruz-Tirado, Siche, et al., 2017)
Almidón nativo de trigo	Agua, sal	Paja de cebada, residuos de cardo y de uva	4000 μm^2	Almidón termoplástico/ residuo 95/5	(Lopez-Gil et al., 2015)

Tabla 4-2: (Continuación)

Fuente de almidón	Otros componentes	Material lignocelulósico			Autor
		Fuente	tamaño	Concentración	
Almidón de yuca	Proteínas (zeína, gluten, soya) Aceite de palma	Fibra kraft	No reportado	Fibra 0, 5, 10, 15% p/ 100g almidón	(Kaisangsri et al., 2014)
Almidón de yuca (19 % amilosa)	Glicerol Agua Estearato de magnesio	Bagazo de malta	300µm	0, 5, 10, 15 y 20% de bagazo/ 100g de mezcla	(Mello & Mali, 2014)
Almidón de papa	Talco 2% Hydrocerol 2% (Clarian, Francia)	Paja de trigo, cáñamo, algodón y celulosa	Paja 2700µm, Cañamo 15000µm, algodón 18000µm, celulosa 120µm	Fibra 10% p/ 100g mezcla	(Bénézet, Stanojlovic-Davidovic, Bergeret, Ferry, & Crespy, 2012)
Almidón de yuca (12% Humedad)	Quitosano,	Fibra Kraft	No reportado	La fibra de kraft al 0, 10, 20, 30 y 40% (p/p de almidón)	(Kaisangsri, Kerdchoechuen, & Laohakunjit, 2012)
Almidón de yuca (19% amilosa)	PVA Quitosano Glicerol	Fibra de caña de azúcar	290-297µm (tamiz malla N°50)	0-28% fibra/ mezcla	(Debiagi, Mali, Grossmann, & Yamashita, 2011)
Almidón de yuca (19 % amilosa)	PVOH Glicerol	Fibra de caña de azúcar	No reportado	0-40% p/ almidón	(Mali, Debiagi, Grossmann, & Yamashita, 2010)

Se ha reportado que la incorporación de materiales lignocelulósicos en los sistemas biocompuestos a base de almidón, generalmente proporcionan una mejora significativa en las propiedades físicas y mecánicas de las espumas (Kaisangsri et al., 2019; Lopez-Gil et al., 2015; Machado et al., 2017, 2020; Xie et al., 2018). Esta mejora en las propiedades se atribuye a la similitud en la estructura de las moléculas de celulosa y almidón, que permite una buena interacción entre la matriz polimérica y el material de refuerzo celulósico (Kaisangsri et al., 2014; Machado et al., 2017; Mello & Mali, 2014).

Cruz-Tirado et al. (2017) evaluaron el efecto de la adición de bagazo de caña de azúcar y de cáscara de espárragos (0, 5, 10, 15, 30 y 40%) sobre las propiedades físicas y

mecánicas de espumas horneadas elaboradas a base de almidón de oca, encontrando que las espumas con baja concentraciones de bagazo presentaron menor densidad, comparadas con las espumas con concentraciones entre 15 y 40%, las cuales eran más compactas y con menor capacidad de absorción de agua. La incorporación de bagazo en general no mejoró la propiedad de resistencia a la flexión, pero generó espumas más deformables y duras.

López-Gil et al. (2015) estudiaron las propiedades mecánicas y la estructura celular de espumas elaboradas a base de almidón nativo de trigo, reforzadas con residuos de uva, cardo y paja de cebada, mediante espumado por microondas, encontrando en general que el refuerzo natural redujo el tamaño de celda y aumentó la rigidez y la resistencia de las espumas, obteniendo mejores resultados empleando fibra de paja de cebada.

Kaisangsri et al. (2014) caracterizaron espumas de almidón de yuca mezcladas con zeína, gluten, proteína de soya, fibra de kraft y aceite de palma en diversas concentraciones (0, 5, 10 y 15%) en peso de almidón, reportando que la resistencia a la flexión e índice de compresión aumentaron con el incremento del contenido de proteína, fibra kraft y aceite de palma, obteniéndose la mayor resistencia a la flexión y compresión con un contenido de 15% de fibra kraft.

Mello y Mali (2014) usaron almidón de yuca y bagazo de malta (entre 0 y 20g / 100g de sólidos), para producir espumas biodegradables, encontrando que el bagazo se distribuyó homogéneamente en la matriz polimérica, las espumas con un 5 y 10% (p/p) de bagazo de malta tuvieron los mayores rendimientos de producción (100%), la adición de un 10% de bagazo disminuyó la higroscopicidad y una concentración de hasta el 15% (p/p) disminuyó la tasa inicial de adsorción de humedad de las espumas.

Bénézet et al. (2012) estudiaron el efecto de la adición de diferentes fibras (paja de trigo, cáñamo, algodón y celulosa), sobre las propiedades de espumas obtenidas a base de almidón de patata, encontrando en general mejoras en dichas propiedades, con aumentó en el índice de expansión y reducción significativa en la absorción de agua. La formulación que presentó las mejores propiedades mecánicas contenía 10% p/p de cáñamo, con 4,14MPa de resistencia máxima, 228MPa de módulo y microestructura compacta y densa.

En otras investigaciones realizadas por Debiagi et al. (2011) encontraron que la adición de fibras mejoró la expansión y las propiedades mecánicas de espumas elaboradas a partir de almidón de yuca, alcohol de polivinilo (PVOH), quitosano y fibras de bagazo de caña de azúcar obtenidas por extrusión de tornillo simple. De igual manera Mali et al. (2010) encontraron la mejor combinación en propiedades mecánicas y de expansión en una formulación de espuma que contenía 66,6% de almidón de yuca, 26,7% de PVOH y 6,7% de fibra de bagazo de caña.

Por otra parte, Lee et al. (2009) estudiaron el efecto de la adición de 10 diferentes compuestos en la fabricación de espumas de almidón, entre los cuales se hallaba fibras de celulosa. Dichos investigadores reportaron que este biopolímero tuvo un efecto significativo en el índice de expansión, la densidad, compresibilidad y el módulo de Young. Un alto nivel de inclusión de fibras de celulosa (no especificado) causó la disminución del radio de expansión y el aumento en densidad del material espumado. Por su parte la compresibilidad y el módulo de Young se incrementaron con la presencia de la fibra, ya que esta se adhirió a la matriz de almidón actuando como un refuerzo.

Según la revisión realizada en la tabla 4-2, se ha obtenido espuma empleando material lignocelulósico con niveles de inclusión entre 0 al 40% y con tamaños entre 18000 μm y 120 μm de longitud, reportándose, que altos niveles de inclusión generan materiales muy densos y compactos por lo que son preferibles niveles de inclusión menores al 15% (Bénézet et al., 2012; Debiagi et al., 2011; Mello & Mali, 2014). También se ha reportado que entre más pequeño sea el tamaño de partícula mayor interacción y transferencia de tensión entre la celulosa y la matriz polimérica (Kargarzadeh et al., 2017).

4.3 Obtención de espuma a base de almidón mediante extrusión

La extrusión se ha usado convencionalmente para la fabricación de materiales espumados a partir de polímeros sintéticos como poliestireno (PS), polietileno (PE) y polipropileno (PP), entre otros. El interés en la utilización de almidón como sustituto de materiales sintéticos también ha encontrado en esta tecnología una oportunidad para la fabricación de espumas termoplásticas biodegradables para aplicaciones de embalaje, amortiguación o relleno

suelto (Combrzy et al., 2018; Combrzyński et al., 2017; Kaisangsri et al., 2019; Lopez-Gil et al., 2015; Mitrus et al., 2016).

En términos generales, para la obtención de espumas termoplásticas por extrusión se requiere de un agente espumante, como por ejemplo agua, un polímero (en este caso el almidón) y temperaturas superiores a 100°C. La formación de espuma se da en el momento que la mezcla sale por la boquilla del extrusor y experimenta una caída de presión, lo que ocasiona la formación de pequeñas celdillas llenas con vapor, las cuales crecen hasta estabilizarse en burbujas de mayor tamaño, dando origen al material espumado (Abinader, Lacoste, Baillif, Erre, & Copinet, 2015; Soykeabkaew et al., 2015).

La estructura celular del material espumado, puede verse afectada significativamente por la composición de la mezcla (el tipo de almidón, la humedad de alimentación y la concentración de los diferentes componentes) y las condiciones del proceso de extrusión (Pushpadass, Babu, Weber, & Hanna, 2008). En general la temperatura del cilindro y la velocidad de tornillo utilizadas con frecuencia para la fabricación de espumas a base de almidón se reportan alrededor de 120 a 170°C y de 70 a 400rpm (Soykeabkaew et al., 2015).

Debiagi et al. (2011) obtuvieron espumas biodegradables elaboradas a partir de almidón de yuca alcohol de polivinilo (PVOH), fibras de bagazo de caña de azúcar y quitosano por extrusión de tornillo simple, evaluando el efecto de diferentes proporciones de estos tres componentes en las propiedades de la espuma, para lo cual se empleó un diseño experimental de mezcla ternaria restringida utilizando como variables: (X1) almidón / PVA (100 - 70%), (X2) quitosano (0 - 2%) y (X3) fibras de caña de azúcar (0 - 28%), encontrando que la adición de almidón / PVA en altas proporciones aumentó el índice de expansión y la resistencia mecánica y que todas las formulaciones fueron resistentes al aumento del contenido de humedad relativa de almacenamiento hasta un 75%. Mali et al. (2010) también investigaron los tres primeros componentes en la formulación de espumas hallando que la mejor combinación de mezcla ternaria era 66,6% de almidón de yuca, 6,7% fibra de bagazo de caña y 26,6% de PVOH con base en los resultados de las propiedades mecánicas y de expansión.

Según la revisión bibliográfica, son escasos los estudios reportados en la literatura en los que se haya investigado la obtención de material espumado a partir de almidón de yuca por la técnica de extrusión, con la incorporación de material lignocelulósico, como el bagazo de fique. Por lo que estaría abierta la posibilidad de investigación en el tema.

5. Objetivos

5.1 Objetivo general

Establecer condiciones de proceso para la extracción de micropartículas de bagazo de fique y evaluar el efecto de su incorporación en un material espumado obtenido a partir de almidón de yuca.

5.2 Objetivos específicos

Determinar el efecto de la concentración de ácido, temperatura y tiempo sobre las propiedades morfológicas, químicas y térmicas de micropartículas de bagazo de fique obtenidas por hidrólisis ácida.

Evaluar el efecto de la incorporación de diferentes concentraciones de micropartículas de bagazo de fique sobre las propiedades físicas, térmicas y químicas de material espumado obtenido mediante proceso de extrusión a partir de almidón de yuca.

5.3 Hipótesis

Ha: La concentración de ácido, la temperatura y tiempo de hidrólisis afectan las propiedades morfológicas, químicas y térmicas de las micropartículas de bagazo de fique.

Ha: La concentración de micropartículas de bagazo de fique influye sobre las propiedades físicas, químicas y térmicas de espumas elaboradas a partir de almidón de yuca.

6. Materiales y métodos

El estudio se llevó a cabo en el laboratorio de Reología y Empaques de la Facultad de Ciencias Agrarias de la Universidad del Cauca (Cauca, Colombia).

6.1 Determinación del efecto de la concentración de ácido, temperatura y tiempo de hidrólisis sobre las propiedades morfológicas, químicas y térmicas de micropartículas de bagazo de fique.

Para la extracción de las micropartículas, se empleó bagazo de fique (*Furcraea bedinghausi*) variedad Uña de Águila, recolectado en fresco (Figura 6-1) en la zona rural del Municipio de Totoró, Departamento del Cauca, situado aproximadamente a 2750 m s.n.m, con temperatura promedio de 16°C. Dicho bagazo contenía un porcentaje de humedad (%H) de $86,59 \pm 0,78$ y un pH de $4,59 \pm 0,01$. Valor de pH similar al reportado por Echeverri et al. (2014) Escalante, Guzmán y Castro (2014) y Castro et al. (2009).

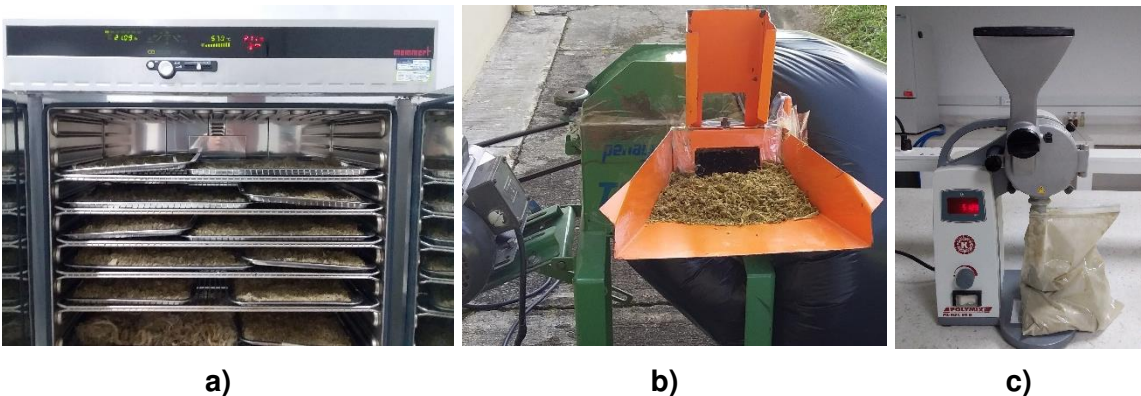
Figura 6-1: Procesamiento de la hoja de fique y obtención de bagazo.



6.1.1 Adecuación del bagazo de fique

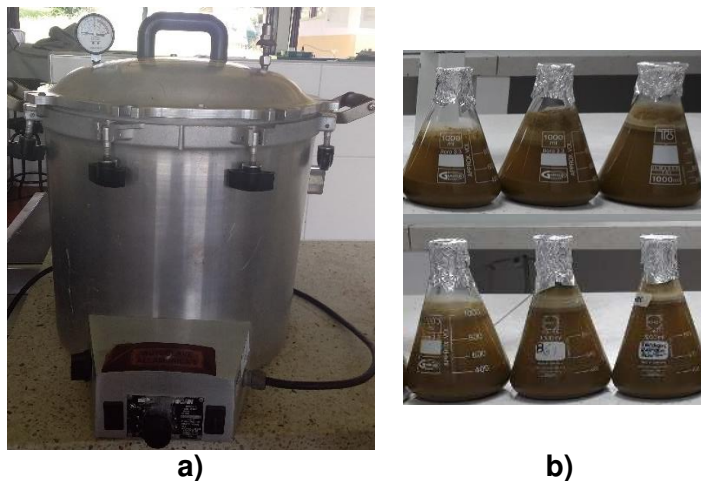
El bagazo recolectado fue lavado con abundante agua fría y posteriormente con agua caliente (80°C) para retirar impurezas, jugos, saponinas y demás residuos, luego se dejó orear al sol por un periodo de 6h y seguidamente se secó en un horno de convección forzada (Memmert, Alemania) a 50°C por 24 h (%H= 7,73 ± 1,08) (Figura 6-2 a). Para la reducción de tamaño de partícula se utilizó inicialmente un triturador-picador industrial (TP-8, Penagos, Colombia) (Figura 6-2 b) y seguidamente un molino analítico (POLIMIX® PX-MFC 90D, Switzerland) en él que se realizaron moliendas sucesivas a 6000rpm empleando tamices de 2mm, 1mm, y finalmente de 0,5mm (Figura 6-3 c).

Figura 6-2: Procesos de acondicionamiento del bagazo de fique a) secado, b) molienda en molino industrial y c) molienda en molino analítico.



Posteriormente, se realizó un tratamiento térmico empleando una autoclave (75X, Allamerican 2.0, U.S.A) (Figura 6-3 a) a una temperatura de $125 \pm 2^\circ\text{C}$ por un periodo de 20 min, con el fin de hacer el bagazo más susceptible a la hidrólisis.

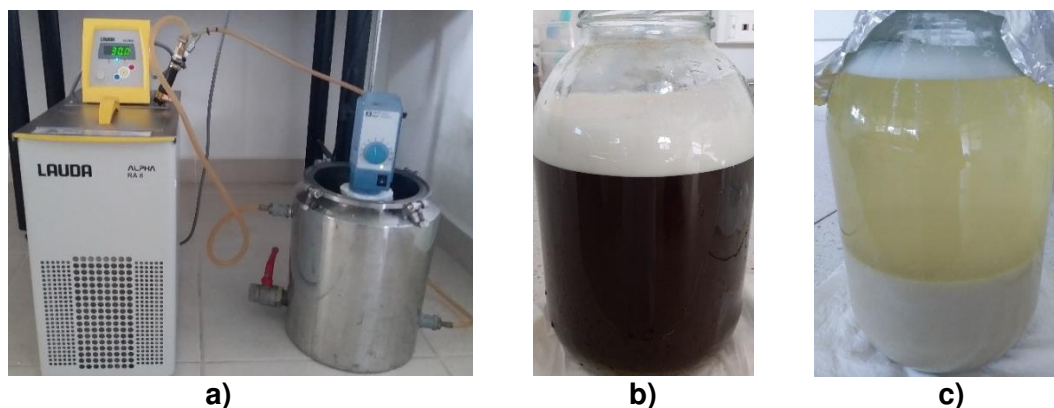
Figura 6-3: Proceso de autoclavado del bagazo de fique: a) equipo de autoclave y b) bagazo de fique autoclavado.



6.1.2 Deslignificación y blanqueamiento

El proceso de deslignificación y blanqueamiento del bagazo de fique se llevó a cabo en un biorreactor (CENTRICOL, Colombia), y para conservar la temperatura se empleó un chiller (LAUDA ALPHA RA 8, Alemania), (Figura 6-4 a). Para la deslignificación se utilizó soda caustica (NaOH 98%) comercial a una concentración del 10% (p/v), bajo condiciones de temperatura de 80°C y un período de tiempo de 1h. En el blanqueamiento se empleó hipoclorito de sodio (NaOCl) al 10% (v/v) a 30°C de temperatura y un período de tiempo de 3h. A la muestra resultante de cada tratamiento se le realizó varios lavados con agua destilada, con el fin de disminuir el pH hasta cercano a neutro.

Figura 6-4: Procesos de deslignificación y blanqueamiento: a) equipo, b) muestra deslignificada, c) muestra blanqueada.



6.1.3 Hidrólisis ácida del bagazo de fique

Este proceso se realizó con base en la metodología desarrollada por Nakasone, Ikematsu y Kobayashi (2016). Se estudió la concentración de ácido, la temperatura y tiempo de proceso, a través de un diseño factorial 3^3 (Tabla 6-1). Se tomaron 7g de bagazo de fique previamente deslignificado y blanqueado y se adicionaron en un solución de 200mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4 , 5, 10, 15 % v/v) a una temperatura entre 70 a 90 °C y un tiempo de 3 a 7 h (Figura 6-5 a). Posteriormente, a la muestra resultante se le realizaron varios lavados con agua destilada hasta pH cercano a neutro, empleando una centrifuga a 4500 rpm, durante 5 min (Z 306, HERMLE Labortechnik GmbH, Alemania). Finalmente, las fibras de celulosa se secaron en un horno de convección forzada a 50°C por un periodo de 24 h (Figura 6-5 b).

Figura 6-5: Proceso de hidrólisis: a) montaje b) bagazo de fique hidrolizado.



a)



b)

6.1.4 Caracterización de las partículas de bagazo de fique

Se realizó la caracterización del bagazo de fique y de las micropartículas obtenidas a partir de este mediante las siguientes pruebas:

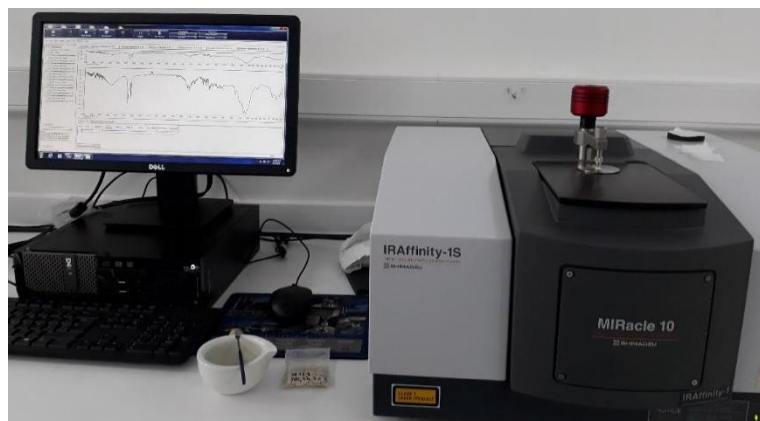
- Microscopía óptica de alta resolución (MOAR).

Para la medición del tamaño de partícula, se utilizó un Microscopio Óptico de Alta Resolución [NIKO MICROPHOT, Japón], acoplado a una cámara digital [Nikon DS-2Mv 2Mp, Japón]. Se capturaron 3 imágenes por muestra a 4x, empleando lugol como agente de tinción. El análisis y procesamiento de las imágenes se realizó usando el software Image Pro- Plus Analyzer [Versión 6,3, 2008], tomando medidas del diámetro máximo, diámetro mínimo y área, con el fin de determinar el tamaño promedio de partícula.

- Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

Para identificar los grupos funcionales de las micropartículas, se usó un equipo de infrarrojo IK-Fourier Modelo IRAffinity-1S Spectrometer (marca Shimadzu, Japón) (Figura 6-6), con un diamante de cristal entre 600 y 4000cm^{-1} y una resolución de 4cm^{-1} y 45 scans. La lectura se realizó por la técnica de reflexión total atenuada (ATR), tomando 3 mediciones por cada muestra. El análisis espectral fue realizado utilizando el software OriginPro 2016 (Origin Lab Corporation, Northampton, Estados Unidos).

Figura 6-6: Infrarrojo IK-Fourier Modelo IRAffinity-1S Spectrometer.



A partir del espectro FTIR se calculó la relación de las bandas $1432/897$ que representa el índice de cristalinidad lateral (LOI) o empírica y se correlaciona con el grado general de orden en la celulosa y la relación de las bandas $1371/2900$ que es proporcional al grado o índice de cristalinidad total (TCI) (Bano & Negi, 2017; F. Carrillo, Colom, Suñol, & Saurina, 2004; I. Carrillo, Mendonça, Ago, & Rojas, 2018; Debabrata, Hussain, Ghosh, & Pal, 2018). También se realizó la deconvolución de la banda OH ($3000-3600\text{cm}^{-1}$) y se calcularon

las energías de los enlaces de hidrógeno intra e intermoleculares, utilizando la ecuación (6.1) (Bano & Negi, 2017; Ciolacu, Kovac, & Kokol, 2010).

$$EH = (1/k) * [u_0 - u/u_0] \quad (6.1)$$

Donde

u_0 : frecuencia estándar para grupos OH libres (3600 cm^{-1}),

u : frecuencia de grupos OH unidos y

k : $1.68 \times 10^{-2} / \text{kcal}$.

- Estimación del color.

Este proceso se llevó a cabo mediante la determinación de las coordenadas CIE $L^*a^*b^*$, mediante el empleo de un colorímetro KONICA MINOLTA CR-400 (Sensing Americas), con un iluminante D65, un ángulo de observación de 2° y una calibración estándar de Y (89,5); X (0,3176); y (0,3347) (Figura 6-7). La medición se realizó empleando un fondo negro, tres disparos de luz para cada medición y tres mediciones por muestra. Según la escala de color CIE $L^*a^*b^*$: L^* es el indicador de la claridad, a^* la cromaticidad verde (-) rojo (+) y b^* la cromaticidad azul (-) amarillo (+). La diferencia de color (ΔE), el índice de blancura, de amarillamiento y de pardeamiento se calculó según lo reportado por Pathare, Opara y Al-Said (2013).

Figura 6-7: Colorímetro Konica Minolta CR-400



- Análisis termogravimétrico - TGA.

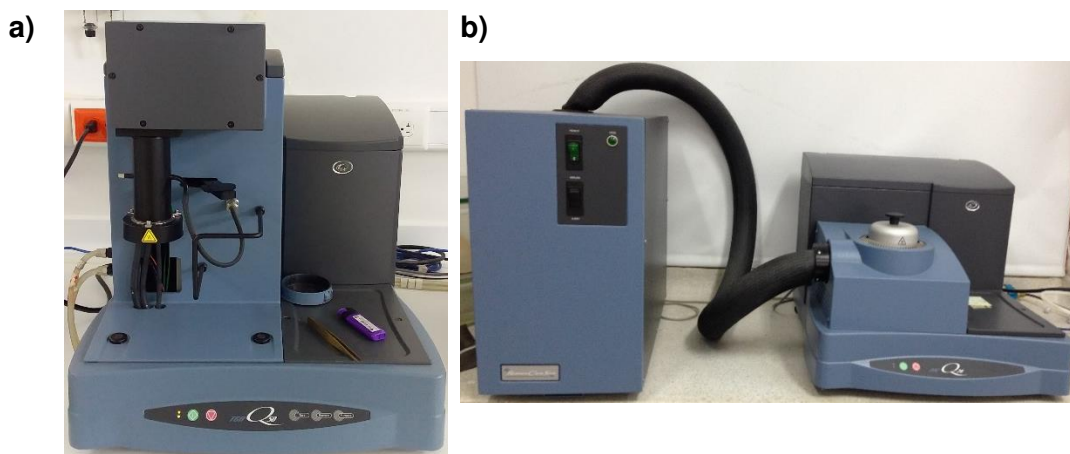
Las muestras se evaluaron siguiendo el procedimiento basado en la norma ASTM E1131 (2008), que se resume a continuación: se pesó una cantidad de muestra entre 4 a 6 mg y

se depositó en una capsula de platino, se llevó al analizador termogravimétrico (Figura 4-8 a) y se procedió a registrar la variación del peso respecto al cambio de temperatura. Las muestras fueron sometidas a calentamiento desde temperatura ambiente hasta 600 °C a una velocidad de 20 °C/min, en atmosfera inerte de nitrógeno.

- Calorimetría de Barrido Diferencial – DSC.

Se realizó según lo efectuado en la norma D3418-08. Se tomó una muestra de peso aproximado de 10 mg y se depositó en una capsula de aluminio, se selló y se colocó dentro de la cámara térmica del DSC (Figura 4-8 b). Se realizó un primer ciclo de calentamiento desde temperatura ambiente hasta 250 °C para borrar la historia térmica a una relación de calentamiento de 20 °C/min, seguido de una isoterma de 250 °C durante 5 min. Posteriormente, se aplicó un ciclo de enfriamiento desde 250 °C hasta -60°C a una relación de enfriamiento de 20 °C/min y una isoterma de -60 °C durante 5 min. Finalmente, se realizó un ciclo de calentamiento de -60 hasta 250 °C con el fin de determinar la temperatura de transición vítrea (T_g), la temperatura de cristalización (T_c) y la temperatura de fusión (T_m) en las respectivas muestras.

Figura 6-8: Analizador térmico TA Instruments: a) Q50 TGA y b) Q20 DSC



6.1.5 Diseño de experimentos

Se estudiaron las variables del proceso de hidrólisis ácida, concentración de ácido, temperatura y tiempo, sobre el tamaño de partícula del bagazo de fique (área, diámetro máximo, diámetro mínimo), mediante un diseño factorial 3^3 (Tabla 6.1).

Tabla 6.1: Diseño experimental para determinar las condiciones del proceso de hidrólisis ácida del bagazo de fique

Factor	Niveles	Variable de respuesta
Concentración de ácido (%)	Bajo 5	Tamaño de partícula (área, diámetro máximo y diámetro mínimo)
	Medio 10	
	Alto 15	
Temperatura de hidrólisis (°C)	Bajo 70	
	Medio 80	
	Alto 90	
Tiempo de hidrólisis (h)	Bajo 3	
	Medio 5	
	Alto 7	

6.1.6 Análisis estadístico

Los datos del diseño factorial se analizaron en el software estadístico Minitab (versión 17), inicialmente se realizó la prueba de normalidad, encontrando que estos obedecieron a una distribución normal ($P > 0,05$), por lo que se procedió a realizar análisis de varianza (ANOVA) y de comparación múltiple (Tukey) para evaluar el efecto de los tratamientos sobre las variables de respuesta.

6.2 Evaluación del efecto de la incorporación de micropartículas de bagazo de fique sobre las propiedades físicas, térmicas y químicas de un material espumado obtenido mediante proceso de extrusión a partir de almidón de yuca.

A continuación se describen los materiales y métodos empleados para la obtención del material espumado y las metodologías seguidas para evaluar el efecto de la incorporación de las micropartículas de bagazo de fique sobre las propiedades de dicho material.

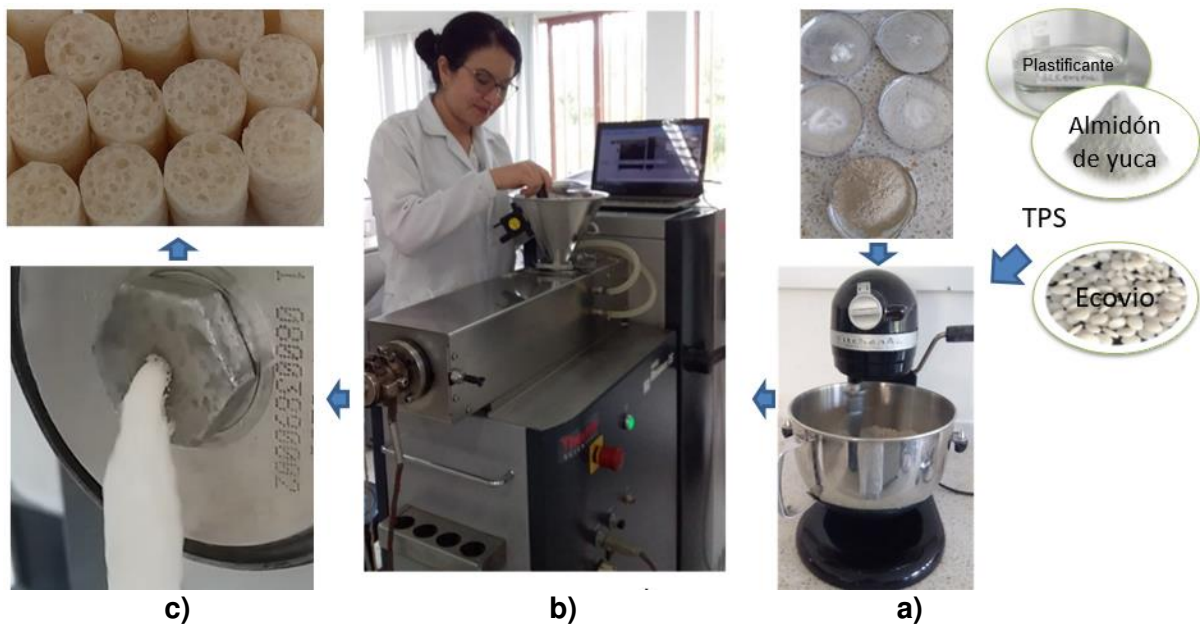
6.2.1 Obtención del material espumado

La espuma se elaboró con base a estudios previos realizados por Albán et al. (2016) y Delgado et al. (2016) con algunas modificaciones. Se empleó una mezcla de almidón de

yuca 80% (compuesta por almidón nativo 83% y agrio 17%), ecovio 20% (polímero biodegradable compuesto principalmente por ácido poli láctico (PLA) y teraftelato de adipato de polibutileno (PBAT)) y demás aditivos como: glicerina (agente plastificante para el almidón), ácido cítrico y bicarbonato de sodio (relación 1:1) (espumantes químicos), anhídrido maleico (agente acoplante entre el almidón y el polímero biodegradable) y peróxido de benzoilo (agente indicador de la reacción entre el acoplante y el polímero biodegradable) (Figura 6-9 a).

Para la obtención de la espuma (Figura 6-9 c), el almidón de yuca previamente seco (humedad <2%), se mezcló con el plastificante en relación 70:30 y se dejó en reposo por un periodo de 24h para promover la absorción del aditivo en el almidón, posteriormente se mezcló con el polímero biodegradable, micropartículas de bagazo de fique (tabla 6-2) y demás aditivos y se procedió al proceso de extrusión (Figura 6-9 b), a una temperatura promedio de 156°C y una velocidad de rotación de los tornillos de 160rpm.

Figura 6-9: Proceso de obtención de material espumado: a) mezclado de almidón plastificado con el polímero biodegradable y demás aditivos, b) proceso de extrusión y c) material espumado.



6.2.2 Caracterización física y mecánica del material espumado

Una vez obtenido el material espumado se acondicionó en una cámara climática a una temperatura y humedad relativa constante de $23 \pm 2^\circ\text{C}$ y $50 \pm 10\%$, por un periodo de 8 días. Posteriormente se realizó la caracterización, de acuerdo a las siguientes metodologías.

- Índice de expansión radial.

Se determinó utilizando la relación entre el área de la sección transversal del espumado y el área de la sección transversal de la boquilla del dado del equipo de extrusión (Ecuación 6.2), según lo establecido por Mitrus y Moscicki (2014). Con la ayuda de un pie de rey se midió el diámetro de la espuma a lo largo de una sección de 10 cm, se utilizó un promedio de diez mediciones de diámetro, asumiendo un área circular, se hicieron tres réplicas por tratamiento.

$$RER = \left(\frac{R_f}{R_d}\right)^2 \quad (6.2)$$

Donde:

RER: Relación de expansión radial

Rf: radio del expandido (mm)

Rd: radio de la boquilla (mm)

- Densidad aparente.

Se determinó mediante la ecuación (6.4), según lo establecido en la norma ASTM D3748 (2014). Inicialmente se calculó el volumen y masa de 9 especímenes por tratamiento de 10 cm de longitud. La masa se determinó empleando una balanza analítica y el volumen mediante la medición del diámetro (10 mediciones por espécimen) con la ayuda de un pie de rey y asumiendo un área circular de la sección trasversal de la espuma (Ecuación (6.3)).

$$V=a*h \quad (6.3)$$

$$D=W_S/V \quad (6.4)$$

Dónde:

a: Área de la sección trasversal (m^2)

h: Altura del espécimen (m)

D: Densidad de la muestra (kg/m^3)

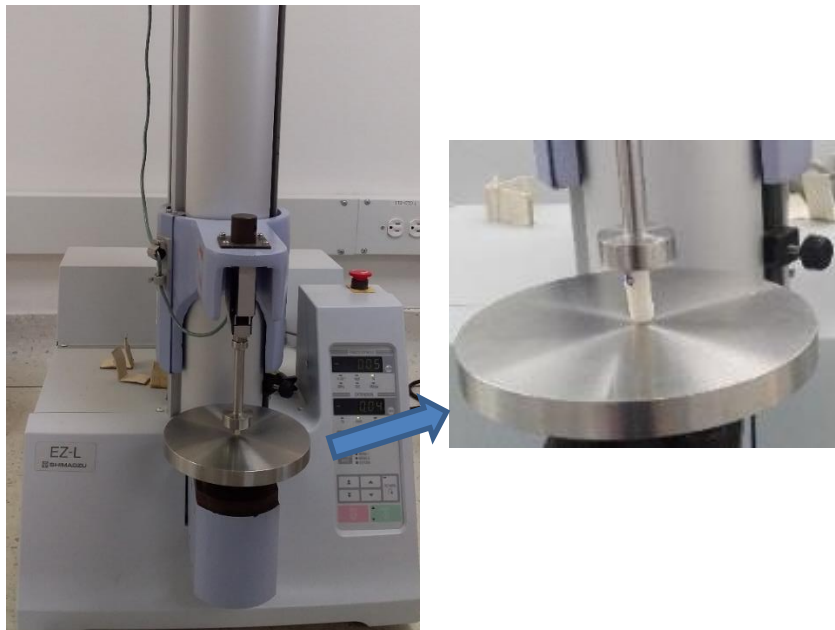
W_S: Peso de la muestra (kg)

V: Volumen de la muestra (m^3)

- Resistencia a la compresión e índice de amortiguación.

Se cortaron cinco especímenes (por triplicado), guardando una relación longitud/diámetro 2:1 (ASTM D695-15, 2015). Se empleó una maquina universal de ensayos marca Shimadzu modelo EZ-L, equipada con un plato móvil y un plato fijo (Figura 6-10). El espécimen se colocó sobre el plato fijo perfectamente centrado y se realizó una primera compresión a una velocidad de carga de 30mm/min, hasta alcanzar el 90% del espesor original. Una vez alcanzado este tope se liberó la carga. Pasados 60 segundos se repitió el procedimiento (Mitrus & Moscicki, 2014).

Figura 6-10: Medición de la compresibilidad e índice de amortiguación



- Absorción de agua.

Se procedió de acuerdo a la norma ASTM D570-98 (2018). Se cortaron 9 especímenes con una dimensión de 76,2 mm de largo, los cuales posteriormente se secaron a una temperatura de 50 ± 3 °C durante 24 horas. Pasado este tiempo, con la ayuda de una balanza analítica, se midió el peso inicial de cada espécimen y seguidamente se sumergieron en agua destilada durante $2 \pm 0,07$ horas a una temperatura constante de 23 ± 1 °C (Figura 6-11). Luego, los especímenes se retiraron del agua y se pesaron nuevamente. Debido a que el material espumado presenta componentes solubles en el

agua, los especímenes fueron secados nuevamente a 50 ± 3 °C durante 24 horas, y se pesaron por tercera vez. El valor de absorción de agua se expresó en porcentaje de agua absorbida (ecuación 4.5) y se calculó mediante la suma del incremento de peso por la inmersión más el porcentaje de material soluble perdido, los cuales están dados por las ecuaciones (6.6) y (6.7).

$$AA = IP + MSP \quad (6.5)$$

AA: Absorción de agua (%)

IP: Incremento de peso por inmersión (%)

MSP: Material soluble perdido (%)

$$IP = \frac{(PH - [PS]_i)}{[PS]_i} \times 100 \quad (6.6)$$

IP: Incremento de peso por inmersión (%)

PH: Peso húmedo de los especímenes (g)

PSi: Peso de los especímenes luego del primer secado (g)

$$MSP = \frac{([PS]_i - [PS]_f)}{[PS]_i} \times 100 \quad (6.7)$$

MSP: Material soluble perdido (%)

PSi: Peso de los especímenes luego del primer secado (g)

PSf: Peso de los especímenes luego del segundo secado (g)

Figura 6-11: Prueba de absorción de agua



- Adsorción de agua.

La capacidad de adsorción de agua se determinó siguiendo la metodología de Pornsuksomboon et al. (2016) con algunas modificaciones (Ecuación 6.8). Se emplearon especímenes de material espumado con un volumen de 3000 mm^3 , los cuales se secaron

en un horno a 105°C durante 24h y se determinó el peso inicial (m_1), seguidamente se almacenaron en un recipiente hermético con una solución salina de cloruro de potasio (KCl), actividad de agua de 0,85 durante 20 días, finalizado este tiempo, se tomó el peso final. Cada medición se realizó por triplicado y la cantidad de agua adsorbida se calculó mediante la siguiente ecuación:

$$ADA = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100 \quad (6.8)$$

ADA: Porcentaje de agua adsorbida (%)

m1: masa de la muestra seca (g)

m2: masa de la muestra húmeda (g)

- Análisis termogravimétrico - TGA.
- Calorimetría de Barrido Diferencial – DSC.
- Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

Los análisis térmicos TGA y DSC y la Espectroscopia FTIR se realizaron según las metodologías descritas en el numeral 6.1.4.

6.2.3 Diseño de experimentos

Se desarrolló un diseño experimental unifactorial con cuatro niveles, completamente aleatorizado (Tabla 6-2). El factor de estudio fue la concentración de micropartículas de bagazo de fique y los niveles fueron: 0,0 0,50, 0,75, 1,00 y 1,25%, establecidos con base a ensayos preliminares y análisis bibliográfico (Ghanbari, Tabarsa, Ashori, Shakeri, & Mashkour, 2018) y las variables de respuesta fueron la densidad, índice de expansión, resistencia a la compresión e índice de amortiguación y absorción de agua.

Tabla 6.2: Diseño experimental para determinar el efecto de la incorporación de micropartículas de bagazo de fique sobre las propiedades físicas de un material espumado a base de almidón de yuca

Factor	Niveles	Variable de respuesta
Concentración de macropartículas de bagazo de fique (%)	0,0	Resistencia a la compresión e índice de amortiguación, índice de expansión radial, densidad aparente y absorción de agua.
	0,50	
	0,75	
	1,00	
	1,25	

6.2.4 Análisis estadístico

El análisis estadístico se realizó en el software estadístico Minitab (versión 17), mediante el análisis de varianza (ANOVA) y la diferencia entre los tratamientos se determinó mediante la prueba de Tukey. Todos los análisis se hicieron con un $\alpha = 0,05$.

7. Resultados y discusión

Se realizó el análisis y discusión de resultados de las variables evaluadas para cada uno de los objetivos.

7.1 Determinación del efecto de la concentración de ácido, temperatura y tiempo de hidrólisis sobre las propiedades morfológicas, químicas y térmicas de micropartículas de bagazo de fique.

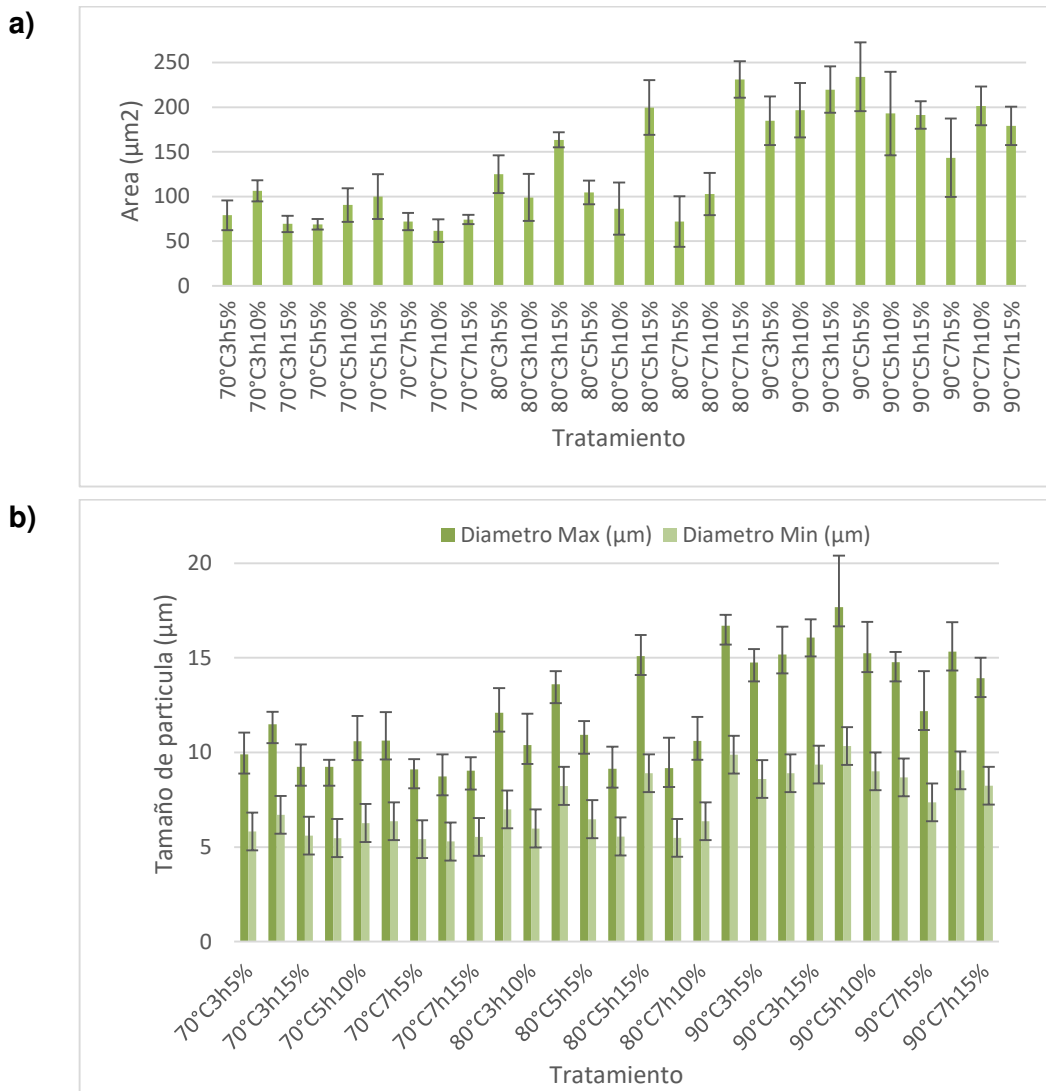
7.1.1 Tamaños de partícula

En las figuras 7-1 se presentan los resultados de la evaluación del tamaño de las partículas de bagazo de fique hidrolizado (BH). En donde, se puede apreciar gran variabilidad de los datos entre los diferentes tratamientos, encontrándose, que el área de las partículas varió entre 55 y 228 μm^2 (Figura 7-1 a) y el diámetro mínimo y máximo entre 5 y 16 μm (Figura 7-1 b), valores comparables a los reportados para celulosa microcristalina ($15 \pm 20 \mu\text{m}$ de diámetro) (Adel, Abd El-Wahab, Ibrahim, & Al-Shemy, 2011), para partículas de celulosa obtenidas por hidrólisis ácida de bagazo de plátano con ácido sulfúrico entre 70 a 76%, 45°C y 4 h (diámetro entre 2 a 20 μm) (Elanthikkal, Gopalakrishnapanicker, Varghese, & Guthrie, 2010) y también para los tamaños de fibra de sisal reportados por Orue et al. (2015) (10–20 μm) empleados para reforzar una matriz de PLA.

La variabilidad entre los tamaños de partícula, puede ser atribuible a las diferentes morfologías de los filamentos que componen las fibras naturales (Muñoz-Vélez, Hidalgo-Salazar, & Mina-Hernández, 2018) presentes en el bagazo de fique y al proceso de hidrólisis, dado que la degradación de la celulosa se lleva a cabo al azar, produciendo micro y nano estructuras de dimensiones no uniformes (Hemmati et al., 2018). Además, la celulosa es un polímero con diversidad estructural y morfológica, compuesta por fibrillas

que varían de tamaño, forma, diámetro, grado de polimerización y estados cristalinos (Corgié, Smith, & Walker, 2011; D. Liu, Zhong, Chang, Li, & Wu, 2010).

Figura 7-1: Tamaño de partícula de bagazo de fique hidrolizado a) área y b) Diámetro máximo y mínimo.

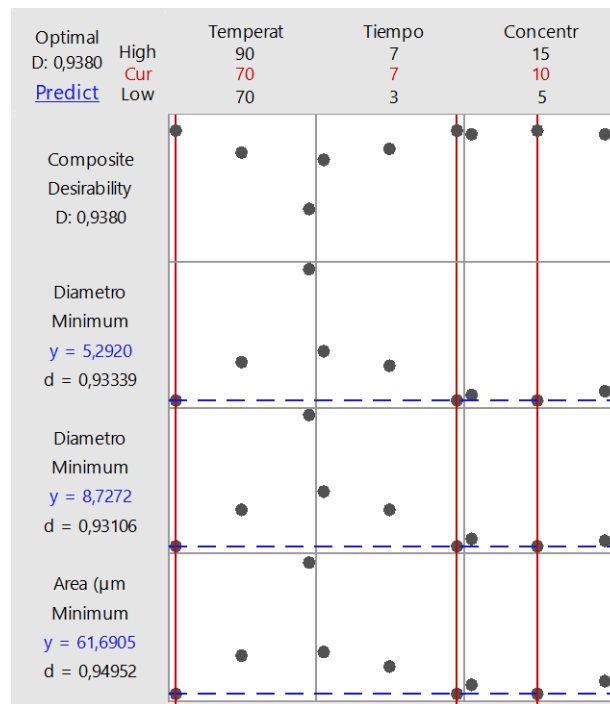


El comportamiento encontrado, también puede ser debido a la aglomeración, producto de las condiciones del proceso de hidrólisis y de secado, ya que se ha reportado que el potencial de superficie entre las microfibrillas de celulosa aumenta por fuerzas resultantes de la eliminación de agua y la temperatura (Das, Ray, Bandyopadhyay, & Sengupta, 2010; Quiévy et al., 2010) atribuible a la presencia de enlaces de hidrógeno que causan una

fuerte adhesión entre las microfibrillas (Trache et al., 2016) y a la reducción del diámetro de partícula por la remoción de componentes como: la hemicelulosa, lignina, ceras y pectinas (Adel et al., 2011; Shi, Shi, Barnes, & Pittman, 2011).

Según el análisis de varianza se encontró que la interacción de los tres factores (temperatura, concentración y tiempo) tuvieron efecto significativo ($P < 0,05$) sobre el área, diámetro máximo y mínimo de las micropartículas de bagazo de fique (Anexo A, Tabla A-2), siendo la temperatura y la concentración los factores que presentaron mayor influencia en el tamaño de partícula. En otros estudios realizados también se ha reportado efecto significativo de estos tres factores sobre esta variable (Das et al., 2010; Elanthikkal et al., 2010; Frone et al., 2011).

Figura 7-2: Condiciones óptimas del proceso de hidrólisis ácida para la obtención de partícula de bagazo de fique.



De acuerdo a la prueba de comparación de medias de Tukey (Anexo A, Tabla A-3) y el análisis de respuesta óptima (Figura 7-2), se pudo determinar que la mejor combinación para obtener el menor tamaño de partícula, fue una temperatura de 70°C, una concentración de ácido sulfúrico del 10% y un tiempo de hidrólisis de 7h, obteniendo un

área promedio de $61,69 \mu\text{m}^2$, un diámetro máximo de $8,73 \mu\text{m}$ y un diámetro mínimo de $5,29 \mu\text{m}$, con un coeficiente de deseabilidad $D=0,938$.

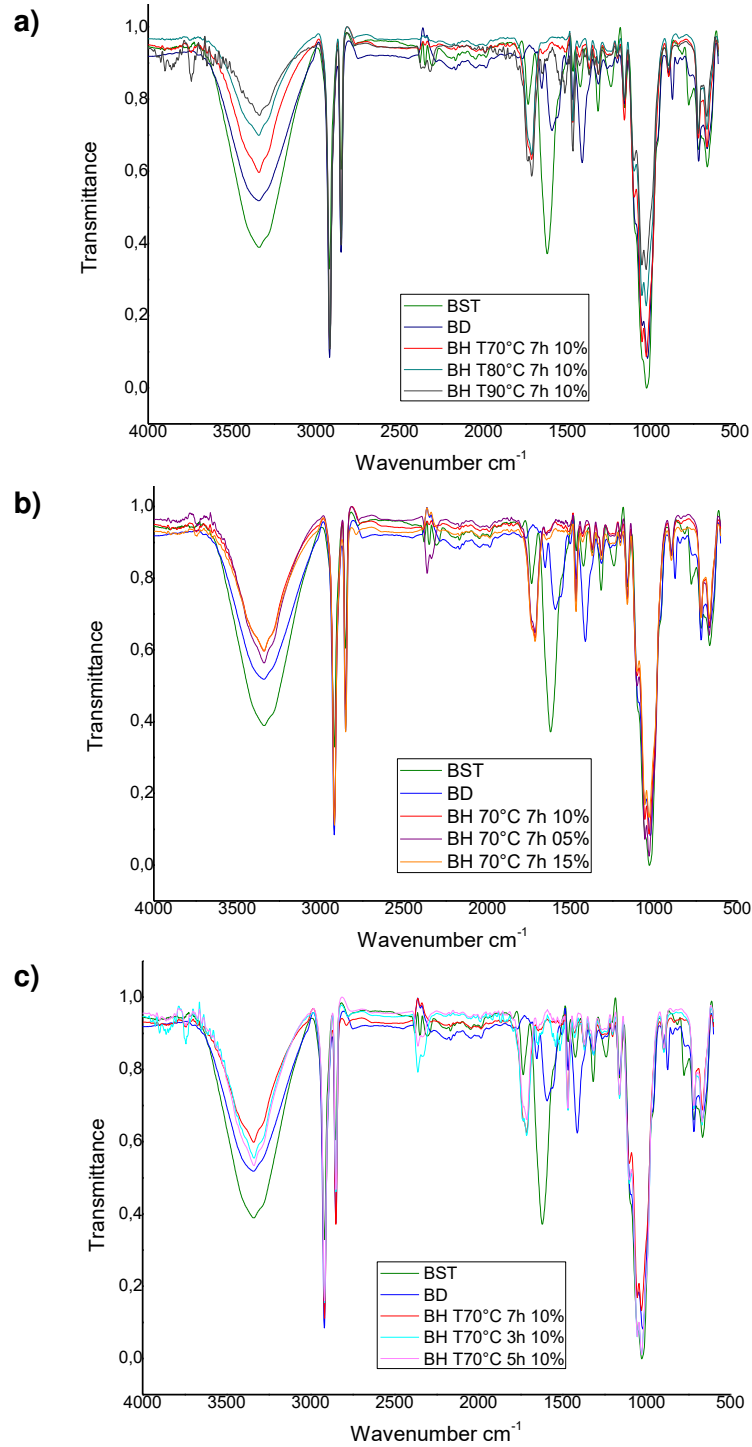
Se ha reportado que para reforzar materiales espumados a base de almidón con material lignocelulósico son deseables los tamaños de partícula pequeños, menores a $32 \mu\text{m}$ (Kaisangsri et al., 2019), debido a que permiten una mayor nucleación (mas celdas de aire) y expansión del espumado y también, fuerte interacción y transferencia de tensión más efectiva entre la fibra y la matriz, lo que resulta en un mayor valor en propiedades mecánicas (Cruz-Tirado, Tapia-Blácido, & Siche, 2017; Kaisangsri et al., 2019; Kargarzadeh et al., 2017). Como se mencionó anteriormente en el presente trabajo se obtuvieron diámetros de partícula entre $5,29$ y $8,73 \mu\text{m}$ en promedio, lo cual indica que las micropartículas obtenidas pueden ser efectivas como material de refuerzo en las matrices poliméricas.

7.1.2 Espectroscopia FTIR

Con el fin de identificar los cambios en los grupos funcionales de las micropartículas de bagazo de fique y establecer la influencia de la hidrólisis ácida sobre la modificación de su estructura celulósica, se realizó un análisis FTIR.

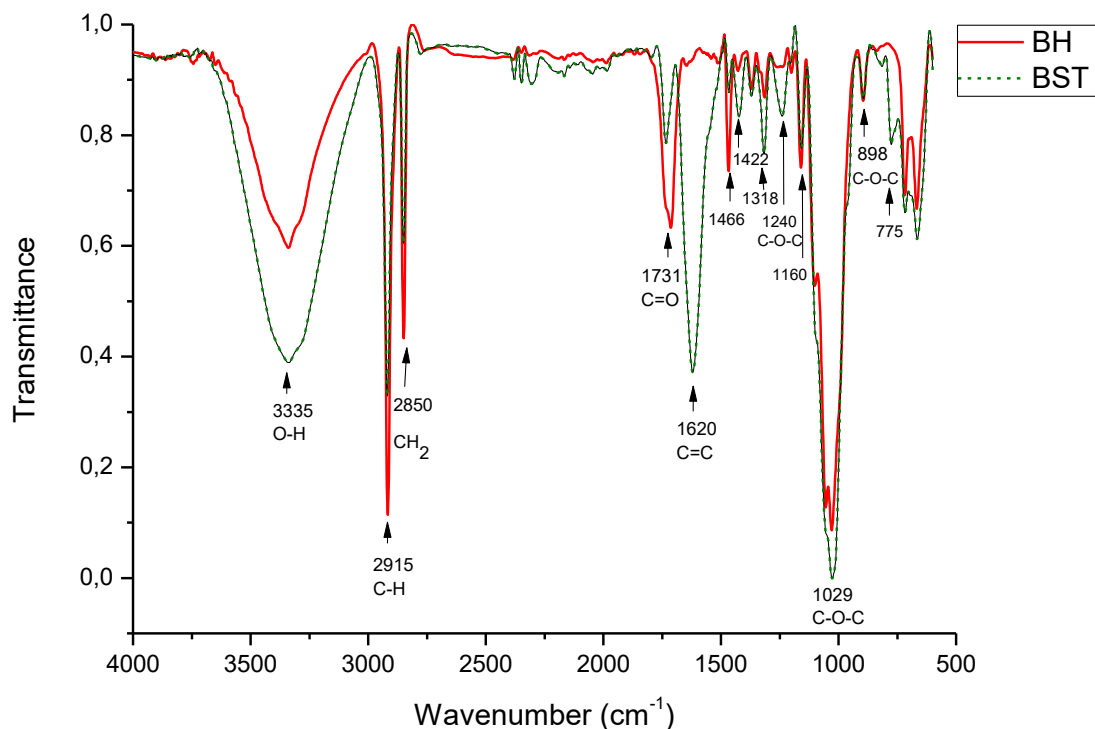
En la figura 7-3 se presenta el comportamiento de los espectros FTIR del bagazo de fique sin tratamiento (BST), deslignificado y blanqueado (BD) y algunos tratamientos representativos del bagazo hidrolizado (BH) en las que se puede identificar la influencia de los pretratamientos, la temperatura (Figura 7-3 a), la concentración (Figura 7-3 b) y el tiempo de hidrólisis (Figura 7-3 c) en el desplazamiento y cambio en el valor de transmitancia de algunas bandas representativas de las moléculas y enlaces presentes en la estructura de la celulosa, hemicelulosa y lignina. Siendo, la temperatura la variable que permite observar un mayor nivel de cambio comparado con las variables concentración y tiempo. Por ejemplo, en la banda entre 3000 y 3500 cm^{-1} (OH) y entre 900 y 1100 cm^{-1} (C-O-C) se puede ver una disminución de la intensidad de las bandas a medida que aumentó la temperatura. Resultados similares han sido reportados por otros investigadores (Jayamani, Loong, & Bakri, 2020).

Figura 7-3: Espectros FTIR del bagazo de fique sin tratamiento (BST), deslignificado y blanqueado (BD) e hidrolizado (BH) en función de: a) temperatura, b) concentración y c) tiempo de hidrólisis.



En la Figura 7-4 se muestra el análisis IR del BST y BH, tratamiento 70°C, 7h, 10% (menor tamaño de partícula), en la que se identificaron bandas características atribuidas a los componentes principales de la celulosa, hemicelulosa y lignina, macromoléculas presentes en el bagazo de fique.

Figura 7-4: Espectro FTIR del bagazo sin tratamiento químico (BST) e hidrolizado (BH) (tratamiento 70°C, 7h, 10%).



Con base en lo anterior, la banda 3335 relacionada con la vibración de estiramiento O-H, se observa más aguda para BH en comparación con BST, lo que puede revelar la eliminación de componentes no celulósicos presentes en el bagazo que causan interrupción de la red de enlaces de hidrógeno en la cadena glucosídica (Bano & Negi, 2017; Sergio A. Ovalle-Serrano et al., 2018). También se observan cambios en las bandas 2915 y 2850, asociadas con la vibración de estiramiento C-H y CH₂ en los componentes de celulosa (Guzmán, Gómez, Amelines, & Aparicio, 2018; S. A. Ovalle-Serrano et al., 2018; Poletto, Ornaghi Júnior, & Zattera, 2014), las cuales se muestran más intensas para el BH que para el BST, lo que puede ser atribuible, al incremento del contenido de celulosa expuesta en la superficie luego de los tratamientos (Kian et al., 2020).

El pico presente en 1731 cm^{-1} corresponde a vibraciones típicas del enlace C=O de hemicelulosa y lignina (Sergio A. Ovalle-Serrano et al., 2018; Wicaksono et al., 2013). La banda observada entre 1510 y 1668 cm^{-1} , con pico en 1620 cm^{-1} en el espectro de BST, se relaciona con la flexión -OH del agua absorbida (Fan et al., 2012; Ferrer, Salas, & Rojas, 2016; López M. et al., 2016; Wicaksono et al., 2013) y también con la vibración de estiramiento de los enlaces C=C del anillo aromático de lignina (Leite et al., 2017) y Xilano en hemicelulosa (Zhu, Hao, & Zhang, 2018). Por lo que, la ausencia de esta banda en el espectro de BH puede indicar la eliminación de estos componentes (agua, lignina y hemicelulosa), por acción de los tratamientos aplicados.

En la región de huella dactilar ($1500\text{-}400\text{ cm}^{-1}$), se evidencia una disminución en el espectro BH en los picos 1422 , 1375 y 1318 cm^{-1} relacionados con las vibraciones de estiramiento -CH o de flexión -CH₂ de hemicelulosa, lignina, y ceras (Adel et al., 2011; Debabrata et al., 2018; Hemmati et al., 2018; Tibolla et al., 2018; Zhu et al., 2018). También, se puede observar disminución en la banda 1240 cm^{-1} que indica vibraciones típicas del enlace C-O-C de éter aromático en lignina (Sergio A. Ovalle-Serrano et al., 2018) y de la banda 775 atribuable al estiramiento C-H de la lignina (Tibolla et al., 2018). De igual forma, se pueden observar picos característicos de la celulosa, como el de 1160 cm^{-1} (Debabrata et al., 2018; Fan et al., 2012; Zhu et al., 2018), 1029 cm^{-1} relacionado a las vibraciones esqueléticas del anillo de piranosa C-O-C (enlace glucosídico) y el pico 898 cm^{-1} del enlaces β -glucosídicos (Bano & Negi, 2017; Debabrata et al., 2018; Sergio A. Ovalle-Serrano et al., 2018).

Según lo observado en los espectros de la figura 5-4 y en la mayoría de los picos analizados, se puede inferir que los tratamientos aplicados fueron efectivos para reducir el contenido de hemicelulosa y lignina, sin embargo, en el espectro BH quedaron presentes algunos picos característicos de estos componentes (1731 y 1466 cm^{-1}), lo cual, ha sido reportado por otros investigadores y atribuido a la fuerte unión entre componentes de hemicelulosa y celulosa (Hoyos, Zuluaga, Gañán, Pique, & Vazquez, 2019), la alta resistencia al ataque químico de enlaces C-C y grupos aromáticos de la lignina (Gómez et al., 2012) y la alta temperatura de degradación de estos componentes, hemicelulosa entre 180 y 350°C y lignina entre 250 y 500°C (Jayamani et al., 2020; Poletto et al., 2014).

- Índice de cristalinidad.

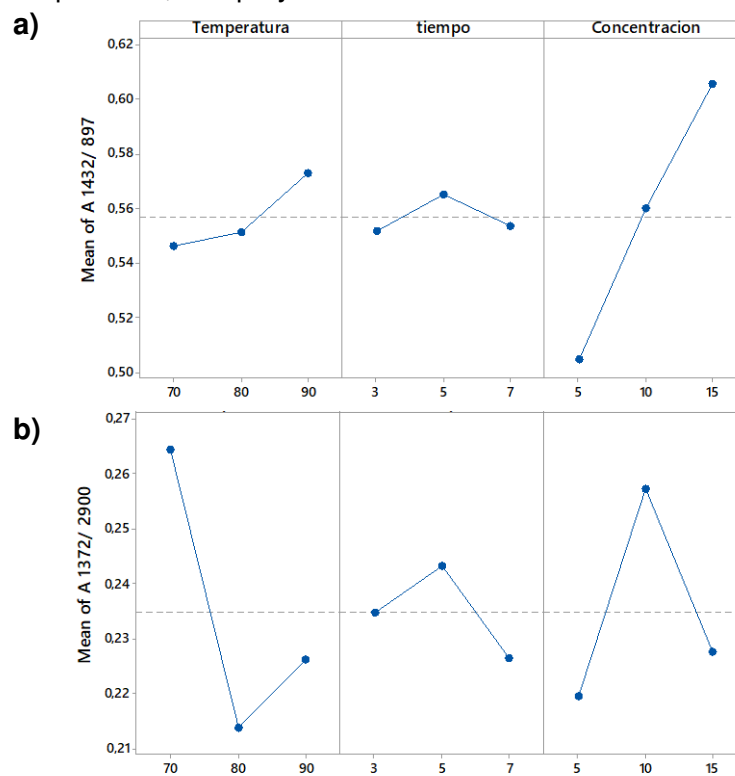
La región comprendida entre 1500 y 850 cm^{-1} brinda información importante sobre la estructura ordenada y cristalina de los materiales celulósicos (Kumar, Negi, Choudhary, & Bhardwaj, 2014). La relación de absorbancia entre las bandas 1432/897 representa el índice de cristalinidad lateral (LOI) o empírica y se correlaciona con el grado general de orden en la celulosa, mientras que la relación 1371/2900 se relaciona con el grado o índice de cristalinidad total (TCI) (Bano & Negi, 2017; F. Carrillo et al., 2004; I. Carrillo et al., 2018; Debabrata et al., 2018).

En el anexo A (Tabla A-8) se presentan los resultados obtenidos de cada tratamiento evidenciando que la cristalinidad LOI varió entre 0.78 y 0.42 y la TCI entre 0.12 y 0.35, siendo mayor LOI en relación a TCI, lo que era de esperar, debido a una mayor absorbancia a 2900 cm^{-1} (banda de absorción amorfa), comparada con la banda 1371 cm^{-1} y de la banda 897 cm^{-1} (banda característica de la celulosa amorfa), en relación a 1432 cm^{-1} (banda de cristalinidad) (I. Carrillo et al., 2018; Dayal et al., 2013), lo cual indica que la celulosa obtenida del bagazo de fique tiene un mayor carácter amorfo que cristalino. Otros investigadores también han reportado mayores valores para LOI en relación a TCI para celulosa obtenida de diferentes fuentes (Bano & Negi, 2017; Corgié et al., 2011; Khai, Nhan, & Hoanh, 2017; Kruer-Zerhusen, Cantero-Tubilla, & Wilson, 2018).

En la figura 7-5 se representa la variación de la cristalinidad respecto a los factores evaluados. La figura 7-5 a) muestra que los factores temperatura y concentración tienen gran influencia en la cristalinidad lateral (1432/897) indicando que a mayor temperatura y concentración de ácido mayor orden en la estructura cristalina de la celulosa, mientras, el índice de cristalinidad total (1371/2900) no presenta una tendencia clara (Figura 7-5 b). Lo anterior puede ser debido, al efecto de los pretratamientos químicos, que posiblemente alteraron el orden de la estructura en cierta medida (Kumar et al., 2014). Se ha reportado que durante el tratamiento con NaOH, se produce una degradación de los enlaces de hidrógeno entre las cadenas celulósicas, ya que este penetra e hincha las fibras de celulosa, provocando la descristalización y cambio de celulosa I a celulosa II (I. Carrillo et al., 2018).

La variación en el índice de cristalinidad, también puede ser atribuido, a que dependiendo de la fuente de celulosa esta presenta diversidad estructural y morfológica, con fibrillas de tamaño, diámetro, grado de polimerización y estado cristalino variable (Corgié et al., 2011) y el bagazo es una mezcla de corteza, cutícula y fibras de diferentes tamaños, con variado contenido de celulosa, hemicelulosa y lignina (Sergio A. Ovalle-Serrano et al., 2018), lo cual, pudo haber influido en la variación del índice de cristalinidad.

Figura 7-5: Índice de cristalinidad del bagazo de fique obtenido por la relación de absorbancia de las bandas FTIR a) Lateral (1432/897) y b) total (1372/2900), con respecto a los factores temperatura, tiempo y concentración

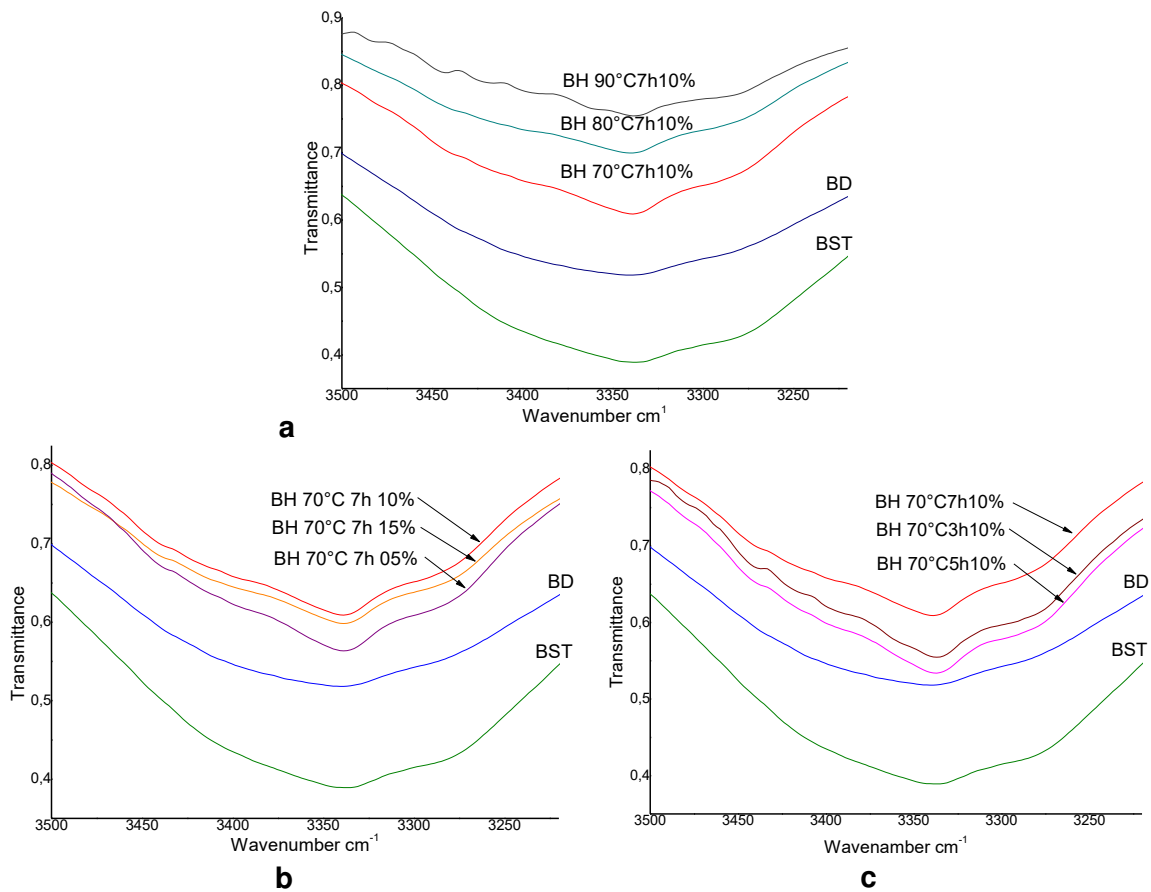


- Enlaces de hidrógeno intramoleculares e intermoleculares.

Se ha reportado que la banda ancha entre 3000 y 3600 cm^{-1} , correspondiente al grupo OH, proporciona información considerable relacionada con el enlace de hidrógeno y juega un papel importante para describir la naturaleza cristalina y determinar las propiedades mecánicas de los materiales celulósicos (Bano & Negi, 2017; Ciolacu et al., 2010; Trache et al., 2016). En la Figura 7-6 se puede apreciar como se ve afectado el valor de transmitancia y el comportamiento de la banda OH por efecto de los pretratamientos y de

la temperatura, tiempo y concentración de ácido en el proceso de hidrólisis del bagazo de fique.

Figura 7-6: Espectros FTIR de la región OH del bagazo de fique sin tratamiento químico (BST), deslignificado y blanqueado (BD), e hidrolizado (BH). a) Variación de temperatura, b) concentración y c) tiempo.



Al mejorar la resolución de los espectros en dicha banda OH (3000-3600 cm⁻¹) por deconvolución se encontraron principalmente 3 picos relacionados con la estructura cristalina de la celulosa, el primero entre 3410 y 3460 cm⁻¹, el segundo entre 3340 y 3375 cm⁻¹, que corresponden a los enlaces intramoleculares de O (2) H...O (6) y O (3) H...O (5) y un tercer pico entre 3230 y 3310 cm⁻¹ atribuible a los enlaces de hidrógeno intermoleculares de O (6) H...O (3) (Ciolacu et al., 2010; Dayal et al., 2013; Fan et al., 2012; Poletto et al., 2014). Encontrando que la energía de los enlaces intramoleculares varió entre 2,30 y 2,44 KJ para los enlaces O (2) H...O (6) y entre 4,08 y 4,19 KJ para los enlaces

O (3) H...O (5) y en los enlaces intermoleculares, O (6) H...O (3), entre 4,89 y 5,05 KJ, resultados similares han sido reportados por Bano y Negi (2017) para nonocristales de celulosa extraídos de cáscara de cacahuate y por Ciolacu et al. (2010) para celulosa de algodón, abeto y linters de celulosa.

Según el análisis de varianza (Anexo A), los factores en estudio tuvieron influencia sobre la variación de la energía de los enlaces de hidrógeno, lo cual indica que la estructura cristalina y ordenada de la celulosa sufrió cambios por efecto de los tratamientos en el proceso de hidrólisis ácida. Sin embargo, al igual que en el índice de cristalinidad no se evidenció una tendencia clara, en cuanto al aumento o disminución de la energía de los enlaces de hidrógeno por efecto de los factores, temperatura, tiempo y concentración.

Lo anterior, puede ser debido entre otras cosas, a que el FTIR aplicado a la celulosa ha sido más empleado en estudios cualitativos, que en cuantitativos, ya que en estos últimos se puede tener mayor variabilidad entre las mediciones generalmente por la preparación de la muestra, el ruido ambiental y la calibración del espectro (Corgié et al., 2011). Especialmente para el cálculo y análisis del índice de cristalinidad es recomendada la técnica de Espectroscopia Infrarroja por Transformadas de Fourier de alto rendimiento (HTS FTIR), debido a que es una técnica mucho más especializada (Kruer-Zerhusen et al., 2018). Sin embargo, es importante rescatar que en todos los tratamientos analizados se encontró la presencia de los enlaces de hidrógeno inter e intra moleculares característicos de la celulosa.

7.1.3 Color

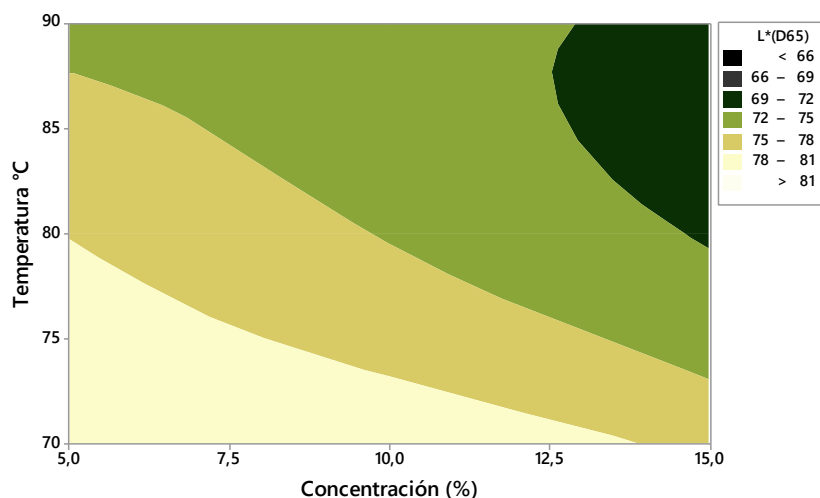
En el anexo A (Tabla A-14) se presentan los resultados de la medición de las coordenadas de color de BH, en el que se puede identificar que la claridad (L^*) varió entre 68,43 y 80,57, acercándose al color blanco (100), a^* entre 0,07 y 3,62 valores positivos que indican color rojo de baja intensidad, b^* entre 14,18 y 21,04, valores positivos que indican color amarillo, C^* entre 14,20 y 21,25, indicando baja saturación de color (colores apagados) y el ángulo de tono h° entre 79,98 y 92,96, lo cual indica color amarillo en el círculo cromático de color (90°) (Hamdi, Nasri, Li, & Nasri, 2019; Saeed et al., 2014; Souza et al., 2017).

Según el análisis de varianza (Anexo A) se encontró que los factores, temperatura, concentración y tiempo también presentaron efecto significativo ($p < 0,05$) sobre las

coordenadas CIEL*a*b*, siendo la temperatura y la concentración los factores de mayor influencia.

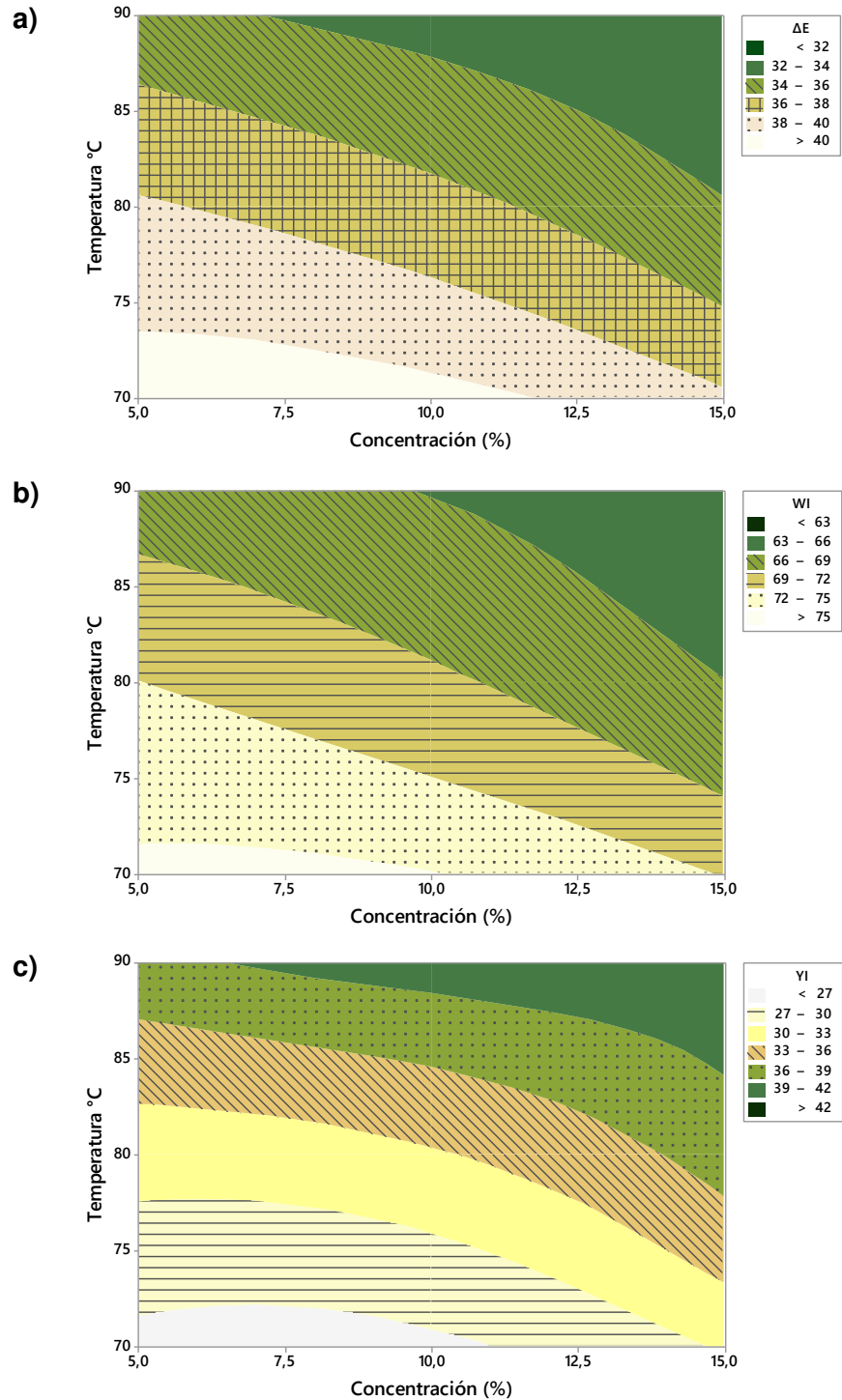
En la figura 7-7 se puede observar el comportamiento de la coordenada de color L*, donde esta variable toma valores más cercanos a 100 (color blanco) a temperatura de hidrólisis menor a 80°C y baja concentración de ácido. Lo anterior, puede ser debido a que altas temperaturas y concentraciones de ácido, en el proceso de hidrólisis, pueden disminuir el valor de L* al presentarse turbidez por la degradación de componentes, generación de elementos de carbono y oxidación de la lignina remanente en la muestra (Hemmati et al., 2018).

Figura 7-7: Variación de la claridad (L*) del bagazo de fique hidrolizado (BH) por efecto de los factores de mayor influencia del proceso de hidrólisis (temperatura (70, 80 y 90°C) y concentración (5, 10 y 15%)).



Por otra parte, se calculó la diferencia de color (ΔE), índice de blancura (WI), índice de amarillamiento (YI) y pardeamiento (BI) (Anexo A, Tabla A-20). El ΔE se determinó con base en los valores L* a* y b* medidos para cada tratamiento y los valores iniciales del BST ($L^* = 59,263 \pm 0,006$, $a^* = 1,753 \pm 0,006$, $b^* = 29,6 \pm 0,00$). En la figura 7-8 a) se representan los valores obtenidos, donde se puede observar que el bagazo de fique experimentó un ΔE entre 31,05 y 41,63, siendo mayor para los tratamientos procesados con una temperatura cercana a los 70°C y concentración de ácido entre 5 y 12%.

Figura 7-8: a) Diferencia de color (ΔE), b) Índice de blancura (WI), c) Índice de amarillamiento (YI) del bagazo de fique hidrolizado (BH) por efecto de los factores temperatura (70, 80 y 90°C) y concentración (5,10 y 15%).



El YI (Figura 7-8 c) presentó un comportamiento inverso al WI, siendo mayor a medida que aumentó la temperatura y la concentración lo cual puede ser atribuible a quemaduras sufridas por la temperatura de proceso y de secado y a la degradación de componentes por la exposición química (Pathare, Opara, & Al-Said, 2013).

7.1.4 Análisis térmico TGA y DSC

La figura 7-9 muestra las curvas TGA y DTG y la tabla 7-1 los datos tabulados del análisis térmico BST, BD y BH donde en general en la curva TGA se puede observar tres etapas de pérdida de peso, un primer cambio de peso por debajo de 150°C atribuibles a evaporización de humedad y compuestos de bajo peso molecular, una segunda pérdida de peso entre 200 y 380°C correspondiente a la degradación de la cadena celulósica que consta de varios niveles como la deshidratación, despolimerización y descomposición de unidades glucosídicas. Por último, por encima de los 380°C la descomposición del residuo carbónico en componentes de bajo peso molecular se relaciona con la tercera etapa de pérdida de peso (Bano & Negi, 2017; Sergio A. Ovalle-Serrano et al., 2018). También en las curvas TGA cerca a los 600°C se puede observar que la región de pérdida de peso total es más amplia para el BST (93,05%) con bajo contenido residual (6,95%) comparado con BD (74,31%) y BH (85,43%), lo cual es atribuible a la eliminación de estructuras amorfas (hemicelulosa y lignina) (Sergio A. Ovalle-Serrano et al., 2018).

La curva de DTG (Figura 7-9) muestra que la temperatura de degradación del BH fue más baja (308,81 °C) que la del BST (333,84°C) y más alta que la del BD (297,95 °C), lo cual puede ser debido a tamaños de partícula más pequeños expuestos a altas superficies de calor, reducción del peso molecular y degradación de los dominios amorfos de la celulosa en las muestras BH y BD en comparación con la BST (Katakojwala & Mohan, 2020; Sergio A. Ovalle-Serrano et al., 2018) y a una mayor pureza y estructura más cristalina de la celulosa en la muestra BH en comparación con la BD (Kian et al., 2020). Al final de la curva BH y BD entre 330°C y 500 °C se observa otra pérdida de peso, lo cual puede estar asociado a la degradación de la lignina que ha quedado remanente en la muestra, dado que la lignina es el material que se degrada con mayor dificultad (Sergio A. Ovalle-Serrano et al., 2018), lo cual concuerda con lo encontrado en el análisis FTIR. La lignina se degrada a temperaturas que oscilan entre 200 y 500°C (Haro, Szpunar, & Odeshi, 2018).

Figura 7-9: Curvas TGA y DTG del bagazo sin tratamiento químico (BST), deslignificado y blanqueado (BD) e hidrolizado (BH).

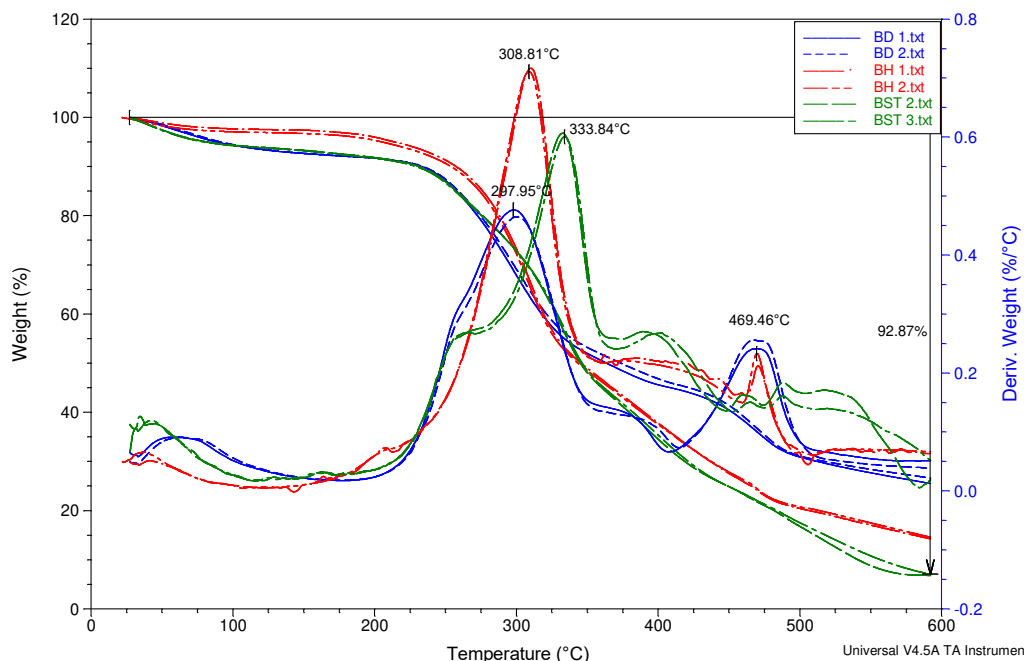


Tabla 7.1: Datos de análisis termogravimétrico TGA y DTG del bagazo de fique sin tratamiento químico (BST), deslignificado y blanqueado (BD) e Hidrolizado (BH).

Tratamiento	pérdida de peso (%)	Contenido residual (%)	Temperaturas de degradación (°C)	
			T1	T2
BST	93,05 ± 0,25 ^(a)	6,95 ± 0,25 ^(a)	333,16 ± 0,96 ^(a)	
BD	74,31 ± 0,08 ^(c)	25,69 ± 0,08 ^(c)	298,42 ± 0,67 ^(c)	470,98 ± 1,73 ^(a)
BH	85,43 ± 0,42 ^(b)	14,57 ± 0,42 ^(b)	309,33 ± 0,73 ^(b)	469,90 ± 0,61 ^(a)

Los valores se reportan como la media ± desviación estándar

Nivel de significancia estadística: letras diferentes en los superíndices de una misma columna indican diferencias significativas de acuerdo a la comparación de medias de Tukey (P < 0,05)

Por otro lado, en la curva DSC (figura 7-10) se puede observar un pico endotérmico (Tm1) entre 84 y 108°C, atribuibles a la evaporación de agua (Kian et al., 2020). El segundo pico endotérmico (Tm2) se observó entre 147 y 151°C y se atribuye a la presencia de los componentes amorfos (hemicelulosa y lignina) que ayudan a retener la humedad en los compuestos lignocelulósicos (Sergio A. Ovalle-Serrano et al., 2018) y la tercera endoterma (Tm3) presente en las muestras BD y BH se asocia a la despolimerización y

descarboxilación de la celulosa, sin embargo al no estar presente en la muestra BST también pueden ser debido al efecto de sustancias residuales que provocaron la distorsión del comportamiento de absorción del calor (Kian et al., 2020), o a la presencia de grupos hidroxilo (OH) no sustituidos que unen más moléculas de agua con una fuerte afinidad (Rasheed, Jawaid, Parveez, Zuriyati, & Khan, 2020).

Figura 7-10: Curvas DSC del bagazo de fique sin tratamiento químico (BST), deslignificado y blanqueado (BD) e Hidrolizado (BH)

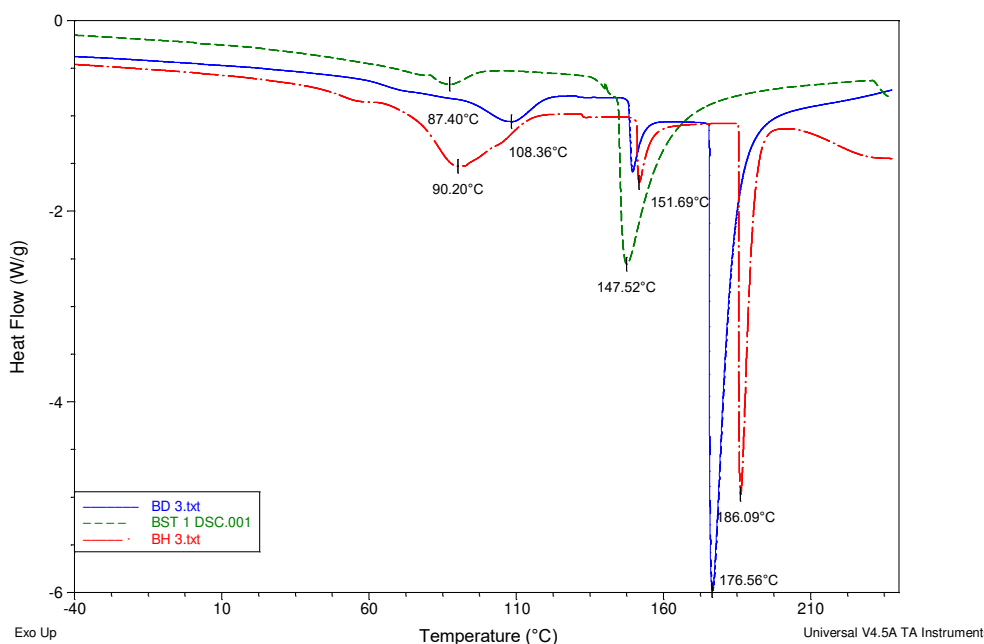


Tabla 7.2: Datos de análisis térmico DSC del bagazo de fique sin tratamiento químico (BST), deslignificado y blanqueado (BD) e Hidrolizado (BH).

Tratamiento	Pico de fusión 1		Pico de fusión 2		Pico de fusión 3	
	Tm (°C)	Entalpia (J/g)	Tm (°C)	Entalpia (J/g)	Tm (°C)	Entalpia (J/g)
BST	88,52 ± 0,45 ^(b)	5,10 ± 0,22	151,14 ± 5,30 ^(a)	165,30 ± 30,10		
	108,83 ± 0,10 ^(a)	12,24 ± 0,59	151,06 ± 2,50 ^(a)	179,65 ± 0,63	177,88 ± 1,87 ^(a)	73,01 ± 27,84
BD	89,61 ± 0,18 ^(b)	44,19 ± 0,22	152,77 ± 1,63 ^(a)	6,83 ± 0,60	192,84 ± 9,54 ^(a)	38,89 ± 5,47

Los valores se reportan como la media ± desviación estándar

Nivel de significancia estadística: letras diferentes en los superíndices de una misma columna indican diferencias significativas de acuerdo a la comparación de medias de Tukey (P < 0,05)

Las temperaturas máximas de fusión (T_m) DSC fueron mucho más bajas que las temperaturas máximas de degradación TGA, debido a los diferentes parámetros de la prueba ya que las temperaturas DSC indican la energía absorbida adecuada para llevar a cabo el proceso de descomposición de la muestra y las temperaturas TGA representan el final de la degradación térmica de la misma (Kian et al., 2020).

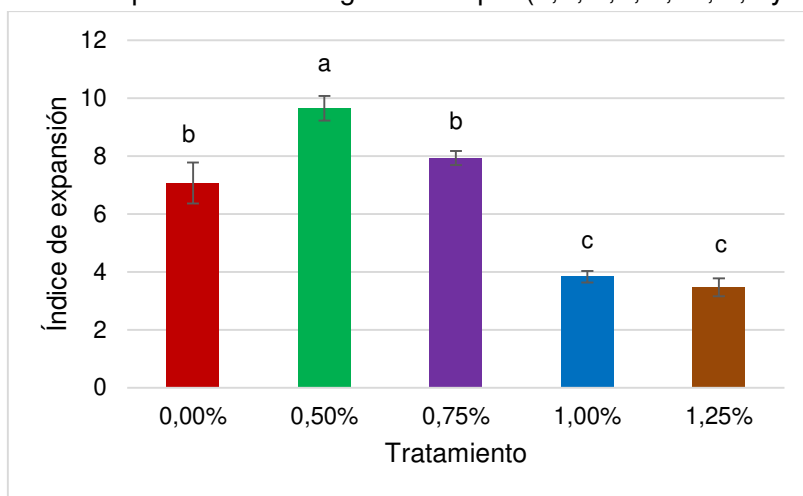
7.2 Evaluación del efecto de la incorporación de micropartículas de bagazo de fique sobre las propiedades físicas, térmicas y químicas de material espumado obtenido mediante proceso de extrusión a partir de almidón de yuca.

7.2.1 Índice de expansión

El índice de expansión fue afectado significativamente por la concentración de micropartículas de bagazo de fique (Anexo B, tabla B- 2). En la figura 7-11 se puede observar que una concentración de 0,5% y 0,75% de micropartículas aumentó el índice de expansión, mientras concentraciones de 1% y 1,25% disminuyeron el índice de expansión en relación con la espuma sin micropartículas (control). Los valores de índice de expansión de los tratamientos 0,0%, 0,50% y 0,75% son mayores a los reportados por Kaisangsri et al. (2019) para espumas de almidón de yuca con fibra de celulosa obtenidas por extrusión (3,0 - 5,5). De igual forma los valores de índice de expansión de los tratamientos 0,50% y 0,75% son mayores a los reportado por Delgado et al. (2016) para espumas elaboradas a partir de almidón termoplástico de yuca (4,468 – 7,769) y por Lucio-Idrobo et al. (2021) para espumas obtenidas a partir de almidón y harina de yuca por extrusión de tornillo simple (4,73 - 6,89).

El aumento en el índice de expansión en los tratamientos 0,5% y 0,75% puede ser debido a que bajas cantidades de fibra pueden actuar como un agente nucleante, aumentando el número de celdas y proporcionando una mayor expansión, mientras que, grandes cantidades de fibra pueden afectar la integridad estructural del espumado al romper la pared de las celdas de aire, lo que resulta en la reducción de la relación de expansión (Kaisangsri et al., 2019). Esta podría ser la razón de la disminución de la expansión en los tratamientos 1,0 y 1,25%.

Figura 7-11: índice de expansión radial del material espumado en función a la concentración de micropartículas de bagazo de fique (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25%).

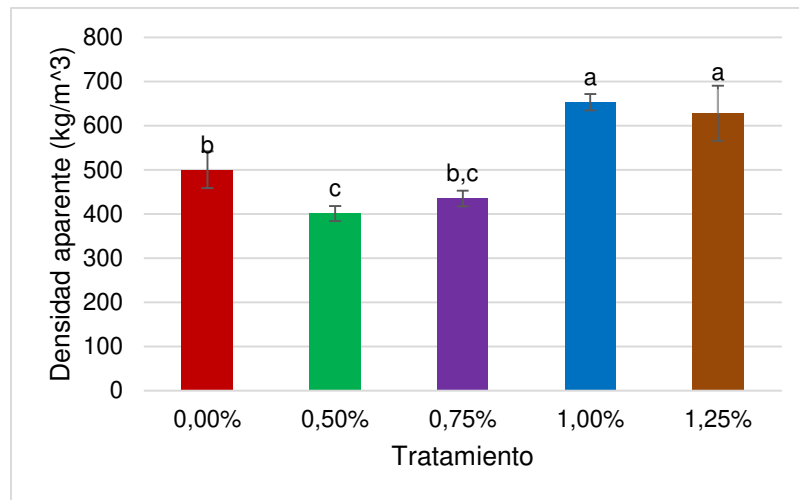


7.2.2 Densidad

La densidad es una propiedad inversamente proporcional a la capacidad de expansión de las espumas y es una de las propiedades más importantes para la aplicabilidad funcional de estas (Pornsuksomboon et al., 2016). La densidad aparente figura 7-12 presentó una variación significativa entre los tratamientos y un comportamiento opuesto al índice de expansión, evidenciándose un mayor valor de densidad para los tratamientos 1,00% y 1,25%, tratamientos que presentaron el menor índice de expansión (Figura 7-11).

Los valores de densidad aparente son menores a los reportado por Ghanbari et al. (2018) para espumas obtenidas por extrusión y moldeo por compresión a partir de almidón de maíz con un contenido de nanopartículas de 0,0; 0,5; 1,0 y 1,5% (1184 – 993 kg/m³). Las densidades de los tratamientos 0,0, 0,5 y 0,75% están dentro del rango reportado por Xie et al. (2018) (405-605 kg/m³) para espumas elaboradas a partir de almidón termoplástico de maíz y fibra de sisal por proceso de moldeo por compresión y horneado. De igual forma las densidades de los tratamientos 0,50% y 0,75% son menores a las reportadas por Nansú et al. (2019) para espumas compuestas de almidón de yuca, alcohol polivinílico y fibra de residuo de coco (0, 2, 4, 6 y 8% p/p) por moldeo por compresión (480-760 kg/m³) y a las reportadas por Delgado et al. (2016) para espumas elaboradas a partir de almidón termoplástico de yuca por extrusión de tonillo simple (473 – 673 kg/m³).

Figura 7-12: Densidad aparente del material espumado en función a la concentración de micropartículas de bagazo de fique (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25%).



El aumento del índice de expansión y disminución de la densidad en los tratamientos 0,5 y 0,75 % puede ser debido a una mejor distribución de las micropartículas de bagazo de fique en el material compuesto, generando una mayor porosidad del mismo (Nansu et al., 2019).

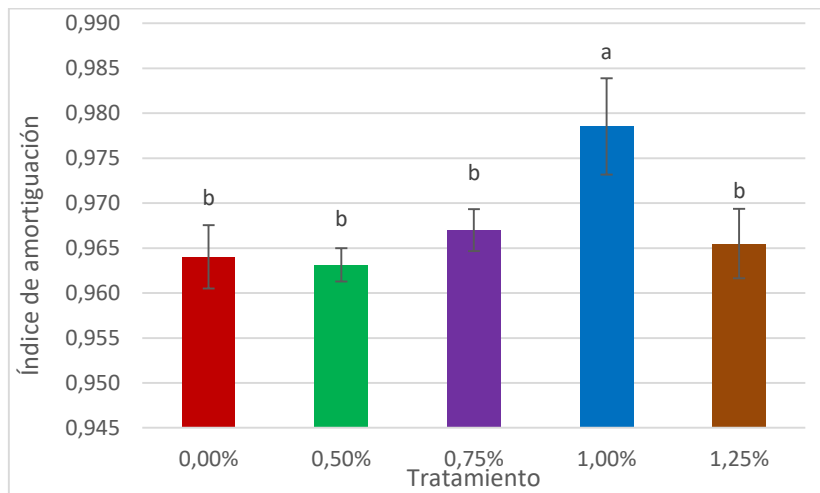
7.2.3 Índice de amortiguación y compresibilidad

El hecho de obtener espumas con diferente índice de expansión y densidad en función al contenido de micropartículas de bagazo de fique, afectó también las propiedades mecánicas sobre todo la de compresibilidad (Figura 7-14), obteniéndose una mayor resistencia a la compresión en las espumas con densidades más altas. Resultados similares han sido reportados por otros investigadores (Lopez-Gil et al., 2015).

El índice de amortiguación presentó una variación entre 0,963 y 0,979 (figura 7-13), sin embargo según el análisis estadístico la diferencia entre los tratamientos no es significativa ($P > 0,05$), a excepción del tratamiento 1,0%. Los valores de índice de amortiguación son cercanos a uno, lo cual significa que el material tiene la capacidad de recuperar prácticamente el 100% de su forma original, comportándose como un cuerpo perfectamente elástico (Alban et al., 2016).

Los valores de índice de amortiguación son mayores a los reportados por Albán et al., (2016) para espumas elaboradas a partir de almidón termoplástico de yuca (0,931-0,957).

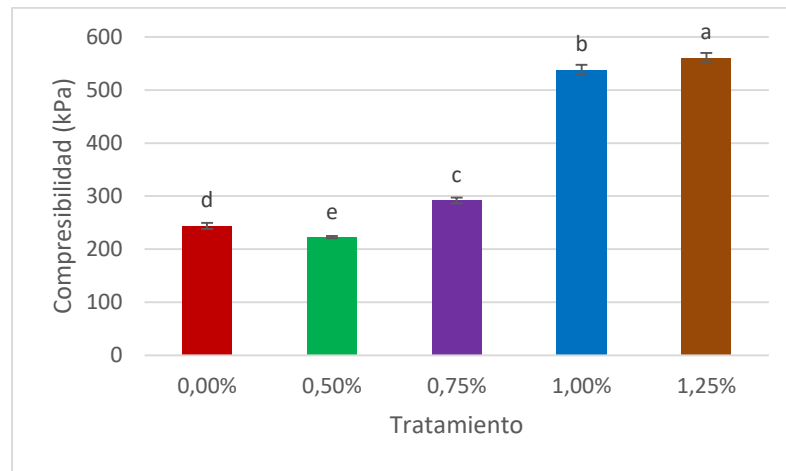
Figura 7-13: Índice de amortiguación del material espumado en función de la concentración de micropartículas de bagazo de fique (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25%).



Por otra parte, los valores de compresibilidad presentaron una variación significativa entre 222 y 560 kPa (Figura 7-14), siendo el tratamiento 0,5% el que presentó el menor valor, seguido del tratamiento control (243 kPa), tratamiento 0,75% (291 kPa), 1,0% (538 kPa) y 1,25% (560 kPa), Sin embargo, “comercialmente se prefieren espumas con baja compresibilidad puesto que un valor alto indica que se tiene un material rígido, fácil de romper, el cual pierde fácilmente su capacidad de amortiguación” (Alban et al., 2016). Los valores obtenidos son menores a los reportados por Lucio-Idrobo (2021) para espumas elaboradas a base de harina y almidón de yuca por extrusión de tornillo simple (4700-11680 kPa) y a los reportados por Zhang et al. (2017) (5890-7550 kPa) para espumas obtenidas a partir de almidón termoplástico (nativo y oxidado) y fibra de sisal por proceso de moldeo por termocavidad, de igual forma son menores a los reportados por Xie et al. (2018) (810-1560 kPa) para espumas elaboradas a partir de almidón termoplástico de maíz y fibra de sisal por proceso de moldeo por compresión y horneado.

Los valores de compresibilidad del tratamiento 0,75% (291 kPa) son cercanos a los reportados por Xie et al. (2018) para EPS (280 kPa), lo cual indica que este tratamiento es el que tiene mayor potencial para sustituir el EPS comparado con los otros tratamientos en estudio.

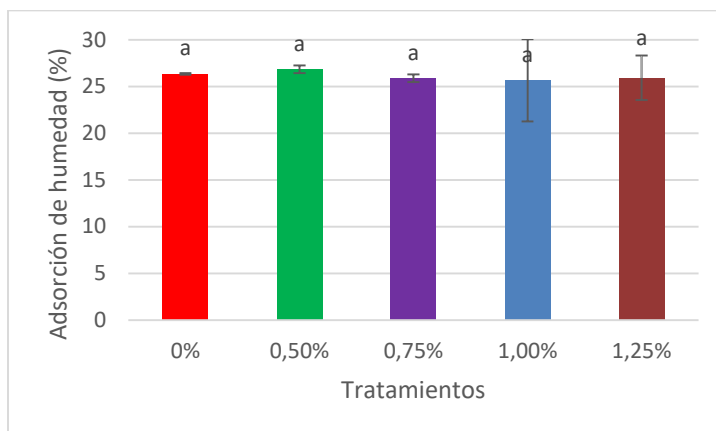
Figura 7-14: Compresibilidad (kPa) del material espumado en función de la concentración de micropartículas de bagazo de fique (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %).



7.2.4 Adsorción de agua

En la figura 7-15 se presenta los valores de adsorción de agua donde se puede observar que los promedios variaron entre 25,67 y 26,83% siendo menor para el tratamiento 0,75%, sin embargo, según el análisis estadístico las diferencias entre los tratamientos no es significativa ($P > 0,05$), lo cual sugiere que la incorporación de micropartículas de bagazo de fique no alteró en gran medida la disponibilidad de grupos hidroxilos libres del almidón, manteniéndose la sensibilidad de las espumas al vapor de agua (Pornsuksomboon et al., 2016), lo anterior puede deberse a la baja relación en la formulación entre las micropartículas con respecto al almidón, ya que se ha reportado que las fibras naturales tienen menor capacidad de adsorción de agua, disminuyen esta propiedad en los compuestos a base de almidón (Bénézet et al., 2012).

Figura 7-15: Adsorción de agua (%) del material espumado en función de la concentración de micropartículas de bagazo de fique (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %).



7.2.5 Absorción de agua

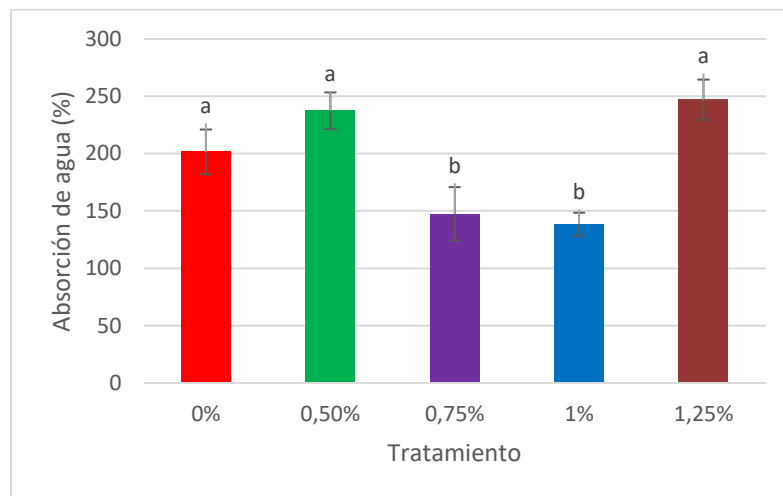
La absorción de agua es una propiedad que influye en gran medida en las propiedades mecánicas y la estabilidad dimensional de los materiales biodegradables, además tiene gran importancia para el uso futuro de estos materiales (Bergel et al., 2018).

En la figura 7-16 se puede observar el comportamiento de los tratamientos frente a la absorción de agua, donde se puede identificar que los tratamientos 0,75 y 1,0% de concentración de micropartículas de bagazo de fique presentaron una reducción significativa en el porcentaje de absorción de agua comparado con el tratamiento control (espuma sin micropartículas) y tratamientos 0,5 y 1,25%, lo cual puede ser debido a una morfología celular más adecuada (tamaño, distribución y densidad de los poros) (Moo-Tun, Iñiguez-Covarrubias, & Valadez-Gonzalez, 2020) y una mejor interacción y formación de la red de enlaces de hidrógeno entre los diferentes carbohidratos, almidón termoplástico, poliéster y celulosa de las micro partículas de bagazo de fique (Polat, Uslu, Aygün, & Certel, 2013), lo cual puede haber disminuido la cantidad de grupos OH disponibles para unirse con el agua (Machado, Benelli, & Tessaro, 2019).

Los resultados de absorción de agua están dentro del rango reportado por Machado et al. (2019) para espumas compuestas de almidón de yuca, piel de maní y glicerol obtenidas mediante proceso de expansión térmica, expuestas al agua durante 30 min (50-300 %) y los valores de los tratamientos 0,75% (147,36%) y 1,0% (138,32%) están dentro del rango reportado por Engel et al. (2019) para espumas a base de almidón de yuca con residuos de uva elaboradas por expansión térmica y expuestas al agua durante 30 min (62 - 162%), sin embargo, se debe tener en cuenta que en los materiales espumados el porcentaje de

absorción de agua incrementa en función del tiempo (de Carvalho, Bilck, Yamashita, & Mali, 2018; Yudanto & Diponegoro, 2020), y que en el presente estudio el tiempo de inmersión en agua fue de 60 min (2h).

Figura 7-16: Absorción de agua (%) del material espumado en función de la concentración de micropartículas de bagazo de fique (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %).

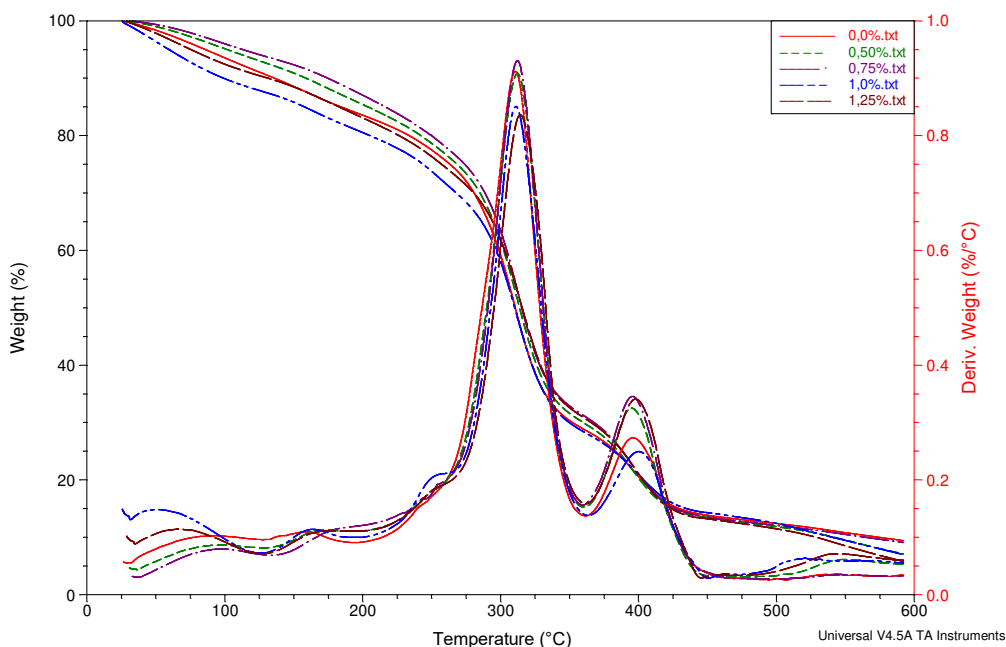


7.2.6 Análisis termogravimétrico (TGA)

En la figura 7-17 se ilustra los termogramas del material espumado con diferentes porcentajes de inclusión de micropartículas (0, 0,5 0,75 1,0 y 1,25%), donde se puede observar que el rendimiento de la curva de descomposición es bastante similar para todos los tratamientos y no difiere mucho de la curva control (espuma sin micropartículas). La figura 7-17 muestra principalmente tres etapas de degradación térmica para cada una de las muestras. La primera etapa (20-200°C) implica la degradación debido a la pérdida de humedad por evaporación del agua libre, débilmente unida y absorbida por la superficie de las espumas (Cruz-Tirado, Siche, et al., 2017). A partir de la curva TGA se puede observar la segunda etapa de degradación, con temperaturas por encima de 250 °C, correspondiente a la descomposición térmica de los compuestos TPS, celulosa de las micropartículas de bagazo de fique y demás compuestos de la espuma, obteniéndose dos picos uno alrededor de los 310 °C y el otro a 395 °C. Se ha reportado que la degradación térmica de la celulosa ocurre entre 290 y 360 °C y la fracción de lignina entre 280 y 500°C (Machado et al., 2020).

Finalmente, en la tercera etapa entre 450 y 600°C finaliza la degradación completa de todos los componentes de la espuma quedando los residuos. Evidenciándose que el aumento en el porcentaje de micropartículas de bagazo de fique en la espuma, incremento la pérdida de peso y disminuyó el contenido residual, siendo este mayor para la espuma control (9,3%) (Tabla 7-2), lo cual puede ser debido a interacciones más débiles entre los componentes de la mezcla (Cruz-Tirado, Siche, et al., 2017), sin embargo las diferencias no son significativas.

Figura 7-17: Curva TGA y DTG del material espumado con diferentes concentraciones (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %) de micropartículas de bagazo de fique.



La degradación de los materiales espumados ocurre entre los 250 y 450°C, según la curva TGA (Figura 7-17), presentándose variaciones significativas entre las temperaturas de degradación entre los tratamientos (Tabla 7-3), siendo la temperatura de degradación (T1) de 310 °C para la espuma control y de 313°C para la espuma con un contenido de 1,5% de micropartículas de bagazo de fique. Para el caso de la temperatura (T2), los tratamientos 1,0 y 1,25% presentaron un aumento y los tratamientos 0,5 y 0,75% una disminución de la temperatura de degradación con respecto al tratamiento control (0,0%), lo cual puede ser debido a la porosidad y densidad de los tratamientos. Temperaturas de degradación

altas indican una mayor estabilidad térmica del material (Ghanbari et al., 2018; Polat et al., 2013).

Tabla 7.3: Análisis termogravimétrico (TGA y DTG) del material espumado con diferentes concentraciones (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %) de inclusión de micropartículas de bagazo de fique.

Tratamiento	Pérdida de peso (%)	Contenido residual (%)	Temperaturas de degradación °C	
			T1	T2
0,00%	90,66 ± 0,11 ^(a)	9,39 ± 0,11 ^(a)	310,40 ± 0,00 ^(d)	395,88 ± 0,11 ^(a,b)
0,50%	93,01 ± 0,16 ^(a)	6,99 ± 0,15 ^(a)	312,14 ± 0,15 ^(b)	394,54 ± 0,08 ^(a,b)
0,75%	91,74 ± 1,22 ^(a)	8,26 ± 1,22 ^(a)	311,67 ± 0,34 ^(b,c)	395,33 ± 0,25 ^(a,b)
1,00%	91,00 ± 2,53 ^(a)	9,00 ± 2,53 ^(a)	310,76 ± 0,31 ^(c,d)	399,50 ± 0,31 ^(a)
1,25%	93,88 ± 0,43 ^(a)	6,11 ± 0,43 ^(a)	313,89 ± 0,24 ^(a)	396,85 ± 1,59 ^(a,b)

Los valores se reportan como la media ± desviación estándar.

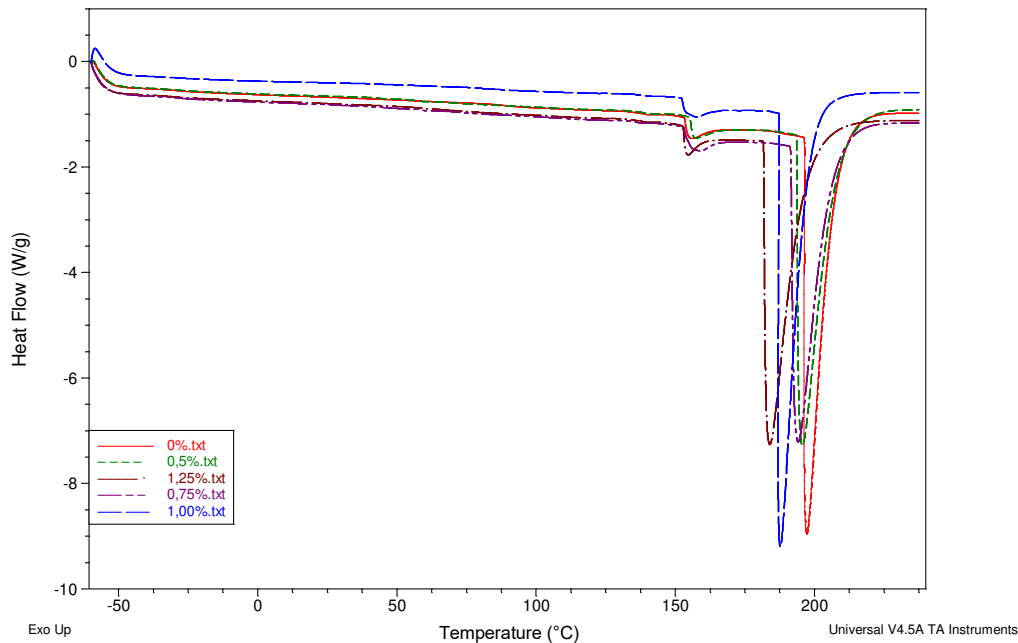
Nivel de significancia estadística: letras diferentes en los superíndices de una misma columna indican diferencias significativas de acuerdo a la comparación de medias de Tukey (P < 0,05)

7.2.7 Calorimetría de Barrido Diferencial – DSC

Los termogramas DSC de las espumas con diferentes contenidos de micropartículas de bagazo de fique se presentan en la figura 7-18, donde se pueden observar principalmente dos picos endotérmicos relacionados con las formas cristalinas de las espumas. El primer pico (Tm1) asociado a la fusión cristalina principalmente del almidón de yuca, el cual varió entre 153 y 156°C (tabla 7-4), siendo mayor para el tratamiento 0,5% (156°C), seguido de la espuma control 0% (155°C) y menor para los demás tratamientos, sin embargo, la diferencia entre la Tm1 de los tratamientos no es significativa (Anexo B, Tabla B-14). Valores de Tm1 cercanos a los reportados por Polat et al. (2013) para espumas de almidón de yuca (162°C).

El segundo pico (Tm2) asociado a la fusión cristalina de los demás componentes de la espuma como el poliéster y el bagazo hidrolizado de fique (199 °C), presentó disminución en la temperatura de fusión con la incorporación de las micropartículas de bagazo de fique, siendo mayor para la espuma control (194°C) y menor para la espuma con contenido de 1,5% de bagazo de fique (185°C), no obstante, al igual que en la Tm1 las diferencias no son significativas. Otros autores también han reportado disminución en la temperatura de fusión (Tm) y aumento de la entalpia a medida que aumentaron el contenido de material lignocelulósico (Machado et al., 2020).

Figura 7-18: Curva DSC del material espumado con diferentes concentraciones (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %) de micropartículas de bagazo de fique.



La disminución no significativa de la temperatura de fusión (T_m2) de las espumas puede estar asociada con la reducción de las interacciones intermoleculares entre las cadenas de almidón y el poliéster biodegradable, como se observa en los espectros FTIR, debido posiblemente a la formación de interacciones interfaciales con las micropartículas de bagazo de fique, lo que hizo que se necesitara una mayor energía (entalpía) para alcanzar el estado fundido (Machado et al., 2020).

Tabla 7.4: Análisis térmico DSC del material espumado con diferentes concentraciones (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %) de micropartículas de bagazo de fique.

Tratamiento	Pico de fusión 1		Pico de fusión 2	
	T_m (°C)	Entalpía (J/g)	T_m (°C)	Entalpía (J/g)
0%	155,27 ± 0,34 ^(a)	5,82 ± 0,64	194,04 ± 4,51 ^(a)	165,30 ± 8,91
0,50%	156,78 ± 0,01 ^(a)	4,37 ± 1,66	191,16 ± 6,26 ^(a)	179,65 ± 5,16
0,75%	153,61 ± 3,46 ^(a)	5,83 ± 2,27	191,05 ± 4,21 ^(a)	175,4 ± 7,21
1,00%	154,39 ± 0,45 ^(a)	5,02 ± 1,27	187,30 ± 0,42 ^(a)	170,15 ± 0,21
1,25%	153,62 ± 0,60 ^(a)	5,47 ± 1,07	185,74 ± 2,69 ^(a)	166,1 ± 6,08

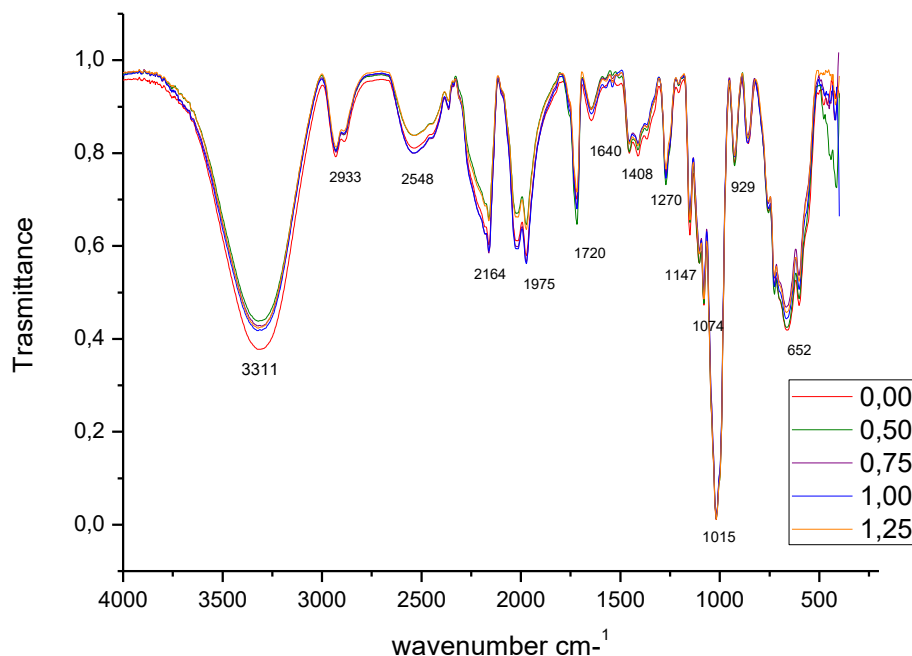
Los valores se reportan como la media ± desviación estándar

Nivel de significancia estadística: letras diferentes en los superíndices de una misma columna indican diferencias significativas de acuerdo a la comparación de medias de Tukey ($P < 0,05$)

7.2.8 Espectroscopia FTIR

La interacción química entre polímeros y aditivos puede investigarse mediante los cambios de las bandas características de los espectros FTIR, debido a la interacción de los enlaces de hidrógeno (Machado et al., 2020). En la figura 7-19 se presenta el comportamiento de los espectros FTIR, donde se puede observar un comportamiento similar de todos los tratamientos con respecto al control (espuma sin micropartículas), lo cual indica que en general los cambios en los grupos funcionales de la espuma no son tan drásticos al variar el contenido de micropartículas de bagazo de fique. Sin embargo, entre $3000\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ se observa una reducción significativa ($P < 0,05$) en la transmitancia de la banda OH de los tratamientos (0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %) con respecto al control (tratamiento 0%), lo que puede ser atribuible a la sustitución de grupos hidroxilos de la cadena de almidón (Bergel et al., 2018), por efecto de la incorporación de las micropartículas de bagazo de fique.

Figura 7-19: Espectro FTIR de la espuma con diferentes concentraciones (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %) de micropartículas de bagazo de fique.



8. Conclusiones y recomendaciones

8.1 Conclusiones

El bagazo de fique puede valorizarse mediante la extracción de micropartículas y la incorporación de estas en materiales espumados a base de almidón, lo cual permite obtener mejores propiedades del material espumado. Por lo tanto, las micropartículas de bagazo de fique son un componente importante para el desarrollo y producción de materiales biodegradables que tengan como finalidad la sustitución de materiales de origen petroquímico y además, para agregar valor a los residuos agroindustriales.

Se comprobó que la concentración de ácido, la temperatura y el tiempo de hidrólisis afectan las propiedades morfológicas, químicas y térmicas del bagazo de fique, siendo la concentración de ácido y temperatura los factores de mayor influencia. Por lo tanto, se aportó evidencia a la primera hipótesis de investigación planteada en este proyecto, logrando establecer las condiciones del proceso de hidrólisis ácida (concentración de ácido 10%, temperatura 70°C y tiempo 7h) que permiten obtener el menor tamaño de partícula de bagazo de fique (área 61,69 μm^2 y diámetro entre 5,29 y 8,73 μm). Este tamaño de partícula es adecuado para interactuar con las moléculas de amilosa y amilopectina y de esa forma reforzar la estructura y propiedades de materiales poliméricos a base de almidón.

Mediante el análisis FTIR se identificó la eliminación de componentes no celulósicos de las partículas de bagazo de fique y la presencia de grupos funcionales y enlaces de hidrógeno inter e intramoleculares característicos de la celulosa, también se identificó que dicha celulosa presentó un mayor carácter amorfo que cristalino, debido a una mayor relación LOI (0,42 - 0,78) con respecto a TCI (0,12 - 0,35).

Las coordenadas de color CIE Lab indicaron mayor cambio en la claridad, diferencia de color e índice de blancura a temperaturas iguales o cercanas a los 70°C y concentraciones de ácido entre 5 y 10 %, lo cual indica mayor eliminación de componentes no celulósicos,

mientras el índice de amarillamiento fue mayor a medida que aumento la concentración y la temperatura indicando degradación de componentes por la exposición química y térmica.

Mediante TGA y DTG se evidenció la eliminación de estructuras amorfas (hemicelulosa y lignina), debido a una mayor pérdida de peso y temperatura de degradación del BST con respecto BH y mediante DSC se identificaron picos endotérmicos relacionados con la fusión de la celulosa.

La concentración de macropartículas de bagazo de fique (0,0; 0,5; 0,75; 1,0 y 1,25 %) afecto de forma significativa ($P < 0,05$) las propiedades de índice de expansión, densidad, índice de amortiguación, resistencia a la compresibilidad, absorción de agua, temperatura de degradación (DTG) y grupo OH (FTIR), mientras que las propiedades de adsorción al vapor de agua, pérdida de peso (TGA) y temperaturas de fusión (DSC) del material espumado a base de almidón de yuca no presentaron afectación significativa, sin embargo, se aportó evidencia a la segunda hipótesis planteada en este proyecto.

La incorporación de 0,75% de micropartículas de bagazo en el material espumado a base de almidón tuvo efecto positivo sobre las propiedades físicas, con aumento significativo del índice de expansión (12,19%) y resistencia a la compresibilidad (19,68%) y reducción significativa de la densidad (12,99%) y absorción de agua (26,82%) con respecto al tratamiento control, siendo este tratamiento (0,75%) el que mostró mayor potencial para mejorar las propiedades de espumas a base de almidón.

8.2 Recomendaciones

Evaluar métodos alternativos a la hidrólisis ácida que permitan la extracción de micropartículas de bagazo de fique sin el empleo de químicos y con procesos más amigables con el medio ambiente.

Determinar el efecto del tamaño de partícula del bagazo de fique sobre las propiedades mecánicas del material espumado, mediante la evaluación de varios rangos de tamaño específicos.

Realizar un estudio de envejecimiento al material espumado con concentración de micropartículas de 0,75%, que permita evaluar si las propiedades físicas, químicas y térmicas se mantienen en el tiempo.

Ajustar la metodología de obtención de espuma con concentración de macropartículas de bagazo de fique de 0,75% por la técnica de moldeo por inyección para darle forma y una aplicación específica al material espumado.

A. Anexo: Datos y análisis estadístico de la caracterización del bagazo de fique

Tabla A-1. Datos promedio y desviación estándar de tamaño de partícula del bagazo de fique hidrolizado.

Temperatura (°C)	Factores		Área (µm ²)	Diámetro Max (µm)	Diámetro Min (µm)
	Tiempo (h)	Concentración (%)			
70	3	5	79,0548 ± 16,66	9,8910 ± 1,15	5,8249 ± 0,65
70	3	10	106,2621 ± 11,94	11,4884 ± 0,67	6,7020 ± 0,36
70	3	15	69,2838 ± 9,25	9,2412 ± 1,19	5,5997 ± 1,19
70	5	5	68,8438 ± 5,85	9,2438 ± 0,36	5,4751 ± 0,28
70	5	10	90,4116 ± 18,81	10,5871 ± 1,34	6,2711 ± 0,81
70	5	15	99,7086 ± 25,07	10,6329 ± 1,50	6,3676 ± 0,88
70	7	5	71,9672 ± 9,67	9,1019 ± 0,54	5,4222 ± 0,31
70	7	10	61,6905 ± 12,88	8,7272 ± 1,17	5,2920 ± 0,56
70	7	15	74,2209 ± 5,13	9,0331 ± 0,71	5,5334 ± 0,36
80	3	5	125,005 ± 21,03	12,0957 ± 1,30	6,9850 ± 0,62
80	3	10	98,8540 ± 26,30	10,3836 ± 1,66	5,9834 ± 0,98
80	3	15	163,4041 ± 8,33	13,6030 ± 0,69	8,2327 ± 0,28
80	5	5	104,6317 ± 13,20	10,9274 ± 0,72	6,4739 ± 0,38
80	5	10	86,3430 ± 29,1437	9,1366 ± 1,17	5,5609 ± 0,67
80	5	15	199,6376 ± 30,65	15,0990 ± 1,10	8,8966 ± 1,10
80	7	5	71,9018 ± 28,34	9,1705 ± 1,60	5,4863 ± 0,85
80	7	10	102,7801 ± 23,72	10,6045 ± 1,27	6,3615 ± 0,70
80	7	15	231,0003 ± 20,4275	16,6965 ± 0,58	9,8774 ± 0,24
90	3	5	184,7910 ± 27,41	14,7475 ± 0,72	8,5991 ± 0,55
90	3	10	196,644 ± 30,41	15,1754 ± 1,47	8,9000 ± 0,63
90	3	15	219,720 ± 26,0816	16,0698 ± 0,97	9,3589 ± 0,46
90	5	5	233,9812 ± 38,50	17,6724 ± 2,73	10,3367 ± 1,55

90	5	10	192,9332 ± 46,66	15,2454 ± 1,65	9,0047 ± 0,84
90	5	15	191,2098 ± 15,54	14,7639 ± 0,55	8,6803 ± 0,45
90	7	5	143,3213 ± 43,81	12,1784 ± 2,12	7,3622 ± 1,20
90	7	10	201,4190 ± 21,63	15,3334 ± 1,56	9,0582 ± 0,86
90	7	15	179,0023 ± 21,39	13,9315 ± 1,08	8,2364 ± 0,73

Tabla A-2. Análisis de varianza ANOVA para área de partícula del bagazo de fique hidrolizado

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Temperatura	2	174464	87231,8	148,50	0,000
Tiempo	2	3199	1599,4	2,72	0,075
Concentración	2	22782	11390,8	19,39	0,000
Temperatura*Tiempo	4	3661	915,1	1,56	0,199
Temperatura*Concentración	4	38314	9578,5	16,31	0,000
Tiempo*Concentración	4	6795	1698,9	2,89	0,031
Temperatura*Tiempo*Concentración	8	17873	2234,1	3,80	0,001
Error	54	31720	587,4		
Total	80	298807			

Tabla A-3. Comparación de medias de Tukey aplicado al área de partícula del bagazo de fique hidrolizado, confianza del 95%

Temperatura	Tiempo	Concentración	Medias	N	Agrupación
70	7	10	61,691	3	A
70	5	5	68,844	3	A B
70	3	15	69,284	3	A B
80	7	5	71,902	3	A B
70	7	5	71,967	3	A B
70	7	15	74,221	3	A B
70	3	5	79,055	3	A B
80	5	10	86,343	3	A B C
70	5	10	90,412	3	A B C
80	3	10	98,854	3	A B C D
70	5	15	99,709	3	A B C D
80	7	10	102,780	3	A B C D
80	5	5	104,632	3	A B C D E
70	3	10	106,262	3	A B C D E
80	3	5	125,005	3	A B C D E F
90	7	5	143,321	3	B C D E F G
80	3	15	163,404	3	C D E F G H
90	7	15	179,002	3	D E F G H
90	3	5	184,791	3	E F G H
90	5	15	191,210	3	F G H
90	5	10	192,933	3	F G H
90	3	10	196,644	3	F G H

80	5	15	199,638	3	F	G	H
90	7	10	201,419	3	F	G	H
90	3	15	219,720	3		G	H
80	7	15	231,000	3			H
90	5	5	233,981	3			H

Tabla A-4. Análisis de varianza ANOVA para diámetro máximo de partícula de bagazo de fique hidrolizado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Temperatura	2	374,09	187,043	114,08	0,000
Tiempo	2	15,10	7,549	4,60	0,014
Concentración	2	39,27	19,634	11,98	0,000
Temperatura*Tiempo	4	15,67	3,917	2,39	0,062
Temperatura*Concentración	4	102,37	25,592	15,61	0,000
Tiempo*Concentración	4	21,31	5,327	3,25	0,018
Temperatura*Tiempo*Concentración	8	48,90	6,112	3,73	0,002
Error	54	88,54	1,640		
Total	80	705,23			

Tabla A-5. Comparación de medias de Tukey aplicado al diámetro máximo de partícula de bagazo de fique hidrolizado, confianza del 95%

Temperatura	Tiempo	Concentración	Medias	N	Agrupación
70	7	10	8,727	3	A
70	7	15	9,033	3	A
70	7	5	9,102	3	A
80	5	10	9,137	3	A
80	7	5	9,171	3	A
70	3	15	9,241	3	A
70	5	5	9,244	3	A
70	3	5	9,891	3	A B
80	3	10	10,384	3	A B
70	5	10	10,587	3	A B C
80	7	10	10,604	3	A B C
70	5	15	10,633	3	A B C
80	5	5	10,927	3	A B C D
70	3	10	11,488	3	A B C D E
80	3	5	12,096	3	A B C D E F
90	7	5	12,178	3	A B C D E F
80	3	15	13,603	3	B C D E F G
90	7	15	13,931	3	B C D E F G
90	3	5	14,747	3	C D E F G
90	5	15	14,764	3	C D E F G
80	5	15	15,099	3	D E F G
90	3	10	15,175	3	D E F G
90	5	10	15,245	3	E F G
90	7	10	15,333	3	E F G

90	3	15	16,070	3	F	G
80	7	15	16,697	3		G
90	5	5	17,672	3		G

Tabla A-6. Análisis de varianza ANOVA para diámetro mínimo de partícula de bagazo de fique hidrolizado

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Temperatura	2	122,969	61,4847	122,39	0,000
Tiempo	2	3,680	1,8398	3,66	0,032
Concentración	2	15,291	7,6457	15,22	0,000
Temperatura*Tiempo	4	4,825	1,2063	2,40	0,061
Temperatura*Concentración	4	35,834	8,9585	17,83	0,000
Tiempo*Concentración	4	5,968	1,4920	2,97	0,027
Temperatura*Tiempo*Concentración	8	14,143	1,7679	3,52	0,002
Error	54	27,128	0,5024		
Total	80	229,839			

Tabla A-7. Comparación de medias de Tukey aplicado al diámetro mínimo de partícula de bagazo de fique hidrolizado, confianza del 95%

Temperatura	Tiempo	Concentración	Medias	n	Agrupación
70	7	10	5,2920	3	A
70	7	5	5,4222	3	A
70	5	5	5,4751	3	A
80	7	5	5,4862	3	A
70	7	15	5,5334	3	A
80	5	10	5,5609	3	A
70	3	15	5,5997	3	A
70	3	5	5,8249	3	A
80	3	10	5,9834	3	A B
70	5	10	6,2711	3	A B C
80	7	10	6,3615	3	A B C D
70	5	15	6,3676	3	A B C D
80	5	5	6,4739	3	A B C D
70	3	10	6,7020	3	A B C D E
80	3	5	6,9850	3	A B C D E
90	7	5	7,3622	3	A B C D E F
80	3	15	8,2327	3	B C D E F G
90	7	15	8,2364	3	B C D E F G
90	3	5	8,5991	3	C D E F G
90	5	15	8,6804	3	D E F G
80	5	15	8,8966	3	E F G
90	3	10	8,9000	3	E F G
90	5	10	9,0047	3	E F G
90	7	10	9,0582	3	E F G
90	3	15	9,3588	3	F G
80	7	15	9,8774	3	G

90	5	5	10,3367	3	G
----	---	---	---------	---	---

Tabla A-8. Datos de la energía de los enlaces de hidrógeno e índice de cristalinidad del bagazo de fique hidrolizado, obtenidos a partir de los espectros FTIR.

Tratamiento			Energía de los enlaces de hidrógeno (KJ)			Índice de Cristalinidad	
T (°C)	T (h)	C (%)	Intermolecular	Intramolecular	Intramolecular	LOI (1432/897)	TCI (1372/2900)
			es O (6) H O (3) 3294-3304 cm ⁻¹	es O (3) H O (5) 3346-3353 cm ⁻¹	es O (2) H O (6) 3452-3460 cm ⁻¹		
70	3	5	5,053 ± 0,00	4,192 ± 0,00	2,406 ± 0,00	0,568 ± 0,02	0,254 ± 0,04
70	3	10	5,053 ± 0,00	4,192 ± 0,00	2,406 ± 0,00	0,623 ± 0,05	0,314 ± 0,02
70	3	15	4,978 ± 0,07	4,085 ± 0,02	2,406 ± 0,00	0,508 ± 0,01	0,248 ± 0,02
70	5	5	5,053 ± 0,00	4,192 ± 0,00	2,406 ± 0,00	0,514 ± 0,03	0,243 ± 0,01
70	5	10	4,893 ± 0,00	4,170 ± 0,02	2,427 ± 0,02	0,537 ± 0,02	0,297 ± 0,01
70	5	15	5,021 ± 0,03	4,192 ± 0,00	2,427 ± 0,02	0,622 ± 0,01	0,305 ± 0,04
70	7	5	5,010 ± 0,07	4,128 ± 0,06	2,427 ± 0,02	0,489 ± 0,00	0,265 ± 0,00
70	7	10	4,936 ± 0,02	4,181 ± 0,02	2,406 ± 0,00	0,484 ± 0,08	0,227 ± 0,01
70	7	15	4,999 ± 0,02	4,128 ± 0,06	2,437 ± 0,00	0,574 ± 0,06	0,225 ± 0,02
80	3	5	5,053 ± 0,00	4,192 ± 0,00	2,406 ± 0,00	0,449 ± 0,03	0,231 ± 0,01
80	3	10	5,010 ± 0,05	4,117 ± 0,05	2,427 ± 0,02	0,522 ± 0,03	0,247 ± 0,03
80	3	15	5,042 ± 0,02	4,192 ± 0,00	2,416 ± 0,02	0,646 ± 0,02	0,251 ± 0,02
80	5	5	5,053 ± 0,00	4,192 ± 0,00	2,406 ± 0,00	0,448 ± 0,01	0,174 ± 0,02
80	5	10	5,053 ± 0,00	4,160 ± 0,00	2,427 ± 0,02	0,494 ± 0,03	0,210 ± 0,01
80	5	15	5,031 ± 0,07	4,181 ± 0,02	2,406 ± 0,06	0,684 ± 0,04	0,216 ± 0,02
80	7	5	5,053 ± 0,00	4,192 ± 0,00	2,406 ± 0,00	0,468 ± 0,01	0,214 ± 0,01
80	7	10	4,946 ± 0,02	4,149 ± 0,02	2,395 ± 0,04	0,487 ± 0,03	0,205 ± 0,01
80	7	15	5,053 ± 0,00	4,192 ± 0,00	2,406 ± 0,00	0,762 ± 0,02	0,176 ± 0,02
90	3	5	4,957 ± 0,00	4,128 ± 0,03	2,384 ± 0,02	0,518 ± 0,05	0,215 ± 0,01
90	3	10	4,936 ± 0,07	4,128 ± 0,06	2,299 ± 0,09	0,563 ± 0,09	0,223 ± 0,04
90	3	15	5,053 ± 0,00	4,192 ± 0,00	2,406 ± 0,00	0,571 ± 0,03	0,131 ± 0,02
90	5	5	5,021 ± 0,00	4,160 ± 0,00	2,395 ± 0,02	0,528 ± 0,04	0,191 ± 0,03
90	5	10	4,999 ± 0,04	4,085 ± 0,09	2,384 ± 0,04	0,719 ± 0,07	0,311 ± 0,04
90	5	15	5,053 ± 0,00	4,192 ± 0,00	2,406 ± 0,00	0,540 ± 0,05	0,240 ± 0,02
90	7	5	4,893 ± 0,00	4,192 ± 0,00	2,384 ± 0,04	0,563 ± 0,08	0,187 ± 0,03
90	7	10	5,042 ± 0,02	4,160 ± 0,06	2,406 ± 0,00	0,610 ± 0,10	0,282 ± 0,02
90	7	15	5,053 ± 0,00	4,192 ± 0,00	2,406 ± 0,00	0,544 ± 0,03	0,256 ± 0,02

Tabla A-9. Análisis de varianza LOI (1432/ 897) del bagazo de fique hidrolizado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Temperatura	2	0,011	0,005	2,57	0,086

Tiempo	2	0,003	0,001	0,66	0,519
Concentración	2	0,137	0,068	32,89	0,000
Temperatura*Tiempo	4	0,026	0,006	3,10	0,023
Temperatura*Concentración	4	0,215	0,054	25,88	0,000
Tiempo*Concentración	4	0,028	0,007	3,24	0,019
Temperatura*Tiempo*Concentración	8	0,071	0,009	4,27	0,001
Error	54	0,113	0,002		
Total	80	0,603			

Tabla A-10. Análisis de varianza TCI (1372/ 2900) del bagazo de fique hidrolizado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Temperatura	2	0,037	0,019	36,00	0,000
Tiempo	2	0,004	0,002	3,65	0,033
Concentración	2	0,021	0,011	20,53	0,000
Temperatura*Tiempo	4	0,035	0,009	16,85	0,000
Temperatura*Concentración	4	0,011	0,003	5,41	0,001
Tiempo*Concentración	4	0,016	0,004	7,58	0,000
Temperatura*Tiempo*Concentración	8	0,027	0,003	6,53	0,000
Error	54	0,028	0,001		
Total	80	0,179			

Tabla A-11. Análisis de varianza de energía del enlace intermolecular O (6) H...O (3) del espectro FTIR bagazo de fique hidrolizado

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Temperatura	2	0,019	0,009	9,83	0,000
Tiempo	2	0,007	0,003	3,48	0,038
Concentración	2	0,029	0,015	15,36	0,000
Temperatura*Tiempo	4	0,016	0,004	4,26	0,005
Temperatura*Concentración	4	0,052	0,013	13,45	0,000
Tiempo*Concentración	4	0,011	0,002	3,01	0,026
Temperatura*Tiempo*Concentración	8	0,071	0,009	9,29	0,000
Error	54	0,052	0,001		
Total	80	0,259			

Tabla A-12. Análisis de varianza de energía del enlace intramolecular O (3) H...O (5) del espectro FTIR del bagazo de fique hidrolizado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Temperatura	2	0,003	0,002	1,83	0,170
Tiempo	2	0,002	0,001	1,20	0,310
Concentración	2	0,010	0,005	5,30	0,008
Temperatura*Tiempo	4	0,012	0,003	3,29	0,017
Temperatura*Concentración	4	0,034	0,009	9,05	0,000
Tiempo*Concentración	4	0,005	0,001	1,55	0,200
Temperatura*Tiempo*Concentración	8	0,022	0,003	2,99	0,007
Error	54	0,051	0,001		
Total	80	0,143			

Tabla A-13. Análisis de varianza de energía del enlace Intramolecular O (2) H...O (6) del espectro FTIR bagazo de fique hidrolizado

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Temperatura	2	0,014	0,007	10,57	0,000
Tiempo	2	0,003	0,002	2,46	0,095
Concentración	2	0,003	0,002	2,46	0,095
Temperatura*Tiempo	4	0,006	0,002	2,24	0,077
Temperatura*Concentración	4	0,006	0,002	2,24	0,077
Tiempo*Concentración	4	0,003	0,001	1,13	0,352
Temperatura*Tiempo*Concentración	8	0,012	0,002	2,28	0,035
Error	54	0,036	0,001		
Total	80	0,085			

Tabla A-14. Datos de coordenadas CIEL*a*b* del bagazo de fique hidrolizado.

Tratamiento			Valores promedio y desviación estándar				
Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Concentración (%)	L*(D65)	a*(D65)	b*(D65)	C*(D65)	h(D65)
70	3	5	80,57 ± 0,68	0,07 ± 0,03	14,43 ± 0,25	14,43 ± 0,25	89,71 ± 0,13
70	3	10	80,36 ± 0,13	0,11 ± 0,03	14,56 ± 0,11	14,56 ± 0,11	89,55 ± 0,11
70	3	15	78,04 ± 0,39	0,37 ± 0,05	16,00 ± 0,25	16,01 ± 0,25	88,67 ± 0,20
70	5	5	79,44 ± 0,47	0,31 ± 0,04	15,33 ± 0,52	15,34 ± 0,52	88,86 ± 0,13
70	5	10	79,93 ± 0,59	0,17 ± 0,11	14,77 ± 0,12	14,77 ± 0,12	89,33 ± 0,43
70	5	15	77,70 ± 0,77	0,47 ± 0,08	16,57 ± 0,21	16,58 ± 0,20	88,38 ± 0,32
70	7	5	81,22 ± 0,41	0,12 ± 0,05	14,66 ± 0,26	14,66 ± 0,26	89,53 ± 0,24
70	7	10	79,71 ± 0,87	0,24 ± 0,11	15,18 ± 0,64	15,19 ± 0,65	89,10 ± 0,35
70	7	15	75,69 ± 0,95	0,81 ± 0,10	16,53 ± 0,21	16,55 ± 0,21	87,21 ± 0,33
80	3	5	78,36 ± 0,45	0,73 ± 0,07	16,79 ± 0,14	16,79 ± 0,15	87,51 ± 0,22
80	3	10	75,89 ± 0,74	0,98 ± 0,18	16,74 ± 0,34	16,77 ± 0,35	86,65 ± 0,56
80	3	15	73,12 ± 0,24	1,39 ± 0,18	17,88 ± 0,47	17,93 ± 0,48	85,57 ± 0,47
80	5	5	78,21 ± 0,72	0,85 ± 0,11	17,18 ± 0,36	17,20 ± 0,37	87,19 ± 0,30
80	5	10	75,67 ± 0,00	1,15 ± 0,64	17,76 ± 0,16	17,80 ± 0,01	86,31 ± 0,02
80	5	15	71,86 ± 0,89	2,07 ± 0,07	19,07 ± 0,19	19,19 ± 0,18	83,81 ± 0,24
80	7	5	77,14 ± 1,00	0,99 ± 0,16	17,40 ± 0,52	17,43 ± 0,53	86,76 ± 0,44
80	7	10	72,92 ± 0,39	1,10 ± 0,27	16,92 ± 1,15	16,96 ± 1,17	86,30 ± 0,66
80	7	15	70,31 ± 0,48	2,29 ± 0,12	19,07 ± 0,05	19,20 ± 0,04	83,16 ± 0,36
90	3	5	77,32 ± 0,27	1,29 ± 0,11	18,17 ± 0,38	18,21 ± 0,38	85,96 ± 0,27
90	3	10	74,32 ± 0,83	2,40 ± 0,12	20,16 ± 0,14	20,30 ± 0,13	83,21 ± 0,33
90	3	15	75,46 ± 0,57	2,00 ± 0,06	19,21 ± 0,17	19,31 ± 0,18	84,05 ± 0,15
90	5	5	74,72 ± 0,58	2,14 ± 0,09	19,95 ± 0,20	20,07 ± 0,19	83,88 ± 0,30
90	5	10	71,71 ± 1,40	2,93 ± 0,30	20,58 ± 0,33	20,79 ± 0,35	81,91 ± 0,72
90	5	15	69,42 ± 3,49	3,41 ± 0,47	20,56 ± 0,26	20,84 ± 0,30	80,60 ± 1,23
90	7	5	69,76 ± 1,41	3,08 ± 0,29	20,89 ± 0,49	21,12 ± 0,52	81,63 ± 0,60

90	7	10	72,94 ± 0,76	2,94 ± 0,20	21,04 ± 0,27	21,25 ± 0,29	82,06 ± 0,43
90	7	15	68,43 ± 2,68	3,62 ± 0,40	20,50 ± 0,34	20,82 ± 0,31	79,98 ± 1,17

Tabla A-15. Análisis de varianza ANOVA para L*(D65) del bagazo de fique hidrolizado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Temperatura	2	593,69	296,845	248,99	0,000
Tiempo	2	107,91	53,954	45,26	0,000
Concentración	2	230,21	115,105	96,55	0,000
Temperatura*Tiempo	4	56,71	14,179	11,89	0,000
Temperatura*Concentración	4	33,70	8,425	7,07	0,000
Tiempo*Concentración	4	13,99	3,498	2,93	0,029
Temperatura*Tiempo*Concentración	8	53,23	6,654	5,58	0,000
Error	54	64,38	1,192		
Total	80	1153,82			

Tabla A-16. Análisis de varianza ANOVA para a*(D65) del bagazo de fique hidrolizado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Temperatura	2	74,967	37,4837	789,34	0,000
Tiempo	2	6,007	3,0033	63,24	0,000
Concentración	2	8,038	4,0188	84,63	0,000
Temperatura*Tiempo	4	3,293	0,8234	17,34	0,000
Temperatura*Concentración	4	1,797	0,4493	9,46	0,000
Tiempo*Concentración	4	1,294	0,3235	6,81	0,000
Temperatura*Tiempo*Concentración	8	1,315	0,1644	3,46	0,003
Error	54	2,564	0,0475		
Total	80	99,275			

Tabla A-17. Análisis de varianza ANOVA para b*(D65) del bagazo de fique hidrolizado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Temperatura	2	308,494	154,247	1056,93	0,000
Tiempo	2	14,489	7,245	49,64	0,000
Concentración	2	19,926	9,963	68,27	0,000
Temperatura*Tiempo	4	3,655	0,914	6,26	0,000
Temperatura*Concentración	4	12,473	3,118	21,37	0,000
Tiempo*Concentración	4	1,152	0,288	1,97	0,112
Temperatura*Tiempo*Concentración	8	4,587	0,573	3,93	0,001
Error	54	7,881	0,146		
Total	80	372,657			

Tabla A-18. Análisis de varianza ANOVA para C (D65) del bagazo de fique hidrolizado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Temperatura	2	332,121	166,060	1109,57	0,000
Tiempo	2	16,326	8,163	54,54	0,000
Concentración	2	22,144	11,072	73,98	0,000
Temperatura*Tiempo	4	4,586	1,146	7,66	0,000
Temperatura*Concentración	4	12,319	3,080	20,58	0,000
Tiempo*Concentración	4	1,350	0,338	2,26	0,075

Temperatura*Tiempo*Concentración	8	4,832	0,604	4,04	0,001
Error	54	8,082	0,150		
Total	80	401,759			

Tabla A-19. Análisis de varianza ANOVA para h (D65) del bagazo de fique hidrolizado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Temperatura	2	542,913	271,457	1149,29	0,000
Tiempo	2	40,335	20,167	85,38	0,000
Concentración	2	66,237	33,118	140,22	0,000
Temperatura*Tiempo	4	16,791	4,198	17,77	0,000
Temperatura*Concentración	4	10,282	2,571	10,88	0,000
Tiempo*Concentración	4	9,263	2,316	9,80	0,000
Temperatura*Tiempo*Concentración	8	9,119	1,140	4,83	0,000
Error	54	12,754	0,236		
Total	80	707,694			

Tabla A-20. Diferencia de color (ΔE), índice de blancura (WI), índice de amarillamiento (YI) y pardeamiento (BI) del bagazo de fique hidrolizado.

Tratamiento			Valores promedio y desviación estándar			
Temperatura	Tiempo	Concentración	ΔE	WI	YI	BI
°C	h	%				
70	3	5	41,08 ± 0,43	75,80 ± 0,40	25,59 ± 0,23	19,35 ± 0,22
70	3	10	40,89 ± 0,05	75,55 ± 0,03	25,89 ± 0,16	19,63 ± 0,16
70	3	15	39,02 ± 0,21	72,83 ± 0,15	29,29 ± 0,27	22,77 ± 0,27
70	5	5	40,00 ± 0,45	74,35 ± 0,06	27,58 ± 0,77	21,24 ± 0,69
70	5	10	40,55 ± 0,42	75,08 ± 0,41	26,40 ± 0,01	20,12 ± 0,12
70	5	15	38,58 ± 0,49	72,22 ± 0,43	30,46 ± 0,06	23,88 ± 0,12
70	7	5	41,30 ± 0,32	76,17 ± 0,14	25,79 ± 0,28	19,56 ± 0,27
70	7	10	40,24 ± 0,73	74,65 ± 0,31	27,21 ± 0,86	20,87 ± 0,82
70	7	15	37,40 ± 0,56	70,59 ± 0,66	31,20 ± 0,00	24,88 ± 0,09
80	3	5	38,62 ± 0,30	72,61 ± 0,27	30,59 ± 0,08	24,24 ± 0,13
80	3	10	37,27 ± 0,58	70,63 ± 0,40	31,51 ± 0,34	25,31 ± 0,47
80	3	15	35,38 ± 0,22	67,69 ± 0,07	34,93 ± 0,81	28,82 ± 0,91
80	5	5	38,32 ± 0,55	72,24 ± 0,33	31,38 ± 0,38	25,04 ± 0,43
80	5	10	36,69 ± 0,51	69,85 ± 0,12	33,54 ± 0,30	27,28 ± 0,92
80	5	15	33,93 ± 0,33	65,94 ± 0,63	37,92 ± 0,10	32,31 ± 0,05
80	7	5	37,62 ± 0,72	71,25 ± 0,47	32,23 ± 0,55	25,94 ± 0,63
80	7	10	35,88 ± 0,57	68,05 ± 0,29	33,16 ± 2,08	26,94 ± 2,13
80	7	15	33,19 ± 0,24	64,64 ± 0,37	38,74 ± 0,16	33,36 ± 0,04
90	3	5	37,22 ± 0,34	70,91 ± 0,03	33,57 ± 0,58	27,42 ± 0,63

90	3	10	34,32 ± 0,46	67,26 ± 0,56	38,75 ± 0,17	33,36 ± 0,07
90	3	15	35,43 ± 0,35	68,77 ± 0,34	36,37 ± 0,05	30,71 ± 0,10
90	5	5	34,78 ± 0,26	67,73 ± 0,33	38,15 ± 0,08	32,51 ± 0,15
90	5	10	32,69 ± 0,82	64,89 ± 0,91	41,00 ± 0,14	36,13 ± 0,12
90	5	15	31,58 ± 1,50	62,99 ± 2,69	42,31 ± 1,59	38,03 ± 1,20
90	7	5	31,78 ± 0,80	63,12 ± 0,86	42,78 ± 0,13	38,10 ± 0,37
90	7	10	33,03 ± 0,55	65,59 ± 0,42	41,22 ± 0,09	36,30 ± 0,27
90	7	15	31,05 ± 0,98	62,19 ± 2,01	42,79 ± 0,97	38,79 ± 0,66

Tabla A-21. Datos de análisis termogravimétrico TGA y DTG del bagazo de fique.

Tratamiento	Pérdida de peso (%)	Temperaturas de degradación °C	
		T1	T2
BST	93,05 ± 0,25 ^(a)	333,16 ± 0,96 ^(a)	
BD	74,31 ± 0,08 ^(c)	298,42 ± 0,67 ^(c)	470,98 ± 1,73 ^(a)
BH	85,43 ± 0,42 ^(b)	309,33 ± 0,73 ^(b)	469,90 ± 0,61 ^(a)

Los valores se reportan como la media ± desviación estándar

Nivel de significancia estadística: letras diferentes en los superíndices de una misma columna indican diferencias significativas de acuerdo a la comparación de medias de Tukey (P < 0,05)

Tabla A- 22. Análisis de varianza ANOVA para pérdida de peso (%) (TGA) del bagazo de fique.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	2	355,470	177,735	2125,59	0,000
Error	3	0,251	0,084		
Total	5	355,721			

Tabla A-23. Análisis de varianza ANOVA para temperatura de degradación T1 (DTG) del bagazo de fique.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	2	1262,21	631,103	987,72	0,000
Error	3	1,92	0,639		
Total	5	1264,12			

Tabla A-24. Análisis de varianza ANOVA para temperatura de degradación T2 (DTG) del bagazo de fique.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	1	1,177	1,177	0,70	0,490
Error	2	3,355	1,678		
Total	3	4,532			

Tabla A-25. Datos de análisis termogravimétrico DSC del bagazo de fique.

Tratamiento	Pico de fusión 1	Pico de fusión 2	Pico de fusión 3
-------------	------------------	------------------	------------------

	Tm (°C)	Entalpia (J/g)	Tm (°C)	Entalpia (J/g)	Tm (°C)	Entalpia (J/g)
BST	88,52 ± 0,45 ^(b)	5,10 ± 0,22	151,14 ± 5,30 ^(a)	165,30 ± 30,10		
BD	108,83 ± 0,1 ^(a)	12,24 ± 0,59	151,06 ± 2,50 ^(a)	179,65 ± 0,63	177,88 ± 1,87 ^(a)	73,01 ± 27,84
BH	89,61 ± 0,18 ^(b)	44,19 ± 0,22	152,77 ± 1,63 ^(a)	6,83 ± 0,60	192,84 ± 9,54 ^(a)	38,89 ± 5,47

Los valores se reportan como la media ± desviación estándar

Nivel de significancia estadística: letras diferentes en los superíndices de una misma columna indican diferencias significativas de acuerdo a la comparación de medias de Tukey (P < 0,05)

Tabla A-26. Análisis de varianza ANOVA para temperatura de fusión Tm1 (DSC) del bagazo de fique.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	2	522,183	261,091	3220,04	0,000
Error	3	0,243	0,081		
Total	5	522,426			

Tabla A-27. Análisis de varianza ANOVA para temperatura de fusión Tm2 (DSC) del bagazo de fique.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	2	3,713	1,857	0,15	0,866
Error	3	37,000	12,333		
Total	5	40,713			

Tabla A-28. Análisis de varianza ANOVA para temperatura de fusión Tm3 (DSC) del bagazo de fique.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	1	223,80	223,80	4,73	0,162
Error	2	94,61	47,30		
Total	3	318,41			

B. Anexo: Datos y análisis estadístico del material espumado

Tabla B-1. Datos de caracterización del material espumado

Tratamiento	Índice de expansión	Densidad	Índice de amortiguación	Compresibilidad
		(kg/m ³)		(kPa)
0,00%	7,072 ± 0,704 ^(b)	500,202 ± 41,689 ^(b)	0,964 ± 0,004 ^(b)	243,818 ± 5,518 ^(d)
0,50%	9,655 ± 0,428 ^(a)	401,112 ± 16,869 ^(c)	0,963 ± 0,002 ^(b)	222,752 ± 1,992 ^(e)
0,75%	7,934 ± 0,246 ^(b)	435,198 ± 17,766 ^(b,c)	0,967 ± 0,002 ^(b)	291,802 ± 5,670 ^(c)
1,00%	3,835 ± 0,199 ^(c)	653,128 ± 18,301 ^(a)	0,979 ± 0,005 ^(a)	538,112 ± 9,689 ^(b)
1,25%	3,467 ± 0,314 ^(c)	628,225 ± 62,419 ^(a)	0,965 ± 0,004 ^(b)	560,785 ± 9,417 ^(a)

Los valores se reportan como la media ± desviación estándar.

Nivel de significancia estadística: letras diferentes en los superíndices de una misma columna indican diferencias significativas de acuerdo a la comparación de medias de Tukey (P < 0,05)

Tabla B-2. Análisis de varianza ANOVA para Índice de expansión del material espumado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	4	85,738	21,4346	122,20	0,000
Error	10	1,754	0,1754		
Total	14	87,492			

Tabla B-3. Análisis de varianza ANOVA para densidad (kg/m³) del material espumado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	4	153268	38317	29,16	0,000
Error	10	13138	1314		
Total	14	166407			

Tabla B-4. Análisis de varianza ANOVA para índice de amortiguación del material espumado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	4	0,000471	0,000118	9,05	0,002
Error	10	0,000130	0,000013		
Total	14	000600			

Tabla B-5. Análisis de varianza ANOVA para compresibilidad (kPa) del material espumado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	4	325106	81276,5	1631,20	0,000
Error	10	498	49,8		
Total	14	325604			

Tabla B-6. Datos absorción de agua y adsorción de humedad del material espumado.

Tratamiento	Absorción de agua (%)	Adsorción de humedad
0,00%	201,362 ± 19,521 ^(a)	26,343 ± 0,093 ^(a)
0,50%	237,295 ± 16,035 ^(a)	26,832 ± 0,409 ^(a)
0,75%	147,358 ± 23,260 ^(b)	25,878 ± 0,425 ^(a)
1,00%	138,321 ± 10,061 ^(b)	25,667 ± 8,412 ^(a)
1,25%	246,885 ± 17,622 ^(a)	25,921 ± 2,375 ^(a)

Los valores se reportan como la media ± desviación estándar.

Nivel de significancia estadística: letras diferentes en los superíndices de una misma columna indican diferencias significativas de acuerdo a la comparación de medias de Tukey (P < 0,05)

Tabla B-7. Análisis de varianza ANOVA para absorción de agua del material espumado

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	4	30002	7500,6	23,57	0,000
Error	10	3182	318,2		
Total	14	33184			

Tabla B-8. Análisis de varianza ANOVA para absorción de humedad del material espumado

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	4	2,577	0,6444	0,040	0,996
Error	10	153,527	15,3527		
Total	14	156,105			

Tabla B-9. Datos de análisis termogravimétrico TGA y DTG del material espumado

Tratamiento	Pérdida de peso (%)	Contenido residual (%)	Temperaturas de degradación °C	
			T1	T2
0,00%	90,66 ± 0,11 ^(a)	9,39 ± 0,11 ^(a)	310,40 ± 0,00 ^(d)	395,88 ± 0,11 ^(a,b)
0,50%	93,01 ± 0,16 ^(a)	6,99 ± 1,55 ^(a)	312,14 ± 0,15 ^(b)	394,54 ± 0,08 ^(a,b)
0,75%	91,74 ± 1,22 ^(a)	8,26 ± 1,22 ^(a)	311,67 ± 0,34 ^(b,c)	395,33 ± 0,25 ^(a,b)
1,00%	91,00 ± 2,53 ^(a)	9,00 ± 2,53 ^(a)	310,76 ± 0,31 ^(c,d)	399,50 ± 0,31 ^(a)
1,25%	93,88 ± 0,43 ^(a)	6,11 ± 0,43 ^(a)	313,89 ± 0,24 ^(a)	396,85 ± 1,59 ^(a,b)

Los valores se reportan como la media ± desviación estándar.

Nivel de significancia estadística: letras diferentes en los superíndices de una misma columna indican diferencias significativas de acuerdo a la comparación de medias de Tukey (P < 0,05)

Tabla B-10. Análisis de varianza ANOVA para porcentaje de pérdida de peso (TGA) del material espumado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	4	15,074	3,769	2,32	0,190
Error	5	8,111	1,622		
Total	9	23,185			

Tabla B-11. Análisis de varianza ANOVA para temperatura de degradación T1 (DTG) del material espumado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	4	15,067	3,7668	63,48	0,000
Error	5	0,297	0,0593		
Total	9	15,364			

Tabla B-12. Análisis de varianza ANOVA para temperatura de degradación T2 (DTG) del material espumado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	4	29,362	7,3406	13,60	0,007
Error	5	2,699	0,5399		
Total	9	32,061			

Tabla B-13. Datos de análisis termogravimétrico DSC del material espumado.

Tratamiento	Pico de fusión 1		Pico de fusión 2	
	Tm (°C)	Entalpia (J/g)	Tm (°C)	Entalpia (J/g)
0%	155,27 ± 0,34 ^(a)	5,82 ± 0,64	194,04 ± 4,51 ^(a)	165,30 ± 8,91
0,50%	156,78 ± 0,01 ^(a)	4,37 ± 1,66	191,16 ± 6,26 ^(a)	179,65 ± 5,16
0,75%	153,61 ± 3,46 ^(a)	5,83 ± 2,27	191,05 ± 4,21 ^(a)	175,4 ± 7,21
1,00%	154,39 ± 0,45 ^(a)	5,02 ± 1,27	187,30 ± 0,42 ^(a)	170,15 ± 0,21
1,25%	153,62 ± 0,60 ^(a)	5,47 ± 1,07	185,74 ± 2,69 ^(a)	166,1 ± 6,08

Los valores se reportan como la media ± desviación estándar

Nivel de significancia estadística: letras diferentes en los superíndices de una misma columna indican diferencias significativas de acuerdo a la comparación de medias de Tukey (P < 0,05)

Tabla B-14. Análisis de varianza ANOVA para temperatura de fusión Tm1 (DSC) del material espumado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	4	14,20	3,551	1,41	0,353
Error	5	12,63	2,526		
Total	9	26,83			

Tabla B-15. Análisis de varianza ANOVA para temperatura de fusión Tm2 (DSC) del material espumado.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	4	88,19	22,05	1,30	0,382
Error	5	84,70	16,94		
Total	9	172,89			

Tabla B-16. Datos del porcentaje de transmitancia, longitud de onda 3300 cm⁻¹

Tratamiento	% de Transmitancia
0%	81,75 ± 0,54 ^(b)
0,50%	83,48 ± 0,05 ^(a,b)
0,75%	91,26 ± 3,77 ^(a)
1,00%	87,10 ± 5,87 ^(a,b)
1,25%	83,96 ± 1,90 ^(a,b)

Los valores se reportan como la media ± desviación estándar

Nivel de significancia estadística: letras diferentes en los superíndices de una misma columna indican diferencias significativas de acuerdo a la comparación de medias de Tukey (P < 0,05)

Tabla B-17. Análisis de varianza ANOVA porcentaje de transmitancia, longitud de onda 3300 cm⁻¹

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	p-Value
Tratamiento	4	168,8	42,21	4,02	0,034
Error	10	105,1	10,51		
Total	14	273,9			

Bibliografía

- Abinader, G., Lacoste, C., Baillif, M. Le, Erre, D., & Copinet, A. (2015). Effect of the formulation of starch-based foam cushions on the morphology and mechanical properties. *Journal of Cellular Plastics*, 51(1), 31-44. <https://doi.org/10.1177/0021955X14527979>
- Adel, A. M., Abd El-Wahab, Z. H., Ibrahim, A. A., & Al-Shemy, M. T. (2011). Characterization of microcrystalline cellulose prepared from lignocellulosic materials. Part II: Physicochemical properties. *Carbohydrate Polymers*, 83(2), 676-687. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.08.039>
- Alban, P., Delgado, K., Ceron, A., & Villada, H. (2016). Efecto del plastificante y agente espumante en espumas termoplásticas de almidón. *Agronomía Colombiana*, 1, 86-88.
- ASTM D695-15. Standar Test Method for Compressive Properties of Rigid Plastics- D695-15, Annual Book of ASTM Standards § (2015).
- Bano, S., & Negi, Y. S. (2017). Studies on cellulose nanocrystals isolated from groundnut shells. *Carbohydrate Polymers*, 157, 1041-1049. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.10.069>
- Bénézet, J. C., Stanojlovic-Davidovic, A., Bergeret, A., Ferry, L., & Crespy, A. (2012). Mechanical and physical properties of expanded starch, reinforced by natural fibres. *Industrial Crops and Products*, 37(1), 435-440. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.07.001>
- Bergel, B. F., Dias Osorio, S., da Luz, L. M., & Santana, R. M. C. (2018). Effects of hydrophobized starches on thermoplastic starch foams made from potato starch. *Carbohydrate Polymers*, 200, 106-114. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.07.047>
- Cabanes, A., Valdés, F. J., & Fullana, A. (2020). A review on VOCs from recycled plastics. *Sustainable Materials and Technologies*, 25, e00179. <https://doi.org/10.1016/j.susmat.2020.e00179>
- Carrillo, F., Colom, X., Suñol, J. J., & Saurina, J. (2004). Structural FTIR analysis and thermal characterisation of lyocell and viscose-type fibres. *European Polymer Journal*, 40(9), 2229-2234. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2004.05.003>
- Carrillo, I., Mendonça, R. T., Ago, M., & Rojas, O. J. (2018). Comparative study of cellulosic components isolated from different Eucalyptus species. *Cellulose*, 25(2), 1011-1029. <https://doi.org/10.1007/s10570-018-1653-2>
- Castro, L., Escalante, H., Quintero, M., Ortiz, C., & Guzman, C. (2009). *Producción de Biogas a partir de Bagazo generado durante el Beneficio de Fique*. (Vol. 1). Recuperado de <https://docplayer.es/34673055-Produccion-de->

- biogas-a-partir-del-bagazo-generado-durante-el-beneficio-de-fique.html
- Chandanasree, D., Gul, K., & Riar, C. S. (2016). Effect of hydrocolloids and dry heat modification on physicochemical, thermal, pasting and morphological characteristics of cassava (*Manihot esculenta*) starch. *Food Hydrocolloids*, *52*, 175-182. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.06.024>
- Ciolacu, D., Kovac, J., & Kokol, V. (2010). The effect of the cellulose-binding domain from *Clostridium cellulovorans* on the supramolecular structure of cellulose fibers. *Carbohydrate Research*, *345*(5), 621-630. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2009.12.023>
- Combrzy, M., Mo, L., Kwa, A., Oniszczyk, T., & Wójtowicz, A. (2018). Effect of PVA and PDE on selected structural characteristics of extrusion-cooked starch foams. *Polimeros*, *5169*, 1-8. <https://doi.org/10.1590/0104-1428.02617>
- Combrzyński, M., Mościcki, L., Kwaśniewska, A., Oniszczyk, T., Wójtowicz, A., Solowiej, B., ... Muszyński, S. (2017). Moisture sorption characteristics of extrusion-cooked starch protective loose-fill cushioning foams. *International Agrophysics*, *31*(4), 457-463. <https://doi.org/10.1515/intag-2016-0071>
- Contreras, L. K. (2015). *Investigación de mercados aplicada a la gestión de poliestireno expandido en la ciudad de Pereira, año 2015*. Universidad Tecnológica de Pereira.
- Contreras, M. F., Hormaza, W. A., & Marañón, A. (2009). Fractografía de la fibra natural extraída del fique y de un material compuesto reforzado con tejido de fibra de fique y matriz resina poliéster. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, *1*(1), 57-67.
- Corgié, S. C., Smith, H. M., & Walker, L. P. (2011). Enzymatic transformations of cellulose assessed by quantitative high-throughput fourier transform infrared spectroscopy (QHT-FTIR). *Biotechnology and Bioengineering*, *108*(7), 1509-1520. <https://doi.org/10.1002/bit.23098>
- Cruz-Tirado, J. P., Siche, R., Cabanillas, A., Díaz-Sánchez, L., Vejarano, R., & Tapia-Blácido, D. R. (2017). Properties of baked foams from oca (*Oxalis tuberosa*) starch reinforced with sugarcane bagasse and asparagus peel fiber. *Procedia Engineering*, *200*, 178-185. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.07.026>
- Cruz-Tirado, J. P., Tapia-Blácido, D. R., & Siche, R. (2017). Influence of proportion and size of sugarcane bagasse fiber on the properties of sweet potato starch foams. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, *225*(1), 1-8. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/225/1/012180>
- Cruz, R. A., Martínez, A. M. M., Chávez, M. Y., Armenta, J. L. R., & Gómez, M. J. C. (2011). Aprovechamiento del bagazo de piña para obtener celulosa y bioetanol. *Afinidad LXVIII*, *551*(1), 38-43.
- Das, K., Ray, D., Bandyopadhyay, N. R., & Sengupta, S. (2010). Study of the Properties of Microcrystalline Cellulose Particles from Different Renewable Resources by XRD, FTIR, Nanoindentation, TGA and SEM. *Journal of Polymers and the Environment*, *18*(3), 355-363. <https://doi.org/10.1007/s10924-010-0167-2>
- Dayal, M. S., Goswami, N., Sahai, A., Jain, V., Mathur, G., & Mathur, A. (2013). Effect of media components on cell growth and bacterial cellulose production

- from *Acetobacter aceti* MTCC 2623. *Carbohydrate Polymers*, 94(1), 12-16.
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.01.018>
- de Carvalho, F. A., Bilck, A. P., Yamashita, F., & Mali, S. (2018). Baked Foams Based on Cassava Starch Coated with Polyvinyl Alcohol with a Higher Degree of Hydrolysis. *Journal of Polymers and the Environment*, 26(4), 1445-1452. <https://doi.org/10.1007/s10924-017-1046-x>
- Debabrata, D., Hussain, S., Ghosh, A. K., & Pal, A. K. (2018). Studies on cellulose nanocrystals extracted from *Musa sapientum*: Structural and bonding aspects. *Cellulose Chemistry and Technology*, 52(9-10), 729-739.
- Debiagi, F., Mali, S., Grossmann, M. V. E., & Yamashita, F. (2011). Biodegradable foams based on starch, polyvinyl alcohol, chitosan and sugarcane fibers obtained by extrusion. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 54(5), 1043-1052. <https://doi.org/10.1590/S1516-89132011000500023>
- Delgado, K., Alban, P., Montilla, C., Ceron, A., & Villada, H. (2016). Evaluación de la densidad aparente e índice de expansión radial en espumas de almidón termoplástico. *Agronomía Colombiana*, 1, 104-106.
- Ding, W., Jahani, D., Chang, E., Alemdar, A., Park, C. B., & Sain, M. (2016). Development of PLA/cellulosic fiber composite foams using injection molding: Crystallization and foaming behaviors. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 83, 130-139.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.10.003>
- Echeverri, O. V., Carmona, M. R., Salazar, Y. V., & Ramírez, M. G. (2014). Producción de bioetanol empleando fermentación tradicional y extractiva a partir de jugo de fique. *Hechos Microbiológicos*, 4(2), 91-97.
- Elanthikkal, S., Gopalakrishnapanicker, U., Varghese, S., & Guthrie, J. T. (2010). Cellulose microfibrils produced from banana plant wastes: Isolation and characterization. *Carbohydrate Polymers*, 80(3), 852-859.
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2009.12.043>
- Engel, Juliana B., Ambrosi, A., & Tessaro, I. C. (2019). Development of biodegradable starch-based foams incorporated with grape stalks for food packaging. *Carbohydrate Polymers*, 225(May), 115234.
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115234>
- Engel, Juliana Both, Ambrosi, A., & Tessaro, I. C. (2019). Development of a Cassava Starch-Based Foam Incorporated with Grape Stalks Using an Experimental Design. *Journal of Polymers and the Environment*, 27(12), 2853-2866. <https://doi.org/10.1007/s10924-019-01566-0>
- Escalante, H., Guzmán, C., & Castro, L. (2014). Anaerobic Digestion of Fique Bagasse: an Energy Alternative. *Dyna*, 81(183), 74.
<https://doi.org/10.15446/dyna.v81n183.34382>
- Fan, M., Dai, D., & Huang, B. (2012). Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Natural Fibres. *Fourier Transform - Materials Analysis*.
<https://doi.org/10.5772/35482>
- Ferrer, A., Salas, C., & Rojas, O. J. (2016). Physical, thermal, chemical and rheological characterization of cellulosic microfibrils and microparticles

- produced from soybean hulls. *Industrial Crops and Products*, 84, 337-343. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.02.014>
- Frone, A. N., Panaitescu, D. M., & Donescu, D. (2011). Some aspects concerning the isolation of cellulose micro- and nano-fibers. *UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science*, 73(2), 133-152.
- Gallego-Schmid, A., Mendoza, J. M. F., & Azapagic, A. (2019). Environmental impacts of takeaway food containers. *Journal of Cleaner Production*, 211(2019), 417-427. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.11.220>
- Georges, A., Lacoste, C., & Damien, E. (2018). Effect of formulation and process on the extrudability of starch-based foam cushions. *Industrial Crops and Products*, 115(January), 306-314. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.02.001>
- Ghanbari, A., Tabarsa, T., Ashori, A., Shakeri, A., & Mashkour, M. (2018). Thermoplastic starch foamed composites reinforced with cellulose nanofibers: Thermal and mechanical properties. *Carbohydrate Polymers*, 197(June), 305-311. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.06.017>
- Gómez, C., Alvarez, V. A., Rojo, P. G., & Vázquez, A. (2012). Fique fibers: Enhancement of the tensile strength of alkali treated fibers during tensile load application. *Fibers and Polymers*, 13(5), 632-640. <https://doi.org/10.1007/s12221-012-0632-8>
- Gutiérrez-Estupiñán, C., Gutiérrez-Gallego, J., & Sánchez-Soledad, M. (2020). Preparation of a Composite Material from Palm Oil Fiber and an Ecological Emulsion of Expanded Polystyrene Post-Consumption. *Revista Facultad de Ingeniería*, 29(54), e10489. <https://doi.org/10.19053/01211129.v29.n54.2020.10489>
- Guzmán, R. E., Gómez, S., Amelines, O., & Aparicio, G. M. (2018). Superficial modification by alkalization of cellulose Fibres obtained from Fique leaf. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 437(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/437/1/012015>
- Hamdi, M., Nasri, R., Li, S., & Nasri, M. (2019). Bioactive composite films with chitosan and carotenoproteins extract from blue crab shells: Biological potential and structural, thermal, and mechanical characterization. *Food Hydrocolloids*, 89(July 2018), 802-812. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.11.062>
- Haro, E. E., Szpunar, J. A., & Odeshi, A. G. (2018). Dynamic and ballistic impact behavior of biocomposite armors made of HDPE reinforced with chonta palm wood (*Bactris gasipaes*) microparticles. *Defence Technology*, 14(3), 238-249. <https://doi.org/10.1016/j.dt.2018.03.005>
- Hemmati, F., Jafari, S. M., Kashaninejad, M., & Barani Motlagh, M. (2018). Synthesis and characterization of cellulose nanocrystals derived from walnut shell agricultural residues. *International Journal of Biological Macromolecules*, 120, 1216-1224. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.09.012>
- Hidalgo-Salazar, M. A., & Correa, J. P. (2018). Mechanical and thermal properties of biocomposites from nonwoven industrial Fique fiber mats with Epoxy Resin and Linear Low Density Polyethylene. *Results in Physics*, 8, 461-467. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2017.12.025>

- Hidayat, Y. A., Kiranamahsa, S., & Zamal, M. A. (2019). A study of plastic waste management effectiveness in Indonesia industries. *AIMS Energy*, 7(3), 350-370. <https://doi.org/10.3934/ENERGY.2019.3.350>
- Hoyos, C. G., Zuluaga, R., Gañán, P., Pique, T. M., & Vazquez, A. (2019). Cellulose nanofibrils extracted from figue fibers as bio-based cement additive. *Journal of Cleaner Production*, 235, 1540-1548. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.06.292>
- Hu, A., Zhang, W., You, Q., Men, B., Liao, G., & Wang, D. (2019). A green and low-cost strategy to synthesis of tunable pore sizes porous organic polymers derived from waste-expanded polystyrene for highly efficient removal of organic contaminants. *Chemical Engineering Journal*, 370(February), 251-261. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.03.207>
- Jang, Y. C., Lee, G., Kwon, Y., Lim, J. hong, & Jeong, J. hyun. (2020). Recycling and management practices of plastic packaging waste towards a circular economy in South Korea. *Resources, Conservation and Recycling*, 158(February), 104798. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2020.104798>
- Jayamani, E., Loong, T. G., & Bakri, M. K. Bin. (2020). Comparative study of Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) analysis of natural fibres treated with chemical, physical and biological methods. *Polymer Bulletin*, 77(4), 1605-1629. <https://doi.org/10.1007/s00289-019-02824-w>
- Kaisangsri, N., Kerdchoechuen, O., & Laohakunjit, N. (2012). Biodegradable foam tray from cassava starch blended with natural fiber and chitosan. *Industrial Crops and Products*, 37(1), 542-546. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.07.034>
- Kaisangsri, N., Kerdchoechuen, O., & Laohakunjit, N. (2014). Characterization of cassava starch based foam blended with plant proteins, kraft fiber, and palm oil. *Carbohydrate Polymers*, 110, 70-77. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.03.067>
- Kaisangsri, N., Kowalski, R. J., Kerdchoechuen, O., Laohakunjit, N., & Ganjyal, G. M. (2019). Cellulose fiber enhances the physical characteristics of extruded biodegradable cassava starch foams. *Industrial Crops and Products*, 142(September), 111810. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.111810>
- Kargarzadeh, H., Mariano, M., Huang, J., Lin, N., Ahmad, I., Dufresne, A., & Thomas, S. (2017). Recent developments on nanocellulose reinforced polymer nanocomposites: A review. *Polymer (United Kingdom)*, 132, 368-393. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2017.09.043>
- Kasemsiri, P., Dulsang, N., Pongsa, U., Hiziroglu, S., & Chindaprasirt, P. (2017). Optimization of Biodegradable Foam Composites from Cassava Starch, Oil Palm Fiber, Chitosan and Palm Oil Using Taguchi Method and Grey Relational Analysis. *Journal of Polymers and the Environment*, 25(2), 378-390. <https://doi.org/10.1007/s10924-016-0818-z>
- Katakojwala, R., & Mohan, S. V. (2020). Microcrystalline cellulose production from sugarcane bagasse: Sustainable process development and life cycle assessment. *Journal of Cleaner Production*, 249, 119342.

- <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.119342>
- Khai, D. M., Nhan, P. D., & Hoanh, T. D. (2017). An Investigation of the Structural Characteristics of Modified Cellulose From Acacia Pulp. *Vietnam Journal of Science and Technology*, 55(4), 452-460. <https://doi.org/10.15625/2525-2518/55/4/9216>
- Kian, L. K., Saba, N., Jawaid, M., & Fouad, H. (2020). Characterization of microcrystalline cellulose extracted from olive fiber. *International Journal of Biological Macromolecules*, 156, 347-353. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.04.015>
- Klemm, D., Cranston, E. D., Fischer, D., Gama, M., Kedzior, S. A., Kralisch, D., ... Rauchfuß, F. (2018). Nanocellulose as a natural source for groundbreaking applications in materials science: Today's state. *Materials Today*, 21(7), 720-748. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2018.02.001>
- Kruer-Zerhusen, N., Cantero-Tubilla, B., & Wilson, D. B. (2018). Characterization of cellulose crystallinity after enzymatic treatment using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). *Cellulose*, 25(1), 37-48. <https://doi.org/10.1007/s10570-017-1542-0>
- Kumar, A., Negi, Y. S., Choudhary, V., & Bhardwaj, N. K. (2014). Characterization of Cellulose Nanocrystals Produced by Acid-Hydrolysis from Sugarcane Bagasse as Agro-Waste. *Journal of Materials Physics and Chemistry*, 2(1), 1-8. <https://doi.org/10.12691/jmpc-2-1-1>
- Leal Filho, W., Saari, U., Fedoruk, M., Iital, A., Moora, H., Klöga, M., & Voronova, V. (2019). An overview of the problems posed by plastic products and the role of extended producer responsibility in Europe. *Journal of Cleaner Production*, 214, 550-558. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.12.256>
- Lee, S. Y., Eskridge, K. M., Koh, W. Y., & Hanna, M. A. (2009). Evaluation of ingredient effects on extruded starch-based foams using a supersaturated split-plot design. *Industrial Crops and Products*, 29(2-3), 427-436. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2008.08.003>
- Leite, A. L. M. P., Zanon, C. D., & Menegalli, F. C. (2017). Isolation and characterization of cellulose nanofibers from cassava root bagasse and peelings. *Carbohydrate Polymers*, 157, 962-970. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.10.048>
- Li, W., Cao, F., Fan, J., Ouyang, S., Luo, Q., Zheng, J., & Zhang, G. (2014). Physically modified common buckwheat starch and their physicochemical and structural properties. *Food Hydrocolloids*, 40, 237-244. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.03.012>
- Liu, D., Zhong, T., Chang, P. R., Li, K., & Wu, Q. (2010). Starch composites reinforced by bamboo cellulosic crystals. *Bioresource Technology*, 101(7), 2529-2536. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.11.058>
- Liu, Y., Liu, A., Ibrahim, S. A., Yang, H., & Huang, W. (2018). Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from pomelo peel. *International Journal of Biological Macromolecules*, 111, 717-721. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.01.098>
- Lopez-Gil, A., Silva-Bellucci, F., Velasco, D., Ardanuy, M., & Rodriguez-Perez, M. A. (2015). Cellular structure and mechanical properties of starch-based

- foamed blocks reinforced with natural fibers and produced by microwave heating. *Industrial Crops and Products*, 66, 194-205.
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.12.025>
- López M., M. A., Bolio-López, G. I., Veleza, L., López-Martínez, A., Salgado G., S., & Córdova S., S. (2016). Obtención de celulosa a partir de residuos agroindustriales de caña de azúcar. *Agroproductividad*, 9(7), 41-45.
- Lucio-Idrobo, Y., Arboleda-Muñoz, G.-A., Delgado-Muñoz, K.-L., & Villada-Castillo, H.-S. (2021). Development of expanded matrix elaborated from starch and cassava flour by extrusion. *Biotecnología en el sector agropecuario y agroindustrial*, 19(1), 139-152. Recuperado de <http://dx.doi.org/10.18684>
- Machado, C. M., Benelli, P., & Tessaro, I. C. (2017). Sesame cake incorporation on cassava starch foams for packaging use. *Industrial Crops and Products*, 102, 115-121. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.03.007>
- Machado, C. M., Benelli, P., & Tessaro, I. C. (2019). Constrained Mixture Design to Optimize Formulation and Performance of Foams Based on Cassava Starch and Peanut Skin. *Journal of Polymers and the Environment*, 27(10), 2224-2238. <https://doi.org/10.1007/s10924-019-01518-8>
- Machado, C. M., Benelli, P., & Tessaro, I. C. (2020). Study of interactions between cassava starch and peanut skin on biodegradable foams. *International Journal of Biological Macromolecules*, 147, 1343-1353.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.10.098>
- Mali, S. (2018). Biodegradable foams in the development of food packaging. En *Polymers for Food Applications* (pp. 329-345). https://doi.org/10.1007/978-3-319-94625-2_12
- Mali, S., Debiagi, F., Grossmann, M. V. E., & Yamashita, F. (2010). Starch, sugarcane bagasse fibre, and polyvinyl alcohol effects on extruded foam properties: A mixture design approach. *Industrial Crops and Products*, 32(3), 353-359. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2010.05.014>
- Mello, L. R. P. F., & Mali, S. (2014). Use of malt bagasse to produce biodegradable baked foams made from cassava starch. *Industrial Crops and Products*, 55, 187-193. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.02.015>
- Mishra, K. R., Sabu, A., & Tiwari, S. K. (2018). Materials chemistry and the futurist eco-friendly applications of nanocellulose: Status and prospect. *Journal of Saudi Chemical Society*, 1(1), 1-30. <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2018.02.005>
- Mitrus, M., Combrzyński, M., Kupryaniuk, K., Wójtowicz, A., Oniszczuk, T., Krecisz, M., ... Mościcki, L. (2016). A study of the solubility of biodegradable foams of thermoplastic starch. *Journal of Ecological Engineering*, 17(4), 184-189. <https://doi.org/10.12911/22998993/64554>
- Mitrus, M., & Moscicki, L. (2014). Extrusion-cooking of starch protective loose-fill foams. *Chemical Engineering Research and Design*, 92(4), 778-783.
<https://doi.org/10.1016/j.cherd.2013.10.027>
- Moo-Tun, N. M., Iñiguez-Covarrubias, G., & Valadez-Gonzalez, A. (2020). Assessing the effect of PLA, cellulose microfibers and CaCO₃ on the

- properties of starch-based foams using a factorial design. *Polymer Testing*, 86(February). <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106482>
- Muños-Vélez, M. F., Hidalgo-Salazar, M. A., & Mina-Hernández, J. H. (2014). Fique Fiber an Alternative for Reinforced Plastics. Influence of Surface Modification. *Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial*, 12(2), 60-70. Recuperado de http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1692-35612014000200007&lng=en&nrm=iso&tlng=es
- Muñoz-Vélez, M. F., Hidalgo-Salazar, M. A., & Mina-Hernández, J. H. (2018). Effect of content and surface modification of fique fibers on the properties of a low-density polyethylene (LDPE)-Al/fique composite. *Polymers*, 10(10), 1-14. <https://doi.org/10.3390/polym10101050>
- Najafi, N., Heuzey, M., Carreau, P. J., Therriault, D., & Park, C. B. (2015). Mechanical and morphological properties of injection molded linear and branched-poly(lactide) (PLA) nanocomposite foams. *EUROPEAN POLYMER JOURNAL*, 73, 455-465. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2015.11.003>
- Nakasone, K., Ikematsu, S., & Kobayashi, T. (2016). Biocompatibility Evaluation of Cellulose Hydrogel Film Regenerated from Sugar Cane Bagasse Waste and Its in Vivo Behavior in Mice. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 55(1), 30-37. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.5b03926>
- Nansu, W., Ross, S., Ross, G., & Mahasaranon, S. (2019). Effect of crosslinking agent on the physical and mechanical properties of a composite foam based on cassava starch and coconut residue fiber. *Materials Today: Proceedings*, 17, 2010-2019. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.06.249>
- Orue, A., Jauregi, A., Peña-Rodriguez, C., Labidi, J., Eceiza, A., & Arbelaz, A. (2015). The effect of surface modifications on sisal fiber properties and sisal/poly (lactic acid) interface adhesion. *Composites Part B: Engineering*, 73, 132-138. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.12.022>
- Ovalle-Serrano, S. A., Gómez, F. N., Blanco-Tirado, C., & Combariza, M. Y. (2018). Isolation and characterization of cellulose nanofibrils from Colombian Fique decortication by-products. *Carbohydrate Polymers*, 189(November 2017), 169-177. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.02.031>
- Ovalle-Serrano, Sergio A., Blanco-Tirado, C., & Combariza, M. Y. (2018). Exploring the composition of raw and delignified Colombian fique fibers, tow and pulp. *Cellulose*, 25(1), 151-165. <https://doi.org/10.1007/s10570-017-1599-9>
- Parida, C., Dash, S. K., & Pradhan, C. (2015). FTIR and Raman Studies of Cellulose Fibers of *Luffa cylindrica*. *Open Journal of Composite Materials*, 5(01), 5-10. <https://doi.org/10.4236/ojcm.2015.51002>
- Pathare, P. B., Opara, U. L., & Al-Said, F. A. J. (2013). Colour Measurement and Analysis in Fresh and Processed Foods: A Review. *Food and Bioprocess Technology*, 6(1), 36-60. <https://doi.org/10.1007/s11947-012-0867-9>
- Polat, S., Uslu, M. K., Aygün, A., & Certel, M. (2013). The effects of the addition of corn husk fibre, kaolin and beeswax on cross-linked corn starch foam. *Journal of Food Engineering*, 116(2), 267-276. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.12.017>

- Poletto, M., Ornaghi Júnior, H. L., & Zattera, A. J. (2014). Native cellulose: Structure, characterization and thermal properties. *Materials*, 7(9), 6105-6119. <https://doi.org/10.3390/ma7096105>
- Pornsuksomboon, K., Holló, B. B., Szécsényi, K. M., & Kaewtatip, K. (2016). Properties of baked foams from citric acid modified cassava starch and native cassava starch blends. *Carbohydrate Polymers*, 136, 107-112. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.09.019>
- Pushpadass, H. A., Babu, G. S., Weber, R. W., & Hanna, M. A. (2008). Extrusion of Starch-based Loose-fill Packaging Foams #: Effects of Temperature, Moisture and Talc on Physical Properties. *Packaging technology and science*, 21(February), 171-183. <https://doi.org/10.1002/pts>
- Quiévy, N., Jacquet, N., Sclavons, M., Deroanne, C., Paquot, M., & Devaux, J. (2010). Influence of homogenization and drying on the thermal stability of microfibrillated cellulose. *Polymer Degradation and Stability*, 95(3), 306-314. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2009.11.020>
- Quintero, M., Castro, L., Ortiz, C., Guzmán, C., & Escalante, H. (2012). Enhancement of starting up anaerobic digestion of lignocellulosic substrate: Fique's bagasse as an example. *Bioresource Technology*, 108, 8-13. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.12.052>
- Rasheed, M., Jawaid, M., Parveez, B., Zuriyati, A., & Khan, A. (2020). Morphological, chemical and thermal analysis of cellulose nanocrystals extracted from bamboo fibre. *International Journal of Biological Macromolecules*, 160, 183-191. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.05.170>
- Rivera, D., Plata, L., Castro, L., Guzmán, C., & Escalante, H. (2012). Aprovechamiento del subproducto sólido de la digestión anaerobia del bagazo de fique (*furcraea macrophylla*) para el acondicionamiento de suelos. *Red de Revistas Científicas de America Latina y el Caribe, España y Portugal*, 25(1), 25-34. <https://doi.org/10.1002/jccs.201300477>
- Rudin, A., & Choi, P. (2013). Biopolymers. En *The Elements of Polymer Science & Engineering* (pp. 521-535). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-382178-2.00013-4>
- Saeed, S. E. S., El-Molla, M. M., Hassan, M. L., Bakir, E., Abdel-Mottaleb, M. M. S., & Abdel-Mottaleb, M. S. A. (2014). Novel chitosan-ZnO based nanocomposites as luminescent tags for cellulosic materials. *Carbohydrate Polymers*, 99, 817-824. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.08.096>
- Shaghaleh, H., Xu, X., & Wang, S. (2018). Current progress in production of biopolymeric materials based on cellulose, cellulose nanofibers, and cellulose derivatives. *RSC Advances*, 8(2), 825-842. <https://doi.org/10.1039/c7ra11157f>
- Shao, X., Wang, J., Liu, Z., Hu, N., Liu, M., & Xu, Y. (2020). Preparation and Characterization of Porous Microcrystalline Cellulose from Corncob. *Industrial Crops and Products*, 151(September 2019), 1-6. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112457>
- Shekar, H. S. S., & Ramachandra, M. (2018). Green Composites: A Review.

- Materials Today: Proceedings*, 5(1), 2518-2526.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.11.034>
- Shi, J., Shi, S. Q., Barnes, H. M., & Pittman, C. U. (2011). A chemical process for preparing cellulosic fibers hierarchically from kenaf bast fibers. *BioResources*, 6(1), 879-890. <https://doi.org/10.15376/biores.6.1.879-890>
- Souza, V. G. L., Fernando, A. L., Pires, J. R. A., Rodrigues, P. F., Lopes, A. A. S., & Fernandes, F. M. B. (2017). Physical properties of chitosan films incorporated with natural antioxidants. *Industrial Crops and Products*, 107(April), 565-572. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.04.056>
- Soykeabkaew, N., Thanomsilp, C., & Suwantong, O. (2015). A review: Starch-based composite foams. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 78, 246-263.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.014>
- Tarchoun, A. F., Trache, D., Klapötke, T. M., Derradji, M., & Bessa, W. (2019). Ecofriendly isolation and characterization of microcrystalline cellulose from giant reed using various acidic media. *Cellulose*, 26(13-14), 7635-7651.
<https://doi.org/10.1007/s10570-019-02672-x>
- Teixeira, E. de M., Curvelo, A. A. S., Corrêa, A. C., Marconcini, J. M., Glenn, G. M., & Mattoso, L. H. C. (2012). Properties of thermoplastic starch from cassava bagasse and cassava starch and their blends with poly (lactic acid). *Industrial Crops and Products*, 37(1), 61-68.
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.11.036>
- Tibolla, H., Pelissari, F. M., Martins, J. T., Vicente, A. A., & Menegalli, F. C. (2018). Cellulose nanofibers produced from banana peel by chemical and mechanical treatments: Characterization and cytotoxicity assessment. *Food Hydrocolloids*, 75, 192-201. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.08.027>
- Trache, D., Hussin, M. H., Hui Chuin, C. T., Sabar, S., Fazita, M. R. N., Taiwo, O. F. A., ... Haafiz, M. K. M. (2016). Microcrystalline cellulose: Isolation, characterization and bio-composites application—A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 93, 789-804.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.09.056>
- Trisia, F., & Ian, S. (2017). Polystyrene as Hazardous Household Waste. En D. Mmerek (Ed.), *Design, Control and Applications of Mechatronic Systems in Engineering* (1.ª ed., pp. 135-152). InTech. <https://doi.org/10.5772/65865>
- Venero, M. (2019). *Análisis comparativo del impacto ambiental entre un embalaje de espuma de poliestireno expandido y un embalaje biodegradable mediante espumas matriciales*. Universidad Católica San Pablo. Recuperado de <http://repositorio.ucsp.edu.pe/handle/UCSP/16126>
- Wagner, T. P. (2020). Policy Instruments To Reduce Consumption of Expanded Polystyrene Food Service Ware in the Usa. *Detritus*, 09(9), 11-26.
<https://doi.org/10.31025/2611-4135/2020.13903>
- Wicaksono, R., Syamsu, K., Yuliasih, I., & Nasir, M. (2013). Cellulose Nanofibers from Cassava Bagasse: Characterization and Application on Tapioca-Film. *Chemistry and Materials Research*, 313(13), 2225-2956.
- Wulandari, W. . T., Rochliadi, A., & Arcana, I. M. (2016). Nanocellulose prepared by acid hydrolysis of isolated cellulose from sugarcane bagasse. *Material*

- Science and Engineering*, 107(1), 1-7. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/107/1/012045>
- Xie, Q., Li, F., Li, J., Wang, L., Li, Y., Zhang, C., ... Chen, S. (2018). A new biodegradable sisal fiber–starch packing composite with nest structure. *Carbohydrate Polymers*, 189(January), 56-64. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.01.063>
- Yin, L., Liu, H., Cui, H., Chen, B., Li, L., & Wu, F. (2019). Impacts of polystyrene microplastics on the behavior and metabolism in a marine demersal teleost, black rockfish (*Sebastes schlegelii*). *Journal of Hazardous Materials*, 380(July), 120861. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.120861>
- Yudanto, Y. A., & Diponegoro, U. (2020). Characterization of physical and mechanical properties of Biodegradable foam from maizena flour and paper waste for Sustainable packaging material. *International Journal of Engineering Applied Sciences and Technology*, 5(8), 1-8.
- Zafar, M. T., Zarrinbakhsh, N., Mohanty, A. K., Misra, M., & Ghosh, A. K. (2016). Biocomposites based on poly(Lactic acid)/willow-fiber and their injection moulded microcellular foams. *Express Polymer Letters*, 10(2), 176-186. <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2016.16>
- Zhang, C. wei, Li, F. yi, Li, J. feng, Wang, L. ming, Xie, Q., Xu, J., & Chen, S. (2017). A new biodegradable composite with open cell by combining modified starch and plant fibers. *Materials and Design*, 120, 222-229. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.02.027>
- Zhao, H., Zhao, G., Turng, L. S., & Peng, X. (2015). Enhancing Nanofiller Dispersion Through Prefoaming and Its Effect on the Microstructure of Microcellular Injection Molded Polylactic Acid/Clay Nanocomposites. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 54(28), 7122-7130. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.5b01130>
- Zhu, Z., Hao, M., & Zhang, N. (2018). Influence of contents of chemical compositions on the mechanical property of sisal fibers and sisal fibers reinforced PLA composites. *Journal of Natural Fibers*, 17(1), 101-112. <https://doi.org/10.1080/15440478.2018.1469452>