

**EVALUACIÓN DEL PORCENTAJE DE BIODEGRADACIÓN AEROBIA DE DOS  
MATERIALES DE EMPAQUE ELABORADOS A PARTIR DE ALMIDÓN Y  
HARINA DE YUCA**



**HUGO AMILCAR PORTILLA RODRIGUEZ**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA  
FACULTAD DE CIENCIAS AGRARIAS  
INGENIERIA AGROINDUSTRIAL  
POPAYÁN  
2019**

**EVALUACIÓN DEL PORCENTAJE DE BIODEGRADACIÓN AEROBIA DE DOS  
MATERIALES DE EMPAQUE ELABORADOS A PARTIR DE ALMIDÓN Y  
HARINA DE YUCA**



**Proyecto de grado en modalidad investigación como requisito para optar el  
título de ingeniero agroindustrial**

**DIRECTOR  
JOSÉ FERNANDO SOLANILLA DUQUE Ph.D**

**CODIRECTOR  
JOHN JAIRO PALECHOR Mg**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA  
FACULTAD DE CIENCIAS AGRARIAS  
INGENIERIA AGROINDUSTRIAL  
POPAYÁN  
2019**

**Nota de aceptación:**

Los directores y los jurados revisaron el presente documento, escucharon su respectiva sustentación por parte del autor y encontraron que el trabajo se realizó a satisfacción.

---

Ph.D. JOSÉ FERNANDO SOLANILLA  
**Director**

---

M.Sc. JOHN JAIRO PALECHOR  
**Codirector**

---

M.Sc. RICARDO CAMACHO  
**Jurado**

---

M.Sc. MARGARITA SALAZAR

Popayán, junio 13 del 2019

## Dedicatoria

*Dedico este trabajo a toda mi familia, en especial  
A mis padres, Rosa Rodríguez Reina y  
Hugo  
Portilla Caguazango, a mi abuela, Oliva Reina  
De Rodríguez a mi hermana, Rosita Portilla  
Rodríguez a mis tíos, Rubén y Hernán  
Rodríguez Reina.*

## **Agradecimientos**

En primera y principal instancia quiero brindar el agradecimiento a mis padres, ya que fueron los dos pilares fundamentales para la construcción de este trabajo, a mi abuela, mi hermana y mis tíos por esa comprensión y apoyo incondicional, y demás familiares que de una u otra manera aportaron en el proceso de mi formación.

Agradecimientos especiales a mi principal guía John Jairo Palechor M.Sc, a mi director José Fernando Solanilla Duque Ph.D, ya que fueron piezas fundamentales en el desarrollo de este trabajo de investigación infinitas gracias.

También extendiendo mi agradecimiento al grupo de investigación CYTBIA, de la Facultad de Ciencias Agrarias de la Universidad del Cauca donde se desarrolló la mayor parte de este trabajo de investigación.

## RESUMEN

La verificación de la biodegradabilidad es esencial para eliminar de manera segura un material plástico, y un compost estable biológica y químicamente es importante en pruebas de biodegradación de materiales plásticos. El presente trabajo de grado tuvo como objetivo general la evaluación del porcentaje de biodegradación aerobia de dos materiales de empaque elaborados a partir de almidón y harina de yuca

Se realizó una prueba de biodegradación bajo los parámetros de la norma ISO 14855-1 para los dos materiales de empaque (película flexible y bandeja semirrígida), empleando celulosa microcristalina como referencia.

Las pruebas de biodegradación se realizaron por un periodo de 4 semanas a temperatura de  $58^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ , con flujo de aire de 250 mL/h empleando un compost maduro como inóculo y se midieron las cinéticas de producción de  $\text{CO}_2$  y porcentaje de biodegradación. Se registraron diferencias significativas en la producción de  $\text{CO}_2$ , la mayor generación de  $\text{CO}_2$  fue producida por la bandeja semirrígida en el primer día de proceso seguida por la película flexible y la celulosa microcristalina. El porcentaje de biodegradación de los dos materiales fue mayor que el material de referencia.

Mediante microscopia SEM se observó la colonización de microorganismos sobre la superficie de los materiales, evidenciándose la aparición de grietas y población microbiana a medida que avanzaba el proceso de biodegradación.

Se corroboró que el tipo de material influyó significativamente en el proceso de biodegradación aerobia lo que implica que la película flexible y la bandeja semirrígida se pueden considerar biodegradables en condiciones de compostabilidad bajo los parámetros de la norma ISO 14855-1.

**Palabras clave: Producción de  $\text{CO}_2$ , porcentaje de biodegradación, microorganismos, microscopia SEM.**

## ABSTRACT

The verification of biodegradability is essential to safely remove a plastic material, and a stable compost biologically and chemically is important in biodegradation tests of plastic materials. The general purpose of this degree work was to evaluate the percentage of aerobic biodegradation of two packaging materials made from cassava starch and flour.

A biodegradation test was carried out under the parameters of ISO 14855-1 for the two packaging materials (flexible film and semi-rigid tray), using microcrystalline cellulose as reference.

The biodegradation tests were carried out for a period of 4 weeks at a temperature of  $58^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ , with air flow of 250 mL / h using a mature compost as an inoculum and the kinetics of CO<sub>2</sub> production and percentage of biodegradation. There were significant differences in the production of CO<sub>2</sub>, the largest generation of CO<sub>2</sub> was produced by the semi-rigid tray on the first day of the process followed by the flexible film and the microcrystalline cellulose. The percentage of biodegradation of the two materials was greater than the reference material.

SEM microscopy showed the colonization of microorganisms on the surface of the materials, evidencing the appearance of cracks and microbial population as the biodegradation process progressed.

It was corroborated that the type of material significantly influenced the aerobic biodegradation process, which implies that the flexible film and the semi-rigid tray can be considered biodegradable under conditions of compostability under the parameters of ISO 14855-1.

**Key words: CO<sub>2</sub> production, percentage of biodegradation, microorganisms, SEM microscopy.**

## CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCION.....	11
1. MARCO REFERENCIAL .....	12
1.1 MARCO TEÓRICO .....	12
1.1.1 Factores que afectan la tasa de biodegradabilidad: .....	12
1.1.1.1 Factores que afectan la biodegradabilidad aerobia en medio de compostaje.: .....	12
1.1.2 Degradación y biodegradación de productos plásticos. ....	13
1.1.2.1 Degradación. ....	13
1.1.2.2 Compostabilidad.....	13
1.1.2.3 Plásticos biodegradables.....	13
1.1.2.4 Biodegradación. O degradación biótica,.....	13
1.1.2.5 Degradable. ....	13
1.1.3. Biodegradación aerobia. ....	14
1.1.4. Determinación de la biodegradabilidad aerobia .....	14
1.1.5. Cinética del proceso de biodegradación.....	15
1.1.6. Métodos de ensayo de biodegradación. ....	16
1.2. MARCO HISTORICO .....	17
2. METODOLOGIA.....	21
2.1.BIODEGRADACIÓN DE LOS MATERIALES EN CONDICIONES DE COMPOSTAJE .....	21
2.2. ESTIMACIÓN DEL CONTENIDO DE CARBONO ORGÁNICO TOTAL DE LOS MATERIALES DE EMPAQUE .....	23
2.3. DISEÑO EXPERIMENTAL .....	25
2.4. EVALUACIÓN DE LOS CAMBIOS ESTRUCTURALES DE LOS DOS MATERIALES DE EMPAQUE.....	25
3. RESULTADOS Y DISCUSION .....	26
3.1. BIODEGRADABILIDAD DE LOS MATERIALES POR LA GENERACIÓN DE DIÓXIDO DE CARBONO (CO <sub>2</sub> ).....	26
3.2. EVOLUCIÓN DEL PORCENTAJE (%) DE BIODEGRADACIÓN. ....	29
3.3. CAMBIOS ESTRUCTURALES.....	33
4. CONCLUSIONES.....	38
5. RECOMENDACIONES.....	39
BIBLIOGRAFIA.....	40
ANEXOS .....	44



## LISTA DE FIGURAS

Pág.

Figura 1. Esquema de un sistema respirométrico utilizado para pruebas de respiración aerobia	
155	
Figura 2. Tasa de generación de CO <sub>2</sub> (g) de una bandeja semirrígida de almidón de yuca-fique, una película flexible de almidón de yuca-PLA y celulosa microcristalina	
299	
Figura 3. Biodegradación de una bandeja semirrígida de harina de yuca-fique, una película flexible de almidón termoplástico-PLA y celulosa microcristalina.....	333
Figura 4. Fotografías del proceso de biodegradación en condiciones de compostaje .....	355
Figura 5. Micrografías electrónicas de barrido de bandeja semirrígida durante el proceso de biodegradación.....	366
Figura 6. Micrografías electrónicas de barrido de la película flexible durante el proceso de biodegradación.....	377

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. Datos promedios obtenidos en el proceso de medición de las propiedades químicas del compost utilizado como inóculo <u>221</u>	
Tabla 2. Descripción y nomenclatura de los tratamientos utilizados para evaluar la biodegradación aerobia de una película flexible y una bandeja semirrígida.	22
Tabla 3. Diseño experimental aplicado en la determinación de la biodegradabilidad en condiciones controladas de compostaje de la película flexible y la bandeja semirrígida a escala de laboratorio	25
Tabla 4. Tasa de generación de CO <sub>2</sub> (en gramos)	28
Tabla 5. Porcentajes acumulados en el tiempo de biodegradación aerobia en condiciones controladas de compostaje	32

## INTRODUCCION

En la actualidad el consumo global de plásticos se ha incrementado siendo para el 2011 una producción de 299 millones de toneladas incrementándose en 4% para el 2012, para el 2019 se espera un incremento en el consumo de plásticos del 4% anual para una producción de alrededor de 360 millones de toneladas de plástico (Barnes, D. K. A., Galgani, F., Thompson, R. C., & Barlaz, M. *et.al.*, 2014). Este consumo indiscriminado ha traído como consecuencia que el mundo haya girado su mirada hacia los polímeros biodegradables, en especial aquellos que provienen de materias primas de origen renovable agrícola, sin embargo, bajo condiciones controladas de compostaje la biodegradabilidad de este tipo de materiales puede ser de baja eficiencia, por lo que se hace necesario desarrollar procedimientos que permitan validar su biodegradabilidad (Chai *et al.*, 2009).

La producción y consumo de polímeros biodegradables ha venido incrementándose gradualmente en los últimos diez años, puesto que este tipo de materiales poseen la capacidad de descomponerse a dióxido de carbono, metano, agua y componentes inorgánicos o biomasa por acción de los microorganismos en un ambiente natural, sin embargo, se hace necesario realizar trabajos tendientes a obtener información sobre los factores que influyen en su degradación como la temperatura, la humedad y el flujo de aire, en especial bajo condiciones de compostaje considerada como una forma segura para su reciclaje (Cho *et al.*, 2011). Además, la problemática presentada por el uso de materiales plásticos de tipo sintéticos y el impacto positivo con el medio ambiente que están generando, los bioplásticos se hace necesario conocer su tiempo estimado de degradación aerobia, para que puedan ser considerados como empaques biodegradables se les debe verificar su biodegradabilidad (Gómez y Michel, 2013, Du, *et. al.*, 2008, Barrena, *et. al.*, 2014).

Es por eso que el presente trabajo de investigación se enmarca en determinar el porcentaje de biodegradación aerobia de dos materiales de empaque elaborados a partir de almidón y harina de yuca, en condiciones controladas de compostaje de acuerdo con los requerimientos establecidos en la norma ISO 14855-2, identificando los cambios estructurales visibles en la morfología de los dos empaques, durante el proceso de biodegradación.

# 1. MARCO REFERENCIAL

## 1.1 MARCO TEÓRICO

**1.1.1 Factores que afectan la tasa de biodegradabilidad:** La biodegradación un proceso natural en el que la materia orgánica se convierte en moléculas ambientalmente aceptadas en el medio tales como lixiviados, dióxido de carbono, minerales y la biomasa. Los índices de biodegradación de un material están determinados por el ambiente donde sean dispuestos al termino de uso, existe una multiplicidad de factores que pueden variar entre diferentes ambientes se incluye entre otros temperatura, pH, disponibilidad de oxígeno, humedad relativa, población de microorganismos, en este sentido existen diferentes normas de procedimiento cuyo objetivo primordial es simular las condiciones reales de los diversos medios donde un material puede ser desechado y se establece que el tiempo de descomposición de un material amigable con el medio debe ser en lo posible menor a 180 días en condiciones de compostaje, por esta razón los materiales de este tipo deben dar cumplimiento estricto a los parámetros bajo normas establecidas (Kumar, M., Ou, Y. L., & Lin, J. G. 2010, Kumar, S., & Maiti, P. 2015, Pantani, R., & Sorrentino, A. 2013).

**1.1.1.1 Factores que afectan la biodegradabilidad aerobia en medio de compostaje.** La biodegradabilidad aerobia en medio de compostaje como método de medición utiliza la prueba respirometrica utilizando como inculo compost maduro rico en microorganismos termófilos para su adecuado proceso dentro el cual se encuentra regido por norma ISO 14855-1, donde indica rangos para factores como:

Manejo de temperatura ( $58\pm 2^{\circ}\text{C}$ ), esta permite la acción de los microorganismos termófilos para que puedan llevar a cabo su normal metabolismo, la humedad con sólidos secos totales entre 50-55% de los sólidos húmedos, los sólidos volátiles aproximadamente el 15% de los sólidos húmedos o el 30% de los sólidos secos, el manejo de la humedad nos permite un ambiente idóneo para la acción de los microorganismos presentes en el inculo y genera condiciones químicas y microbiológicas adecuadas para la acción de los microorganismos presentes, el pH entre 7 y 9, el manejo del pH es importante ya que a medios que estén fuera de ese rango ya sean básicos o ácidos inhiben el crecimiento de los microorganismos termófilos, relación de carbono nitrógeno entre 10/40 y la

concentración de microorganismos está asociada a la carga microbiana del compost y esta a su vez con la madurez de ese compost. (Normas ISO 14855-1:2005, Iovino, R. *et al.*, 2007).

### **1.1.2 Degradación y biodegradación de productos plásticos.**

**1.1.2.1 Degradación.** Es un proceso irreversible que principalmente hace referencia a un cambio en la estructura del material, el cual se caracteriza por la pérdida de sus propiedades (por ejemplo: Integralidad, peso molecular o estructura, fuerza mecánica), y/o fragmentación. La degradación es afectada por las condiciones ambientales y se da en un periodo de tiempo en una o en más etapas (Normas ISO 14855-1:2005).

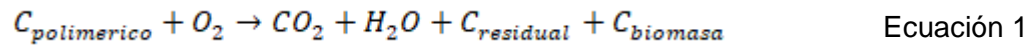
**1.1.2.2 Compostabilidad.** Es la propiedad que posee un material orgánico de ser biodegradado en un proceso de compostaje. Esta compostabilidad puede ser demostrada en un sistema controlado de compostaje empleando un método estándar (Normas ISO 14855-1:2005).

**1.1.2.3 Plásticos biodegradables.** Los biopolímeros representan un nuevo grupo de materiales dentro de la familia de los plásticos, que tienen nuevas propiedades, como ser biodegradables en determinados ambientes, en un tiempo determinado y proceder de materiales que provienen de fuentes renovables (Joran Reske *et al.*, 2009).

**1.1.2.4 Biodegradación.** O degradación biótica, es la degradación química de los materiales (por ejemplo: los bio polímeros), causada específicamente por la acción natural de las enzimas producidas por los microorganismos como bacterias, hongos y algas, evidenciados principalmente por la producción de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) (Siotto, *et al.*, 2012).

**1.1.2.5 Degradable.** A un material se llama degradable, si en condiciones ambientales específicas, al ser sometido a una degradación, permite medir su grado de degradación por medio de un método estándar (Normas ISO 14855-1:2005).

**1.1.3. Biodegradación aerobia.** El proceso de biodegradación aerobia, se define como, el carbono de las moléculas poliméricas que es convertido por los microorganismos en biomasa o humus, agua, residuos de carbono y gas de dióxido de carbono (Guwy, 2004, Geroge *et. al.*, 2006, Jeoung *et. al.*, 2014), como se describe en la ecuación 1.



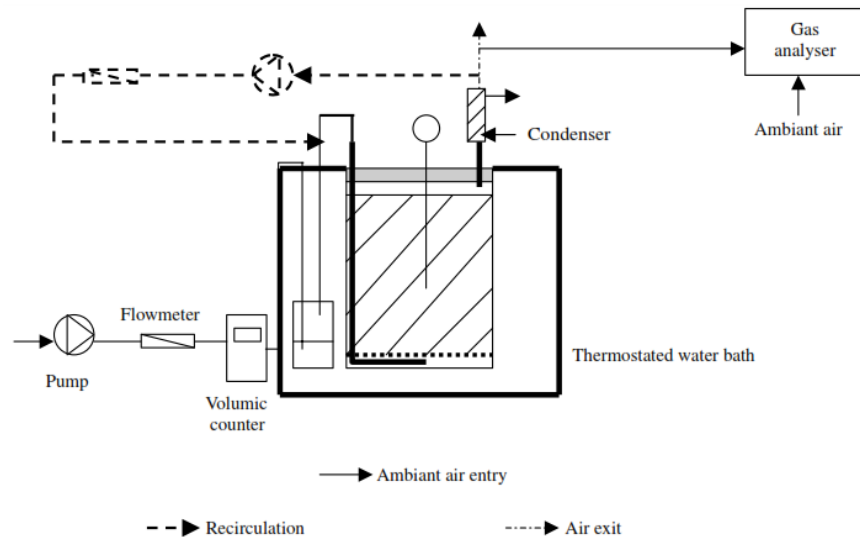
Es por eso que el grado de biodegradación aerobia se determina midiendo la cantidad de dióxido de carbono gaseoso (CO<sub>2</sub>) producido por el polímero. Generalmente en el proceso de biodegradación aerobia hay dos factores que afectan la tasa de biodegradación, estos factores son la exposición a condiciones controladas de compostaje a escala de laboratorio y las características propias del polímero (Guwy, 2004, Geroge *et al.*, 2006, Jeoung *et. al.*, 2014).

Para la determinación de la biodegradación aerobia de materiales plásticos, existen una serie de métodos, los cuales se basan en normas internacionales (ISO y ASTM).

**1.1.4. Determinación de la biodegradabilidad aerobia.** Para la realización de la prueba de biodegradación aerobia de materiales plásticos bajo condiciones controladas de compostaje, existe el método respirométrico en el cual se miden las tasas metabólicas expresadas como una cantidad de dióxido de carbono que se consume debido al metabolismo ya sea de un microorganismo o de un ser multicelular.

**1.1.4.1. Método respiro métrico.** Esta metodología es una de las más empleadas en los procesos de biodegradación, el principio del método se basa en la medición de la cantidad de gases que se generan en un ambiente controlado, o en una célula (o biorreactor), los gases se miden por medio del uso de un sensor de infrarrojo, los gases que comúnmente se miden son dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), Oxígeno (O<sub>2</sub>) y metano (CH<sub>4</sub>). En la figura. 1 se presenta un esquema de un sistema de medición basado en un método respiro métrico.

**Figura 1. Esquema de un sistema respirométrico utilizado para pruebas de respiración aerobia**



Fuente: TREMIER, A.; *et. al.*, 2005.

El método, aplicado a un proceso de biodegradación, se basa en un biorreactor o célula respirométrica herméticamente cerrada, la cual debe poseer un sistema que permita el control de la temperatura, la humedad y el flujo de aire. En la figura 1 se muestra como a través de una bomba de aire se genera un flujo en el sistema, el cual puede ser continuo o semi-continuo, y para proveer unas condiciones de aireación homogénea se puede emplear un sistema de recirculación de aire, dotado de un condensador para mantener la humedad del sistema (Kijchavengkul *et al.*, 2006, Tremier nvo *et al.*, 2005, Guardia, Petiot y Rogeau, 2008).

### 1.1.5. Cinética del proceso de biodegradación.

Las fases del proceso de biodegradación, se describen a continuación.

**1.1.5.1. Fase de latencia.** El tiempo, medido en días, desde el inicio de una prueba hasta la adaptación y / o la selección de Microorganismos y el grado de biodegradación de un compuesto químico o materia orgánica Aumentado hasta

aproximadamente el 10% del nivel máximo de biodegradación (ISO 14855-1 edición 2015-10-05).

**1.1.5.2. Nivel máximo de biodegradación.** El grado de biodegradación, medido en porcentaje, de un compuesto químico o materia orgánica en un ensayo, Por encima de la cual no se produce más biodegradación durante el ensayo (ISO 14855-1 edición 2015-10-05).

**1.1.5.3. Fase de biodegradación.** El tiempo, medido en días, desde el final de la fase de retardo de un ensayo hasta aproximadamente el 90% del nivel máximo de Biodegradación se ha alcanzado (ISO 14855-1 edición 2015-10-05).

**1.1.5.4. Fase de meseta.** El tiempo, medido en días, desde el final de la fase de biodegradación hasta el final de una prueba (ISO 14855-1 edición 2015-10-05).

#### **1.1.6. Métodos de ensayo de biodegradación.**

Los métodos de biodegradación son procesos que se llevan a cabo de acuerdo a los procedimientos de prueba, basado en las condiciones del plástico y las condiciones climáticas del entorno de estudio, existen amplias variedades de métodos actualmente disponibles para medir la biodegradabilidad de materiales poliméricos, varios métodos de prueba para evaluar la biodegradabilidad potencial de los plásticos han sido desarrollados por la Organización Internacional de Normalización (ISO) y la Sociedad Americana de Ensayos y Materiales (ASTM). La biodegradación se puede Caracterizar por la pérdida de peso, el cambio en la resistencia a la tracción, Cambio en las dimensiones, cambio en las propiedades químicas y físicas, producción de dióxido de carbono, actividad bacteriana en el suelo y cambio en la distribución del peso molecular (Singh, *et al.*, 2008).

**1.1.6.1. Método de biodegradación en suelo.** El método de biodegradación en suelo es uno de los métodos utilizados frecuentemente para la determinación de la biodegradabilidad de plástico, en este método la biodegradación se realiza en condiciones naturales o en condiciones de laboratorio. En un estudio las películas de plástico enterradas en un suelo forestal han sufrido colonización (15 días más tarde) por hifas de hongos y Degradación de los gránulos de almidón sobre las películas (Singh, B., & Sharma, N *et al.*, 2008).



**1.1.6.2. Degradación aeróbica en presencia de aguas residuales lodo.** Este método las muestras son inoculadas con microbios, el CO<sub>2</sub> gaseoso y CH<sub>4</sub> son monitoreados por espacio de cabeza y su análisis utilizando GC /MS (cromatografía de gas-espectrometría de masa) este método ha sido bastante utilizado ya que, en los ambientes enriquecidos de lodo, los microbios presentes tienen una amplia diversidad en composición en comparación a otros métodos (Singh, B., & Sharma, N *et al.*, 2008).

**1.1.6.3. Degradación en medio marino.** La degradación en ambientes marinos se da cuando los plásticos están expuestos a la radiación UVB La luz solar y las propiedades oxidativas e hidrolíticas de la atmósfera Y el agua de mar, donde se pueden oxidar los polímeros, formando Hidroperóxidos que conducen a la escisión de la cadena polimérica. Que por medio de la acción de microorganismos el material orgánico es convertido en CO<sub>2</sub> (O&apos;Brine, T., & Thompson, R. C. *et al.*,2010).

## **1.2. MARCO HISTORICO**

Sawad. *et al.*, (1998), resalta la importancia de elaborar materiales plásticos biodegradables como una alternativa a la problemática presentada por el masivo uso de los polímeros sintéticos. Reconocen la necesidad de llevar a cabo procesos de biodegradación que permitan verificar la biodegradabilidad de los materiales, y entre estos métodos el autor en su artículo destaca la metodología propuesta por la norma ISO 14855-1.

Jayasekara *et al.*, (2003), realizaron una descripción de la mayoría de las normas empleadas en los procesos de biodegradación, tanto aerobia como anaerobia. Explicaron en que consiste el principio de cada una de las normas, en este artículo se destaca el uso de la norma ISO 14855 y la norma ASTM D5338, como los procedimientos más empleados en la realización de pruebas de biodegradación a escala de laboratorio.

Funabashi y Kunioka.*et al.*, (2005), mediante un proceso se determinó la biodegradabilidad del 80% de fibras de algodón mezcladas con ácido poliláctico, después de 50 días de proceso, el proceso se realizó empleando la norma ISO 14855-1, en el artículo registran dificultades con la humedad, la cual pudo haber

afectado el proceso, convirtiéndose la humedad en una variable de cuidado en los procesos de biodegradación aerobia, dado que puede retardar los procesos de biodegradación si no es controlada adecuadamente.

Funabashi, Ninomiya, y Kunioka. *et al.*, (2006), en un proceso de biodegradación aerobia, basado en la metodología propuesta por la norma ISO 14855, encontraron que el ácido poliláctico y la policaprolactona, dos polímeros alifáticos, se degradaron en un 90% en 47 días de proceso, mientras que la celulosa microcristalina se degradó en un 80% en los mismos 47 días. Para resaltar concluyeron que la metodología propuesta por ISO permite la replicabilidad y reproducibilidad de los métodos.

lovino. *et al.*, (2007), se llevó a cabo la evaluación de la biodegradación aerobia en condiciones controladas de compostaje, según los parámetros de la norma ISO 14855, de una mezcla de almidón de maíz, ácido poliláctico y fibra de coco. En el estudio se encontró que este material se degrada en un 61.5% después de 50 días, mientras que el ácido poliláctico puro se degradó en un 55.5% después de los mismos 50 días, y la matriz elaborada de la mezcla de ácido poliláctico, almidón y fibra de coco, se degradó en 55,6% en los 50 días. Concluyen que la diferencia en la biodegradabilidad del ácido poliláctico se debe a la cristalinidad del material, lo que impide el ataque enzimático para su degradación.

Greene J. *et al.*, (2007), destacan la importancia del uso de la biodegradación en condiciones de compostabilidad en los plásticos ya que pueden reducir la acumulación de plástico en los vertederos. El uso de polímeros biodegradables está aumentando a un ritmo de 30% por año en algunos mercados de todo el mundo. El compostaje es una opción de gestión de residuos plásticos degradables prometedor para porque este proceso está diseñado para degradar residuos.

Shah, A. A., Hasan, F., Hameed, A., & Ahmed, S. *et al.*, (2008), muestran la importancia de la biodegradación aerobia ya que es necesaria para polímeros solubles en agua o inmiscibles en agua, ya que finalmente entran en las corrientes que no pueden ser reciclados ni incineran. Es importante considerar la degradación microbiana de polímeros naturales y sintéticos con el fin de entender lo que es necesario para la biodegradación y los mecanismos involucrados. Esto requiere la comprensión de las interacciones entre los materiales y los microorganismos y los cambios bioquímicos involucrados. Estudios generalizados

en la biodegradación de los plásticos se han realizado con el fin de superar los problemas ambientales asociados con residuos de plástico sintético.

Du. *Et al.*, (2008), presentan un estudio realizado para determinar la biodegradabilidad del almidón termoplástico (TPS) y el almidón termoplástico dialdehído (TPDAS), para garantizar condiciones controladas de compostaje. La metodología se basó en los principios de la norma ISO 14855. En el estudio reportan una biodegradabilidad del 74,05% para la celulosa microcristalina, después de 45 días, mientras que para el TPS reportan un porcentaje de biodegradación del 73,22% después de pasados 56 días y para el TPDAS, se reporta un porcentaje de biodegradación de 65,95% en 56 días.

Eubeler, *et al.*, (2009), realizaron una revisión alrededor de la normatividad existente para llevar a cabo procesos de biodegradación de materiales plásticos, de interés. En este documento presentan un compendio de normas recopiladas referentes a los procesos de biodegradación. Además describieron los microorganismos para cada tipo de biodegradación, según la norma, y los parámetros de monitoreo. Este estudio se centra en las normas ASTM y se destaca el uso de la norma ASTM D5338.

Leja, K., & Lewandowicz, G.*et al.*, (2010), relatan la importancia del el empleo de los polímeros sintéticos en el campo del embalaje y resaltan la influencia indeseable sobre el efecto en el medio ambiente por lo que muestran la tendencia de sustituir dichos polímeros con polímeros que se someten a procesos de biodegradación, así brindando ventajas con mezclas entre polímeros sintéticos y sustancias fácil de digerir por los microorganismos químicamente como (almidón modificado, almidón de materiales compuestos de polímeros).

Briassoulis, *et al.*, (2010), realizaron una revisión entorno a la biodegradación en suelo, y resaltaron el uso de las normas ISO y ASTM. Lo interesante de este documentos es que se establece la diferencia entre un material fotobiodegradable y un material biodegradable, los cuales son totalmente diferentes, básicamente en los fotobiodegradables lo que se da es una fragmentación del material, mientras que en los biodegradables hay un desintegración del material.

Pushpadass, *et al.*, (2010), se llevó a cabo un estudio para determinar el porcentaje de biodegradación de una mezcla de almidón termoplástico y

poliestireno, el proceso, aunque no relacionan ninguna norma, se realizó bajo condiciones controladas de compostaje. En el reportan un porcentaje de biodegradación, para las mezclas empleadas, entre 9.2-16.9% después de 39 días de estudio. En este trabajo concluyeron que el porcentaje de biodegradación depende del contenido de almidón termoplástico.

Imre, B., & Pukánszky, B *et al.*, (2015), se llevó a cabo estudio donde se da a conocer la producción, el uso y la importancia de conocer la biodegradabilidad de los biopolímeros, informando la importancia de estos para la práctica enfocándose en lo eco amigables ya que modificables con el fin de mejorar sus propiedades y lograr características necesarias para un tipo de uso específico.

Xie, *et. al.*,(2014), se necesitó el empleo de la metodología propuesta por la norma ISO 14855-1, para determinar la biodegradabilidad de películas basadas en almidón de maíz. En el trabajo reporta que con el uso del glicerol se obtuvo un porcentaje de biodegradación mayor del 50%, mientras que con el plastificante iónico se obtuvieron porcentajes inferiores al 34% después de un mes de prueba.

## 2. METODOLOGIA

### 2.1. BIODEGRADACIÓN DE LOS MATERIALES EN CONDICIONES DE COMPOSTAJE

La prueba se realizó según los parámetros sugeridos por la norma ISO 14855-1, empleando un equipo respirómetro (Micro-Oxymax, USA), utilizando reactores de vidrio de 2.000 mL.

Se utilizó como inóculo compost caracterizado procedente de la compostera ubicada en la finca de la Rejota de la Universidad del Cauca Colombia, elaborado a partir de los residuos orgánicos generados en todas las facultades de la Universidad, el cual al realizarle pruebas de estabilidad química arrojó los resultados según tabla 1, valores que se encuentran dentro del rango sugerido por la norma ISO 14855-1, como son para sólidos totales entre 50 y 55% en base seca, los sólidos volátiles aproximadamente el 15% o el 30% de los sólidos secos, pH entre 7 y 9, relación carbono nitrógeno (C/N) entre 10 y 40.

**Tabla 1 Datos promedios obtenidos en el proceso de medición de las propiedades químicas del compost utilizado como inóculo.**

Compost	COT (%)	Nitrógeno (%)	SST (%)	STV (%)	pH	C/N
La Rejota	11,66±0,18	0,87±0,04	54,65±0,55	37,99±0,38	7,11±0,03	13,36±0,46

A continuación se procedió a tamizarlo en un tamiz ASTM malla 30 (tamaño de partícula 0.60 mm), para eliminar piedras, material vegetal y partículas obteniendo un tamaño uniforme, el paso siguiente fue llevar el compost a 53,81% de sólidos totales con agua destilada, el compost se mezcló usando una mezcladora industrial (CI Talsa, Colombia). Se pesaron 240g del compost en base seca, es decir 516,6g en base húmeda (balanza de precisión PCE-BM C, Alemania), y seguidamente se realizaron recortes de los dos tipos de muestras en láminas a cuadros de 1x1 cm, posteriormente en una balanza analítica se pesaron 40g de la muestra de análisis en base seca, para una relación de 6:1 compost y muestra de análisis.

**Tabla 2 Descripción y nomenclatura de los tratamientos utilizados para evaluar la biodegradación aerobia de una película flexible y una bandeja semirrígida.**

<b>Tratamientos</b>	<b>Nomenclatura</b>	<b>Tipo de material plástico</b>	<b>de Compost (g)</b>	<b>Cantidad de material plástico (g)</b>	<b>de Materia Inerte (g)</b>
1	BR1	Bandeja	519,6	40	716,6
2	BKR1	Blanco	519,6	0	716,6
3	PR1	Película	519,6	40	716,6
4	BR2	Bandeja	519,6	40	716,6
5	BKR2	Blanco	519,6	0	716,6
6	BKR3	Blanco	519,6	0	716,6
7	PR2	Película	519,6	40	716,6
8	BR3	Bandeja	519,6	40	716,6
9	PR3	Película	519,6	40	716,6
10	CR1	Celulosa	519,6	40	716,6
11	CR2	Celulosa	519,6	40	716,6
12	CR3	Celulosa	519,6	40	716,6

En un recipiente plástico se mezcló homogéneamente y por separado, el compost con cada una de las muestras de análisis. Los compost con las muestras se depositaron en doce biorreactores de 2000 mL. En la Tabla 2 se presenta la nomenclatura utilizada en cada uno de los tratamientos y la descripción de los tratamientos. Como material inerte se utilizó grava con tamaño uniforme tamizada en tamiz ASTM malla 10 (tamaño de partícula 2 mm), con cantidad en cada tratamiento 716,6g en base húmeda, con el fin de favorecer la porosidad de la mezcla y permitir la circulación del aire.

Los biorreactores se llevaron al equipo de biodegradación (Micro-Oxymax Respirometer, US), y se incubaron a temperatura constante de  $58^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Se estableció un flujo de aire continuo a una tasa de aproximadamente 250mL/min.

A cada uno de los biorreactores se les midió el CO<sub>2</sub> gaseoso acumulado mediante un sensor de CO<sub>2</sub> propio del equipo Micro-Oxymax, con un rango de medición de 0-3%. A partir del dióxido de carbono acumulado producido por las muestras de análisis. Se calculó el porcentaje de Biodegradación (Dt) usando la ecuación 1.

$$Dt = \frac{(\text{CO}_2)\text{T} - (\text{CO}_2)\text{B}}{\text{ThCO}_2}$$

Ecuación 1.

Donde,

(CO<sub>2</sub>)T: es el dióxido de carbono acumulado producido en el reactor que contiene la muestra de análisis en g.

(CO<sub>2</sub>)B: es el dióxido de carbono acumulado producido en el reactor que contiene el blanco en g

ThCO<sub>2</sub>: es el contenido teórico de dióxido de carbono que contiene la muestra de análisis en gramos por reactor en g.

## **2.2. ESTIMACIÓN DEL CONTENIDO DE CARBONO ORGÁNICO TOTAL DE LOS MATERIALES DE EMPAQUE**

Se trabajó basándose en el método propuesto por García y Ballesteros (2005) empleado el método de Walkley Black. Las muestras se molieron y secaron a 105°C por dos horas, posteriormente, en una balanza analítica se pesaron de 0,02 g de las muestras molidas y secas, y se llevaron por separado a beakers de 100 mL, a los cuales se les agregaron 5 mL de solución de dicromato de potasio 0,17N. Los beakers se agitaron suavemente y a cada uno se les adicionó en forma rápida 10 mL de ácido sulfúrico concentrado, se agitaron suavemente, y se dejaron en reposo por 30 minutos aproximadamente. Pasados los 30 minutos se les agregó 50 mL de agua destilada, se mezclaron y se dejaron en reposo por 14 horas. Transcurrido el tiempo de reposo el sobrenadante de la solución se transvaso a tubos para centrifuga de 50 mL.

Los tubos se centrifugaron (HERMLE Z306, Alemania) por 5 minutos a 3.000 rpm. La solución se colocó en la celda de medición y se realizó la lectura a 588,9 nm

en un espectrofotómetro (SHIMADZU UV-1800, Japón). Para la cuantificación del COT se empleó la ecuación 2.

$$COT (\%) = \frac{\left[ \frac{Abs_{588,9} - 0,0199}{0,0641} \right]}{W_{muestra}} \times 100 \quad \text{Ecuación 2}$$

Donde,

COT(%) es el contenido de carbono orgánico total

Abs<sub>588,9</sub> es la absorbancia mediada en el espectrofotómetro

W<sub>muestra</sub> es el peso de la muestra

0,0199 y 0,0641 son constantes

La norma ISO 14855-1 establece que uno de los parámetros necesarios para estimar el porcentaje de biodegradación de cualquier tipo de material, en condiciones controladas de compostaje a escala de laboratorio, es previamente conocer por un medio analítico, el contenido de carbono orgánico total del material antes de ser sometido al proceso de biodegradación. Por lo tanto, se estimó el contenido de carbono orgánico total utilizando el método de Walkley Black, usando la ecuación 3, establecida por la norma ISO 14855-1 para obtener el cálculo del contenido de dióxido de carbono teórico (ThCO<sub>2</sub>).

$$ThCO_2 = MTOT * CTOT * \frac{44}{12} \quad \text{Ecuación 3}$$

Donde,

M<sub>TOT</sub>: peso en base seca en gramos de la muestra de análisis

C<sub>TOT</sub>: proporción de carbono orgánico total en base seca de la muestra de análisis en gramos por gramos

44 y 12: es la masa molecular del dióxido de carbono y peso atómico del carbono.



### 2.3. DISEÑO EXPERIMENTAL

Se empleó un diseño completamente aleatorio (DCA), con tres niveles, completamente al azar, con mediciones en el tiempo. El factor, los niveles y las variables de respuesta se describen en la tabla 3. El análisis estadístico se realizó por medio de un ANOVA para la confiabilidad del 95% empleando el software SPSS Statistics V 20. La diferencia entre medias para varianzas homogéneas se realizó mediante método Tukey y para varianzas no homogéneas se empleó la prueba T3 de Dunnet.

**Tabla 3. Diseño experimental aplicado en la determinación de la biodegradabilidad en condiciones controladas de compostaje de la película flexible y la bandeja semirrígida a escala de laboratorio**

Factor	Niveles	Variables de respuesta
Tipo de empaque	Empaque 1 (película flexible)	Producción de CO <sub>2</sub> (g) Porcentaje de biodegradación (%)
	Empaque 2 (bandeja semirrígida)	
	Empaque 3 (celulosa microcristalina)	

### 2.4. EVALUACIÓN DE LOS CAMBIOS ESTRUCTURALES DE LOS DOS MATERIALES DE EMPAQUE

Para evaluar los cambios estructurales de los dos materiales de empaque se realizó un seguimiento e identificación del deterioro y de sus cambios morfológicos, sometidos al proceso de biodegradación aerobia bajo condiciones controladas de compostaje, donde se tomaron muestras de los biorreactores cada semana de la película flexible y la bandeja semirrígida, y se almacenaron en un desecador al vacío. Se tomaron imágenes con cámara digital Nikon CoolPlix B700 para observaciones macroscópicas de las muestras de análisis antes, durante y después del proceso de biodegradación.

La identificación de los cambios estructurales y la colonización de los microorganismos sobre la superficie de los dos materiales de empaque, se realizó con microscopia electrónica de barrido (SEM JEOL JSM-6490LV, Japon), en el laboratorio de materiales de la Universidad del Valle, operando con un voltaje de aceleración de 5kV, durante el periodo de biodegradación aerobia.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSION

#### 3.1. BIODEGRADABILIDAD DE LOS MATERIALES POR LA GENERACIÓN DE DIÓXIDO DE CARBONO (CO<sub>2</sub>).

La generación de dióxido de carbono CO<sub>2</sub> es un parámetro importante que señala que el proceso de biodegradación está en marcha (Siracusa, *et al.*, 2008). En la figura 2 y la tabla 4 se observa la trayectoria desde el día cero hasta el día 32 semana tras semana de cada material de estudio, el comportamiento de generación de dióxido de carbono CO<sub>2</sub> presentando variabilidad en valores de tasa de generación del dióxido de carbono CO<sub>2</sub>. Los datos obtenidos para este parámetro registraron un comportamiento de normalidad, observándose diferencias significativas a medida que transcurrió el tiempo en la generación de CO<sub>2</sub>, es notable que la mayor generación de CO<sub>2</sub> fue producida por la bandeja semirrígida en el primer día de proceso con un valor de 7.6 g CO<sub>2</sub> luego se presentó una disminución en esta generación la cual fue de aproximadamente 65.74% (disminución de 4.97 g), en la primera semana, día 8, para la segunda semana, día 16, esta disminución en relación a la primera semana fue del 16.24% (disminución de 1.23 g), y para la tercer y cuarta semana, días 24 y 32, la disminución fue del 9.5 y 4.87% (disminuciones de 0.72 y 0.37 g), respectivamente, debido a que dicho material se degrado rápidamente especialmente en el día 1 ya que uno de los componentes de este material es la harina de yuca el cual fue utilizado como sustrato de los microorganismos que actuaron en el inóculo para mediante su metabolismo generar este valor de generación de CO<sub>2</sub>.

Para el caso de la película el valor de generación de dióxido de carbono más alto fue en el primer día de proceso con un valor de 3.93 g CO<sub>2</sub> luego se presentó una disminución en esta generación la cual fue de aproximadamente 40.08%(disminución de 1.58g), en la primera semana, día 8, para la segunda semana, día 16, esta disminución en relación a la primera semana fue de 38.54% (disminución de 1.52g), y para la tercer y cuarta semana, días 24 y 32, la disminución fue de 13.7 y 4.28% (disminuciones de 0.54 y 0.28g), respectivamente, similarmente al comportamiento de la bandeja semirrígida este material también se degrado rápidamente especialmente en las primeras dos semanas ya que la película flexible está compuesta por almidón pero la tasa de generación de CO<sub>2</sub> fue menor ya que esta película entre sus componentes se encuentra PLA, este al estar junto al almidón cumple la función de interacción con

las partículas de almidón y restringe o reduce la velocidad con la que las enzimas penetran el sustrato y así su generación de CO<sub>2</sub> sea menor y por ende se degrade a una menor velocidad (Tokiwa, Y., Calabia, B. P., Ugwu, C. U., & Aiba, S. *et.al.*, 2009).

Para el material utilizado como referencia la celulosa micro cristalina el valor de generación de dióxido de carbono más alto fue en el primer día de proceso con un valor de 3.0756 g CO<sub>2</sub>, luego se presentó una disminución en esta generación la cual fue aproximadamente de 49.99% (disminución de 1.54g), en la primera semana, día 8, para la segunda semana, día 16, esta disminución en relación a la primera semana fue de 22.64% (disminución de 0.69g), para la tercera semana, día 24, presento un aumento en la generación de CO<sub>2</sub> aproximadamente de 30,94% (aumento 0.95g) en relación a la segunda semana y en la cuarta semana, día 32, la disminución fue de 29,48% (disminuyendo 0.91g) en relación a la primera semana, indicando una generación de CO<sub>2</sub> mayor en las dos últimas semanas de proceso que los otros materiales de estudio bandeja semirrígida y película flexible, debido a que la celulosa se degrada a una velocidad menor ya que no es un cuerpo amorfo y está compuesta por materiales celulósicos que poseen enlaces β-glucosídicos que la hacen menos accesible a la acción de los microorganismos presentes en el inóculo aparte de que es de forma micro cristalina y la degradación de unos cristales que son una estructura compacta y ordenada toma más tiempo que en materiales compuestos por almidones, harinas en este caso extraídos de la yuca que son de tipo amorfo por ello son más accesibles al ataque microbiano. En estudios de biodegradación en literatura se indica que el grado de cristalinidad es un factor crucial que afecta la biodegradabilidad ya que las enzimas atacan principalmente los dominios amorfos ya que sus regiones están poco empaquetadas y por lo tanto las hacen más susceptibles a la degradación, las partes cristalinas de un polímero son más resistentes que las regiones amorfas (Tokiwa, Y., Calabia, B. P., Ugwu, C. U., & Aiba, S. *et al.*, 2009).

El comportamiento de la generación de CO<sub>2</sub> del material de referencia fue significativamente menor en respecto a los otros materiales, en especial en las dos primeras semanas esto pudo verse influenciado ya que una característica esencial de la celulosa es que es un compuesto insoluble, siendo la solubilidad un factor favorable en la producción de dióxido de carbono y por ende en la biodegradación, los compuestos solubles se degradan más fácilmente ya que los microorganismos se desarrollan más fácilmente en presencia de la humedad (Massardier-nageotte, V., Pestre, C., Cruard-pradet, T., & Bayard, R. *et al.*, 2006).

En la tabla 4 se presenta un resumen de la generación de CO<sub>2</sub> en cada una de las semanas de proceso de biodegradación en condiciones controladas de compostaje a escala de laboratorio de cada uno de los materiales de estudio.

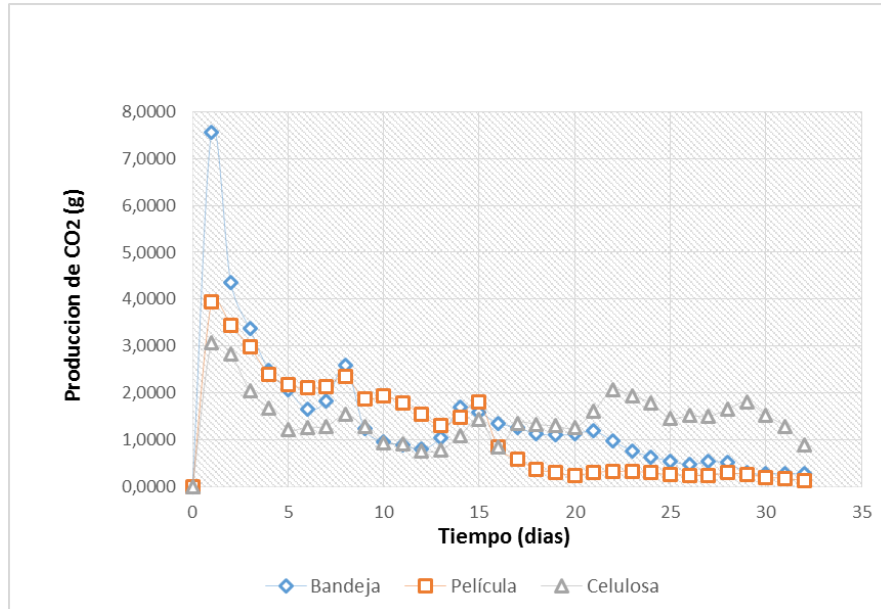
**Tabla 4. Tasa de generación de CO<sub>2</sub> por semana (en gramos).**

<b>MATERIAL</b>	<b>TIEMPO (SEMANAS)</b>	<b>GENERACIÓN DE CO<sub>2</sub> (g) ACUMULADA</b>
<b>BANDEJA SEMIRRIGIDA</b>	0	0
	1	25.91
	2	9.59
	3	8.22
	4	3,22
<b>PELICULA FLEXIBLE</b>	0	0
	1	21.55
	2	12.59
	3	2.80
	4	1.85
<b>CELULOSA MICROCRISTALINA</b>	0	0
	1	14.98
	2	8.08
	3	12.65
	4	11.67

NOTA: Evaluación de tres materiales biodegradables durante prueba de biodegradación aerobia en un tiempo de cuatro semanas de proceso.

Los resultados obtenidos en la prueba de biodegradación en condiciones de compostabilidad, permite verificar su conversión en dióxido de carbono CO<sub>2</sub>, humus y calor mediante acción de los microorganismos presentes en el medio, en este caso el compost utilizado para la prueba (Tuomela, *et al.*, 2000). Además, la diferencias significativas identificadas en la generación de CO<sub>2</sub> inherentes a cada material son un claro indicador de que en efecto el material o la naturaleza del empaque afecta directamente y significativamente la generación de CO<sub>2</sub> en el proceso de biodegradabilidad en compostaje.

**Figura 2. Tasa de generación de CO<sub>2</sub> (en gramos)**



NOTA: Evaluación de una bandeja semirrígida de almidón de yuca-fique, una película flexible de almidón de yuca-PLA y celulosa microcristalina.

### 3.2. EVOLUCIÓN DEL PORCENTAJE (%) DE BIODEGRADACIÓN.

En la figura 3 y tabla 5, se encontró que después del análisis del porcentaje de biodegradación, en un periodo de 32 días, cada uno de los objetos estudiados presento diferencias significativas en la tasa de porcentaje de biodegradación, se pudo establecer que el mayor porcentaje de biodegradación logrado al transcurrir los 32 días de proceso fue el siguiente: Bandeja 89,06%, película con 98,24% y celulosa en 81,37%.

En cuanto a la película flexible presento cambios significativos en las semanas 1 y 2 donde presentaron valores porcentuales de biodegradación de 48,45% y 31,46% respectivamente y los cambios fueron menos significativos en las semanas 3 y 4 donde se presentaron valores porcentuales de biodegradación de 11,47% y 6,86% respectivamente, para así al transcurrir los 32 días de proceso se llega a un porcentaje de biodegradación total de 98,24%, los cambios más significativos se pueden observar en las primeras dos semanas donde se dio una mayor degradación debido al alto contenido de almidón presente en la película que fue tomado como sustrato para que microorganismos termófilos presentes en

el medio lleven a cabo su metabolismo donde se genera una mayor producción de CO<sub>2</sub> y por ende una mayor degradación (Tuomela, *et.al.*, 2000).

Este alto porcentaje de biodegradación obtenido por este material película flexible en el periodo del proceso de biodegradación visiblemente se puede decir que este material llego al punto de la mineralización. Siendo la mineralización el punto donde hay un consumo completo de los materiales biodegradables o la biomasa y todo el carbono se convierte en CO<sub>2</sub> (Leja, K., & Lewandowicz, G. *et. al.*, 2009).

La película flexible al ser un polímero y uno de sus componentes principales el almidón son capaces de a través de sus gránulos absorber humedad lo cual es determinante para la biodegradación, debido que al aumentar la capacidad del polímero para absorber esa humedad facilita la acción de las enzimas que son capaces de convertir el polímero en fragmentos más pequeños y asimilables por los microorganismos presentes en el medio y así llegar a la mineralización. Un comportamiento similar reportan autores en estudio de degradación de del almidón (Eia, R. *et. al.*, 2009). Estudios en otro tipo de almidón demuestran que en almidón de maíz se reporta una biodegradación de 92%(Degli, Tonis y Bastioli, *et al.*, 1992).

De igual forma se presentó la biodegradación para la bandeja semirrígida con cambios significantes similares a los de la película flexible con mayores porcentajes de biodegradación en las dos primeras semanas, a diferencia que este material bandeja semirrígida presento un porcentaje de biodegradación total inferior en los 32 días de 89,06%. El cual se pudo presentar debido a que en su composición a diferencia que en la película flexible está compuesta por harina de yuca, glicerol, fibra de fique compuestos que debido a su estructura natural y al medio en el cual se dio el ensayo no son muy accesible al ataque microbiano, dejando como residuo algunas partículas de fibras de fique. En estudios de biodegradación realizados por otros autores en materiales compuestos por almidón y fibras naturales el comportamiento fue similar al del presente ensayo en el cual los microorganismos atacan primero a la harina y después de consumirlo pasan a descomponer la fibra (Wan, Y.Z., H. Luo, F. He, H. Liang, Y. Huang y X.L. Li. *et. Al.*, 2009).

Por otra parte el comportamiento del material de referencia fue diferente al de los dos materiales ya descritos anteriormente, puesto que fue degradado en menor

porcentaje en las primeras semanas y superior en las dos últimas lo que se pudo influenciar ya que nuestro material de referencia es un compuesto cristalino con enlaces celulósicos beta  $\beta$  el cual por ser cristalino afecta la biodegradación ya que las enzimas atacan principalmente los dominios amorfos que son más susceptibles al ataque microbiano, la parte cristalina es más resistente tiene una estructura más compacta y ordenada es mucho más compleja que la de un almidón gelatinizado que tiene regiones amorfas, entonces puede llegar a degradarse pero en mayores intervalos de tiempo. En literatura en estudios de degradación de materiales celulósicos se demostraron comportamientos similares (Tokiwa, Y., Calabia, B. P., Ugwu, C. U., & Aiba, S. *et al.*, 2009).

En las curvas de porcentaje de biodegradación de los tres materiales del ensayo figura 3, tuvieron un comportamiento similar ya que se pudieron detallar las etapas como la fase de adaptación en los primeros días de la semana 1 donde el inóculo interactúa con el material de ensayo la fase de degradación o exponencial en la primer y segunda semana en la que los microorganismos utilizan parte del material de prueba para realizar su metabolismo y en si incrementar la biodegradación y finalmente una fase de meseta entre los últimos días de la tercer semana y cuarta semana en la que la degradación está en su finalización. Autores reportan curvas de biodegradación en polímeros resultados similares (Massardier-nageotte, V., Pestre, C., Cruard-pradet, T., & Bayard, R. *et al.*, 2006).

En la figura 3 para el material de estudio película flexible se observa un comportamiento de cambio de velocidad de biodegradación aproximadamente para el día 7, esto puede suceder ya que la película flexible está compuesto por materiales que en este caso poseen diferentes velocidades de biodegradación, en estos primeros 7 días los microorganismos presentes en el inóculo consumieron inicialmente las partes amorfas del almidón y del PLA que son más susceptibles al ataque microbiano y por ende el tiempo en que degradan estos compuestos fue menor, pasados los 7 días toma otra velocidad de biodegradación menor y que vuelve a crecer, esta disminución y aumento es debida a que los microorganismos empiezan a romper las interacciones almidón-PLA para tratar de tomarlos como sustrato para su metabolismo, teniendo en cuenta que las partículas de almidón y PLA cristalinas son más resistentes al ataque microbiano por consiguiente se degrada en una menor velocidad, estudios de biodegradación indican que la velocidad de biodegradación del PLA debe disminuir a medida que aumente la cristalinidad ya que la parte que recibe hidrolisis es la amorfa preferentemente y no la cristalina (Tokiwa, Y., Calabia, B. P., Ugwu, C. U., & Aiba, S. *et al.*, 2009).

Comportamiento similar como la bandeja semirrígida con cambios de velocidad de degradación en el día 12 aproximadamente, esto debido a que los microorganismos consumieron primordialmente la harina de yuca y su contenido proteico y después de estos 12 días empiezan a fragmentar la fibra de fique en velocidades diferentes ya que las partículas del fique tienen en su composición lignocelulosas, las cuales hacen más difícil que el microorganismo rompa estas fibras rápidamente, estudios de degradación de almidones y fibras naturales reportan el consumo preferentemente por el almidón y luego pasan a descomponer las fibras naturales para realizar su metabolismo (Wan, Y.Z., H. Luo, F. He, H. Liang, Y. Huang y X.L. Li. *et.al.*, 2009).

Se debe resaltar que está establecido bajo norma ISO 14855-1 la cual establece que para realizar una prueba de biodegradación aerobia en condiciones controladas de compostaje a escala de laboratorio, sea válida el material de referencia en nuestro caso la celulosa microcristalina se debe alcanzar un porcentaje de degradación en más del 70%, el cual para nuestro proceso se alcanzó en el transcurso de los 32 días aproximadamente lo que permite dar como resultado positivo confirmando que el inóculo tiene una buena o adecuada actividad microbiana dándole validez al ensayo.

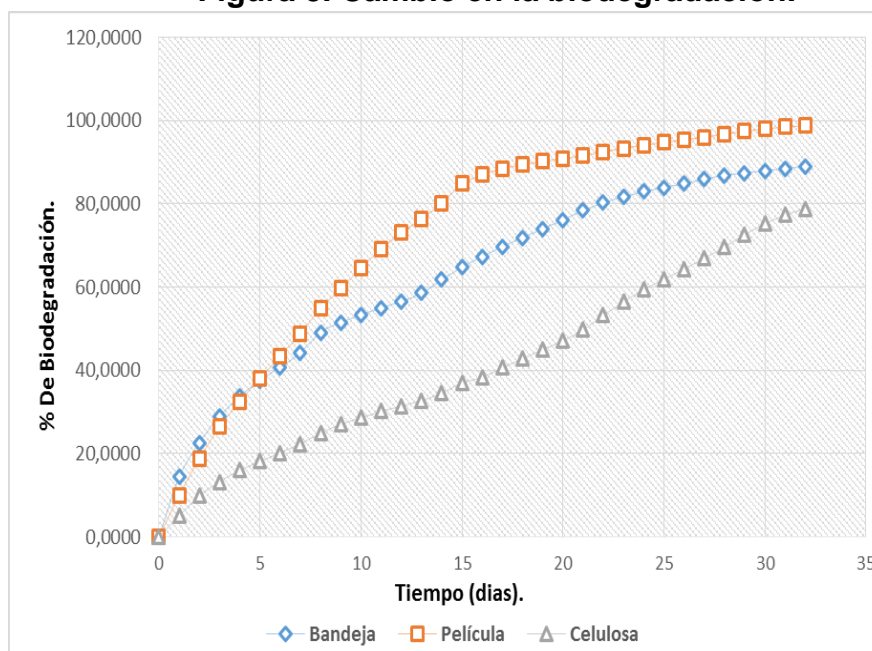
**Tabla 5. Porcentajes acumulados en el tiempo de biodegradación aerobia en condiciones controladas de compostaje**

Material	Replica (%)	1	2	3	Promedio	Desviación estándar
	Semana					
Bandeja semirrígida	1	48,24	44,77	44,07	45,69	2,23
	2	59,64	63,13	62,54	61,77	1,87
	3	74,08	81,32	79,85	78,42	3,83
	4	81,35	92,8	93,04	89,06	6,68
Película flexible	1	46,37	50,54	48,43	48,45	2,09
	2	77,46	80	82,27	79,91	2,41
	3	88,81	92,54	92,79	91,38	2,23
	4	97,56	98,66	98,5	98,24	0,59
Celulosa microcristalina	1	22,95	20,59	23,67	22,40	1,61
	2	33,13	29,27	41,26	34,55	6,12
	3	49,48	43,51	58,91	50,63	7,76
	4	81,62	70,69	91,8	81,37	10,56

NOTA: Resultados de los tres materiales durante cuatro semanas de proceso.



**Figura 3. Cambio en la biodegradación.**



NOTA: Comportamiento de la biodegradación de una bandeja semirrígida de harina de yuca-fique, una película flexible de almidón termoplástico-PLA y celulosa microcristalina.

### 3.3. CAMBIOS ESTRUCTURALES.

En la figura 4 se indica un registro fotográfico tomado durante el proceso de biodegradación en condiciones de compostaje de la bandeja semirrígida y la película flexible, en la figura 4A) podemos observar los recortes de la bandeja semirrígida completos sin la acción de ningún microorganismo visualmente ya que es cuando se inicia el proceso de biodegradación.

En la figura 4B) la cual corresponde a la primera semana de proceso donde se puede observar que los microorganismos presentes en el compost empiezan a colonizar las superficies de los recortes de la bandeja semirrígida. En la figura 4C) muestra tomada transcurrida dos semanas de proceso se puede observar como aumenta el área colonizada por los microorganismos y de cómo los fragmentos de la bandeja semirrígida ya no son apreciables. Y en la figura 4D) indica la muestra pasada las tres semanas de proceso donde se aprecia como el material ha sido consumido por los microorganismos en este caso el componente harina de yuca

dejando como residuos otros de los componentes utilizado en la elaboración de la bandeja semirrígida como los son las partículas de fique que se muestran en la figura 4D). El comportamiento presentado fotográficamente hace similitud al comportamiento reportado donde indica que los cambios observados son consecuencia del ataque microbiano sobre el material (Du, *et. al.*, 2008).

Para la bandeja semirrígida en las micrografías para la semana tres figura 4D) estos resultados se dieron debido a que las partículas de fique tienen contenido lignocelulosico que no permiten que el microorganismo fragmente esas fibras rápidamente y se conviertan en reservorios de carbono que contribuyen positivamente al medio después del ensayo, estudios similares de biodegradación indican que la descomposición de fibras naturales se da a través de hongos que pueden descomponer y mineralizar compuestos más complejos entre celulosa y lignina que conforman las fibras, esta acción de los hongos se da luego de que las bacterias asimilen ciertos compuestos y generen productos que favorecen el desarrollo de estos microorganismos (Brown, M.E. y M.C. Chang *et.al.*, 2014)

De manera similar en la figura 4E) se indica los recortes de la película flexible en su forma completa, no hay acción de microorganismos visualmente ya que es cuando se inicia el proceso de biodegradación. En la figura 4F) donde se puede apreciar la colonización de los microorganismos presentes en el compost en los recortes de la película flexible después de una semana de proceso, la segunda semana de proceso en la figura 4G) se identifica un aumento en la densidad de la población de microorganismos en la superficie de la película flexible sus fragmentos empiezan a deteriorarse.

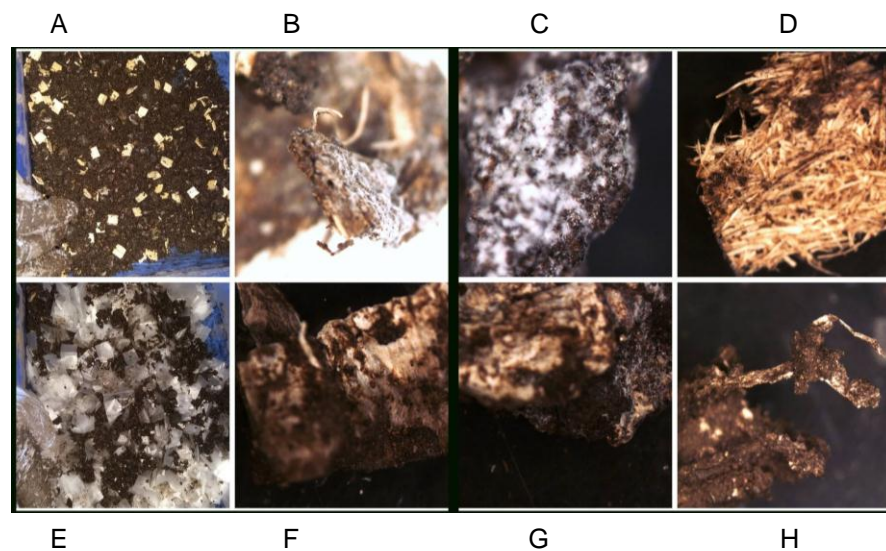
En la tercera semana figura 4H) no se aprecia material lo cual indica que ha sido consumido por la población de microorganismos presentes en el compost. Lo anterior, es similar a lo ocurrido con el comportamiento de la bandeja semirrígida y se asimila a lo reportado en técnicas de biodegradación por acción de microorganismos ya que el desarrollo microbiano depende de la constitución y de las propiedades de los materiales poliméricos y sus condiciones ambientales específicas (Lucas, *et. al.*, 2008).

En la figura 5 se presenta la micrografía de SEM de uno de los materiales en este caso de la bandeja semirrígida en las imágenes presentadas en esta figura es evidente el proceso de deterioro del empaque ya nombrado en razón del tiempo

de exposición a los microorganismos que estuvieron presentes en el compost utilizado como inóculo, donde el deterioro presenta fue altamente notorio, ya que tan solo fue posible la obtención de muestras hasta la semana 4.

En la figura 5A) representa la micrografía para la bandeja semirrígida antes de presentarse el proceso de biodegradación, en esta imagen se detalla una irregularidad de la superficie del material por la interacción entre los componentes del material en este caso la harina de yuca y la fibra de fique. En la figura 5B) se presenta la imagen del material transcurrida la primera semana de biodegradación donde se observa el deterioro de la superficie del material y el crecimiento de microorganismos (especialmente sepas de hongos).

**Figura 4. Fotografías del proceso de biodegradación en condiciones de compostaje**

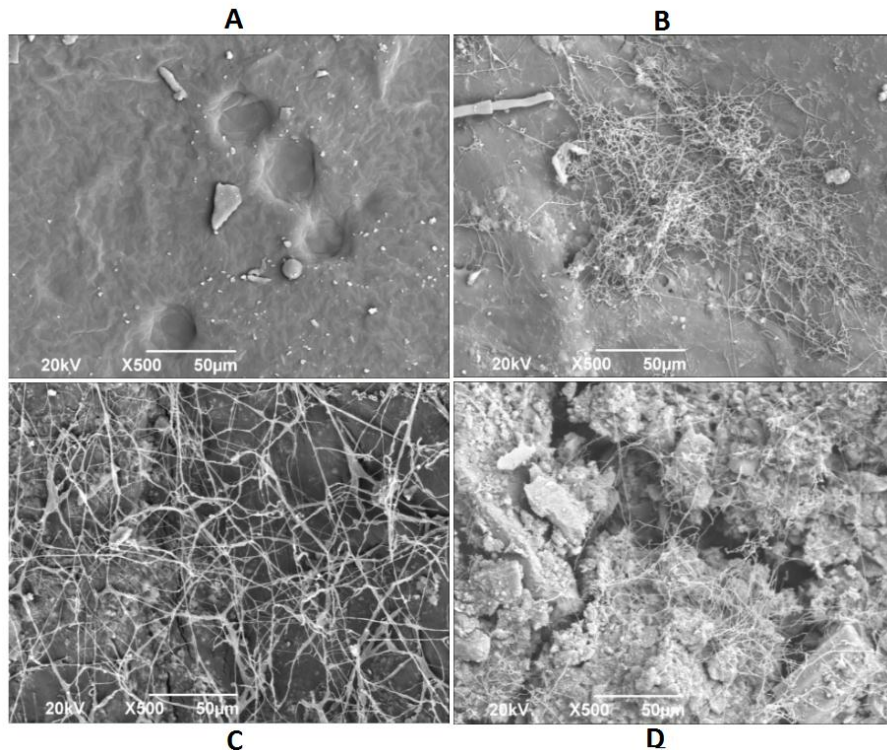


NOTA: Las fotografías A, B, C y D corresponden a bandeja semirrígida y las fotografías E, F, G y H corresponden a la película flexible, en las semanas 0, semana 1, semana 2 y semana 3 de evaluación.

En las figuras 5C) Y 5D) se puede observar el deterioro y fraccionamiento de la superficie del material de estudio, este comportamiento se atribuye a que la biodegradación es efectuada por los microorganismos presentes en el inóculo, en este caso el compost (Nguyen, *et.al.*, 2016).

En la figura 6 se presenta las imágenes de la micrografía de SEM de la película flexible. En la figura 6A) se observa la superficie de la película antes de empezar el proceso de biodegradación en condiciones de compostaje, en la cual es notorio la irregularidad del material y la evidencia de dos fases posiblemente generadas o por la débil adhesión interfacial entre sus componentes como el TPS y el PLA (lovino, *et. al.*, 2008). En la figura 6B) presenta la micrografía después de una semana de proceso donde se observa la fragmentación del material por acción de los microorganismos, la cual se ve más evidente en la figura 6C) que es la micrografía a la segunda semana del proceso de biodegradación y en la figura 6D) muestra la micrografía del proceso a la tercer semana.

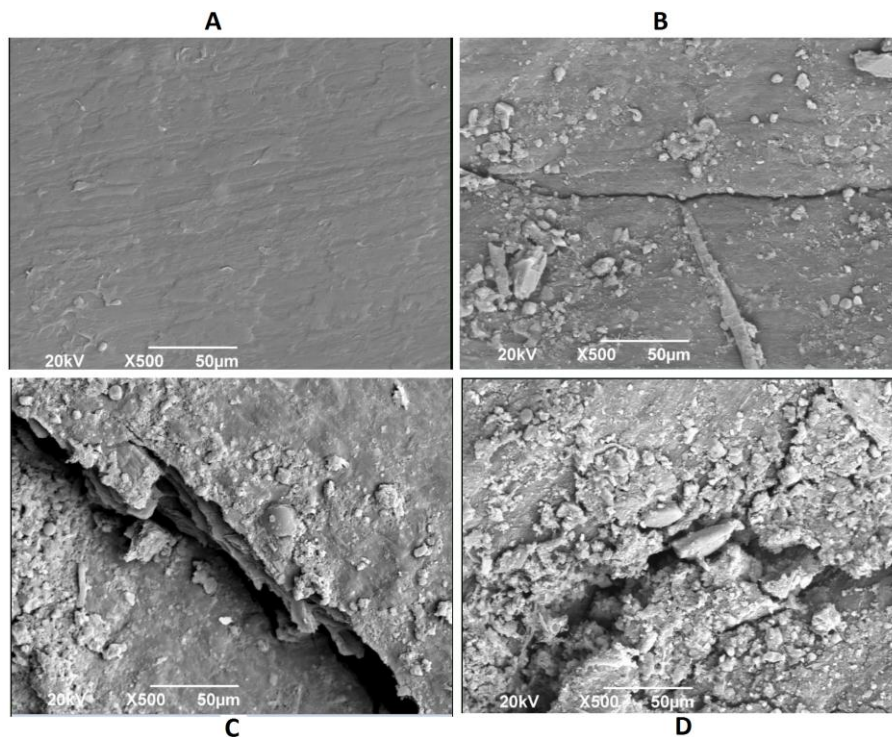
**Figura 5. Micrografías electrónicas de barrido de bandeja semirrígida durante el proceso de biodegradación**



NOTA: A) Superficie de la bandeja antes de entrar a proceso de biodegradación, B) superficie a la primer semana, C) superficie a la segunda semana y D) superficie ala tercer semana.

Además de la fractura tanto para la bandeja semirrígida como para la película flexible se puede observar la presencia de varios tamaños de filamentos que se pueden asimilar a hongos filamentosos, característicos de actinomicetos. En esencia el almidón presente en los dos tipos de empaque es degradado por cepas de bacterias y hongos, mientras que el ácido poli láctico es degradado por cepas especialmente de hongos (Brown, M.E. y M.C. Chang. *Et al.*, 2014). La presencia de poblaciones de microorganismos sobre las superficies de las muestras de los materiales de estudio tomadas en el transcurso del tiempo del proceso de biodegradación y al ser estas fragmentadas por la acción microbiana de estos es un indicador de que el proceso de biodegradación si se llevó acabo, alrededor de 32 días de proceso (Du, *et. al.*, 2008).

**Figura 6. Micrografías electrónicas de barrido de la película flexible durante el proceso de biodegradación**



NOTA: A) superficie de la película en el día cero antes de comenzar el proceso de biodegradación, B) superficie a la primera semana, C) superficie a la segunda semana y D) superficie a la tercera semana.



#### 4. CONCLUSIONES

Después realizado el proceso de biodegradación en medio de compostaje y llevado a cabo los parámetros de la norma ISO 14855-1 se pudo determinar la biodegradabilidad en porcentajes de 98,24% para la película flexible, 89,06% para la bandeja semirrígida y 81,37% para la celulosa microcristalina, estos resultados indican que los materiales objeto de estudio se pueden considerar potencialmente biodegradables solo en condiciones controladas de compostaje, siendo este un soporte para cumplir con lo exigido en la norma ISO 17088.

Se puede determinar que en un proceso de biodegradación en medio de compostaje a escala de laboratorio influye significativamente el tipo de material, especialmente los elementos que lo componen a cada material de esto y de la acción microbiana por las poblaciones de microorganismos presentes en el inóculo en este caso el compost.

Con los resultados de los cambios estructurales generados por los dos tipos de empaque bandeja semirrígida y película flexible al ser sometidos al proceso de biodegradación en medio de compostaje a escala de laboratorio de acuerdo a las micrografías fue evidenciado el deterioro y fragmentación de las superficies de las muestras tomadas en el transcurso del tiempo del proceso, la aparición de grietas sobre la estructura de los materiales generada por la acción microbiana de poblaciones de microorganismos presentes en el medio (compost), también indica que se degradaron los materiales del presente estudio.

## **5. RECOMENDACIONES**

Realizar ensayos de biodegradación utilizando otros ambientes, simulando condiciones similares al ambiente, en ejemplo se podría utilizar la norma ISO 14852 la cual indica como determinar la biodegradabilidad de materiales plásticos en medios acuosos a temperaturas en el rango de 15° a 35°C.

Llevar a cabo pruebas a escala piloto, con el fin de verificar la compostabilidad de los materiales del presente estudio película flexible y bandeja semirrígida para el escalamiento de proceso de compostabilidad.

## BIBLIOGRAFIA

Barnes, D. K. A., Galgani, F., Thompson, R. C., & Barlaz, M. (2014). Accumulation and fragmentation of plastic debris in global environments. *Philosophical Transactions of the Royal Society B: Biological Sciences*, 364(1526), 1985–1998. <https://doi.org/10.1098/rstb.2008.0205>

Barrena, R., Font, X., Gabarrell, X., & Sánchez, A. (2014). Home composting versus industrial composting: Influence of composting system on compost quality with focus on compost stability. *Waste Management*, 34(7), 1109–1116. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2014.02.008>

BRIASSOULIS, Demetres y DEJEAN, Cyril. Critical Review of Norms and Standards for Biodegradable Agricultural Plastics Part I. Biodegradation in Soil. En: *Polymers and the Environment*. Abril, 2010, vol. 18, p. 384 - 400.

Brown, M.E. y M.C. Chang. 2014. Exploring bacterial lignin degradation. *Curr. Opin. Chem. Biol.* 19, 1-7. Doi: 10.1016 /j.cbpa.2013.11.015

Degli-Innocenti, F., Tosin, M., & Bastioli, C. (1998). Evaluation of the biodegradation of starch and cellulose under controlled composting conditions. *Journal of Environmental Polymer Degradation*, 6(4), 197–202. <https://doi.org/10.1023/A:1021825715232>

DU, Yan-Li; *et al.* Biodegradation behaviors of thermoplastic starch (TPS) and thermoplastic dialdehyde starch (TPDAS) under controlled composting conditions. En: *Polymer Testing*. Mayo - Agosto, 2008, vol. 27, p. 924 - 930.

Eia, R. (2009). DE ALMIDÓN DE YUCA G ladys R uiz \* C arolina M ontoya \*\* M arco P aniagua \*\*\*, 67–78.

EUBELER Jan P.; *et. al.* Environmental biodegradation of synthetic polymers I. Test methodologies and procedures. En: *Trends in Analytical Chemistry*. 2009, vol. 28, p. 1057 - 1072.

FUNABASHI, Masahiro y KUNIOKA, Masao. Biodegradable Composites of Poly(lactic acid) with Cellulose Fibers Polymerized by Aluminium Triflate. En: *Macromolecular Symposia*. Mayo, 2005, vol. 224, p. 309 - 321.

FUNABASHI, Masahiro; NINOMIYA, Fumi y KUNIOKA, Masao. Biodegradation of Polycaprolactone Powders Proposed as Reference Test Materials for International Standard of Biodegradation Evaluation Method. En: *Journal of Polymers and the Environment*. Diciembre, 2006, vol. 15, p. 7 - 17.



Gómez, E. F., & Michel, F. C. (2013). Biodegradability of conventional and bio-based plastics and natural fiber composites during composting, anaerobic digestion and long-term soil incubation. *Polymer Degradation and Stability*, 98(12), 2583–2591. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2013.09.018>

GREENE J. Biodegradation of Compostable Plastics in Green Yard-Waste Compost Environment. *J Polym Environ*. 15, 269, 2007.

Imre, B., & Pukánszky, B. (2015). Compatibilization in bio-based and biodegradable polymer blends. *European Polymer Journal*, 49(6), 1215–1233. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2013.01.019>

IOVINO, R.; *et. al.* Biodegradation of poly (lactic acid)/starch/coir biocomposites under controlled composting conditions. En: *Polymer Degradation and Stability*. Septiembre - Octubre, 2007, vol. 93, p. 147 - 157.

Jayasekara, R., Harding, I., Bowater, I., Christie, G. B. Y., & Lonergan, G. T. (2003). Biodegradation by Composting of Surface Modified Starch and PVA Blended Films. *Journal of Polymers and the Environment*, 11(2), 49–56. <https://doi.org/10.1023/A:1024219821633>.

Kumar, M., Ou, Y. L., & Lin, J. G. (2010). Co-composting of green waste and food waste at low C/N ratio. *Waste Management*, 30(4), 602–609. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2009.11.023>.

Kumar, S., & Maiti, P. (2015). Understanding the controlled biodegradation of polymers using nanoclays. *Polymer (United Kingdom)*, 76, 25–33. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2015.08.044>

Leja, K., & Lewandowicz, G. (2010). Polymer Biodegradation and Biodegradable Polymers {textendash} a Review. *Polish J. of Environ. Stud*, 19(May), 255–266.

Lucas, N., Bienaime, C., Belloy, C., Queneudec, M., Silvestre, F., & Nava-saucedo, J. (2008). Chemosphere Polymer biodegradation : Mechanisms and estimation techniques, 73, 429–442. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2008.06.064>

Massardier-nageotte, V., Pestre, C., Cruard-pradet, T., & Bayard, R. (2006). Aerobic and anaerobic biodegradability of polymer films and physico-chemical characterization, 91, 620–627. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2005.02.029>

Nguyen, D. M., Do, T. V. V., Grillet, A.-C., Ha Thuc, H., & Ha Thuc, C. N. (2016). Biodegradability of polymer film based on low density polyethylene and cassava starch. *International Biodeterioration & Biodegradation*, 115, 257–265. <https://doi.org/10.1016/j.ibiod.2016.09.004>

O’Brine, T., & Thompson, R. C. (2010). Degradation of plastic carrier bags in the marine environment. *Marine Pollution Bulletin*, 60(12), 2279–2283. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2010.08.005>.

Pantani, R., & Sorrentino, A. (2013). Influence of crystallinity on the biodegradation rate of injection-moulded poly(lactic acid) samples in controlled composting conditions. *Polymer Degradation and Stability*, 98(5), 1089–1096. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2013.01.005>.

Plastivida. (2007). Degradación de los Materiales Plásticos. *El Plástico a Favor de La Vida*, 2–11.

Pradhan, R., Misra, M., Erickson, L., & Mohanty, A. (2010). Compostability and biodegradation study of PLA-wheat straw and PLA-soy straw based green composites in simulated composting bioreactor. *Bioresource Technology*, 101(21), 8489–8491. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.06.053>

Pushpadass, H. A., Weber, R. W., Dumais, J. J., & Hanna, M. A. (2010). Biodegradation characteristics of starch-polystyrene loose-fill foams in a composting medium. *Bioresource Technology*, 101(19), 7258–7264. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.04.039>

SAWADA, Hideo. ISO standard activities in standardization of biodegradability of plastics-development of test methods and definitions . En: *Polymer Degradation and Stability* . 1998, vol.59.p. 365 -370.

Schick, C. (2009). Differential scanning calorimetry (DSC) of semicrystalline polymers. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 395(6), 1589–1611. <https://doi.org/10.1007/s00216-009-3169-y>

Shah, A. A., Hasan, F., Hameed, A., & Ahmed, S. (2008). Biological degradation of plastics: A comprehensive review. *Biotechnology Advances*, 26(3), 246–265. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2007.12.005>

Tokiwa, Y., Calabia, B. P., Ugwu, C. U., & Aiba, S. (2009). Biodegradability of plastics. *International Journal of Molecular Sciences*, 10(9), 3722–3742. <https://doi.org/10.3390/ijms10093722>

Tuomela, M., Vikman, M., Hatakka, A., & It, M. (2000). Biodegradation of lignin in a compost environment : a review, 72, 169–183.

Wan, Y.Z., H. Luo, F. He, H. Liang, Y. Huang y X.L. Li. 2009. Mechanical, moisture absorption, and biodegradation behaviours of bacterial cellulose fibre-reinforced starch biocomposites. *Compos. Sci. Technol.* 69(7-8), 1212-1217. Doi: 10.1016/j.compscitech.2009.02.024

XIE, Fenwei; *et. al.* Characteristics of starch-based films plasticised by glycerol and by the ionic liquid 1-ethyl-3-hyimidazolium cetate: A comparative study. *En: Carbohydrate Polymers*. Mayo, 2014, vol. 111, p. 841 - 848.

## ANEXOS

**Anexo 1.** Consolidado de la Producción de CO<sub>2</sub> (g).Tiempo, bandeja, película y celulosa.

Producción de CO <sub>2</sub> (g)			
Tiempo (días)	Bandeja	Película	Celulosa
0	0,0000	0,0000	0,0000
1	7,5602	3,9374	3,0756
2	4,3625	3,4464	2,8367
3	3,3683	2,9858	2,0471
4	2,4808	2,4005	1,6822
5	2,0625	2,1724	1,2320
6	1,6547	2,1126	1,2747
7	1,8279	2,1394	1,2968
8	2,5902	2,3594	1,5382
9	1,2334	1,8677	1,2815
10	0,9627	1,9389	0,9382
11	0,8950	1,7921	0,9188
12	0,7981	1,5383	0,7675
13	1,0557	1,3044	0,7831
14	1,6989	1,4899	1,0998
15	1,5846	1,8147	1,4460
16	1,3621	0,8418	0,8418
17	1,2619	0,5976	1,3511
18	1,1368	0,3772	1,3304
19	1,1050	0,3078	1,3015
20	1,1260	0,2413	1,2554
21	1,1965	0,3134	1,6172
22	0,9751	0,3284	2,0698
23	0,7716	0,3344	1,9331
24	0,6444	0,3023	1,7933
25	0,5475	0,2626	1,4704
26	0,4751	0,2497	1,5183
27	0,5358	0,2485	1,5072
28	0,5144	0,2969	1,6547
29	0,3041	0,2687	1,8127
30	0,2778	0,2073	1,5286
31	0,2873	0,1856	1,2960
32	0,2765	0,1338	0,8865

Fuente: La presente investigación, 2018.

**Anexo 2.** Estadísticos Producción de CO<sub>2</sub> (g). Tiempo, bandeja, película y celulosa.

<b>Porcentaje de Biodegradación (%)</b>			
<b>Tiempo (días)</b>	<b>Bandeja</b>	<b>Película</b>	<b>Celulosa</b>
0	0,0000	0,0000	0,0000
1	14,3464	10,0283	5,1171
2	22,6248	18,8061	9,8367
3	29,0167	26,4109	13,2426
4	33,7242	32,5248	16,0415
5	37,6381	38,0579	18,0912
6	40,7781	43,4386	20,2121
7	44,2468	48,8876	22,3696
8	49,1619	54,8969	24,9288
9	51,5025	59,6538	27,0609
10	53,3294	64,5921	28,6218
11	55,0277	69,1565	30,1504
12	56,5423	73,0745	31,4274
13	58,5457	76,3967	32,7302
14	61,7697	80,1914	34,5600
15	64,7766	84,8134	36,9659
16	67,3614	86,9574	38,3665
17	69,7560	88,4796	40,6144
18	71,9132	89,4402	42,8279
19	74,0101	90,2242	44,9933
20	76,1468	90,8388	47,0821
21	78,4173	91,6370	49,7727
22	80,2677	92,4734	53,2164
23	81,7318	93,3252	56,4327
24	82,9546	94,0952	59,4163
25	83,9935	94,7641	61,8628
26	84,8951	95,4002	64,3890
27	85,9118	96,0330	66,8966
28	86,8880	96,7893	69,6497
29	87,4650	97,4737	72,6656
30	87,9922	98,0017	75,2089
31	88,5374	98,4745	77,3652
32	89,0620	98,8153	78,8401

Fuente: La presente investigación, 2018.