

Síntesis y caracterización: reciclaje de aceites vegetales

Bello Cynthia, De Alva Hugo E., Rivera José L., Robledo Juan G.

División de Estudios de Posgrado e Investigación del Instituto Tecnológico de Ciudad Madero, Juventino Rosas y Jesús Urueta s/n Col. Los Mangos, C.P. 89440, Ciudad Madero, Tamaulipas, México. Tel., Fax., (833) 2-15-85-44. E-Mail. cynthiabello9@yahoo.com.mx

1. Resumen

Se sintetizaron materiales poliméricos preparados a partir de aceite vegetal comestible reciclado, divinilbenceno y estireno, por una reacción de copolimerización catiónica a diferentes concentraciones iniciales. La reacción fue catalizada con dietileneterato de trifloruro de boro $\text{BF}_3 \cdot \text{OEt}_2$ (BFE). Los materiales poliméricos obtenidos son materiales termoestables entrecruzados. El análisis de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR), detecta los grupos funcionales de los polímeros. El análisis termogravimétrico (TGA) nos muestra la buena estabilidad que presentan los materiales poliméricos, son materiales termoestables a temperaturas menores que 200°C y tienden a descomponerse en tres etapas. El análisis de dinámico-mecánico (DMA), nos muestra los módulos elásticos de los material. Se describe la pérdida de peso del material polimérico provocada por la degradación enzimática con esterasa.

2. Introducción.

En trabajos de Li y col. estudiaron el aceite de soya-estireno-divinilbenceno, utilizando diversos agentes entrecruzantes como el divinilbenceno (DVB), norbornadieno (NBD) y dicitlopentadieno (DCP), comprobaron que el divinilbenceno es el mejor entrecruzante para los aceites vegetales y utilizaron el dietileneterato de trifloruro de boro ($\text{BF}_3 \cdot \text{OEt}_2$, BFE) como iniciador catiónico (Li y Larock, 2000, Li y Larock 2001).

El estudio más reciente, se obtuvieron plásticos termoestables preparados por copolimerización catiónica de aceite de olivo, cacahuete, canola, maíz, soya, girasol, soya de baja saturación, nuez y linaza con divinilbenceno o una combinación de co-monómeros de estireno y divinilbenceno catalizado con dietileneterato de trifloruro de boro (Andjelkovic y col., 2005). Por ello el presente estudio complementa lo ya realizado sobre este tema.

3. Condiciones Experimentales.

3.1 Materiales.

El aceite vegetal comestible que se empleó en este estudio, fue recolectado y filtrado para ser reciclado después de ser empleado en la preparación de alimentos. El dietileneterato de trifloruro de boro ($\text{BF}_3 \cdot \text{OEt}_2$, BFE), grado reactivo, usado como iniciador de la copolimerización catiónica del aceite vegetal de comestible reciclable (ALDRICH, USA). El estireno con una pureza del 99% e inhibido con 10-15ppm de 4-ter-butilcatecol (SIGMA-ALDRICH, USA). El agente entrecruzante divinilbenceno, 80% mezcla de isómeros e inhibido con 1000ppm de 4-ter-butilcatecol (ALDRICH, USA).

3.2 Preparación de muestras.

El material polimérico fue preparado por una reacción de copolimerización catiónica del aceite vegetal comestible reciclado, utilizando el estireno (co-monómero) y divinilbenceno (co-monómero usado como agente entrecruzante), iniciada por el dietileneterato de trifloruro de boro.

Las cantidades deseadas de estireno y divinilbenceno son agregadas al aceite vegetal comestible reciclado en un molde de aluminio. La mezcla es agitada vigorosamente seguida de la adición de la cantidad adecuada del iniciador dietileneterato de trifloruro de boro $\text{BF}_3 \cdot \text{OEt}_2$ (BFE). La cantidad total de reactantes son 10 gr. Se deja reposar 2 horas, posteriormente el molde se calienta a una temperatura de 100-110°C, el tiempo necesario para que la reacción se lleve a cabo. Por último se mantiene a temperatura controlada de 70°C por 3 hrs para eliminación de monómeros residuales.

4. Resultados y discusión.

4.1. Resultados de la espectroscopia infrarroja.

En la figura 1 se muestra los espectros de las muestras del polímero AVCR-S-DVB-BFE y AVCR-DVB-BFE (figura 1), donde se asocian las bandas a su grupos funcionales.

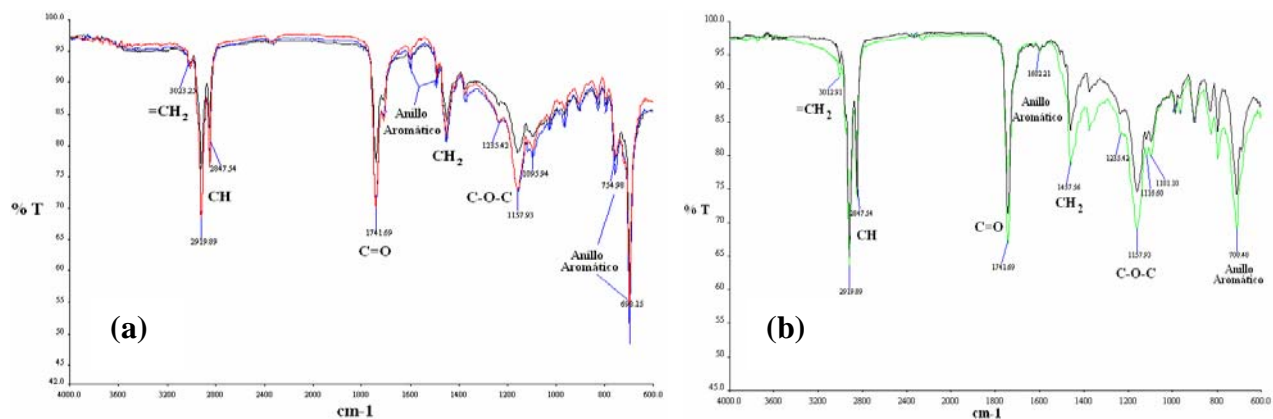


Figura 1. Espectro de las muestras de polímero que contiene a) AVCR-S-DVB-BFE y b) AVCR-DVB-BFE.

4.3. Resultados del análisis dinámico mecánico.

Inicialmente se tienen módulos de almacenamiento constantes a bajas temperaturas. Conforme la temperatura aumenta, el modulo de almacenamiento decrece gradualmente. Los materiales poliméricos que presentan módulos de almacenamiento altos, se asocia con el incremento de la cantidad de S y DVB, aumentando la rigidez del material asociado con el aumento del grado de entrecruzamiento.

Al incrementar el AVCR en la composición del polímero, decrecen los módulos de almacenamiento debido al bajo grado de entrecruzamiento, provocando que las cadenas se deformen más fácil, asociado a una reducción en T_g y decrecimiento de la rigidez del material (figura 2).

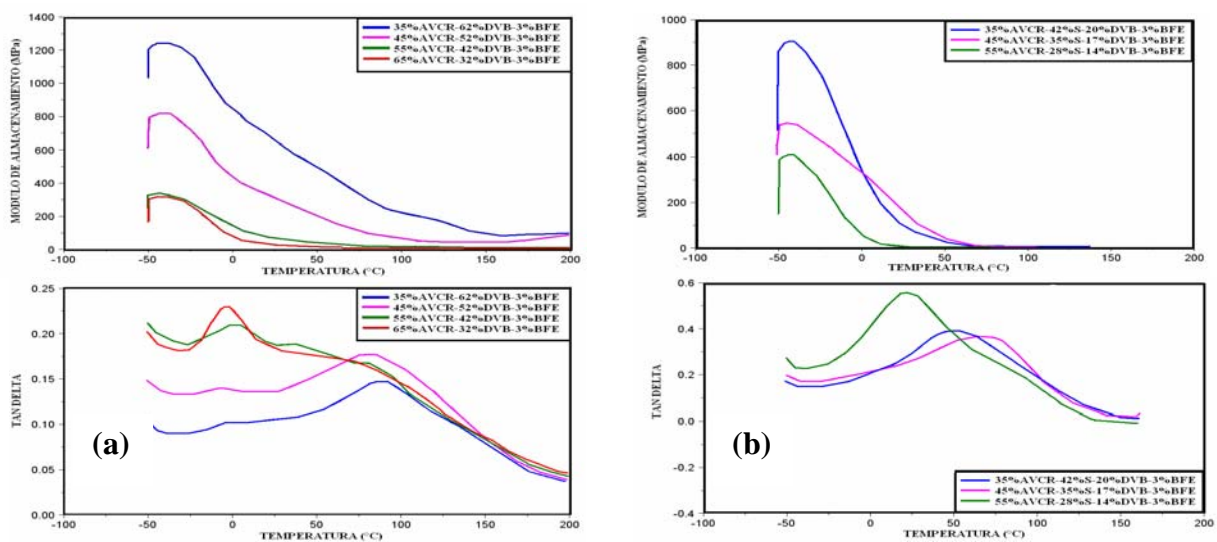


Figura 2. Curvas de DMA de los módulos de almacenamientos y tan delta de a) AVCR-DVB-BFE y b) AVCR-S-DVB-BFE.

4.3. Resultados del análisis termogravimétrico.

Las muestra que contiene AVCR-DVB-BFE y AVCR-S-DVB-BFE, son relativamente estables, su descomposición de los materiales ocurre arriba de los 200-250°C. Esta descomposición ocurre en 3 fases. La primer fase de degradación (200-350°C) se asocia con la evaporación y descomposición de AVCR no reaccionado y otros componentes solubles en el material. La segunda etapa (350-500°C) corresponde a la degradación y a la formación de carbono enlazada a la estructura del polímero. La tercer etapa (>500°C) se asocia a un oxidación gradual de carbono residual. Ambos materiales siguen una tendencia de degradación térmica (figura 3), donde se logró observar que a mayor porcentaje de aceite, el polímero va perdiendo su estabilidad térmica y el residuo de ceniza va disminuyendo. Debido a la disminución en las cantidades de DVB y S, asociado con un decrecimiento en el grado de entrecruzamiento de los materiales poliméricos.

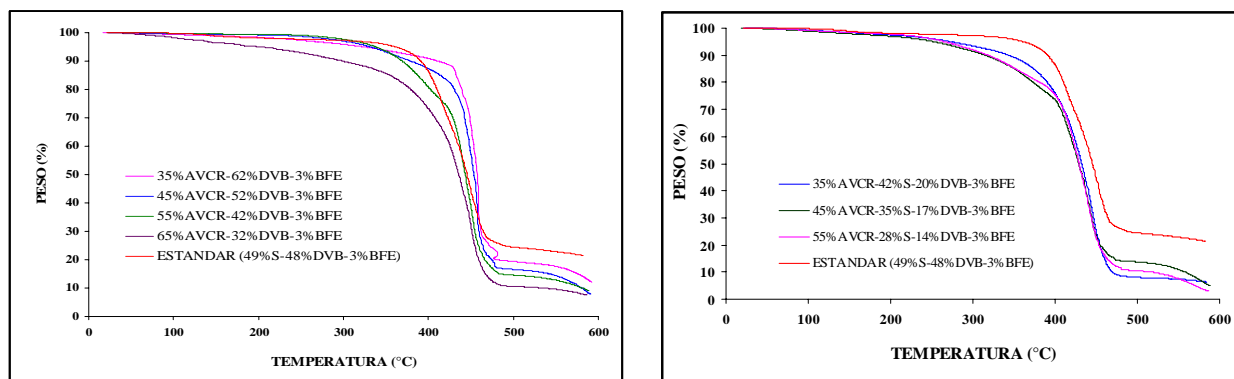


Figura 3. Curvas de TGA de las muestras AVCR-DVB-BFE y AVCR-S-DVB-BFE

4.4. Degradación Enzimática.

Para este estudio se selecciono una tipo de enzima para que atacara los grupos ésteres del triglicérido. Esta enzima fue a esterasa. Los resultados obtenidos en estas pruebas de degradación enzimática sobre las muestras de AVCR-DVB-BFE y AVCR-S-DVB-BFE (figura 5), donde se puede observar que la muestra que contiene mayor porcentaje de aceite vegetal comestible presenta un pérdida en peso hasta de un 14.2 % y 12.5%. Esto se debe a que los grupos ésteres se localizan en las moléculas de triglicérido del aceite comestible reciclado.

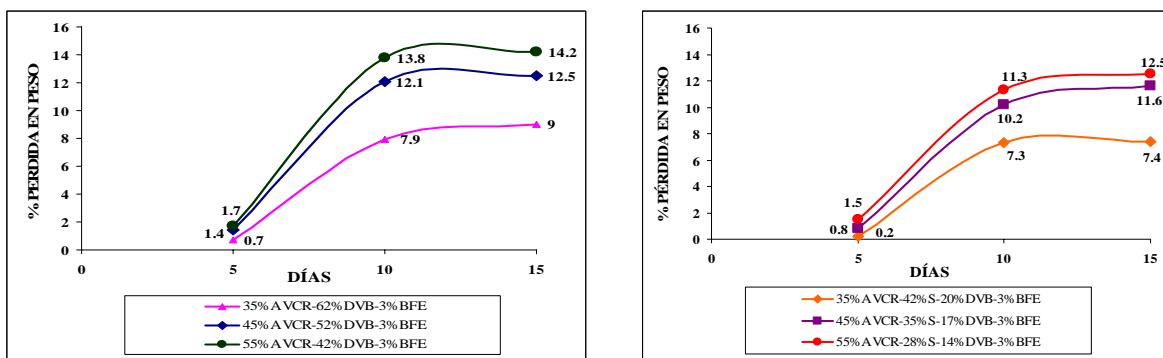


Figura 5. Gráfica del porcentaje de pérdida en peso de las muestras AVCR-S-DVB-BFE y AVCR-DVB-BFE.

5. Conclusiones.

Los materiales poliméricos obtenidos a partir de aceites reciclados presentan una estructura reticulada, presentando buenas propiedades térmicas lo que indica que puede ser procesado en un rango no mayor de los 200-250 ° C. Estos polímeros que se lograron obtener, tiene gran impacto ambiental, debido al uso del aceite vegetal comestible que es un recurso renovable en la síntesis de los materiales poliméricos. Al darle un uso al aceite vegetal que esta siendo desechado se evita que este tenga un destino final inadecuado, el cual seria que llegara a los mantos acuíferos, ya que un litro de aceite vegetal comestible contamina mil litros de agua. Una aplicación para este tipo de materiales poliméricos es la fabricación de películas agrícolas, las cuales se colocarán en los sembradíos para evitar que la fruta sea dañada por alguna plaga.

6. Referencias.

- 1) Li F., Larock R.C., 2000, New Soybean Oil-Styrene-Divinylbenze Thermosetting Copolymers. I. Synthesis and Characterization,, *Polymer* **41** (2) : 658-670
- 2) Li F., Larock R.C., 2001, New Soybean Oil-Styrene-Divinylbenze Thermosetting Copolymers. V. Shape Memory Effect, **42** (4) : 1533-1543.
- 3) Andjelkovic D., Valverde M. Henna P., Li F., Larock R.C., 2005, Novel thermosets prepared by cationic copolymerization of various vegetable oil-synthesis and their structure-property relationships, *Polymer*, 46 (23); 9674-9685.