

**ESTUDIO PARA LA SUSTITUCIÓN DEL POLIOL COMERCIAL UTILIZADO  
EN LA PRODUCCIÓN DE POLIURETANOS EMPLEANDO ÁCIDO  
LÁCTICO**

**MARYLUZ MORENO RUEDA  
MARTHA LUCIA VALDERRAMA RIOS**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE CIENCIAS  
ESCUELA DE QUIMICA  
2004**

**ESTUDIO PARA LA SUSTITUCIÓN DEL POLIOL COMERCIAL UTILIZADO  
EN LA PRODUCCIÓN DE POLIURETANOS EMPLEANDO ÁCIDO  
LÁCTICO**

**MARYLUZ MORENO RUEDA  
MARTHA LUCIA VALDERRAMA RIOS**

**Trabajo de grado para optar al título de Químicas**

**Director:  
JOSE CARLOS GUTIERREZ  
Químico, M. Sc**

**Codirector:  
EDGAR CASTILLO  
Ingeniero Químico, Ph.D**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE CIENCIAS  
ESCUELA DE QUIMICA  
2004**

A Dios quien iluminó el sendero por donde caminé.

A mis padres Santiago y Flor mis grandes amigos por su amor y constante apoyo.

A Elkin, Alexander y Marina por su comprensión, compañía y cariño durante el transcurso de mi vida.

**MARYLUZ**

A papito Dios, por mostrarme que no estoy sola .

A mis padres a quienes siempre dedicaré todos mis triunfos, por su amor, comprensión, y apoyo a lo largo de mi vida.

A Claudia Marcela mi hermanita, compañera de viaje en esta vida, a quien amo, respeto y admiro, por ayudarme a ser una mejor persona.

**Martha Lucia**

## **AGRADECIMIENTOS**

A Dios, quien nos cargó en sus brazos en los momentos difíciles.

A nuestras familias, por su apoyo incondicional.

A José Carlos Gutiérrez, por su guía, su apoyo y sus consejos.

A Edgar Fernando Castillo y al CEIAM, por sus sugerencias y su apoyo.

A la doctora Mariela Carreño y al CINBIN, por su atenta colaboración.

A los profesores Luz Amparo Lozano PhD. y Ramiro Salazar PhD. por el tiempo dedicado a la revisión de este proyecto.

A los laboratoristas de Química e Ingeniería Química, por su colaboración

A los amigos que nos acompañaron en las buenas pero sobre todo a los amigos que nos acompañaron en las malas.

## TABLA DE CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	
1. MARCO TEÓRICO	3
1.1 ÁCIDO LÁCTICO	3
1.1.1 Producción del ácido láctico	5
1.1.2 Aplicaciones del ácido láctico	6
1.1.3 Derivados del ácido láctico	7
1.2 POLIURETANOS	9
1.2.1 Química de la formación de las espumas	11
1.2.2 Física de la formación de las espumas	23
1.2.3 Formulación de espumas	25
1.2.4 Sistemas de espumado de poliuretanos	26
1.2.5 Aplicaciones	30
1.3 FUNDAMENTOS DE LA BIODEGRADABILIDAD	30
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	35
2.1 GENERALIDADES	35
2.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS REACTIVOS	36
2.2.1 Caracterización del ácido láctico	36
2.2.2 Caracterización del poliol	45
2.3 SÍNTESIS Y FORMULACIÓN DE LAS ESPUMAS DE POLIURETANO	48
2.3.1 Síntesis de las espumas de poliuretano	49
2.3.2 Formulación de las espumas de poliuretano	52
2.4 OBTENCIÓN DE DERIVADOS DEL ÁCIDO LÁCTICO	58
2.4.1 Obtención del lactato de calcio a partir de carburo de calcio	59

2.4.2	Obtención del lactato de calcio a partir de óxido de calcio	60
2.4.3	Obtención del lactato de magnesio a partir de carbonato de magnesio	61
2.4.4	Obtención del lactato de aluminio a partir de hidróxido de aluminio	62
2.4.5	Caracterización de los lactatos	63
2.5	INCORPORACIÓN DE LOS LACTATOS EN LAS ESPUMAS DE POLIURETANO	72
3.	CARACTERIZACIÓN DE LAS ESPUMAS DE POLIURETANO	74
3.1	DENSIDAD	74
3.1.1	Efecto del TDI	74
3.1.2	Efecto de la amina	75
3.1.3	Efecto de la silicona	76
3.1.4	Efecto del ácido láctico	78
3.1.5	Efecto del Lactato de Calcio (LCC)	79
3.1.6	Efecto del lactato de Calcio (LCO)	80
3.1.7	Efecto del lactato de magnesio (LM)	81
3.1.8	Efecto del lactato de aluminio (LA)	82
3.2	RESILIENCIA	83
3.3	RESISTENCIA AL IMPACTO	84
3.4	DUREZA	86
3.5	ABSORCIÓN DE AGUA	87
3.6	PUNTO DE DESCOMPOSICIÓN	89
3.7	VELOCIDAD DE PROPAGACIÓN DE LLAMA	90
3.8	RESISTENCIA A REACTIVOS QUÍMICOS	98
3.9	CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO	101
3.10	ESPECTROSCOPIA INFRARROJA	103
3.11	MICROSCOPIA OPTICA	105
3.12	ENSAYOS DE BIODEGRADABILIDAD	107

3.12.1 Identificación de los hongos	108
4. APLICACIONES	111
4.1 AISLANTE	111
4.2 EMBALAJE	112
4.3 OTROS USOS	112
5. CONCLUSIONES	113
6. RECOMENDACIONES	116
BIBLIOGRAFÍA	118
ANEXOS	123

## LISTA DE TABLAS

	pág
Tabla 1. Procesos para la obtención del ácido láctico	6
Tabla 2. Formulación típica de una espuma comercial	26
Tabla 3. Porcentaje de cenizas para el ácido láctico comercial al 85%	37
Tabla 4. Normalidad del ácido láctico comercial al 85%	38
Tabla 5. Punto de ebullición del ácido láctico a 676 mm Hg	40
Tabla 6. Datos de solubilidad para el ácido láctico a temperatura ambiente (26°C)	41
Tabla 7. Densidad del ácido láctico a 26°C	42
Tabla 8. Principales asignaciones de las bandas espectrales para el espectro de infrarrojo del ácido láctico comercial al 85%	45
Tabla 9. Datos experimentales de cuantificación de hidroxilos en el poliol	46
Tabla 10. Densidad del poliol a 26°C	47
Tabla 11. Porcentaje de sustitución del ácido láctico en las espumas	51
Tabla 12. Formulación obtenida experimentalmente	57
Tabla 13. Propiedades físicas de los lactatos	64
Tabla 14. Densidades de los lactatos sintetizados a 26°C	65
Tabla 15. Índice de refracción de los lactatos a 26°C	66
Tabla 16. Datos de viscosidad de los lactatos líquidos	66
Tabla 17. Solubilidad de los lactatos a temperatura ambiente de 25° C	67
Tabla 18. Principales asignaciones de las bandas espectrales para el espectro de infrarrojo del lactato de calcio (LCC1)	69
Tabla 19. Principales asignaciones de las bandas espectrales para el espectro de infrarrojo del lactato de calcio (LOC2)	70
Tabla 20. Principales asignaciones de las bandas espectrales para el espectro de infrarrojo del lactato de Magnesio (LM1)	71

Tabla 21. Principales asignaciones de las bandas espectrales para el espectro de infrarrojo del lactato de aluminio (LA)	72
Tabla 22. Formulación establecida experimentalmente	72
Tabla 23. Porcentajes de incremento en peso por absorción de agua a 25°C	88
Tabla 24. Puntos de descomposición de las espumas sintetizadas	90
Tabla 25. Resumen de datos de la prueba de llama	91
Tabla 26. Transiciones presentadas por las diferentes espumas analizadas por DSC	103
Tabla 27. Principales asignaciones de las bandas espectrales para el espectro de infrarrojo de la muestra E4 (lactato de calcio a partir de carburo de calcio al 10% p/p)	105

## LISTA DE FIGURAS

	pág
Figura 1. Formación del ácido lactiláctico	4
Figura 2. Formación de la láctida	4
Figura 3. Configuración del grupo uretano	9
Figura 4. Monómero de Poliuretano	10
Figura 5. Isocianatos comúnmente empleados en la fabricación de poliuretanos	11
Figura 6. Reacción del Isocianatos con alcoholes	12
Figura 7. Reacción de Isocianatos con agua	13
Figura 8. Reacción de isocianato con amina proveniente de la reacción isocianato agua	13
Figura 9. Reacción entre isocianato alifático y ácido alifático	14
Figura 10. Reacción entre isocianato y ácido <i>b</i> -hidroxiisobutírico	14
Figura 11. Reacciones del isocianato en un sistema de espuma	15
Figura 12. Reacciones en el proceso de espumación	16
Figura 13. Isómeros del TDI	16
Figura 14. Estructuras de macroglicoles tipo poliéteres utilizados en la síntesis de poliuretanos	18
Figura 15. Estructura de macroglicol tipo poliésteres utilizado en la síntesis de Poliuretanos	19
Figura 16. Esquema del sistema "one-shot" o de un paso	27
Figura 17. Esquema sistema prepolímero	28
Figura 18. Reacción polioliol isocianato	28
Figura 19. Reacción prepolímero agua	29
Figura 20. Esquema sistema semi-prepolímero	29
Figura 21. Esquema del proceso de titulación	38
Figura 22. Espectro infrarrojo del ácido láctico	44

Figura 23. Metodología utilizada en la síntesis de las espumas	49
Figura 24. Proceso de formulación de las espumas de poliuretano	54
Figura 25. Esquema general de la reacción con el carburo de calcio	60
Figura 26. Esquema general de la reacción con el óxido de calcio	61
Figura 27. Esquema general de la reacción con el carbonato de magnesio	62
Figura 28. Esquema general de la reacción con el hidróxido de aluminio	63
Figura 29. Espectro de infrarrojo del lactato de calcio (LCC2)	68
Figura 30. Espectro de infrarrojo del lactato de calcio (LOC2)	69
Figura 31. Espectro de infrarrojo del lactato de magnesio (LM1)	70
Figura 32. Espectro de infrarrojo del lactato de aluminio (LA)	71
Figura 33. Termograma de DSC para la muestra H5	102
Figura 34. Espectro infrarrojo de la muestra E4 (lactato de calcio a partir de carburo de calcio al 10% p/p)	104

## LISTA GRAFICAS

	pág
Gráfica 1. Efecto de la cantidad de TDI sobre la densidad de la espuma	74
Gráfica 2. Efecto de la cantidad de amina sobre la densidad de la espuma	75
Gráfica 3. Efecto de la cantidad de silicona sobre la densidad de la espuma	76
Gráfica 4. Efecto de la cantidad de ácido láctico sobre la densidad de la espuma	78
Gráfica 5. Efecto de la cantidad de carburo de calcio sobre la densidad de la espuma	79
Gráfica 6. Efecto de la cantidad de Oxido de calcio sobre la densidad de la espuma	80
Gráfica 7. Efecto de la cantidad de carbonato de magnesio sobre la densidad de la espuma	81
Gráfica 8. Efecto de la cantidad de hidróxido de aluminio sobre la densidad de la espuma	82
Gráfica 9. Porcentajes de rebote de las espumas sintetizadas	84
Gráfica 10. Comparación de la resistencia al impacto entre espumas sintetizadas y el poliestireno expandido	85
Gráfica 11. Comparación de la dureza de las espumas sintetizadas	87
Gráfica 12. Comparación del porcentaje del incremento en peso de agua absorbida a 26°C, entre las espumas sintetizadas y la espuma comercial 1 (18 Kg/m <sup>3</sup> )	89
Gráfica 13. Variación de la velocidad de propagación de la llama con respecto al porcentaje de ácido láctico incorporado (serie D)	92
Gráfica 14. Variación de la velocidad de propagación de la	

llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de calcio a partir de carburo de calcio al 10% p/p, (serie E)	92
Gráfica 15. Variación de la velocidad de propagación de llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de calcio a partir de carburo de calcio al 30% p/p, (serie F)	93
Gráfica 16. Variación de la velocidad de propagación de llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de calcio a partir de óxido de calcio al 10% p/p, (serie G)	93
Gráfica 17. Variación de la velocidad de propagación de llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de calcio al 20%, (serie H)	94
Gráfica 18. Variación de la velocidad de propagación de llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de magnesio al 5% p/p, (serie I)	95
Gráfica 19. Variación de la velocidad de propagación de llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de magnesio al 10% p/p, (serie J)	95
Gráfica 20. Variación de la velocidad de propagación de llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de aluminio al 10% p/p, (serie K)	96
Gráfica 21. Comparación de la velocidad de propagación de la llama de las espumas sintetizadas y las comerciales	97

## LISTA DE FOTOGRAFIAS

	pág
Fotografía 1. Efecto del estaño	51
Fotografía 2. Efecto del TDI	55
Fotografía 3. Efecto de la amina	55
Fotografía 4. Espuma sin silicona	56
Fotografía 5. Efecto de la silicona	57
Fotografía 6. Incorporación del ácido láctico	58
Fotografía 7. Series de los diferentes lactatos	73
Fotografía 8. Microscopia de las muestras D3 y F1	106
Fotografía 9. Micrografía de las muestras G3 y H5	106
Fotografía 10. Micrografía de las muestras J2 y K1	106
Fotografía 11. Espuma a partir de ácido láctico con hongos (muestra B)	107
Fotografía 12. <i>Penicilium spp</i>	108
Fotografía 13. <i>Aspergillus níger</i>	109
Fotografía 14. <i>Aspergillus flavus</i>	109
Fotografía 15. Colonias de los diferentes hongos: <i>Aspergillus flavus</i> <i>Aspergillus níger</i> (2), <i>Penicilium</i> (3), identificados en las espumas a partir de ácido láctico	110

## LISTA ECUACIONES

	pág
Ecuación 1. Ecuación Sydney Young para la corrección del punto de ebullición	39
Ecuación 2. Ecuación para el cálculo del número de hidroxilos	46
Ecuación 3. Ecuación usada para calcular la densidad de los lactatos sólidos	65
Ecuación 4. Gravedad específica del xileno	65

## ABREVIATURAS

Cial. 1: espuma comercial 1, densidad: 18 Kg/m<sup>3</sup>

Cial. 2: espuma comercial 2, densidad: 26 Kg/m<sup>3</sup>

I: insoluble

LA: lactato de aluminio a partir de hidróxido de aluminio y ácido láctico en una relación 10% p/p

LCC1: lactato de calcio a partir de carburo de calcio y ácido láctico 10% p/p

LCC2: lactato de calcio a partir de carburo de calcio y ácido láctico en una relación del 30% p/p

LCO1: lactato de calcio a partir de óxido de calcio y ácido láctico en una relación 10% p/p

LCO2: lactato de calcio a partir de óxido de calcio y ácido láctico en una relación 20% p/p

LM1: lactato de magnesio a partir de carbonato de magnesio y ácido láctico en una relación 5% p/p

LM2: lactato de magnesio a partir de carbonato de magnesio y ácido láctico en una relación 10% p/p

PS: parcialmente soluble

PS expand: poliestireno expandido (icopor)

PE: poliestireno

Pphp: porcentaje partes de poliol

S: soluble

TDI : toluendiisocianato

## LISTA DE ANEXOS

	pág
ANEXO A. Pruebas preliminares	123
ANEXO B. Síntesis preliminar de espumas de poliuretano	124
ANEXO C. Formulación y observaciones de las espumas sintetizadas	125
ANEXO D. Incorporación de los lactatos en la formulación de las espumas de poliuretano	128
ANEXO E. Densidad de las espumas de poliuretano	132
ANEXO F. Resiliencia	135
ANEXO G. Resistencia al impacto	137
ANEXO H. Dureza	138
ANEXO J. Absorción de agua	139
ANEXO K. Velocidad de llama	141
ANEXO L. Resistencia a los reactivos químicos	145
ANEXO M. Análisis por calorimetría diferencial de barrido (DSC)	149

## TITULO

### ESTUDIO PARA LA SUSTITUCIÓN DEL POLIOL COMERCIAL UTILIZADO EN LA PRODUCCIÓN DE POLIURETANOS EMPLEANDO ÁCIDO LÁCTICO. \*

## AUTORAS:

MORENO R, Maryluz y VALDERRAMA R, Martha\*\*

## PALABRAS CLAVES:

Láctico, poliuretanos, biodegradable, lactatos y poliol.

## DESCRIPCIÓN O CONTENIDO:

Los poliuretanos son una de las familias poliméricas más ampliamente utilizadas. El carácter no biodegradable de estos polímeros de origen petroquímico así como acumulación con el paso del tiempo han generado múltiples inconvenientes ambientales. Por lo anterior el objetivo principal de esta investigación es el estudio y desarrollo de poliuretano utilizando el ácido láctico y tres de sus sales (lactato de calcio, lactato de magnesio y lactato de aluminio), cuyo método de síntesis fue implementado por las autoras a partir de reactivos comerciales y económicos como: carburo de calcio, óxido de calcio (cal viva), carbonato de magnesio e hidróxido de aluminio.

Fue posible sustituir el poliol comercial en los siguientes porcentajes: 50% con lactato de calcio a partir de carburo de calcio, 60% con lactato de calcio a partir de óxido de calcio, 40% con lactato de magnesio y 50% con lactato de aluminio.

Las espumas sintetizadas fueron caracterizadas mediante análisis fisicomecánicas y fisicoquímicas. De los resultados se concluyó que algunas espumas sintetizadas presentan mayor resistencia a la impacto Izod que el poliestireno expandido, mayor o igual resiliencia que las espumas comerciales de 18 y 26 Kg/m<sup>3</sup>, todas las espumas presentaron menor absorción de agua y menor velocidad de propagación de llama que las espumas comerciales analizadas, además de la característica de autoextinguido que poseen algunas de ellas.

Por último, se realizó un estudio exploratorio de biodegradabilidad a las espumas sintetizadas a partir del ácido láctico; los resultados mostraron que son susceptibles al ataque por hongos como el *Aspergillus niger*, *Aspergillus flavus* y *Penicilium spp.*

---

\*Proyecto de grado

\*\*Facultad de Ciencias, Escuela de Química, Director: José Carlos Gutiérrez; Codirector: Edgar Fernando Castillo

## TITLE

### STUDY FOR THE SUBSTITUTION OF THE COMMERCIAL POLIOL USED IN THE POLYURETHANE PRODUCTION USING LACTIC ACID.\*

## AUTORS

MORENO R, Maryluz y VALDERRAMA R, Martha\*\*

## Keywords:

Lactic, polyurethanes, biodegradability, lactates y poliol.

## DESCRIPTION OR CONTENT:

The polyurethanes are one of the polymeric families more widely used. The nonbiodegradable character of these polymers of petrochemical origin as well as accumulation with the passage of time have generated multiple environmental disadvantages. By previous the primary target of this investigation is the polyurethane study and development using lactic acid and three of its salts (lactate of calcium, magnesium lactate and aluminum lactate), whose method of synthesis was implemented by the authors from commercial and economic reagents like: carbide of calcium, calcium oxide (alive lime), magnesium carbonate and of aluminum hidroxide.

It was possible to replace poliol commercial in the following percentages: 50% with calcium lactate beginning with calcium carbide, 60% with calcium lactate beginning with calcium oxide, 40% with magnesium lactate and 50% with aluminum lactate.

The synthesized foams were characterized by means of physicochemical and physicomechanical analyses. Of the results it has concluded that some synthesized foams offer greater resistance to the Izod impact than the expanded polystyrene, greater or equal resilience than the 18 and 26 Kg/m<sup>3</sup> commercial foams, all the foams displayed more absorption of water and less speed of propagation of flame than the analyzed commercial foams, in addition to the feature of autoextinguished which they have some of them.

Finally, it was made an exploratory study of biodegradability for the synthesized foams from lactic acid; the results showed that they are susceptible to the attack of fungi such as the *Aspergillus niger*, *Aspergillus flavus* and *Penicilium spp.*

---

\*Proyecto de grado

\*\*Facultad de Ciencias, Escuela de Química, Director: José Carlos Gutiérrez; Codirector: Edgar Fernando Castillo

## INTRODUCCIÓN

El creciente desarrollo de la industria, el carácter no biodegradable de los polímeros de origen petroquímico, el uso excesivo y la acumulación con el paso del tiempo sin ninguna transformación o adaptación al medio ambiente, han generado múltiples inconvenientes ambientales que en el futuro llevarán a significativas restricciones en su empleo, lo que hace necesario implementar productos que posean menor impacto ambiental.

Entre estos polímeros encontramos los poliuretanos, una de las familias más ampliamente utilizadas desde la década de los 50's hasta nuestros días, debido a la gran variedad de materiales que es posible obtener a partir de la reacción de dos componentes líquidos (isocianato y polioli); así como la amplia gama de aplicaciones que presentan los productos finales, desde materiales rígidos a flexibles, espumas, sólidos compactos, aislantes, adhesivos, calzado, etc.

Por tal razón, en la actualidad la producción de poliuretanos tiene gran acogida en la industria como lo reflejan las siguientes cifras: en el año 2000 la producción global superó 3.1 millones de toneladas de materiales basados en poliuretanos, alcanzando el consumo de la materia prima para estos los 2.3 millones de toneladas. Con la producción de estos materiales poliuretánicos la predicción de crecimiento anual se cifra en el 3.3% pudiendo esperar que la demanda de materia prima alcance aproximadamente los 2.8 millones de toneladas a nivel mundial en el año 2005<sup>[1]</sup>. Además de la elevada producción y acumulación, estos materiales constituyen actualmente un motivo de gran preocupación si consideramos que 7-10% de los residuos sólidos en Colombia está constituido por polímeros<sup>[2]</sup>.

De lo expuesto anteriormente se puede concluir, que existe una necesidad real y creciente de plantear rutas alternas para la obtención de nuevos materiales poliuretánicos con características biodegradables que posean propiedades similares a los comerciales.

El objetivo principal de esta investigación es el estudio y desarrollo de poliuretanos utilizando el ácido láctico y sus sales (lactato de calcio, lactato de magnesio y lactato de aluminio) como sustitutos parciales del poliol comercial, y determinar los beneficios del producto final.

El texto se encuentra distribuido de la siguiente manera: el primer capítulo comprende la revisión bibliográfica sobre los aspectos básicos del ácido láctico y los poliuretanos en general, los procedimientos experimentales realizados en el estudio y los resultados obtenidos en los mismos se describen en el segundo capítulo, en el tercer capítulo se presenta los diferentes ensayos químicos y físicos realizados a las espumas sintetizadas, por último se presentan las conclusiones y recomendaciones del estudio, así como algunos anexos que contienen las tablas correspondientes a todas las pruebas efectuadas.

## 1. MARCO TEÓRICO

### 1.1 ÁCIDO LÁCTICO

El ácido láctico o  $\alpha$ -hidroxipropiónico, fue descubierto por Scheele en 1780, quién lo aisló e identificó como principal ácido de la leche agria; de ahí proviene su nombre de láctico. El ácido láctico como producto de la fermentación fue identificado por Blondeau en 1847, pero fue Avery en 1881, el primero en producir ácido láctico a escala industrial.

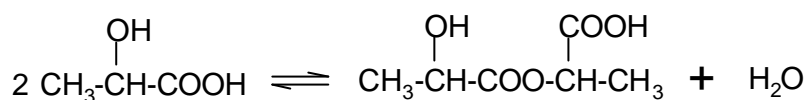
En ese tiempo se intentaba sustituir los tartratos empleados en los polvos de repostería por lactato cálcico. Aunque estos intentos fracasaron, dieron como fruto el hallazgo de nuevos empleos para el ácido láctico. Desde 1881, la producción de ácido láctico por fermentación adquirió gran importancia dentro de la industria, debido a que puede ser utilizado en múltiples procesos, especialmente en la industria química, alimenticia y farmacéutica. Actualmente se produce a partir de azúcar de maíz, melazas y lactosuero<sup>[3]</sup>.

El ácido láctico también conocido como ácido 2-hidroxipropanoico ó ácido  $\alpha$ -hidroxipropiónico, es el hidroxiaácido más sencillo con un átomo de carbono asimétrico. Existe en dos formas ópticamente activas: L(+) y D(-), y una forma racémica. En las tres formas, el ácido láctico es un líquido incoloro soluble en agua o un sólido de bajo punto de fusión en estado puro. Son muy solubles en agua y en disolventes orgánicos miscibles con el agua, pero insolubles en otros disolventes orgánicos, solidifica a 18°C.

El ácido láctico presenta, al igual que todos los ácidos hidroxicarboxílicos, una gran reactividad debido a los grupos hidroxilo y carbonilo que posee en su estructura. La composición de disoluciones acuosas diluidas con menos del 20% de ácido láctico corresponde esencialmente al ácido monomérico y

agua. Las disoluciones concentradas son complejas en virtud de la autoesterificación, que da lugar a los ácidos polilácticos, con diversas longitudes de cadena. La composición de equilibrio del ácido láctico acuoso depende de la concentración en que se encuentre. El primer compuesto que se obtendría por autoesterificación de dos moléculas de ácido láctico es el ácido lactiláctico:

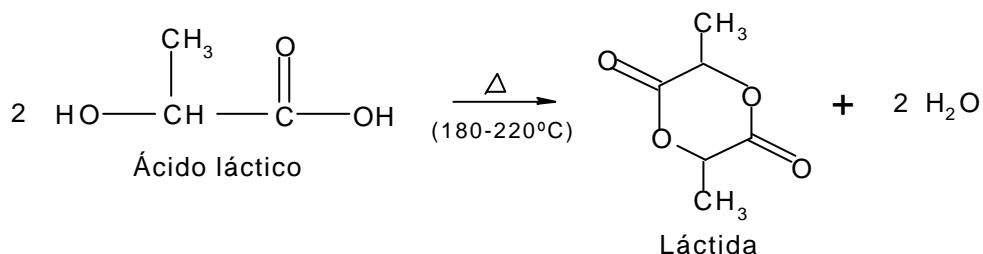
**Figura 1.** Formación del ácido lactiláctico



Fuente: SANZ, M<sup>º</sup> A y otros. Ésteres de ácido láctico: producción y aplicaciones. En: Revista Ingeniería Química. Vol. 34, No. 395, Noviembre 2002. p. 51-56.

A su vez, este ácido lactiláctico podrá seguir reaccionando con  $n$  moléculas de ácido láctico, dando lugar a los llamados ácidos polilácticos, de elevado peso molecular<sup>[4]</sup>. También puede producirse la condensación lineal en donde la eliminación intramolecular de agua entre los grupos hidroxilo y ácido carboxílico, produce polímeros cíclicos; el más sencillo es el dímero cíclico conocido como lactida (3,6-dimetil-*p*-dioxano-2,5-diona)<sup>[5]</sup>:

**Figura 2.** Formación de la lactida



NOLLER, Carl. Química Orgánica. 3<sup>º</sup> edición. México: Interamericana, 1998. p. 445.

Además de la autoesterificación, el ácido láctico muestra las reacciones típicas de los ácidos orgánicos y puede dar lugar a un gran número de ésteres y sales derivados del mismo. Por otra parte, la presencia en su molécula del grupo hidroxilo, hace que también pueda llevar a cabo algunas de las reacciones típicas de los alcoholes como esterificaciones con ácidos orgánicos, anhídridos y cloruros de ácido. Al igual que todos los  $\alpha$ -hidroxiácidos, el ácido láctico experimenta descarboxilación cuando es calentado con ácido sulfúrico diluido ocasionando la pérdida de monóxido de carbono, agua y la formación de un aldehído<sup>[6]</sup>.

**1.1.1 Producción del ácido láctico.** La producción de ácido láctico por fermentación a nivel industrial se realiza con cultivos puros o con una mezcla bien definida de bacterias, utilizando medios pasterizados o esterilizados a los que se les adiciona peptona o extracto de levadura como fuente de nitrógeno, indispensable para la nutrición del organismo.

En este caso, el ácido láctico es el único producto final entre una variedad de productos secundarios. En algunos casos el ácido láctico no es el único producto obtenido debido a fermentaciones laterales que dan lugar a la formación de productos secundarios como ácido acético, ácido butírico, ácido propiónico, glicerol y dióxido de carbono<sup>[7]</sup>.

Tabla 1. Procesos para la obtención del ácido láctico<sup>[8]</sup>

MATERIA PRIMA	CARACTERISTICAS DEL PROCESO
Melaza	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Fermentativo con el <i>Bacillus sp SHO-1</i>, según patente japonesa, este diseño involucra la fabricación del lactato de etilo y su posterior conversión a láctico</li> <li>2. Fermentativo con el <i>Lactobacillus sporogenes</i>. Produce directamente el enantiómero L+.</li> <li>3. Sintético. Realiza la hidrólisis de la melaza con hidróxido de calcio y pequeñas cantidades de hidróxido de sodio a elevada temperatura y presión.</li> </ol>
Jugo de caña	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Fermentativo. Usa <i>Leuconostoc mesenteroides</i>. Produce el enantiómero L+.</li> <li>2. Fermentativo. Con <i>Lactobacillus planterum</i>. Utiliza electro diálisis en la separación.</li> </ol>
Bagazo	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Después de realizar una hidrólisis ácida a la celulosa, se trata con <i>Lactobacillus casei</i> subespecie <i>Rhamnosus</i>.</li> <li>2. La hidrólisis de la celulosa se realiza con la enzima celulasa secretada por el hongo <i>Trichoderma viride</i>. Luego el ácido láctico se obtiene por fermentación con <i>Lactobacillus casei</i>.</li> </ol>
Lactosuero	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Fermentación con <i>Lactobacillus acidophilus</i>. Produce la mezcla racémica.</li> </ol>

Fuente: BOLAÑOS, Gustavo; CABRA, Jorge y JIMENEZ, Armando. Modelo de alianza estratégica industria-universidad: El caso del ácido láctico. [On line]. Colombia. Universidad del Valle. Available from internet: <http://www.univalle.edu.co/ing-quimica/procesos>

**1.1.2 Aplicaciones del ácido láctico.** El principal uso del ácido láctico es como aditivo alimentario, utilizándose en zumos de frutas, jarabes y otros productos, en los que actúa como conservante. Por su estructura posee además, aplicaciones médicas como producto intermedio en la industria farmacéutica, en el tratamiento de lesiones cutáneas y como modificador del pH. Su uso más extendido es el de estabilizador térmico de productos farmacéuticos.

En la industria química, el ácido láctico se utiliza en la síntesis de polímeros y copolímeros que son termoplásticos biodegradables; a partir del mismo es posible obtener desde materiales cristalinos hasta gomas. Estos polímeros tienen aplicaciones principalmente en el campo de la medicina para la fabricación de prótesis artificiales e implantes quirúrgicos.

En menor escala, puede usarse en numerosas aplicaciones, como la fabricación de celofán, en el tratamiento de metales, en la fabricación de productos derivados del caucho y en la tinción de productos textiles.

Otras vías alternativas de aprovechamiento potencialmente interesantes son:

- Polimerización para obtener poliésteres de alta calidad, para usos con elevado volumen de utilización del producto.
- Conversión del ácido láctico o sus derivados en materiales acrílicos.
- Conversión de ácido láctico en moléculas pequeñas como el propilenglicol o el etanol, para las que ya existen grandes mercados.

La obtención de poliésteres está adquiriendo mucha importancia, pues en esta forma es posible obtener cápsulas para otros productos como medicamentos, sin producir rechazos en el cuerpo humano, o plásticos biodegradables tanto para la industria del plástico como para aplicaciones médicas.

### **1.1.3 Derivados del ácido láctico**

➤ **Sales lácticas.** De las sales del ácido láctico comercializadas, las más importantes son los lactatos de sodio y de calcio, los cuales pueden

obtenerse como producto primario de la fermentación mediante un control del pH con carbonato de sodio o carbonato de calcio.

El lactato sódico es un producto natural que se encuentra en la carne como sal del ácido L(+)-láctico, inhibe el crecimiento de patógenos como *Salmonella* y *Listeria*, debido a su pH suele utilizarse como conservante alimentario, por ser higroscópico, también se ha utilizado para sustituir a la glicerina como plastificante y humectante en papel y textiles.

El lactato cálcico es el producto de la fermentación láctica, cuando el control de pH se efectúa por adición de carbonato de calcio. Es muy soluble en agua a temperaturas elevadas, siendo esta solubilidad mucho más reducida a temperaturas próximas a la temperatura ambiente.

Otras sales menos habituales son las de aluminio y zirconio, que se utilizan como antitranspirantes, la de hierro (empleada en la alimentación infantil), y la de titanio, usada para revestimientos de vidrio.

➤ **Polímeros.** Los polímeros del ácido láctico son biodegradables y de carácter termoplástico. Pueden presentar un amplio intervalo de propiedades por copolimerización con otros monómeros funcionales, como la caprolactama. Una de sus propiedades más importantes es su largo periodo de vida, ya que su degradación por hidrólisis suele transcurrir lentamente y puede controlarse fácilmente ajustando la composición y el peso molecular. Poseen un amplio espectro de usos potenciales, como fibras y películas.

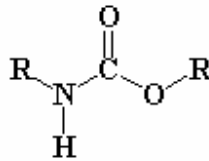
En general, las propiedades de estos polímeros son: termoplasticidad, fácil fabricación, biodegradabilidad, compatibilidad medioambiental y elevada resistencia<sup>[4]</sup>.

### 1.3 POLIURETANOS

El término “poliuretano” es más de conveniencia que de precisión, puesto que estos polímeros no son derivados por polimerización monoméricas de uretano, ni son usualmente polímeros que contengan grupos uretanos primarios. Los poliuretanos incluyen estos polímeros, los cuales contienen un número significativo de grupos uretanos, prescindiendo de cual puede ser el resto de la molécula.

Este grupo uretano puede considerarse como un éster del ácido carbámico o como éster-amida del ácido carbónico, resultante en general de la reacción de un isocianato y un alcohol:

**Figura 3.** Configuración del grupo uretano



Fuente: SAUNDERS, J. And FRISH, K. Polyurethanes: Chemistry and technology. Vol XVI Part I. United States: John Wiley and Sons. 1964.

A la hora de sintetizar un poliuretano, y aunque sería suficiente con partir de dos monómeros poliisocianato y polialcohol, como es el caso del Perlon U, suelen emplearse un mínimo de tres. Estos tres elementos fundamentales en la síntesis de poliuretanos, base de su enorme versatilidad son:

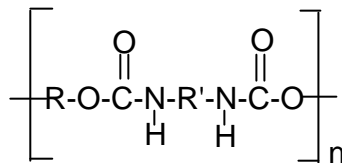
- poliisocianato (di o poli funcional).
- Un macroglicol (di o poli funcional), monómero de cadena larga y flexible que a temperatura ambiente se encuentra por encima de su temperatura de transición vítrea.
- Un monómero de cadena corta, llamado extensor de cadena si es difuncional, y entrecruzante si su funcionalidad es superior a dos.

Este tercer componente es el que ocasionalmente puede omitirse en la formulación.

La química del poliuretano se basa en las reacciones de isocianatos con productos que contengan dos o más hidrógenos activos. Los isocianatos contienen uno o más grupos NCO, altamente reactivos. Este último va a reaccionar rápidamente con átomos de hidrógeno asociados a átomos más electronegativos que el carbono.

Por ejemplo, la estructura general de un poliuretano derivado de un compuesto dihidroxílico HO-R-OH y un diisocianato OCN-R'-NCO, puede ser representado por la siguiente fórmula:

**Figura 4.** Monómero de Poliuretano



Fuente: SAUNDERS, J And FRISH, K. Polyurethanes: Chemistry and technology. Vol XVI Part I. United States: John Wiley and Sons. 1964.

Dependiendo de la elección de los reactivos (isocianato, poliol) y la naturaleza de éstos se puede obtener un número muy amplio de estructuras y propiedades del material poliuretánico tales como fibras suaves y duras, espumas flexibles y rígidas, diversos aislantes y amplia variedad de plásticos entrecruzados.

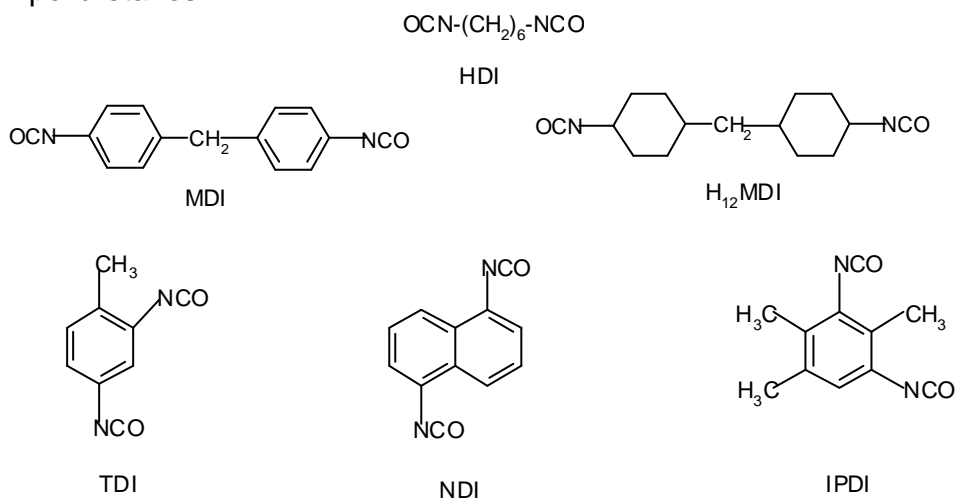
La formación del poliuretano es un complejo proceso donde compiten dos reacciones principales exotérmicas: la reacción de polimerización y la de formación de gas para el caso de producción de espumas. Particularmente, la formación de espumas es un fenómeno más complejo que cualquier otra

aplicación de los poliuretanos debido a que estos sistemas presentan características coloidales. Son relativamente pocos los conocimientos de tipo cuantitativo que se tienen acerca de la formación de espumas de poliuretano<sup>[9, 10]</sup>.

### 1.2.1 Química de la formación de las espumas

➤ **Isocianatos.** Los isocianatos contienen el grupo insaturado  $N=C=O$ , son muy reactivos frente a otros compuestos y pueden incluso reaccionar con ellos mismos siendo los isocianatos aromáticos en general más reactivos que los alifáticos. La reacción puede ocurrir con casi cualquier compuesto que contenga un átomo de hidrógeno que pueda ser reemplazado. Los isocianatos comúnmente empleados en la fabricación de poliuretanos se muestran a continuación, siendo el MDI y el TDI, del tipo aromático los más importantes<sup>[9, 11]</sup>.

**Figura 5.** Isocianatos comúnmente empleados en la fabricación de poliuretanos.



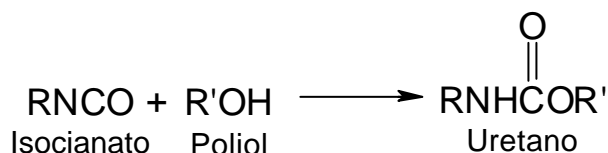
Fuente: ABRAHAM, Gustavo y MARCOS, Angel. Materiales poliuretánicos: características generales y situación de su investigación y desarrollo en España. En: Revista de plásticos modernos. Vol. 79, No.528. p. 688-701.

➤ **Algunas reacciones de los isocianatos.** En muchas reacciones, especialmente en compuestos con hidrógenos activos, los isocianatos aromáticos son más reactivos que los isocianatos alifáticos. Además, la sustitución de grupos electronegativos en el anillo aromático aumenta la actividad, mientras que los grupos electropositivos disminuyen la reactividad del isocianato. Como podría esperarse, el impedimento estérico en el isocianato o en el compuesto con hidrógeno activo, retardan la reacción. Todas las reacciones están sujetas a ser catalizadas por ácidos y bases fuertes, además por los compuestos metálicos que son fuertes catalizadores.

La gran variedad de posibles reacciones que pueden presentar los isocianatos, sumado a la multitud de reactivos disponibles, combinado con un buen control de la reacción, permite obtener una gran variedad de polímeros.

· **Reacciones con alcoholes.** Esencialmente todos los compuestos que contienen un átomo de hidrógeno unido a un átomo de oxígeno reaccionan bajo condiciones apropiadas con un isocianato. La clase más reactiva de estos compuestos es la familia de los alcoholes. Con los alcoholes como con muchos otros compuestos los efectos del impedimento estérico son pronunciados, de esta manera los alcoholes primarios reaccionan más rápidamente que los secundarios. La reacción normal entre un alcohol y un isocianato da un uretano también llamado carbamato:

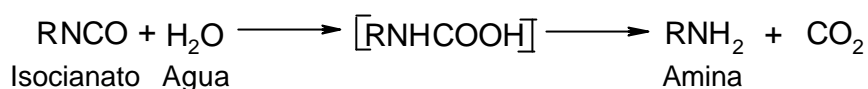
**Figura 6.** Reacción del Isocianatos con alcoholes



Fuente: SAUNDERS, J. And FRISH, K. Polyurethanes: Chemistry and technology. Vol XVI Part I. United States: John Wiley and Sons. 1964.

· **Reacciones con agua.** El agua es usualmente similar a los alcoholes secundarios en su reactividad con los isocianatos si ambos son solubles en el medio de reacción, sin embargo la reacción no es tan simple como la formación de uretanos. El primer producto no es usualmente estable, produciendo dióxido de carbono:

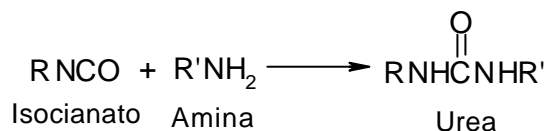
**Figura 7.** Reacción de Isocianatos con agua



Fuente: SAUNDERS, J. And FRISH, K. Polyurethanes: Chemistry and technology. Vol XVI Part I. United States: John Wiley and Sons. 1964.

La amina formada reacciona con el isocianato más rápidamente que lo que lo hace con el agua:

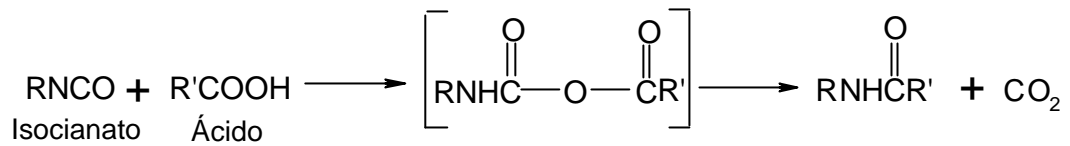
**Figura 8.** Reacción de isocianato con amina proveniente de la reacción isocianato agua



Fuente: SAUNDERS, J. And FRISH, K. Polyurethanes: Chemistry and technology. Vol XVI Part I. United States: John Wiley and Sons. 1964.

· **Reacciones con los ácidos carboxílicos.** Los ácidos carboxílicos, poseen un grupo hidroxilo que reacciona de una forma más o menos fácil con los isocianatos. La reacción es catalizada por aminas terciarias, por bases y numerosos compuestos metálicos. Isocianatos alifáticos y ácidos alifáticos dan mezclas anhídras que se descomponen a aminas sustituidas:

**Figura 9.** Reacción entre isocianato alifático y ácido alifático

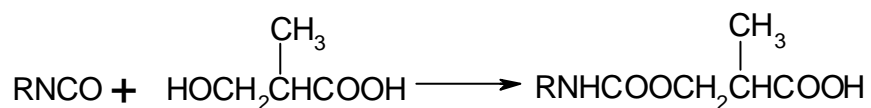


Fuente: SAUNDERS, J. And FRISH, K. Polyurethanes: Chemistry and technology. Vol XVI Part I. United States: John Wiley and Sons. 1964.

Las reacciones entre isocyanatos aromáticos con ácidos alifáticos ó ácidos aromáticos débiles, bajo condiciones de temperaturas moderadas arrojarían como productos, otros anhídridos y eventualmente ácido anhídrido, urea y dióxido de carbono.

En reacciones de un equivalente de isocianato con un hidroxíácido (por ejemplo ácido láctico), puede encontrarse una reacción selectiva, dependiendo de la estructura del ácido. Así, el ácido  $\beta$ -Hidroxiisobutírico da una reacción preferencial con el grupo hidroxilo:

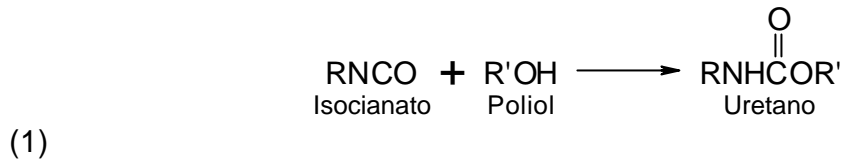
**Figura 10.** Reacción entre isocianato y ácido  $\beta$ -hidroxiisobutírico



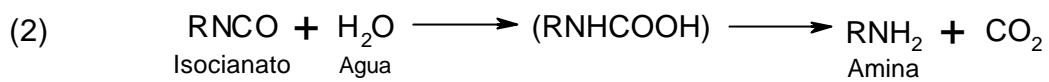
Fuente: SAUNDERS, J. And FRISH, K. Polyurethanes: Chemistry and technology. Vol XVI Part I. United States: John Wiley and Sons. 1964.

· **Reacciones de los isocyanatos en un sistema de espuma.** En un sistema de espuma, los ingredientes reactivos son usualmente un isocianato, una resina con terminaciones hidroxílicas y agua. Así la reacción con un compuesto hidroxílico produce un uretano:

**Figura 11.** Reacciones del isocianato en un sistema de espuma



mientras que con agua produce una urea, vía un intermediario amina:

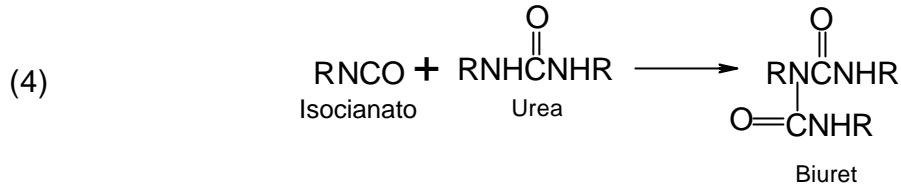


Fuente: SAUNDERS, J. And FRISH, K. Polyurethanes: Chemistry and technology. Vol XVI Part I. United States: John Wiley and Sons. 1964.

En sistemas sin catalizadores, la reacción con la amina es bastante rápida, tanto que mezclando un isocianato con un gran exceso de agua, se obtiene un alto grado de urea disustituida. Aunque la reacción con agua es algo más complicada, la densidad de la espuma es muy cercana a la calculada, asumiendo que las ecuaciones 2 y 3 son correctas, al menos para la mayoría de sistemas.

En la formación de la espuma de poliuretano, el isocianato puede también reaccionar con la urea y con el uretano, obteniéndose un biuret y un alofanato, respectivamente:

**Figura 12.** Reacciones en el proceso de espumación.

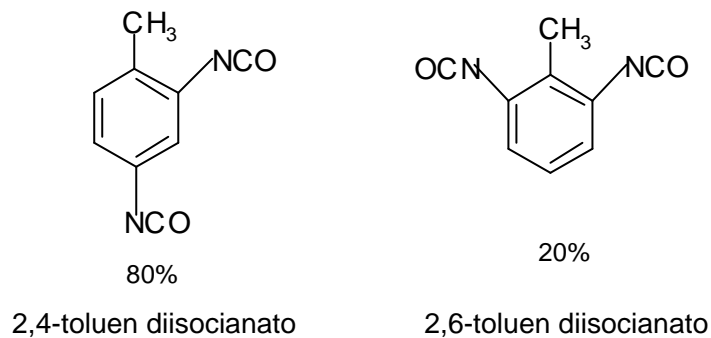


Fuente: SAUNDERS, J. And FRISH, K. Polyurethanes: Chemistry and technology. Vol XVI Part I. United States: John Wiley and Sons. 1964.

Las reacciones 4 y 5 pueden ser reversibles lentamente por calentamiento a temperaturas aproximadamente 110-130°C y rápidamente a más altas temperaturas.

· **Función de los isocianatos en la espumación.** El isocianato usado en la espumación, es usualmente una mezcla 80:20 de 2,4- y 2,6-toluen diisocianato (TDI), que sirven para varios propósitos:

**Figura 13.** Isómeros del TDI



Fuente: SAUNDERS, J. And FRISH, K. Polyurethanes: Chemistry and technology. Vol XVI Part I. United States: John Wiley and Sons. 1964.

Este puede reaccionar con agua para formar dióxido de carbono, un apropiado gas de espumación. En algunos sistemas un gas de bajo punto de ebullición tal como el triclorofluorometano puede ser adicionado para promover parcial o totalmente la espumación. El diisocianato reacciona con los grupos funcionales en la resina, construyendo así dentro de las moléculas de ésta el polímero final.

En las últimas etapas de polimerización los grupos terminales del polímero son en gran parte el grupo isocianato muy reactivo. Esta alta reactividad permite asegurar que un máximo número de cadenas terminales podrán ser unidas a otras cadenas, suministrando así una aproximación a la estructura teórica de la malla.

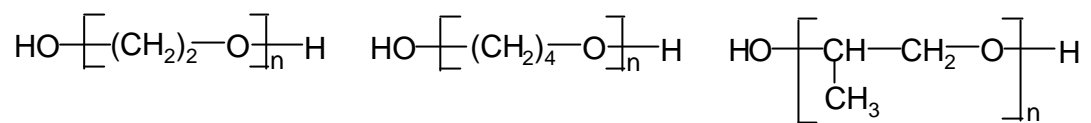
Una resina lineal o poco entrecruzada es normalmente usada para espumas flexibles y una altamente entrecruzada para espumas rígidas. La química de la formación de la espuma es similar en ambos casos, excepto que la espuma rígida es mucho más entrecruzada que la flexible<sup>[9]</sup>.

➤ **Macroglicoles.** Los macroglicoles son en general poliéteres o poliésteres con un peso molecular comprendido entre 400 y 5000 daltons y según su longitud de cadena se puede obtener estructuras con diferentes grados de flexibilidad.

· **Poliéteres.** Los poliéteres usados en aplicaciones para poliuretanos son líquidos viscosos no volátiles. Se considera que la mayoría son solubles en solventes orgánicos comunes como alcoholes, cetonas y solventes halogenados y su solubilidad en agua decrece a medida que aumenta el peso molecular, siendo solubles los de bajo peso molecular.

De las propiedades fisicoquímicas de los poliéteres destinados a la formación de poliuretanos, en las que más énfasis se ha hecho son: contenido de hidroxilos, instauración, contenido de agua, contenido de carboxilos y peso molecular.

**Figura 14.** Estructuras de macroglicoles tipo poliéteres utilizados en la síntesis de poliuretanos

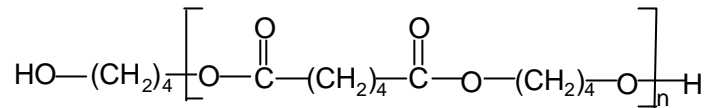


Fuente: SAUNDERS, J. And FRISH, K. Polyurethanes: Chemistry and technology. Vol XVI Part I. United States: John Wiley and Sons. 1964.

· **Poliésteres.** El uso de poliésteres en la fabricación de poliuretanos otorga características específicas al producto como: termoestabilidad, alta resistencia a la temperatura, alta dureza y baja elongación. El uso de componentes aromáticos también promueve la resistencia a la temperatura y a la rigidez. Por otra parte, los poliésteres lineales favorecen en los poliuretanos la alta elongación, elasticidad, suavidad, mejor flexibilidad a baja temperatura y baja resistencia química.

La reacción más importante de las cadenas de poliéster durante la vida de las espumas de poliuretano, elastómeros o aislantes es la hidrólisis, debido a esto bajo condiciones aceleradas de alta humedad y elevada temperatura los materiales poliuretánicos basados en poliéter se degradan más rápidamente que los materiales poliuretánicos basados en poliésteres.

**Figura 15.** Estructura de macroglicol tipo poliésteres utilizado en la síntesis de Poliuretanos



Fuente: SAUNDERS, J. And FRISH, K. Polyurethanes: Chemistry and technology. Vol XVI Part I. United States: John Wiley and Sons. 1964.

➤ **Aditivos.** La función de los aditivos es controlar la reacción química asociada con la formación del polímero y modificar las propiedades de los productos finales.

- **Catalizadores.** La reacción entre un isocianato y grupos hidroxilos reactivos de un compuesto en particular, pueden catalizarse por aminas terciarias (cuya actividad depende de su basicidad y de su estructura) y compuestos organometálicos. La amina más conocida es la DABCO (diaminobiciclooctano), aunque en un principio podría usarse cualquiera. Con motivo de las nuevas regulaciones que limitan el contenido de materia orgánica volátil en los productos, la tendencia actual se dirige a emplear aminas terciarias.

Como catalizadores organometálicos, tradicionalmente se han empleado aquellos que contienen estaño como el DBTL (dibutildilaurato de estaño) o dioctoato de estaño; pero también son efectivos catalizadores de zinc, bismuto, hierro y otros metales. Del mismo modo que estos catalizadores aceleran la formación del poliuretano, también aceleran su descomposición a altas temperaturas, por lo que se evita su uso en aplicaciones en las que el producto se someta a temperaturas relativamente altas. También se limita su

empleo por su toxicidad en aplicaciones tales como alimentos o productos de uso médico<sup>[11]</sup>.

· **Papel de los catalizadores en sistemas de espuma.** Además de los reactivos principales, un sistema de espuma usualmente contiene uno o más catalizadores los cuales tienen un importante efecto en la química del sistema.

Los catalizadores sirven para llevar a cabo la reacción entre el prepolímero y el agua, o entre isocianato, resina y agua a tal velocidad que el crecimiento de la espuma y su cura es suficientemente rápida para prevenir el colapso de ésta. En cualquier sistema de espuma diferentes reacciones están envueltas, por ejemplo, las de los grupos isocianato en las posiciones 2 y 4 del tolueno diisocianato, por lo tanto el tipo de catalizador y la concentración debe ser cuidadosamente escogida para proveer un apropiado balance de reacción.

La evolución del gas y el crecimiento del polímero deben ir a la par, siendo el gas atrapado eficientemente y el polímero tener una adecuada fortaleza al final de la evolución del gas para mantener su volumen sin colapsar o presentar una considerable contracción o encogimiento.

Los catalizadores usados más comúnmente son aminas terciarias y compuestos de estaño tales como octoato de estaño, oleato de estaño, dioctoato de dibutilestaño y dilaurato de dibutilestaño. Impurezas alcalinas o metálicas que pudieran estar presentes en la resina contribuyen también en los efectos catalíticos. Impurezas ácidas en la resina o isocianato podrían servir para neutralizar una parte del catalizador, reduciendo el efecto catalítico.

· **Aminas terciarias.** Las aminas terciarias son catalizadores tanto para la reacción del agua y la reacción de los hidroxilos con el isocianato, que han sido usados con mucho éxito. De hecho, estos compuestos son los únicos catalizadores necesarios para la preparación de espumas flexibles en el proceso de un paso "one-shot", usando poliésteres con terminaciones hidroxílicas primarias y en el proceso prepolímero usando poliésteres o poliéteres.

La estructura de la amina terciaria tiene una considerable influencia en sus efectos catalíticos y también en su utilidad para la producción de espumas. Los factores generalmente considerados para la elección de la amina son el poder catalítico, olor, presión de vapor, solubilidad y costo. El poder catalítico incrementa a medida que incrementa la basicidad de la amina y a medida que disminuye el impedimento estérico del grupo amino. Así, las dialquil aril aminas generalmente no catalizan la reacción de espumación debido a impedimentos estéricos.

· **Catalizadores de estaño.** El gran efecto de los catalizadores de estaño se introdujo comercialmente solo hasta 1958. Estos catalizadores tales como dioctoato de dibutilestaño, dilaurato de dibutilestaño, oleato de estaño y octoato de estaño, son varias veces más poderosos para la reacción isocianato-hidroxilo que las aminas terciarias, pero aparentemente no son fuertes catalizadores para la reacción isocianato-agua en un sistema de espuma. Así, los catalizadores de estaño pueden ser usados para forzar la reacción entre isocianatos y poliéteres a una tasa tal que la viscosidad es rápidamente incrementada y el gas es atrapado y retenido satisfactoriamente.

A diferencia de muchas de las aminas terciarias, las cuales se evaporan de la espuma, los catalizadores de estaño se quedan en ésta permanentemente, y

pueden sufrir algunos cambios químicos con el tiempo, por ejemplo, una oxidación del estaño de estanoso a estánico o hidrólisis. Se debe escoger entonces, un sistema catalítico que no presente en un futuro efectos adversos en las espumas.

- **Sistemas con mezclas de catalizadores.** Los sistemas comerciales de producción de espumas de poliuretano en un paso “one-shot”, generalmente utilizan un sistema de mezcla de catalizadores, por ejemplo, un catalizador de estaño y una o más aminas terciarias. Estos son escogidos para proporcionar un conveniente balance entre las reacciones isocianato-hidroxiolos e isocianato-agua.

Los catalizadores de estaño ofrecen un control inicial del sistema mientras la amina proporciona control hacia el final. La amina por otra parte ayuda significativamente a asegurar un rápido desarrollo de las propiedades del polímero.

Este sistema de mezcla provee una excelente oportunidad para eliminar dificultades como encogimiento de la espuma y vacíos, los cuales pueden ser resultado de un balance inapropiado de la evolución del gas y propiedades del polímero en el tiempo de máxima evolución de este<sup>[9]</sup>.

- **Agentes espumantes.** En las formulaciones con agua se aprovecha el dióxido de carbono generado en la reacción isocianato-agua como agente químico para la producción de la espuma. Se emplean comúnmente agentes espumantes físicos, que son líquidos de bajo punto de ebullición que se volatilizan con el calor que se desprende en la reacción de formación del polímero.

- **Extendedor de cadena.** Entre los extendedores de cadena el 1,4-butanodiol es el más utilizado y conduce a la formación de grupos uretano, mientras que el uso de diaminas forma grupos urea, lo cual lleva a la formación de grupos poliuretanos-urea. Prácticamente cualquier poliglicol o poliamina puede utilizarse como extendedor / entrecruzante, estando limitado su uso sobre todo por el precio, la toxicidad y la facilidad con que pueda procesarse.
- **Plastificantes.** Se emplean mucho en poliuretanos termoplásticos, tanto para ayudar al procesado como para controlar la dureza y el módulo del producto, y también en sellantes, donde es importante un buen flujo y humectabilidad del sustrato durante la deposición y una buena flexibilidad a largo plazo tras el curado. Como el poliuretano es relativamente polar, para evitar migraciones excesivas se suele recurrir a plastificantes como ftalatos<sup>[11]</sup>.
- **Surfactantes.** Son esenciales para la fabricación de la mayoría de poliuretanos. Ayudan a que los componentes incompatibles usados en la fabricación se mezclen más fácilmente, pero sobre todo son útiles en la fabricación de espumas, donde ayudan en el control del tamaño de las celdillas estabilizando las burbujas de gas y reduciendo las concentraciones de tensión en las paredes de las celdillas. También ayudan a controlar la abertura las citadas celdillas en el caso de espumas flexibles. Los más importantes son las siliconas líquidas y copolímeros de injerto de polisiloxano-poliéter<sup>[11, 12]</sup>.

**1.2.2 Física de la formación de las espumas.** La formación de una espuma se produce en varias etapas: el mezclado, la nucleación, crecimiento de las burbujas (espuma esférica y espuma poliédrica) y el curado.

➤ **Nucleación.** En la primera etapa o mezclado, el agente espumante genera un gas en la solución en la fase líquida, cuando el gas alcanza su límite de saturación empieza a sobresaturarse y finalmente sale de la solución en forma de una burbuja. Esta liberación de burbujas es conocida como nucleación.

➤ **Cremado.** Las burbujas de gas pequeñas son los núcleos en los que se difunde el propelente formado o liberado durante el proceso de reacción, dando a la mezcla espumosa una apariencia de crema. El tiempo para que la mezcla comience el cremado es conocido como tiempo de crema, el cual está usualmente dentro del intervalo de seis a quince segundos.

➤ **Crecimiento.** Cuando la burbuja se forma, es una esfera rodeada por una delgada fase líquida, al final de la fase de formación de las burbujas se forma la denominada espuma esférica. Está constituida por burbujas esféricas pequeñas y grandes que crecen debido al propelente que se difunde en su interior. Cuando el crecimiento de las burbujas haya avanzado hasta tal punto que estén lo suficientemente juntas, se unirán burbujas de diferentes tamaños. El número total de burbujas permanece constante durante el crecimiento de la espuma, la reducción de la tensión superficial por el surfactante de silicona activa la tendencia de la mezcla espumosa a estabilizarse y previene la coalescencia.

Alrededor de 100 a 200 segundos después del mezclado la reacción de aireación cesa. El tamaño, y la distribución de los núcleos determinan la estructura posterior de la espuma.

➤ **Gelación.** El crecimiento de las burbujas se mantiene hasta que se gasta el líquido, llegando a estar las burbujas individuales separadas sólo por las paredes de las células. Una vez se haya llegado a este estado, la forma

de las burbujas cambia de esférica a poliédrica. La reacción de gelación se empieza a dar lentamente y las paredes de las celdas no soportan la presión creciente de las burbujas, en el espumado total las paredes estallan y los gases son liberados a través de la espuma, lo cual hace que se forme un gel suficientemente estable.

La gelación (o polimerización) continúa hasta un tiempo conocido como tiempo de gel (usualmente 20-120 segundos después del tiempo de crecimiento). Para probar que tanto ha gelificado la espuma, se introduce una espátula en la espuma de 2 a 4 centímetros de profundidad hasta que se perciba una resistencia a la penetración. Cuando al tocar la espuma con el dedo, y la capa externa no se adhiere a él, se dice que se ha alcanzado el tiempo de gelificación.

La formación de la espuma y el proceso de reacción (formación del uretano) se producen al unísono. En esta fase la temperatura y la viscosidad de la mezcla reactiva aumentan progresivamente hasta el curado del material espumado, ya que la polimerización no se completa hasta media hora o una hora después del espumado<sup>[9, 13, 14, 15]</sup>.

**1.2.3 Formulación de espumas.** La colección de todos los ingredientes necesarios en la proporción y razón apropiada para la fabricación de espumas de poliuretano es conocida como formulación de espumas. Las formulaciones son presentadas generalmente en un formato estándar basado en 100 parte por peso de polioliol, otros ingredientes son expresados en partes por peso de polioliol abreviado como pphb. Por otro lado, el valor de isocianato usado es también expresado en el llamado índice de isocianato. Un índice de 105 indica que un 5% de isocianato es usado en exceso.

Una formulación típica de una espuma de poliuretano comercial es mostrada en la tabla 2.

**Tabla 2.** Formulación típica de una espuma comercial.

<b>Reactivo</b>	<b>Nombre comercial</b>	<b>Partes por peso de polioliol [pphp]</b>
Polioliol	Voranol	100
Agentes espumantes:		
Químico	Agua	3.2
Físico	F-11	28
Surfactante de silicona	Tegostab BF 2370	1.5
Catalizador de amina	Dabco 33 LV	0.28
Catalizador metálico	T-9	0.28
Isocianato	TDI 80/20	41.6
	Índice TDI	105

Fuente: JANAN, Beckerdite. The flexible polyurethane foam handbook. Dow Chemical. Ed. Urethanes unlimited. USA. 1994.

La formulación de espumas no es aplicable universalmente sobre todo en máquinas para espumas o bajo diferentes condiciones de operación, siempre es necesario variar levemente los niveles de los catalizadores. Así, la misma formulación puede producir espumas de diferentes propiedades físicas en lugares diferentes, bajo diferentes condiciones ambientales (temperatura, humedad, etc.), sobre un tipo de máquina diferente o por un método de espumado diferente<sup>[14]</sup>.

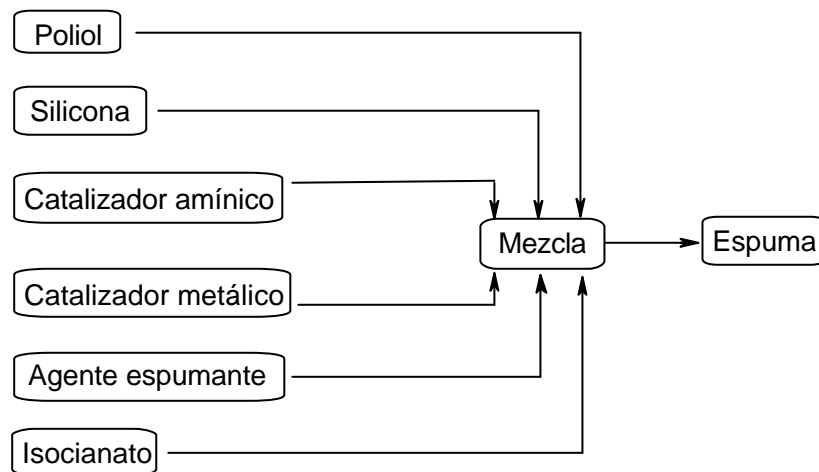
**1.2.4 Sistemas de espumado de poliuretanos**<sup>[11, 12, 14, 16]</sup>. Estos sistemas de espumado están constituidos por varias técnicas de producción de espumas poliuretánicas a través de las cuales la formulación ha sido

controlada para dar la espuma con las propiedades físicas deseadas. A continuación se describen tres técnicas empleadas comúnmente en la producción de las espumas.

➤ **Sistema “one-shot” o de un paso.** En el proceso de un paso, el isocianato, la resina (poliol) y el agua son mezclados simultáneamente, junto con los catalizadores adecuados, estabilizadores, agentes controladores de tamaño de celda y adicionalmente agentes espumadores si se desea.

Las reacciones comienzan inmediatamente con el levantamiento de la espuma, aproximadamente a los 10 segundos después de mezclar los reactivos y es completada dentro de 1 o 2 minutos. La espuma continua a la cura de unas horas a unos días.

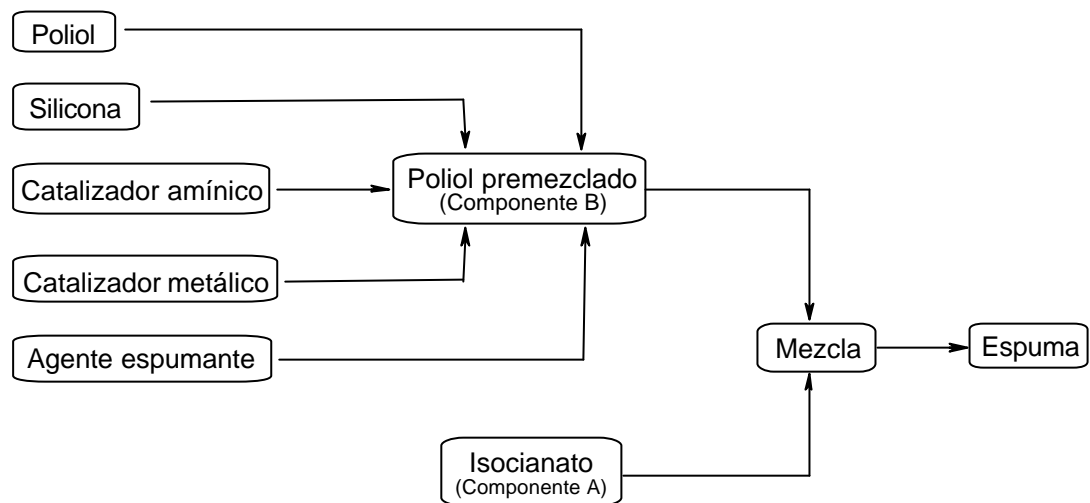
**Figura 16.** Esquema del sistema “one-shot” o de un paso.



Fuente: JANAN, Beckerdite. The flexible polyurethane foam handbook. Dow Chemical. Ed. Urethanes unlimited. USA. 1994.

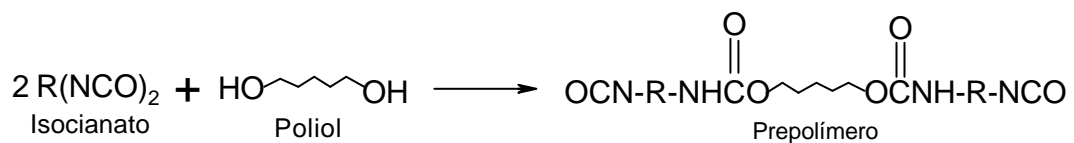
- **Sistema prepolímero.** En este sistema todos los ingredientes excepto el isocianato son premezclados (componente B). El isocianato (componente A) se hace luego reaccionar con el premezclado como se observa a continuación:

**Figura 17.** Esquema sistema prepolímero



En este método la primera reacción es:

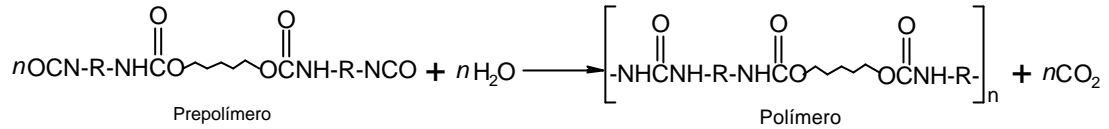
**Figura 18.** Reacción poliol isocianato



Fuente: JANAN, Beckerdite. The flexible polyurethane foam handbook. Dow Chemical. Ed. Urethanes unlimited. USA. 1994.

El prepolímero puede luego ser espumado por reacción con agua, con simultáneo crecimiento de la estructura molecular:

**Figura 19.** Reacción prepolímero agua

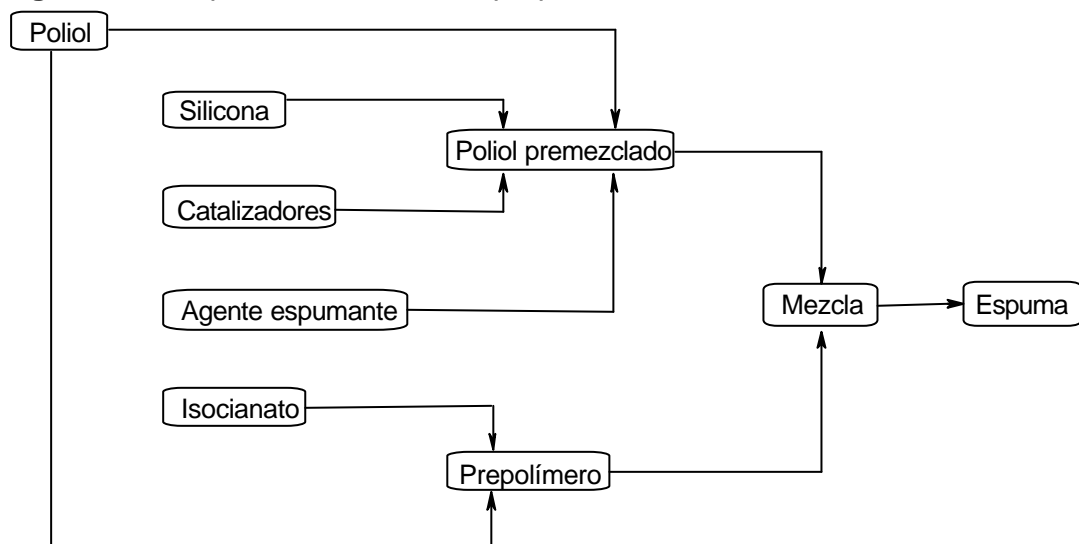


Fuente: JANAN, Beckerdite. The flexible polyurethane foam handbook. Dow Chemical. Ed. Urethanes unlimited. USA. 1994.

Un agente espumante inerte puede también ser usado en pequeñas cantidades para aumentar la espumación.

➤ **Sistema semi-prepolímero.** Es un método híbrido en donde una parte de la resina (poliol) es mezclada con todo el isocianato, obteniendo un prepolímero que contiene un gran exceso de isocianato sin reaccionar. Este prepolímero es luego espumado por reacción con el resto de resina, la cual puede contener agua, catalizadores y silicona. Estas dos etapas de reacción pueden controlarse más fácilmente y los ingredientes son más compatibles:

**Figura 20.** Esquema sistema semi-prepolímero



Fuente: JANAN, Beckerdite. The flexible polyurethane foam handbook. Dow Chemical. Ed. Urethanes unlimited. USA. 1994.

### 1.2.5 Aplicaciones

- **Espumas flexibles.** Se encuentran mucho en los asientos de los carros y en el mobiliario (colchones sofás, etc.), además de emplearse en la fabricación de espumas, rodillos de pintado y de muchos más productos. Se fabrican tanto a partir de TDI como de MDI y de poliéter o poliéster.
  
- **Espumas semirígidas y rígidas.** Suelen estar más entrecruzadas que las flexibles y la celdilla esta cerrada. Su aplicación principal es como material termoaislante, especialmente en frigoríficos, refrigeradores y paneles sándwich, y también aportan resistencia estructural al producto.
  
- **CASE.** Es la clase de productos con mayor valor añadido, son recubrimientos adhesivos, sellantes y elastómeros. Los recubrimientos pueden ser elásticos como membranas, más rígidos como lacas o pinturas. Estos materiales son muy útiles como protección superficial por su tenacidad y alta resistencia a la abrasión<sup>[11, 17, 18]</sup>.

## 1.4 FUNDAMENTOS DE LA BIODEGRADABILIDAD

La degradación de un polímero puede definirse como un cambio en su estructura química que conlleva una modificación apreciable de sus propiedades. Actualmente, se aceptan cinco mecanismos básicos de degradación que pueden interactuar entre sí produciendo un efecto sinérgico: a) fotodegradación, b) oxidación mediante aditivos químicos, c) degradación térmica, d) degradación mecánica y e) degradación mediante microorganismos (bacterias, hongos o algas).

Este último constituye la base para definir un material como biodegradable, según la mayoría de las normas estandarizadas (ISO 472-1998, ASTM D20-96 o DIN 103.2-1993). Puede distinguirse también entre una biodegradabilidad parcial, que corresponde a una alteración en la estructura química y a una pérdida de propiedades específicas, y la biodegradabilidad total, que se asocia generalmente a una mineralización completa con producción de CO<sub>2</sub> (en condiciones aeróbicas), metano (en condiciones anaeróbicas), agua, sales minerales y biomasa, aunque en algunos casos pueden restar fragmentos (oligómeros) resistentes a la degradación.

La biodegradación tiene lugar por vía hidrolítica y normalmente se completa con procesos enzimáticos. De esta forma, diferentes factores influyen en la velocidad de degradación: a) condiciones del medio (temperatura, humedad, pH), b) características del polímero (presencia de enlaces químicos susceptibles a la hidrólisis, hidrofiliidad, estereoquímica, peso molecular, cristalinidad, superficie específica) y c) características de los microorganismos (cantidad, variedad, fuente, actividad).

El fenómeno de la degradación microbiana de los materiales, incluyendo los polímeros, depende de hecho, de los ciclos alimenticios de estos anfitriones que habitan la biosfera y que operan sobre todos los materiales en los cuales existan elementos nutricionales que puedan asimilar<sup>[19]</sup>.

➤ **Los hongos.** La microbiología de la degradación de polímeros es esencialmente ejercicio de la micología. La mayoría de los test se realizan con los hongos, los cuales son asociados con la alteración de las propiedades físicas y químicas de las sustancias poliméricas. En menor grado son usadas las bacterias.

Los hongos viven, corrompen y consumen casi cualquier cosa. Muchos de los hongos pueden vivir, ya sea como parásitos, ya como saprofitos, regulando sus vidas de acuerdo con las oportunidades que les son ofrecidas. Estos hongos, segregan un gran número de enzimas extracelulares llamadas despolimerasas; estas les permiten desintegrar polímeros y así vivir de una gran variedad de sustancias y digerirlas.

El *Penicilium*, por ejemplo, puede vivir de los desechos de millares de tipos distintos de plantas, de tela, cuero, papel, madera, corteza de los árboles, corcho, estiércol de animal, cadáveres de animales e insectos, de tinta, jarabe, semillas de toda clase, de productos cereales manufacturados y de las cajas en que están empacados, incluidas cera y tinta de la parte exterior, pintura y muchos otros productos.

El prosperar de los hongos significa no solo vivir, sino crecer y desarrollarse, lo que implica desarrollar estructuras de crecimiento (micelios) y reproducción (esporas). Sobre un substrato adecuado la espora del hongo germina y emite unas prolongaciones que se convierten en filamentos largos que finalmente se ramifican; cada filamento recibe el nombre de hifa. A medida que las hifas continúan su desarrollo y se ramifican desarrollan la estructura de crecimiento conocida como micelio.

La parte del micelio que penetra en el substrato y absorbe productos alimenticios para crecimiento se conoce como micelio vegetativo, la que se proyecta por encima de la superficie del substrato se llama micelio aéreo. A partir del micelio aéreo se producen esporas, que actúan como estructuras de propagación. Éstas esporas son estructuras microscópicas características de cada tipo de hongo, según las cuales se puede realizar la clasificación e identificación de éstos, mediante el uso del microscopio.

Para dicha identificación, los hongos deben ser sembrados en medios de cultivo, en los cuales puedan crecer y llegar a desarrollar las estructuras de reproducción (esporas) que permitirán la clasificación de estos. Estos medios de cultivo deben tener en cuenta las necesidades fisiológicas de los hongos, éstos últimos deben encontrar en dichos medios lo necesario para su crecimiento y desarrollo: a) materias nitrogenadas como peptona, b) azúcares como glucosa o maltosa, que son indispensables, c) un soporte sólido como la gelosa, que permite a los hongos filamentosos desarrollar micelio aéreo con órganos de fructificación, y d) conviene más un pH ácido (de 5 a 6). Para obtener la esporulación sexual o asexual es preferible utilizar medios naturales gelosados como papa-zanahoria o extracto de malta.

La spora producida sobre una hifa especializada y que se libera de la misma en el punto de fijación, se llama conidio. La hifa especializada sobre la cual surge el conidio recibe el nombre de conidióforo. Los conidios varían notablemente en forma, tamaño, número de tabiques, color, etc., lo mismo que los conidióforos. Tales diferencias sirven para separar el gran número de géneros y especies entre los hongos imperfectos, pudiendo identificarse dichos hongos tan solo por examen microscópico cuidadoso de estas estructuras.

Los conidióforos altamente desarrollados suelen tener formas características y los conidios nacen de los mismos, de una manera tan definida que a menudo puede hacerse la identificación basándose en la estructura del conidióforo. En *Aspergillus*, por ejemplo, el conidióforo se halla hinchado en su extremo y sobre la superficie de esta zona tumefacta se producen varias estructuras diminutas. La porción hinchada del conidióforo se llama vesícula.

En especies de *Penicilium* las hifas portadoras de esporas forman una estructura de pincel o cepillo característico que nace a partir de las hifas vegetativas que se ramifican<sup>[20, 21, 22, 23]</sup>.

## **2. DESARROLLO EXPERIMENTAL**

En el presente capítulo se describe la información correspondiente a los procedimientos experimentales utilizados para caracterizar los reactivos, sintetizar y formular las espumas de poliuretano; así como los resultados correspondientes a estos ensayos. Los materiales poliuretánicos obtenidos en los ensayos preliminares con mejores características, y mayor proyección tecnológica, fueron poliuretanos espumados mejor conocidos como espumas de poliuretano.

Durante la etapa exploratoria, se realizaron diferentes ensayos para la reacción del isocianato con el ácido láctico comercial, además de la reacción de este con mezclas de ácido láctico y glicoles como: etilenglicol, propilenglicol, y hexilenglicol, como posibles sustituyentes del poliol utilizado en la fabricación de poliuretanos. (Ver anexo A).

### **2.1 GENERALIDADES**

Los reactivos utilizados para la síntesis y formulación de las espumas son de tipo comercial y de fácil adquisición:

- Polioliopoliéter (Voranol). Fabricado por Dow Chemical Cartagena.
- Toluendiisocianato (TDI). Fabricado por Dow Chemical Cartagena.
- Octoato de Estaño. Comercializado por Witco Bogotá.
- Amina DDE. Comercializada por Witco Bogotá.
- Silicona 8103. Comercializada por Witco Bogotá.
- Ácido láctico al 85%. Lote: 455-03. Comercializado por Laboratorios León
- Oxido de calcio (cal viva de uso en construcción)
- Carburo de calcio, carbonato de magnesio e hidróxido de aluminio grado comercial.

Los equipos utilizados pertenecen a la escuela de Química, al laboratorio de operaciones unitarias de Ingeniería Química, al CEIAM (Centro de Estudios e investigaciones ambientales) y al CINBIN (Centro de innovación en biotecnología industrial). Estos equipos son:

- Viscosímetro modelo Brookfield LVDV-II. No. serial ERT 59432
- Juego de Tamices Wstyler Incorporated, modelo RX-24.
- Estufa marca Binder ED53-UL #00-05510
- Mufla marca Terrígeno modelo L8 serie 1498
- Plancha de agitación magnética marca Heidolph tipo MR 3001
- Espectrofotómetro de infrarrojo, Bruker optik GMBH modelo Tensor 27.
- Fusiómetro marca Fisher Scientific.
- Resiliómetro marca Shore, modelo SR-1 No. 107
- Durómetro Shore 40443-A
- Balanza digital marca Precisa CH-Dietikon, modelo XB620C, #50293 tip320-9407-003/n y balanza analítica marca Ainsworth, tipo24N serial 56870,
- Péndulo de impacto para la prueba de Izod.
- Calibrador Somet Inox.
- Microscopio marca Karl ZEISS, modelo Axiostar pluss.
- Estereoscopio ZEISS tipo Steermi 2000C
- Material de vidrio graduado, aforado y frascos.

## 2.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS REACTIVOS

### 2.2.1 Caracterización del Ácido láctico

- **Cenizas.** Residuo inorgánico que queda luego de pirolizar muestras orgánicas en una mufla a temperaturas superiores a 500<sup>0</sup>C.

**Procedimiento.** Esta prueba se realizó para determinar el contenido mineral presente en el ácido láctico comercial al 85%. Para esto, se pesaron 10 g de ácido láctico en la balanza analítica marca Ainsworth, tipo 24N. La muestra se llevó a un crisol de porcelana limpio, seco y previamente pesado, se calentó en la mufla marca Terrígeno modelo L8 desde temperatura ambiente (25°C) hasta una temperatura de 500°C hasta que el peso se mantuvo constante. Luego la muestra se enfrió en un desecador durante 20 min. y se pesó. Este procedimiento se realizó por triplicado<sup>[24]</sup>.

Los resultados correspondientes al porcentaje de cenizas (contenido mineral) para el ácido láctico comercial al 85% se encuentran en la tabla 3. Este porcentaje es debido a la presencia de carbonatos originados por trazas de ácidos inorgánicos, además de la materia orgánica presente en el ácido láctico correspondiente a las lactoproteínas (caseinatos de calcio).

**Tabla 3.** Porcentaje de cenizas para el ácido láctico comercial al 85%

<b>Ensayo</b>	<b>%Cenizas</b>
1	0,23
2	0,20
3	0,19
<b>Resultado</b>	0,21 ± 0,02

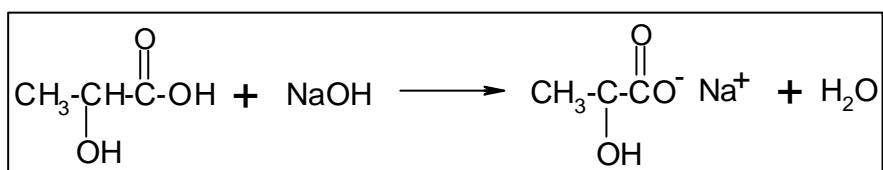
Fuente: autoras

En la literatura se reporta presencia de cenizas sulfúricas en el ácido láctico grado U.S.P. en un porcentaje  $\leq 0.1\%$ <sup>[25]</sup>. En comparación con el porcentaje reportado en la literatura, el valor calculado para las cenizas es algo mayor debido a que el ácido utilizado es de tipo comercial y por lo tanto posee mayor cantidad de impurezas.

### ➤ Titulación

**Procedimiento.** Mediante este proceso se midió el volumen de hidróxido de sodio 0.25N que reaccionó exactamente con 10 mL de ácido láctico diluido previamente al 17% v/v. El volumen de ácido medido se llevó a un erlenmeyer y se añadió el indicador (3 gotas de fenolftaleína). Luego se ubicó sobre la placa de agitación magnética y se adicionó lentamente desde una bureta. La solución de hidróxido de sodio 0.25N hasta que la solución del ácido láctico se tornó rosada. En este punto el ácido fue neutralizado por la base lo que nos indicó que se había llegado al punto de equivalencia. Este procedimiento se realizó por triplicado. El esquema que ilustra el proceso de titulación es el siguiente:

**Figura 21.** Esquema del proceso de titulación



Fuente: autoras

El objetivo de la titulación fue determinar la concentración real del ácido láctico. Los resultados están registrados en la tabla 4.

**Tabla 4.** Normalidad del ácido láctico comercial al 85%.

Ensayo	Volumen de NaOH [mL] 0.25N	Concentración del ácido [N]
1	22,5	11,25
2	22,5	11,25
3	22,5	11,25
<b>Resultado</b>		11,25

Fuente: autoras

➤ **Punto de ebullición.** Es una constante física, que sirve como criterio de pureza e identificación de las sustancias. Se dice que un líquido hierve cuando la presión de vapor contrarresta la presión que sufre; por lo tanto, el punto de ebullición de un líquido es igual a la presión atmosférica. En consecuencia, el punto de ebullición ha de considerarse como una propiedad física constante con referencia a una presión dada. El punto de ebullición es normal cuando se mide o establece a la presión normal, o sea de 760 mm Hg<sup>[26]</sup>.

**Procedimiento.** Se colocó 1 mL de ácido láctico al 85% dentro de un tubo de ensayo para punto de ebullición (pequeño), en el que se introdujo un tubo capilar por el extremo abierto (el otro extremo estaba sellado). El tubo de ensayo se sujetó al termómetro y el conjunto se colocó en un baño de aceite mineral en un tubo Thiele. Se calentó suavemente observándose la aparición paulatina de pequeñas burbujas en el seno del ácido láctico. Con el aumento de la temperatura se produjo el rosario de burbujas (rápidas y continuas), en este momento se suspendió el calentamiento, la temperatura empezó a descender, la velocidad de burbujeo disminuyó hasta su desaparición y el líquido trató de penetrar en el tubo capilar. En este momento se registró la temperatura del termómetro. Este procedimiento se realizó por triplicado.

El punto de ebullición se determinó a presión atmosférica de Bucaramanga (676 mm Hg); entonces, fue necesario efectuar la corrección por la ecuación de Sydney Young.

**Ecuación 1.** Ecuación Sydney Young para la corrección del punto de ebullición

$$\Delta T = K (760 - P) (273 + T_c)$$

Fuente: Manual de Orgánica II. Ediciones UIS

Donde:

$\Delta T$ : corrección que se hará sobre  $T_c$ .

$T_c$ : temperatura observada [°C].

P: Presión atmosférica actual, 676 [mm Hg].

K: 0.00010 constante para líquidos asociados.

Los resultados experimentales, las correcciones realizadas y el promedio se registran en la tabla 5.

**Tabla 5.** Punto de ebullición del ácido láctico a 676 mm Hg

Prueba	Punto de ebullición experimental [°C].	DT	Punto de ebullición corregido [°C].
1	119	3,2928	122,29
2	119	3,2928	122,29
3	118	3,2844	121,28
<b>Resultado</b>			121,95 ± 1,3445

Fuente: autoras

El punto de ebullición registrado en la literatura para el ácido láctico 85% es 122°C<sup>[25]</sup>.

➤ **Solubilidad.** La solubilidad de es la habilidad de una sustancia de formar una solución con otra sustancia<sup>[27]</sup>. El proceso de disolución de una sustancia no es un proceso simple, puesto que todos los líquidos y sólidos tienden a retener su composición e identidad física debido a las fuerzas que actúan sobre los iones o moléculas de la sustancia.

En consecuencia si una sustancia se disuelve en otra, las fuerzas homomoleculares de soluto y de solvente, serán menores que las heteromoleculares, por lo que la solución es energéticamente mas estable

que los constituyentes que la forman, y la interacción entre moléculas soluto-solvente, siempre será mas fuerte que las interacciones soluto-soluto o solvente-solvente dentro de la solución formada.

**Procedimiento.** Se tomaron 0.2 mL de ácido láctico y se adicionaron 3 mL del respectivo solvente. Esta prueba se realizó a una temperatura ambiente de 25°C y se utilizaron los siguientes solventes: agua, etanol 96%, acetona, éter de petróleo y cloroformo.

Los resultados correspondientes a la solubilidad del ácido láctico comercial al 85% se exponen en la tabla 6

**Tabla 6.** Datos de solubilidad para el ácido láctico a temperatura ambiente (26°C)

Solvente	Dato experimental	Dato reportado en la literatura <sup>[22]</sup>
Agua,	Soluble	Soluble
Etanol 96%	Soluble	Soluble
Acetona	Soluble	Soluble
Cloroformo.	Insoluble	Insoluble
Éter de petróleo	Insoluble	Insoluble

Fuente: autoras

De acuerdo con los datos obtenidos experimentalmente y los reportados en la literatura, expuestos en la tabla 6, se observa que el ácido láctico comercial al 85%, posee las mismas propiedades de solubilidad y por lo tanto presenta el mismo comportamiento frente a compuestos polares y apolares que el ácido láctico (D,L) puro.

La solubilidad del ácido láctico en agua, se explica por su disociación en la misma ( $pK_a = 3.79$  a 25°C) y por la formación de puentes de hidrógeno con

esta, mediante los grupos carboxilo y alcohol del ácido y los hidrógenos y el oxígeno del agua.

➤ **Densidad.** La densidad se define como la cantidad total de materia por unidad de espacio (o masa por unidad de volumen).

**Procedimiento.** Se pesó en la balanza analítica marca Ainsworth el picnómetro limpio, seco y previamente calibrado, luego se llenó con ácido láctico, se tapó y se pesó por segunda vez. Esta medida se realizó por triplicado. Los resultados de la densidad del ácido láctico se muestran en la tabla 7.

**Tabla 7.** Densidad del ácido láctico a 26°C

Medida	Densidad [g/mL]
1	1,33956
2	1,33997
3	1,33545
<b>Promedio</b>	1,33833 ± 0,00192

Fuente: autoras

➤ **Índice de refracción.** El índice de refracción de una sustancia es una propiedad intrínseca como lo es el punto de ebullición, y se define como la relación entre la velocidad de la luz en el vacío, y la velocidad de la luz a través de la muestra. La velocidad de la luz en un medio viene determinada por la interacción de las ondas luminosas con los electrones de los orbitales enlazantes y no enlazantes de la sustancia; por consiguiente la velocidad de la luz a través del medio estará relacionada con la estructura de la molécula y en particular con la clase de grupos funcionales que contenga <sup>[26]</sup>.

El índice de refracción se determinó en el refractómetro Fisher a 26°C, el cual el cual posee un condensador especial, de tal manera que los valores observado corresponden a los de la longitud de onda de la línea D del sodio y se utilizó como fuente luminosa luz blanca.

**Procedimiento.** Entre los dos prismas del refractómetro Fisher se colocó una gota de ácido láctico, se cerró, se ajustaron los dos campos en el punto de cruce y se tomó la lectura hasta la cuarta cifra decimal presionando el control del costado izquierdo del refractómetro Fisher y se registró seguidamente la temperatura. Esta medida se realizó por triplicado.

El índice de refracción para el ácido láctico al 85%, determinado en el refractómetro Fisher a 26°C es:

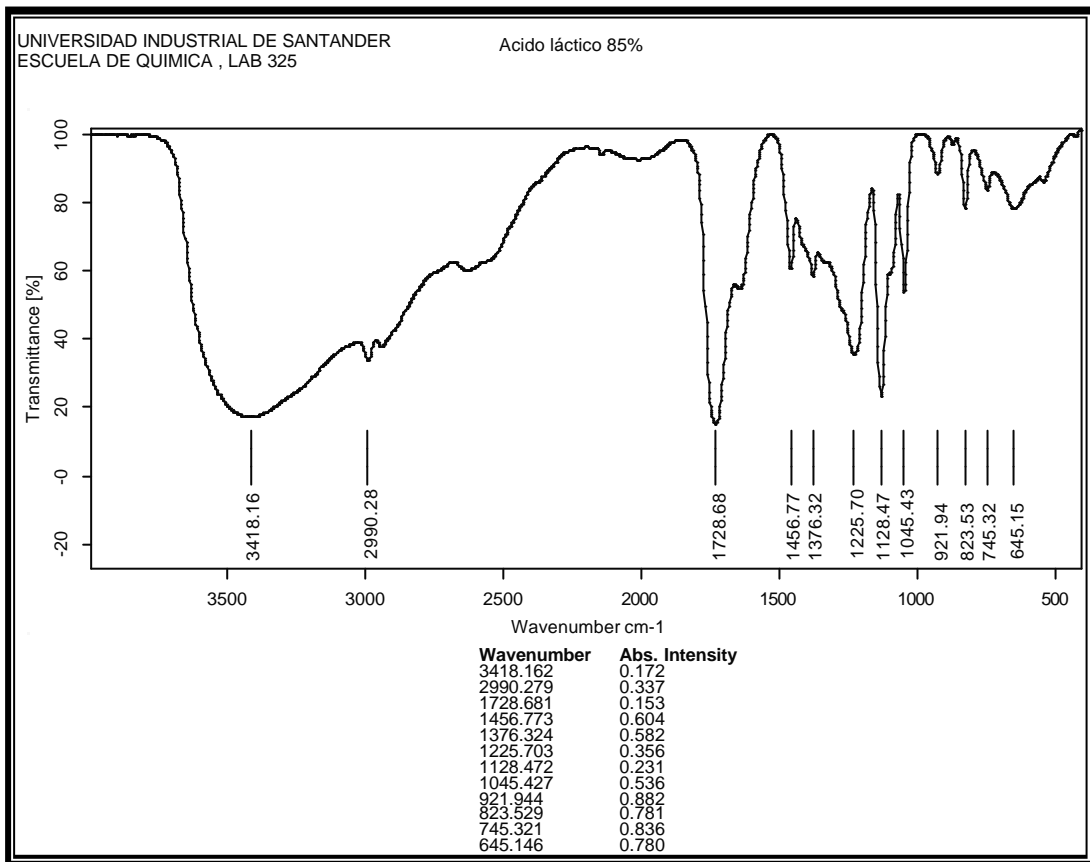
$$n_D^{26} = 1.4225 \pm 0.002$$

➤ **Espectroscopía infrarroja**<sup>[28]</sup>. El análisis de espectroscopía infrarroja del ácido láctico se realizó en el espectrofotómetro Bruker optik GMBH modelo Tensor 27. La técnica usada para el tratamiento de muestras líquidas consistió en la elaboración de películas muy delgadas que tengan un camino óptico lo suficientemente corto como para producir espectros ópticos satisfactorios. Se colocó una gota del ácido láctico entre dos placas de sal de gema, se presionaron y se colocaron en la trayectoria del haz.

En la figura 22, se observa el espectro infrarrojo correspondiente al ácido láctico en donde se observa la vibración de tensión del O-H del ácido monómero absorbe en 3418,16 cm<sup>-1</sup>. La forma dímera, sin embargo, muestra una banda ancha de tensión en 2990,28 cm<sup>-1</sup>. Normalmente esta banda solapa la región de tensión del C-H y es típica de los ácidos carboxílicos.

También se observa la frecuencia del carbonilo de la forma dímera en  $1728,68\text{ cm}^{-1}$ . Además de estas dos absorciones, que se asignan al grupo carboxílico, se presenta una banda ancha en  $921,94\text{ cm}^{-1}$  debida a la flexión fuera del plano del OH del dímero, que confirma la estructura del ácido.

**Figura 22.** Espectro infrarrojo del ácido láctico comercial al 85%



Fuente: autoras

En la tabla 8 se resume la asignación de las bandas más representativas para el ácido.

**Tabla 8.** Principales asignaciones de las bandas espectrales para el espectro de infrarrojo del ácido láctico comercial al 85%

Frecuencia [ $\text{cm}^{-1}$ ]	Asignación
3418,16 2990,28	Tensión del O-H
1728,68	Tensión C=O
1456,77 1376,32 921,94 645,15	Flexión -H fuera del plano
1225,70	Flexión -OH
1128,47	Tensión C-O-H

Fuente: autoras

**2.2.2 Caracterización del Polioli.** Esta caracterización permite determinar el número de grupos -OH en el polioli que pueden potencialmente reaccionar con el TDI en la formación de los poliuretanos.

➤ **Cuantificación de hidroxilos.** La cuantificación del número de hidroxilos, se realizó por el método de acetilación con anhídrido acético siguiendo los lineamientos de la norma ASTM D4274-88<sup>[29]</sup>. En este método la muestra es acetilada con una solución de anhídrido acético y piridina en un bial a 100°C. El exceso de reactivo es hidrolizado con agua y el ácido acético es titulado con una solución de hidróxido de sodio 8N.

En un recipiente pyrex de 50 mL, se colocaron 0.1 g de polioli, 30 mL de piridina y 10 mL de anhídrido acético, se tapó, se depositó dentro de un tubo

galvanizado cerrado herméticamente con tapas de rosca y se llevó a la estufa a 100<sup>o</sup>C durante 4 horas. Al cabo de este tiempo se enfrió, se abrió cuidadosamente el tubo galvanizado y posteriormente el bial, el contenido de este último se transfirió a un erlenmeyer y se enjuagó con 25 mL de agua destilada. Inmediatamente se adicionó el indicador (3 gotas de fenolftaleína) y se tituló con una solución de hidróxido de sodio 8N hasta que la solución viró a color rosado y este permaneció por 15 segundos.

En la tabla 9 se registra el volumen de hidróxido de sodio 8N gastado en la titulación del anhídrido residual hidrolizado. Esta prueba se realizó por triplicado.

**Tabla 9.** Datos experimentales de cuantificación de hidroxilos en el poliol

Muestra	Volumen NaOH [mL] 8N	N° hidroxilos
1	14.9	44.88
2	14.9	44.88
Blanco	15	-

Fuente: autoras

El volumen de hidróxido de sodio requerido para la titulación es directamente proporcional al anhídrido acético residual hidrolizado e inversamente proporcional a los OH presentes en el poliol. El cálculo del número de hidroxilos se realizó mediante la siguiente ecuación:

**Ecuación 2.** Ecuación para el cálculo del número de hidroxilos

$$\text{Número de hidroxilos} = [(B - A) N \times 56.1] / W$$

Fuente: Norma ASTM D4274-88

Donde:

A = NaOH requerido para la titulación de la muestra, [mL].

B = NaOH requerido para la titulación del blanco, [mL].

N = normalidad del NaOH

W = peso de la muestra

➤ **Viscosidad.** Esta prueba se llevó a cabo en el viscosímetro Brookfield LVDV-II, en donde se determinó la viscosidad del polirol utilizado en la síntesis de todas las espumas. La temperatura a la cual se midió la viscosidad fue 24.4°C, a 20 r.p.m con la aguja B (36.4 mm).

La viscosidad del polirol medida en el laboratorio a 26°C fue: 322.4 cP.

➤ **Índice de refracción.** El índice de refracción se determinó en el refractómetro Fisher a 26°C, utilizando el procedimiento descrito anteriormente para el ácido láctico. Esta medida se realizó por triplicado, dando como resultado:

$$n_D^{26} = 1.585 \pm 0.001$$

➤ **Densidad**

**Procedimiento.** Se pesó en la balanza analítica marca Ainsworth el picnómetro de 5 mL limpio, seco y previamente calibrado, luego se llenó con el polirol, se tapó y se pesó nuevamente. Este análisis se realizó por triplicado.

**Tabla 10.** Densidad del polirol a 26°C

Medida	Densidad [g/mL]
1	1,02485
2	1,02306
3	1,02312
<b>Resultado</b>	1,02368 ± 0.00078

Fuente: autoras

## 2.3 SÍNTESIS Y FORMULACIÓN DE LAS ESPUMAS DE POLIURETANO

Esta sección contiene la información correspondiente al método utilizado en la síntesis y formulación de las espumas de poliuretano; además de sus respectivos resultados.

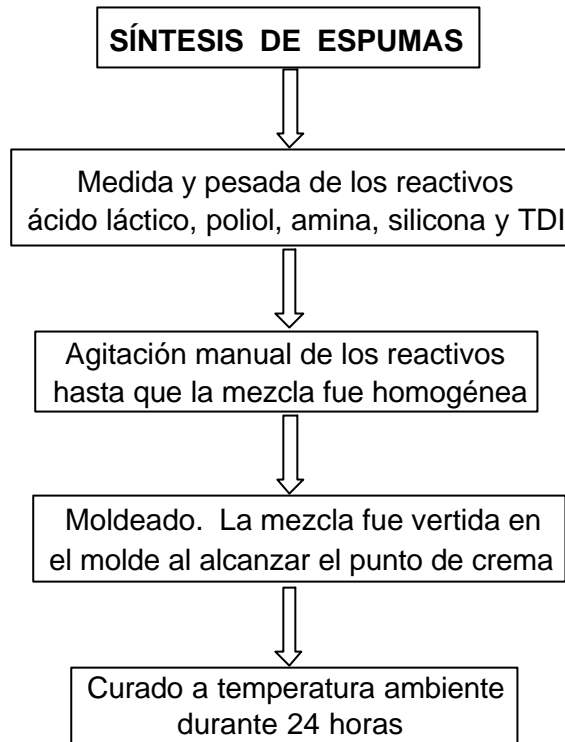
Es importante resaltar que las condiciones de trabajo, el reactor, el método de mezclado, el molde y el material desmoldante, utilizados en esta investigación, son el producto de múltiples ensayos realizados con anterioridad.

El método escogido e implementado en la producción de las espumas de poliuretano fue el “one-shot” o de un paso, que es el método recomendado a escala de laboratorio como una vía económica de análisis de nuevas formulaciones de espumas de poliuretano<sup>[14]</sup>.

Luego de escogido el método, se sintetizó a escala de laboratorio una espuma siguiendo los lineamientos establecidos en la formulación comercial<sup>[14]</sup>, sin incorporar ácido láctico. Posteriormente se inició la incorporación del ácido láctico como sustituyente del polioliol en la formulación comercial tomada como base (ver anexo B). La metodología utilizada en la investigación para la preparación de todas las espumas de poliuretano se resume en la figura 23.

**NOTA:** todos los procedimientos presentados en este capítulo se realizaron a 26°C, 676 mm Hg, en una cabina de extracción para evitar respirar vapores tóxicos y utilizando los implementos de seguridad necesarios.

**Figura 23.** Metodología utilizada en la síntesis de las espumas.



Fuente: autoras

**2.3.1 Síntesis de las espumas de poliuretano.** En la síntesis de espumas de poliuretano se tomaron 6 gramos, como las 100 partes de polioliol correspondientes a la formulación comercial. Esta formulación se llamó formulación experimental (ver anexo B, tabla B1) y fue tomada como base para la posterior incorporación del ácido láctico (ver Anexo B, tabla B2).

➤ **Mezcla de reactivos.** La mezcla y reacción se llevó a cabo en un reactor de polipropileno de 25 mL en donde se adicionaron los reactivos previamente pesados: el ácido láctico, el polioliol, la amina, la silicona y el TDI (ver anexo B, tabla B1). El catalizador organometálico (octoato de estaño) se descartó en los ensayos preliminares debido a que producía el colapso de las espumas. La mezcla se agitó suavemente, se percibió un aumento de la temperatura debido a la reacción exotérmica que se efectuó, además, se

observó el aumento de la viscosidad y la pérdida de transparencia de la mezcla, evidenciada esta última por una apariencia cremosa. Esto implicó la formación de la espuma de poliuretano.

➤ **Moldeado.** Cuando la mezcla alcanzó el punto de crema, fue vertida en un molde de madera en donde se llevó a cabo la polimerización. El molde fue recubierto con polietileno para evitar que la espuma se pegue a las paredes del mismo. Se escogió el polietileno como desmoldante debido a las múltiples ventajas que ofrece:

- Es un desmoldante inerte que no reacciona con la espuma aportándole cargas indeseables; lo que sucedía con la cera para pisos, vaselina y parafina, utilizados en las pruebas preliminares.
- Es económico, reutilizable y de fácil consecución.
- Permite obtener un acabado uniforme en las paredes de las espumas.
- Evita la limpieza del molde.

El tiempo de polimerización o tiempo de gelado fue establecido preliminarmente introduciendo una espátula dentro de la espuma formada (de 2 a 4 cm) cada 2 horas durante 12 horas, tiempo en el cual se percibió resistencia y la piel exterior de la espuma no se adhirió a los dedos al tocarla suavemente, lo que indicó que la espuma había gelado.

➤ **Curado.** Los moldes se llevaron a la cámara de curado donde permanecieron en reposo a temperatura constante (25<sup>0</sup>C durante 12 horas) con lo que se aseguró la gelación y reacción total de polimerización.

**Resultados.** En la tabla 11, se registran los porcentajes de ácido láctico incorporados y las observaciones realizadas a cada una de las espumas.

Como resultado de estos ensayos se observó la posibilidad de sustituir en un 30% el polioli comercial y obtener una espuma de poliuretano con muy

buenas características físicas, razón por la cual, fue tomada como base para la formulación.

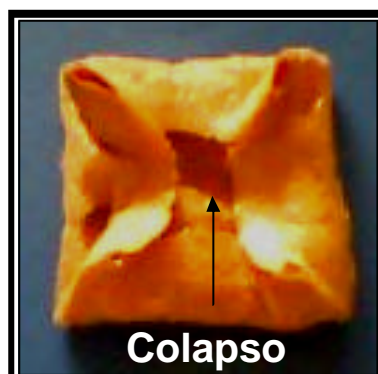
**Tabla 11.** Porcentaje de sustitución del ácido láctico en las espumas

No.	Porcentaje de sustitución	Observaciones
1	20%	Celda abierta, homogénea, presenta buena consistencia y resiliencia al tacto.
2	30%	Celda abierta, homogénea, presenta buena consistencia y resiliencia al tacto.
3	40%	Celda abierta, homogénea, baja consistencia, posee poca resiliencia al tacto.
4	50%	Celda cerrada, homogénea, se deshace, no posee resiliencia al tacto
5	60%	Espuma muerta, frágil, celda cerrada, no posee resiliencia al tacto.
6	70%	Espuma muerta, frágil, celda cerrada, no posee resiliencia al tacto.

Fuente: autoras

Es importante recordar que en las pruebas preliminares se eliminó el uso del catalizador organometálico pues producía el colapso de las espumas al incorporar el ácido láctico como se ilustra en la fotografía 1. Además el proceso de espumado transcurrió sin la presencia del catalizador octoato de estaño.

**Fotografía 1.** Efecto del estaño



Fuente: autoras

Para mantener el volumen de la espuma, la evolución del gas propelente ( $\text{CO}_2$ ) producido químicamente por la reacción isocianato – agua y el crecimiento del polímero deben ir a la par, para que el gas sea atrapado eficientemente y el polímero tenga una adecuada fortaleza al final de la evolución de este gas. Al adicionar el octoato de estaño la reacción isocianato-hidroxiolo se llevó a cabo de una manera muy rápida lo que impidió que el gas propelente fuera atrapado y que la espuma se sostenga por si misma.

Además de este inconveniente, el octoato de estaño presenta otras desventajas como su permanencia en la espuma y la posibilidad de sufrir algunos cambios químicos con el tiempo (oxidación de estanoso a estánico), lo que promueve una degradación oxidativa de la misma, sumado al problema ambiental que representa la presencia de metal pesado en las espumas debido a que no es biodegradable. Es por esto, que se optó por trabajar solo con la amina como único catalizador, pues promueve tanto la reacción del agua, como la reacción de los hidroxilos con el isocianato.

**2.3.2 Formulación de las espumas de poliuretano.** Para conocer el efecto que tiene cada uno de los reactivos en la formación de las espumas, se realizaron tres series de experimentos, cada una de las cuales constó de seis ensayos, con sus respectivos duplicados, obteniéndose un total de 36 experimentos, donde se varió la cantidad de cada uno de los reactivos por separado en cada serie de experimentos. Todo esto se realizó con el fin de fijar la formulación más adecuada, con la cual se trabajó durante toda la investigación. Las cantidades de partida de los reactivos, corresponden a las del 30% de ácido láctico como sustituyente parcial del polioli. (Ver anexo B, tabla B2).

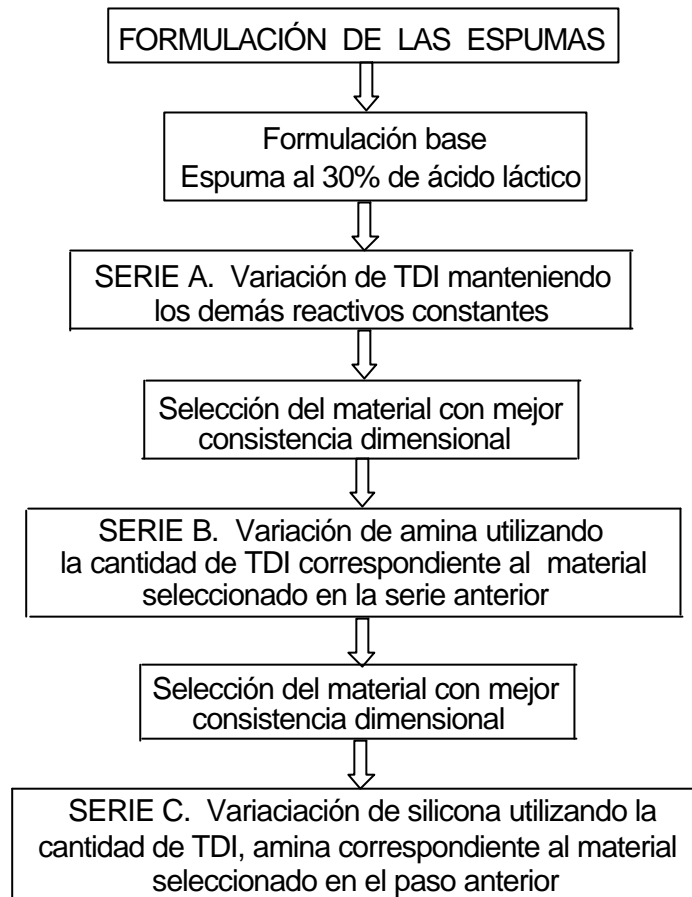
La formulación correspondiente a la espuma que presentó las mejores características estructurales (consistencia dimensional, conformación de las celdas y homogeneidad) en cada una de las series, fue escogida como la formulación base para la siguiente serie.

En la figura 24 se presenta un diagrama de flujo donde se ilustran las cuatro series de experimentos llevadas a cabo en la producción de las espumas de poliuretano. En la serie A se investigó el efecto del TDI sobre la apariencia física de la espuma, la variación del TDI se efectuó en un intervalo de 1.5 – 2.7g. Posteriormente, manteniendo constante la cantidad de TDI con la que se obtuvo la mejor espuma, en la serie B se investigó el efecto de la amina en un intervalo de 0 – 0.12 g y seleccionándose la espuma con las mejores características, se procedió a evaluar en la serie C el efecto de la silicona en un intervalo de 0 – 0.12g.

En la formulación realizada no se evaluó el efecto del agua sobre las características de las espumas, dado que la cantidad de esta se mantuvo constante: el 15% de agua presente en el ácido láctico.

Por último en la formulación establecida se incorporó el ácido láctico como sustituto parcial del polioli en los siguientes porcentajes: 30%, 40%, 50%, 60% y 70%. Esto se realizó por duplicado.

**Figura 24.** Proceso de formulación de las espumas de poliuretano



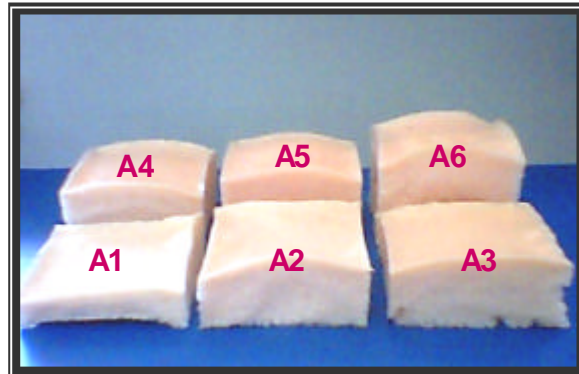
Fuente: autoras

**Resultados.** Los efectos de cada uno de los reactivos (TDI, amina, silicona) sobre la apariencia física y la densidad de las espumas se comentan a continuación:

En la serie A, en donde se evalúa el efecto de TDI, se observa que para las formulaciones A1, A2 y A3 correspondientes al 30%, 35% y 40% de TDI, las espumas son untuosas, además no poseen resiliencia al tacto, mientras que las formulaciones A4, A5 y A6 con porcentajes 50%, 60%, y 70% respectivamente, evidencian que a medida que aumenta la cantidad de TDI

adicionada, se obtiene una mejor consistencia dimensional, celdas homogéneas y resiliencia al tacto.

**Fotografía 2.** Efecto del TDI



Fuente: autoras

En la serie B, donde se investigó el efecto de la amina, se observa que el proceso de espumación en B1 (0 g amina) es demasiado lento en comparación con los demás ensayos B2 a B6 (0.016g - 0.12g), aunque al final todas las espumas presentan un crecimiento similar como se observa en la fotografía 3.

**Fotografía 3.** Efecto de la amina

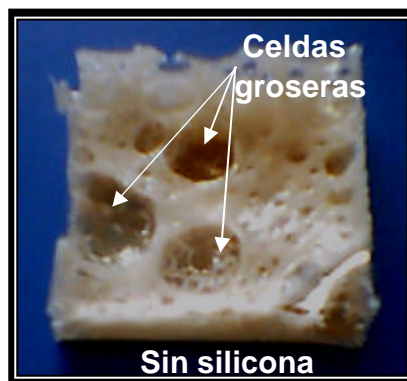


Fuente: autoras

En cuanto a las características físicas, los ensayos B1 y B2 poseen celdas homogéneas pero no presentan buena consistencia al tacto, mientras que los ensayos B3, B4, B5 y B6 presentan buenas características estructurales por lo que se decide trabajar con la menor cantidad de amina posible, en este caso la prueba B3.

En la serie C, donde se varió la cantidad de silicona (surfactante), se observa que en ausencia de silicona, la mezcla espuma y colapsa inmediatamente con formación de celdas de gran tamaño denominadas celdas groseras, tal como se observa en la fotografía 4.

**Fotografía 4.** Espuma sin silicona

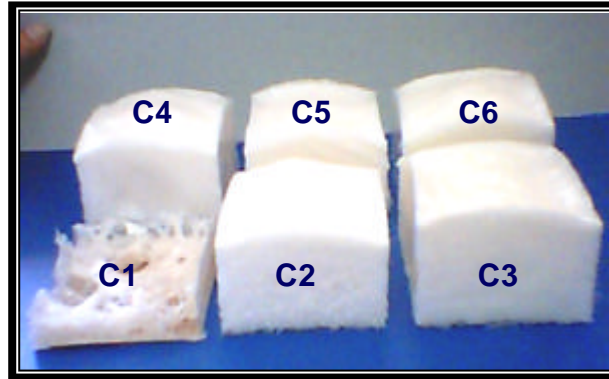


Fuente: autoras

De lo anterior se puede concluir que se requiere la presencia de una cantidad mínima de silicona específica para cada formulación de espumas. Para cantidades menores de este nivel mínimo, se producen las celdas groseras que se parten ocasionando el colapso de la espuma.

Para los ensayos C4, C5 y C6 en donde se realizaron pequeños incrementos en la cantidad de silicona, se observa un efecto mínimo en las características físicas, como en la consistencia y la elevación de las espumas.

**Fotografía 5.** Efecto de la silicona



Fuente: autoras

Con cantidades más altas de silicona se obtuvieron las espumas más firmes correspondientes a C5 y C6. La diferencia entre la firmeza de estas dos espumas es mínima, por lo que se escogió C5, debido a que se obtienen las mismas propiedades con una menor cantidad de reactivo, lo que favorece la economía del proceso.

Como resultado de los anteriores ensayos, la formulación obtenida experimentalmente fue:

**Tabla 12.** Formulación obtenida experimentalmente

<b>Reactivo</b>	<b>Formulación experimental</b>
Poliol	6 g
Surfactante de silicona	0.09 g
Catalizador de amina	0.03 g
TDI	2.5 g

Fuente: autoras

Por último, en la formulación establecida para el TDI, la amina y la silicona (tabla 12), se incorporó el ácido láctico como sustituyente parcial del polioliol, en los siguientes porcentajes: 20%, 30%, 40%, 50%, 60% y 70% (ver anexo C, tabla C4). Se observa disminución de la fragilidad y altura de espumación, además del aumento en la firmeza de las espumas, en comparación con las primeras espumas sintetizadas (Ver anexo B, tabla B2).

**Fotografía 6.** Incorporación del ácido láctico.



Fuente: autoras

## 2.4 OBTENCIÓN DE DERIVADOS DEL ÁCIDO LÁCTICO

La síntesis de estos derivados se realizó con el fin de hacer un derivado polihidroxiado a partir del ácido, disminuir el contenido de agua presente en el mismo y así mejorar las características fisicoquímicas y fisicomecánicas del producto final (poliuretanos espumados). El método que se utilizó para preparar estos derivados fue implementado por las autoras en el laboratorio.

Se seleccionaron el carburo de calcio, el óxido de calcio, el carbonato de magnesio y el hidróxido de aluminio, para modificar el ácido láctico. En cada caso se obtuvo el lactato correspondiente. En las pruebas preliminares se

varió la relación inicial (%p/p) de cada uno de los reactivos con el ácido láctico y se determinaron las relaciones más adecuadas.

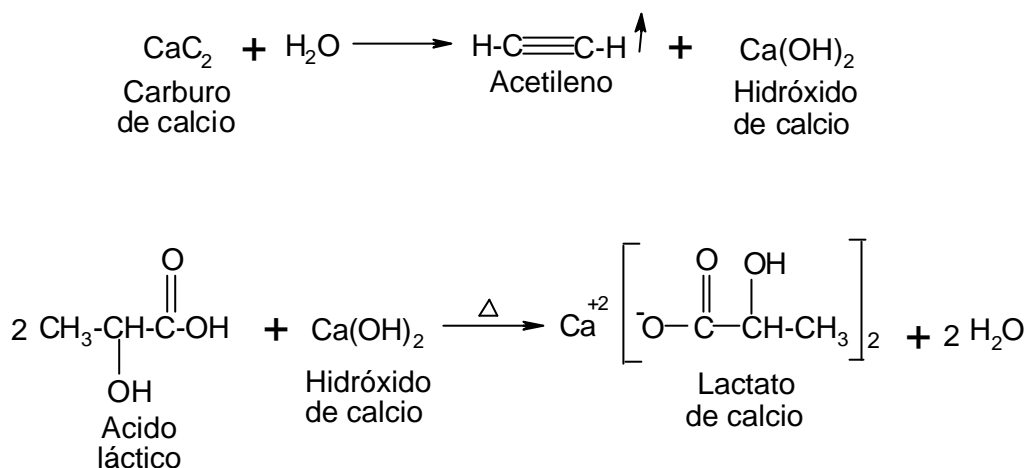
**2.4.1 Obtención de lactato de calcio a partir de carburo de calcio.** Se realizó la síntesis del lactato de calcio usando 10% y 30% p/p de carburo de calcio y el ácido láctico.

**Procedimiento.** Para la síntesis del lactato de calcio a partir de carburo de calcio y ácido láctico 10% p/p (LCC1), se procedió de la siguiente manera: en un vaso de precipitados de 500 mL, se pesaron 122 g de ácido láctico y se adicionaron 12,2 g de carburo de calcio, se agitó durante 5 minutos, se llevó a la estufa por dos horas a 60°C, se agitó ocasionalmente, después de transcurridas las dos horas se dejó a temperatura ambiente, se observó el cambio en la viscosidad y color.

En la segunda síntesis de lactato de calcio a partir de carburo de calcio y ácido láctico en una relación del 30% p/p (LCC2) se empleó el procedimiento descrito anteriormente; modificando las cantidades de los reactivos así: 150 g de ácido láctico y 45 g de carburo de calcio.

**Discusión.** En esta síntesis se observa que cuando se adiciona el carburo de calcio al ácido láctico, este reacciona con el agua presente en el ácido y produce acetileno, lo que se evidencia por el burbujeo abundante, y el olor aliaceo debido a las trazas de fosfina que se produce con dicho gas que sale a la atmósfera. Simultáneamente, el carburo de calcio genera hidróxido de calcio que reacciona con el ácido y produce lactato de calcio más agua, en una reacción exotérmica. El agua producida por la reacción ácido-base, nuevamente reacciona con el carburo, hasta que el proceso se detiene cuando todo el carburo se ha consumido. A continuación, en la figura 25 se ilustra esquema general de reacción.

**Figura 25.** Esquema general de la reacción con el carburo de calcio



Fuente: autoras

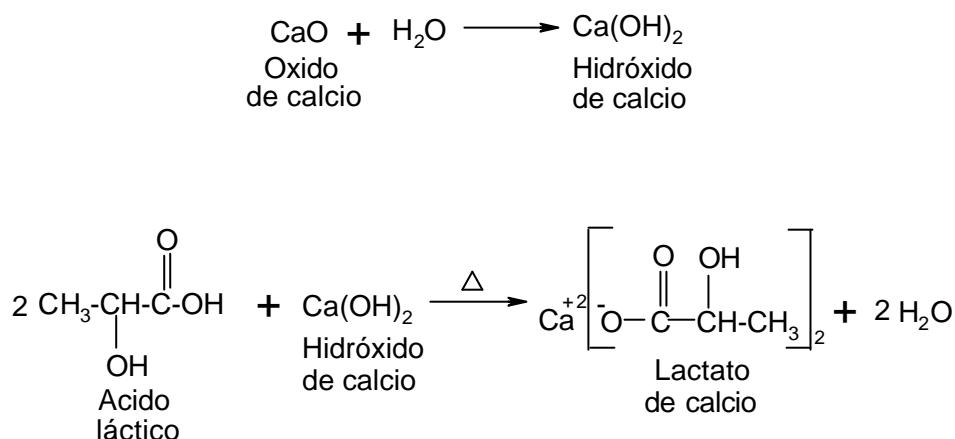
**2.4.2. Obtención de lactato de calcio a partir del óxido de calcio.** En la reacción del óxido de calcio con ácido láctico, los porcentajes en peso (%p/p) escogidos para esta síntesis fueron: 10% p/p y 20% p/p.

**Procedimiento.** El procedimiento fue el mismo que se utilizó, en la síntesis del lactato de calcio a partir de carburo de calcio y ácido láctico. Las cantidades utilizadas fueron: para la relación del 10% p/p (LCO1) se pesaron

120 g de ácido láctico y 12 g de cal viva; para la relación del 20% p/p (LCO2) se pesaron 195 g de ácido láctico y 39 g de cal viva.

**Discusión.** En la reacción con el óxido de calcio conocido comúnmente como cal viva, ocurre algo similar a la reacción con carburo de calcio, pero no hay desprendimiento de gases. La cal viva reacciona con el agua presente en el ácido láctico y produce hidróxido de calcio que reacciona con el ácido y produce el lactato de calcio y agua, en un proceso exotérmico. El esquema general de esta reacción se presenta en la figura 26.

**Figura 26.** Esquema general de la reacción con el óxido de calcio



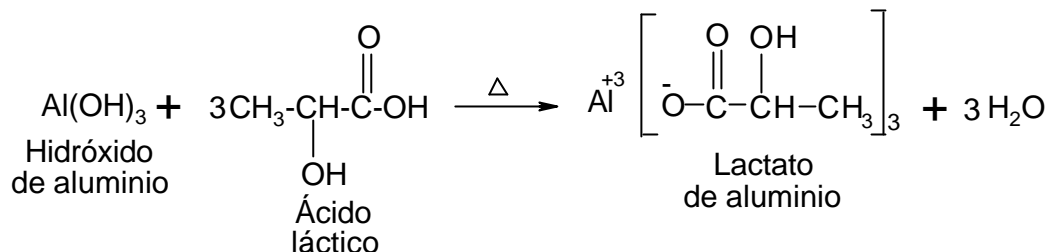
Fuente: autoras

**2.4.3. Obtención de lactato de magnesio a partir de carbonato de magnesio.** En esta síntesis los porcentajes en peso (%p/p) entre el carbonato de magnesio y el ácido láctico, escogidos fueron: 5% p/p y 10% p/p.

**Procedimiento.** El procedimiento seguido en esta síntesis fue el descrito anteriormente. Las cantidades de trabajo fueron: para la relación del 5% p/p



**Figura 28.** Esquema general de la reacción con el hidróxido de aluminio



Fuente: autoras

En la formación de las sales de calcio, magnesio y aluminio con el ácido láctico, se presume que todos los hidroxilos de las bases reaccionaron con ácido ya que este reactivo se encuentra en exceso. Este hecho fue corroborado por medio la medición del pH en los lactatos preparados, el cual fue ácido y vuelto a verificar por medio de una prueba con fenolftaleína, la cual no cambió de color, mostrando que en todos los lactatos utilizados, el ácido láctico esta en un ligero exceso, lo cual hace que ellos presenten entre otras propiedades además de un pH ácido, una consistencia cremosa y fluida al ser calentados, lo que favorece los procesos de mezclado durante la formulación.

En cuanto a los rendimientos en la producción de estos derivados, los cálculos realizados durante los procesos de síntesis, indican que están por encima del 80%, y son susceptibles de mejorarse si se emplean reactivos con calidad superior a los suministrados por el mercado.

#### 2.4.5. Caracterización de los lactatos

➤ **Propiedades físicas.** En la siguiente tabla 13 se resumen las características físicas de los lactatos sintetizados.

**Tabla 13.** Propiedades físicas de los lactatos

Lactato	Propiedades
LCC1	Sólido gris claro, poco consistente, grasoso y oloroso a fosfina residual en el carburo
LCC2	Sólido grisáceo ,más consistente, grasoso, oloroso
LCO1	Sólido, color marfil, grasoso, olor dulce
LCO2	Sólido, blanco, arenoso, olor dulce
LM1	Líquidos viscoso, amarillo muy claro, conserva el olor característico del ácido láctico
LM2	Líquidos viscoso, amarillo claro, conserva el olor característico del ácido láctico
LA	Gel, pardo oscuro, oloroso

Fuente: autoras

#### ➤ **Densidad**

Para los lactatos líquidos la densidad se determinó por el método descrito anteriormente para el poliol y el ácido láctico. Para los lactatos sólidos la densidad se determinó mediante el método de desplazamiento de volumen, utilizando un picnómetro de 5mL.

**Procedimiento.** En un picnómetro de 5 mL y utilizando como solvente el xileno, el cual es inerte frente a los lactatos, se realizó la medida de la densidad de lactatos sólidos así: primero se pesó el picnómetro limpio, seco y previamente calibrado, se adicionó al picnómetro una cantidad conocida del lactato y luego se agregó el solvente hasta la marca. El picnómetro con el lactato y el xileno se pesó y por medio de la ecuación presentada a continuación se determinó la densidad de estos lactatos. Las ecuaciones con que se trabajó para hallar la densidad de los lactatos se registran a continuación. Este procedimiento se realizó por triplicado.

**Ecuación 3.** Ecuación usada para calcular la densidad de los lactatos sólidos

$$Densidad = \frac{W_{muestra}}{V_{picnómetro} - \left(\frac{W_{xileno}}{G.E. xileno}\right)}$$

Fuente: autoras

**Ecuación 4.** Gravedad específica del xileno

$$G.E. xileno = \left(\frac{W_{picnómetro + xileno}}{W_{picnómetro + agua}}\right)$$

Fuente: autoras

Donde: G.E.: gravedad específica del xileno

**Resultados.** Los resultados de las densidades experimentales a 26°C de los lactatos en medio ácido se registran en la tabla 14.

**Tabla 14.** Densidades de los lactatos sintetizados a 26°C

Lactato	Densidad [g/MI]
Lactato de calcio 10% p/p (LCC1)	1,29679 ± 0,0017
Lactato de calcio 30% p/p (LCC2)	1,38894 ± 0,0018
Lactato de calcio 10% p/p (LCO1)	1,35769 ± 0,0019
Lactato de calcio 20% p/p (LCO2)	1,14602 ± 0,002
Lactato de magnesio 5% p/p (LM1)	1,36313 ± 0,0018
Lactato de magnesio 10% p/p (LM2)	1,38115 ± 0,0017
Lactato de aluminio (LA)	1,38012 ± 0,0001

Fuente: autoras

➤ **Índice de refracción.** El índice de refracción fue determinado en un refractómetro Fisher a 26°C. En la tabla 15 se registran estos valores obtenidos para los lactatos líquidos. La medida se realizó por triplicado.

**Tabla 15.** Índice de refracción de los lactatos a 26°C

Lactato	Índice de refracción
LM1	1,422 ± 0.002
LM2	1,432 ± 0.0019
LA	1,437 ± 0.0018

Fuente: autoras

➤ **Viscosidad.** Este parámetro se determinó en el viscosímetro modelo Brookfield LVDV-II. Los resultados y las condiciones utilizadas en la determinación de viscosidad de cada lactato se registran en la tabla 16. Los únicos lactatos que permitieron realizar esta medida, fueron el lactato de aluminio y el lactato de magnesio al 10%, los demás eran muy viscosos a la temperatura de medida y tenían muchos sólidos en suspensión.

**Tabla 16.** Datos de viscosidad de los lactatos líquidos

Lactato	Temperatura	r.p.m	Aguja	Viscosidad [cP]
Lactato de aluminio al 10% (LA)	23.9°C	20	D (20.4 mm)	1050
Lactato de magnesio al 10%(LM2) y Lactato de magnesio al 20%(LM2)	25.2°C	100	F (10.9mm )	>600*10 <sup>3</sup>

Fuente: autoras

➤ **Prueba de solubilidad.** Se tomaron 0.2 mL de los lactatos en estado líquido ó 0.1 g de lactato en estado sólido y se adicionó 3 mL del respectivo solvente. Esta prueba se realizó a una temperatura ambiente de 25° C. En la tabla 17 se reportan los resultados obtenidos.

**Tabla 17.** Solubilidad de los lactatos a temperatura ambiente de 25°C

Solventes	Lactatos						
	C <sub>2</sub> Ca 10%	C <sub>2</sub> Ca 30%	CaO 10%	CaO 20%	MgCO <sub>3</sub> 5%	MgCO <sub>3</sub> 10%	Al(OH) <sub>3</sub> 10%
Agua	S	S	S	S	S	S	S
Acetona	I	I	I	I	PS	PS	S
Etanol	S	S	S	I	PS	PS	S
2-propanol	I	I	I	I	I	I	I
Alcohol bencílico	I	I	I	I	I	I	S
n-pentano	I	I	I	I	I	I	I
Acido acético 41%	S	S	S	PS	S	S	S
Ácido clorhídrico 2N	S	S	S	PS	S	S	S
Ácido nítrico 65%	I	I	I	I	I	I	S
Benceno	I	I	I	I	I	I	I
Tolueno	I	I	I	I	I	I	I
Xileno	I	I	I	I	I	I	I

Fuente: autoras

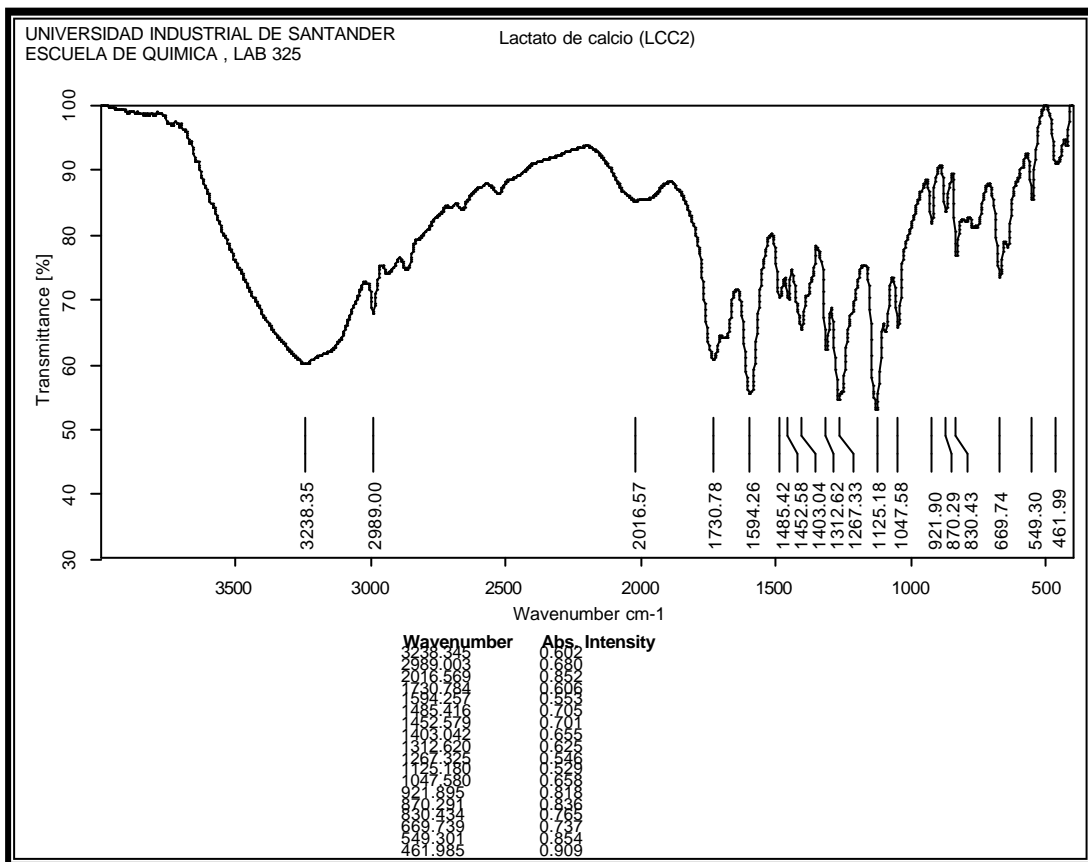
Donde: S: soluble, PS: Parcialmente soluble, I: Insoluble.

Es de esperar que los lactatos sintetizados posean afinidad por los solventes polares, debido a la existencia de grupos que poseen átomos de oxígeno que pueden formar puentes de hidrógeno, esto se observa con solventes como agua y etanol; por otra parte en solventes como benceno y n-pentano no se observa solubilidad alguna, debido a la incapacidad de dichos solventes para formar este tipo de interacciones. En cuanto a la interacción con los ácidos inorgánicos, se puede observar que es mínima, por lo que es de suponer que el polímero ejerce un efecto protector sobre los cationes metálicos evitando el ataque ácido que podría hacerlos salir de la espuma como sales.

➤ **Espectroscopía infrarroja.** El análisis de espectroscopía infrarroja se realizó en el espectrofotómetro Bruker optik GMBH modelo Tensor 27. La técnica usada para el tratamiento de las muestras líquidas fue la descrita anteriormente para el análisis del ácido láctico y se utilizó una placa de yoduro de cesio. Para las muestras sólidas, se pesó 1 mg de la muestra, se pulverizó en un mortero, se y se mezcló con 100 mg de KBr, posteriormente se realizó la pastilla.

A continuación se presentan los espectros de infrarrojo correspondientes a los lactatos obtenidos en el laboratorio. Al compararlos con el espectro obtenido para el ácido láctico (figura 22) se puede concluir que este último ha sido modificado.

**Figura 29.** Espectro de infrarrojo del lactato de calcio (LCC2)



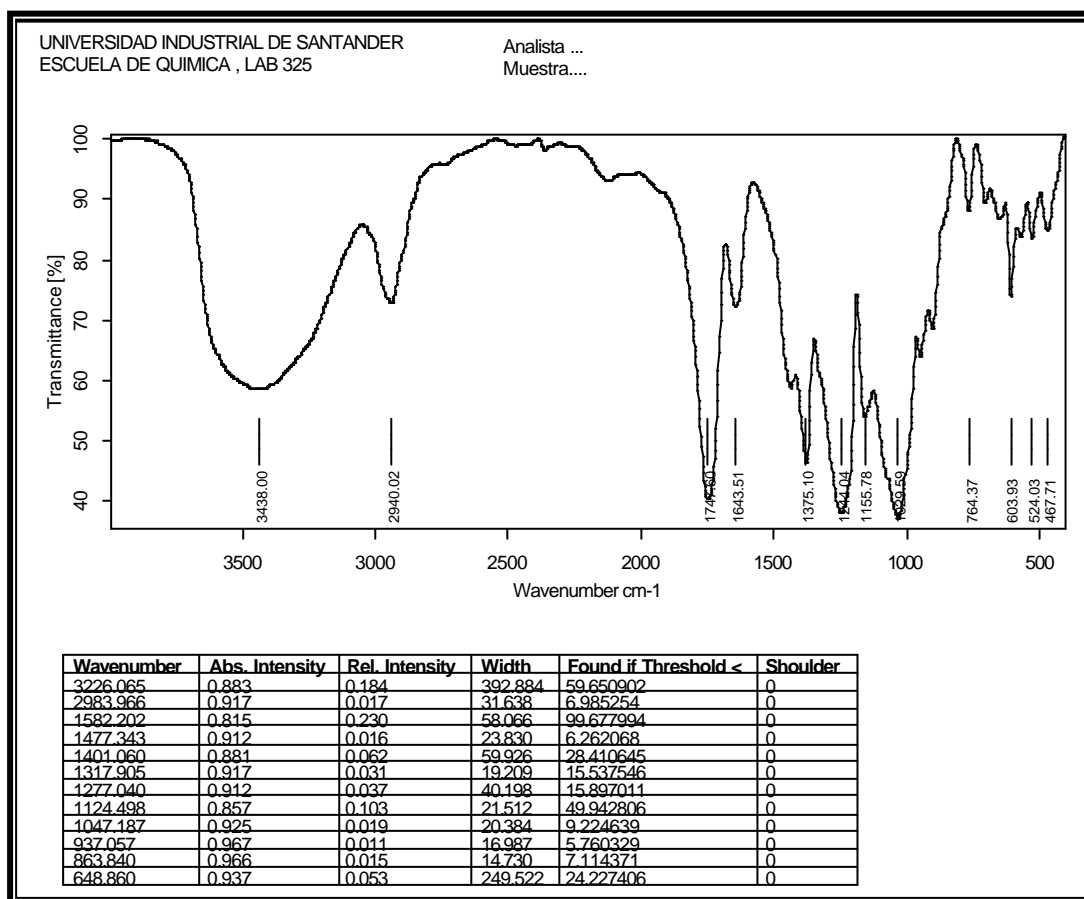
Fuente: autoras

**Tabla 18.** Principales asignaciones de las bandas espectrales para el espectro de infrarrojo del lactato de calcio (LCC1).

Frecuencia [cm <sup>-1</sup> ]	Asignación	Frecuencia [cm <sup>-1</sup> ]	Asignación
3238,35	Tensión del O-H	1403,04	Tensión simétrica del grupo CO <sub>2</sub>
2989,00	Interacción OH con otros grupos funcionales	1267,33	Flexión -OH
1730,78	Flexión -H fuera del plano	1125,18 1047,58	Tensión C-OH
1594,26	Tensión asimétrica del grupo CO <sub>2</sub>	-	-

Fuente: autoras

**Figura 30 .** Espectro de infrarrojo del lactato de calcio (LOC2)



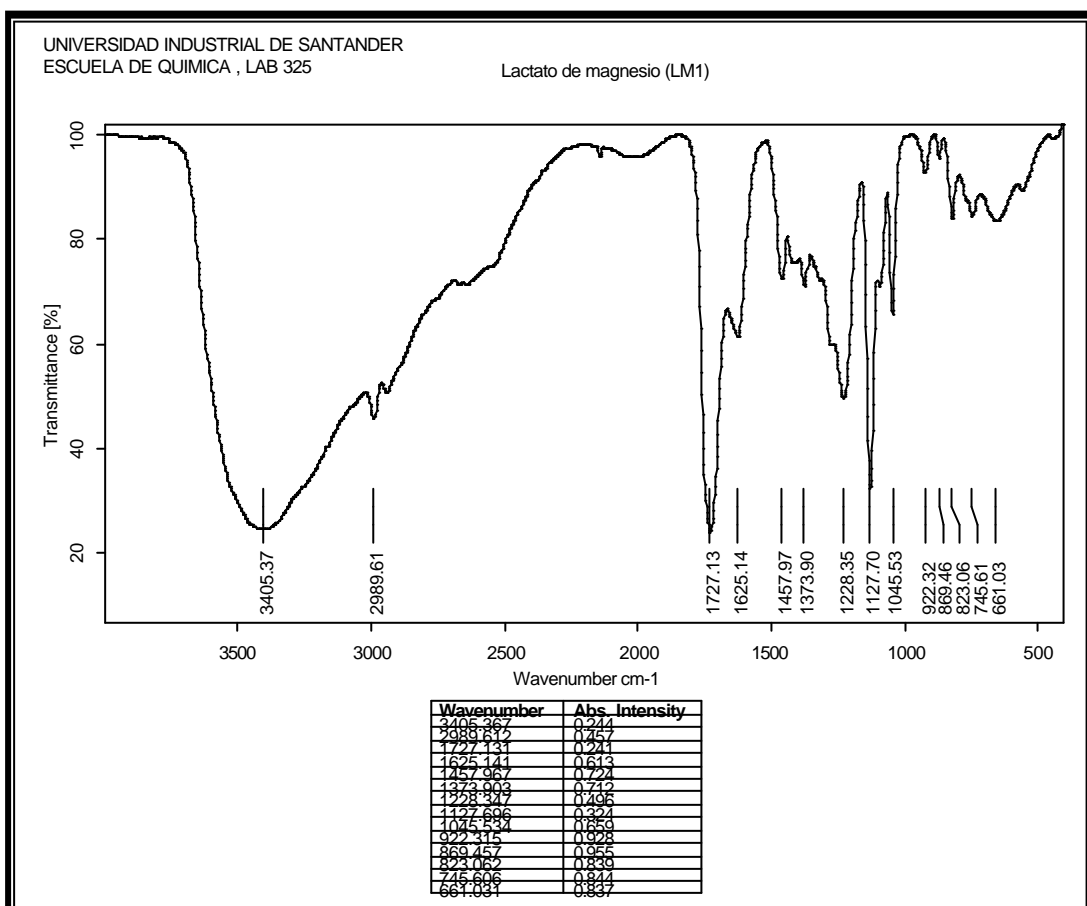
Fuente: autoras

**Tabla 19.** Principales asignaciones de las bandas espectrales para el espectro de infrarrojo del lactato de calcio (LOC2).

Frecuencia [cm <sup>-1</sup> ]	Asignación	Frecuencia [cm <sup>-1</sup> ]	Asignación
3438,00	Tensión del O-H	1375,10	Tensión simétrica del grupo CO <sub>2</sub>
2940,02	Interacción OH con otros grupos funcionales	1294,04	Flexión -OH
1747,60	Tensión C=O	1155,78	Tensión C-OH
1643,51	Tensión asimétrica del grupo CO <sub>2</sub>	-	-

Fuente: autoras

**Figura 31.** Espectro de infrarrojo del lactato de magnesio (LM1)



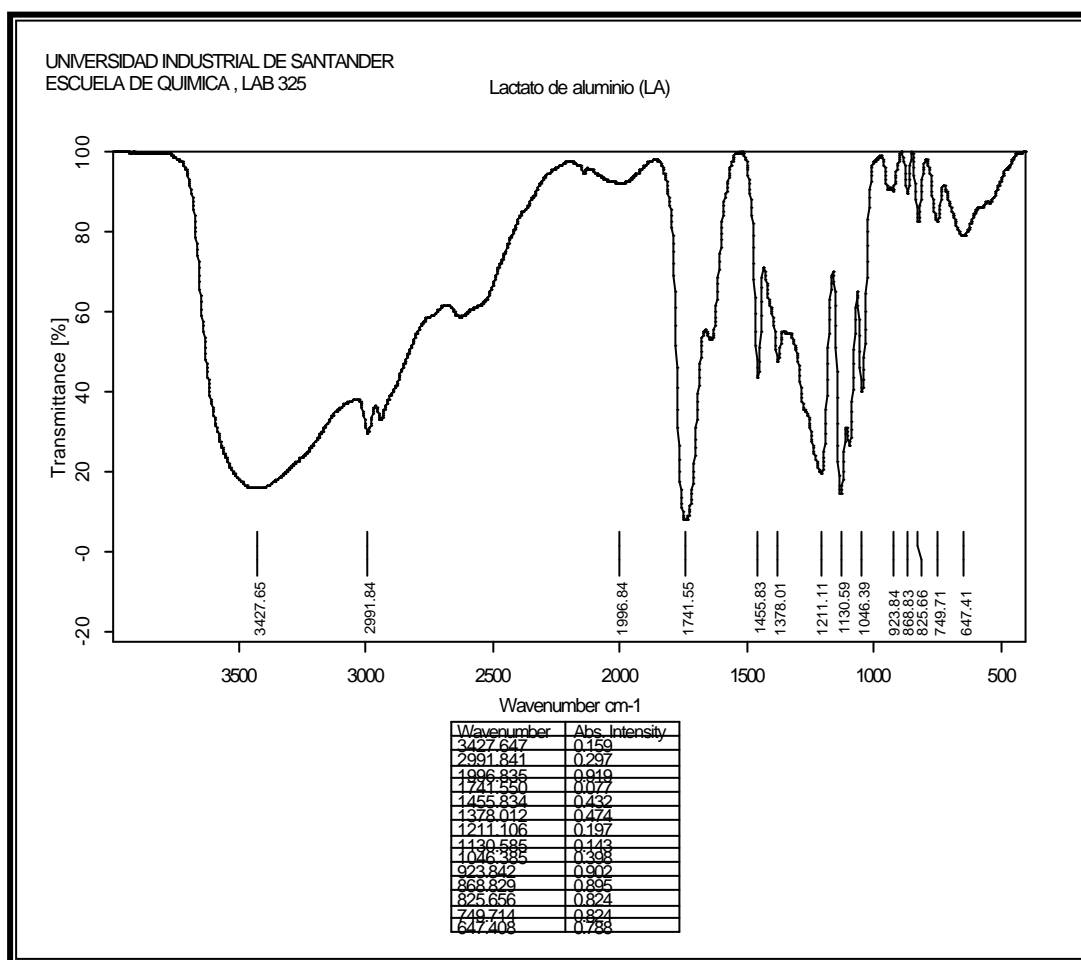
Fuente: autoras

**Tabla 20.** Principales asignaciones de las bandas espectrales para el espectro de infrarrojo del lactato de Magnesio (LM1).

Frecuencia [ $\text{cm}^{-1}$ ]	Asignación
3405,37	Tensión del O-H
2989,61	Interacción OH con otros grupos funcionales
1727,13	Tensión C=O
1457,97	Tensión simétrica del grupo $\text{CO}_2$
1228,35	Flexión -OH
1127,70	Tensión C-OH
1045,53	

Fuente: autoras

**Figura 32.** Espectro de infrarrojo del lactato de aluminio (LA)



Fuente: autoras

**Tabla 21.** Principales asignaciones de las bandas espectrales para el espectro de infrarrojo del lactato de aluminio (LA).

Frecuencia [cm <sup>-1</sup> ]	Asignación
3427,65	Tensión del O-H
2991,81	Interacción OH con otros grupos funcionales
1741,55	Tensión C=O
1455,83	Tensión simétrica del grupo CO <sub>2</sub>
1130,59	Tensión C-OH
1046,39	

Fuente: autoras

## 2.5. INCORPORACIÓN DE LOS LACTATOS EN LAS ESPUMAS DE POLIURETANO

Para realizar la incorporación de cada uno de los lactatos en las espumas, se tomó como base la formulación establecida experimentalmente (tabla 22).

**Tabla 22.** Formulación establecida experimentalmente

Reactivo	Gramos
TDI	2.5
Amina	0.03
silicona	0.09

Fuente: autoras

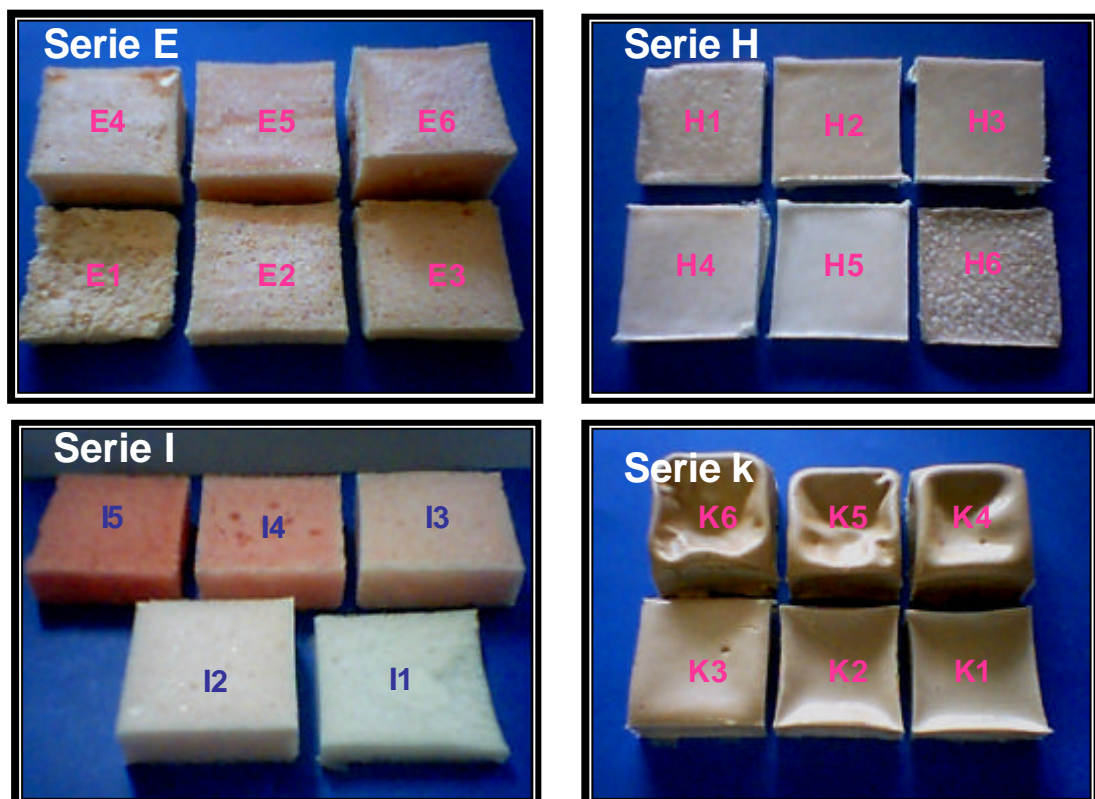
La cantidad de polioliol varió de acuerdo al porcentaje de lactato incorporado en cada formulación de las espumas. Los datos correspondientes a las formulaciones y las características físicas de las espumas sintetizadas con los lactatos se encuentran registrados en el anexo D.

En la formulación de espumas se han incorporado compuestos inorgánicos como: óxidos metálicos, sales metálicas, sulfatos metálicos, compuestos de

titanio, etc; pero hasta ahora no se han incorporado sales del ácido láctico como aditivo retardante de llama, ni como sustituto del polioliol utilizado en la formulación, de manera que este recurso debe ser explorado con mas profundidad dentro de la producción de poliuretanos, ya que el uso de compuestos tipo sal de ácido orgánico puede ser de mucha utilidad, dadas las ventajas que tiene el enlace iónico por su fortaleza, y las posibilidades que se multiplican al utilizar lactatos como carga activa y económica en la producción de dichos polímeros.

A continuación en la fotografía 7 se ilustra 1 fotografía de cada tipo de lactato incorporado a las espumas de poliuretano.

**Fotografía 7.** Series de los diferentes lactatos



Fuente:

autoras

### 3. CARACTERIZACIÓN DE LAS ESPUMAS DE POLIURETANO

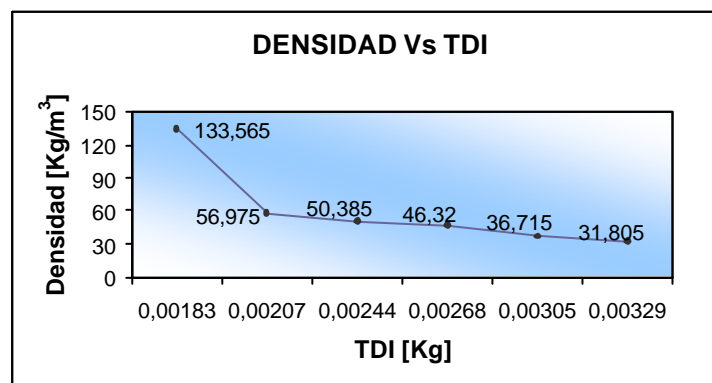
En el presente capítulo se evalúan algunas propiedades fisicoquímicas y fisicomecánicas en las espumas sintetizadas, con el fin de comparar estos valores con los valores obtenidos para las espumas comerciales. Las propiedades evaluadas fueron: densidad aparente, resiliencia, resistencia al impacto, absorción de agua, intervalo de descomposición, velocidad de llama y resistencia a los reactivos químicos.

#### 3.1 DENSIDAD

Se determinó la densidad aparente de las espumas sintetizadas según el test expuesto en la norma ASTM D3574-86<sup>[30]</sup>. Esta norma aplica para materiales celulares flexibles moldeados conocidos como espumas de poliuretano. Esta propiedad se determinó a todas las espumas sintetizadas, para evaluar el efecto de cada uno de los reactantes: TDI, amina, silicona, el ácido láctico y los lactatos incorporados en la formulación.

##### 3.1.1 Efecto del TDI

**Gráfica 1.** Efecto de la cantidad TDI sobre la densidad de la espuma

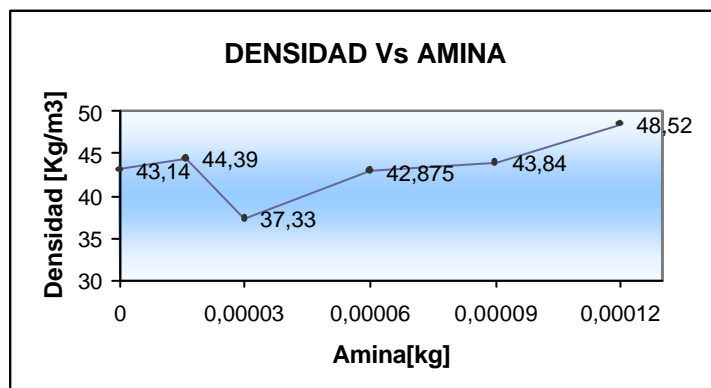


De acuerdo con la gráfica 1 se observa que la densidad disminuye con el aumento del TDI. Este comportamiento se debe a que a medida que aumenta la cantidad de TDI, reacciona mayor cantidad de polioliol y agua (presente en el ácido láctico). Lo anterior se traduce en un incremento de la producción de CO<sub>2</sub> obteniéndose un volumen total mayor, y la formación de una mayor cantidad de uniones uretano que atrapan el gas producido, lo que finalmente ocasiona la disminución de la densidad al aumentar el espumado.

A partir del segundo punto no se observa un efecto significativo del aumento en la cantidad del TDI sobre la densidad de las espumas, aunque continúa el comportamiento decreciente de la densidad; pero en menor proporción. Al relacionar este hecho con los datos para las características físicas de las espumas obtenidas, se aprecia que la espuma con mejor desempeño es la que tiene 2.5 gramos de TDI por cada  $6 \cdot 10^{-3}$  Kg de polioliol (tercer punto de izquierda a derecha en la parte horizontal de la curva de la gráfica1), con lo que se puede afirmar que adiciones posteriores de TDI no mejoran las propiedades de la espuma y van en contra de la economía del proceso.

### 3.1.2 Efecto de la amina

**Gráfica 2.** Efecto de la cantidad de amina sobre la densidad de la espuma



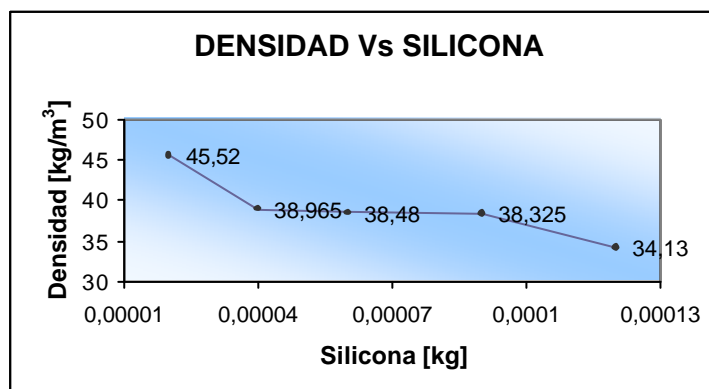
El efecto que se observa en la densidad, por el incremento de la cantidad del catalizador amínico (gráfica 2), muestra que salvo el punto correspondiente a  $3 \cdot 10^{-5}$  Kg (0.5 pphp), la densidad oscila en un intervalo menor ( $43\text{-}50\text{Kg/m}^3$ ) respecto al ilustrado en la gráfica 1 correspondiente al efecto del TDI ( $30\text{-}134\text{ kg/m}^3$ ). El aumento progresivo de la densidad se debe al exceso de amina adicionado en la formulación de la espuma.

La cantidad de amina es importante para el proceso, pero a partir de  $6 \cdot 10^{-5}$  Kg (1 pphp) de amina el aumento de la densidad es pequeño. Cuando se ha realizado el proceso de catálisis, la adición de más catalizador no hace que se formen más enlaces que suban la densidad del producto de manera sensible, y si producen un mojado excesivo del producto terminado en el reactivo residual, el cual puede aumentar su densidad, a la vez reduce las buenas propiedades que debe tener la espuma, y la hace potencialmente peligrosa por el desprendimiento de amina durante su uso.

En esta serie, se escoge la espuma B3 porque es la que presenta mejores características físicas, además de ser la de menor densidad, lo que cumple con algunas características deseables para una espuma.

### 3.1.3 Efecto de la silicona

**Gráfica 3.** Efecto de la cantidad de silicona sobre la densidad de la espuma



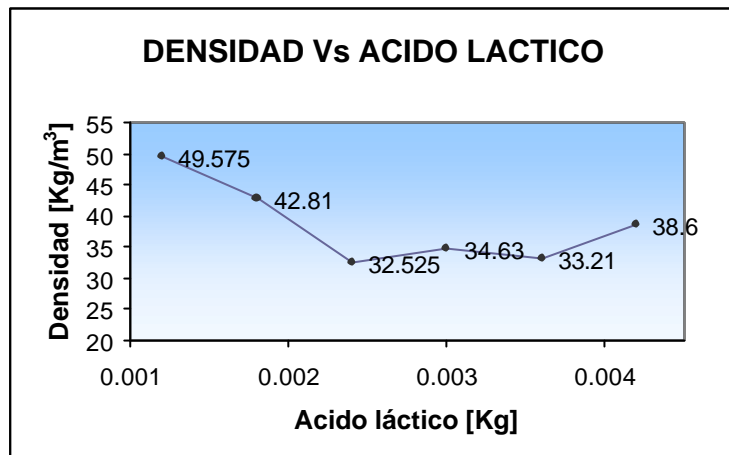
En general, la densidad de las espumas de la serie C (gráfica 3) manifiesta un comportamiento decreciente con el aumento de la cantidad de silicona adicionada. La disminución de la densidad es apreciable hasta  $0.04 \cdot 10^{-3}$  Kg de silicona en  $6 \cdot 10^{-3}$  Kg de polioliol, luego de este nivel la variación de la silicona afecta muy poco la densidad y las características físicas de las espumas.

El efecto de la adición de silicona como surfactante, muestra que luego de determinada cantidad, la formación de espuma se ve favorecida, esto es conocido como nivel mínimo necesario para evitar el colapso de las espumas durante el proceso de expansión. Por encima de este nivel, se obtienen espumas de celda abierta con buenas características físicas sin que varíe apreciablemente la densidad, hasta que se llega a un nivel en donde se obtienen espumas más firmes, con celdas cerradas, razón por la cual la densidad disminuye nuevamente.

Estos fenómenos están íntimamente ligados a varios procesos; por un lado la reducción de la tensión superficial por parte de la silicona favorece el mojado y la formación de las burbujas de gas. Por otra parte, la disminución en la tensión permite una mejor expansión y flujo de la mezcla, pero si esta disminuye mucho su viscosidad parte del gas puede escapar cuando la velocidad de evolución del mismo supera a la de formación de los enlaces uretano necesarios para que crezcan las cadenas que retendrán el gas.

### 3.1.4 Efecto del ácido láctico

**Gráfica 4.** Efecto de la cantidad ácido láctico sobre la densidad de la espuma

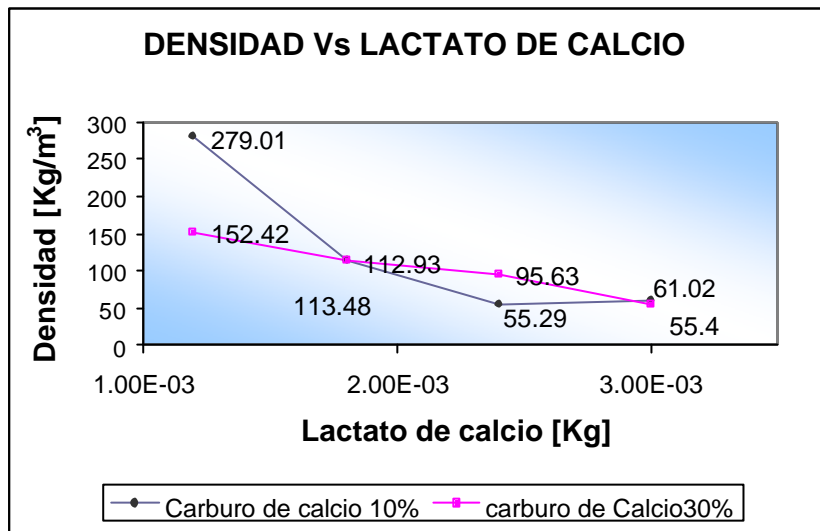


El comportamiento ilustrado por la grafica 4 es similar al de la gráfica 3, donde ya están fijas las variables de la formulación. La única variable es entonces, el ácido láctico que posee un 15% de agua (agente espumante químico). Un moderado aumento de agua solo incrementa la velocidad de espumación y no presenta ningún efecto significativo sobre el crecimiento del tamaño de la cadena polimérica y la densidad de las espumas en este caso; aunque un incremento en el espumante causa fallas en la estructura de la espuma, haciendo que aparezcan grandes burbujas de gas que luego colapsan al ser incapaz el tejido polimérico de retenerlas, esto afecta el tamaño y forma de las celdas, las propiedades fisicomecánicas de la espuma (fragilidad, desmoronamiento) y su aspecto visual, el cual es fundamental en algunos productos terminados.

Las espumas D1, D2 y D3 que corresponden a una sustitución de 20%, 30%, 40% del polioliol, presentan las mejores características: celda homogénea, consistentes dimensionalmente y resilientes al tacto.

### 3.1.5 Efecto del Lactato de Calcio (LCC)

**Gráfica 5.** Efecto de la cantidad de carburo de calcio sobre la densidad de la espuma



En la gráfica 5 se observa el efecto que tiene sobre la densidad de las espumas la adición de lactato de calcio 10%-30% p/p preparado a partir de carburo de calcio, como sustituto del polioliol. Para las dos concentraciones de carburo de calcio, se observan valores altos de densidad en comparación con las espumas de ácido láctico.

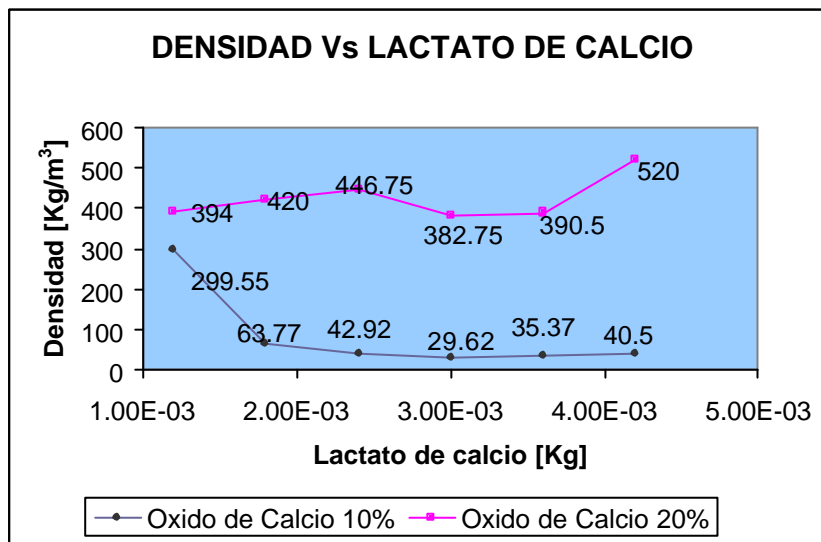
Para el lactato al 10% p/p (LCC1) se observa una disminución brusca de la densidad debido a que este lactato posee mayor cantidad de agua en comparación con el lactato al 30% p/p (LCC2), lo que hace que la espumación sea mayor aumentando el volumen y disminuyendo la densidad. Este efecto es menos pronunciado para el lactato de calcio al 30% p/p (LCC2) que posee una cantidad menor de agua.

Por otro lado, estas espumas presentan una mejor consistencia en comparación con las espumas del ácido láctico gracias a la estructura del

lactato que permite un mayor entrecruzamiento en el polímero. En el caso del lactato de calcio 10% p/p (LCC1), se puede realizar una sustitución satisfactoria del polirol hasta un 50%, mientras que para el lactato de calcio al 30% p/p (LCC2) se sustituye el 40% del polirol obteniendo espumas de buena calidad.

### 3.1.6 Efecto del lactato de Calcio (LCO)

**Gráfica 6.** Efecto de la cantidad Oxido de calcio sobre la densidad de la espuma



En la gráfica 6 se observa que para las espumas preparadas con lactato de calcio al 20% p/p (LCO2), la densidad se mantiene casi constante hasta alcanzar la saturación de la espuma con  $3.6 \cdot 10^{-3}$  Kg de lactato de calcio. A partir de este momento la densidad de las espumas aumenta debido a que el lactato de calcio no reacciona y se convierte en carga para la espuma.

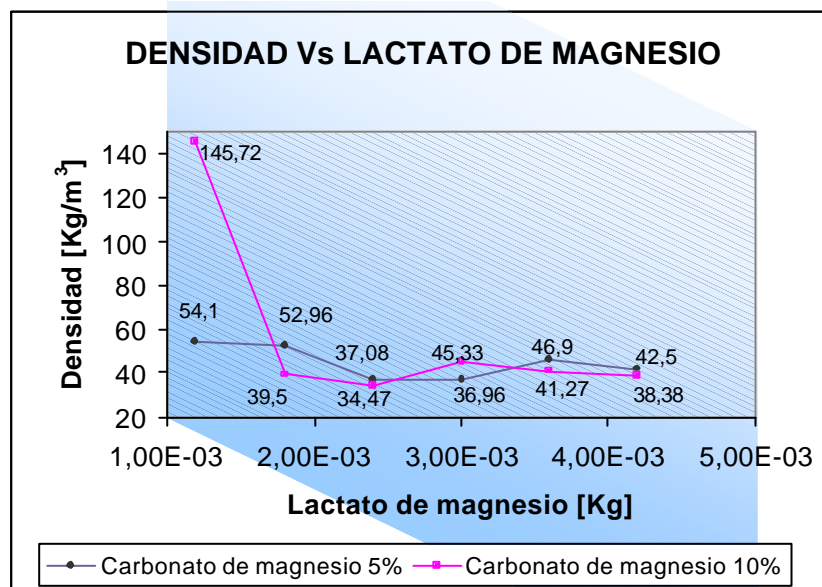
Para el lactato de calcio al 10% p/p (LCO1) se observa la disminución de la densidad debido a que el lactato de calcio contribuye en la formación del enrejado polimérico y permite que el gas sea atrapado de una forma más

eficiente. A los de  $3 \cdot 10^{-3}$  Kg de lactato de calcio adicionado, el sistema se satura aumentando la densidad, como en el caso anterior.

Se logra sustituir satisfactoriamente hasta el 60% del poliol utilizado en la formulación comercial, con lactato de calcio al 20% p/p (LCO2), obteniendo espumas con celdas homogéneas, rígidas y de muy buena consistencia dimensional. Con el lactato de calcio al 10% p/p (LCO1) logra sustituir hasta el 50% del poliol obteniendo espumas flexibles de celda abierta, resilientes al tacto y de muy buena consistencia dimensional.

### 3.1.7 Efecto del lactato de magnesio (LM)

**Gráfica 7.** Efecto de la cantidad de carbonato de magnesio sobre la densidad de la espuma



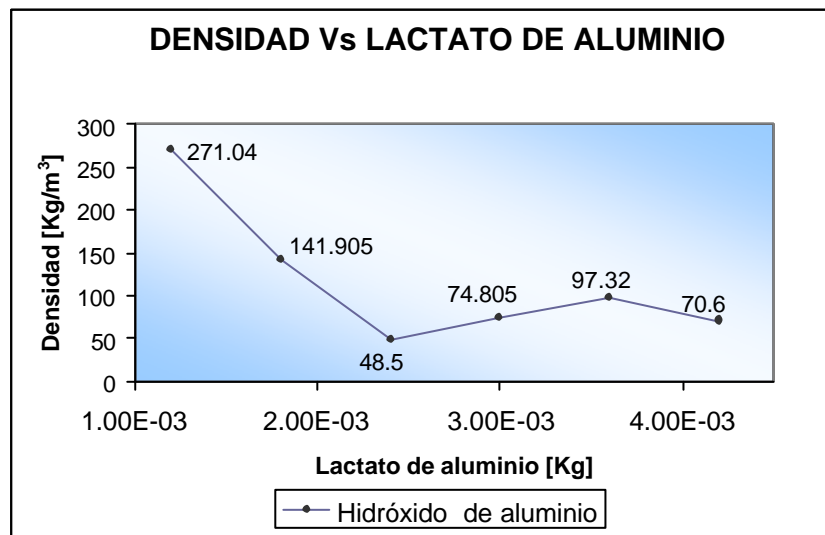
En la gráfica 7 la densidad de las dos series de espumas preparadas a partir de lactato de magnesio al 5% p/p (LM1) y 10% p/p (LM2) manifiestan un comportamiento similar, es decir a medida que aumenta la cantidad de lactato (después de la primera adición), la densidad disminuye y oscila en un

intervalo de 38-53 [Kg/m<sup>3</sup>], debido a que el lactato de magnesio promueve la formación de un enrejado más complejo que retiene mejor el CO<sub>2</sub>.

En este caso, se logra sustituir hasta el 50% del polirol con lactato de magnesio al 5% p/p (LM1) obteniéndose espumas flexibles de celda abierta con muy buenas características, uniforme, consistente y resiliente al tacto. Con el lactato de magnesio 10% p/p (LM2) se sustituye hasta el 40% de polirol, obteniéndose espumas flexibles de buenas características físicas con piel plastificada, lo cual hace pensar en que pueden tener un buen potencial para el desarrollo de productos en los que estas características son deseables como cueros artificiales, y cubiertas para telas.

### 3.1.8 Efecto del lactato de aluminio

**Gráfica 8.** Efecto de la cantidad de hidróxido de aluminio sobre la densidad de la espuma



En la gráfica 8 se observa que la adición de lactato de aluminio produce la disminución de la densidad debido a la formación de un enrejado bastante

compacto o fino, que retiene de forma eficiente el gas disminuyendo la densidad, hasta el punto en el cual el sistema se satura de lactato el cual empieza a actuar como carga y la densidad empieza a aumentar.

Con el hidróxido de aluminio se logra sustituir hasta un 50% del polioli obteniendo espumas flexibles de excelente calidad de celda homogénea, suaves, consistentes dimensionalmente, resilientes, presentan resistencia al desgarre (manual) y poseen piel integral dura que les confiere resistencia y buen aspecto (brillo).

### **3.2 RESILIENCIA**

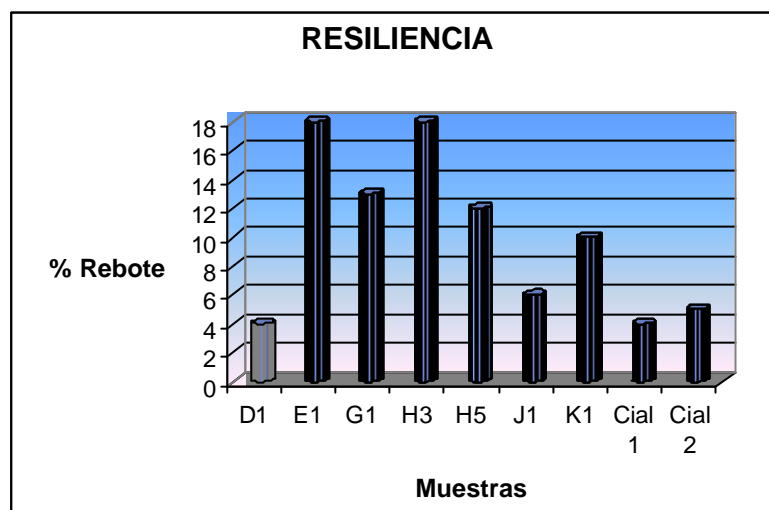
La resiliencia es la relación existente entre la energía devuelta por un material al recuperarse de una deformación y la energía necesaria para producir esa deformación en el mismo.

Esta determinación se realizó de acuerdo con la norma ASTM D2632-01<sup>[31]</sup> y se utilizó un resiliómetro marca Shore, modelo SR-1 No. 107. El resiliómetro es un aparato en el que un péndulo se deja caer libremente sobre una muestra del material en forma de tapón. La lectura de resiliencia corresponde a la altura a la cual rebota el péndulo, expresada como un porcentaje de la altura de caída. En esta prueba la altura de rebote alcanzada por el martillo en el retroceso se puede utilizar como un criterio de elasticidad. Como consecuencia de una mayor energía restituida se obtiene un mayor rebote.

De acuerdo a los datos obtenidos en esta prueba, el TDI y la amina ejercen un efecto positivo en la resiliencia de las espumas, mientras la silicona no ejerce un efecto significativo sobre la resiliencia. (Ver anexo F)

En la figura 9, se presentan los mejores porcentajes de rebote de cada serie de las espumas sintetizadas. Entre estas sobresalen, la muestra H3 (40% de polioliol sustituido con lactato de calcio a partir de óxido de calcio al 20% p/p) y la muestra E1 (20% de polioliol sustituido con lactato de calcio a partir de carburo de calcio al 10% p/p). Las dos poseen un porcentaje de rebote del 18%

**Gráfica 9.** Porcentajes de rebote de las espumas sintetizadas



Donde: Cial. 1: espuma comercial 1, densidad: 18 Kg/m<sup>3</sup>

Cial. 2: espuma comercial 2, densidad: 26 Kg/m<sup>3</sup>

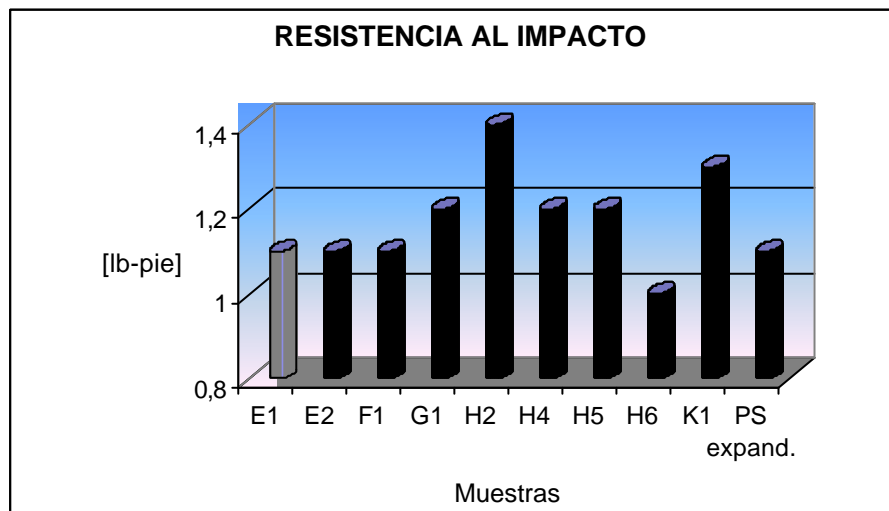
### 3.3 RESISTENCIA AL IMPACTO

Se define como resistencia al impacto la cantidad de energía invertida por unidad de superficie que se necesita para romper una probeta normalizada. Este ensayo se utilizó para evaluar la fragilidad del material poliuretánico, al someterse a un golpe súbito e intenso, en el cual la velocidad de aplicación del esfuerzo fue extremadamente grande.

La resistencia al impacto se determinó según el procedimiento descrito en la norma ASTM D256-88<sup>[32]</sup>. El ensayo realizado para medir la resistencia al impacto fue mediante el método Izod. La probeta empleada poseía una muesca en V que permitió medir mejor la resistencia del material a la propagación de las grietas. Se utilizó el péndulo de impacto para la prueba de Izod, provisto de una escala circular, que mide la energía absorbida en [lb-ft] por la muesca de la probeta en el momento de ruptura y un martillo de 4.6 lb de peso. Este equipo pertenece al Laboratorio de Operaciones Unitarias de Ingeniería Química.

A continuación se presentan los resultados más relevantes de la prueba de impacto realizada a las espumas más densas. (Ver anexo G)

**Gráfica 10.** Comparación de la resistencia al impacto entre espumas sintetizadas y el poliestireno expandido



Donde: PS expand: poliestireno expandido (icopor)

En la gráfica 10 se observan valores de resistencia al impacto de los materiales analizados, y el poliestireno expandido utilizado en la comparación

(dado su amplio uso como material de protección contra impacto en distintos tipos de empaques). Entre los que sobresalen las siguientes muestras: H2 (30% de polioliol sustituido con lactato de calcio a partir de óxido de calcio al 20% p/p) que presenta un valor de resistencia al impacto de 1.4 [lb-pie] y la muestra K1 (20% de polioliol sustituido con lactato de aluminio a partir de hidróxido de aluminio al 10% p/p) con un valor de 1.3 [lb-pie].

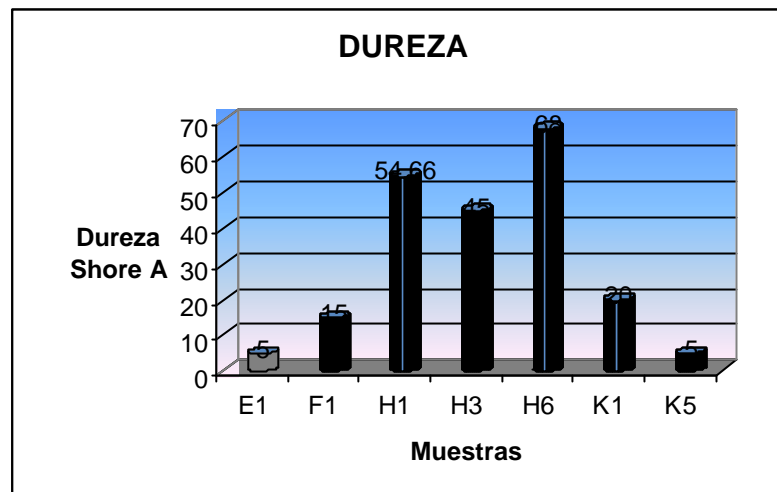
### **3.4 DUREZA**

La prueba de dureza de un material mide la resistencia de un material a la deformación (plástica) permanente, por penetración de un punzón o una cuchilla. El penetrador es por lo general una esfera, pirámide o cono hecho de un material más duro que el que se va a ensayar. La dureza se midió con un durómetro Shore 40443- A para materiales blandos, esta prueba se realizó de acuerdo con la norma ASTM D785<sup>[33]</sup>.

En la gráfica 11 se presentan los valores de dureza medidos a las espumas obtenidas que poseen características semirígidas, no se presentan datos para ninguna espuma comercial, dado que ninguna de las utilizadas registro lectura.

La muestra que sobresale es la H6 (70% de polioliol sustituido con lactato de calcio a partir de óxido de calcio al 20%) con un valor de dureza Shore A de 65 (Ver anexo H).

**Gráfica 11.** Comparación de la dureza de las espumas sintetizadas



### 3.5 ABSORCIÓN DE AGUA

En muchos casos la absorción de agua, es una característica secundaria que tiene influencia sobre las características primarias como el desempeño térmico, acumulación de humedad en la superficie y localización de electrolitos en áreas determinadas.

La absorción de agua fue determinada según la norma ASTM D2842-01<sup>[33]</sup> a la cual se le modifico el tiempo, es decir solo se midió la absorción de agua a 96 horas. Este método es utilizado en materiales que experimentan una rápida absorción de agua, o un aumento en el volumen durante el periodo de exposición o ambos.

En la tabla 22 se registra los datos para las espumas que presentaron menor porcentaje de incremento en peso por absorción de agua, en cada serie de espumas sintetizadas.

**Tabla 23.** Porcentajes de incremento en peso por absorción de agua a 25°C

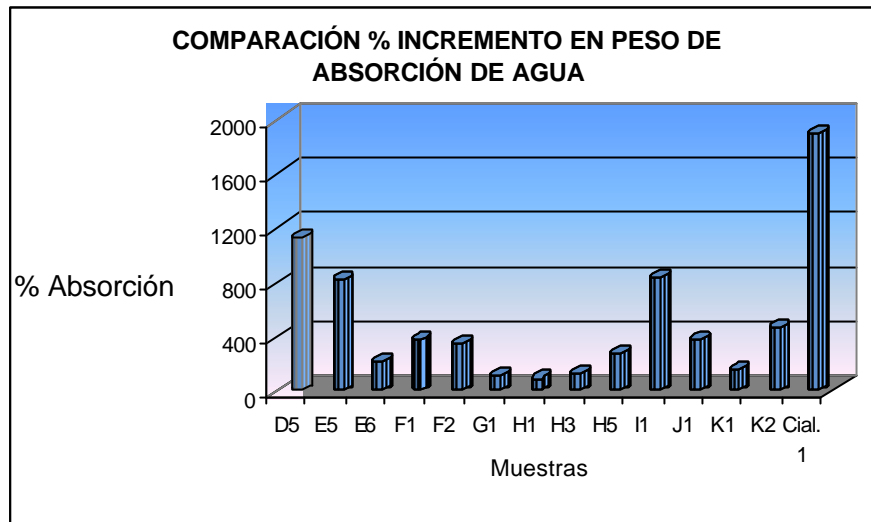
<b>Muestra</b>	<b>% Incremento en peso</b>
D5	1122,16
E5	818,13
E6	215,65
F1	371,79
F2	347,77
G1	115,65
H1	95,22
H3	127,76
H5	268,23
I1	826,91
J1	375,72
K1	156,80
K2	477,71
Cial. 1	1892,18

Fuente: autoras

En general las espumas sintetizadas en el laboratorio poseen una capacidad de absorción de agua menor en comparación con la espuma comercial sometida a la prueba (poliuretano de uso general con densidad de 18 Kg/m<sup>3</sup>). Entre estas sobresalen las espumas semirígidas pertenecientes a la serie H: H1, H2, además de G1. Para conocer todos los resultados de la prueba (ver anexo J).

A continuación en la gráfica 12, se ilustran y comparan los valores presentados anteriormente en la tabla 23, de las diferentes series de espumas sintetizadas respecto a la comercial.

**Gráfica 12.** Comparación del porcentaje del incremento en peso de agua absorbida a 25°C, entre las espumas sintetizadas y la espuma comercial 1



### 3.6 PUNTO DE DESCOMPOSICIÓN

Con este ensayo se pretende evaluar el primer cambio visible en la espuma de poliuretano producido por el aumento de temperatura, para conocer cual es la temperatura de servicio del material.

Este ensayo se realizó en el fusiómetro marca Fisher Scientific. En la tabla 24 se encuentran registrados los resultados.

Todas las espumas sintetizadas presentan un punto de descomposición menor a la de la espuma comercial 1 (18 Kg/m<sup>3</sup>), sobresalen las espumas de lactato de calcio al 30% (LCC1) F4 con punto de descomposición de 165°C, las de lactato de aluminio al 10% (LA) K1 con 150°C y la de lactato de magnesio al 10% (LM2) J3 con 140°C.

**Tabla 24.** Puntos de descomposición de las espumas sintetizadas

<b>Muestra</b>	<b>Punto de descomposición [° C]</b>
D3	90
E3	130
F4	165
G3	115
H5	135
B	130
J3	140
K1	150
K2	148
K3	145
Comercial 1.	280

Fuente: autoras

### **3.7 VELOCIDAD DE PROPAGACIÓN DE LLAMA**

Este método cubre a escala de laboratorio, la determinación de la velocidad relativa de propagación de la llama en materiales sólidos no rígidos. Esta determinación se realizó de acuerdo a lo establecido en la norma ASTM D4804-88<sup>[34]</sup>.

En general, todas las espumas sintetizadas en el laboratorio presentan menor velocidad de propagación de llama que las espumas comerciales sometidas a la prueba, entre las que sobresalen las espumas de la serie H (óxido de calcio al 20%) que poseen velocidades de llama entre 0.0253-0.0360 [cm/s], las de la serie K (hidróxido de aluminio 10%) con velocidades de propagación entre 0.02-0.1562 [cm/s], en comparación con las comerciales: 74,4047 y 49,7017 [cm/s].

Otra ventaja que se debe resaltar, es el hecho de que algunas espumas presentaron la característica de auto extinguido, estas espumas son: de la serie del ácido láctico, las espumas con un porcentaje de sustitución del poliol del 60% (D5), y 70% (D6); de la serie de lactato de calcio a partir de óxido de calcio al 20% p/p, las espumas con un porcentaje de sustitución del poliol del 60% (H5) y 70% (H6); y de la serie de lactato de aluminio, las espumas con un porcentaje de sustitución del 20% (K1) y 30% (K2).

En la tabla 25 se presentan las espumas que poseen menor velocidad de propagación de llama de cada una de las series sintetizadas; para conocer los datos correspondientes a todos los ensayos realizados (ver anexo K).

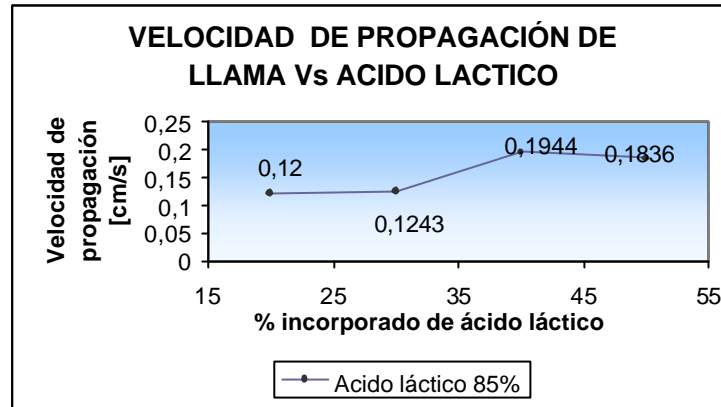
**Tabla 25.** Resumen de datos de la prueba de llama.

<b>Muestra</b>	<b>Tiempo [s]</b>	<b>Velocidad [cm/s]</b>
D2	39,04	0,1280
E5	39,04	0,1280
F1	50,94	0.09815
G1	51,74	0,0966
H2	159,31	0.03138
I1	29,04	0,1721
J6	14,64	0,2049
K1	193,09	0,0258
Comercial 1 (18 Kg/m <sup>3</sup> )	6,72	0,7440
Comercial 2 (26 Kg/m <sup>3</sup> )	10.06	0,4970

Fuente: autoras

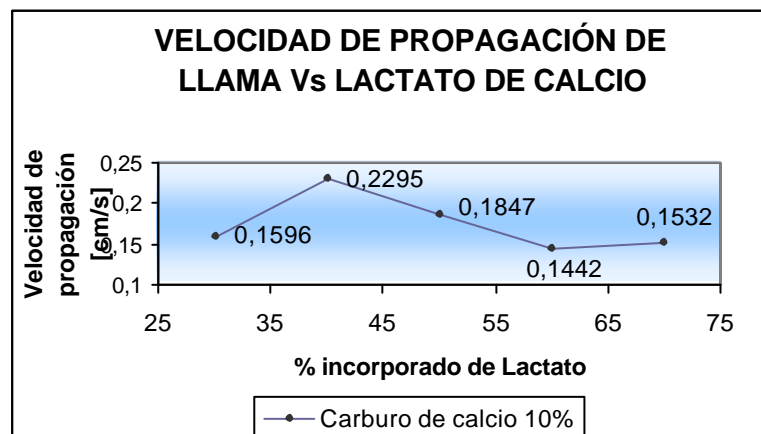
A continuación se ilustra el comportamiento de la velocidad de propagación de la llama, con el aumento de la cantidad de lactato incorporado en cada una de las formulaciones. Para conocer los datos (ver anexo K.).

**Gráfica 13.** Variación de la velocidad de propagación de la llama con respecto al porcentaje de ácido láctico incorporado (serie D)



En la gráfica 13, se observa un leve incremento y posterior disminución de la velocidad de propagación de llama con el aumento del ácido láctico al 85%. Al estar presente el ácido láctico, cada vez en mayor proporción, la espuma empieza a arder a la misma velocidad a la que se quemaría el ácido.

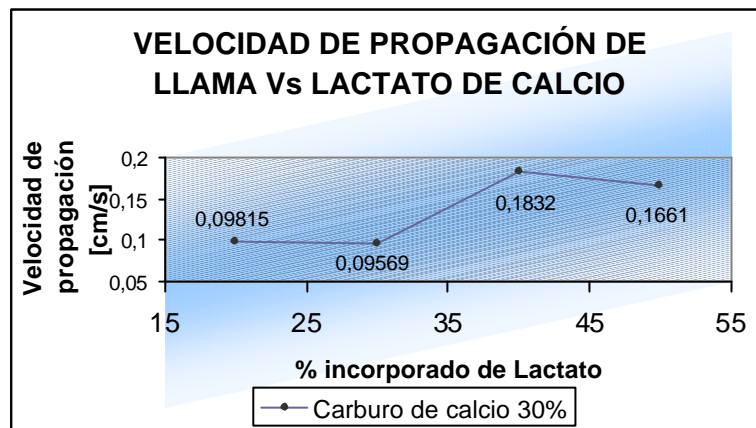
**Gráfica 14.** Variación de la velocidad de propagación de la llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de calcio a partir de carburo de calcio al 10% p/p, (serie E)



En la gráfica 14 se observa que la velocidad de propagación de llama oscila en un intervalo reducido en donde se aprecia, que a medida que aumenta la

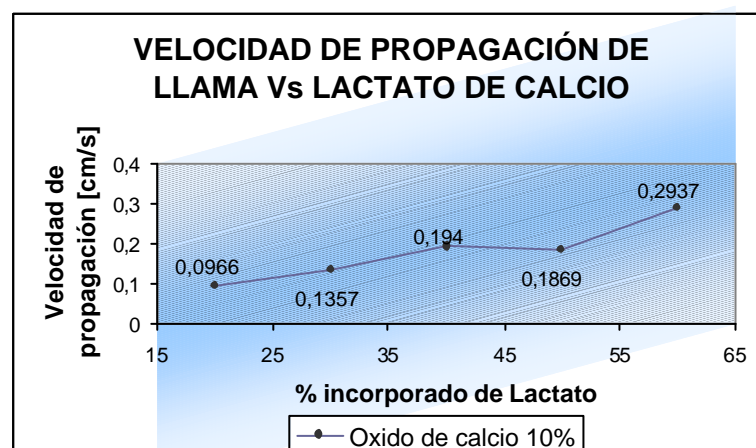
cantidad de lactato incorporado la velocidad disminuye y tiende a estabilizarse.

**Gráfica 15.** Variación de la velocidad de propagación de llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de calcio a partir de carburo de calcio al 30% p/p, (serie F)



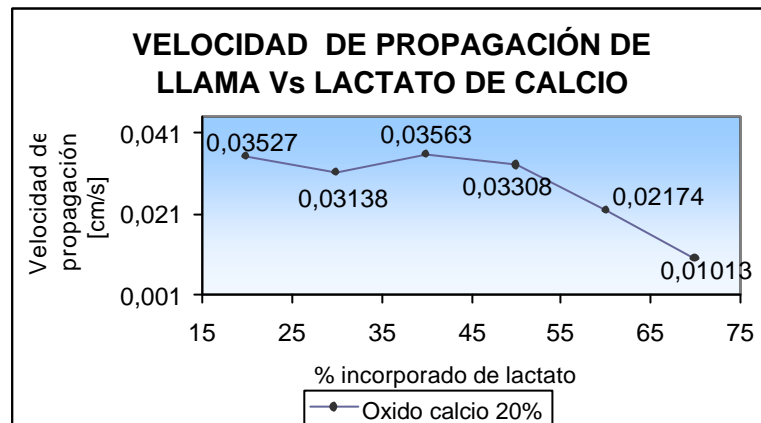
En la gráfica 15, la velocidad de propagación de la llama registra un incremento hasta la saturación de la espuma con el lactato de calcio, donde empieza a disminuir actuando como retardante de llama.

**Gráfica 16.** Variación de la velocidad de propagación de llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de calcio a partir de óxido de calcio al 10% p/p, (serie G)



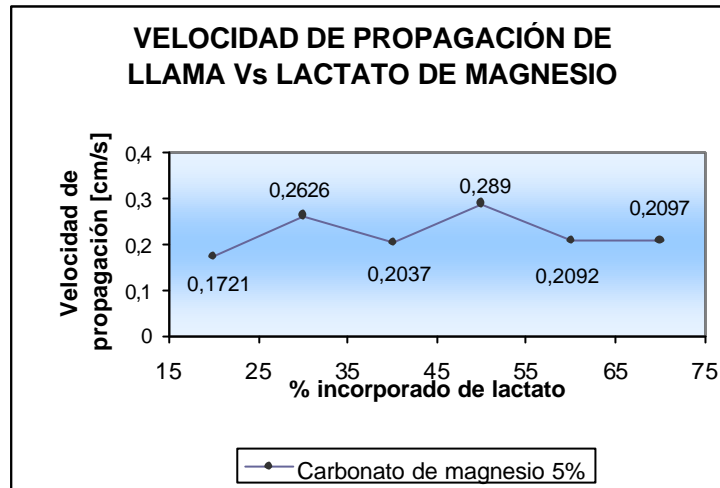
En la gráfica 16, se observa un aumento de la velocidad de llama debido a que el oxido de calcio aun no ha saturado a la espuma, es decir, aún no actúa como retardante de llama.

**Gráfica 17.** Variación de la velocidad de propagación de llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de calcio al 20%, (serie H)



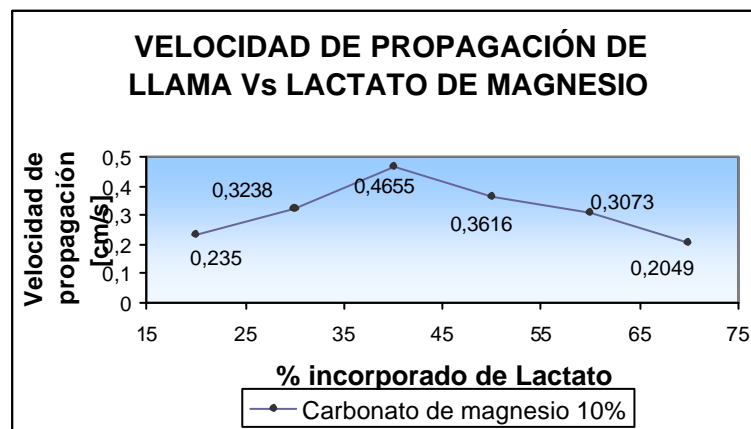
En la gráfica 17 se observa que la velocidad de propagación de llama disminuye con el aumento de la cantidad de lactato de calcio incorporado el cual actúa como retardante de llama, hasta que la espuma adquiere la capacidad de auto extinguirse como sucede con H5 y H6 (60% y 70% de sustitución respectivamente) las cuales después de arder con una llama pequeña durante un corto tiempo, se auto extinguen.

**Gráfica 18.** Variación de la velocidad de propagación de llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de magnesio al 5% p/p, (serie I)



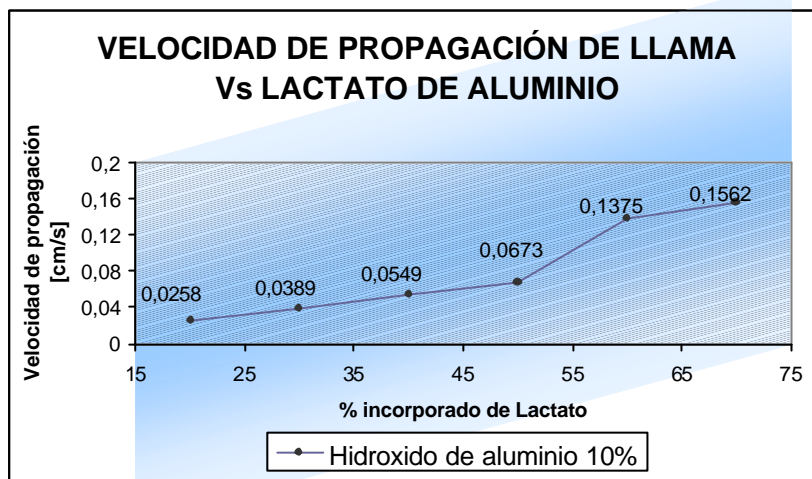
En esta gráfica 18 se observa como los valores de propagación oscilan en un intervalo reducido, hasta que al ser adicionado el 60% de lactato de magnesio, tiende a estabilizarse. Esto puede deberse a que el lactato al presentar una baja concentración, no actúa como retardante de llama dentro de la espuma.

**Gráfica 19.** Variación de la velocidad de propagación de llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de magnesio al 10% p/p, (serie J)



En la gráfica 19, la velocidad de propagación de la llama registra un incremento hasta la saturación de la espuma con el lactato, donde empieza a disminuir actuando como retardante de llama.

**Gráfica 20.** Variación de la velocidad de propagación de llama con respecto al porcentaje incorporado de lactato de aluminio al 10% p/p, (serie K)

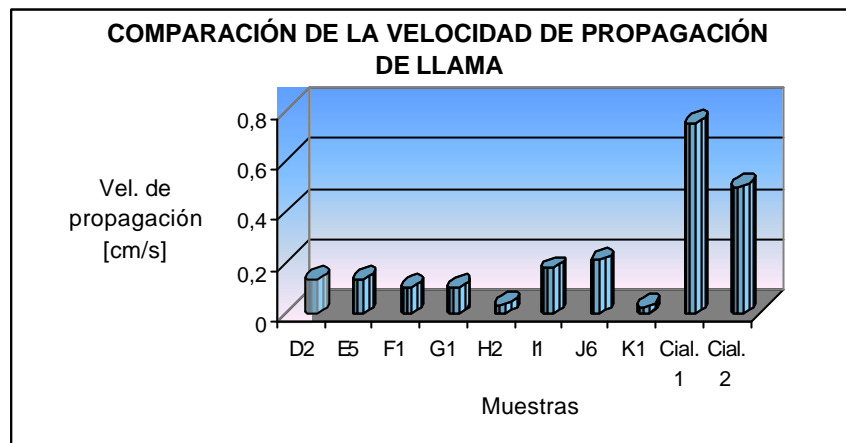


En la gráfica 20 se observa un aumento progresivo de la velocidad de propagación, a medida que más lactato de aluminio es incorporado en la espuma. Existe la posibilidad de que en la combustión se generen compuestos con el aluminio que son inflamables, o que faciliten el proceso de combustión, aumentando así la velocidad de propagación de la llama.

Es importante resaltar que para las espumas con un 40% (K3) y 50% (K4) de sustitución se presenta la característica de autoextinguido. Estas espumas arden por un tiempo, con una llama amarilla pequeña y mínimo goteo a la velocidad que se observa en la gráfica 20 (0,0549 cm/s para K3 y 0,0673 cm/s para K4) y luego la llama se autoextingue.

A continuación se presenta un gráfico de barras en el cual, se puede comparar los valores mínimos de velocidad de propagación de llama de cada serie registrados en la tabla 24.

**Gráfica 21.** Comparación de la velocidad de propagación de la llama de las espumas sintetizadas y las comerciales.



La muestra K1 es la que presenta una menor velocidad de propagación de llama 0,0258 cm/s; esta muestra corresponde a la sustitución del 20% del polioliol con lactato de aluminio. Cabe resaltar también, la muestra H2 con velocidad de propagación de 0,03138 cm/s; esta última corresponde a una sustitución del 30% con lactato de calcio a partir de óxido de calcio al 20% p/p. En todos los casos la adición de estas cantidades de lactato produce espumas con buenas características fisicomecánicas, por lo que el efecto retardante de llama debido a los lactatos, hace que todavía sea más deseable el uso de los mismos en las formulaciones.

Es importante destacar que en ninguna de las formulaciones se utilizaron retardantes de llama comerciales, de manera que los efectos producidos en la velocidad de combustión que se evalúan en el presente trabajo solo se deben a los constituyentes de las espumas formuladas.

### 3.8 RESISTENCIA A REACTIVOS QUÍMICOS

Para este ensayo se escogieron siete reactivos: etanol 96%, acetona, hidróxido de sodio 1N, ácido sulfúrico 1%, gasolina, keroseno y solución de detergente 0,1% p/v. Esta prueba efectuó teniendo en cuenta la norma ASTM D543-87<sup>[35]</sup> en donde se ilustra un método que incluye los productos moldeados en frío y en caliente.

A continuación se evaluarán en general los efectos más sobresalientes de los reactivos químicos utilizados sobre las espumas sintetizadas en el laboratorio y la espuma comercial 1 (18Kg/m<sup>3</sup>). Para datos detallados de peso y aumento de volumen, ver anexo L.

En general los poliuretanos espumados son resistentes a los reactivos químicos excepto a el ácido sulfúrico que es una ácido fuerte. Esto hace posible la utilización de la mayoría de las espumas en aplicaciones en las que estén en contacto con los reactivos mencionados. Por ejemplo espumas flexibles como: D1, E4, F4, J3, K3 que pueden utilizarse en la limpieza ya que resisten el detergente.

Las espuma son resistentes a reactivos como gasolina y keroseno, esto nos dicen que pueden ser utilizadas en aplicaciones en las que estén en contacto con este tipo de reactivos y sus afines.

#### ➤ **Etanol**

Cuando se utiliza como reactivo químico el etanol, en general ninguna espuma se deshizo, todas absorben el reactivo y aumentan su volumen incluida la espuma comercial, a excepción de la muestra E3 que disminuye su volumen debido a que se disuelve un poco en el etanol, aunque también lo absorbe.

➤ **Acetona**

El comportamiento de las espumas frente a este solvente es generalizado, todas las espumas absorben gran cantidad de acetona y aumentan de peso, excepto D1 que se disuelve.

➤ **Hidróxido de Sodio**

En general todas las espumas absorben el hidróxido de sodio y presentan un aumento de peso, solo algunas sufren daños en sus bordes disminuyendo así su volumen, entre ellas se encuentran E3 y D1.

➤ **Ácido sulfúrico**

El ácido sulfúrico por ser un ácido fuerte disuelve la mayoría de las espumas excepto la muestra H5 que no se disuelve y por el contrario aumenta de peso lo que indica que la espuma es capaz de absorberlo sin sufrir daños en su estructura.

El ácido sulfúrico no disuelve totalmente la espuma comercial pero si daña sus propiedades físicas así como su consistencia dimensional, es decir destruye su estructura física.

➤ **Gasolina**

Las espumas expuestas a la gasolina presentan una coloración oscura y una aparente hinchazón por la absorción. Todas las espumas aumentan de peso y de volumen. Las únicas muestras que registran una disminución de su volumen son I3 y K3.

➤ **Keroseno**

La apariencia final de las espumas es muy similar a la observada en las espumas expuestas a la gasolina; pero en este caso las que registran una disminución del volumen son: E3 y F2

➤ **Solución de detergente**

Todas las espumas absorben la solución de detergente, por lo cual aumentan su peso después de la inmersión. Además se observa que la mayoría de las muestras tienden a disminuir su volumen excepto G3, H5 y la espuma comercial 1 (18 Kg/m<sup>3</sup>).

De manera general se puede decir que todas las espumas sintetizadas absorben en menor o mayor grado los solventes y soluciones utilizadas en los ensayos; cuando los solventes son hidrocarburos, el efecto es escaso, esto se explica por que los lactatos y los enlaces uretano formados con los mismos y el polioliol son de carácter polar y ejercen un efecto liofóbico sobre el solvente. En cuanto a las soluciones acuosas de ácido y base, y a los solventes polares, se absorben mejor, pero la influencia ejercida por cada uno sobre la espuma esta determinada por la fortaleza de las interacciones químicas y fisicoquímicas de las moléculas de solvente con las de la espuma. Las soluciones básicas producen deterioro evidente al igual que las ácidas, esto se debe probablemente al ataque químico sobre los lactatos, los cuales pueden reaccionar lentamente con ácidos y bases fuertes.

Es importante resaltar que la incorporación de tecnologías apropiadas y aditivos específicos, en el proceso de preparación de las espumas de poliuretano, pueden mejorar sensiblemente sus propiedades fisicoquímicas y físicomecánicas, debido a que en el presente estudio solo se usaron los reactivos imprescindibles para producir la reacción química que lleva a la formación de los poliuretanos, y se dejaron de lado otros reactivos, que si bien no son necesarios en la reacción, si son importantes para conferir características especiales y deseables a los poliuretanos que se van a usar en la vida diaria.

### 3.9 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)

Es un método de analítico instrumental térmico, en el que se mide la diferencia entre el calor absorbido por una muestra de un polímero y un patrón, mediante la electricidad consumida a medida que se aumenta la temperatura.

La calorimetría diferencial de barrido (DSC), es una herramienta muy poderosa en la caracterización de algunas propiedades termodinámicas de los materiales y sustancias en general. En polímeros es una técnica muy utilizada en la elucidación de la composición de los materiales, la evaluación de su estabilidad, intervalo de temperatura de procesado, grado de cristalinidad, eficiencia de plastificantes y antioxidantes, temperaturas y cinéticas de curado.

Los análisis de DSC se efectuaron en el equipo Perkin Elmer "Differential Scanning Calorimeter DSC-1B". Con una velocidad de 10°C/min, en atmósfera de nitrógeno. Las condiciones empleadas fueron:

Para la muestra D3 un barrido desde 310K (37°C) hasta 470K (197°C)

Para la muestra F4 un barrido desde 310K (37°C) hasta 500K (227°C)

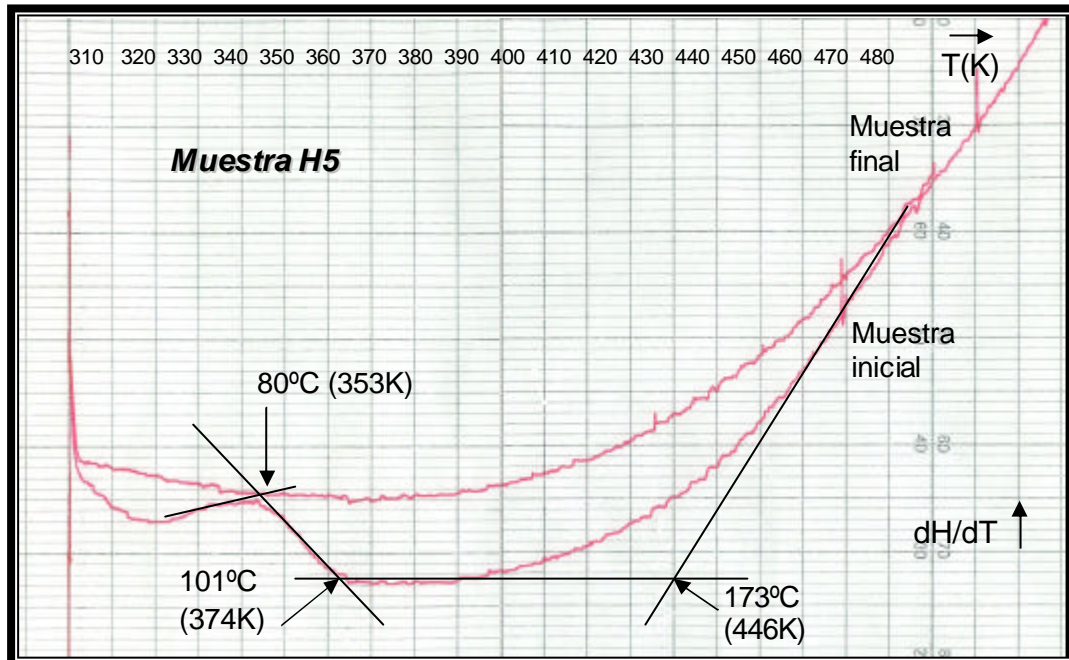
Para la muestra H5 un barrido desde 310K (37°C) hasta 530K (257°C)

Para la muestra I3 un barrido desde 310K (37°C) hasta 520K (247°C)

Para la muestra K3 un barrido desde 310K (37°C) hasta 530K (257°C)

A continuación presentamos el termograma de DSC correspondiente a la muestra H5, a la cual se le realizó la historia térmica, para los demás termogramas (ver anexo M).

**Figura 33.** Termograma de DSC para la muestra H5



Fuente: autoras

De acuerdo a la figura 33, se observa que los poliuretanos obtenidos no poseen historia térmica, debido a que la curva de la muestra final no presenta las mismas transiciones que la inicial; hecho que era de esperarse, pues las espumas de poliuretano son materiales termoestables, que después de un calentamiento no recuperan sus propiedades iniciales.

Las transiciones observadas en el termograma inicial para la muestra H5 (en 80°C, 101°C y 173°C), se deben a cambios en la estructura del polímero ocasionados por el aumento de la temperatura. Entre estos cambios se encuentra el rompimiento de las celdas, el escape del  $CO_2$  y el colapso de la espuma.

Se eligieron otras cinco muestras a las cuales se les realizó este análisis (una de cada serie), las transiciones correspondientes a estas muestras son comentadas a continuación en la tabla 26. (Ver anexo M).

**Tabla 26.** Transiciones presentadas por las diferentes espumas analizadas por DSC

<b>Muestra</b>	<b>Transiciones</b>
D3	145°C (427K)
F4	98°C (371K), 133°C (406 K), 117°C (390 K)
H5	80°C (353 K), 101°C (374 K), 173°C (446 K)
I3	113°C (386K), 142°C (445 K)
K3	130°C (403)

Fuente: autoras

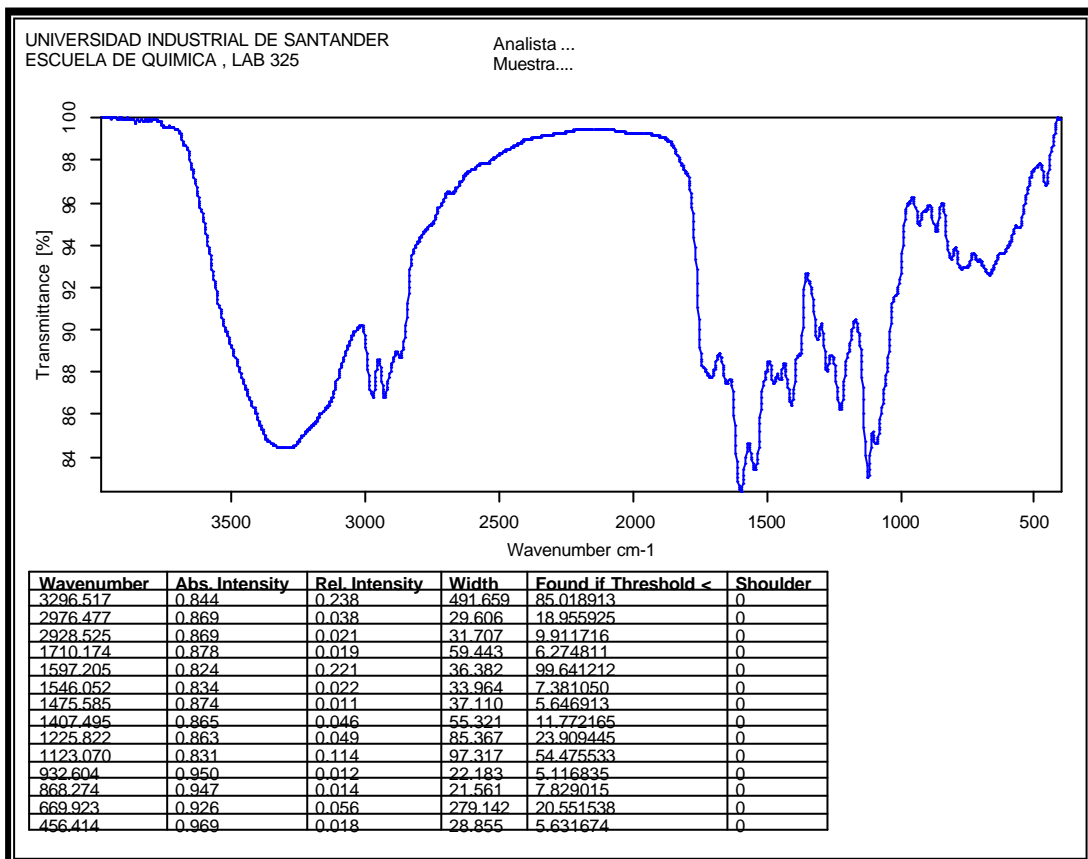
### 3.10 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

El objetivo del análisis de espectroscopía infrarroja, es confirmar la presencia de aminas primarias, secundarias y terciarias correspondientes a los grupos típicos formados en el proceso de espumación del poliuretano.

Este análisis se realizó en el espectrofotómetro Bruker optik GMBH modelo Tensor 27. El procedimiento utilizado fue el descrito anteriormente para los lactatos sólidos. El análisis se realizó solo para una muestra debido a que solo es posible evidenciar la presencia de grupos funcionales sin poder resolver de manera completa la estructura de los compuestos que forman la espuma de poliuretano. De esta manera, solo se podría verificar en general para todas las muestras la presencia de los grupos amínicos, carbonílicos e hidroxílicos.

A continuación se presenta el espectro de la muestra E4 correspondiente a lactato de calcio a partir de carburo de calcio al 10% p/p con un porcentaje de sustitución del poliol del 50%.

**Figura 34.** Espectro infrarrojo de la muestra E4 (lactato de calcio a partir de carburo de calcio al 10% p/p)



Fuente: autoras

**Tabla 27.** Principales asignaciones de las bandas espectrales para el espectro de infrarrojo de la muestra E4 (lactato de calcio a partir de carburo de calcio al 10% p/p)

Frecuencia [cm <sup>-1</sup> ]	Asignación	Frecuencia [cm <sup>-1</sup> ]	Asignación
3296,517	Alargamiento acoplado al N-H	1225,822	C-N doblete amina terciaria
1976,477	Alargamiento C-H	669,923	Flexión -NH <sub>2</sub> fuera del plano
1597,205	Flexión NH <sub>2</sub>	868,274	Flexión CH fuera del plano.
1407,495	Tensión asimétrica del NCO		

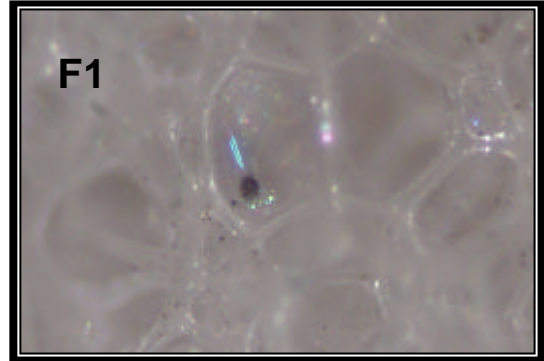
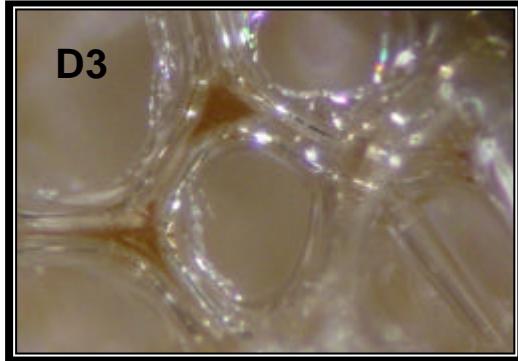
### 3.11 MICROSCOPIA ÓPTICA

En la microscopía óptica es posible determinar la forma y distribución de las celdas en las espumas sintetizadas, que tienen gran efecto sobre las propiedades mecánicas del material. Para la realización de este proyecto se tuvo en cuenta la posibilidad de poder observar la distribución, tipo de celdas y uniformidad de esta en las espumas.

Las muestras seleccionadas (3 a 4 mm de espesor) se colocaron bajo el estereoscopio ZEISS tipo Stermi 2000C, y se observaron las celdas a través de él.

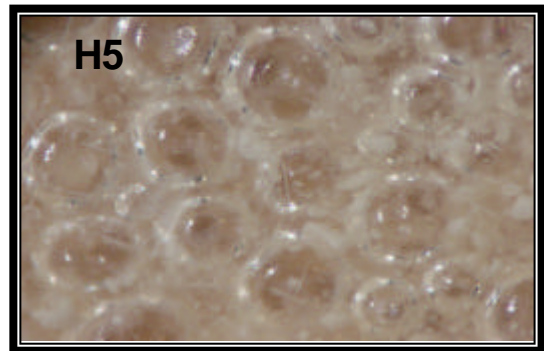
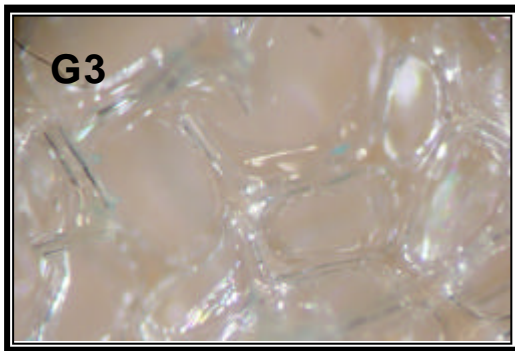
En general, a partir de los resultados obtenidos con la microscopía óptica, se observa una distribución homogénea de las celdas en las espumas sintetizadas.

**Fotografía 8.** Microscopia de las muestras D3 y F1. (x30)



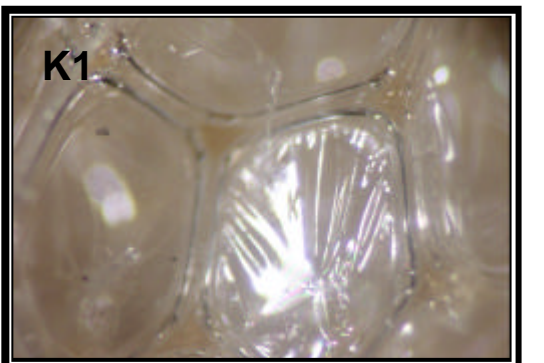
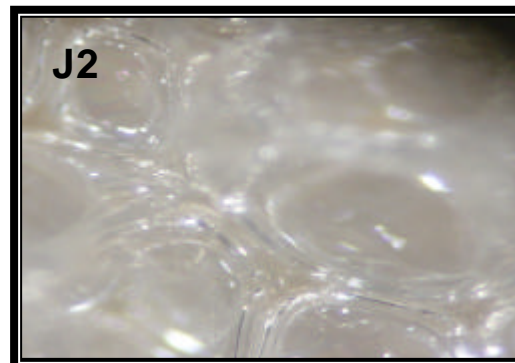
Fuente: autoras

**Fotografía 9.** Micrografía de las muestras G3 y H5 (x20)



Fuente: autoras

**Fotografía 10.** Micrografía de las muestras J2 y K1(x50)



Fuente: autoras

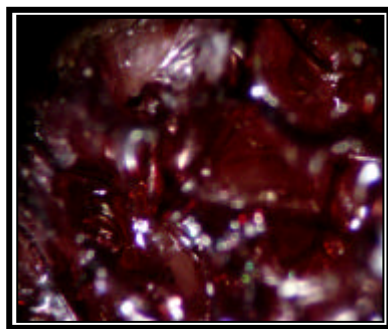
### 3.12 ENSAYOS DE BIODEGRADABILIDAD

Con el fin de realizar una prueba de biodegradabilidad de tipo exploratoria, se preparó una solución con 50 mL de agua y 10 mL de ácido láctico, la cual se dejó en un cuarto húmedo a temperatura ambiente, para que los microorganismos propios de este medio y aptos para consumir este tipo de sustrato, crecieran en él de manera natural, como sucedería bajo las condiciones de un botadero o basurero.

Transcurrido un mes, se observó el crecimiento de hongos en la superficie de la solución de ácido, comprobando así que el ácido láctico es un sustrato que puede ser metabolizado por este tipo de microorganismos. Se procedió entonces, a elegir dos espumas, a las que se les adicionó 1 mL de la solución de ácido en donde crecieron los hongos. Las espumas elegidas fueron aquellas en donde se reemplazó con ácido láctico el 40% (muestra A) y 50% de poliol (muestra B).

Se tomaron muestras representativas de estas espumas y se llevaron al mismo cuarto húmedo y oscuro a temperatura ambiente para así brindar las mismas condiciones en las que habían crecido en la solución de ácido. Luego de 45 días se observó el crecimiento de los hongos en dichas espumas.

**Fotografía 11.** Espuma a partir de ácido láctico con hongos (x10), (muestra B)



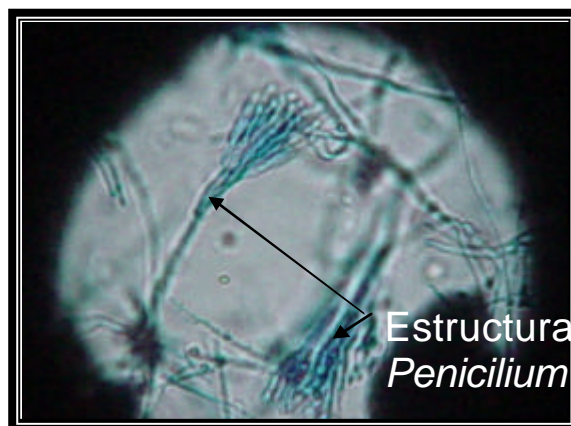
Fuente: autoras

Estas muestras se llevaron al CINBIN, donde se realizó el cultivo e identificación de los hongos. Los medios de cultivo utilizados fueron: extracto de malta, extracto YCG (extracto de levadura, glucosa, cloroanfenicol) agar avena y agar papa. A todos los medios de cultivo se les adicionó antibiótico para evitar el crecimiento bacteriano en las muestras. Una vez las colonias de hongos crecieron, se procedió a realizar la identificación de estos.

**3.12.1 Identificación de los hongos.** La identificación de los hongos se llevo a cabo en el CINBIN, y fue realizado por la doctora Mariela Carreño, con ayuda del microscopio.

En el cultivo realizado a la muestra A, se encuentran estructuras específicas y características del hongo *Penicilium*, con las cuales se realiza la identificación. Estas estructuras presentan forma de mano, como se observa en la fotografía 12 en donde se aprecia de manera clara los micelios y las esporas que permiten la identificación de este hongo como *Penicilium spp.*

**Fotografía 12.** *Penicilium spp.* (x100)

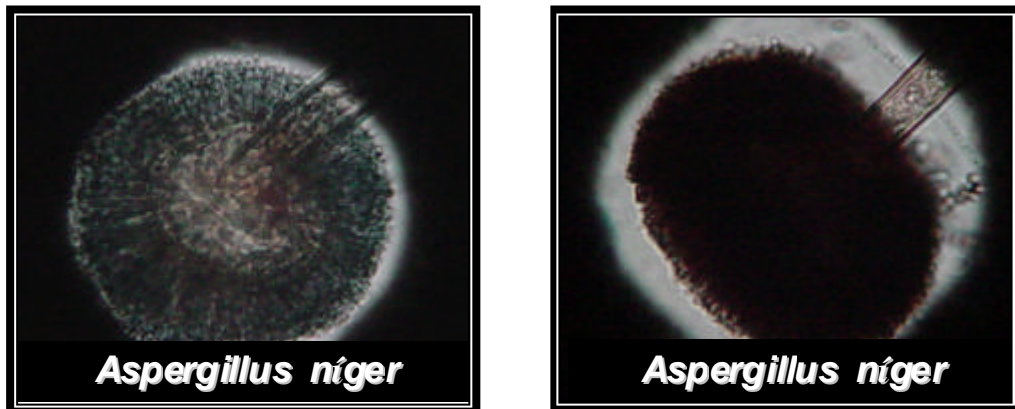


Fuente: autoras

Se encuentra también en este cultivo, una estructura característica del *Aspergillus*. Esta estructura se aprecia en la fotografía 13, donde se observa

la vesícula sin esporas (izquierda) y a la vesícula llena de esporas marrones- negras que permiten identificar este hongo como *Aspergillus niger* (derecha).

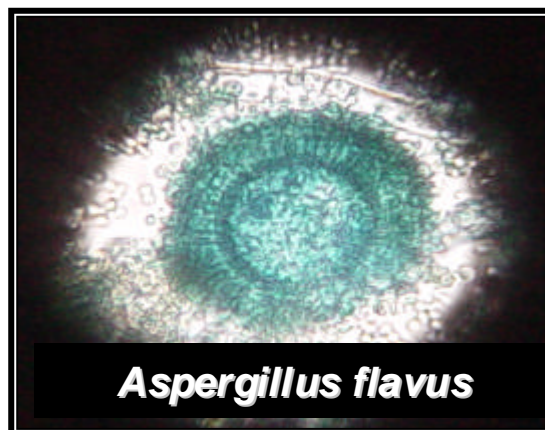
**Fotografía 13.** *Aspergillus niger*.(x200)



Fuente: autoras

En el cultivo correspondiente a la muestra B, se encuentra una estructura con la misma forma del *Aspergillus niger*, pero como se observa en la fotografía 8 el color adquirido tanto por la vesícula como por las esporas corresponde al del colorante adicionado (azul de lactofenol). Este color permitió la identificación de este *Aspergillus* como *Aspergillus flavus*.

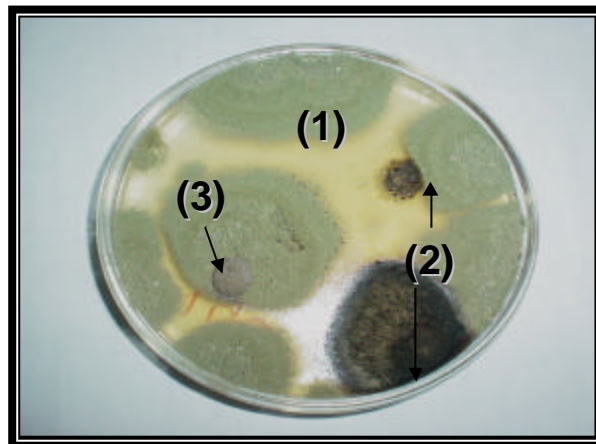
**Fotografía 14.** *Aspergillus flavus*.(x200)



Fuente: autoras

En la Fotografía 15 se observan las diferentes colonias que crecieron en el medio de cultivo de la muestra B (extracto de malta). La colonia verde corresponde a *Aspergillus flavus* (1), la colonia negra corresponde a *Aspergillus niger* (2) y la colonia gris a *Penicilium* (3). La presencia de todas estas colonias en un solo medio de cultivo se debe a que están mezcladas y para lograr aislarlas debe realizarse sucesivas siembras.

**Fotografía 15.** Colonias de los diferentes hongos: *Aspergillus flavus* (1), *Aspergillus niger* (2), *Penicilium* (3), identificados en las espumas a partir de ácido láctico



Fuente: autoras

## 4. APLICACIONES

### 4.1 AISLANTES

Se denomina aislante todo material que posee la propiedad de disminuir flujos de calor basados en una conductividad térmica pequeña. Estos materiales consisten en pequeños espacios de aire rodeados por paredes sólidas, su baja conductividad térmica se debe a la baja conductividad del gas encerrado en los intersticios o celdas que retardan la transferencia de calor<sup>[36]</sup>.

Es así como, las espumas sintetizadas pueden ser utilizadas como aislantes gracias a la estructura que poseen en general los poliuretanos espumados, además de la característica de auto extinguido y mínima velocidad de propagación de llama (sin utilización de retardantes de llama), que es un requisito indispensable en la industria de la construcción, un mercado potencial para las espumas sintetizadas a partir de ácido láctico y sus derivados, entre estas aplicaciones encontramos: los paneles rígidos preformados, estructuras aislantes tipo sándwich.

Estas espumas también pueden ser utilizadas como aislantes en la cadena del frío, industrialmente en camiones refrigerados para el transporte de alimentos, y equipos de almacenamiento.

Como aislante acústico en las paredes de lugares que producen altos niveles de ruido, como centros nocturnos.

## **4.2 EMBALAJE**

Aunque la resiliencia de algunas de las espumas sintetizadas no sobrepasan los valores de las espumas comerciales (18 y 26 Kg/m<sup>3</sup>), muchas otras los igualan y superan, además de presentar un comportamiento excepcional frente a la llama con respecto a las espumas flexibles usadas en el mercado en forma de láminas, rasgadas o moldeadas, para la protección de muchos productos.

Por otro lado, esta clase de espumas (poliuretano) son de gran utilidad pues se puede construir embalajes perfectamente adaptados a un contorno determinado.

## **4.3 OTROS USOS**

Las espumas flexibles pueden ser usadas además en la industria de la cojinería, en la industria del automóvil en el relleno de los brazos de descanso, en el recubrimiento del panel de instrumentos en el caso particular de las espumas con lactato de aluminio que presentan la formación de una piel integral suave y brillante. Así como sustituto de la madera en marcos para cuadros y en la decoración.

En todos estos usos, se deben tener en cuenta, la biodegradabilidad de las espumas y su tiempo de vida útil.

## CONCLUSIONES

- Se logró sustituir el polirol comercial en las espumas de poliuretano, por el ácido láctico y tres de sus sales: lactato de calcio, lactato de magnesio y lactato de aluminio, obteniendo espumas con buenas características, fisicoquímicas y fisicomecánicas. Los máximos porcentajes de sustitución en cada serie de experimentos fueron: 20% con ácido láctico al 85% espuma D1, 50% con lactato de calcio a partir de carburo de calcio al 10% p/p (LCC1) espuma E4, 50% con lactato de calcio a partir de carburo de calcio al 30% p/p (LCC2) espuma F4, 40% con lactato de calcio a partir de óxido de calcio al 10% p/p (LCO1) espuma G3, 60% con lactato de calcio a partir de óxido de calcio al 20% p/p (LCO2) espuma H5, 40% con lactato de magnesio a partir de carbonato de magnesio 5% p/p (LM1) espuma I3, 40% con lactato de magnesio a partir de carbonato de magnesio 10% p/p (LM2) espuma J3, 50% con lactato de aluminio a partir de hidróxido de aluminio 10 p/p (LA) espuma K4. Además es importante resaltar que estos sustitutos del polirol comercial permitieron obtener desde poliuretanos espumados flexibles hasta rígidos.
- Las pruebas fisicomecánicas mostraron que las espumas de la serie H (lactato de calcio a partir de óxido de calcio 20% p/p) poseen mayor resistencia al impacto Izod que el icopor (poliestireno expandido). A su vez, algunas de las espumas sintetizadas presentan mayor o igual resiliencia que las dos espumas comerciales analizadas, lo que las puede hacer aptas para su utilización en embalaje. Estas espumas son: E1 (20% de polirol sustituido con lactato de calcio a partir de carburo de calcio al 10% p/p), G1 (20% de polirol sustituido con lactato de calcio a partir de óxido de calcio al 10% p/p), J1 (20% de polirol sustituido con lactato de magnesio a partir de carbonato de magnesio al 10% p/p), K1 (20% de polirol sustituido con lactato de aluminio a partir de hidróxido de aluminio al 10% p/p), H3 y H5 (40% y 60% de polirol

sustituido con lactato de calcio a partir de óxido de calcio al 20%, respectivamente), incluso la espuma D1 en donde se incorporó 20% de ácido láctico sin tratamiento alguno.

➤ Todas las espumas sintetizadas presentan una velocidad de propagación de llama menor que las espumas comerciales, lo que hace muy interesante la incorporación del ácido láctico y sus sales (lactatos de calcio, lactato de magnesio y lactato de aluminio), debido a que actúan como retardantes de llama, además de la capacidad de autoextinguido que poseen las espumas: H5, H6 (en donde se incorporó el 60% y 70% de lactato de calcio a partir de óxido de calcio al 20% p/p), K3 y K4 (en donde se incorporó el 40% y 50% de lactato de aluminio). Por lo tanto todas las espumas obtenidas en el laboratorio poseen mejores índices de seguridad que las espumas comerciales sometidas a la prueba.

➤ La capacidad de absorción de agua por parte de las espumas obtenidas en la mayoría de las muestras analizadas es menor que la de la espuma comercial 1. Entre las espumas sintetizadas sobresalen: E6, F1, F2, G1, H1, H3, H5, J1, K1 y K2, estas espumas pueden ser usadas en aplicaciones en donde estén sometidas a condiciones de alta humedad; sin embargo, bajo estas condiciones el tiempo de vida útil de las espumas es muy bajo, dado que son susceptibles al ataque por hongos, el cual se ve favorecido por la cantidad de agua presente en el ambiente. De lo contrario en ambientes secos pueden usarse por largo tiempo sin que sean afectadas sensiblemente por factores ambientales.

➤ En general las espumas sintetizadas se afectan en mayor proporción por los diferentes reactivos químicos en los que fueron evaluadas, en comparación con las espumas comerciales. A excepción de la espuma H5 (60% de polirol sustituido con lactato de calcio a partir de óxido de calcio al

20% p/p) que permanece casi intacta frente a todos los reactivos empleados, incluyendo el ácido sulfúrico que ocasiona más daño a la espuma comercial.

➤ Las espumas sintetizadas a partir de ácido láctico muestran un carácter biodegradable de acuerdo con los resultados obtenidos en los ensayos exploratorios de biodegradabilidad, es decir son susceptibles al ataque biológico de hongos como: *Aspergillus flavus*, *Aspergillus niger*, *Penicilium spp.*

➤ Esta investigación es un aporte original a la industria de los poliuretanos en el país, debido a que hasta este momento no se habían incorporado sales del ácido láctico como sustituto del polirol comercial con una sustitución máxima del 60%.

## RECOMENDACIONES

- Se recomienda evaluar la viabilidad del proceso a nivel industrial, realizando un análisis económico de la sustitución de materia prima costosa (poliol) por el ácido láctico comercial y sus sales como lactato de calcio a partir de carburo de calcio y óxido de calcio, lactato de magnesio y lactato de aluminio, que pueden llegar a ser más económicas, sin olvidar el beneficio ecológico y la variedad de propiedades obtenidas al incorporarlos en estos materiales.
- Determinar la conductividad térmica de las espumas para conocer su capacidad para disminuir los flujos de calor y su eficiencia en el uso como aislante térmico y acústico.
- Observar la evolución irreversible de las propiedades físicas y químicas del material con el tiempo, para ello se recomienda realizar una prueba de envejecimiento artificial para determinar la durabilidad y tiempo de vida media de los poliuretanos sintetizados.
- Realizar un estudio de biodegradabilidad profundo, donde se determine el porcentaje en peso perdido por los poliuretanos bajo la acción de los hongos, además de medir la producción de biomasa por parte de los microorganismos a partir del sustrato: espumas de poliuretano a partir de ácido láctico y sus sales (lactatos de calcio, lactato de magnesio y lactato de aluminio) y evaluar posibles metabolitos secundarios y/o residuos generados durante el proceso de biodegradación.
- Se recomienda caracterizar los poliuretanos obtenidos por otras técnicas analíticas como: microscopía electrónica de transmisión (TEM),

difracción de rayos X de bajos ángulos (SAXD) y resonancia magnética nuclear (RMN).

➤ Se sugiere la preparación de lactatos de otros metales, y el uso de sales de otros ácidos orgánicos polifuncionales, como sustitutos totales o parciales de los polioles, en la formulación de poliuretanos con potencial para el uso en diferentes áreas.

## BIBLIOGRAFÍA

1. Revisión global de los mercados de poliuretano. En: Revista de plásticos modernos. Vol. 82, No. 541, 2001. p. 26-28
2. ACOPLÁSTICOS. Las materias plásticas en Colombia: Principales variables de evolución del trienio 1999-2001. En: Plásticos de Colombia (2002-2003). P. 87-114
3. UNDERKOFER, Leland A. y HICKEY, Richard. Industrial fermentations. Volumen I. USA: Chemical Publishing. 1954. p. 567.
4. SANZ, M<sup>a</sup> A y otros. Ésteres de ácido láctico: producción y aplicaciones. En: Revista Ingeniería Química. Vol. 34, No. 395, Noviembre 2002. p. 51-56.
5. GUTSCHE, David y PASTO, Daniel. Fundamentals of Organic Chemistry. New Jersey: Prentice-Hall, 1995. p. 409, 507.
6. NOLLER, Carl. Química Orgánica. 3<sup>o</sup> edición. México: Interamericana, 1998. p. 445.
7. PRESCOTT, S.C. y DUNN, C.G. Industrial Microbiology. 3<sup>o</sup> edición. New York: Mc Graw-Hill, 1959. p. 234-245.
8. BOLAÑOS, Gustavo; CABRA, Jorge y JIMENEZ, Armando. Modelo de alianza estratégica industria-universidad: El caso del ácido láctico. [On line]. Colombia. Universidad del Valle. Available from internet: [http://: www.univalle.edu.co/ing-quimica/procesos](http://www.univalle.edu.co/ing-quimica/procesos)

9. SAUNDERS, J. Y FRISH, K. Polyurethanes: Chemistry and technology. Vol XVI Part I. United States: John Wiley and Sons. 1964.
10. KRAUSE, A.; LANGE, A.; ELRIN, M. Plastics analysis guide chemical and instrumental methods. Canadá: Hanser Publishers, 1983. p. 1118-123
11. ABRAHAM, Gustavo y MARCOS, Angel. Materiales poliuretánicos: características generales y situación de su investigación y desarrollo en España. En: Revista de plásticos modernos. Vol. 79, No.528. p. 688-701.
12. MARTINEZ, Sergio. Polímeros. 2 edición. Bucaramanga: Publicaciones UIS, 1998. p. 110-111.
13. SULZBACH, Hans-Michael y WIRTH, Juergen. El proceso de la formación de espumas de poliuretanos celulares. En: Revista de plásticos modernos. Vol. 82, No. 545, 2001. p. 544-552.
14. JANAN, Beckerdite. The flexible polyurethane foam handbook. Dow Chemical. Ed. Urethanes unlimited. USA. 1994.
15. MILBY, Robert. Plastic Technology. Los Ángeles: McGraw-Hill, 1973. p.312-318.
16. RODRÍGUEZ, J.A. y SIERRA, A. Tecnologías de procesado del poliuretano. En: Revista de plásticos modernos. Vol. 79, No. 528, 2000. p. 702-708.

17. SANTAMARÍA, R. Y SALVADOR, E. F. Los poliuretanos, su aplicación en el sector de la automoción y su posterior reciclado. En: Revista de plásticos modernos. Vol. 83, No. 549, 2002. p. 270-280.
18. RODRÍGUEZ, J. A. Confort y seguridad con la espuma de poliuretano. En: Revista de plásticos modernos. Vol. 79, No. 525, 2000. p. 297-302.
19. Microbiological degradation. Encyclopedia of polymer science and technology: Plastics, Resins, Rubbers, Fibers. New York: Board. Vol. 4, 1966. p. 716-725.
20. CHRISTENSEN, Clyde. Los hongos y el hombre: Introducción al estudio de los hongos. 2º edición. México: Interamericana, 1964. p. 6-21.
21. ALEXOPOULOS, Constantine. Introductory micology. 2º edición. New York: John Wiley & Sons, 1962. p. 3-37.
22. ARENAS, Roberto. Micología médica ilustrada: Clínica laboratorio y terapéutica. 1º edición. México: Interamericana – McGraw-Hill, 1993. p. 19-27, 37-41.
23. CONANT, Norman y otros. Micología. 3º edición. México: Nueva editorial Interamericana, 1972. p. 518-537.
24. BERNAL, Inés. Análisis de alimentos. 3º edición. Santafé de Bogota: Guadalupe, 1998. p. 11, 244 y 259.
25. The Merck Index. 9º ed. U.S.A.: Merck & Co., 1976. p. 700-701.

26. DURTS, Dupont y GOKEL, George. Química orgánica experimental. España: Reverte, 1985. p. 32-35.
27. PARKER, Sybil. Diccionario McGraw Hill de química. Tomo II. Barcelona: Marcombo. p. 250.
28. CALDERON, J. Espectroscopía infrarroja. Barcelona: Alhambra.
29. AMERICAN SOCIETY OF TESTING AND MATERIALS. Standard test methods for testing Polyurethane raw materials: Determination of Hydroxil Numbers of polyols. Philadelphia, 1988, (ASTM D4274)
30. AMERICAN SOCIETY OF TESTING AND MATERIALS. Standard methods of testing for flexible cellular materials-slab, bonded, and molded urethane foams. Philadelphia, 1986, (ASTM D3574)
31. AMERICAN SOCIETY OF TESTING AND MATERIALS. Standar methods for determination of resilience. Philadelphia, 1986, (ASTM D2632)
32. AMERICAN SOCIETY OF TESTING AND MATERIALS. Standard test methods for Impact Resistance of Plastics and electrical Insulanting Materials. Philadelphia, 1988, (ASTM D256)
33. AMERICAN SOCIETY OF TESTING AND MATERIALS. Standard test method for water absorption of plastics. Philadelphia, 1988, (ASTM D570)

34. AMERICAN SOCIETY OF TESTING AND MATERIALS. Standard test methods for determining the flammability characteristics of Nonrigid Solid Plastics. Philadelphia, 1988, (ASTM D4804)
  
35. AMERICAN SOCIETY OF TESTING AND MATERIALS. Standard test method for resistance of plastics to chemical reagents. Philadelphia, 1987, (ASTM D543)
  
36. JOHN, J., Mcketta, Jr. y DONALD, F. Encyclopedia of chemical technology second completely revised. New York: Interscience Publishers a division of John Wiley & sons, Inc. Vol. 11, 1970. p. 544-549.

## ANEXO A

### PRUEBAS PRELIMINARES

Los primeros ensayos consistieron en probar como reaccionaba el ácido láctico con cada una de los reactivos de la formulación por separado. En todos los ensayos se trabajo con 3 gramos de ácido láctico.

**Tabla A1.** Reacción del ácido láctico con cada uno de los reactantes

Reactantes	Temperatura (25° C)	Temperatura (60-70° C)
2.5 g TDI	Leve espumación	Espuma hueca
0.06 g Amina	No reaccionó	No hubo reacción. El ácido láctico se oscurece.
0.09 g silicona	No reaccionó	No hubo reacción. El ácido láctico se oscurece.
0.01 g Octoato de estaño	No hubo espumación	Formación de un sólido duro.

En la siguiente tabla se encuentran las cantidades de los reactivos utilizados en los ensayos preliminares, en estos ensayos se mantuvieron constantes la 0.06 g de silicona 0.06 g de amina y 2.5 g de TDI.

**Tabla A2.** Pruebas preliminares de la sustitución del polioliol

Acido láctico [g]	Glicoles [g]	Poliol [g]	Observaciones
3.0	-	3.0	Espuma frágil de celda homogénea
1.5	1.5 Etilenglicol	3.0	Espuma hueca, frágil de celda homogénea
1.5	1.5 Propilenglicol	3.0	Espuma frágil, las celdas no son homogéneas
1.5	1.5 Hexilenglicol	3.0	La mezcla no reacciona completamente y la espuma colapsa

## ANEXO B

### SÍNTESIS PRELIMINAR DE ESPUMAS DE POLIURETANO

Las cantidades utilizadas de cada uno de los reactivos fueron calculadas con base en la formulación comercial para espumas de poliuretano<sup>[11]</sup>

**Tabla B1.** Datos de la formulación comercial y la formulación utilizada experimentalmente en el laboratorio

Reactivo	Formulación comercial <sup>[11]</sup>	Formulación experimental
Poliol	100 g	6 g
Agente espumante (agua)	3,20 g	0,192 g
Surfactante de silicona	1,50 g	0,09 g
Catalizador de amina	0,28 g	0,016 g
Catalizador metálico	0,28 g	0,03 g
Isocianato	41,6 g	2,5 g

**Tabla B2.** Sustitución del polioliol por ácido láctico al 85% en la formulación comercial a escala de laboratorio

No.	AL [g]	Poliol [g]	TDI [g]	Amina [g]	Silicona [g]	Porcentaje de sustitución
1	1,2	4,8	2,5	0,016	0,09	20%
2	1,8	4,2	2,5	0,016	0,09	30%
3	2,4	3,6	2,5	0,016	0,09	40%
4	3,0	3,0	2,5	0,016	0,09	50%
5	3,6	2,4	2,5	0,016	0,09	60%
6	4,2	1,8	2,5	0,016	0,09	70%

## ANEXO C

### FORMULACIÓN Y OBSERVACIONES DE LAS ESPUMAS SINTETIZADAS

**Tabla C1.** Efecto de la cantidad de TDI en la espuma al 30% de ácido láctico (Serie A)

No.	AL [g]	Poliol [g]	TDI [g]	Amina [g]	Silicona [g]	Observaciones
A1	1,8	4,2	1,5	0,016	0,09	Espuma muerta, se deshace al tacto, celda muy pequeña.
A2	1,8	4,2	1,7	0,016	0,09	Espuma muerta, se deshace al tacto, mayor tamaño de celda.
A3	1,8	4,2	2,0	0,016	0,09	Baja consistencia, se deshace, no es resiliente al tacto.
A4	1,8	4,2	2,2	0,016	0,09	Mejor consistencia, aún se desborona, celda más grande.
A5	1,8	4,2	2,5	0,016	0,09	Buena consistencia, no desborona, resiliente al tacto, celda cerrada y homogénea
A6	1,8	4,2	2,7	0,016	0,09	Buena consistencia, no desborona, resiliente al tacto, celda cerrada, homogénea de mayor tamaño.

**Tabla C2.** Efecto de la cantidad de amina en la espuma al 30% de ácido láctico (Serie B)

No.	AL [g]	Poliol [g]	TDI [g]	Amina [g]	Silicona [g]	Observaciones
B1	1,8	4,2	2,5	0	0,09	Espuma muerta, celda homogénea, no es resiliente.
B2	1,8	4,2	2,5	0,016	0,09	Se desborona, baja consistencia, presenta baja resiliencia al tacto.
B3	1,8	4,2	2,5	0,03	0,09	Celda homogénea, buena consistencia, resiliente al tacto.
B4	1,8	4,2	2,5	0,06	0,09	Celda homogénea, buena consistencia, resiliente al tacto.
B5	1,8	4,2	2,5	0,09	0,09	Celda homogénea, consistente al tacto, resiliente al tacto.
B6	1,8	4,2	2,5	0,12	0,09	Celda grande, homogénea, buena consistencia y resiliencia al tacto.

**Tabla C3.** Efecto de la cantidad de silicona en la espuma al 30% de ácido láctico (Serie C)

No.	AL [g]	Poliol [g]	TDI [g]	Amina [g]	Silicona [g]	Observaciones
C1	1,8	4,2	2,5	0,03	0	La espuma colapsó, se observan celdas groseras.
C2	1,8	4,2	2,5	0,03	0,02	Celdas poco homogéneas, se desborona, no es resiliente al tacto.
C3	1,8	4,2	2,5	0,03	0,04	Celdas más homogéneas, presenta más consistencia.
C4	1,8	4,2	2,5	0,03	0,06	Celdas pequeñas y homogéneas, presenta consistencia al tacto.
C5	1,8	4,2	2,5	0,03	0,09	Celdas pequeñas y homogéneas, presenta consistencia y resiliencia al tacto.
C6	1,8	4,2	2,5	0,03	0,12	Celdas pequeñas y homogéneas, presenta consistencia y resiliencia al tacto.

**Tabla C4.** Incorporación del ácido láctico a la formulación establecida experimentalmente

No.	AL [g]	Poliol [g]	TDI [g]	Amina [g]	Silicona [g]	Observaciones
D1	1,2	4,8	2,5	0,03	0,09	Celda abierta, homogénea, presenta buena consistencia y resiliencia al tacto.
D2	1,8	4,2	2,5	0,03	0,09	Celda abierta, homogénea, presenta buena consistencia y resiliencia al tacto.
D3	2,4	3,6	2,5	0,03	0,09	Celda abierta, homogénea, baja consistencia, posee poca resiliencia al tacto.
D4	3,0	3,0	2,5	0,03	0,09	Celda cerrada, homogénea, se deshace, no posee resiliencia al tacto
D5	3,6	2,4	2,5	0,03	0,09	Espuma muerta, frágil, celda cerrada, no posee resiliencia al tacto.
D6	4.2	1.8	2.5	0.03	0.09	Espuma muerta, frágil, celda cerrada, no posee resiliencia al tacto.

## ANEXO D

### INCORPORACIÓN DE LOS LACTATOS EN LA FORMULACIÓN DE LAS ESPUMAS DE POLIURETANO

Tabla D1. Efecto del lactato de calcio al 10% p/p de carburo de calcio

No.	Lactato de Calcio [g]	Poliol [g]	TDI [g]	Amina [g]	Silicona [g]	Observaciones
E1	1,2	4,8	2,5	0,03	0,09	Celda cerrada, homogénea, presenta buena consistencia y alta dureza.
E2	1,8	4,2	2,5	0,03	0,09	Celda abierta, de menor tamaño, homogénea, buena consistencia.
E3	2,4	3,6	2,5	0,03	0,09	Celda abierta homogénea, presenta buena consistencia y resiliencia al tacto.
E4	3,0	3,0	2,5	0,03	0,09	Celda abierta homogénea, presenta resiliencia al tacto.
E5	3,6	2,4	2,5	0,03	0,09	Celda abierta poco homogénea, presenta menor consistencia.
E6	4,2	1,8	2,5	0,03	0,09	Espuma muerta, baja consistencia, se desborona.

**Tabla D2.** Efecto del lactato de calcio al 30% p/p de carburo de calcio

No.	Lactato de Calcio [g]	Poliol [g]	TDI [g]	Amina [g]	Silicona [g]	Observaciones
F1	1,2	4,8	2,5	0,03	0,09	Espuma dura, de piel plastificada, celda abierta, espuma poco.
F2	1,8	4,2	2,5	0,03	0,09	Espuma dura, celda más grande y abierta, piel plastificada, espuma más.
F3	2,4	3,6	2,5	0,03	0,09	Celda abierta, espuma menos dura. Faltó agitación.
F4	3,0	3,0	2,5	0,03	0,09	Espuma más suave, resiliente al tacto, celda abierta no uniforme.
F5	3,6	2,4	2,5	0,03	0,09	El lactato no se disuelve en el polioli y la espuma colapsa.
F6	4,2	1,8	2,5	0,03	0,09	El lactato no se disuelve en el polioli y la espuma colapsa.

**Tabla D3.** Efecto del lactato de calcio al 10% p/p de cal viva

No.	Lactato de Calcio [g]	Poliol [g]	TDI [g]	Amina [g]	Silicona [g]	Observaciones
G1	1,2	4,8	2,5	0,03	0,09	Espuma dura, celda cerrada y pequeña, espuma poco.
G2	1,8	4,2	2,5	0,03	0,09	Espuma más dura, celda abierta, resiliente al tacto.
G3	2,4	3,6	2,5	0,03	0,09	Espuma de celda abierta, presenta buena consistencia y resiliencia al tacto.
G4	3,0	3,0	2,5	0,03	0,09	Celda abierta, no uniforme, no presenta resiliencia al tacto.
G5	3,6	2,4	2,5	0,03	0,09	Celda abierta, no uniforme, presenta huecos, baja resiliencia, consistencia al tacto
G6	4,2	1,8	2,5	0,03	0,09	Presenta muy baja consistencia dimensional.

**Tabla D4.** Efecto del lactato de calcio al 20% p/p de cal viva

No.	Lactato de Calcio [g]	Poliol [g]	TDI [g]	Amina [g]	Silicona [g]	Observaciones
H1	1,2	4,8	2,5	0,03	0,09	Espuma rígida, celda homogénea cerrada, muy buena consistencia.
H2	1,8	4,2	2,5	0,03	0,09	Espuma rígida, de apariencia y consistencia similar a la anterior.
H3	2,4	3,6	2,5	0,03	0,09	Espuma rígida, celda cerrada de mayor tamaño. Buena consistencia.
H4	3,0	3,0	2,5	0,03	0,09	Espuma rígida, celda cerrada de mayor tamaño que la anterior. Buena consistencia.
H5	3,6	2,4	2,5	0,03	0,09	Espuma más dura, celda cerrada de mayor tamaño. Buena consistencia.
H6	4,2	1,8	2,5	0,03	0,09	Espuma dura, celda abierta de mayor tamaño, presenta problemas de mezclado.

**Tabla D5.** Efecto del lactato de magnesio al 5% p/p de carbonato de magnesio

No.	Lactato de Magnesio [g]	Poliol [g]	TDI [g]	Amina [g]	Silicona [g]	Observaciones
I1	1,2	4,8	2,5	0,03	0,09	Espuma dura, celda abierta, homogénea, piel plastificada.
I2	1,8	4,2	2,5	0,03	0,09	Celda abierta de mayor tamaño, resiliente al tacto, piel plastificada.
I3	2,4	3,6	2,5	0,03	0,09	Celda abierta uniforme, espuma resiliente al tacto, presenta piel plastificada.
I4	3,0	3,0	2,5	0,03	0,09	Celda abierta de mayor tamaño no homogénea, no presenta resiliencia al tacto y tiene problemas de agitación.
I5	3,6	2,4	2,5	0,03	0,09	Celda abierta de mayor tamaño, se desborona, presenta huecos y no es resiliente.
I6	4,2	1,8	2,5	0,03	0,09	Esta espuma colapsó.

**Tabla D6.** Efecto del lactato de magnesio al 10% p/p de carbonato de magnesio

No.	Lactato de Magnesio [g]	Poliol [g]	TDI [g]	Amina [g]	Silicona [g]	Observaciones
J1	1,2	4,8	2,5	0,03	0,09	Espuma dura, buena consistencia, celda uniforme.
J2	1,8	4,2	2,5	0,03	0,09	Espuma resiliente, buena consistencia, celda poco uniforme.
J3	2,4	3,6	2,5	0,03	0,09	Espuma resiliente, celda abierta más grande.
J4	3,0	3,0	2,5	0,03	0,09	Celda abierta pequeña poco homogénea, presenta baja consistencia y poca resiliencia.
J5	3,6	2,4	2,5	0,03	0,09	Celda pequeña no uniforme, presenta baja consistencia.
J6	4,2	1,8	2,5	0,03	0,09	Espuma muerta, celdas abiertas poca consistencia.

**Tabla D7.** Efecto del lactato de aluminio al 10% p/p de hidróxido de aluminio

No.	Lactato de Aluminio [g]	Poliol [g]	TDI [g]	Amina [g]	Silicona [g]	Observaciones
K1	1,2	4,8	2,5	0,03	0,09	Espuma dura, celda pequeña, piel brillante. Muy buena consistencia.
K2	1,8	4,2	2,5	0,03	0,09	Celda pequeña homogénea. Espuma dura. Muy buena consistencia
K3	2,4	3,6	2,5	0,03	0,09	Celda abierta homogénea, buena consistencia y resiliencia al tacto.
K4	3,0	3,0	2,5	0,03	0,09	Celda abierta, espuma suave, consistente y resiliente al tacto.
K5	3,6	2,4	2,5	0,03	0,09	Celda abierta, poco consistente, espuma suave.
K6	4,2	1,8	2,5	0,03	0,09	Celda abierta no uniforme, poco consistente, colapsa.

## ANEXO E

### DENSIDAD DE LAS ESPUMAS DE POLIURETANO

**Tabla E1.** Efecto de los Reactivos: TDI (A), amina(B), silicona(C) y el ácido láctico (D) sobre la densidad de las espumas.

Muestra	Densidad dato1 [Kg/m <sup>3</sup> ]	Densidad dato 2 [Kg/m <sup>3</sup> ]	Promedio
A1	169,08	98,05	133,56
A2	64,25	49,70	56,97
A3	51,57	49,20	50,38
A4	52,00	40,64	46,32
A5	33,07	40,36	36,71
A6	29,13	34,48	31,80
B1	42,47	43,81	43,14
B2	43,52	45,26	44,39
B3	38,42	36,24	37,33
B4	38,64	47,11	42,87
B5	41,10	46,58	43,84
B6	40,54	56,5	48,52
C2	45,43	45,61	45,52
C3	36,98	40,95	38,96
C4	38,56	38,40	38,48
C5	38,02	38,63	38,32
C6	32,62	35,64	34,13
D1	54,84	44,31	49,57
D2	47,58	38,04	42,81
D3	30,45	34,60	32,52
D4	36,68	32,58	34,63
D5	32,88	33,54	33,21
D6	38,72	38,48	38,60

**Tabla E2.** Efecto del lactato de calcio a partir de carburo de calcio sobre la densidad de las espumas

<b>Muestra</b>	<b>Densidad de las espumas LCC1 [Kg/m<sup>3</sup>]</b>	<b>Muestra</b>	<b>Densidad de las espumas LCC2 [Kg/m<sup>3</sup>]</b>
E1	279,01	F1	152,42
E2	112,93	F2	113,48
E3	55,29	F3	95,63
E4	61,02	F4	55,40

**Tabla E3.** Efecto del lactato calcio a partir de óxido de calcio, sobre la densidad de las espumas

<b>Muestra</b>	<b>Densidad de las espumas LCO1 [Kg/m<sup>3</sup>]</b>	<b>Muestra</b>	<b>Densidad de las espumas LCO2 [Kg/m<sup>3</sup>]</b>
G1	299,55	H1	394,00
G2	63,77	H2	420,00
G3	42,92	H3	446,75
G4	29,62	H4	382,75
G5	35,37	H5	390,50
G6	40,50	H6	520,00

**Tabla E4.** Efecto del lactato de Magnesio sobre la densidad de las espumas

<b>Muestra</b>	<b>Densidad de las espumas LM1 [Kg/m<sup>3</sup>]</b>	<b>Muestra</b>	<b>Densidad de las espumas LM2 [Kg/m<sup>3</sup>]</b>
I1	54,10	J1	145,72
I2	52,96	J2	39,50
I3	37,08	J3	34,47
I4	36,96	J4	45,33
I5	46,90	J5	41,27
I6	42,50	J6	38,38

**Tabla E5.** Efecto del lactato de Aluminio sobre la densidad de las espumas

<b>Muestra</b>	<b>Densidad 1 de las espumas con LA [Kg/m<sup>3</sup>]</b>	<b>Densidad 2 de las espumas con LA [Kg/m<sup>3</sup>]</b>	<b>Promedio</b>
K1	280,80	261,28	271,04
K2	135,91	147,90	141,90
K3	63,20	33,80	48,50
K4	73,81	75,80	74,80
K5	66,94	127,70	97,32
K6	62,80	78,40	70,60

## ANEXO F

### RESILIENCIA

Tabla F1. Datos de resiliencia a temperatura ambiente (25°C)

Muestra	Densidad [Kg/m <sup>3</sup> ]	%Rebote
A2	56,97	0,5
A5	36,71	2,0
A6	31,80	2,8
B1	43,14	2,5
B4	42,87	2,0
B5	43,84	13
C3	38,96	2,0
C4	38,48	1,5
C5	38,32	1,0
C6	34,13	2,0
D1	49,57	4,0
E1	279,01	18
E2	112,93	8,0
E3	55,29	0,5
F1	152,42	8,0
F2	113,48	7,0
G1	299,55	13
G2	63,77	6,0
G3	42,92	3,8
H2	420,00	12
H3	446,75	18
H4	385,75	13
H5	390,00	12

**Tabla F1.** Datos de resiliencia a temperatura ambiente (25°C) (continuación)

<b>Muestra</b>	<b>Densidad [Kg/m<sup>3</sup>]</b>	<b>%Rebote</b>
I1	54,10	5,0
I2	52,96	3,0
J1	145,72	6,0
J2	39,50	2,5
J3	34,47	1,5
K1	271,04	10
K2	141,90	4,0
K3	48,50	3,5
K4	74,80	1,0
Comercial 1	18,00	4,0
Comercial 2	26,00	5,0

## ANEXO G

### RESISTENCIA AL IMPACTO

**Tabla G1.** Datos resistencia al impacto por el ensayo Izod.

<b>Muestra</b>	<b>Resistencia al impacto [Lib-pie]</b>	<b>Angulo</b>
E1	1,1	110°
E2	1,1	110°
F1	1,1	110°
G1	1,2	109°
H2	1,4	107°
H4	1,2	109°
H5	1,2	109°
H6	1,0	111°
K1	1,3	108°
Poliestireno expandido (icopor)	1,1	110°

## ANEXO H

### DUREZA

**Tabla H1.** Datos dureza Shore A.

<b>Muestra</b>	<b>Dureza Shore A</b>	<b>Dureza Shore A</b>	<b>Dureza Shore A</b>	<b>Promedio</b>
E1	5,0	5,0	5,0	5,0
F1	15	15	15	15
H1	50	55	50	51,6
H2	40	40	50	43,3
H3	45	45	45	45
H4	50	45	45	46,6
H5	65	65	70	66,6
H6	70	70	65	68,3
K1	20	20	20	20
K2	15	20	20	18,3
K4	10	10	10	10
K5	5,0	5,0	5,0	5,0

**ANEXO J**  
**ABSORCION DE AGUA**

**Tabla I1.** Datos de absorción de agua

<b>Muestra</b>	<b>Peso inicial [g]</b>	<b>Volumen inicial [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Peso final [g]</b>	<b>Volumen final [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Diferencia en peso [g]</b>	<b>% Absorbido</b>
A4	0,26910	4,89	3,19133	4,37	2,92225	1086,01
A5	0,22704	6,64	4,16071	5,39	4,38775	1932,58
A6	0,19700	6,53	4,67723	5,89	4,87423	2474,22
B1	0,21120	6,38	4,56789	4,98	4,35589	2062,44
B2	0,35015	6,38	3,69635	3,95	3,34620	955,64
B3	0,23026	6,14	3,86221	4,99	3,63195	1577,32
C3	0,27937	8,08	4,50842	4,78	4,22905	1513,78
C4	0,24606	6,38	4,26239	4,56	4,01633	1632,25
C6	0,20900	6,54	4,64333	5,42	4,43433	2121,68
D4	0,20409	6,04	3,29321	4,18	3,08912	1513,60
D5	0,25534	4,69	3,12068	3,98	2,86534	1122,16
D6	0,34900	6,63	5,13380	5,89	4,78480	1371,00
E3	0,18480	6,17	3,97644	5,39	3,79164	2051,75
E4	0,31600	7,17	5,40277	6,38	5,08677	1609,73
E5	0,40800	5,15	3,74600	3,93	3,33800	818,137
E6	0,93021	5,21	2,93622	5,23	2,00601	215,651
F1	0,13909	0,91	0,65622	0,82	0,51713	371,795
F2	0,19474	1,14	0,87200	1,14	0,67726	347,776
F4	0,04987	0,89	0,64470	0,80	0,59483	1192,76

<b>Muestra</b>	<b>Peso Inicial [g]</b>	<b>Volumen Inicial [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Peso Final [g]</b>	<b>Volumen Final [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Peso Final [g]</b>	<b>% Absorbido</b>
G1	0,77744	2,65	1,67661	2,65	0,89917	115,657
G2	0,45600	6,74	5,04057	6,64	4,58457	1005,38
G3	0,20900	5,49	4,12871	5,24	3,91971	1875,45
G4	0,22085	5,84	3,55542	4,91	3,33457	1509,88
H1	0,14838	0,37	0,28968	0,37	0,14130	95,2284
H3	0,17975	0,52	0,40941	0,55	0,22966	127,766
H5	0,11014	0,44	0,40557	0,44	0,29543	268,231
I1	0,17115	2,15	1,58641	2,40	1,41526	826,912
I3	0,19647	5,03	2,86546	3,94	2,66899	1358,47
I4	0,21560	8,08	4,65415	6,32	4,43855	2058,69
I5	0,10596	2,9	1,27617	1,82	1,17021	1104,38
J1	0,55218	4,69	2,62686	3,77	2,07468	375,725
J2	0,33983	7,62	4,84327	6,13	4,50344	1325,20
J3	0,22000	6,79	4,47700	5,20	4,25700	1935,00
K1	0,99708	3,92	2,56060	3,92	1,56352	156,809
K2	0,58299	4,49	3,36800	4,42	2,78501	477,711
K3	0,44830	5,49	4,11142	6,13	3,66312	817,113
K4	0,47239	6,28	4,05885	5,59	3,58646	759,215
Cial. 1	0,07908	4,98	1,57542	5,52	1,49634	1892,18

**ANEXO K**  
**VELOCIDAD DE LLAMA**

**Tabla J1.** Datos correspondientes a la prueba de velocidad de llama

<b>Muestra</b>	<b>Densidad [Kg/m<sup>3</sup>]</b>	<b>L[cm]</b>	<b>Tiempo [s]</b>	<b>Velocidad de llama [cm/s]</b>	<b>Observaciones</b>
D1	49,575	5	39,04	0,1280	Llama amarilla mediana, humo negro, goteo
D2	42,81	2	16,08	0,1243	Llama amarilla, humo negro, goteo
D3	32,255	5	25,75	0,1944	Llama amarilla, goteo quemado no uniforme humo negro
D4	34,63	5	27,22	0,1836	Llama amarilla Poco goteo y humo negro
D5	53,21	3	Auto extingui ble	Auto extingui ble	Auto extingui ble, llama pequeña.
D6	38,6	4	Auto extingui ble	Auto extingui ble	Auto extingui ble, llama muy pequeña, no hay humo.
E2	112,93	5	31,32	0,1596	Llama amarilla, humo negro, goteo
E3	55,29	5	21,97	0,2275	Llama amarilla, humo negro, goteo
E4	61,02	5	27,06	0,1847	Disminuye el humo negro y el goteo
E5	56.89	5	34,66	0,1442	Llama amarilla, humo negro, goteo

Muestra	Densidad	L[cm]	Tiempo [s]	Velocidad de llama [cm/s]	Observaciones
E6	177,66	5	32,63	0,1532	Humo negro, goteo menor, llama amarilla
F1	152,42	5	50,94	0,09815	Llama amarilla, goteo abundante, humo negro
F2	113,48	5	52,25	0,9569	Llama amarilla, goteo y humo abundante
F3	95,63	5	27,28	0,1832	Menor humo negro y goteo.
F4	55,4	5	30,09	0,1661	Aumenta el tamaño de llama, goteo.
G1	299,55	5	51,74	0,0966	Llama amarilla grande, chisporroteo, humo negro abundante
G2	63,77	5	36,83	0,1357	Llama grande, humo negro, goteo.
G3	42,92	4	20,61	0,1940	Llama amarilla, humo negro, poco goteo
G4	29,62	5	26,75	0,1869	Llama mediana, humo, goteo chisporroteo
G5	35,37	5	17,02	0,2937	Menor goteo y humo negro.
H1	394	5	191,09	0,03527	Llama amarilla mediana, humo negro
H2	420	5	159,31	0,03138	Llama amarilla, humo negro.
H3	446,75	5	140,31	0,03563	Llama amarilla, humo negro, ceniza negra

Muestra	Densidad	L[cm]	Tiempo [s]	Velocidad de llama [cm/s]	Observaciones
H4	382,75	5	151,12	0.03308	Llama amarilla menor, humo negro.
H5	390,5	5	229.94	0.02174	Llama pequeña, auto extingible, humo negro
H6	520	3	296.22	0.01013	autoextinguible, llama muy pequeña, humo blanco.
I1	54,1	5	29,04	0,1721	Llama amarilla, goteo, humo negro
I2	52,96	5	19,04	0,2626	Llama amarilla sin oxígeno, no hay goteo
I3	37,08	5	24,545	0,2037	Llama amarilla humo negro, ceniza blanca
I4	36,96	3	10,38	0,2890	Llama amarilla, menor humo, no hay goteo
I5	46,9	3	14,34	0,2092	Llama amarilla, poco humo negro.
I6	42,5	5	23,84	0,2097	Llama amarilla, no hay goteo, poco humo.
J1	145,72	4	17,02	0,2350	Llama amarilla grande, chisporroteo, goteo mínimo, humo negro
J2	39,5	4	12,35	0,3238	Llama amarilla grande, humo negro, no hay goteo

Muestra	Densidad	L[cm]	Tiempo [s]	Velocidad de llama [cm/s]	Observaciones
J3	34,47	5	9,18	0,4655	Llama amarilla, humo negro, cenizas negras
J4	45,33	4	11,06	0,3616	Llama amarilla, no hay humo negro, ni goteo
J5	41,27	3	9,76	0,3073	Llama amarilla pequeña, hay cenizas
J6	38,38	3	14,64	0,2049	Llama amarilla muy pequeña, cenizas
K1	271,04	5	193,09	0,0258	Llama amarilla, no hay humo, goteo.
K2	141,905	5	128,25	0,0389	Llama amarilla mediana, goteo
K3	48,5	5	90,91	0,0549	Llama amarilla pequeña, goteo, autoextinguible.
K4	74,805	5	74,25	0,0673	Llama amarilla pequeña, auto extingible.
K5	97,32	5	36,35	0,1375	Llama amarilla, poco goteo y humo
K6	70,6	5	32,01	0,1562	Goteo, humo negro, llama fuliginosa
Cial. 1	18	5	6,72	0,7440	Llama amarilla, goteo y humo negro abundante
Cial. 2	26	5	10,06	0,4970	Llama amarilla, goteo y humo negro abundante

**ANEXO L**  
**RESISTENCIA A LOS REACTIVOS QUÍMICOS**

**Tabla K1.** Datos resistencia al etanol 96%

<b>Muestra</b>	<b>Peso inicial [g]</b>	<b>Volumen Inicial [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Peso final [g]</b>	<b>Volumen final [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Diferencia en peso [g]</b>	<b>% Absorbido</b>
D1	0,1700	4,00	2,4071	disolvió	disolvió	Disolvió
E3	0,0770	1,15	1,0006	0,83	0,9236	92,304
F2	0,1106	1,00	1,1511	1,87	1,0405	90,391
G3	0,1468	2,56	3,0416	5,47	2,8947	95,171
H5	0,1636	0,40	0,4980	0,60	0,3344	67,148
I3	0,1500	4,00	2,7326	6,72	2,5826	94,510
J3	0,1210	2,16	1,4847	1,00	1,3637	91,850
K3	0,1807	0,75	1,3686	2,24	1,1878	86,791
Comercial 1	0,0737	4,00	3,9016	6,62	3,8278	98,109

**Tabla K2.** Resistencia a la acetona

<b>Muestra</b>	<b>Peso inicial [g]</b>	<b>Volumen Inicial [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Peso final [g]</b>	<b>Volumen final [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Diferencia en peso [g]</b>	<b>% Absorbido</b>
D1	0,1582	4,00	disolvió	disolvió	disolvió	Disolvió
E3	0,0881	1,89	0,2253	0,20	0,1372	60,898
F2	0,1060	1,30	1,0060	2,19	0,9000	89,460
G3	0,1421	2,70	2,6895	2,57	2,5473	94,715
H5	0,2326	0,40	0,7140	1,00	0,4813	67,410
I3	0,1754	4,00	1,7521	3,70	1,5767	89,986
J3	0,1122	2,01	1,0280	1,17	0,9157	89,080
K3	0,1843	0,75	1,1982	2,64	1,0139	84,614
Comercial 1	0,0687	4,00	2,4893	9,52	2,4206	97,239

**Tabla K3.** Resistencia al hidróxido de sodio 1N

<b>Muestra</b>	<b>Peso inicial [g]</b>	<b>Volumen Inicial [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Peso final [g]</b>	<b>Volumen final [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Diferencia en peso [g]</b>	<b>% Absorbido</b>
D1	0,1778	4,0	3,2050	3,78	3,0271	94,449
E3	0,1352	3,15	1,8177	2,49	1,6824	92,558
F2	0,0810	0,88	0,8074	0,96	0,7264	89,960
G3	0,1543	2,66	2,2299	2,39	2,0756	93,080
H5	0,2441	0,60	0,6505	0,54	0,4064	62,473
I3	0,1451	4,00	2,0649	6,15	1,9197	92,971
J3	0,1140	1,44	1,5531	1,38	1,4391	92,660
K3	0,0873	0,86	0,6265	0,56	0,5392	86,061
Comercial 1	0,0642	3,61	1,4529	3,76	1,3887	95,579

**Tabla K4.** Resistencia al ácido sulfúrico 1% v/v

<b>Muestra</b>	<b>Peso inicial [g]</b>	<b>Volumen Inicial [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Peso final [g]</b>	<b>Volumen final [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Diferencia en peso [g]</b>	<b>% Absorbido</b>
D1	0,1540	4,00	disolvió	disolvió	disolvió	Disolvió
E3	0,1193	0,36	disolvió	disolvió	disolvió	Disolvió
F2	0,1700	1,30	disolvió	disolvió	disolvió	Disolvió
G3	0,1670	2,66	disolvió	disolvió	disolvió	Disolvió
H5	0,1461	0,40	0,9903	2,73	0,8441	85,245
I3	0,1203	4,00	disolvió	disolvió	disolvió	Disolvió
J3	0,1192	2,80	disolvió	disolvió	disolvió	Disolvió
K3	0,1761	0,75	disolvió	disolvió	disolvió	Disolvió
Comercial1	0,0645	4,00	4,5529	2,39	4,4883	98,582

**Tabla K5.** Resistencia a la gasolina

<b>Muestra</b>	<b>Peso inicial [g]</b>	<b>Volumen Inicial [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Peso final [g]</b>	<b>Volumen final [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Diferencia en peso [g]</b>	<b>% Absorbido</b>
D1	0,1834	4,00	2,8009	4,15	2,6175	93,449
E3	0,1344	3,48	2,0706	4,32	1,9361	93,505
F2	0,1439	0,64	0,6431	1,21	0,4991	77,615
G3	0,1876	3,36	1,8880	3,74	1,7003	90,060
H5	0,1814	0,42	0,5070	0,88	0,3256	64,223
I3	0,1250	3,07	1,7490	2,66	1,6240	92,853
J3	0,1633	1,89	1,7890	3,02	1,6256	90,871
K3	0,2565	1,45	0,5789	1,22	0,3223	55,686
Comercial1	0,0766	4,00	3,1309	5,52	3,0543	97,552

**Tabla K6.** Resistencia al keroseno.

<b>Muestra</b>	<b>Peso inicial [g]</b>	<b>Volumen Inicial [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Peso final [g]</b>	<b>Volumen final [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Diferencia en peso [g]</b>	<b>% Absorbido</b>
D1	0,1707	4,00	2,2070	4,20	2,036	92,262
E3	0,0860	2,68	1,8314	2,16	1,745	95,304
F2	0,1375	1,30	0,4378	1,00	0,300	68,576
G3	0,2096	3,04	1,2573	3,30	1,047	83,328
H5	0,1493	0,40	0,2908	1,54	0,141	48,671
I3	0,1760	4,00	1,4243	7,20	1,248	87,642
J3	0,1601	2,43	1,6759	2,97	1,515	90,446
K3	0,1840	0,75	0,6274	0,90	0,443	70,676
Comercial1	0,0539	4,00	2,3039	4,00	2,250	97,660

**Tabla K7.** Resistencia a la solución de detergente 0.1% p/v.

<b>Muestra</b>	<b>Peso inicial [g]</b>	<b>Volumen Inicial [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Peso final [g]</b>	<b>Volumen final [cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Diferencia en peso [g]</b>	<b>% Absorbido</b>
D1	0,1826	4,00	2,7081	3,61	2,5255	93,257
E3	0,0789	1,95	1,2655	1,76	1,1865	93,758
F2	0,0926	1,30	0,6949	1,10	0,6023	86,674
G3	0,2205	3,30	1,9589	3,42	1,7384	88,743
H5	0,1642	0,40	0,2837	0,50	0,1194	42,110
I3	0,1330	4,00	2,3244	3,80	2,1914	94,278
J3	0,1090	6,07	2,1152	2,90	2,0062	94,846
K3	0,1948	0,75	0,8440	1,20	0,6492	76,918
Comercial1	0,0695	4,00	3,8760	4,18	3,8064	98,206

## ANEXO M

### ANÁLISIS POR CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)

Figura M1. Termograma de DSC para la muestra D3

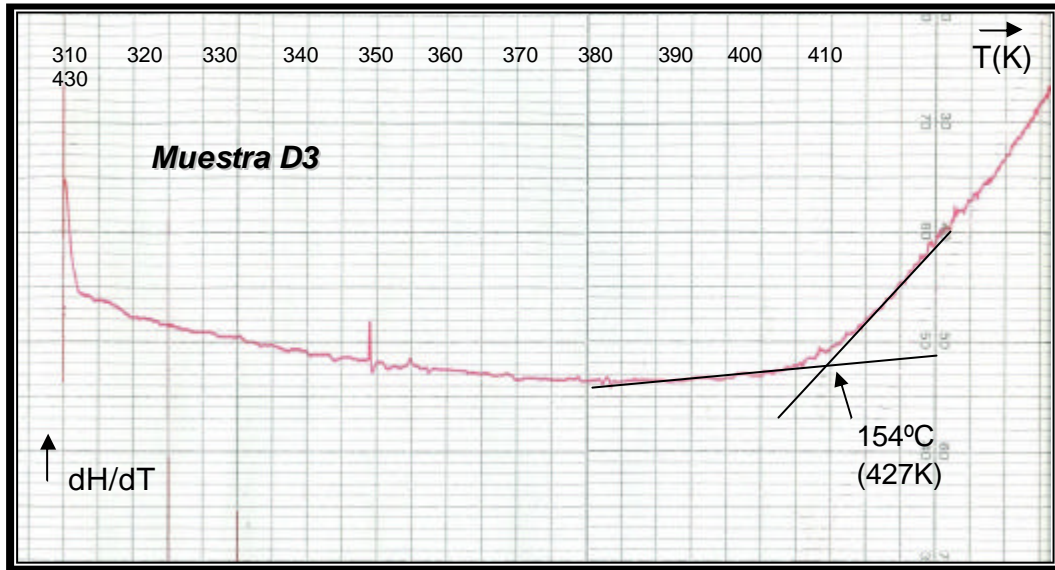
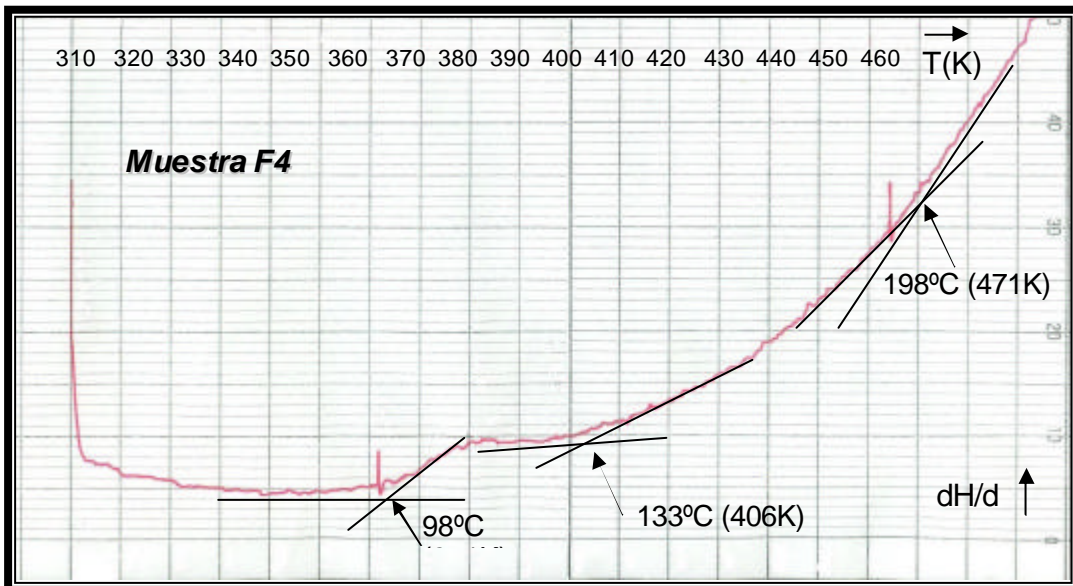
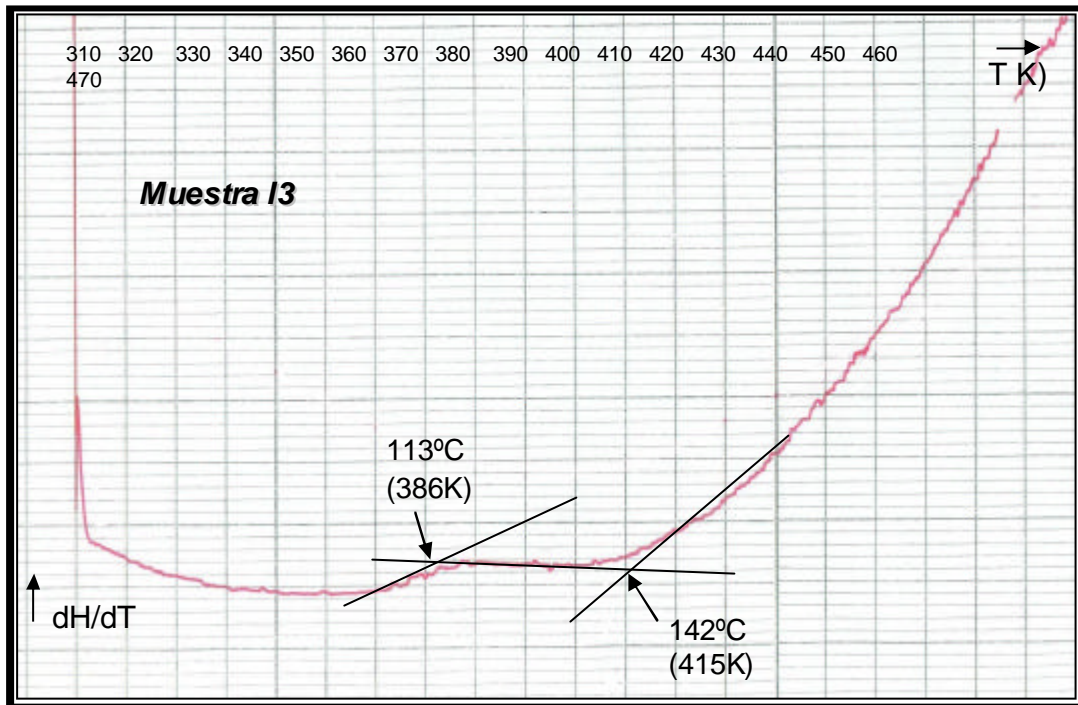


Figura M2. Termograma de DSC para la muestra F4



**Figura M3.** Termograma de DSC para la muestra I3



**Figura M4.** Termograma de DSC para la muestra K3

