

**UNIVERSIDAD POLITÉCNICA SALESIANA  
SEDE QUITO**

**CARRERA: INGENIERÍA AMBIENTAL**

**Tesis previa a la obtención del título de: INGENIERA AMBIENTAL**

**TEMA:**

**ESTUDIO DE LA BIODEGRADACIÓN DE BOLSAS OXO-  
BIODEGRADABLES UTILIZANDO COMPOST MADURO SECO, CON  
AIREACIÓN Y SIMULANDO CONDICIONES AMBIENTALES DE  
HUMEDAD Y TEMPERATURA DE UN RELLENO SANITARIO UBICADO  
EN LA COSTA ECUATORIANA.**

**AUTORA:**

**MARÍA ISABEL SANDOVAL MOREIRA**

**DIRECTORA:**

**ELENA DEL ROCÍO COYAGO CRUZ**

**Quito, junio de 2014**

**DECLARATORIA DE RESPONSABILIDAD Y AUTORIZACIÓN DE USO  
DEL TRABAJO DE TITULACIÓN**

Yo, autorizo a la Universidad Politécnica Salesiana la publicación total o parcial de este trabajo de titulación y su reproducción sin fines de lucro.

Además, declaro que los conceptos y análisis desarrollados y las conclusiones del presente trabajo son de exclusiva responsabilidad del autor.

Quito, junio 2014

---

María Isabel Sandoval Moreira  
C.C. 1719746982

## **DEDICATORIA**

A mis padres por ser el pilar fundamental en mi formación personal y académica, por ser mi ejemplo para seguir adelante ante las dificultades de la vida.

A mis grandes amigas Nelly, Daniela y Mabe con quienes compartimos tantas experiencias y juntas cumplimos el sueño de culminar nuestra carrera.

## **AGRADECIMIENTO**

Agradezco a aquellas personas que colaboraron en la realización del trabajo, a la Ing .Elena Coyago e Ing. Ximena Borja directoras de esta investigación, por la orientación, el seguimiento y la supervisión.

## ÍNDICE

<b>INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>1</b>
<b>CAPÍTULO 1 .....</b>	<b>2</b>
<b>REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>2</b>
1.1 Polímeros.....	2
1.1.1 Estructura molecular. ....	3
1.1.2 Clasificación de los polímeros según su origen.....	4
1.1.3 Clasificación en base al comportamiento térmico. ....	6
1.1.4 Metodologías utilizadas para la identificación y cuantificación de polímeros. ....	9
<i>1.1.4.1 Cuantificación de peso. ....</i>	<i>9</i>
<i>1.1.4.2 Cuantificación de espesor.....</i>	<i>9</i>
<i>1.1.4.3 Calorimetría diferencial de barrido.....</i>	<i>9</i>
<i>1.1.4.5 Espectroscopia de infrarrojo. ....</i>	<i>11</i>
<i>1.1.4.6 Prueba de tensión.....</i>	<i>12</i>
1.2 Plásticos.....	13
1.2.1 Estructura molecular de los plásticos.....	14
1.2.2 Características de los plásticos.....	14
1.2.3 Bolsas de plástico.....	16
<i>1.2.3.2 Manufactura de las bolsas de plástico. ....</i>	<i>18</i>
1.2.4 Bolsas biodegradables. ....	18
<i>1.2.4.1 Tipos de bolsas biodegradables según su composición. ....</i>	<i>19</i>
<i>1.2.4.2 Tipos de bolsas según el nivel de biodegradabilidad.....</i>	<i>19</i>
1.3 Biodegradabilidad.....	20
1.3.1 Bolsas oxo-biodegradables. ....	20
1.3.2 Tipos de degradación.....	22
<i>1.3.2.1 Degradación térmica.....</i>	<i>22</i>
<i>1.3.2.2 Degradación por radiación. ....</i>	<i>23</i>
<i>1.3.2.3 Degradación mecánica.....</i>	<i>23</i>
<i>1.3.2.4 Degradación por ataque químico.....</i>	<i>23</i>
<i>1.3.2.5 Biodegradación. ....</i>	<i>24</i>
1.4 Disposición de la basura .....	24

1.4.1 Características.....	24
1.4.2 Relleno sanitario de Manta.....	25
1.4.3 Compost.....	26
<b>CAPÍTULO 2.....</b>	<b>27</b>
<b>METODOLOGÍA.....</b>	<b>27</b>
2.1 Selección de cadenas de venta de productos en Manta.....	27
2.2 Muestreo de bolsas oxo-biodegradables.....	27
2.3 Estudio de biodegradabilidad.....	27
2.3.1 Exposición a radiación UV.....	27
2.3.2 Determinación de las condiciones ambientales.....	28
2.3.3 Diseño del biorreactor.....	28
2.3.4 Medición de parámetros de degradación en las bolsas.....	29
2.3.4.1 Prueba de peso y espesor.....	29
2.3.4.2 Prueba de tensión.....	29
2.3.4.3 Prueba de infrarrojo.....	30
2.3.4.3 Prueba de DSC.....	30
<b>CAPÍTULO 3.....</b>	<b>32</b>
<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....</b>	<b>32</b>
3.1. Selección de cadenas de venta de productos en Manta.....	32
3.2. Muestreo de bolsas oxo-biodegradables.....	32
3.3. Estudio de biodegradabilidad.....	33
3.3.1 Exposición a radiación UV.....	33
3.3.2 Determinación de las condiciones ambientales.....	34
3.3.3 Diseño del biorreactor.....	36
3.3.4 Medición de parámetros de degradación en las bolsas.....	40
3.3.4.1 Pruebas de peso y espesor.....	40
3.3.4.2 Prueba de tensión.....	49
3.3.4.3 Prueba de infrarrojo.....	52
3.3.4.4 Prueba de DSC.....	57
<b>CONCLUSIONES.....</b>	<b>58</b>

<b>RECOMENDACIONES.....</b>	<b>60</b>
<b>LISTA DE REFERENCIAS.....</b>	<b>61</b>
<b>GLOSARIO DE TÉRMINOS .....</b>	<b>64</b>
<b>UNIDADES .....</b>	<b>65</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. <i>Expendio de bolsas normales y oxo-biodegradables en Manta</i> .....	32
Tabla 2. <i>Datos de temperatura y humedad del relleno sanitario de Manta</i> .....	35
Tabla 3. <i>Resultados FT-IR muestra 1</i> .....	53
Tabla 4. <i>Resultados FT-IR muestra 2</i> .....	54
Tabla 5. <i>Resultado FT-IR muestra 3</i> .....	55
Tabla 6. <i>Resultados de FT-IR muestra 4</i> .....	56
Tabla 7. <i>Resultados DSC de las 4 muestras</i> .....	57

## ÍNDICE DE FIGURAS

<i>Figura 1.</i> Estructura molecular del polímero. ....	2
<i>Figura 2.</i> Estructura lineal .....	3
<i>Figura 3.</i> Estructura ramificada.....	3
<i>Figura 4.</i> Estructura entrelazada .....	4
<i>Figura 5.</i> Estructura en red .....	4
<i>Figura 6.</i> Transformación de la celobiosa en celulosa .....	5
<i>Figura 7.</i> Formación de nitrocelulosa a partir de celulosa y ácido nítrico .....	5
<i>Figura 8.</i> Formación del nylon.....	6
<i>Figura 9.</i> Estructura molecular del termoplástico polipropileno .....	6
<i>Figura 10.</i> Estructura molecular del caucho natural.....	7
<i>Figura 11.</i> Estructura molecular de termoestables .....	7
<i>Figura 12.</i> Formulación del hidrocarburo.....	8
<i>Figura 13.</i> Formulación del hidrocarburo de baja densidad .....	9
<i>Figura 14.</i> Representación esquemática de un termograma obtenido por DSC. ....	10
<i>Figura 15.</i> Esquema de los elementos que constituyen un calorímetro diferencial de barrido. ....	11
<i>Figura 16.</i> Espectro infrarrojo de un aminoácido.. ....	12
<i>Figura 17.</i> Curva generaliza para de tensión-deformación para plásticos.....	13
<i>Figura 18.</i> Enlaces covalentes en las moléculas de etileno y acetileno.....	14
<i>Figura 19.</i> Proceso de producción de bolsa de plástico.....	18
<i>Figura 20.</i> Relleno sanitario de Manta. ....	26
<i>Figura 21.</i> Exposición de bolsas oxo-biodegradables a radiación solar.....	33
<i>Figura 22.</i> Fragmentación de las muestras expuestas al sol .....	33
<i>Figura 23.</i> Ubicación del Relleno sanitario de Manta.....	34
<i>Figura 24.</i> Carta de control de temperatura .....	35
<i>Figura 25.</i> Carta de control de humedad .....	36
<i>Figura 26.</i> Diseño del biorreactor .....	37
<i>Figura 27.</i> Construcción del biorreactor.....	37
<i>Figura 28.</i> Controlador de temperatura/humedad .....	38
<i>Figura 29.</i> Colocación de gravas en el biorreactor.....	38
<i>Figura 30.</i> Biorreactor .....	39
<i>Figura 31.</i> Muestras recortadas de 12x12 cm .....	40

<i>Figura 32.</i> Colocación de muestras en los biorreactores .....	40
<i>Figura 33.</i> Evolución del peso muestra 1 .....	41
<i>Figura 34.</i> Evolución del peso muestra 2 .....	42
<i>Figura 35.</i> Evolución del peso muestra 3 .....	43
<i>Figura 36.</i> Evolución del peso muestra 4 .....	44
<i>Figura 37.</i> Evolución del espesor muestra 1 .....	45
<i>Figura 38.</i> Evolución del espesor muestra 2.....	46
<i>Figura 39.</i> Evolución del espesor muestra 3.....	47
<i>Figura 40.</i> Evolución del espesor muestra 4.....	48
<i>Figura 41.</i> Rotura de la muestra 1 .....	49
<i>Figura 42.</i> Rotura de la muestra 2.....	50
<i>Figura 43.</i> Rotura de la muestra 3.....	51
<i>Figura 44.</i> Rotura de la muestra 4.....	51

## ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo 1. ASTM D6954 – 04 “Guía estándar para la exposición y prueba de plásticos se degradan en el medio ambiente por una combinación de oxidación y biodegradación” .....	71
Anexo 2. “D 882-02. Método estándar de prueba para propiedades tensiles de láminas plásticas delgadas” .....	74
Anexo 3. ASTM D- 3418 -99 “Métodos estándar de prueba para temperatura de transición de polímeros por calorimetría diferencial de barrido” .....	78
Anexo 4. Espectro FT-IR de los 4 tipos de muestras seleccionadas .....	82

## **RESUMEN**

El presente trabajo permitió el estudio de la biodegradabilidad de cuatro tipos de bolsas oxo-biodegradables utilizadas para la venta de productos, simulando condiciones ambientales de un relleno sanitario ubicado en la ciudad de Manta.

Se partió de un estudio de campo que involucró la caracterización de las grandes cadenas de venta de productos en la ciudad de Manta, se procedió a la recolección y selección de cuatro muestras de bolsas más utilizadas en el expendio. Las cuales fueron sometidas a radiación solar durante dos meses, posteriormente se utilizó diferentes sustratos donde las muestras fueron sembradas y se simuló condiciones de temperatura y humedad por 3 meses dentro de un biorreactor.

La cuantificación de la degradación se realizó evaluando las propiedades físicas, mecánicas, térmicas y espectroscópicas, con lo cual se constató que las muestras sometidas a experimentación presentaron un inicio de degradación donde existió disminución en el peso molecular, espesor y resistencia a la tracción y formación de grupos carbonilos por oxidación.

## **ABSTRACT**

This work allowed the study of the biodegradability of four types of oxo - biodegradable bags used to sell products, simulating environmental conditions of a landfill located in the city of Manta.

It started from a field study involving the characterization of large chains selling products in the city; we proceeded to the collection and selection of 4 samples of bags with greater impact of consumption. Which were subjected to solar radiation for two months, then the samples were seeded in different substrates and conditions of temperature and humidity was simulated for 3 months in a bioreactor.

The quantification of biodegradation is carried out by assessing the physical, mechanical , thermal and spectroscopic properties , where by it was found that the samples subjected to testing showed an onset of biodegradation where there was decrease in the molecular weight , thickness and tensile strength , formation carbonyl groups by oxidation and constant melt temperature.

## INTRODUCCIÓN

Desde su introducción a finales de 1970, las bolsas de plástico se han convertido en un elemento muy común hasta la actualidad. Los materiales plásticos juegan un papel muy importante en nuestra vida cotidiana. A lo largo del mundo la demanda de plásticos sigue creciendo rápidamente y como consecuencia de ello el problema de la basura plástica está creciendo, debido a su baja capacidad de descomposición generando contaminación (Koc, Simsek, & Bilsegü, 2008, p. 380).

Para evitar esto, se ha introducido una nueva generación de plásticos biodegradables al mercado que se prevé que crezca de manera significativa. El uso de materiales biodegradables puede ser una solución para reducir la acumulación de materiales plásticos en el medio ambiente. (Ojeda T. , Dalmolin, Forte, & Jacques, 2008, p. 965).

Como objetivos del trabajo se tiene estudiar la degradación de bolsas oxo-biodegradables utilizando tierra compostable madura seca, con aireación y húmeda, simulando condiciones ambientales de humedad y temperatura de un relleno sanitario ubicado en la ciudad de Manta, realizar un muestreo de bolsas plásticas oxo-biodegradables utilizadas en las grandes cadenas de venta de productos y seleccionar cuatro tipos de bolsas plásticas oxo-biodegradables.

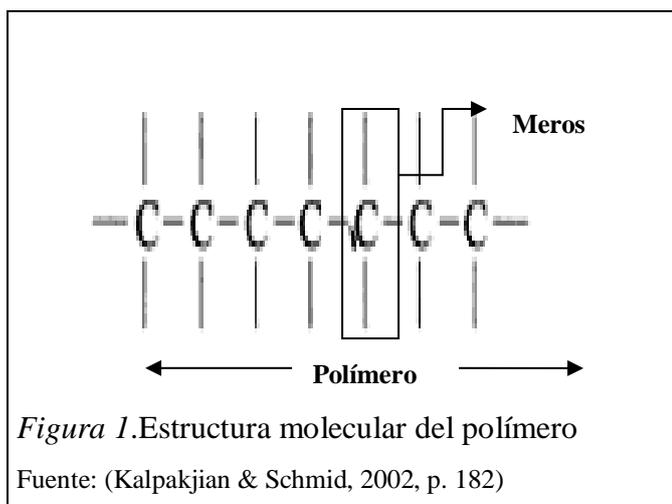
# CAPÍTULO 1

## REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

### 1.1. Polímeros

La palabra polímero se deriva del griego poli muchas y meros partes (Vincent, 2006, p. 9). Las moléculas poliméricas se caracterizan por su gran tamaño, una característica que las distingue de la mayor parte de otros compuestos químicos orgánicos (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 179).

Los polímeros son moléculas que se forman por polimerización, esto es por el enlace de diferentes monómeros que constituyen la base de un polímero. En algunos casos la repetición es lineal como se observa en la figura 1 y en otros casos las cadenas son *ramificadas* o interconectadas formando retículos tridimensionales (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 182).



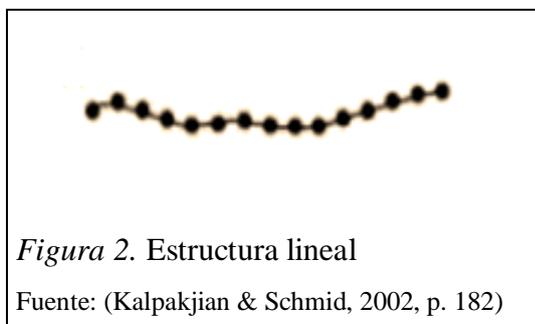
Cada polímero tiene propiedades físicas y químicas diferentes, de acuerdo al monómero de cual proviene, pero también en relación al número de unidades de monómeros que se han juntado y la forma en que lo han hecho (Leidinger, 1997, p. 143).

### 1.1. 1 Estructura molecular.

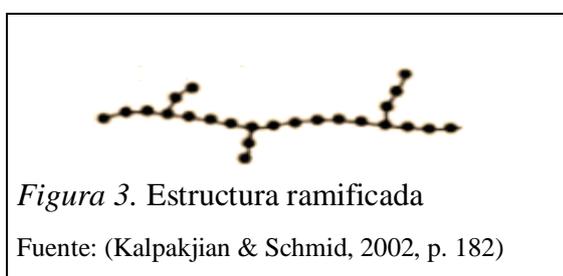
Las propiedades de los polímeros dependen de las estructuras de las moléculas poliméricas individuales en lo que se refiere a forma, tamaño y en el modo en que están organizadas para formar una estructura (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 179).

Según la forma de las macromoléculas, los polímeros pueden ser:

- a) **Polímeros lineales:** Son aquellos que poseen una estructura secuencial como se muestra en la figura 2. Poseen algunas cadenas ramificadas y algunas entrelazadas; debido a estas ramificaciones y entrelazamientos pueden modificarse las propiedades del mismo (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 182).

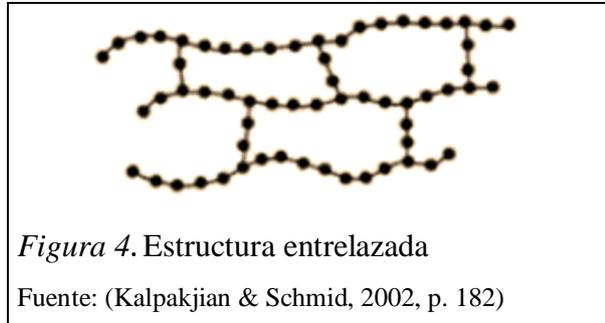


- b) **Polímeros ramificados:** Poseen cadenas de ramas laterales que se conectan a la cadena principal durante la síntesis del polímero como se muestra en la figura 3. Esta ramificación interfiere con el movimiento relativo de las cadenas moleculares, como resultado se incrementa la resistencia a la deformación y la resistencia al agrietamiento por esfuerzo (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 182).

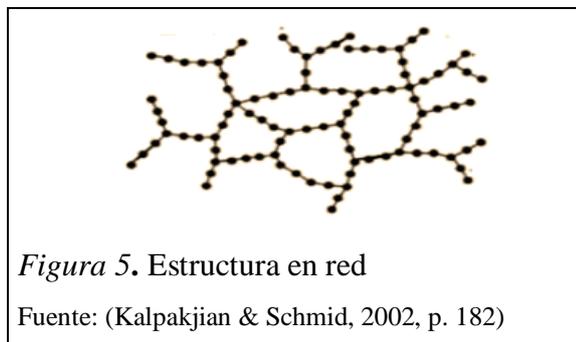


- c) **Polímeros entrecruzados:** Tienen cadenas adyacentes unidas por enlaces covalentes, se les conoce como termoestables. El enlace cruzado tiene una

importante influencia en las propiedades del polímero por lo general impartiendo dureza, resistencia, rigidez, fragilidad y una mejor estabilidad dimensional como se observa en la figura 4 (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 182).



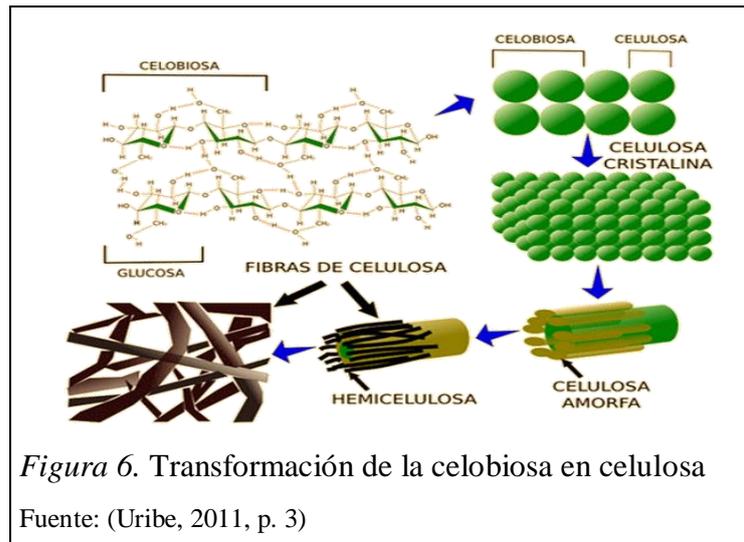
- d) **Polímeros en red:** Están formados de redes espaciales (tridimensionales) con tres o más enlaces covalentes activos como se muestra en la figura 5. Un polímero muy entrelazado también se considera como un polímero en red (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 182).



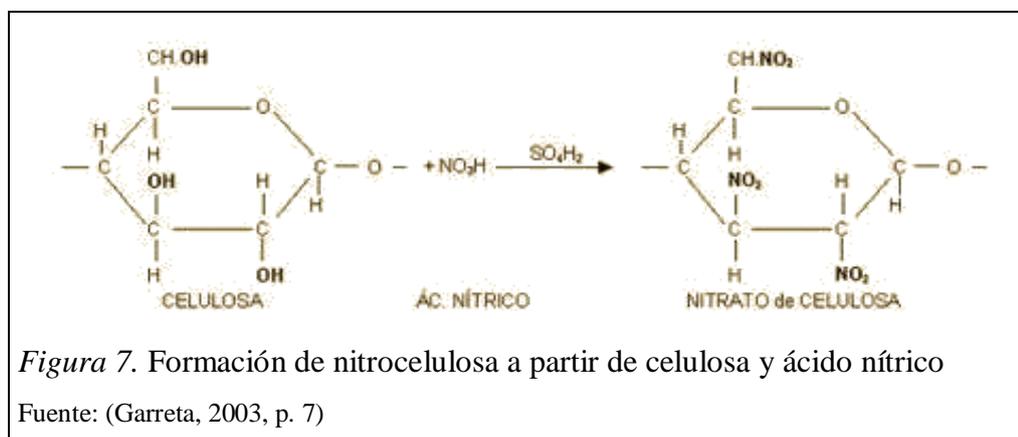
### 1.1.2. Clasificación de los polímeros según su origen.

Los polímeros según su origen se clasifican en:

- **Polímeros naturales:** Son polímeros provenientes tanto del reino vegetal como del reino animal; así por ejemplo, las plantas a partir del monómero celobiosa sintetizan materiales de sostén, como la celulosa, que forma la estructura de las plantas como se observa en la figura 6 y las proteínas que son polímeros de los aminoácidos, que son componentes estructurales de los seres vivos (Leidinger, 1997, p. 144).



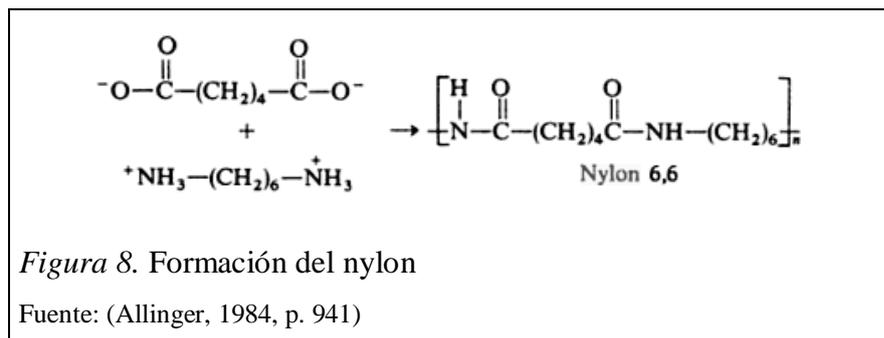
- Polímeros naturales modificados:** Son aquellos que se obtienen por el tratamiento de polímeros naturales por medios químicos, así por ejemplo, partiendo de la celulosa tratada con ácido nítrico se obtiene nitrocelulosa como se observa en la figura 7. Esta sustancia es soluble en algunos solventes y permite la preparación de fibras sintéticas y de películas fotográficas. También a partir del almidón se fabrican las dextrinas, de gran uso en la producción de pegamentos (Leidinger, 1997, p. 144).



- Polímeros Sintéticos:** Sus monómeros son productos orgánicos que provienen de la petroquímica o de la carboquímica, obteniendo así polímeros muy variados en sus propiedades y por consiguiente, en sus aplicaciones (Leidinger, 1997, p. 144). La química de los polímeros sintéticos consiste en la imitación de los polímeros naturales de importancia comercial, como por ejemplo la formación del nylon en sustitución de la seda (Allinger, 1984, p. 941). El nylon es una fibra textil elástica

y resistente que se obtiene a partir de la reacción de una amina (-NH<sub>2</sub>) y un ácido carboxílico (-COOH) como se observa en la figura 8 (Gutiérrez, López, Arellano, & Ochoa, 2009, p . 397).

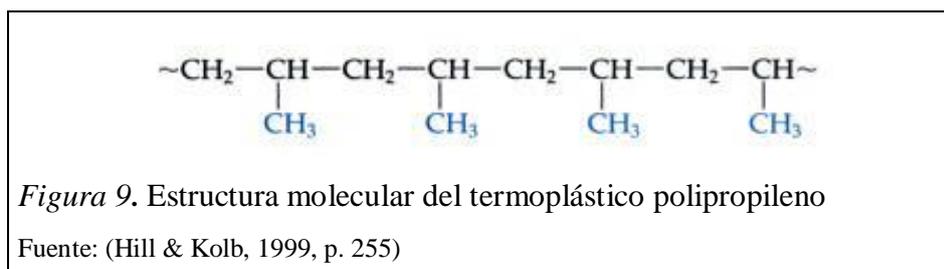
Con estos polímeros sintéticos se hacen artículos tan diversos como películas fotográficas, discos compactos, envolturas para alimentos, súper pegamentos, juguetes, botellas de plástico, fundas y suelas de zapato (Yurkanis, 2007, p. 125).



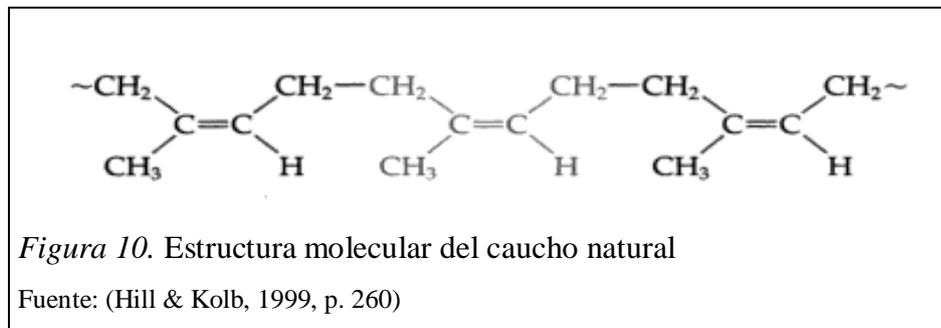
### 1.1.3. Clasificación en base al comportamiento térmico.

Los materiales plásticos se encuentran en una posición intermedia entre los sólidos cuya cristalización y consiguiente rigidez no han alcanzado y los líquidos cuya fluidez tampoco poseen (Leidinger, 1997, p. 145), por tanto se pueden clasificar en:

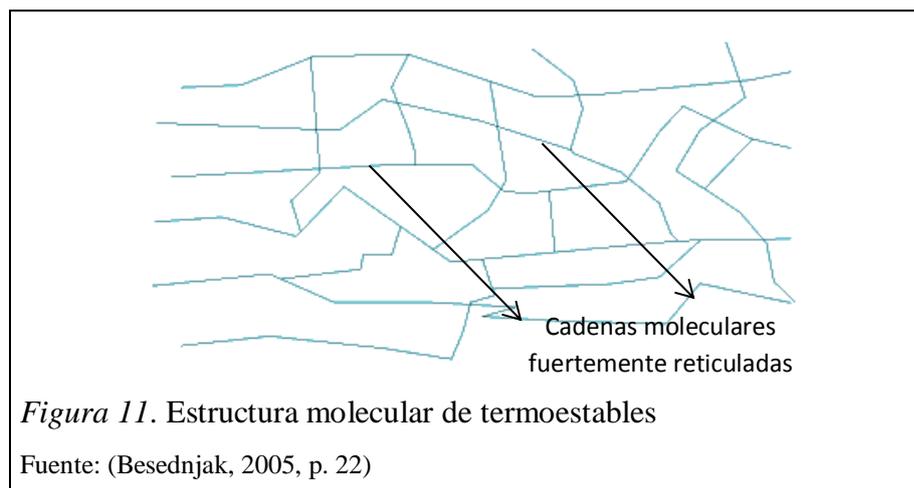
a) **Termoplásticos:** Están formados por cadenas largas de polímeros lineales y ramificados que se enlazan entre sí mediante enlaces secundarios (Sánchez E. ,2006, p. 52). Cuando son calentados a determinadas temperaturas se convierten en fluidos permitiendo su maleabilidad en la forma deseada, entre ellos se encuentra el polietileno, polipropileno como se observa en la figura 9, policloruro de vinilo, poliamidas, policarbonatos, poliuretanos, etc. (Besednjak, 2005, p. 21).



- b) **Elastómeros:** Son polímeros que poseen cadenas con mucha libertad de movimiento molecular, dándole flexibilidad, presentan dobles enlaces a lo largo de la cadena como se muestra en la figura 10. Dentro de estos podemos encontrar el caucho natural, sintético, nitrilo, estireno butadieno, polibutadieno, etc (Besednjak, 2005, p. 21).



- c) **Termoestables:** Estos polímeros no pueden fluir por efecto de la temperatura para ser remodelados. Poseen enlaces entrecruzados y tiende a ser resinas muy rígidas como se observa en la figura 11. Someterlos a temperatura elevada promueve la descomposición química del polímero (carbonización). A temperatura ambiente son duros y frágiles como las resinas poliéster, resinas viniléster, epoxi, fenólicas, entre otras (Besednjak, 2005, p. 22).



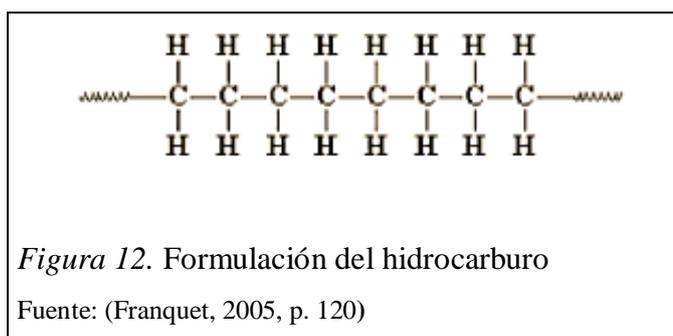
Dentro de los polímeros termoplásticos más utilizados en la vida diaria se encuentra el polietileno.

El polietileno es un material no polar, parcialmente cristalino, con nula absorción de agua, presentan características mecánicas y químicas que dependen de la cristalinidad que está ligada a la densidad y al grado de polimerización (Franquet, 2005, p. 119).

Es resistente a ácidos, soluciones alcalinas, agua, alcohol, esteres, aceite; por debajo de los 60 °C es insoluble prácticamente en todos los solventes orgánicos. No es resistente a los fuertes agentes oxidantes (especialmente en conjunto con altas temperaturas); si el polietileno se emplea al aire libre, debe protegerse de la radiación solar directa para evitar que se fragilice más rápidamente (Liberati, 2008, p. 28).

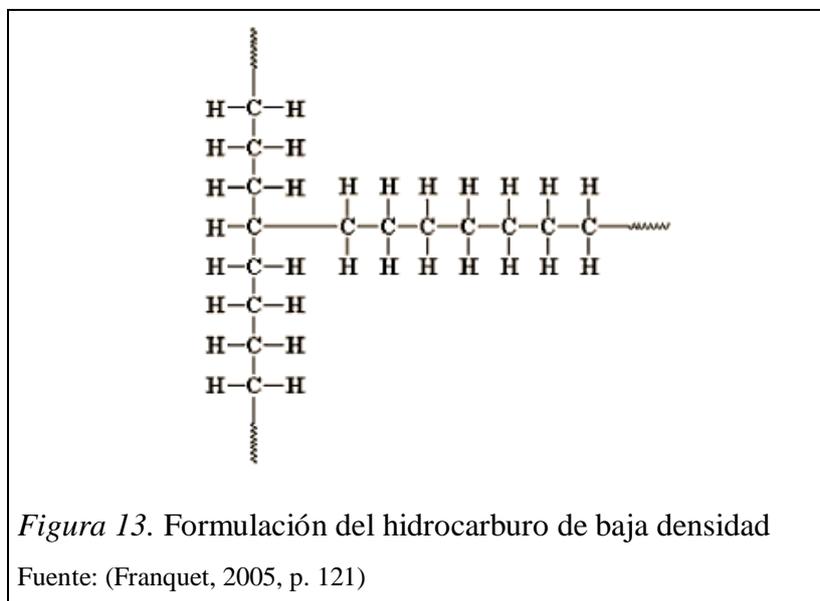
Existen básicamente dos tipos de polietileno:

- **Polietileno de alta densidad:** Tiene una estructura de cadena lineal con ramificaciones reducidas como se observa en la figura 12. Las cadenas principales pueden ser compactadas para aumentar la cristalinidad y la resistencia mecánica del material (Liberati, 2008, p. 28). Su resistencia química y térmica, así como su opacidad, impermeabilidad y dureza son superiores a la del polietileno de baja densidad (Franquet, 2005, p. 120).



- **Polietileno de baja densidad:** Tiene una estructura basada en una cadena ramificada, poseen un bajo grado de cristalinidad y densidad. La estructura ramificada tiene una fuerza de enlaces intramoleculares reducida, por lo que presenta características mecánicas inferiores al polietileno de alta densidad como se muestra en la figura 13 (Liberati, 2008, p. 29).

Es un sólido más o menos flexible, se trata de un material plástico que por sus características y bajo coste se utiliza mucho en envasado, revestimiento de cables y fabricación de tuberías (Franquet, 2005, p. 121).



#### **1.1.4 Metodologías utilizadas para la identificación y cuantificación de polímeros.**

##### ***1.1.4.1. Cuantificación de peso.***

El peso de un objeto se definirá como la magnitud de la fuerza hacia arriba que hay que aplicar al objeto con el fin de mantenerlo en reposo con respecto a la Tierra. La balanza es un instrumento básico en el laboratorio su propósito es determinar la masa de una sustancia. (French, 2006, p. 283).

##### ***1.1.4.2. Cuantificación de espesor.***

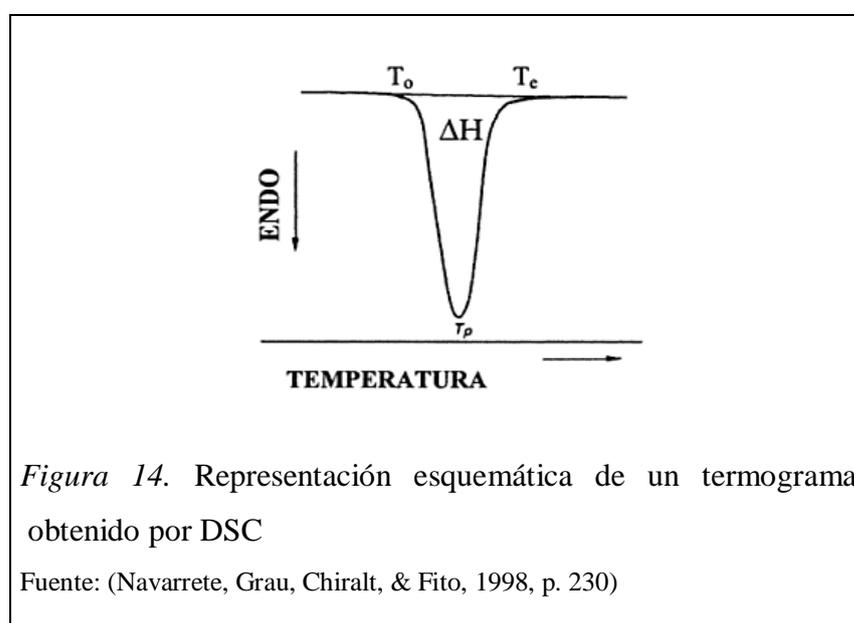
El espesor de un objeto se define como el grosor o anchura de un sólido. El espesor de un objeto es sólo una medida dimensional.

##### ***1.1.4.3 Calorimetría diferencial de barrido.***

La calorimetría diferencial de barrido también conocida como DSC debido al acrónimo del nombre inglés “Differential Scanning Calorimetry”, es una técnica muy precisa para caracterizar sistemas moleculares bien definidos, cuyas estructuras pueden experimentar transiciones conformacionales y/o cambios de fase al modificar

la temperatura. Es una de las técnicas más comunes para determinar transiciones de fase en compuestos inorgánicos, polímeros y alimentos.

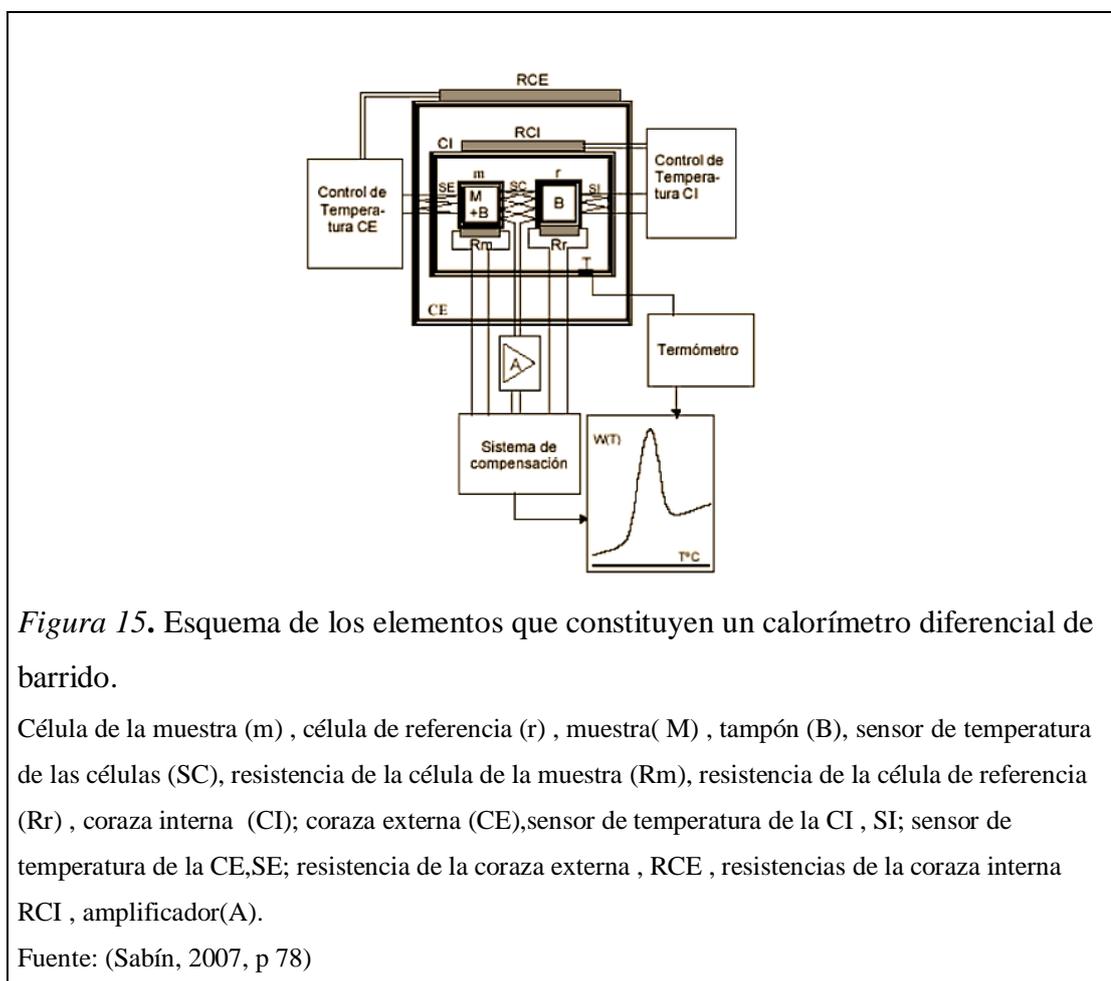
La calorimetría diferencial de barrido mide la capacidad calorífica aparente de una disolución macromolecular obteniéndose así lo que comúnmente se denomina termograma (figura 14) .A partir de la función de temperatura es posible determinar los parámetros termodinámicos como son: cambios de entalpía ( $\Delta H$ ), de entropía ( $\Delta S$ ), de energía de Gibbs ( $\Delta G$ ) y de la capacidad calorífica ( $\Delta C_p$ ) (Sabín, 2007, p 75).



Su funcionamiento consiste en dos células gemelas, una actúa de referencia es decir se llena únicamente del disolvente de la muestra a estudiar y la otra contiene la muestra en disolución, ambas se encuentran simétricamente dentro de un cubrimiento metálico diseñado para crear un entorno casi adiabático.

En el barrido se suministra a las resistencias eléctricas, que están en contacto térmico con la superficie de cada célula ( $R_m$  y  $R_r$ ) la misma intensidad de corriente, la adiabaticidad del sistema se consigue recubriendo ambas células con dos corazas concéntricas una coraza interna (CI) y externa y tienen una temperatura muy próxima a las de las células y están controladas por sistemas de retroalimentación. Estos sistemas de control utilizan como sensores de temperaturas termopilas de

uniones bimetálicas (SE y SI) y resistencias eléctricas laminares (RCE y RCI) como se muestra en la figura 15 (Sabín, 2007, p. 76-77).



#### 1.1.4.5 Espectroscopia de infrarrojo.

El espectrómetro infrarrojo consta de una fuente emisora que origina un haz de luz compuesto de todas las frecuencias de la radiación infrarroja cuya absorción se desea medir (Weininger & Stermitz, 1988, p. 303).

Utiliza radiación infrarroja para determinar tipos de enlaces y grupos funcionales en compuestos orgánicos. Un espectrómetro de infrarrojo somete al compuesto a esta radiación en la banda de longitudes de onda de 2 a 15 micrómetros ( $\mu\text{m}$ ) (Philip, 1998, p. 426).

Puesto que los distintos enlaces y grupos funcionales absorben energía a frecuencias diferentes, los espectros en el infrarrojo se aplican ordinariamente en el análisis

cualitativo es decir en la determinación de los tipos de grupos que hay en una molécula (Philip, 1998, p. 426).

El espectro de absorción vibracional de una molécula se mide utilizando un espectrómetro infrarrojo que da como resultado un espectro como se observa en la figura 16 en el cual aparecen las longitudes de onda de la radiación absorbida por la muestra (Atkins, 2007, p. 84).

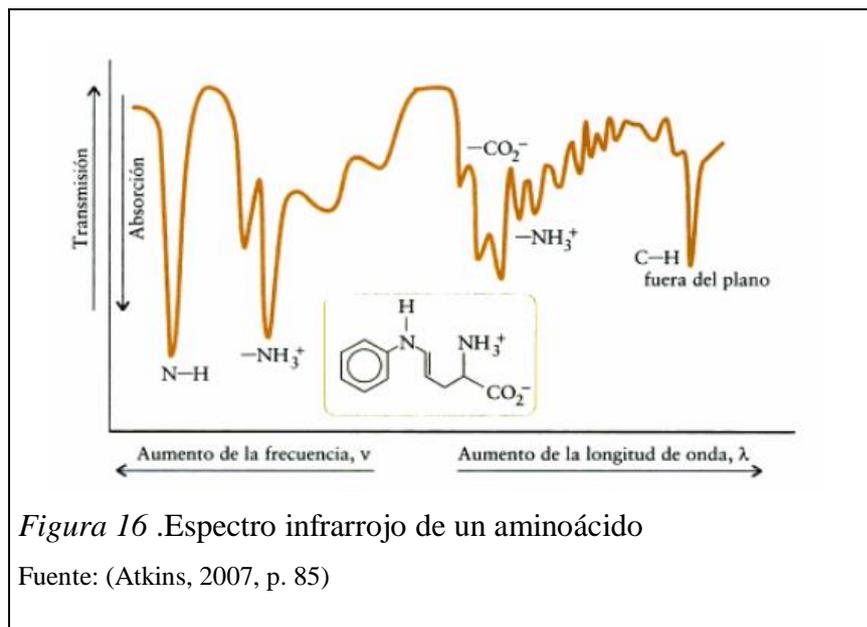


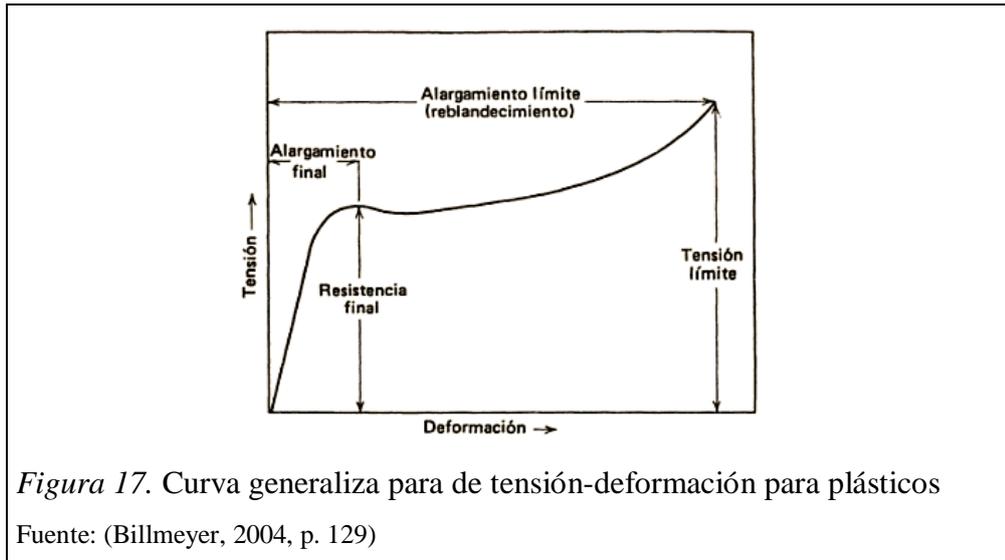
Figura 16 .Espectro infrarrojo de un aminoácido

Fuente: (Atkins, 2007, p. 85)

#### 1.1.4.6 Prueba de tensión.

Esta se realiza corrientemente por medida continuada de la fuerza que se desarrolla a medida que la muestra es alargada a velocidad constante de extensión.

La curva generalizada de tensión-deformación como se observa figura 17 sirve para definir algunas magnitudes útiles, tales como módulos o rigidez, tensión limite, resistencia y alargamiento de ruptura .Este tipo de curva es típica de un plástico tal como el polietileno (Billmeyer, 2004, p. 129-130).



## 1.2 Plásticos

El origen de los plásticos data del año de 1920 en que el profesor Staudinger definió la macromolécula. En los años 40 y 50 expandió en la investigación de polímeros y sus mecanismos de formación. En los años 60 se conoció en profundidad la estructura y las interacciones con otras sustancias que mejoraban sus propiedades. Posteriormente se profundizó en el conocimiento y optimización del procesado para finalmente llegar a la época actual con el desarrollo de los polímeros y plásticos diseñados para ofrecer las más altas prestaciones.

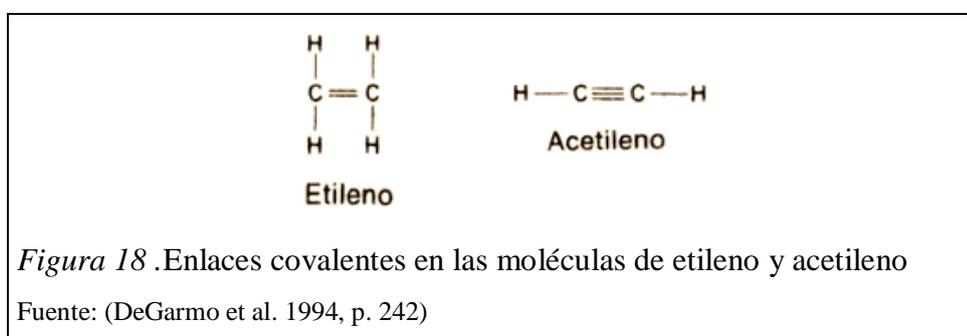
Los plásticos son polímeros que junto con los aditivos apropiados ofrecen materiales con excelentes propiedades térmicas, aislantes, resistencia a ácidos, bases y disolventes. Se entiende por plástico a cualquier material formado principalmente por algún polímero natural o sintético con sus aditivos correspondientes para conferirle las características deseadas (Castells, 2012, p. 999).

Es difícil definir exactamente el término plástico, básicamente se designa a un conjunto de materiales caracterizados por unas moléculas muy grandes, que se forman a base de unir, habitualmente de modo artificial, otras moléculas más pequeñas. Son resinas naturales o sintéticas, que pueden moldearse, extrudirse, fundirse o emplearse en forma de películas o recubrimientos. La mayoría de ellos son sustancias orgánicas, que generalmente contienen hidrógeno, oxígeno, carbono y nitrógeno (DeGarmo, Black, & Kohser, 1994, p. 241).

### 1.2.1 Estructura molecular de los plásticos.

En su mayoría están constituidos por hidrocarburos del tipo llamado *parafinas*, en lo que el carbono y el hidrógeno se combinan según la relación  $C_nH_{2n+2}$ . Teóricamente estos hidrocarburos pueden enlazarse indefinidamente unos con otros para formar moléculas muy largas. Se trata de moléculas con enlaces intramoleculares fuertes, pero con enlaces intermoleculares mucho más débiles.

El carbono y el hidrógeno pueden igualmente formar moléculas uniéndose entre ellos mediante parejas dobles de enlaces covalentes como se observa en la figura 18 (DeGarmo et al. 1994, p. 242).



### 1.2.2 Características de los plásticos.

Las propiedades más relevantes son:

**Resistencia al ataque químico:** Depende de la naturaleza de los grupos funcionales característicos de cada monómero y en parte también de su estructura. Esto explica la diversidad de comportamientos ante agentes químicos de los diferentes materiales. Así las poliolefinas que solo tienen enlaces C-C y C-H, son resistentes a ácidos bases y muchos disolventes, lo que permite su uso para envasado de productos químicos o alimentos (Castells, 2012, p. 1002).

**Solubilidad:** Los polímeros termoestables son insolubles en disolvente puesto que este no puede separar las cadenas entrecruzadas, tan solo se produce un hinchamiento. Los polímeros de cadena lineal presentan respuestas más variadas a los disolventes en función de la temperatura, el disolvente en función de la temperatura, el disolvente en cuestión y los grupos funcionales (Castells, 2012, p. 1002).

**Resistencia al envejecimiento:** Generalmente son susceptibles de oxidación térmica como fotoquímica, especialmente por el efecto combinado de calor, luz solar y oxígeno en condiciones atmosféricas. La degradación se produce por la formación de radicales libres que facilitan la posterior oxidación y las reacciones en cadenas. Los polímeros cristalinos por su mayor ordenación molecular son más resistentes que los amorfos. Los estabilizantes reducen la vulnerabilidad a la foto oxidación especialmente en aquellos polímeros más débiles como el PVC y el polipropileno (Castells, 2012, p. 1002).

**Estabilidad térmica:** La gran variedad de polímeros implican que unos como el PTFE (politetrafluoretileno), poliuretano, poliamida o epoxi, puedan usarse a más de 100-300° C, y otros como el PVC y el poliestireno solo puedan usarse por debajo de los 70°C. El calor provoca cambios químicos diversos, despolimerización, reacciones de eliminación (pérdida de cloro en el PVC). Fragmentación y reacciones de los grupos funcionales, esto afecta a las uniones más débiles presentes en la mayoría de polímeros que hacen disminuir su resistencia térmica. Para contrarrestarlo se utiliza la técnica de la estabilización por resonancia y se refuerza la unión y entrecruzamientos de las cadenas mediante, por ejemplo puentes de hidrógeno. (Castells, 2012, p. 1002).

**Permeabilidad:** La permeabilidad a los gases es de vital importancia en el sector del envase y embalaje. Por otra parte, la permeabilidad selectiva es la base de la tecnología de membranas, los polímeros polares tienden a ser buenas barreras frente al O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> y N<sub>2</sub> (Castells, 2012, p. 1002).

**Adherencia:** de gran relevancia en el sector de fabricación de adhesivos (Castells, 2012, p. 1002).

**Propiedades mecánicas:** La densidad, resistencia al impacto, a la tracción, la tenacidad, transparencia o la rigidez vienen determinadas de acuerdo a la temperatura y esfuerzo que es sometido (Castells, 2012, p. 1002).

**Propiedades ópticas:** Las principales son la transmisión de la luz, índice que influyen en la transferencia, brillo o turbidez, los polímeros amorfos como

poliestireno o policarbonato cuando no tienen cargas ni impurezas ofrecen la mayor transparencia (Castells, 2012, p. 1002).

**Propiedades eléctricas:** Actualmente en fase de investigación por su gran potencial en aplicaciones de alto valor añadido como circuitos electrónicos, sistemas de almacenamiento de datos, sensores, detectores, componentes eléctricos (Castells, 2012, p. 1002).

### **1.2.3 Bolsas de plástico.**

Su poco peso, su bajo coste y su resistencia al agua hace que las bolsas plásticas sean prácticas para llevar comestibles, ropa o cualquier otra compra cotidiana. Las bolsas de plástico empezaron a aparecer en todo el mundo a finales de los 70. Pero el verdadero despegue de estos productos tuvo lugar a mediados de los setenta, cuando un nuevo proceso de fabricación abarato los costes de producción de las bolsas individuales, permitiendo a las principales tiendas y supermercados ofrecer a sus clientes una alternativa a las bolsas de papel. Hoy en día, cuatro de cada cinco bolsas utilizadas en las tiendas de comestibles son de plástico.

El origen de estas bolsas es el petróleo, el gas natural y otros derivados de la industria petroquímica. El polietileno se calienta a altas temperaturas y la resina fundida se extruye en forma de tubo, una vez conseguida la forma deseada, la resina se enfría se endurece y puede ser aplastada, sellada, reforzada, perforada o impresa.

La típica bolsa de plástico que pesa tan solo unos gramos y tiene un grosor de milímetros, podría parecer un artículo completamente inocuo de no ser por el increíble número en que se producen. De las fábricas de todo el mundo salieron en el 2002 aproximadamente 4 o 5 billones de bolsas de plástico, según los cálculos de Chemical Market Associates, una consultora de la industria petroquímica, Norteamérica y Europa Occidental consumen el 80% de la producción. Los americanos tiran cada año a la basura 100.000 millones de bolsas de plástico para comestibles y su uso se está generalizando también en los países más pobres (Assadourian, Brown, Carius, & Cincotta, 2004, p. 65-66).

El mal manejo de las bolsas plásticas ha traído como consecuencia la contaminación de ecosistemas, cuerpos de agua y disminución de la vida útil de los sitios de disposición final.

### *1.2.3.1 Materias primas para la fabricación de bolsas.*

Dentro de la fabricación los materiales utilizados son:

**Polietileno de alta densidad (PEAD):** Son las bolsas más utilizadas en los supermercados, son livianas y con un espesor muy bajo (Polinter, 2011, p. 2).

**PEAD con aditivo pro-degradante:** Este tipo de bolsa incluye un aditivo que promueve una degradación acelerada del polietileno, son las comúnmente llamadas bolsas ecológicas (Polinter, 2011, p. 2).

**Polietileno de baja densidad (PEBD):** Estas bolsas son de mayor espesor y por tanto no son transparentes, se utiliza generalmente en lugares donde el peso de los productos es mayor por lo que su forma requiere de una resistencia al desgarre que la bolsa PEAD no puede proporcionar (Polinter, 2011, p. 2).

**Polipropeno (no tejidas):** Esta bolsa es de un espesor mayor y por tanto con mayor resistencia (Polinter, 2011, p. 2).

**Polipropeno (tejidas):** Estas bolsas son tejidas y generalmente tienen algún inserto que les da forma (Polinter, 2011, p. 2).

**Papel:** Bolsas usadas para objetos de bajo peso, si se humedecen pierden su resistencia y se rompen fácilmente (Polinter, 2011, p. 2).

**Biopolímeros:** Estas bolsas plásticas compuestas por un polímero fabricado a partir de algún almidón extraído del maíz, la patata o el trigo (Polinter, 2011, p. 2).

### 1.2.3.2 Manufactura de las bolsas de plástico.

Los procesos de producción de bolsas plásticas tienen similitudes entre las empresas productoras, por lo que el proceso general que se considera es el siguiente:

La materia prima es almacenada en silos, estos silos mezcladores se alimentan con la materia prima (en diversas proporciones establecidas por las diferentes fórmulas de los productos), después se transporta mediante un sistema neumático a la extrusión donde es sometida a resistencias térmicas que elevan la temperatura a 200°C para la fundición de la materia prima como se observa en la figura 19. El material fundido pasa a una torre sopladora para obtener una película tubular, que es tratada para su impresión en la película mediante el proceso de impresión flexográfica.

Después el material se seca, con la finalidad de tener un mejor acabado. El producto se transporta a máquinas de corte y sellado (los sobrantes son granulados y llevados de nueva cuenta a la extrusora), luego se dobla y empaqueta (INECC, 2009, p. 9-10).

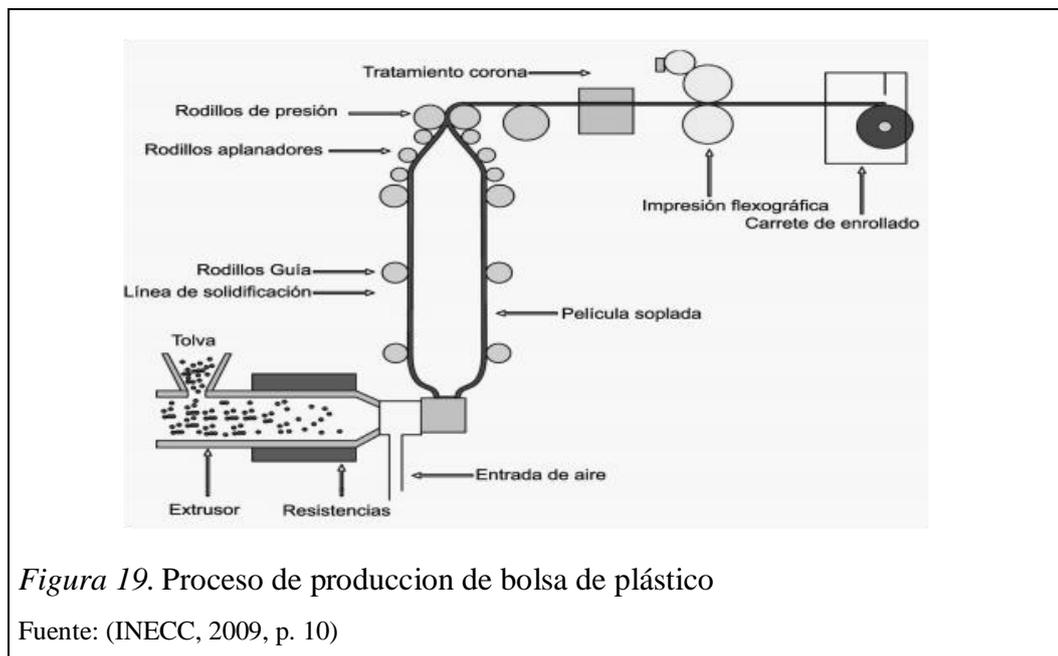


Figura 19. Proceso de producción de bolsa de plástico

Fuente: (INECC, 2009, p. 10)

### 1.2.4 Bolsas biodegradables.

Las bolsas biodegradables son aquellas que están hechas a bases de productos vegetales como aceite de maíz, soja o almidón de patata a diferencia de las bolsas comunes que están hechas de plástico (con derivados del petróleo).

#### ***1.2.4.1 Tipos de bolsas biodegradables según su composición.***

Tienen diferentes características de degradabilidad y se degradan a lo largo de diferentes periodos de tiempo.

**Basado en almidones:** El almidón puede ser extraído de la papa, del trigo, arroz y del maíz. En este sistema los gránulos de almidón se procesan en un polvo que se calienta y se convierte en un líquido pegajoso. Este líquido es entonces enfriado. Se mezclan varios aditivos y aglutinantes con el almidón, a fin de impartir características especiales a los materiales bioplásticos. Por ejemplo, ahora se está produciendo comercialmente un compuesto de polietileno y almidón en forma de bolsa de basura degradables (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 96).

**Basado en lácticos:** El forraje en fermentación produce ácido láctico, que entonces se polimeriza para formar una resina de poliéster. Los usos típicos incluyen aplicaciones médicas y farmacéuticas (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 96).

**Fermentación de azúcares:** se agregan ácidos orgánicos a un material de alimentación de azúcar. Utilizando un proceso especialmente desarrollado, la reacción resultante produce un polímero muy cristalino y rígido, que después de un posterior procesamiento se comporta de manera similar a los polímeros desarrollados a partir de petróleo (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 196).

#### ***1.2.4.2 Tipos de bolsas según el nivel de biodegradabilidad.***

**Compostables:** descomposición biológica a través de los microorganismos que produce dióxido de carbono, agua, compuestos inorgánicos y no deja restos tóxicos (Sánchez J., 2013, p. 1).

**Foto-degradable:** Estos son los plásticos biodegradables por efecto de los rayos ultravioletas del sol. Con una exposición prolongada las bolsas biodegradables de este material desaparecerían en semanas (Sánchez J., 2013, p. 1).

**Oxo-degradable u oxo-biodegradables:** Son aquellas en que la principal fuente de deterioro es la oxidación, es decir el oxígeno, aunque en principio intervengan otros elementos como los rayos ultravioleta (Sánchez J., 2013, p. 1).

### **1.3 Biodegradabilidad**

Los productos plásticos tradicionalmente han sido fabricados a partir de polímeros sintéticos derivados de recursos naturales no renovables que no son biodegradables, siendo por tanto difíciles de reciclar.

La biodegradabilidad significa que las especies microbianas en el ambiente (es decir los microorganismos en el suelo y el agua) degradarán una porción de (o incluso la totalidad de) el material polimérico, bajo las condiciones ambientales adecuadas y sin producir subproductos tóxicos.

Los productos finales de la degradación de la porción biodegradable del material, son el dióxido de carbono y agua. Dada la diversidad de constituyentes en los plásticos biodegradables, estos últimos se pueden considerar como materiales compósitos, en consecuencia solo una porción de estos plásticos pueden ser verdaderamente biodegradables (Niaounakis, 2013, p. 81).

#### **1.3.1 Bolsas oxo-biodegradables.**

Bolsas fabricadas de polietileno (PE) con aditivos de polímeros totalmente degradables (TDPA). La tecnología subyacente se basa en los aditivos especiales que, si están incorporados en las resinas de polietileno estándar, podría acelerar la degradación de los productos elaborados con ellos. Agentes abióticos como la radiación solar ultravioleta (UV), el calor o las tensiones mecánicas podrían iniciar la primera etapa de degradación: un proceso de oxidación promovida por los aditivos. Una vez oxidada, el polietileno debe exhibir una reducción significativa de su peso molecular, y por lo tanto compuestos de bajo peso molecular podrían ser fácilmente asimilados por los microorganismos en el ecosistema en el que se dispusieron las películas.

Polímeros oxo-biodegradables están basados en poliolefinas particularmente polietileno y propileno que contienen aditivos que a su vez contienen metal (prodegradantes o prooxidantes) para degradar los polímeros.

Los prodegradantes típicos utilizan sales de metales de transición como hierro (Fe), níquel (Ni), cobalto (Co) o manganeso (Mn). El tiempo durante el cual el proceso de

degradación se lleva a cabo depende de la concentración de aditivo en el polímero y la cantidad de luz solar y / o calor al cual se expone.

Oxo-degradación de polímeros está definida por TC249/WG9 del CEN (la Organización de Estándares Europea) como " degradación identificada como resultado de la rotura oxidativa de macromoléculas" y oxo-biodegradación como "la degradación identificada como el resultado de fenómenos oxidativos y celulares, ya sea simultánea o sucesivamente". (Niaounakis, 2013, p. 82).

Un estudio independiente, llevado a cabo por la Universidad de Loughborough y por el Departamento para Asuntos Ambientales, Alimentarios y Rurales (DEFRA) del Reino Unido, evaluó el impacto ambiental de los polímeros oxo-biodegradables ,su ciclo de vida llegando a las siguientes conclusiones:

- La incorporación de aditivos en polímeros a base de combustibles fósiles puede provocar que aquellos polímeros tengan degradación acelerada.
- No se encontró evidencia de que los fragmentos oxo-biodegradables tienen efectos perjudiciales bioacumulativos, pero tampoco hay pruebas de que no lo hacen.
- La degradabilidad de las bolsas oxo-biodegradables limita su reutilización no son adecuados para el almacenamiento de artículos por un período prolongado de tiempo.
- Hay una falta de evidencia sobre lo que realmente sucede con los plásticos oxo-biodegradables en los rellenos, es posible que se degraden en los vertederos si hay suficiente oxígeno, pero el escenario más probable es que no se degradan.

Symphony Enviromental Technologies, desarrollador y proveedor de productos de plástico oxo-biodegradable bajo su marca comercial d2w, disputó las conclusiones y recomendaciones del informe de Loughborough por las siguientes razones:

- Incorrectas descripciones de la tecnología del plástico oxo-biodegradable y sus mecanismos.
- El peso considerable que se coloca en el estandar Europeo EN13432 y el estándar ASTM D6400 como estandares de especificación de biodegradabilidad de los plásticos, es un error fundamental. De acuerdo con una escala de tiempo requerido por la industria del compostaje ,estos estándares son de biodegradación en condiciones especiales .

- Según Symphony Environmental Technologies el informe confirma que los plásticos oxo-biodegradables se degradan abióticamente en un ambiente normal de elevadas temperaturas encontrados en vertederos, no emiten metano aun en lo profundo de los vertederos, son seguros para el contacto con alimentos y no contienen metales pesados (Niaounakis, 2013, p. 83).

### **1.3.2 Tipos de degradación.**

Los diversos tipos de degradación en el polímero pueden clasificarse ya sea por los mecanismos que inducen o por la naturaleza de los agentes causantes de la degradación.

Los principales agentes que inician la degradación y los tipos correspondientes de degradación son:

- El calor (degradación térmica)
- Luz ultravioleta (UV) (Fotodegradación)
- La radiación de alta energía (rayos X, rayos  $\gamma$ )
- El estrés mecánico (degradación mecanoquímica)
- El ataque químico (hidrólisis, degradación catalítica)
- Los organismos biológicos (biodegradación aeróbica, anaeróbica).

#### ***1.3.2.1 Degradación térmica.***

La degradación térmica consiste en la ruptura de cadenas moleculares a elevadas temperaturas. Una consecuencia de esto es que algunos polímeros experimentan reacciones químicas que producen especies gaseosas. Estas reacciones se evidencian por la pérdida de peso del material. La estabilidad térmica de los polímeros es una medida de su resistencia a esta descomposición.

La estabilidad térmica se relaciona principalmente con la magnitud de las energías de enlace entre los diferentes componentes de un polímero: las energías más elevadas corresponden a los materiales más estables térmicamente. Por ejemplo, el valor de enlace C-F es mayor que el enlace C-H, que a su vez es mayor que el enlace C-Cl.

Cuanto mayor sea la fuerza de los enlaces de un material polimérico mayor será su estabilidad térmica (Callister, 2007, p. 603), (Gómez De León, 2004, p. 79).

#### ***1.3.2.2 Degradación por radiación.***

Algunos tipos de radiación (haz de electrones, rayos x, rayos  $\gamma$  y radiación ultravioleta) poseen suficiente energía para penetrar en las muestras poliméricas e interactuar con los átomos o electrones de los componentes. Una reacción a esta radiación es la ionización en la que se elimina un electrón de un orbital de un átomo específico y se convierte en ión. La rotura de un enlace conduce a la escisión o al entrecruzamiento en el lugar de la ionización dependiendo de la estructura (Callister, 2007, p. 79).

#### ***1.3.2.3 Degradación mecánica.***

Los biopolímeros pueden someterse a varias degradaciones mecánicas durante su procesamiento, almacenamiento y uso. La degradación mecánica puede tener lugar debido a las fuerzas de cizallamiento, tensión y / o compresión.

La agitación, molienda y extrusión son las principales causas de la degradación mecánica durante el proceso. El fenómeno básico implicado cuando se somete el polímero a muy potentes fuerzas de cizallamiento, es la rotura de la molécula, la degradación mecánica reduce el peso molecular del polímero.

Aunque los factores mecánicos no son predominantes durante la biodegradación, pueden activar o acelerarlo. En condiciones de campo, las tensiones mecánicas actúan en sinergia con otros parámetros ambientales, tales como temperatura, radiación UV, humedad, etc (Niaounakis, 2013, p. 87).

#### ***1.3.2.4 Degradación por ataque químico.***

El tipo más frecuente de degradación de biopolímeros es la hidrólisis de los enlaces de éster. En general, se cree que la degradación hidrolítica pasa una serie de etapas que incluyen:

- Hidrólisis inicial que produce polímeros con reducción de peso molecular.
- La pérdida de más propiedades, lo que resulta en un material opaco y brumoso.

- Pérdida importante de propiedades físicas, tales como resistencia a la tracción y la estabilidad de forma (Niaounakis, 2013, p. 87).

#### ***1.3.2.5 Biodegradación.***

La biodegradación se inicia cuando los microorganismos comienzan a crecer en la superficie de los biopolímeros y secretan enzimas que descomponen a los biopolímeros en unidades monoméricas. En ambientes aeróbicos los biopolímeros se degradan en dióxido de carbono y agua, mientras que en ambientes anaeróbicos los productos de degradación son el CO<sub>2</sub> y el metano (biogás).

El proceso de biodegradación puede variar de días a meses e incluso años, dependiendo del tipo de polímero. Durante un largo período de tiempo biomasa celulares y otros productos intermedios eventualmente serán mineralizados a CO<sub>2</sub>.

La biodegradación es un efecto compuesto de diferentes mecanismos que proceden simultáneamente o consecutivamente en el polímero. Ejemplos de mecanismos de biodegradación, incluyen desintegración, dispersión, etc (Niaounakis, 2013, p. 88).

### **1.4 Disposición de la basura**

#### **1.4.1 Características.**

La ciudad de Manta es el principal Puerto de la provincia de Manabí, se ubica entre las coordenadas geográficas 00° 57' de latitud sur y 80° 42' de longitud oeste, con una altura promedio de 20 msnm. El cantón Manta es el segundo más poblado de esta provincia, se encuentra ubicado en la parte suroeste de la provincia. Limita al suroeste con el cantón Montecristi, al este con el cantón Jaramijó y al este y norte con el Océano Pacífico.

Tiene 226.477 habitantes en todo el cantón, centrándose en el área urbana de la ciudad del mismo nombre una población de 217.553 habitantes (INEC 2010).

El clima del cantón está marcado fuertemente por la presencia de las corrientes fría de Humboldt y cálida de El Niño, así como por las condiciones orográficas (montañas bajas redondeadas), dichos factores establecen la presencia de lluvias y la periodicidad de las estaciones climáticas, invierno de enero a mayo, y, verano de

junio a diciembre. Usando el concepto de zonas climáticas, se puede catalogar al cantón Manta como de clima tropical mega térmico semi árido, con precipitaciones promedio de 300,2 mm, y humedad relativa media anual del 77% (Maldonado, 2010, p. 4).

#### **1.4.2 Relleno sanitario de Manta.**

Antes de ser un relleno sanitario, la ciudad de Manta tenía un botadero Municipal de Manta, está ubicado en el sitio San Juan de Manta, al Suroeste del cantón. El lugar estaba severamente contaminado y no contaba con ningún tratamiento, ni control en el manejo final de desechos. (Maldonado, 2010, p. 7).

Debido a la falta de un correcto manejo de los desechos sólidos, el 11 de agosto del 2010, los representantes de los cabildos de Manta, Montecristi y Jaramijó suscribieron el convenio para la ejecución, operación y mantenimiento de la recolección, transporte y disposición final de los desechos sólidos, industriales-tóxicos y biopeligrosos de los tres cantones, así se creó una mancomunidad para en conjunto manejar los desechos sólidos como se observa en la figura 20.

A su vez se creó la empresa “Costa Limpia EP”, que se encarga del manejo, la recolección, transporte y disposición final de los desechos sólidos. Se recoge la basura de los tres municipios, se recolectan 110 toneladas de basura que se producen cada 24 horas en Jaramijó y Montecristi. La basura es transportada hacia el vertedero, ubicado en la comuna San Juan, además se depositan 300 toneladas por día que se producen en la ciudad de Manta.



### 1.4.3 Compost.

Es el resultado de un proceso de humidificación de la materia orgánica bajo condiciones controladas. El compost es un nutriente para el suelo, ya que mejora su estructura, ayuda a reducir la erosión y contribuye a que las plantas absorban agua y nutrientes. Además favorece el mantenimiento de la vida animal y microorganismos.

El compost se obtiene mediante un proceso denominado compostaje, es un proceso biológico aeróbico, es decir en él participan ciertos microorganismos que necesitan aire para descomponer o biodegradar la materia orgánica (restos de cosecha, excrementos animales y residuos urbanos) hasta obtener compost (Alviar, 2004, p. 32).

Según el tiempo de maduración, en el proceso de compostaje se pueden producir dos tipos de compost:

**Compost maduro:** Es aquel que está muy descompuesto y puede utilizarse para cualquier tipo de cultivo, su valor fertilizante es menos elevado que el compost joven (Alviar, 2004, p. 33).

**Compost joven:** Esta poco descompuesto y se emplea en el abonado de plantas que soportan bien este tipo de compost (Alviar, 2004, p. 33).

## **CAPÍTULO 2**

### **METODOLOGÍA**

#### **2.1. Selección de cadenas de venta de productos en Manta**

Para el proceso de selección se investigó los principales centros comerciales de la ciudad de Manta mediante páginas web y entidades públicas como el Instituto Nacional de Estadística y Censos (INEC) y Servicio de Rentas Internas del Ecuador (SRI). Una vez cumplido este proceso se realizó una visita in situ que permitió identificar qué clase de bolsas son utilizadas en el expendio de productos en cada uno de los locales comerciales.

Se recolectó estas bolsas y se realizó la tabulación respectiva para cuantificar el porcentaje de uso de bolsas oxo-biodegradables.

#### **2.2. Muestreo de bolsas oxo-biodegradables**

Una vez cuantificado el porcentaje de uso de bolsas oxo- biodegradable, se seleccionó 4 tipos de bolsas más utilizadas para el expendio de productos, considerando que las bolsas seleccionadas fueron de diferentes proveedores de bolsas plásticas.

#### **2.3. Estudio de biodegradabilidad**

##### **2.3.1. Exposición a radiación UV.**

Las muestras seleccionadas fueron sometidas a un proceso de secado como se indica en la norma ASTM D 6954-04 “Exposición y prueba de plásticos que se degradan en el medio ambiente por una combinación de oxidación y biodegradación” (Ver anexo. 1). En este proceso se cuantificó las precipitaciones, temperatura, humedad relativa y radiación UV. Luego del periodo de exposición las muestras fueron sometidas a evaluaciones físicas, mecánicas, calóricas y espectroscópicas tales como peso, espesor, tensión, entalpía y temperatura de fusión y espectroscopia infrarrojo.

### **2.3.2 Determinación de las condiciones ambientales.**

Para la experimentación se simuló condiciones ambientales del relleno sanitario ubicado en la ciudad de Manta por lo cual se realizó una investigación en fuentes bibliográficas y entidades públicas como:

- ✓ Información del Ministerio de Ambiente (MAE),
- ✓ Anuarios meteorológicos del Instituto Nacional de Meteorología e Hidrología (INAMHI).

Para el control de las condiciones simuladas, se construyó cartas de control empleando datos de temperatura y humedad semanales registrados durante la experimentación, estableciendo los límites máximos y mínimos de control.

### **2.3.3 Diseño del biorreactor.**

Las condiciones de operación para el proceso de simulación del biorreactor se determinaron de acuerdo a las características del relleno sanitario en Manta. Para el cual se consideró materiales resistentes a la corrosión y humedad.

El tamaño del biorreactor dependió del número de muestras a degradar y el tamaño de los materiales para su construcción, el biorreactor constó con tres secciones para los diferentes sustratos que fueron compost maduro, compost maduro con aireación y compost húmedo para lo cual se obtuvo compost proveniente del relleno sanitario de Manta, todos estos sometidos a las mismas condiciones ambientales de humedad y temperatura.

Se colocó en cada división resistencias que permitieron mantener la temperatura de experimentación bajo las condiciones de simulación establecidas. Para mantener las condiciones ambientales de humedad se instaló un solenoide que se activaba automáticamente cuando existían variaciones de los parámetros de control.

En el biorreactor se colocó una tapa hermética que permitió el aislamiento del mismo, evitando la influencia de las condiciones externas; además el biorreactor estuvo provisto de tuberías de drenaje que permitieron la liberación de lixiviados producidos por la descomposición de residuos. Cada división estuvo provista de un

lecho de grava que permitió el drenaje de lixiviados y la protección de las resistencias.

En la sección del compost maduro más aireación, se colocó un motor aireador de peceras conectado a una manguera para permitir una igual distribución de oxigenación dentro de la misma. Una vez establecido el diseño y construido el biorreactor se procedió a la siembra de las muestras seleccionadas.

Para la siembra de las muestras se colocó tres capas del compost en cada sección del biorreactor, cada capa contenía 12 muestras, tres por cada tipo de bolsa, dando un total de 36 en cada sección. La experimentación fue programada para un periodo de tres meses, cada mes se retiraba una capa de compost con las respectivas muestras para su posterior análisis.

### **2.3.4 Medición de parámetros de degradación en las bolsas.**

#### **2.3.4.1. Prueba de peso y espesor.**

Mensualmente se retiró las muestras del biorreactor y se realizó pruebas para evaluar sus propiedades físicas como son el peso y espesor.

a) Para el pesaje se utilizó una balanza analítica Mettler Toledo ML104 en el Laboratorio de Química de la Universidad Politécnica Salesiana campus Sur.

b) Para el espesor se utilizó un micrómetro Machines Inc 549, la medición se realizó colocando la muestra entre las dos superficies de contacto ajustándola sin ejercer una excesiva presión que pueda dar una medida errónea, se realizaron 10 mediciones en cada una de las muestras. La prueba se llevó a cabo en el Centro de Investigación y Valoración de la Biodiversidad (CIVABI).

#### **2.3.4.2 Prueba de tensión.**

Para sus propiedades mecánicas se utilizó ensayos de tracción bajo la norma ASTM 882 “Método estándar de prueba para propiedades tensiles de láminas plásticas delgadas” (Ver anexo. 2) en el Centro de Investigaciones Aplicadas a Polímeros (CIAP) de la Escuela Politécnica Nacional. Para esta prueba se cortó probetas de

10cm de largo y 1cm de ancho en cada una de las muestras, el quipo utilizado fue una máquina universal de ensayos.

#### **2.3.4.3. Prueba de infrarrojo.**

Para esta prueba se utilizó el equipo Espectro infrarrojo FT-IR, modelo BX en el Centro de Investigación y Valoración de la Biodiversidad (CIVABI) de la Universidad Politécnica Salesiana campus Girón, el cual trabaja bajo las siguientes características:

- Temperatura ambiente de 5 ° C a 40 ° C
- Una humedad relativa ambiente máxima de 80% para temperaturas de hasta 31 ° C, disminuyendo linealmente hasta 50% de humedad relativa a 40 ° C
- Conexión a la red fluctuaciones que no excedan de + / - 10% del voltaje nominal.

Procedimiento:

a) Se realizó un corte a la muestra de 4x4cm para una mayor facilidad de manejo dentro del equipo, se procedió a la lectura de un blanco, seguido la lectura de las muestras frescas, expuestas a radiación UV, y las muestras sembradas en el biorreactor.

b) Se obtuvo la curva de las diferentes muestras mediante el programa “FT-IR SpectrumV2.00”, dando como resultado un espectro con los distintos enlaces y grupos funcionales de la muestra.

#### **2.3.4.3. Prueba de DSC.**

Las propiedades térmicas se evaluaron mediante la norma ASTM D 3418 “Métodos estándar de prueba para temperatura de transición de polímeros por calorimetría diferencial de barrido” (Ver anexo.3), utilizando un equipo calorimétrico Perkin Elmer 50 modelo DSC en el Centro de Investigaciones Aplicadas a Polímeros (CIAP) de la Escuela Politécnica Nacional, el mismo que permite realizar una prueba de calentamiento o enfriamiento a condiciones controladas en una atmósfera determinada.

Procedimiento:

- a) Calentar desde 30°C hasta superar la temperatura de pico a un flujo de 10°C/min y mantener a esta temperatura por 10 min. Esta etapa se realiza para borrar la historia térmica
- b) Enfriar hasta 50°C a una velocidad de 10°C/min.
- c) Repetir el calentamiento y mantener por 10 min a la temperatura superior.
- d) Repetir el enfriamiento a una velocidad de 10°C/min.

Finalmente para el cálculo de desviaciones y coeficientes se utilizó el programa STATGRAPHICS.

## CAPÍTULO 3

### RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. Selección de cadenas de venta de productos en Manta

Manta posee en sus inmediaciones dos grandes centros comerciales que abarcan la mayor afluencia de personas y expendio de productos para la localidad y son los siguientes:

- ✓ Manta Shopping
- ✓ El Paseo Shopping Manta.

Cada uno de los centros comerciales expende sus productos en bolsas plásticas correspondiendo el 23,21 % de bolsas oxo-biodegradables y el 76,78 % a bolsas normales.

Tabla 1. *Expendio de bolsas normales y oxo-biodegradables en Manta*

Centros comerciales de Manta	Bolsas oxo-biodegradables	Bolsas normales
Manta Shopping	22	71
El Paseo Shopping	17	58
<b>Total</b>	<b>39</b>	<b>129</b>

Elaborado por: Isabel Sandoval

#### 3.2. Muestreo de bolsas oxo-biodegradables

El levantamiento de la información de los principales centros comerciales permitió seleccionar las 4 muestras de bolsas oxo-biodegradables para la experimentación, cuidando que las mismas no sean elaboradas por el mismo fabricante y finalmente se les asignó los siguientes códigos:

- a) MB 1
- b) MB 2
- c) MB 3
- d) MB 4

En los resultados no se mencionó los diferentes tipos de bolsas seleccionadas por tratarse de una información susceptible, no constituyendo los objetivos de esta investigación.

### **3.3. Estudio de biodegradabilidad**

#### **3.3.1. Exposición a radiación UV.**

Las muestras seleccionadas fueron expuestas a radiación solar a cielo abierto durante dos meses como se observa en la figura 21, las bolsas presentaron cierta decoloración en sus logotipos, mayor flexibilidad e incluso fragmentación como se observa en la figura 22 y en su mayoría hubo acumulación de partículas provenientes del ambiente.



*Figura 21.* Exposición de bolsas oxo-biodegradables a radiación solar

Imagen: Isabel Sandoval



*Figura 22.* Fragmentación de las muestras expuestas al sol

Imagen: Isabel Sandoval

El proceso de secado se realizó bajo las siguientes condiciones: Temperatura máxima 23,5 °C, temperatura mínima de 12 °C, precipitación máxima de 28,1 mm, precipitación mínima de 0,3 mm, humedad relativa máxima de 89,9%, humedad mínima de 37,2%.

### 3.3.2. Determinación de las condiciones ambientales.

Para la simulación de las condiciones ambientales se obtuvo información de temperatura y humedad del Relleno sanitario de Manta, que está ubicado en el sitio San Juan de Manta al suroeste del cantón como se muestra en la figura 23, dicha información fue proporcionada por el Ministerio del Ambiente como se muestra en la tabla 2.

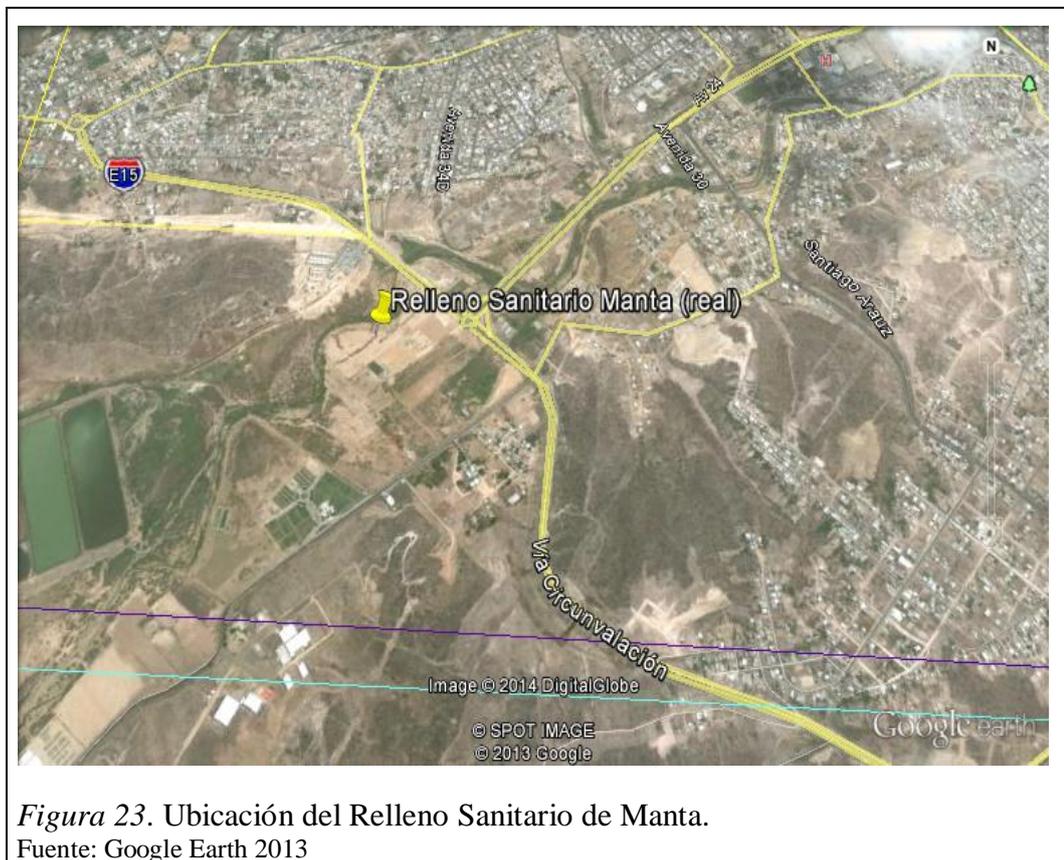
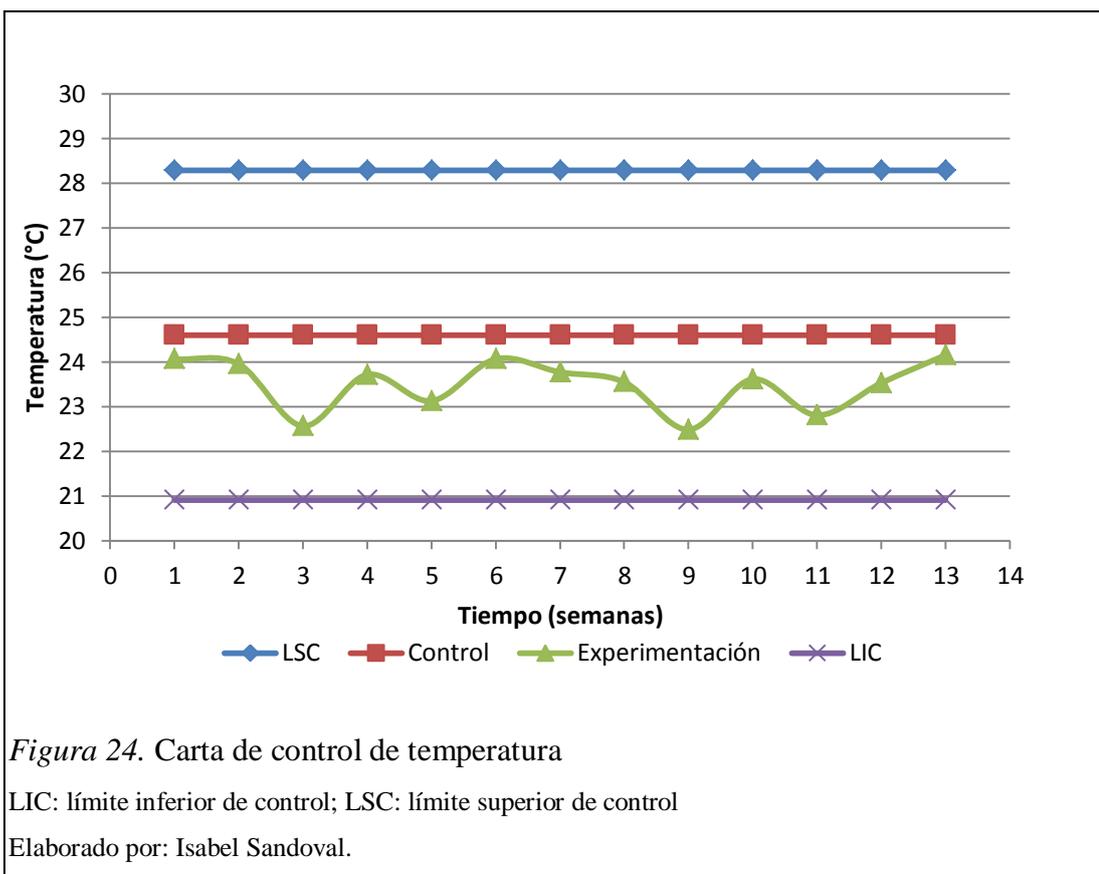


Tabla 2. Datos de temperatura y humedad del relleno sanitario de Manta

Cantón	Nombre	Ubicación del relleno		Humedad relativa (%)	Temperatura (C°)
Manta	Relleno sanitario de Manta	0°57'35"	80°43'02"	77%	24.65 °C

Fuente: Ministerio del Ambiente 2013

Con los datos obtenidos de temperatura y humedad del relleno sanitario, se establecieron los valores puntuales de control, con lo cual se verificó que los parámetros se mantuvieron dentro del rango de control durante la experimentación, teniendo un valor máximo de temperatura de 24,16 °C y un mínimo de 22,49 °C y un valor máximo de humedad de 77% y un mínimo de 73,39 % como se observa en la figura 24 -25.



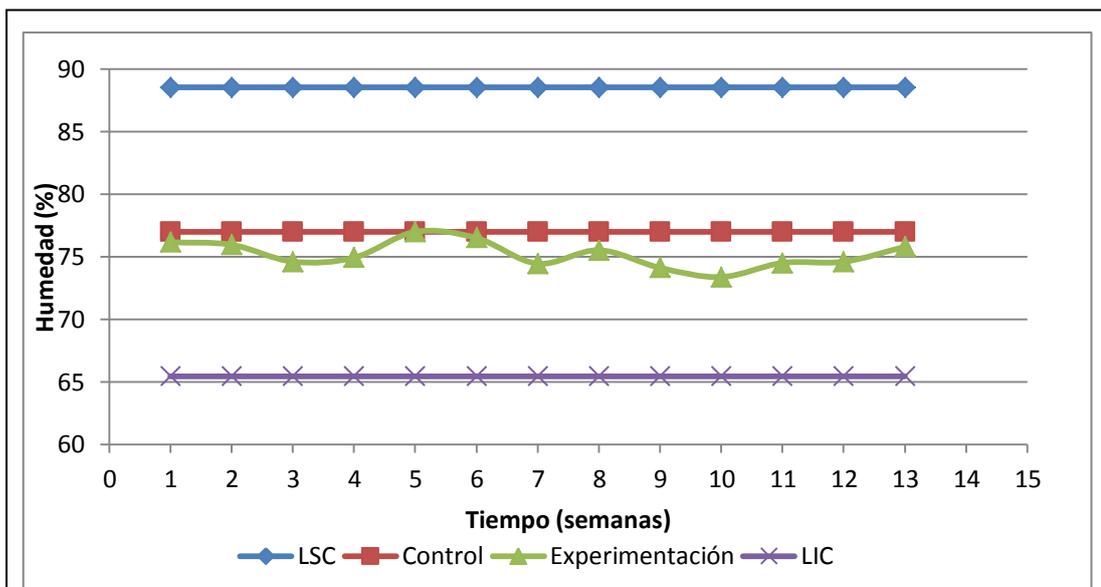


Figura 25. Carta de control de humedad  
 LIC: límite inferior de control; LSC: límite superior de control  
 Elaborado por: Isabel Sandoval

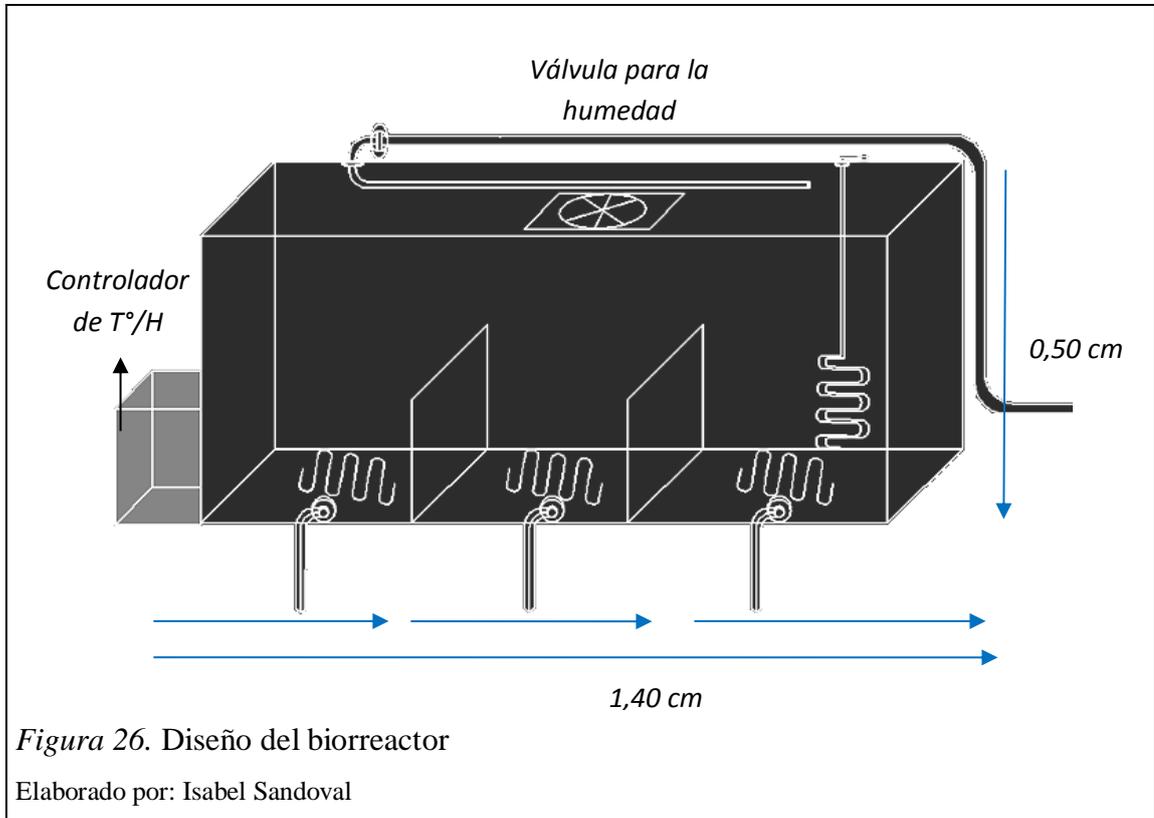
### 3.3.3. Diseño del biorreactor.

Se investigó que materiales eran resistentes a las condiciones de temperatura y humedad que se requería a lo largo de la experimentación y fueron los siguientes:

- Vidrio templado: Es muy resistente al rayado y al rompimiento, este material se caracteriza por tener un bajo coeficiente de expansión térmica lo que lo hace tolerante al choque térmico. (Groover, 1997, p. 45).
- Resistencia eléctrica: Mantiene la temperatura necesaria dentro del sistema.
- Controlador de temperatura/humedad: Adecuado para llevar registro de los datos de temperatura y humedad durante los 3 meses de experimentación.
- Grava: Protección al sistema eléctrico y filtración de los lixiviados.
- Válvula solenoide: Permite mantener la humedad necesaria en el sistema.
- Tubería PVC: Capacidad para hacer fluir fácilmente los lixiviados, buena resistencia mecánica y corrosiva.
- Para conexiones eléctricas adicionales se seleccionó: caja metálica 20x20cm, cable 3x12, enchufe polarizado 110 V, terminales en Y, terminales, riel.

Se realizó el diseño del biorreactor en el programa Autocad con las siguientes dimensiones: 1.40cm de largo ,0.60 cm de ancho, 0.50 cm de alto y dividida en 3 secciones de 0.46 cm como se observa en la figura 26 para los diferentes sustratos,

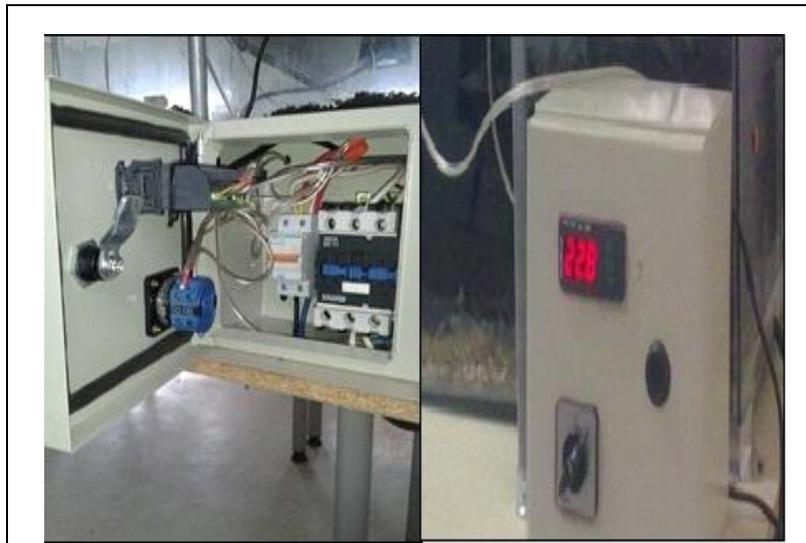
estas dimensiones fueron establecidas de acuerdo al número y tamaño de muestras para la experimentación y a la cantidad de sustrato utilizado en cada sección.



Una vez escogidos los materiales más adecuados para la experimentación se procedió a la construcción del modelo del biorreactor como se indica en la figura 27.



Dentro de cada sección se instaló resistencias de 110 V para mantener el calor dentro del sistema y simular una temperatura de 24,65 °C, que fue la requerida en la experimentación, como se observa en la figura 28 y para simular una humedad de 77 % se colocó una válvula solenoide conectada a una tubería. Para verificar que las condiciones del sistema se encuentren dentro de lo establecido, se instaló un controlador de temperatura/ humedad como se muestra en la figura 29. Para facilitar el drenaje de lixiviados y protección del sistema eléctrico se colocó una capa de grava #1 #2 y #3



*Figura 28.* Controlador de temperatura/humedad.

Imagen: Isabel Sandoval



*Figura 29.* Colocación de gravas en el biorreactor.

Imagen: Isabel Sandoval

En la sección de compost más aireación se colocó un motor aireador de peceras y una manguera de silicona atóxica para dar una igual distribución de oxigenación en la misma. Finalmente para evitar que el sistema sea vea afectado por factores externos se colocó una tapa hermética como se observa en la figura 30.

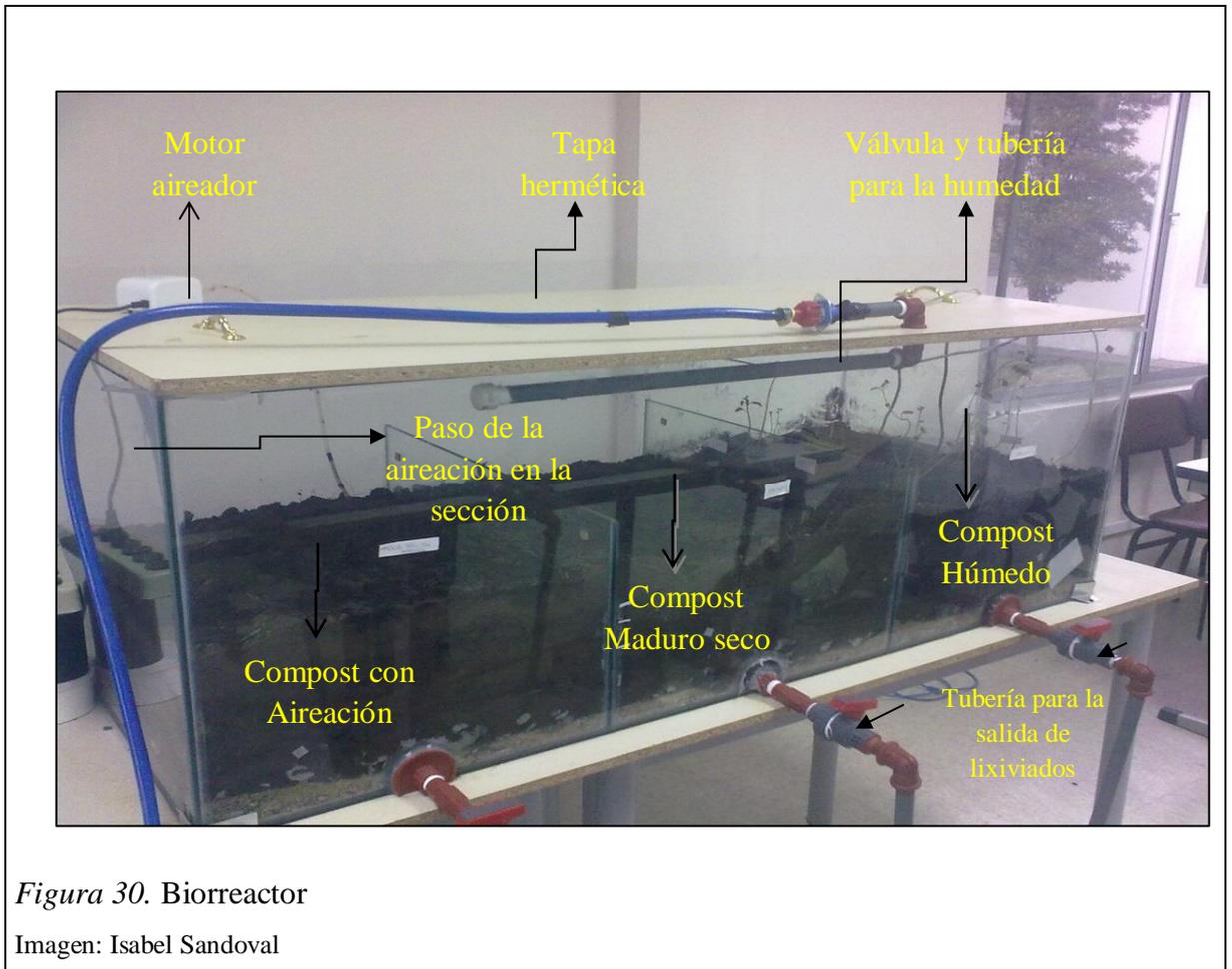


Figura 30. Biorreactor

Imagen: Isabel Sandoval

Para la siembra de las muestras seleccionadas, se recortaron cuadrados de 12x12 cm para un mejor manejo dentro del sistema como se observa en la figura 31, obteniéndose un total de 108 muestras para las diferentes pruebas de laboratorio.



La siembra de las muestras se realizó como se observa en la figura 32.



### 3.3.4. Medición de parámetros de degradación en las bolsas.

#### 3.3.4.1. Pruebas de peso y espesor.

##### a) Prueba de peso

Se realizó el pesaje de las muestras frescas, expuestas y sembradas con una balanza analítica y se obtuvieron los siguientes resultados.

## Muestra bolsa 1

En la etapa de exposición a radiación UV el peso de la muestra disminuyó de 0,23g a 0,22 g.

Como se observa en la figura 33, en la etapa de degradación en el biorreactor, en el compost maduro la muestra pasado los 30 días presenta una disminución en su peso desde un valor de 0,22g a 0,20g, a los 60 días presenta un aumento y a los 90 días presentó un peso de 0,20g .En el compost maduro con aireación se observa que pasado los 30 días existió una disminución en el peso, pero a los 60 y 90 días presentó un aumento. En el compost húmedo pasado los 30, 60 y 90 días el peso disminuyó desde 0,21g a 0,20 g.

De los resultados obtenidos se puede deducir que la muestra al ser sometida a factores como radiación UV, calor y/o stress, producen cambios en las propiedades del polímero esto se relaciona con lo expuesto por (Quiróz, Cadena, Sinche, Chango, & Aldás, 2009, p. 190) en su estudio de la degradación en polímeros oxo-biodegradables, que explica que cuando actúan cantidades suficientes de radiación UV y/o energía térmica produce una fragmentación acelerada del material. Las variaciones del peso en la muestra pudieron ocurrir por la sedimentación de partículas sobre la superficie de la misma a la hora del pesaje.

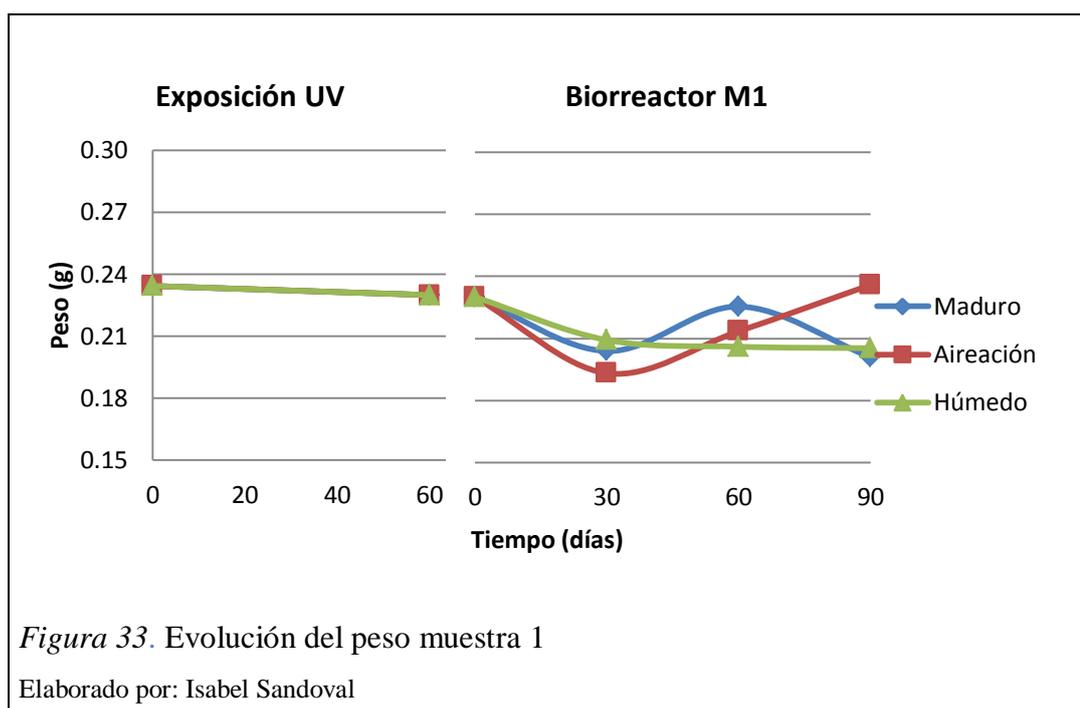


Figura 33. Evolución del peso muestra 1

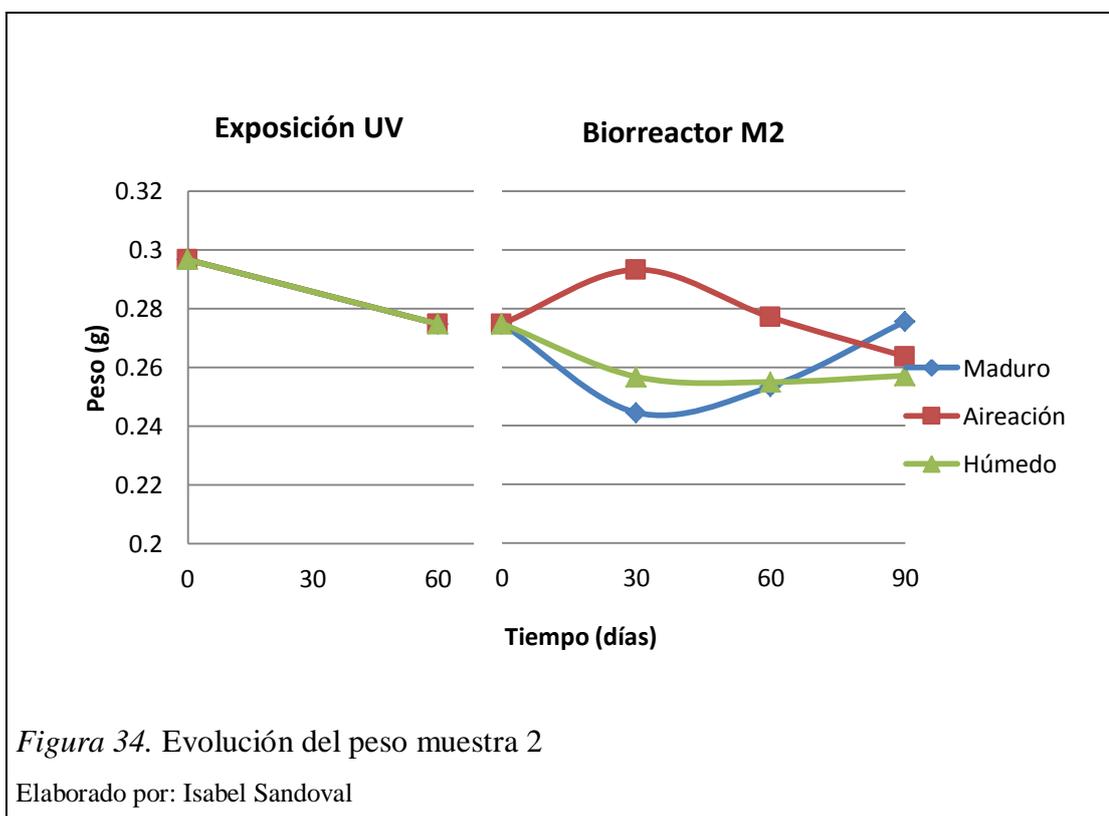
Elaborado por: Isabel Sandoval

## Muestra bolsa 2

En la etapa de exposición el peso de la muestra disminuyó de 0,29g a 0,27g.

En la etapa de degradación, en el compost maduro la muestra presenta un valor inicial de 0,24g, teniendo un aumento a los 60 y 90 días. En el compost maduro con aireación existió una disminución en el peso. En el compost húmedo pasado los 30, 60 y 90 días el peso disminuyó de 0,26g a 0,25g.

Los resultados obtenidos se relacionan con lo dicho por (Vidya, 2012, p. 13) que explica que cuando las muestras son expuestas a radiación solar y a degradación térmica produce una fácil disminución en su peso molecular.



### Muestra bolsa 3

Durante la etapa de exposición el peso disminuyó de 0,24 a 0,23g.

En la etapa de degradación en el compost maduro pasado los 30,60 y 90 días el peso disminuyó desde un valor de 0,23 a 0,22g. En el compost maduro más aireación a los 30 días su peso se redujo, teniendo un aumento a los 60 y 90 días esto pudo deberse a la fijación de partículas en la superficie retrasando su degradación. En el compost húmedo pasado los 30 y 60 días el peso disminuyó, teniendo un aumento a los 90 días.

Partículas en la superficie del material produce capas protectoras lo que genera resistencia a la iniciación de reacciones degradativas que se relaciona por lo expuesto por (Quiróz et al. 2009 p. 190) en su estudio de la degradación de polímeros oxo-biodegradables.

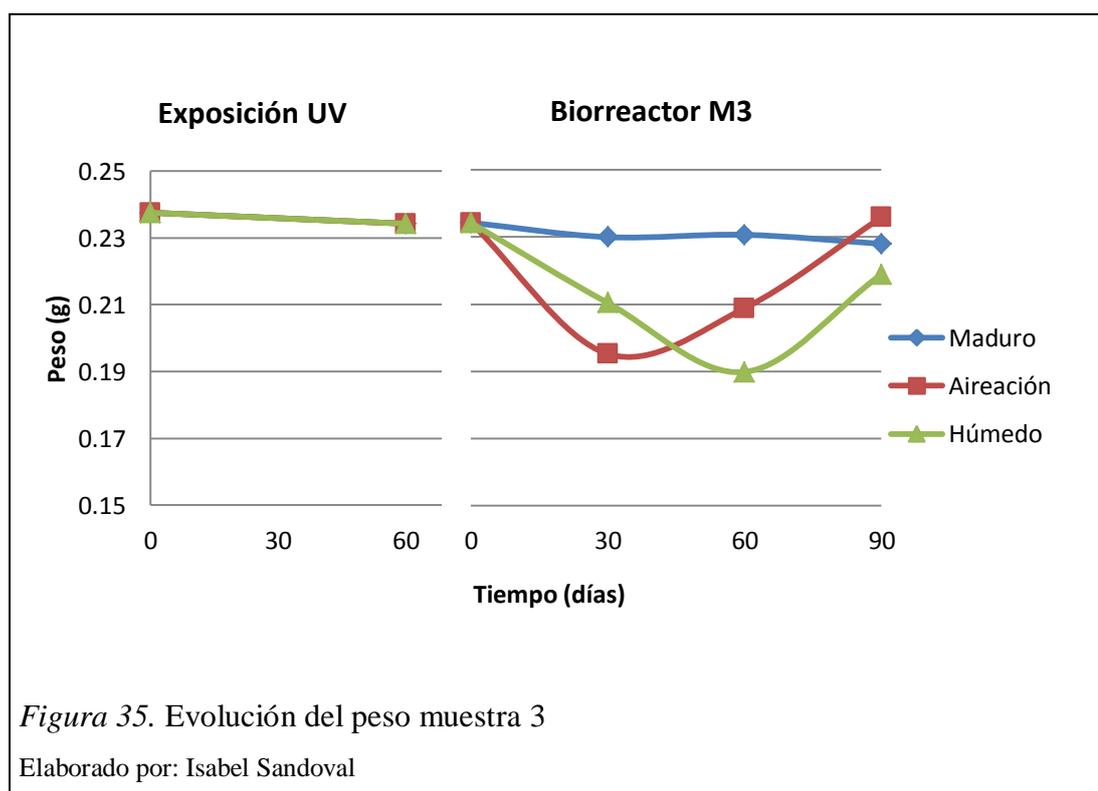


Figura 35. Evolución del peso muestra 3

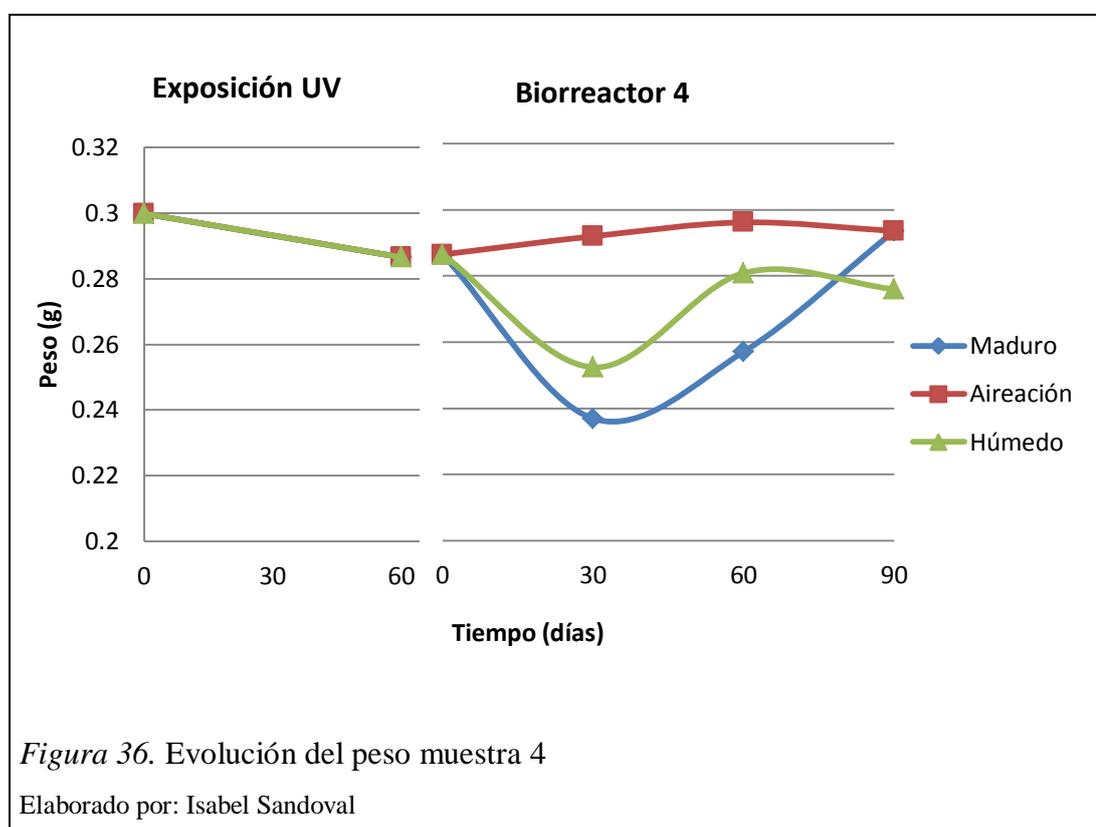
Elaborado por: Isabel Sandoval

### Muestra bolsa 4

En la etapa de radiación el peso disminuyó de 0,29 a 0,28g.

En el compost maduro la muestra pasado los 30 días presentó una reducción en el peso, teniendo un aumento a los 60 y 90 días, ya que partículas del sustrato pudieron adherirse a la muestra. En el compost maduro con aireación se observó que el peso se mantuvo durante los 3 meses y en el compost húmedo el peso disminuyó.

De los resultados obtenidos se deduce que la biodegradación de polímero depende de las condiciones ambientales tales como la humedad, la temperatura y el oxígeno según lo expuesto por (Vidya, 2012, p. 18).



b) Pruebas de espesor

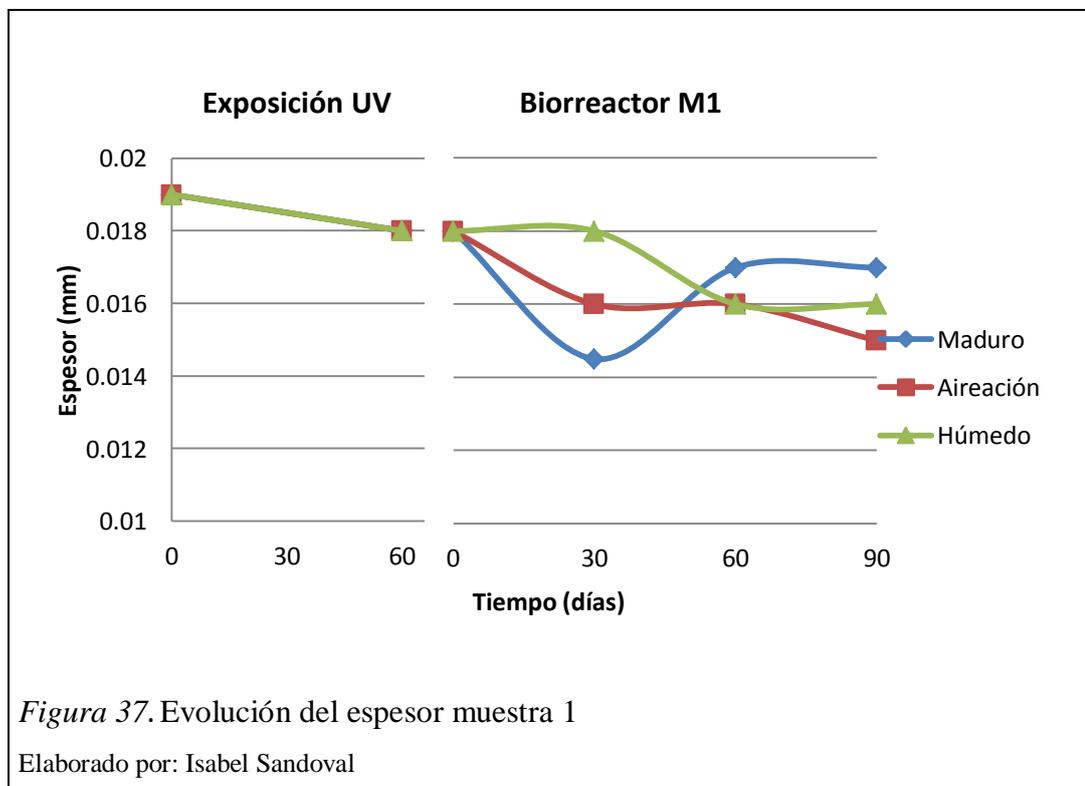
Se realizó la prueba de espesor a las muestras frescas, expuestas y sembradas registrándose los siguientes resultados.

**Muestra bolsa 1**

En la etapa de exposición el espesor disminuyó de 0,019mm a 0,018mm.

En la etapa de degradación, en el compost maduro presentó una reducción en el espesor a los 30 días, teniendo un ligero aumento a los 60 y 90. En el compost maduro con aireación se observó que el espesor se redujo de 0,016 mm a 0,015mm. En el compost húmedo el espesor disminuyó desde 0,018 mm a 0,016 mm en los 3 meses.

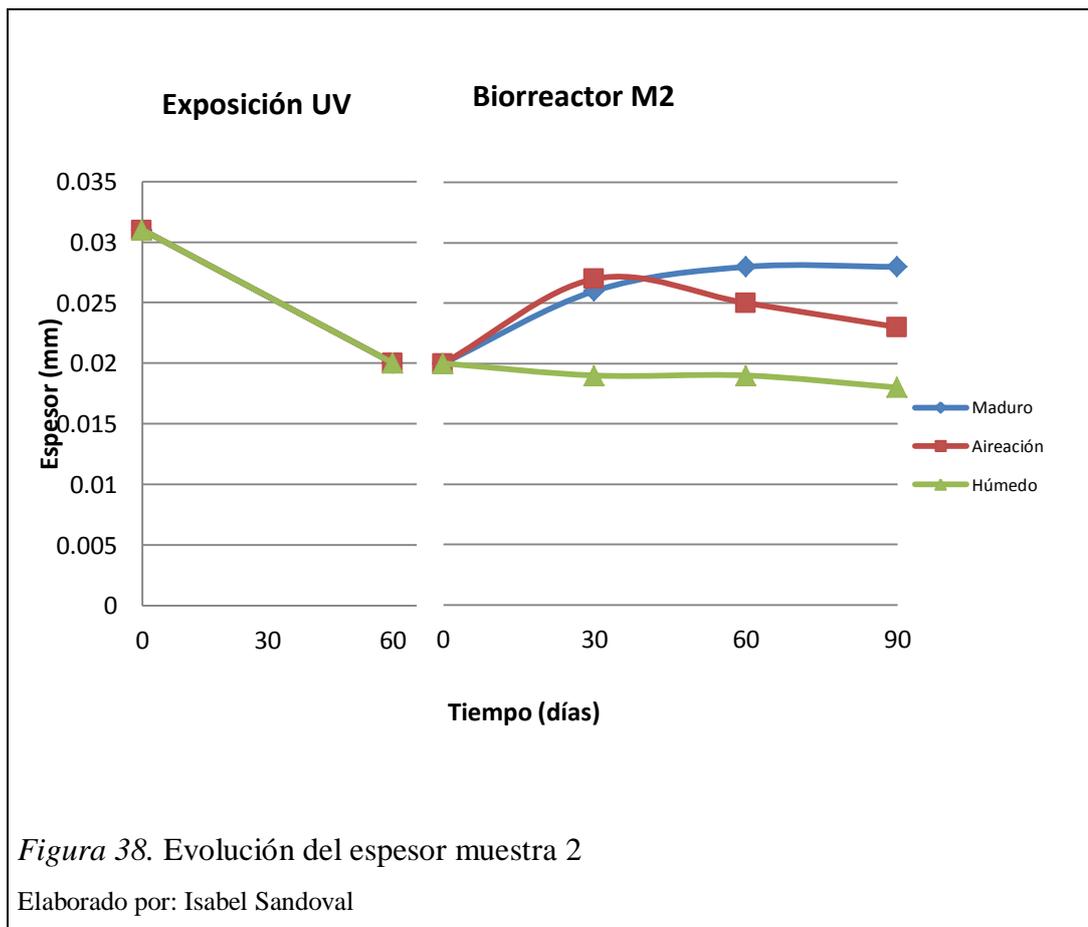
La muestra al ser sometida a factores como radiación UV, calor y/o stress, produce cambios en las propiedades del polímero según lo expuesto por (Quiróz et al. 2009, p. 190) en su estudio de la degradación en polímeros oxo-biodegradables.



## Muestra bolsa 2

En la etapa de exposición existió una reducción en el espesor de 0,03mm a 0,02mm.

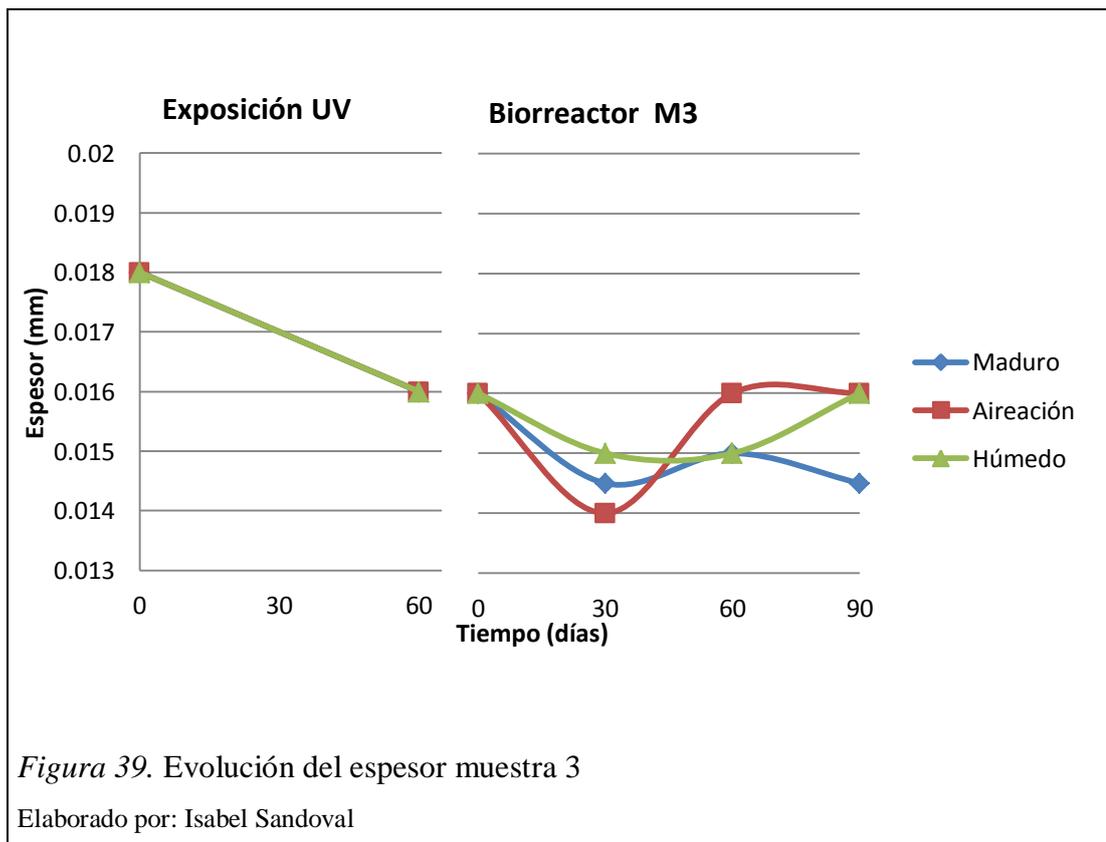
En la etapa de degradación, en el compost maduro la muestra presentó un aumento en el espesor. En el compost maduro con aireación el espesor se redujo desde 0,016mm a 0,015mm durante los 3 meses. En el compost húmedo el espesor se redujo de 0,018mm a 0,016mm.



### Muestra bolsa 3

En la etapa de exposición el espesor disminuyó de 0,018mm a 0,016mm.

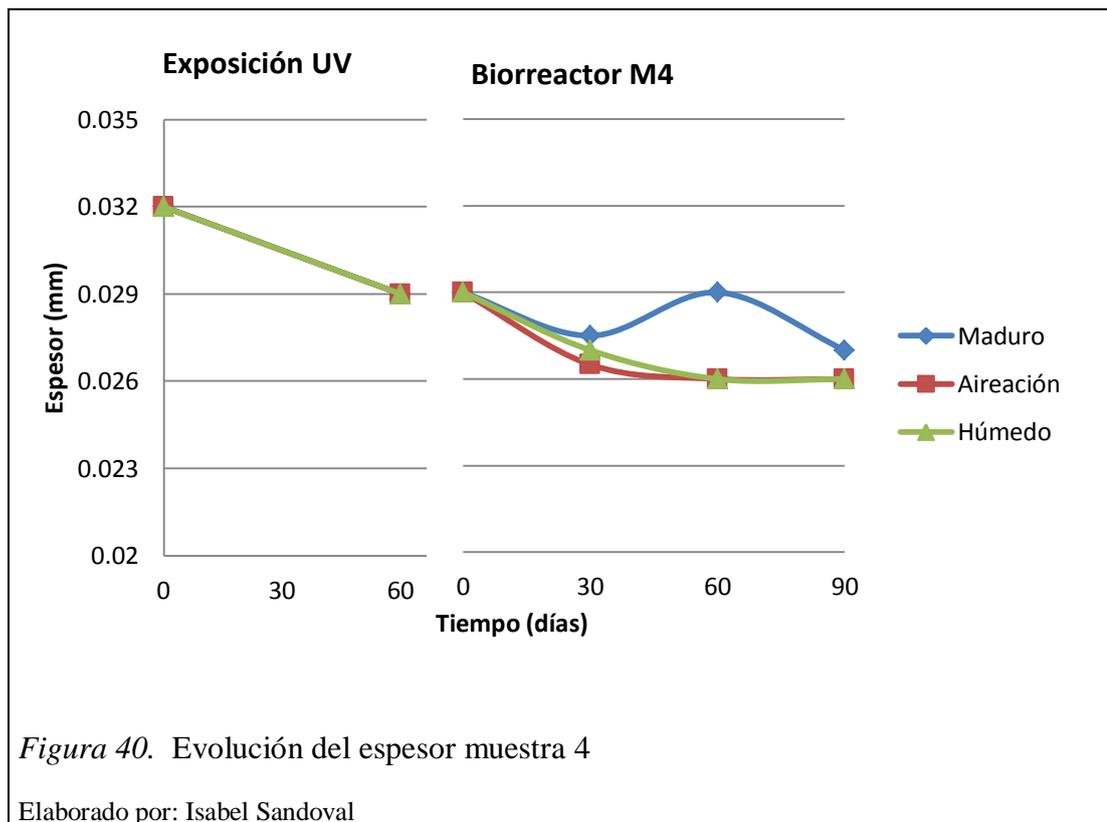
En la etapa de degradación, en el compost maduro el espesor disminuyó a 0,15mm. En el compost maduro con aireación el espesor aumento durante a los 60 y 90 días de 0,14mm a 0,16mm .En el compost húmedo durante los dos primeros meses el espesor se a 0,015mm teniendo un leve aumento de 0,016mm en el último mes.



#### Muestra bolsa 4

En la etapa de exposición el espesor disminuyó 0,030mm a 0,029mm.

En la etapa de degradación, en el compost maduro la muestra pasado los 3 meses el espesor disminuyó. En el compost maduro con aireación disminuyó a 0,027mm a los 30 días y se mantuvo durante los dos meses siguientes en 0,26mm. En el compost húmedo se observó que el espesor disminuyó.



### 3.3.4.2. Prueba de tensión.

Se realizó la prueba de tensión a las muestras frescas, expuestas y sembradas obteniendo los siguientes resultados:

#### Muestra bolsa 1

En la etapa de exposición la muestra tuvo tendencia a disminuir su resistencia a la ruptura desde un valor de 69 MPa a 52 MPa.

En la etapa de degradación, tuvo una pérdida total de su propiedad mecánica desde 43 MPa a 0 MPa.

De los resultados obtenidos se relaciona con lo expuesto por (Quiróz et al. 2009, p. 188) que explica que las muestras sometidas a radiación UV y factores como calor y tensiones mecánicas muestran cambios en la resistencia a la tracción.

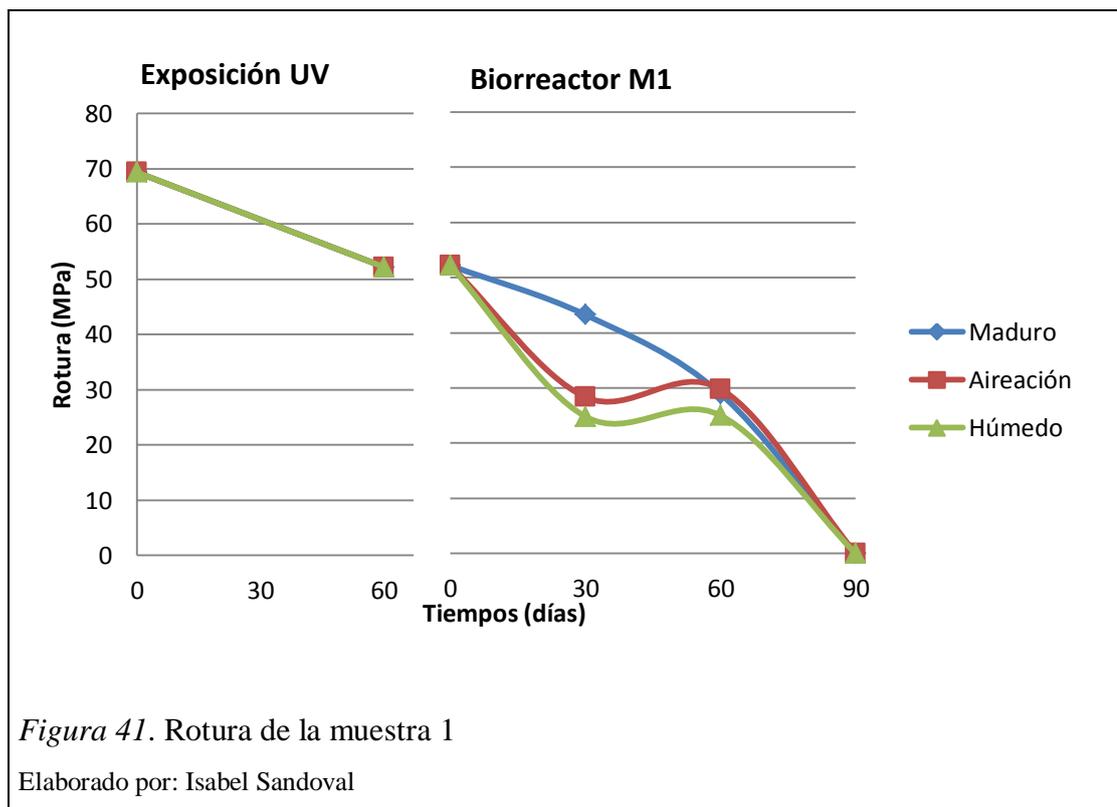
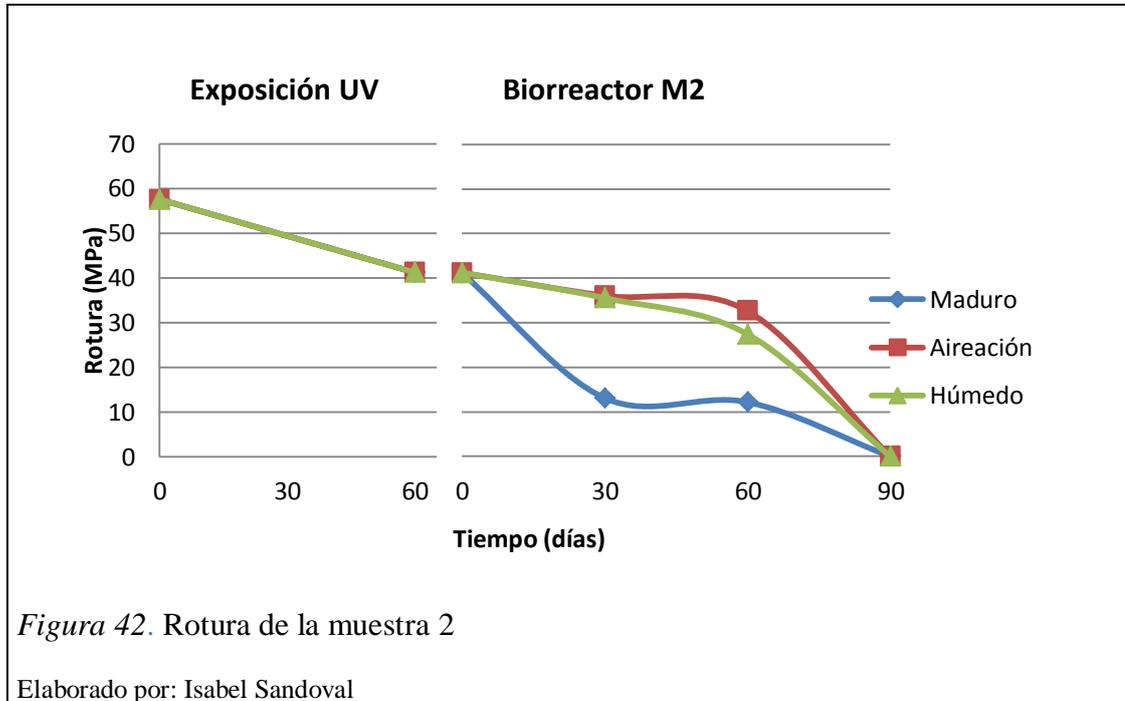


Figura 41. Rotura de la muestra 1

Elaborado por: Isabel Sandoval

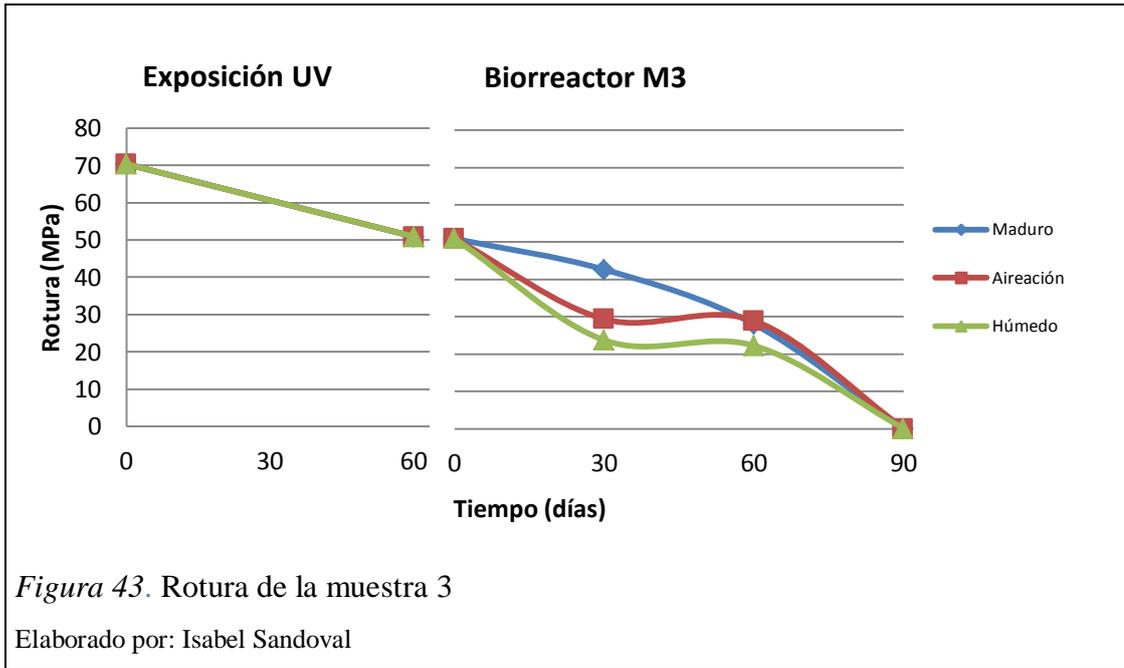
### Muestra bolsa 2

Tanto en la etapa de exposición y degradación la muestra tuvo un cambio significativo en la resistencia a la tracción desde un valor de 60 MPa a 0 MPa perdiendo sus propiedades mecánicas totalmente.



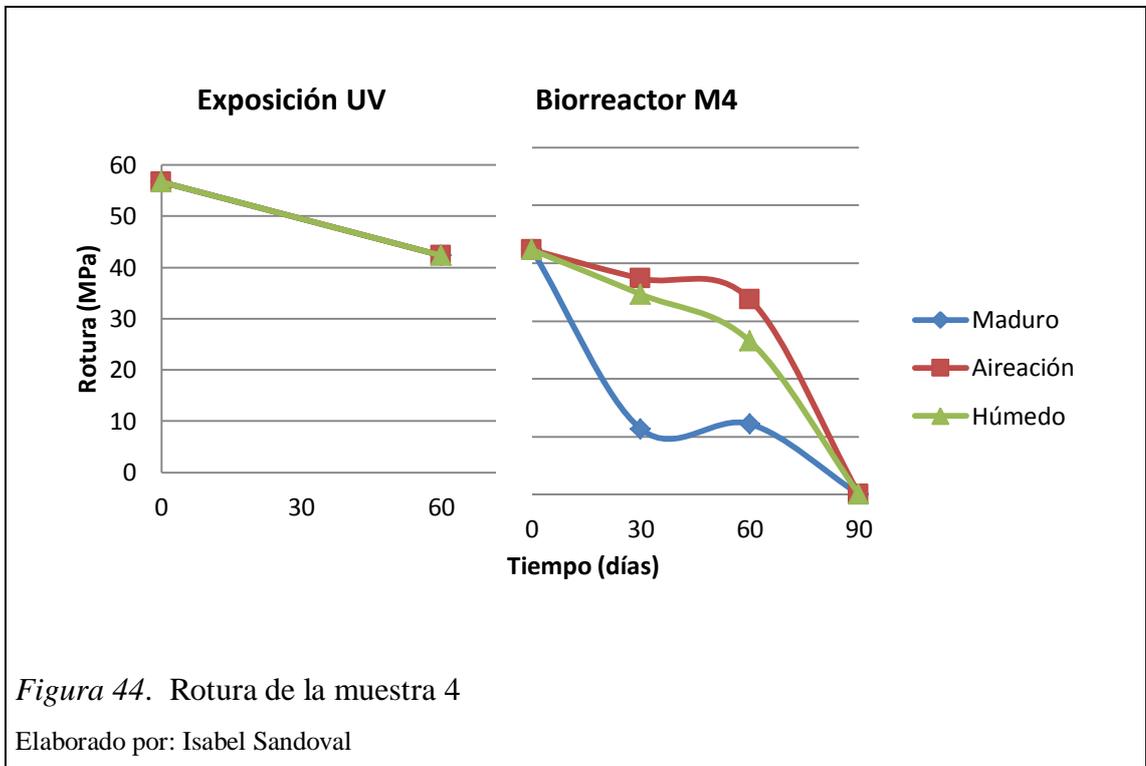
### Muestra bolsa 3

Como se observa en la figura 43, tanto en la etapa de exposición y degradación en el biorreactor la muestra tuvo tendencia a disminuir su resistencia a la ruptura desde un valor de 70 MPa a 0 MPa debido a los factores a los que fue sometido acelerando el proceso de degradación.



#### Muestra bolsa 4

La muestra tanto en la etapa de exposición y de degradación disminuyó su resistencia a la ruptura desde un valor de 56 MPa a 0 MPa perdiendo sus propiedades mecánicas totalmente.



#### **3.3.4.3. Prueba de infrarrojo.**

En esta prueba se analizó los diferentes picos de absorbancia en cada una de las muestras (Ver anexo 4), de esta manera se identificó los diferentes grupos funcionales y la existencia de grupos carbonilos que indican que se inició el proceso de degradación.

#### **Muestra bolsa 1**

Como se indica en la tabla 3, la muestra presentó picos de absorbancia en 1700-1725  $\text{cm}^{-1}$  lo que muestra la formación de ácidos carboxílicos y en 1785-1815  $\text{cm}^{-1}$  que muestra la formación de haluros de acilo.

Los resultados obtenidos se relacionan con lo expuesto por (Vidya, 2012, p. 40) que indica que los cambios químicos resultantes de la degradación del polímero implican la formación de diversos grupos funcionales como grupos hidroxilos y carbonilos.

Tabla 3. Resultados FT-IR muestra 1

Grupo funcionales	Alcanos C-H (3000-2800cm <sup>-1</sup> )	Alcanos-estiramiento C-C (1610-1450 cm <sup>-1</sup> )	Haluro acilo (1815-1785 cm <sup>-1</sup> )	Ácido carboxílico (1700-1725 cm <sup>-1</sup> )	Sulfóxidos (1070-1010 cm <sup>-1</sup> )	Polietileno (900-600cm <sup>-1</sup> )
Tiempo (días)	<b>Muestra fresca</b>					
Fresca	✓	✓			✓	✓
	<b>Exposición UV</b>					
Expuesta	✓	✓	✓		✓	✓
	<b>Biorreactor 1°mes</b>					
Maduro	✓	✓	✓		✓	✓
Maduro +Aireación	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Húmedo	✓	✓	✓		✓	✓
	<b>2°mes</b>					
Maduro	✓	✓			✓	✓
Maduro +Aireación	✓	✓			✓	✓
Húmedo	✓		✓			✓
	<b>3°mes</b>					
Maduro	✓	✓			✓	✓
Maduro +Aireación	✓	✓			✓	✓
Húmedo	✓	✓	✓	✓	✓	✓

Elaborado por: Isabel Sandoval

## Muestra bolsa 2

La muestra presenta formación de picos de absorbancia en  $1815-1785\text{cm}^{-1}$  (haluro de acilo) y  $1700-1725\text{ cm}^{-1}$  (ácidos carboxílicos) lo que indica que existió degradación.

Tabla 4. Resultados FT-IR muestra 2

Grupo funcionales	Alcanos C-H (3000-2800 $\text{cm}^{-1}$ )	Alcanos-estiramiento C-C (1610-1450 $\text{cm}^{-1}$ )	Haluro acilo (1815-1785 $\text{cm}^{-1}$ )	Ácido carboxílico (1700-1725 $\text{cm}^{-1}$ )	Sulfóxidos (1070-1010 $\text{cm}^{-1}$ )	Polietileno (900-600 $\text{cm}^{-1}$ )
Tiempo (días)	<b>Muestra fresca</b>					
Fresca	✓	✓				✓
	<b>Exposición UV</b>					
Expuesta	✓	✓	✓			✓
	<b>Biorreactor 1° mes</b>					
Maduro	✓	✓	✓	✓		✓
Maduro +Aireación	✓	✓				✓
Húmedo	✓	✓	✓			✓
	<b>2° mes</b>					
Maduro	✓	✓				✓
Maduro +Aireación	✓	✓	✓			✓
Húmedo	✓		✓			✓
	<b>3° mes</b>					
Maduro	✓	✓				✓
Maduro +Aireación	✓	✓	✓			✓
Húmedo	✓	✓	✓			✓

Elaborado por: Isabel Sandoval

### Muestra bolsa 3

La muestra presenta la formación de picos de absorbancia en  $1785-1815\text{-cm}^{-1}$  (haluro de acilo) y  $1700-1725\text{ cm}^{-1}$  (ácidos carboxílicos) lo que muestra la formación de grupos oxidados.

Tabla 5. Resultado FT-IR muestra 3

Grupo funcionales	Alcanos C-H ( $3000-2800\text{ cm}^{-1}$ )	Alcanos-estiramiento C-C ( $1610-1450\text{ cm}^{-1}$ )	Haluro acilo ( $1815-1785\text{ cm}^{-1}$ )	Ácido carboxílico ( $1700-1725\text{ cm}^{-1}$ )	Sulfóxidos ( $1070-1010\text{ cm}^{-1}$ )	Polietileno ( $900-600\text{cm}^{-1}$ )
<b>Tiempo (días)</b>	<b>Muestra Fresca</b>					
<b>Fresca</b>	✓	✓			✓	✓
	<b>Exposición UV</b>					
<b>Expuesta</b>	✓	✓			✓	✓
	<b>Biorreactor 1°mes</b>					
<b>Maduro</b>	✓	✓	✓		✓	✓
<b>Maduro +Aireación</b>	✓	✓			✓	✓
<b>Húmedo</b>	✓	✓	✓		✓	✓
	<b>2°mes</b>					
<b>Maduro</b>	✓	✓	✓		✓	✓
<b>Maduro +Aireación</b>	✓	✓			✓	✓
<b>Húmedo</b>	✓		✓	✓		✓
	<b>3 ° mes</b>					
<b>Maduro</b>	✓	✓	✓		✓	✓
<b>Maduro +Aireación</b>	✓	✓			✓	✓
<b>Húmedo</b>	✓	✓			✓	✓

Elaborado por: Isabel Sandoval

#### Muestra bolsa 4

La muestra presenta picos de absorbanza en 1700-1725  $\text{cm}^{-1}$  (ácidos carboxílicos) y en 1785-1815- $\text{cm}^{-1}$  (haluro de acilo), lo que indica que existió degradación en la muestra.

Tabla 6. Resultados de FT-IR muestra 4

Grupo funcionales	Alcanos C-H (3000-2800 $\text{cm}^{-1}$ )	Alcanos-estiramiento C-C (1610-1450 $\text{cm}^{-1}$ )	Haluro acilo (1815-1785 $\text{cm}^{-1}$ )	Ácido carboxílico (1700-1725 $\text{cm}^{-1}$ )	Sulfóxidos (1070-1010 $\text{cm}^{-1}$ )	Polietileno (900-600 $\text{cm}^{-1}$ )
<b>Tiempo (días)</b>	<b>Muestra fresca</b>					
<b>Fresca</b>	✓	✓			✓	✓
	<b>Exposición UV</b>					
<b>Expuesta</b>	✓	✓	✓		✓	✓
	<b>Biorreactor 1° mes</b>					
<b>Maduro</b>	✓	✓	✓		✓	✓
<b>Maduro +Aireación</b>	✓	✓	✓			✓
<b>Húmedo</b>	✓	✓		✓	✓	✓
	<b>2° mes</b>					
<b>Maduro</b>	✓	✓			✓	✓
<b>Maduro +Aireación</b>	✓	✓	✓			✓
<b>Húmedo</b>	✓				✓	✓
	<b>3° mes</b>					
<b>Maduro</b>	✓	✓			✓	✓
<b>Maduro +Aireación</b>	✓	✓	✓	✓		✓
<b>Húmedo</b>	✓	✓			✓	✓

Elaborado por: Isabel Sandoval

### 3.3.4.4. Prueba de DSC.

Como se indica en la tabla 7, se identificó la temperatura inicial y final de las 4 muestras, las cuales presentaron variaciones muy bajas con lo que no se pudo determinar si existió degradación en las muestras.

Tabla 7. Resultados DSC de las 4 muestras

	DSC								
		MB 1		MB 2		MB 3		MB 4	
		Ti (°C)	Tf (°C)	Ti (°C)	Tf (°C)	Ti (°C)	Tf (°C)	Ti (°C)	Tf (°C)
<b>Maduro</b>	<b>Promedio</b>	125,4	145,6	124,3	145,5	125,4	145,5	124,3	145,5
	<b>Desviación</b>	1,215	0,724	2,048	1,542	1,176	0,688	2,053	1,505
	<b>% Coeficiente</b>	0,969	0,497	1,649	1,060	0,938	0,473	1,652	1,035
<b>Maduro+ aireación</b>	<b>Promedio</b>	125,9	144,9	125,3	145,3	125,8	144,7	125,3	145,3
	<b>Desviación</b>	1,086	1,194	1,061	1,069	1,209	1,017	1,131	1,000
	<b>% Coeficiente</b>	0,863	0,824	0,847	0,736	0,961	0,703	0,903	0,689
<b>Fresco</b>	<b>Promedio</b>	125,2	145,0	124,5	145,0	125,1	144,9	124,5	145,0
	<b>Desviación</b>	1,205	2,534	2,104	1,463	1,344	2,512	2,082	1,405
	<b>% Coeficiente</b>	0,962	1,748	1,690	1,009	1,074	1,734	1,673	0,969

Elaborado por: Isabel Sandoval

## CONCLUSIONES

- En la investigación de los principales centros comerciales de Manta se obtuvo que el 23,21% expende sus productos en bolsas plásticas oxo-biodegradables mientras que el 76,78 % en bolsas plásticas normales.
- En la etapa de exposición a radiación UV las cuatro muestras presentaron un cambio en sus propiedades físicas, mecánicas y espectroscópicas ya que al ser sometidas a radiación produce una degradación acelerada.
- En la evaluación del peso de la muestra 1 presentó un porcentaje de pérdida de 12 % a 14, %, la muestra 2 de 7 % a 13 %, la muestra 3 de 4% a 8 % y la muestra 4 de 2% a 8 % de pérdida respectivamente, las muestras presentaron una reducción en el peso molecular al ser sometidas a radiación UV, calor y/o stress.
- En la prueba de espesor, la muestra 1 presentó un porcentaje de pérdida de 10 % a 20 %, en la muestra 2 de 10 % a 21 %, en la muestra 3 de 9 % a 23 % y en la muestra 4 de 3 % a 15% de pérdida respectivamente; aunque existió una disminución en la mayoría de las muestras, las variaciones de dos de las muestras se dieron por la sedimentación de partículas sobre la superficie del material lo que influyó en los resultados de la prueba.
- En la espectroscopia de infrarrojo las cuatro muestras presentaron la formación de ácidos carboxílicos y haluros de acilo iniciando así con las reacciones degradativas en el material ya que al encontrarse bajo la acción de rayos UV, calor y/o oxígeno permite desencadenar una ruptura de las cadenas moleculares.
- Mediante la prueba de calorimetría diferencial de barrido (DSC) no se logró determinar si las muestras fueron afectadas en sus propiedades térmicas ya que las variaciones fueron muy bajas.
- En la prueba de tensión las cuatro muestras presentaron una pérdida total de sus propiedades tensiles.

- El aditivo pro-oxidante que se incorpora en las bolsas produce una fragmentación acelerada del producto cuando actúan cantidades de radiación UV, calor y/o esfuerzos mecánicos suficientes, se demostró que en las muestras existió esta etapa de degradación llegando a la pérdida de sus propiedades.

## **RECOMENDACIONES**

- Continuar con estudios sobre la biodegradación de las bolsas oxo-biodegradables por períodos más largos incorporando otros factores de análisis como la interacción de los microorganismos con el material.
- Capacitar a la población para disminuir el uso indiscriminado de bolsas plásticas, generando hábitos más sustentables con el fin de evitar que la contaminación ambiental siga en aumento.
- Normar la producción y utilización de fundas plásticas, generalizando el uso de las bolsas oxo-biodegradables ya que su proceso de degradación es más corto.

## LISTA DE REFERENCIAS

- Allinger, N. (1984). *Química Orgánica*. España: Reverté,S.A.
- Alviar, C. (2004). *Manual de Agricultura Alternativa ,Principios*. Bogotá: Quebecor World Bogota.S.A.
- Assadourian, E., Brown, L., Carius, A., & Cincotta, R. (2004). *La situación del mundo 2004*. Barcelona: Icaria.
- Atkins, P. (2007). *Principios de Química: Los caminos del descubrimiento*. Buenos Aires: Médica Paramericana.
- Besednjak, A. (2005). *Materiales Compuestos*. Barcelona: UPC.
- Billmeyer, F. (2004). *Ciencia de los Polímeros*. Barcelona: Reverte.
- Callister, W. (2007). *Introducción a la Ciencia y Energía de los materiales*. Barcelona: Reverté.
- Castells, X. (2012). *Reciclaje de Residuos Industriales*. Madrid: Díaz de Santos.
- DeGarmo, P., Black, T., & Kohser, R. (1994). *Materiales y proceso de fabricación*. Barcelona: Reverté.
- Dominguez, J. (2010). *Mecanizado Básico*. Madrid: Editex.
- Franquet, J. (2005). *Cálculo Hidraulico de las conducciones libres y forzadas*. Cataluña: Universidad de Cataluña y Asociacion de Ingenieros Agrónomos de Cataluña.
- French, A. (2006). *Mecánica Newtoniana*. Barcelona,España: Reverté S.A.
- Garreta, J. (2003). Sustancias explosivas. *Municiones*, 15.
- Gómez De León, F. (2004). *Manual Basico de corrosión para ingenieros*. Murcia: Universidad de Murcia.
- Groover, M. (1997). *Fundamentos de Manufactura Moderna*. México: Prentice-Hall.
- Gutiérrez, M., López, L., Arellano, L., & Ochoa, A. (2009). *Química orgánica*. México: Pearson Educación.
- Harris, D. (2007). *Análisis Químico cuantitativo*. Barcelona,España: Reverté.
- Hill, J., & Kolb, D. (1999). *Química para el nuevo milenio*. México: Prentice Hall.
- Instituto Ecuatoriano de Estadística y Censos. (2012). *INEC*. Recuperado el 22 agosto de 2013, de [www.inec.gob.ec](http://www.inec.gob.ec)
- INECC. (julio de 2009). *Estudio comparativo de bolsas de plástico degradables versus convencionales mediante la herramienta de análisis de ciclo de vida*.

Recuperado el 18 de septiembre de 2013, de [http://www.inecc.gob.mx/descargas/dgcneca/estudio\\_comp\\_bolsas.pdf](http://www.inecc.gob.mx/descargas/dgcneca/estudio_comp_bolsas.pdf)

Jakubowicz, I., & Enebro, J. (2011). Effects of reprocessing of oxobiodegradable and non-degradable polyethylene. *Polymer Degradation and Stability*, 316.

Kalpajian, S., & Schmid, S. (2002). *Manufactura ,ingeniería y tecnología*. Mexico: Pearson Educación.

Koc, A., & otros. (2008). Oxidative thermal degradation of LDPE and the determination of some thermodynamic quantities. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 383.

Leidinger, O. (1997). *Procesos Industriales*. Perú: Fondo Editorial de la Pontificia Universidad Católica del Perú.

Liberati, D. (2008). *Tapones sintéticos en Enología*. Madrid: Mundi-Prensa.

Maldonado, A. y. (2010). *Acción Ecológica*. Recuperado el 31 de julio de 2013, de Análisis del impacto en la salud ocasionado por el botadero municipal de Santa Marianita: <http://www.accionecologica.org/images/stories/desechos/casos/manta.pdf>

Navarrete, N., Grau, A., Chiralt, A., & Fito, P. (1998). *Termodinámica y cinética de sistemas alimento entorno*. Valencia: Reproval.

Niaounakis, M. (2013). *Byopolimers ,Reuse, Recycling and Disposal*.

Ojeda, T., Dalmolin, E., & Forte, M. (2008). Abiotic and biotic degradation of oxo-biodegradable polyethylenes. *Polymer Degradation and Stability*, 965.

Philip, S. (1998). *Química Organica : Conceptos y aplicaciones*. Pearson.

Polinter. (junio de 2011). *Las bolsas plásticas y su impacto ambiental*. Recuperado el 18 de septiembre de 2013, de [http://www.polinter.com.ve/publicaciones/boletines/las\\_bolsas\\_plasticas\\_y\\_su\\_impacto\\_ambiental.pdf](http://www.polinter.com.ve/publicaciones/boletines/las_bolsas_plasticas_y_su_impacto_ambiental.pdf)

Quiróz, F., Cadena, F., Sinche, L., Chango, I., & Aldás, M. (2009). Estudio de la degradación en polímeros oxo-biodegradables. *Revista politécnica* , 179-190.

Sabín, J. (2007). *Estabilidad Coloidal de Nanoestructuras Liposómicas*. Universidad de Santiago de Compostela.

Sánchez, E. (2006). *Elementos Metálicos y sintéticos*. Madrid: Editex.

Sánchez, J. (2013). *En buenas manos*. Recuperado el 18 de septiembre de 2013, de <http://www.enbuenasmanos.com/articulos/muestra.asp?art=2359>

Smith, R. (2005). *Biodegradable polymers for industrial applications*. Boca Ratón, EE.UU: Woodhead Publishing Limited.

UCP. (2012). *Química General*. Perú: Editorial Pontificia Universidad Católica del Perú.

Uribe, M. (2011). Disacáridos y Polisacáridos. *Nutrición*, 5.

Vidya, F. (2012). *Modification of Linear Low Density Polyethylene for Improved Photo and Biodegradation*. India.

Vincent, M. y. (2006). *Ciencia y Tecnología de Polímeros*. Valencia: Universidad Politécnica de Valencia.

Weininger, S., & Stermitz, F. (1988). *Química Orgánica*. España: Editorial Reverté.

Yurkanis, P. (2007). *Fundamentos de Química Orgánica*. México: Pearson Educación.

## GLOSARIO DE TÉRMINOS

**Polímero:** Son moléculas que se forman por polimerización, esto es por el enlace de diferentes monómeros que constituyen la base de un polímero. En algunos casos la repetición es lineal y en otros casos las cadenas son ramificadas o interconectadas formando retículos tridimensionales (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 182)

**Plástico:** Se entiende por plástico a cualquier material formado principalmente por algún polímero natural o sintético con sus aditivos correspondientes para conferirle las características deseadas (Castells, 2012, p. 999).

**Plásticos oxo-biodegradables:** Plásticos que se someten a la degradación resultado de fenómenos oxidativos y celulares, ya sea simultánea o sucesivamente (Smith, 2005, p. 58).

**Oxo-biodegradación:** Se define como la biodegradación en la que la cadena del polímero se divide principalmente por oxidación abiótica, por microorganismos o una combinación de ambos (Smith, 2005, p. 58).

**Compost:** Es el resultado de un proceso de humidificación de la materia orgánica bajo condiciones controladas, el compost es un nutriente para el suelo ya que mejora su estructura ayuda a reducir la erosión y contribuye a que las plantas absorban agua y nutrientes además favorece el mantenimiento de la vida animal y microorganismos (Alviar, 2004, p. 32).

## UNIDADES

°C	centígrados
mm	milímetros
g	gramos
cm	centímetro
cm <sup>-1</sup>	centímetro a la menos uno
W	watt
M	metro
A	amperio

# Anexo 1. ASTM D6954 – 04 “Guía estándar para la exposición y prueba de plásticos se degradan en el medio ambiente por una combinación de oxidación y Biodegradación”



Designation: D6954 – 04

## Standard Guide for Exposing and Testing Plastics that Degrade in the Environment by a Combination of Oxidation and Biodegradation<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D6954; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reappraisal. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reappraisal.

### 1. Scope

1.1 This guide provides a framework or road map to compare and rank the controlled laboratory rates of degradation and degree of physical property losses of polymers by thermal and photooxidation processes as well as the biodegradation and ecological impacts in defined applications and disposal environments after degradation. Disposal environments range from exposure in soil, landfill, and compost in which thermal oxidation may occur and land cover and agricultural use in which photooxidation may also occur.

1.2 In this guide, established ASTM International standards are used in three tiers for accelerating and measuring the loss in properties and molecular weight by both thermal and photooxidation processes and other abiotic processes (Tier 1), measuring biodegradation (Tier 2), and assessing ecological impact of the products from these processes (Tier 3).

1.3 The Tier 1 conditions selected for thermal oxidation and photooxidation accelerate the degradation likely to occur in a chosen application and disposal environment. The conditions should include a range of humidity or water concentrations based on the application and disposal environment in mind. The measured rate of degradation at typical oxidation temperatures is required to compare and rank the polymers being evaluated in that chosen application to reach a molecular weight that constitutes a demonstrable biodegradable residue (using ASTM International biometer tests for CO<sub>2</sub> evolution appropriate to the chosen environment). By way of example, accelerated oxidation data must be obtained at temperatures and humidity ranges typical in that chosen application and disposal environment, for example, in soil (20 to 30°C), landfill (20 to 35°C), and composting facilities (30 to 65°C). For applications in soils, local temperatures and humidity ranges must be considered as they vary widely with geography. At

<sup>1</sup> This guide is under the jurisdiction of ASTM Committee D20 on Plastics and is the direct responsibility of Subcommittee D20.96 on Biodegradable Plastics and Biobased Products.  
Current edition approved May 1, 2004. Published May 2004. DOI: 10.1520/D6954-04.

least one temperature must be reasonably close to the end use or disposal temperature, but under no circumstances should this be more than 20°C away from the removed that temperature. It must also be established that the polymer does not undergo a phase change, such as glass transition temperature ( $T_g$ ) within the temperature range of testing.

1.4 The residues resulting from the oxidations are then exposed to appropriate disposal or use environments in standard biometric test methods to measure the rate and degree of biodegradation (Tier 2).

1.5 The data generated under Tier 1 evaluation and the determined time for the biodegradation in the chosen environment (Tier 2) allow ranking relative to other polymers evaluated under similar environmental conditions with this guide. The degree and time for biodegradation should be consistent with ASTM International methods, and any residues from the intermediate oxidation stage and from biodegradation must be shown to be environmentally benign and not persistent (Tier 3).

NOTE 1—The intended use of this guide is for comparison and ranking of environmental impacts of polymers that require no more than 24 months to oxidize and biodegrade in the intended use and disposal options and create no harmful or persistent residues under the appropriate disposal conditions (for example, two seasons of crop-growing conditions in soil).

1.6 It is cautioned that the results of any laboratory exposure in this guide cannot be directly extrapolated to actual disposal environments; confirmation to real world exposure is ultimately required as with all ASTM International standards.

1.7 The values stated in SI units are to be regarded as standard.

NOTE 2—There is no ISO standard that is the equivalent of this standard guide. Note this changed all subsequent Note numbers.

1.8 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory requirements prior to use.*

ASTM D6954 – 04

### 2. Referenced Documents

- 2.1 *ASTM Standards*:<sup>2</sup>  
D883 Terminology Relating to Plastics  
D3826 Practice for Determining Degradation End Point in Degradable Polyethylene and Polypropylene Using a Tensile Test  
D3987 Test Method for Shake Extraction of Solid Waste with Water  
D5071 Practice for Exposure of Photodegradable Plastics in a Xenon Arc Apparatus  
D5208 Practice for Fluorescent Ultraviolet (UV) Exposure of Photodegradable Plastics  
D5272 Practice for Outdoor Exposure Testing of Photodegradable Plastics  
D5338 Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials Under Controlled Composting Conditions  
D5510 Practice for Heat Aging of Oxidatively Degradable Plastics  
D5526 Test Method for Determining Anaerobic Biodegradation of Plastic Materials Under Accelerated Landfill Conditions  
D5951 Practice for Preparing Residual Solids Obtained After Biodegradability Standard Methods for Plastics in Solid Waste for Toxicity and Compost Quality Testing  
D5988 Test Method for Determining Aerobic Biodegradation in Soil of Plastic Materials or Residual Plastic Materials After Composting  
D6002 Guide for Assessing the Compostability of Environmentally Degradable Plastics  
D6400 Specification for Compostable Plastics  
E1440 Guide for Acute Toxicity Test with the Rotifer Brachionus  
2.2 *Other Standards*:  
EPA TITLE 40 CFA 40CFR62, 40CFR50-189, 40CFR260-299, 40CFR300-399, 700-799, and 49CFR100-180<sup>3</sup>  
OECD Guideline 207 Earthworm, Acute Toxicity Tests<sup>4</sup>  
OECD Guideline 208 Terrestrial Plants, Growth Test<sup>4</sup>  
ORCA Guidelines for the Evaluation of Feedstock for Source Separated Biowaste Composting and Biogasification<sup>5</sup>

### 3. Terminology

- 3.1 *Definitions*:  
3.1.1 Definitions of most terms applicable to this guide appear in Terminology D883 and Guide D6002.  
3.2 *Definitions of Terms Specific to This Standard*:  
3.2.1 *environmental degradation of a plastic, n*—abiotic or biotic degradation process or both that occurs in a given

<sup>2</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

<sup>3</sup> Available from United States Environmental Protection Association (EPA), Ariel Rios Bldg., 1200 Pennsylvania Ave., NW, Washington, DC 20460.

<sup>4</sup> Available from OECD, 2 rue Andre Pascal, F-75775 Paris Cedex 16, France.  
<sup>5</sup> Available from ORCA, Avenue E. Mounier 83, Box 1, Brussels, Belgium B-1200.

environment and includes photodegradation, oxidation, hydrolysis, and biodegradation. Living organisms effect biotic degradation processes and abiotic degradation processes are nonbiological in nature.

3.2.1.1 *Discussion*—Term not defined in Terminology D883.

3.2.2 *gels, n*—cross-linked polymer structures insoluble in solvents that do not break the primary or cross-linking bonds in the polymer. Cross-links created during oxobiodegradation of polymers are chemical bonds created by the degradation process, mostly carbon-carbon bonds, and thus extremely resistant to solvent degradation.<sup>6</sup>

3.2.3 *oxidation, n*—process promoted thermally or by irradiation in the presence of oxygen.

### 4. Summary of Guide

4.1 This guide may be used to compare and rank the rate and degree of thermal oxidative degradation of a plastic material relatively to a molecular weight range that can be established as biodegradable in a chosen environment. Subsequently, the biodegradation of these degraded polymers in diverse environments such as soil, compost, landfill, and water may be compared and ranked using standard biometric test methods and measuring carbon dioxide evolution.

NOTE 3—If composting is the designated disposal route, Specification D6400 is the only ultimate and definitive applicable specification for measuring biodegradation or compostability. Oxidation followed by biodegradation under the conditions found in this guide does not confer the designation “compostable” or any connotation that the applications are acceptable for composting in a commercial or municipal composting facility.

4.2 This guide uses a tiered criteria-based approach to assess the consecutive oxidation and biodegradability of plastic products and ecological impacts in defined applications. This is shown schematically in Section 6. Each tier in this guide includes objectives and a summary that presents test methods, method principles, test duration, and interpretation of results.

4.3 The tiered approach is chosen in the laboratory for convenient separation of oxidative degradation, biodegradation, and ecological impact stages even though in the real world all three are likely to be concurrent rather than consecutive.

#### 4.4 Tiered Methodology:

4.4.1 Tier 1 measures the rate and extent of molecular weight loss resulting from oxidation that is indicative of losses in physical properties from oxidation. Tier 1 requires either accelerated testing or long-term testing over a range of relative humidity or amount of moisture. Accelerated testing must be performed under conditions and temperatures that are acceptably typical of the specific application and disposal environments under consideration. Practices D5208, D5510, and D5071 may be used to specify the oxidative conditions and Practice D3826 may be used to define the point of embrittlement.

NOTE 4—For measuring the extent of disintegration/fragmentation, a

<sup>6</sup> Vollmert, B., *Polymer Chemistry*, Springer-Verlag, New York, 1973, p. 27, also pp. 543–561.

sieve test is required. In this tier, the fragments are subjected to molecular weight analysis and a total mass balance is obtained in the process. Exposure temperatures may range from 20 to 70°C in the presence of air and specified moisture or water levels for selected periods of time. At least one temperature must be reasonably close to the end use or disposal temperature, but under no circumstances should this be more than 20°C away from that temperature. It must also be established that the polymer does not undergo a phase change, such as glass transition temperature ( $T_g$ ) within the temperature range of testing. As an alternate degradation process, the test samples may be exposed to photooxidation in air as per Practices D5208 or D5071 and the mass change of the plastic recorded after exposure.

4.4.2 Tier 1 accelerated oxidation tests are not indicators of biodegradability and should not be used for the purpose of meeting the specifications as described in Specification D6400 and claiming compostability or biodegradation during composting. (If oxidation is thought to be sufficiently rapid in Tier 1, suggesting that composting may be a disposal environment, then Specification D6400 must be done and all the specifications in Section 6 (Detailed Requirements) must be met.

4.5 Gel Formation and Consequences During Oxidation Phase—Discussion:

4.5.1 Gel formation is a frequent side reaction of the oxidative degradation of polymers, especially polyolefins. Gels are cross-linked structures arising from the free radical nature of oxidative degradation. They are insoluble in nonreactive solvents, that is, solvents that do not break additional bonds. Normally, gels are not available to biodegradation. Some gels dissolve on further oxidative degradation and become available for ultimate biodegradation. However, the prooxidant (catalyst) may be excluded from the gel structure because of solubility changes in gel phase. In this case, the gel would become a nondegradable or very slowly degradable new fraction within the polymer. It is important to establish the extent of gel and its nature or permanence in the polymer residue and report these findings.

4.5.2 The purpose of Tier 2 is to estimate the biodegradability of all the fragmented products from Tier 1 under laboratory scale conditions appropriate to the application using current Test Methods D5988 and D5338. The entire material from the Tier 1 exposure is subjected to biodegradation testing. The percent biodegradation shall be calculated and reported as stated in the above referenced standards. The results from Tier 1 and Tier 2 shall be combined and used for comparison and ranking purposes between polymers of interest.

4.5.3 Tier 3 involves considerations of the ecological impacts in the final disposal medium such as soil, as in all biodegradation testing methods, which is basically a comparison of the test medium before and following oxidation and biodegradation.

5. Significance and Use

5.1 This guide is a sequential assembly of extant but unconnected standard tests and practices for the oxidation and biodegradation of plastics, which will permit the comparison and ranking of the overall rate of environmental degradation of plastics that require thermal or photooxidation to initiate degradation. Each degradation stage is independently evaluated to allow a combined evaluation of a polymer's environmental performance under a controlled laboratory setting. This

enables a laboratory assessment of its disposal performance in, soil, compost, landfill, and water and for use in agricultural products such as mulch film without detriment to that particular environment.

NOTE 5—For determining biodegradation rates under composting conditions, Specification D6400 is to be used, including test methods and conditions as specified.

5.2 The correlation of results from this guide to actual disposal environments (for example, agricultural mulch films, composting, or landfill applications) has not been determined, and as such, the results should be used only for comparative and ranking purposes.

5.3 The results of laboratory exposure cannot be directly extrapolated to estimate absolute rate of deterioration by the environment because the acceleration factor is material dependent and can be significantly different for each material and for different formulations of the same material. However, exposure of a similar material of known outdoor performance, a control, at the same time as the test specimens allows comparison of the durability relative to that of the control under the test conditions.

6. Procedures

6.1 Test sample selected to be in the thickness of the application form.

6.2 The tier testing procedure is outlined schematically in Fig. 1.

6.3 In Tier 1, the test sample is exposed to several discrete temperatures (one being within 20°C of the end use temperature) within the range of 20 to 70°C in the presence of specified levels of air and specified moisture or water levels for defined periods of time using the procedure apparatus and following the calculations in Practice D5510. The temperature ranges specified in Practice D5510, paragraphs 8.3.1 and 8.3.4 are not germane to this guide and need not be followed. For thin films, the exposure period would be the time required for the film to reach 5 % or less elongation to break (Practice D3826) and the fragmented film to reach a recorded average weight-average molecular weight ( $MW$ ) of 5000 or less. The time at three different temperatures required (with the mentioned caveats) for molecular weight reduction should be established.

6.3.1 A sample from Tier 1 residue should be dissolved in an appropriate nonreactive solvent and the gel phase, if any, separated by filtration, the gel dried, and the amount of gel reported as weight fraction of total sample. This should be regarded as nondegradable fraction of polymer.

6.3.2 The gel may be subjected to further oxidative degradation and extent of subsequent reversion to soluble and degradable material reported.

6.3.3 The acceptable amount of gel will depend on the particular application and the maximum acceptable wt % gel written into specifications for the particular class of end uses.

NOTE 6—As a general guide, less than 5 % wt gel would seem acceptable (an amount chosen without scientific basis). Clearly, very large amounts of gel, say 30 % or more, would prevent the system from reaching 60 %  $CO_2$  evolution. However, intermediate amounts, for example, a residue with 20 % gel, could exhibit an overall 60 % by generating in excess of 80 %  $CO_2$  from the linear fragments and the gel fraction showing no  $CO_2$  evolution.

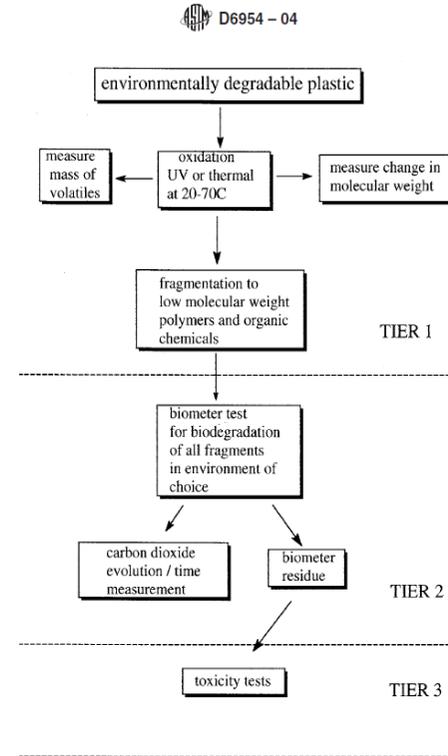


FIG. 1 Flow Schematic of the Guide

6.4 In Tier 1, the loss in weight of the sample is measured. The molecular weight and polydispersity index or tensile elongation (Practice D3826) of the samples before and after the exposure should be determined and recorded, along with % gel.

6.5 All of the fragment residues from Tier 1 should be collected and subjected to Tier 2 testing for rate and degree of biodegradation in the chosen use or disposal environment.

6.6 In Tier 2, after the test samples are exposed to the abiotic degradation process described in Tier 1, the entire test material should be subjected to biodegradation tests as per ASTM

International test methods for appropriate environments, Test Methods D5988, D5338, and D5526. The time profile of carbon dioxide evolution is recorded and the time to reach the appropriate thresholds are noted.

6.6.1 For products consisting of a single polymer (homopolymers or random copolymers), 60 % of the organic carbon must be converted to carbon dioxide before ending the test, and the gel content generated in Tier 1 must be no higher than 10 %.

Note 7—Testing may be continued to determine better the length of time the materials will take to biodegrade.

6.6.2 For products consisting of more than one polymer (block copolymers, segmented copolymers, blends, or addition of low molecular weight additives), 90 % of the organic carbon must be converted to carbon dioxide, before ending the test.

6.6.3 Alternately, a 90 % CO<sub>2</sub> evolution end point can be used to demonstrate that excessive amounts of gel have not been formed.

6.7 Tier 3 is endpoint specific in that it is focused on postdegradation analysis after completion of Tier 2 testing.

6.8 Standard methods for determining the biodegradation of plastics simulating solid waste treatment systems have been developed. In addition to the rate and degree of biodegradation, the impact of the biologically decomposed plastics on the quality of the compost, soil, and water is important, in particular with regard to any toxicity that the residual plastics may exhibit in the final end product, soil, or water. Therefore, the effects of residual plastics on toxicity need to be measured as well as the impact on the soil quality to evaluate the safety of biological aerobic or anaerobic degradation.

6.9 Test Method D5951 provides a guide for preparing residual solids from tests simulating conditions of solid material degradation for subsequent toxicity following biodegradation or compost testing. A summary of that preparation follows:

6.9.1 After biodegradation in the chosen environment, remove residual solids and mix the contents of each replicate vessel carefully. Continue mixing until the contents are mixed thoroughly. The resulting homogeneous mixture should have a uniform moisture content and appearance. Repeat the same procedure for positive reference and blank replicates.

6.9.2 Three subsamples are taken from the homogeneous mixture on which the dry solids are determined in accordance with APHA method 2540E.<sup>7</sup>

6.9.3 The rest of the mixture is dried at a temperature of 20 to 45°C until a dry solids content of 65 ± 2 % is reached. The dry solids content is determined after drying.

6.9.4 The dried mixtures can be stored for a maximum of four weeks at 4°C. The mixtures should be opened on a weekly basis to prevent slow accumulation of acids in the mixtures as a result of anaerobic conditions.

6.9.5 For the terrestrial toxicity tests and the determination of further biodegradation of the plastic materials in the soil, the final dried mixture at 65 % dry solids is used as is. For the aquatic toxicity tests, an extraction is performed in accordance with Test Method D3987.

6.9.6 Several methods have been developed for the determination of toxicological effects. A distinction can be made between aquatic toxicity tests and terrestrial toxicity tests. The following terrestrial and aquatic ecotoxicity tests are suggested for obtaining evidence regarding product effects on plant and animal life. In addition, compliance with respective national, state, and local regulatory requirements is also required. Soil or aquatic test material must be evaluated before and following

oxobiodegradation testing in Tier 2; heavy metals or other substances of concern must be determined directly on test material before degradation in order to verify that their concentration is within acceptable limits based on the Environmental Protection Agency (EPA) toxic materials list listed in 40CFR62, 40CFR150-189, 40CFR260-299, 40CFR300-399, 700-799, or 49CFR100-180. Finally, the soil or aquatic test material must be evaluated before and following oxobiodegradation testing for greater than two units of pH or greater than 30 % shift in the ability of the soil to hold and percolate water.

6.9.7 Aquatic toxicity test with Rotifer *brachionus* in accordance with Guide E1440. The test duration is one day.

6.9.8 *Plant Germination*—The potential effect of materials on plant germination may be assessed with the cress seed test. This step may be especially valuable for screening processing additives used at 1 % or less in the plastic. Soils from the above soil biodegradation testing may be evaluated at the beginning and end of the test to establish the potential effect of microbial degradation products. In the cress test, soil is extracted with water and filtered. The supernatant is used for the germination test. Various dilutions of the supernatant are prepared, and aliquots are added to petri dishes lined with filter paper. Cress seeds are placed on the wet paper and left to germinate in the dark over four days at room temperature. The percentage of germinated seeds is determined after four days and compared to a water control. Soils containing test materials should not be significantly different from the blank soil at 95 % confidence interval.

6.9.9 *Plant Growth Test as Described by OECD Guideline 208*—This procedure determines phytotoxicity by mixing the compost containing the material with soil. The plant emergence survival and growth is evaluated. Three plant species are generally tested. The test duration is approximately one month. The results from the biodegraded test soil material are compared to a soil control.

6.9.10 *Earthworm Test in Accordance with OECD Guideline 207*—This procedure determines possible toxicity by mixing the biodegraded material with a specified soil. The earthworm weight change and survival are measured. The results from test soil containing material are compared to soil controls.

## 7. Report

7.1 The reporting section must clearly and objectively include the proposed real world applications and disposal environments for which the plastic is being developed with indicated exposure and lifetime expectancies.

7.2 *Tier 1*—The report must identify the following:

7.2.1 Resin grade plus the commercial name of the formulation additive or percent of catalyst concentrations.

Note: 8—Identification of test samples needs to be sufficient to inform readers of the commercial identification of the formulation and of the additives and their availability in the marketplace.

7.2.2 The proposed disposal medium or media for the plastic must be indicated with anticipated life expectancy noted.

7.2.3 The exposure conditions such as temperature, time, moisture, and oxygen concentrations need to be reported.

7.2.4 The exposure conditions and time of exposure (kJ/m<sup>2</sup>·nm at 340 nm) to radiation, if used, must be recorded.

7.2.5 Molecular weight and polydispersity index, tensile elongation, and percentage of gels of the samples before and after the indicated time for abiotic test exposure should be reported.

7.2.6 Complete mass balances are to be reported.

7.3 *Tier 2*—The report must state the following:

7.3.1 Extent of biodegradation (carbon dioxide evolution profile to plateau as per standards) and expressed as a percentage of total theoretical carbon balance.

7.3.2 Percentage of gel or other nondegradable fractions.

7.3.3 Volatiles produced by the oxidation process.

7.3.4 Temperature and moisture conditions.

7.3.5 Additions of inoculants and moisture and their timing and any additional mixing procedures.

7.4 Resulting data from Tier 1 combined with data from Tier 2 for comparison and ranking of polymers under test.

7.5 *Tier 3*—The report shall include the following:

7.5.1 Detailed description of preparation of material for testing.

7.5.2 Specific testing performed as described in 6.9 with particular emphasis on any deleterious effects of the soil or aquatic additive.

7.5.3 Regulated metal concentrations, pH, and ability to hold and percolate water before and following oxobiodegradation testing.

## 8. Keywords

8.1 biodegradation; ecotoxicity; environmental degradation; oxidation; photooxidation; thermal

## BIBLIOGRAPHY

- (1) Arnaud, R., Dabin, P., Lemaire, J., Al-Malaika, S., Chohan, S., et al., "Photodegradation and Biodegradation of Commercial Photodegradable Polyethylenes," *Polym. Degrad. Stab.*, Vol 46, 1994, pp. 211-224.
- (2) Chiellini, E., Corti, A., and Swift, G., "Biodegradation of Thermally-Oxidized Fragmented LDPE Samples," *Polym. Degrad. Stab.*, Vol 81, 2003, pp. 341-351.
- (3) Grassie, N. and Scott, G., *Polymer Degradation and Stabilization*, Cambridge University Press, Cambridge, 1985.
- (4) Jakubowicz, I., "Evaluation of Degradability of Biodegradable Polyethylene," *Polym. Degrad. Stab.*, Vol 80, 2003, pp. 39-43.
- (5) Schuurmann, G. and Market, B., *Ecotoxicology—Ecological Fundamentals, Chemical Exposure, and Biological Effects*, ISBN 0-471-17644-3, John Wiley and Sons, New York, 1998.
- (6) Scott, G., "Abiotic Control of Polymer Biodegradation," *Trends in Polymer Science*, Vol 5, 1997, pp. 361-368.
- (7) Scott, G., *Atmospheric Oxidation and Antioxidants*, Elsevier, Amsterdam, 1965.
- (8) Scott, G. and Gilead, D., Eds., *Degradable Polymers: Principles and Applications*, 1st Edition, Chapman and Hall, London, 1995.
- (9) Scott, G., Ed., *Degradable Polymers: Principles and Applications*, 2nd Edition, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 2002.
- (10) Stevens, E., *Green Plastics: An Introduction to the New Science of Biodegradable Plastics*, Princeton University Press, Princeton, NJ, November 2001.

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either approved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

<sup>7</sup>Method 2540E in *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 19th edition, American Public Health Association, 800 I St., NW, Washington, DC 20001.

## Anexo 2. “D 882-02. Método estándar de prueba para propiedades tensiles de láminas plásticas delgadas”



Designation: D 882 – 02

### Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 882; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

*These test methods have been approved for use by agencies of the Department of Defense to replace Method 1013 of Federal Test Method Standard 406.*

#### 1. Scope \*

1.1 This test method covers the determination of tensile properties of plastics in the form of thin sheeting, including film (less than 1.0 mm (0.04 in.) in thickness).

NOTE 1—Film has been arbitrarily defined as sheeting having nominal thickness not greater than 0.25 mm (0.010 in.).

NOTE 2—Tensile properties of plastics 1.0 mm (0.04 in.) or greater in thickness shall be determined according to Test Method D 638.

1.2 This test method may be used to test all plastics within the thickness range described and the capacity of the machine employed.

1.2.1 *Static Weighing, Constant-Rate-of-Grip Separation Test*—This test method employs a constant rate of separation of the grips holding the ends of the test specimen.

1.3 Specimen extension may be measured in these test methods by grip separation, extension indicators, or displacement of gage marks.

1.4 A procedure for determining the tensile modulus of elasticity is included at one strain rate.

NOTE 3—The modulus determination is generally based on the use of grip separation as a measure of extension; however, the desirability of using extensometers, as described in 5.2, is recognized and provision for the use of such instrumentation is incorporated in the procedure.

1.5 Test data obtained by this test method is relevant and appropriate for use in engineering design.

1.6 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values in parentheses are provided for information only.

1.7 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

NOTE 4—This test method is similar to ISO 527-3, but is not considered

<sup>1</sup> These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D20 on Plastics and are the direct responsibility of Subcommittee D20.10 on Mechanical Properties.

<sup>2</sup> Current edition approved April 10, 2002. Published June 2002. Originally published as D 882 – 46 T. Last previous edition D 882 – 01.

technically equivalent ISO 527-3 allows for additional specimen configurations, specifies different test speeds, and requires an extensometer or gage marks on the specimen.

#### 2. Referenced Documents

2.1 *ASTM Standards:*

D 618 Practice for Conditioning Plastics for Testing<sup>2</sup>

D 638 Test Method for Tensile Properties of Plastics<sup>2</sup>

D 4000 Classification System for Specifying Plastic Materials<sup>3</sup>

D 5947 Test Methods for Physical Dimensions of Solid Plastic Specimens<sup>4</sup>

D 6287 Practice for Cutting Film and Sheeting Test Specimens<sup>4</sup>

E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines<sup>5</sup>

E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method<sup>6</sup>

2.2 *ISO Standard:*

ISO 527-3 Plastics—Determination of Tensile Properties—

Part 3: Test Conditions for Films and Sheets<sup>7</sup>

#### 3. Terminology

3.1 *Definitions*—Definitions of terms and symbols relating to tension testing of plastics appear in the Annex to Test Method D 638.

3.1.1 *line grips*—grips having faces designed to concentrate the entire gripping force along a single line perpendicular to the direction of testing stress. This is usually done by combining one standard flat face and an opposing face from which protrudes a half-round.

3.1.2 *tear failure*—a tensile failure characterized by fracture initiating at one edge of the specimen and progressing across the specimen at a rate slow enough to produce an anomalous load-deformation curve.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.01.

<sup>3</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.02.

<sup>4</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.03.

<sup>5</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

<sup>6</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

<sup>7</sup> Available from American National Standards Institute, 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

\*A Summary of Changes section appears at the end of this standard.

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States.



D 882

#### 4. Significance and Use

4.1 Tensile properties determined by this test method are of value for the identification and characterization of materials for control and specification purposes. Tensile properties may vary with specimen thickness, method of preparation, speed of testing, type of grips used, and manner of measuring extension. Consequently, where precise comparative results are desired, these factors must be carefully controlled. This test method shall be used for referee purposes, unless otherwise indicated in particular material specifications. For many materials, there may be a specification that requires the use of this test method, but with some procedural modifications that take precedence when adhering to the specification. Therefore, it is advisable to refer to that material specification before using this test method. Table 1 in Classification D 4000 lists the ASTM materials standards that currently exist.

4.2 Tensile properties may be utilized to provide data for research and development and engineering design as well as quality control and specification. However, data from such tests cannot be considered significant for applications differing widely from the load-time scale of the test employed.

4.3 The tensile modulus of elasticity is an index of the stiffness of thin plastic sheeting. The reproducibility of test results is good when precise control is maintained over all test conditions. When different materials are being compared for stiffness, specimens of identical dimensions must be employed.

4.4 The tensile energy to break (TEB) is the total energy absorbed per unit volume of the specimen up to the point of rupture. In some tests this property has been referred to as *roughness*. It is used to evaluate materials that may be subjected to heavy abuse or that might stall web transport equipment in the event of a machine malfunction in end-use applications. However, the rate of strain, specimen parameters, and especially flaws may cause large variations in the results. In that sense, caution is advised in utilizing TEB test results for end-use design applications.

4.5 Materials that fail by tearing give anomalous data which cannot be compared with those from normal failure.

#### 5. Apparatus

5.1 *Testing Machine*—A testing machine of the constant rate-of-crosshead-movement type and comprising essentially the following:

5.1.1 *Fixed Member*—A fixed or essentially stationary member carrying one grip.

5.1.2 *Movable Member*—A movable member carrying a second grip.

5.1.3 *Grips*—A set of grips for holding the test specimen between the fixed member and the movable member of the testing machine; grips can be either the fixed or self-aligning type. In either case, the gripping system must minimize both slippage and uneven stress distribution.

5.1.3.1 Fixed grips are rigidly attached to the fixed and movable members of the testing machine. When this type of grip is used, care must be taken to ensure that the test specimen is inserted and clamped so that the long axis of the test specimen coincides with the direction of pull through the center line of the grip assembly.

5.1.3.2 Self-aligning grips are attached to the fixed and movable members of the testing machine in such a manner that they will move freely into alignment as soon as a load is applied so that the long axis of the test specimen will coincide with the direction of the applied pull through the center line of the grip assembly. The specimens should be aligned as perfectly as possible with the direction of pull so that no rotary motion that may induce slippage will occur in the grips; there is a limit to the amount of misalignment self-aligning grips will accommodate.

5.1.3.3 The test specimen shall be held in such a way that slippage relative to the grips is prevented insofar as possible. Grips lined with thin rubber, crocus-cloth, or pressure-sensitive tape as well as file-faced or serrated grips have been successfully used for many materials. The choice of grip surface will depend on the material tested, thickness, etc. Line grips padded on the round face with 1.0 mm (40 mil) blotting paper or filter paper have been found superior. Air-actuated grips have been found advantageous, particularly in the case of materials that tend to “neck” into the grips, since pressure is maintained at all times. In cases where samples frequently fail at the edge of the grips, it may be advantageous to increase slightly the radius of curvature of the edges where the grips come in contact with the test area of the specimen.

5.1.4 *Drive Mechanism*—A drive mechanism for imparting to the movable member a uniform, controlled velocity with respect to the stationary member. The velocity shall be regulated as specified in Section 9.

5.1.5 *Load Indicator*—A suitable load-indicating mechanism capable of showing the total tensile load carried by the test specimen held by the grips. This mechanism shall be essentially free of inertial lag at the specified rate of testing (see Note 5). Unless a suitable extensometer is used (see 5.2), the motion of the weighing system shall not exceed 2% of the specimen extension within the range being measured. The load indicator shall determine the tensile load applied to the specimen with an accuracy of  $\pm 1\%$  of the indicated value, or better. The accuracy of the testing machine shall be verified in accordance with Practices E 4.

5.1.6 *Crosshead Extension Indicator*—A suitable extension-indicating mechanism capable of showing the amount of change in the separation of the grips, that is, crosshead movement. This mechanism shall be essentially free of inertial lag at the specified rate of testing (see Note 5) and shall indicate the crosshead movement with an accuracy of  $\pm 1\%$  of the indicated value, or better.

5.2 *Extensometer (Optional)*—A suitable instrument may, if desired, be used for determining the distance between two designated points on the test specimen as the specimen is stretched. This apparatus, if employed, shall be so designed as to minimize stress on the specimen at the contact points of the specimen and the instrument (see 8.3). It is desirable that this instrument automatically record the distance, or any change in it, as a function of the load on the test specimen or of the elapsed time from the start of the test, or both. If only the latter is obtained, load-time data must also be taken. This instrument must be essentially free of inertial lag at the specified speed of testing (see Note 5).

5.2.1 *Modulus of Elasticity and Low-Extension Measurements*—Extensometers used for modulus of elasticity and low-extension (less than 20 % elongation) measurements shall, at a minimum, be accurate to  $\pm 1\%$  and comply with the requirements set forth in Practice E 83 for a Class C instrument.

5.2.2 *High-Extension Measurements*—Instrumentation and measuring techniques used for high-extension (20 % elongation or greater) measurements shall be accurate to  $\pm 10\%$  of the indicated value, or better.

NOTE 5—A sufficiently high response speed in the indicating and recording system for the load and extension data is essential. The response speed required of the system will depend in part on the material tested (high or low elongation) and the rate of straining.

5.3 *Thickness Gage*—A dead-weight dial micrometer as prescribed in Method C of Test Methods D 5947, or an equivalent measuring device, reading to 0.0025 mm (0.0001 in.) or less.

5.4 *Width-Measuring Devices*—Suitable test scales or other width measuring devices capable of measuring 0.25 mm (0.010 in.) or less.

5.5 *Specimen Cutter*—For the apparatus and techniques for cutting film and sheeting used in this test method, refer to Practice D 6287.

5.5.1 Devices that use razor blades have proven especially suitable for materials having an elongation-at-fracture above 10 to 20 %.

5.5.2 The use of punch press or striking dies are not recommended because poor and inconsistent specimen edges may be produced.

6. Test Specimens

6.1 The test specimens shall consist of strips of uniform width and thickness at least 50 mm (2 in.) longer than the grip separation used.

6.2 The nominal width of the specimens shall be not less than 5.0 mm (0.20 in.) or greater than 25.4 mm (1.0 in.).

6.3 A width-thickness ratio of at least eight shall be used. Narrow specimens magnify effects of edge strains or flaws, or both.

6.4 The utmost care shall be exercised in cutting specimens to prevent nicks and tears which are likely to cause premature failures (Note 6). The edges shall be parallel to within 5 % of the width over the length of the specimen between the grips.

NOTE 6—Microscopical examination of specimens may be used to detect flaws due to sample or specimen preparation.

6.5 Wherever possible, the test specimens shall be selected so that thickness is uniform to within 10 % of the thickness over the length of the specimen between the grips in the case of materials 0.25 mm (0.010 in.) or less in thickness and to within 5 % in the case of materials greater than 0.25 mm (0.010 in.) in thickness but less than 1.00 mm (0.040 in.) in thickness.

NOTE 7—In cases where thickness variations are in excess of those recommended in 6.5, results may not be characteristic of the material under test.

6.6 If the material is suspected of being anisotropic, two sets of test specimens shall be prepared having their long axes respectively parallel with and normal to the suspected direction of anisotropy.

6.7 For tensile modulus of elasticity determinations, a specimen gage length of 250 mm (10 in.) shall be considered as standard. This length is used in order to minimize the effects of grip slippage on test results. When this length is not feasible, test sections as short as 100 mm (4 in.) may be used if it has been shown that results are not appreciably affected. However, the 250-mm gage length shall be used for referee purposes. The speed of testing of shorter specimens must be adjusted in order for the strain rate to be equivalent to that of the standard specimen.

NOTE 8—Two round robin tests<sup>8</sup> have shown that, for materials of less than 0.25-mm (10-mil) thickness, line grips padded on the round side with 1.0-mm (40-mil) blotting paper give the same results with a 100-mm test section as a 250-mm test section produces with flat-face grips.

NOTE 9—Excessive jaw slippage becomes increasingly difficult to overcome in cases where high modulus materials are tested in thicknesses greater than 0.25 mm (0.010 in.).

7. Conditioning

7.1 *Conditioning*—Condition the test specimens at  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  ( $73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$ ) and  $50 \pm 5\%$  relative humidity for not less than 40 h prior to test in accordance with Procedure A of Practice D 618 unless otherwise specified by contract or the relevant ASTM material specification. Reference pre-test conditioning, to settle disagreements, shall apply tolerances of  $\pm 1^\circ\text{C}$  ( $1.8^\circ\text{F}$ ) and  $\pm 2\%$  relative humidity.

7.2 *Test Conditions*—Conduct the tests at  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  ( $73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$ ) and  $50 \pm 5\%$  relative humidity unless otherwise specified by contract or the relevant ASTM material specification. Reference testing conditions, to settle disagreements, shall apply tolerances of  $\pm 1^\circ\text{C}$  ( $1.8^\circ\text{F}$ ) and  $\pm 2\%$  relative humidity.

8. Number of Test Specimens

8.1 In the case of isotropic materials, at least five specimens shall be tested from each sample.

8.2 In the case of anisotropic materials, at least ten specimens, five normal and five parallel with the principal axis of anisotropy, shall be tested from each sample.

8.3 Specimens that fail at some obvious flaw or that fail outside the gage length shall be discarded and retests made, unless such flaws or conditions constitute a variable whose effect is being studied. However, jaw breaks (failures at the grip contact point) are acceptable if it has been shown that results from such tests are in essential agreement with values obtained from breaks occurring within the gage length.

NOTE 10—In the case of some materials, examination of specimens, prior to and following testing, under crossed optical polarizers (polarizing films) provides a useful means of detecting flaws which may be, or are, responsible for premature failure.

<sup>8</sup> Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1058.

9. Speed of Testing

9.1 The speed of testing is the rate of separation of the two members (or grips) of the testing machine when running idle (under no load). This rate of separation shall be maintained within 5 % of the no-load value when running under full-capacity load.

9.2 The speed of testing shall be calculated from the required initial strain rate as specified in Table 1. The rate of grip separation may be determined for the purpose of these test methods from the initial strain rate as follows:

$$A = BC \quad (1)$$

where:

A = rate of grip separation, mm (or in.)/min.

B = initial distance between grips, mm (or in.), and

C = initial strain rate, mm/mm-min (or in./in.-min).

9.3 The initial strain rate shall be as in Table 1 unless otherwise indicated by the specification for the material being tested.

NOTE 11—Results obtained at different initial strain rates are not comparable, consequently, where direct comparisons between materials in various elongation classes are required, a single initial strain rate should be used. For some materials it may be advisable to select the strain rates on the basis of percent elongation at yield.

9.4 In cases where conflicting material classification, as determined by percent elongation at break values, results in a choice of strain rates, the lower rate shall be used.

9.5 If modulus values are being determined, separate specimens shall be used whenever strain rates and specimen dimensions are not the same as those employed in the test for other tensile properties.

10. Procedure

10.1 Select a load range such that specimen failure occurs within its upper two thirds. A few trial runs may be necessary to select a proper combination of load range and specimen width.

10.2 Measure the cross-sectional area of the specimen at several points along its length. Measure the width to an accuracy of 0.25 mm (0.010 in.) or better. Measure the thickness to an accuracy of 0.0025 mm (0.0001 in.) or better for films less than 0.25 mm (0.010 in.) in thickness and to an accuracy of 1 % or better for films greater than 0.25 mm (0.010 in.) but less than 1.0 mm (0.040 in.) in thickness.

10.3 Set the initial grip separation in accordance with Table 1.

10.4 Set the rate of grip separation to give the desired strain rate, based on the initial distance between the grips, in

accordance with Table 1. Zero the calibrated load weighing system, extension indicator(s) and recording system.

NOTE 12—Extensometers may be used for modulus of elasticity determinations with the expectation of obtaining more accurate values than may be obtained using grip separation as the effective gage length. Precautions should be taken to ensure that extensometer slippage and undue stressing of the specimen do not occur. Refer also to 6.7.

10.5 In cases where it is desired to measure a test section other than the total length between the grips, mark the ends of the desired test section with a soft, fine wax crayon or with ink. Do not scratch these marks onto the surface since such scratches may act as stress raisers and cause premature specimen failure. Extensometers may be used if available; in this case, the test section will be defined by the contact points of the extensometer.

NOTE 13—Measurement of a specific test section is necessary with some materials having high elongation. As the specimen elongates, the accompanying reduction in area results in a loosening of material at the inside edge of the grips. This reduction and loosening moves back into the grips as further elongation and reduction in area takes place. In effect, this causes problems similar to grip slippage, that is, exaggerates measured extension.

10.6 Place the test specimen in the grips of the testing machine, taking care to align the long axis of the specimen with an imaginary line joining the points of attachment of the grips to the machine. Tighten the grips evenly and firmly to the degree necessary to minimize slipping of the specimen during test.

10.7 Start the machine and record load versus extension.

10.7.1 When the total length between the grips is used as the test area, record load versus grip separation.

10.7.2 When a specific test area has been marked on the specimen, follow the displacement of the edge boundary lines with respect to each other with dividers or some other suitable device. If a load-extension curve is desired, plot various extensions versus corresponding loads sustained, as measured by the load indicator.

10.7.3 When an extensometer is used, record load versus extension of the test area measured by the extensometer.

10.8 If modulus values are being determined, select a load range and chart rate to produce a load-extension curve of between 30 and 60° to the X axis. For maximum accuracy, use the most sensitive load scale for which this condition can be met. The test may be discontinued when the load-extension curve deviates from linearity.

10.9 In the case of materials being evaluated for secant modulus, the test may be discontinued when the specified extension has been reached.

TABLE 1 Crosshead Speeds and Initial Grip Separation

Percent Elongation at Break	Initial Strain Rate, mm/mm-min (in./in.-min)	Initial Grip Separation		Rate of Grip Separation	
		mm	in.	mm/min	in./min
		Modulus of Elasticity Determination			
	0.1	250		25	1.0
		Determinations other than Elastic Modulus			
Less than 20	0.1	125	5	12.5	0.5
20 to 100	0.5	100	4	50	2.0
Greater than 100	10.0	50	2	500	20.0

TABLE 3 Precision Data for Yield Stress

Material	Thickness, mils	Average, 10 <sup>3</sup> psi	(S <sub>y</sub> ) <sup>a</sup> 10 <sup>3</sup> psi	(S <sub>y</sub> ) <sup>b</sup> 10 <sup>3</sup> psi	(r) <sup>c</sup> 10 <sup>3</sup> psi	(R) <sup>d</sup> 10 <sup>3</sup> psi
LDPE	1.0	1.49	0.051	0.13	0.14	0.37
HDPE	1.0	4.33	0.084	0.16	0.24	0.44
PP	0.75	6.40	0.13	0.52	0.37	1.46
PC	4.0	8.59	0.072	0.29	0.20	0.82
CTA	5.3	11.4	0.12	0.50	0.34	1.43
PET	4.0	14.3	0.12	0.23	0.34	0.66
PET	2.5	14.4	0.14	0.54	0.40	1.52
PET	7.0	14.4	0.13	0.36	0.37	1.03

<sup>a</sup> S<sub>y</sub> is the within-laboratory standard deviation of the average.  
<sup>b</sup> S<sub>y</sub> is the between-laboratories standard deviation of the average.  
<sup>c</sup> r = 2.83 S<sub>y</sub>  
<sup>d</sup> R = 2.83 S<sub>y</sub>

TABLE 4 Precision Data for Yield Elongation

Material	Thickness, mils	Average, %	(S <sub>y</sub> ) <sup>a</sup> , %	(S <sub>y</sub> ) <sup>b</sup> , %	(r) <sup>c</sup> , %	(R) <sup>d</sup> , %
PP	0.75	3.5	0.15	0.41	0.42	1.2
PET	2.5	5.2	0.26	0.92	0.74	2.6
PET	4.0	5.3	0.25	0.60	0.71	1.7
PET	7.0	5.4	0.14	1.05	0.40	3.0
CTA	5.3	5.4	0.19	0.99	0.54	2.8
PC	4.0	6.9	0.24	0.98	0.68	2.6
HDPE	1.0	8.8	0.32	1.82	0.91	5.2
LDPE	1.0	10.0	0.55	3.41	1.56	9.6

NOTE 1—See Table 3 for footnote explanation.

TABLE 5 Precision Data for Tensile Strength

Material	Thickness, mils	Average, 10 <sup>3</sup> psi	(S <sub>t</sub> ) <sup>a</sup> 10 <sup>3</sup> psi	(S <sub>t</sub> ) <sup>b</sup> 10 <sup>3</sup> psi	(r) <sup>c</sup> 10 <sup>3</sup> psi	(R) <sup>d</sup> 10 <sup>3</sup> psi
LDPE	1.0	3.42	0.14	0.53	0.40	1.5
HDPE	1.0	6.87	0.27	0.91	0.76	2.3
PC	4.0	12.0	0.34	0.93	0.96	2.6
CTA	5.3	14.6	0.20	1.37	0.57	3.9
PP	0.75	28.4	1.57	4.56	4.4	12.9
PET	4.0	28.9	0.65	1.27	1.8	3.6
PET	7.0	30.3	0.83	1.32	2.3	3.7
PET	2.5	30.6	1.22	2.64	3.4	7.5

NOTE 1—See Table 3 for footnote explanation.

TABLE 6 Precision Data for Elongation at Break

Material	Thickness, mils	Average, %	(S <sub>b</sub> ) <sup>a</sup> , %	(S <sub>b</sub> ) <sup>b</sup> , %	(r) <sup>c</sup> , %	(R) <sup>d</sup> , %
CTA	5.3	26.4	1.0	4.3	3	12
PP	0.75	57.8	4.4	12.7	12	36
PET	2.5	120	8.0	14.6	23	41
PET	7.0	132	5.8	10.6	16	30
PET	4.0	134	4.4	12.2	12	35
PC	4.0	155	5.4	17.1	15	48
LDPE	1.0	205	24.4	73.3	69	210
HDPE	1.0	570	26.0	91.7	74	260

NOTE 1—See Table 3 for footnote explanation.

13.3 For the purpose of compiling summary statistics, a test result has been defined to be the average of five replicate measurements of a property for a material in a laboratory, as specified in this test method. Summary statistics are given in Table 3. In each table, for the material indicated, S(r) is the pooled within-laboratory standard deviation of a test result, S(R) is the between-laboratory standard deviation of a test result, where r equals 2.83 × S(r) (see 13.3.1) and R equals 2.83 × S(R) (see 13.3.2).

13.3.1 *Repeatability, I<sub>r</sub>* (Comparing two test results for the same material, obtained by the same operator using the same equipment on the same day)—The two test results should be judged not equivalent if they differ by more than the I<sub>r</sub> value for that material.

13.3.2 *Reproducibility*—In comparing two mean values for the same material obtained by different operators using different equipment on different days, either in the same

TABLE 7 Precision Data for Tensile Energy to Break

Material	Thickness, mils	Average, 10 <sup>3</sup>	(S <sub>w</sub> ) <sup>a</sup> 10 <sup>3</sup>	(S <sub>w</sub> ) <sup>b</sup> 10 <sup>3</sup>	(r) <sup>c</sup> 10 <sup>3</sup>	(R) <sup>d</sup> 10 <sup>3</sup>
CTA	5.0	3.14	0.14	0.70	0.4	2.0
LDPE	1.0	5.55	0.84	2.47	2.4	7.0
PP	0.75	11.3	1.19	3.11	3.4	8.8
PC	4.0	12.9	0.89	1.55	1.7	4.4
HDPE	1.0	26.0	1.87	5.02	5.3	14.2
PET	2.5	26.1	2.13	4.20	6.0	11.9
PET	4.0	27.1	1.42	2.75	4.0	7.8
PET	7.0	28.4	1.71	2.72	4.8	7.7

NOTE 1—See Table 3 for footnote explanation.

laboratory or in different laboratories, the means should be judged not equivalent if they differ by more than the R value for that material.

13.3.3 Any judgment made in accordance with 13.3.1 and 13.3.2 would have an approximate 95 % (0.95) probability of being correct.

13.3.4 For further information, see Practice E 691.

13.4 *Bias*—The systematic error which contributes to the difference between a test result and a true (or reference) value.

There are no recognized standards on which to base an estimate of bias for these test methods.

14. Keywords

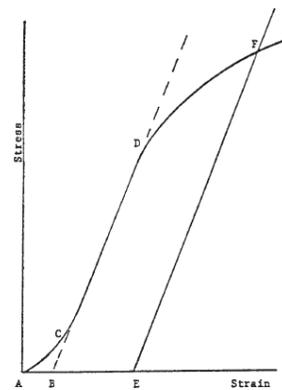
14.1 modulus of elasticity; plastic film; plastic sheeting; tensile properties; tensile strength; toughness; yield stress

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. TOE COMPENSATION

A1.1 In a typical stress-strain curve (Fig. A1.1) there is a

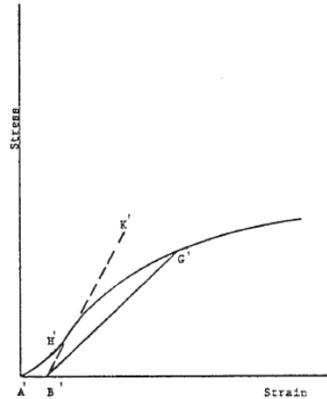


NOTE 1—Some chart recorders plot the mirror image of this graph. FIG. A1.1 Material with Hookean Region

toe region, AC, which does not represent a property of the material. It is an artifact caused by a takeup of slack, and alignment or seating of the specimen. In order to obtain correct values of such parameters as modulus, strain, and offset yield point, this artifact must be compensated for to give the corrected zero point on the strain or extension axis.

A1.2 In the case of a material exhibiting a region of Hookean (linear) behavior (Fig. A1.1), a continuation of the linear (CD) region of the curve is constructed through the zero-stress axis. This intersection (B) is the corrected zero-strain point from which all extensions or strains must be measured, including the yield offset (BE), if applicable. The elastic modulus can be determined by dividing the stress at any point along the line CD (or its extension) by the strain at the same point (measured from point B, defined as zero-strain).

A1.3 In the case of a material that does not exhibit any linear region (Fig. A1.2), the same kind of toe correction of the zero-strain point can be made by constructing a tangent to the maximum slope at the inflection point (H). This is extended to intersect the strain axis at point B', the corrected zero-strain point. Using point B' as zero strain, the stress at any point (G') on the curve can be divided by the strain at that point to obtain a secant modulus (slope of line B'G'). For those materials with no linear region, any attempt to use the tangent through the inflection point as a basis for determination of an offset yield point may result in unacceptable error.



NOTE 1—Some chart recorders plot the mirror image of this graph.  
FIG. A1.2 Material with No Hookean Region

A2. DETERMINATION OF TENSILE ENERGY TO BREAK

A2.1 Tensile energy to break (TEB) is defined by the area under the stress-strain curve, or

$$TEB = \int_0^{\epsilon_T} S \, d\epsilon \tag{A2.1}$$

where  $S$  is the stress at any strain,  $\epsilon$ , and  $\epsilon_T$  is the strain at rupture. The value is in units of energy per unit volume of the specimen's initial gage region. TEB is most conveniently and accurately measured with a tension tester equipped with an integrator. The calculation is then:

$$TEB = (I/K) \frac{(\text{full scale load}) (\text{chart speed}) (\text{crosshead speed/chart speed})}{(\text{mean caliper}) (\text{specimen width}) (\text{gage length})} \tag{A2.2}$$

where  $I$  is the integrator count reading and  $K$  is the maximum possible count per unit time for a constant full scale load. This whole calculation is typically done electronically. The results are best expressed in megajoules per cubic metre (or inch-pounds-force per cubic inch).

A2.2 Without an integrator, the area under the recorded stress-strain curve can be measured by planimeter, counting

squares, or weighing the cut-out curve. These techniques are time-consuming and likely to be less accurate, since the load scale on some chart paper is not in round-number dimensions. Moreover, if the curve coordinates are in terms of force and extension instead of stress and strain, the calculated energy, corresponding to the measured area, must be divided by the product of gage length, specimen width, and mean caliper:

$$TEB = \frac{(\text{curve area}) (\text{force per unit chart scale})}{(\text{extension per unit chart travel}) (\text{mean caliper}) (\text{specimen width}) (\text{gage length})} \tag{A2.3}$$

A2.3 For example, if the area under a force-extension curve is 60 000 mm<sup>2</sup>, the load coordinate is 2.0 N/mm of chart scale, the extension coordinate is 0.25 mm of extension per mm of chart travel, and the specimen dimensions are 0.1 mm caliper, 15 mm width and 100 mm gage length, then the calculation for tensile energy to break is:

$$TEB = \frac{(60\,000 \text{ mm}^2) (2.0 \text{ N/mm}) (0.25 \times 10^{-3} \text{ m/mm})}{(0.1 \times 10^{-3} \text{ m}) (15 \times 10^{-3} \text{ m}) (100 \times 10^{-3} \text{ m})} \tag{A2.4}$$

$$TEB = 200 \text{ MJ/m}^3$$

SUMMARY OF CHANGES

the location of selected changes to this test method. For the convenience of the user, lighted those changes that may impact the use of this test method. This section may also be changes or reasons for the changes, or both.

D 882 – 97:

- (1) Note 3 rewritten and moved.
- (2) ISO equivalency statement changed in Note 4.
- (3) ISO reference changed in 2.2.
- (4) Apparatus section (Section 5) rewritten.
- (5) Table 1 deleted. Table 2 renumbered as Table 1.
- (6) Sections 10.3 and 10.4 rewritten.
- (7) Note 13 deleted. New Note 12 added.

referenced Documents section.

*Users in no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk thereof, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and revised or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should contact the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.*

*Obtained by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website*

# Anexo 3. ASTM D- 3418 -99 “Métodos estándar de prueba para temperatura de transición de polímeros por calorimetría diferencial de barrido”



Designation: D 3418 – 03

## Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers By Differential Scanning Calorimetry<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 3418; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

### 1. Scope\*

1.1 This test method covers determination of transition temperatures and enthalpies of fusion and crystallization of polymers by differential scanning calorimetry.

NOTE 1—True heats of fusion are to be determined in conjunction with structure investigation, and frequently, specialized crystallization techniques are needed.

1.2 This test method is applicable to polymers in granular form or to any fabricated shape from which it is possible to cut appropriate specimens.

1.3 The normal operating temperature range is from the cryogenic region to 600°C. Certain equipment allows the temperature range to be extended.

1.4 The values stated in SI units are the standard.

NOTE 2—This test method does not apply to all types of polymers as written (see 6.8).

1.5 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

NOTE 3—This standard is similar but not equivalent to ISO 11357-1, -2, -3. The ISO procedures provide additional information not supplied by this test method.

### 2. Referenced Documents

- 2.1 *ASTM Standards*:<sup>2</sup>
- E 473 Terminology Relating to Thermal Analysis
- E 793 Test Method for Enthalpies of Productivity and Crystallization by Differential Scanning Calorimetry
- E 794 Test Method for Melting and Crystallization Tem-

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D20 on Plastics and is the direct responsibility of Subcommittee D20.30 on Thermal Properties (Section D20.30.07).

Current edition approved December 1, 2003. Published January 2004. Originally approved in 1975. Last previous edition approved in 1999 as D 3418 - 99.

<sup>2</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, [www.astm.org](http://www.astm.org), or contact ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

\*A Summary of Changes section appears at the end of this standard.

### perature by Thermal Analysis

- E 967 Practice for Temperature Calibration of Differential Scanning Calorimeters and Differential Thermal Analyzers
- E 968 Practice for Heat Flow Calibration of Differential Scanning Calorimeters
- E 1142 Terminology Relating to Thermophysical Properties
- E 1356 Test Method for Glass Transition Temperatures by Differential Scanning Calorimetry or Differential Thermal Analysis
- E 1953 Practice for Description of Thermal Analysis Apparatus
- 2.2 *ISO Standards*:<sup>3</sup>
- ISO 11357-1 Plastics—Differential Scanning Calorimetry (DSC)—Part 1: General Principles
- ISO 11357-2 Plastics—Differential Scanning Calorimetry (DSC)—Part 2: Determination of Glass Transition Temperature
- ISO 11357-3 Plastics—Differential Scanning Calorimetry (DSC)—Part 3: Determination of Temperature and Enthalpy of Melting and Crystallization

### 3. Terminology

3.1 Specialized terms used in this test method are defined in Terminologies E 473 and E 1142.

### 4. Summary of Test Method

4.1 This test method consists of heating or cooling the test material at a controlled rate under a specified purge gas at a controlled flow rate and continuously monitoring with a suitable sensing device the difference in heat input between a reference material and a test material due to energy changes in the material. A transition is marked by absorption or release of energy by the specimen resulting in a corresponding endothermic or exothermic peak or baseline shift in the heating or cooling curve. Areas under the crystallization exotherm or fusion endotherm of the test materials are compared against the respective areas obtained by the treatment of a well-characterized standard.

<sup>3</sup> Available from American National Standards Institute (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

D 3418 – 03

### 5. Significance and Use

5.1 Thermal analysis provides a rapid method for measuring transitions due to morphological or chemical changes, in a polymer as it is heated/cooled through a specified temperature range. Change in specific heat capacity, heat flow and temperature values are determined for these transitions. Differential scanning calorimetry is used to assist in identifying specific polymers, polymer alloys, and certain polymer additives, which exhibit thermal transitions. Chemical reactions that cause or affect certain transitions have been measured with the aid of this technique; such reactions include oxidation, curing of thermosetting resins, and thermal decomposition.

5.2 This test method is useful for specification acceptance, process control, and research.

### 6. Interferences

6.1 Differences in heating or cooling rate as well as the final heating and cooling temperature have an effect on the measured results, especially on the enthalpy of fusion or crystallization. Therefore, departure from conditions specified for a given polymer is not permitted.

6.2 The presence of impurities is known to affect the transition temperature, particularly if an impurity tends to form solid solutions, or to be miscible in the melt phase.

6.3 Uncertain radiation losses at temperatures higher than 400°C have been known to affect the accuracy of results at times.

6.4 Since particle size has an effect upon detected transition temperatures, the specimens to be compared shall be approximately the same particle size (1-5).<sup>4</sup>

6.5 In cases that specimens react with air during the temperature cycle, provision shall be made for running the test under an inert gas blanket to avoid any incorrect measurement. Since some materials degrade near the melting region, care must be used to distinguish between degradation and transition.

6.6 Since milligram quantities of a specimen are used, it is essential to ensure that specimens are homogeneous and representative.

6.7 It is possible that toxic or corrosive effluents are released when heating the material, and be harmful to the personnel or to the apparatus.

6.8 Not all polymers lend themselves to the exact terms of this test method. For some polymers such as polyarylamides, crystallization is only possible from solution. For other polymers such as crystallizable polystyrene, annealing is only possible above their glass transition temperatures. When this test method is used for polymers of this type, carefully annealed samples must be tested without conditioning.

### 7. Apparatus

7.1 *Differential Scanning Calorimeter (DSC)*—The essential instrumentation required to provide the minimum differential scanning calorimetric capability for this test method includes:

<sup>4</sup> The boldface numbers in parentheses refer to the list of references at the end of this test method.

7.1.1 *DSC Test Chamber*—This chamber is composed of the following:

7.1.1.1 *Furnace(s)*, to provide uniform controlled heating (cooling) of a specimen and reference to a constant temperature or at a constant rate within the applicable cryogenic to 600°C temperature range of this test method.

7.1.1.2 *Temperature Sensor*, to provide an indication of the specimen temperature to  $\pm 0.01^\circ\text{C}$ .

7.1.1.3 *Differential Sensor*, to detect heat flow difference between the specimen and reference equivalent to 1 mW.

7.1.1.4 *Means of Sustaining a Test Chamber Environment* of purge gas at a purge flow rate of 10 to 50  $\pm 5$  mL/min.

NOTE 4—Typically, 99+ % pure nitrogen, argon or helium are employed when oxidation in air is a concern. Unless effects of moisture are to be studied, use of dry purge gas is recommended and is essential for operation at sub-ambient temperatures.

7.1.2 *Temperature Controller*, Temperature Controller, capable of executing a specific temperature program by operating the furnace(s) between selected temperature limits at a rate of temperature change of 0.5 to 20°C/min constant to  $\pm 0.1^\circ\text{C}/\text{min}$  or at an isothermal temperature constant to  $\pm 0.1^\circ\text{C}$ .

7.1.3 *Recording Device*, capable of recording and displaying any fraction of the heat flow signal (DSC curve) including the signal noise as a function of temperature.

7.1.4 *Software*, for integrating areas under endothermic valleys or exothermic peaks, or both.

7.1.5 *Containers* (pans, crucibles, and so forth) that are inert to the specimen and reference materials and which are of suitable structural shape and integrity to contain the specimen and reference in accordance with the specific requirements of this test method.

7.1.6 Cooling capability to hasten cool down from elevated temperatures, to provide constant cooling rates of 0.5 - 20 °C/min to obtain repeatable crystallization temperatures, to achieve sub-ambient operation, or to sustain an isothermal sub-ambient temperature, or combination thereof.

7.2 *Balance*, capable of weighing to  $\pm 10$   $\mu\text{g}$ .

### 8. Sample

8.1 *Powdered or Granular Specimens*—Avoid grinding if the preliminary thermal cycle as outlined in 10.1.3 is not performed. Grinding or similar techniques for size reduction often introduce thermal effects because of friction or orientation, or both, and thereby change the thermal history of the specimen.

8.2 *Molded or Pelleted Specimens*—Cut the specimens with a microtome, razor blade, hypodermic punch, paper punch, or cork borer (Size No. 2 or 3) or other appropriate means to appropriate size, in thickness or diameter and length that will best fit the specimen containers as in 7.1.5 and will approximately meet the desired weight in the subsequent procedure.

8.3 *Film or Sheet Specimens*—For films thicker than 40  $\mu\text{m}$ , see 8.2. For thinner films, cut slivers to fit in the specimen capsules or punch disks, if the circular specimen capsules are used.

8.4 Use any shape or form listed in 8.1-8.3 except when conducting referee tests that shall be performed on films as specified in 8.3.

## 9. Calibration

- 9.1 The purge gas shall be used during calibration.
- 9.2 Calibrate the DSC temperature signal using Practice E 967 and the same heating rate to be used in this test method (10°C/min) (see Note 5).
- 9.3 Calibrate the DSC heat flow signal using Practice E 968 and the same heating rate to be used in this test method (10°C/min) (see Note 5).
- 9.4 Some instruments allow for the temperature and heat flow calibration to be performed simultaneously. In such cases, use the same heating rate for this method (10°C/min) and follow the manufacturer's instruction.

NOTE 5—Use of other heating rates is permitted but shall be reported. It is the responsibility of the user of other rates to demonstrate equivalency to this test method.

## 10. Procedure

### 10.1 For First-Order Transition (melting and crystallization):

- 10.1.1 The purge gas shall be used during testing. The flow rate of the gas shall be the same as used in the calibration (9.1).
- 10.1.2 Use a specimen mass appropriate for the material to be tested. In most cases a 5-mg specimen mass is satisfactory. Avoid overloading. Weigh the specimen to an accuracy of  $\pm 10$   $\mu$ g.
- 10.1.2.1 Intimate thermal contact between the pan and specimen is essential for reproducible results. Crimp a metal cover against the pan with the sample sandwiched in between to ensure good heat transfer. Take care to ensure flat pan bottoms.
- 10.1.3 Perform and record a preliminary thermal cycle by heating the sample at a rate of 10°C/min from at least 50°C below to 30°C above the melting temperature to erase previous thermal history.

NOTE 6—The selection of temperature and time are critical when the effect of annealing is studied. Minimize the time of exposure to high temperature to avoid sublimation or decomposition. In some cases it is possible that the preliminary thermal cycle will interfere with the transition of interest, causing an incorrect transition or eliminating a transition. Where it has been shown that this effect is present, omit the preliminary thermal cycle.

- 10.1.4 Hold the temperature for 5 min (10.1.3).

NOTE 7—In cases that high-temperature annealing cause polymer degradation, the use of shorter annealing times is permitted but shall be reported.

- 10.1.5 Cool to at least 50°C below the peak crystallization temperature at a rate of 10°C/min and record the cooling curve.
- 10.1.6 Hold the temperature for 5 min.
- 10.1.7 Repeat heating at a rate of 10°C/min and record the heating curve. Use this curve to calculate the enthalpies of transition.

10.1.8 Measure the temperatures for the desired points on the curves:  $T_{elm}$ ,  $T_{efm}$ ,  $T_{pm}$ ,  $T_{em}$ ,  $T_{eic}$ ,  $T_{pc}$ , and  $T_{ec}$  (see Fig. 1). Report two  $T_{pm}$ 's or  $T_{pc}$ 's if observed.

where:

- $T_{elm}$  = melting extrapolated onset temperature, °C,  
 $T_{efm}$  = melting extrapolated end temperature, °C,  
 $T_{pm}$  = melting peak temperature, °C,  
 $T_{em}$  = crystallization extrapolated onset temperature, °C,  
 $T_{pc}$  = crystallization peak temperature, °C, and  
 $T_{ec}$  = crystallization extrapolated end temperature, °C.

NOTE 8—The actual temperature displayed on the temperature axis depends upon the instrument type (for example, specimen temperature, program temperature, or specimen-program temperature average). Follow any recommended procedures or guidelines of the instrument manufacturer to obtain specimen temperature at the point of interest.

### 10.2 For Glass Transition:

- 10.2.1 The purge gas shall be used during testing. The flow rate of the gas shall be the same as used in the calibration (9.1).
- 10.2.2 Use a specimen mass appropriate for the material to be tested. In most cases, a 10 to 20-mg specimen mass is satisfactory. Weigh the specimen to an accuracy of  $\pm 10$   $\mu$ g.
- 10.2.3 Perform and record a preliminary thermal cycle by heating the sample at a rate of 20°C/min from at least 50°C below to 30°C above the melting temperature to erase previous thermal history.
- 10.2.4 Hold the temperature for 5 min. (See Note 7.)
- 10.2.5 Quench cool to at least 50°C below the transition temperature of interest.
- 10.2.6 Hold the temperature for 5 min.
- 10.2.7 Repeat heating at a rate of 20°C/min, and record the heating curve until all desired transitions have been completed. (See Note 5.)
- 10.2.8 The glass transition is more pronounced at faster heating rates. A heating rate of 20°C/min is used for  $T_g$  measurements. The instrument shall be calibrated at this heating rate. If both first- and second-order transitions ( $T_m$  and  $T_g$ , respectively) are to be determined in the same run, use procedure 10.1 and determine results from the second heating step (10.1.7).

NOTE 9— $T_g$  obtained using Procedure 10.1 will be different from  $T_g$  measured using procedures 10.2.3-10.2.7. The heating rate must be reported as described in 12.1.3.

- 10.2.9 Measure temperatures  $T_{eig}$ ,  $T_{mg}$ , and  $T_{efg}$  (see Fig. 2):

where:

- $T_{eig}$  = extrapolated onset temperature, °C,  
 $T_{mg}$  = midpoint temperature, °C, and  
 $T_{efg}$  = extrapolated end temperature, °C.

A new baseline will likely be established after the transition, rather than a peak (see Note 10). For most applications, the  $T_{mg}$  temperature is more meaningful. In those cases, designate  $T_{mg}$  as the glass transition temperature ( $T_g$ ) in place of the extrapolated onset for the glass transition curve.

NOTE 10—Stress relaxation peaks, caused by annealing, that appear in some polymers above the glass transition are normally eliminated by the preliminary thermal cycle and a new baseline will be established after the transition.

## 11. Calculation for Heat of Fusion and Crystallization

11.1 Construct a baseline by connecting the two points at which the melting endotherm or freezing exotherm deviate from the relatively straight baseline, caused by a signal that is

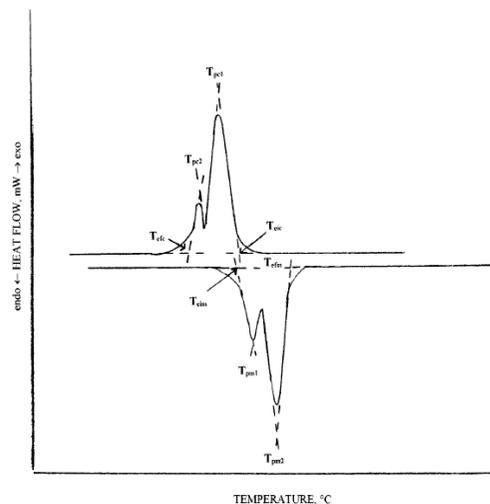


FIG. 1 First-Order Transition of Nylon

proportional to the difference in heat flow between the reference and specimen capsules (Fig. 3 and Fig. 4).

11.2 The method described in 11.1 is not applicable for certain materials. In such cases, other graphical means must be developed for enclosing the peak areas as agreed upon between the manufacturer and the purchaser (4-8).

11.3 Integrate the area under the fusion heat flow endotherm or crystallization exotherm as a function of time to yield enthalpy or heat (mJ) of the transition.

11.4 Calculate the mass normalized enthalpy or heat of transition by dividing the enthalpy obtained in 11.3 by the mass of the test specimen. Report this mass normalized enthalpy of transition (J/g).

## 12. Report

- 12.1 Report the following information:
- 12.1.1 Complete identification and description of the material tested, including source, manufacturer's code.
- 12.1.2 Description of instrument used for the test.
- 12.1.3 Statement of the mass, dimensions, geometry, and materials of the specimen container, and the heating rate.
- 12.1.4 Description of temperature calibration procedure.
- 12.1.5 Identification of the sample atmosphere by purge gas flow rate, purity, and composition, including humidity, if applicable.

12.1.6 Results of the transition measurements using the temperature parameters cited in Fig. 1, or any combination of parameters suitable for the purpose in hand.  $T_{pm}$  and  $T_{pc}$  that are commonly used as single characteristic temperatures for the first-order transition of semicrystalline polymers but must be identified by including the subscript.

12.1.7 Heat of fusion or crystallization, or both, and

12.1.8 Any side reaction (for example, crosslinking, thermal degradation, or oxidation), and the reaction identified if possible.

## 13. Precision and Bias

- 13.1 A complete Precision and Bias statement is not available.
- 13.1.1 The precision of this test method for measuring first-order melting and crystallization temperatures is essentially equivalent to that of Test Method E 794 (RR-E37-1001).
- 13.1.2 The precision for measuring the glass transition temperature is essentially equivalent to that of Test Method E 1356 (RR-E37-1013).
- 13.1.3 The precision for measuring the enthalpies of melting and crystallization is essentially equal to the precision stated in Test Method E 793.

13.2 Precision:

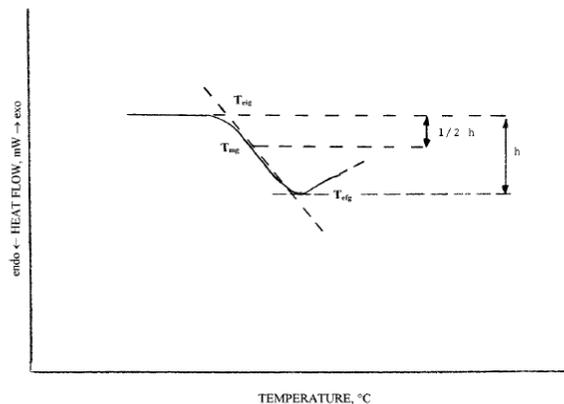


FIG. 2 Assignment of Glass Transition of Poly(Methyl Methacrylate) (PMMA)

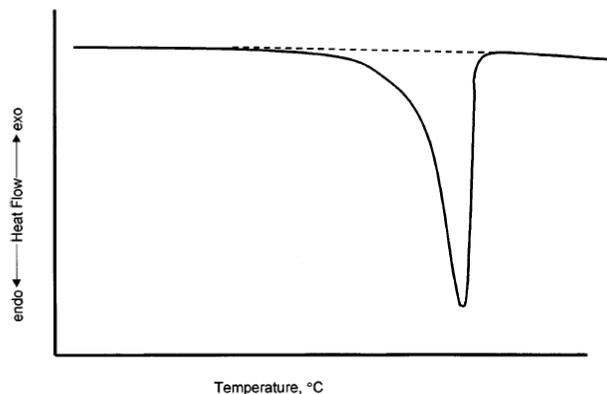


FIG. 3 Typical Heating Curve for Polyethylene

13.2.1 Describe the within laboratory variability using the repeatability value ( $r$ ) obtained by multiplying the standard deviation by 2.8. The repeatability value estimates the 95 % confidence limit.

13.2.2 An interlaboratory study was conducted in 1998 in which the temperature of melting and crystallization of a

polypropylene sample were determined in nine laboratories. Repeatability values of  $r = 2.3$  and  $1.0^\circ\text{C}$  were obtained for  $T_m$  and  $T_c$ , respectively.

13.2.3 An interlaboratory study was conducted in 1984 in which glass transition temperature for three materials were determined in six laboratories. Repeatability values of  $r = 2.$

1.9, and  $2.8^\circ\text{C}$  were obtained for the glass transition midpoint temperature for a polyurethane, a polystyrene, and an epoxy glass composite, respectively.

13.2.4 An interlaboratory study was conducted in 1998 in which the enthalpy of fusion and crystallization for a polypropylene and a metallic sample was tested by nine laboratories. Repeatability values of  $r = 10$  and  $3.4\%$  were obtained for enthalpy of fusion and crystallization, respectively.

13.2.5 Describe the between-laboratory variability using the reproducibility value ( $R$ ) obtained by multiplying the standard deviation by 2.8. The reproducibility value estimates the 95 % confidence limit.

13.2.6 Reproducibility values of  $R = 2.7$  and  $4.2^\circ\text{C}$  were obtained for melting and crystallization onset temperatures for polypropylene, respectively.

13.2.7 Reproducibility values of  $R = 4.2$ ,  $2.0$ , and  $5.2^\circ\text{C}$  were obtained for the glass transition midpoint temperature for a polyurethane, a polystyrene, and an epoxy glass composite, respectively.

13.2.8 Reproducibility values of  $R = 22$  and  $7.3\%$  were obtained for the enthalpy of melting and crystallization, respectively.

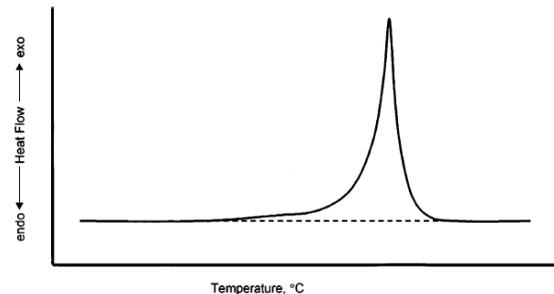


FIG. 4 Typical Freezing Curve for Polyethylene

### 13.3 Bias:

13.3.1 The bias of this test method for determining the first-order melting and crystallization temperature is essentially the same as the bias for Test Method E 794 and is estimated to be  $\pm 1.1^\circ\text{C}$  (RR:E37-1001).

13.3.2 The bias for this test method for determining the glass transition temperature is undetermined as there are no reference values available for the materials tested.

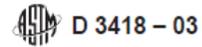
13.3.3 An estimation of bias was obtained by comparing the enthalpy of fusion obtained for a metallic tin sample to literature values for this material. The bias was found to be less than  $0.1\%$ . This indicates an absence of significant bias.

### 14. Keywords

14.1 crystallization; crystallization temperature; differential scanning calorimetry (DSC); enthalpy; first-order transition; glass transition; heat of crystallization; heat of fusion; heat of transition; melting; melting temperature; polymer; transition temperature

### REFERENCES

- (1) Slade, P. E., and Jenkins, L. T., "Techniques and Methods of Polymer Evaluation," *Thermal Analysis*, Vol 1, Marcel Dekker, ed., New York, NY, 1966, p. 91.
- (2) Smothers, W. J., and Chiang, Yao, *Handbook of Differential Thermal Analysis*, Chemical Publishing Co., New York, NY, 1966, p. 143.
- (3) Gurn, P. D., *Thermoanalytical Methods of Investigation*, Academic Press, New York, NY, 1965, p. 95.
- (4) Wunderlich, B., *Differential Thermal Analysis in Physical Methods of Chemistry*, Vol 1, Part V, A. Weissberger and B. W. Rossiter, eds., John Wiley and Sons, Inc., New York, NY, 1971.
- (5) Wunderlich, B., *Macromolecular Physics*, Academic Press, New York, NY, 1973.
- (6) Gray, A. P., *Thermochimica Acta*, THACA, Vol 1, 1970, pp. 563-579.
- (7) "Analytical Calorimetry," *Proceedings of the American Chemical Society Symposium on Analytical Calorimetry*, San Francisco, CA, April 2-5, 1968, Plenum Press, New York, NY.
- (8) "Analytical Calorimetry," Vol 2, *Proceedings of the Symposium on Analytical Calorimetry*, Chicago, IL, Sept. 13-18, 1970, Plenum Press, New York, NY.



D 3418 – 03

## SUMMARY OF CHANGES

This section identifies the location of selected changes to this test method. For the convenience of the user, Committee D20 has highlighted those changes that may impact the use of this test method. This section may also include descriptions of the changes or reasons for the changes, or both.

*D 3418 – 03:*

- (1) Combined D 3417 and D 3418 into one standard.
- (2) Updated the reference documents.

*D 3418 – 99:*

(1) Revisions have been made to modernize this test method and make it compatible with Practice E 1953. Upgrades have been made to the title and Sections 1, 2, 5, 7, 9, 10, 12, and 13.

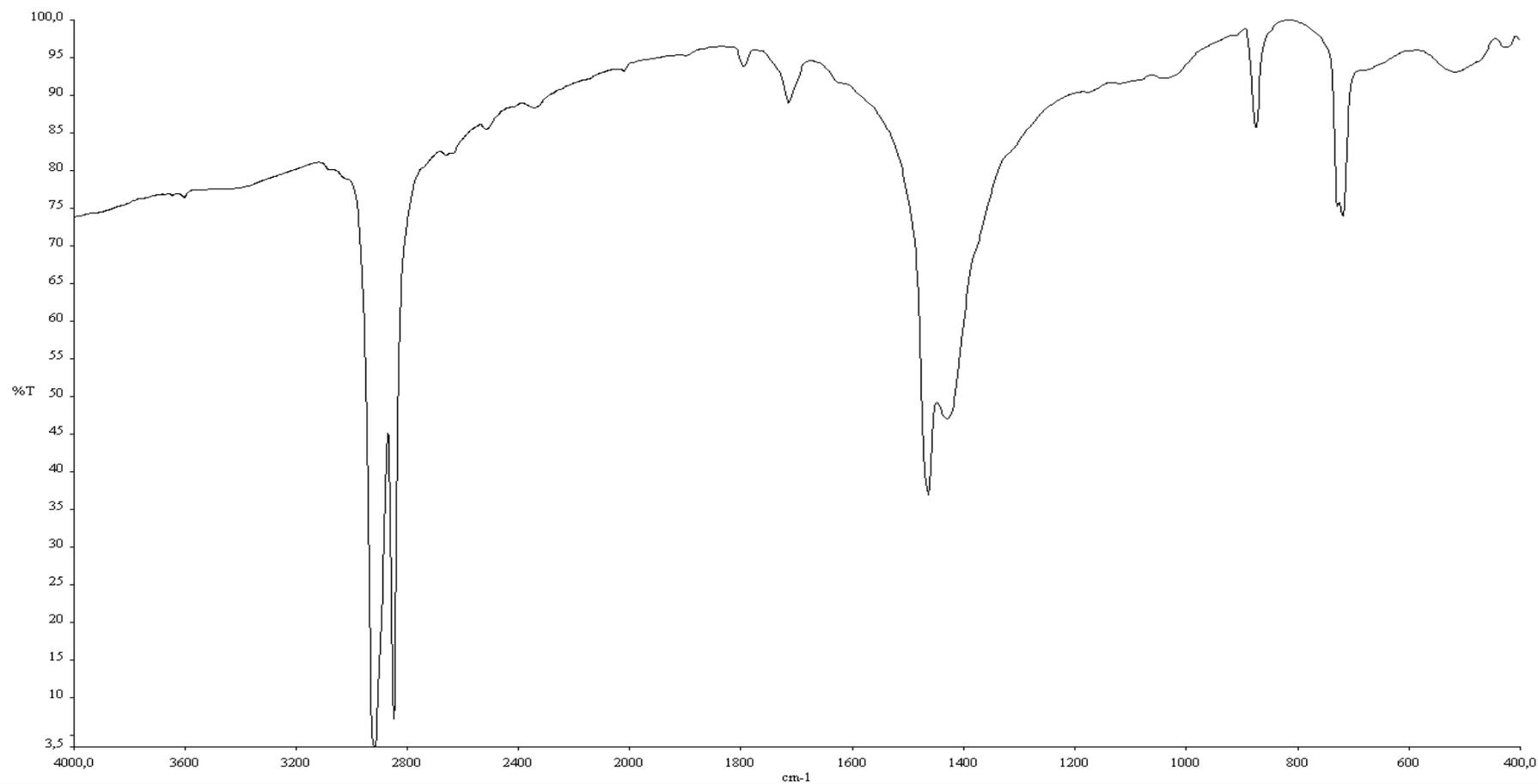
*ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.*

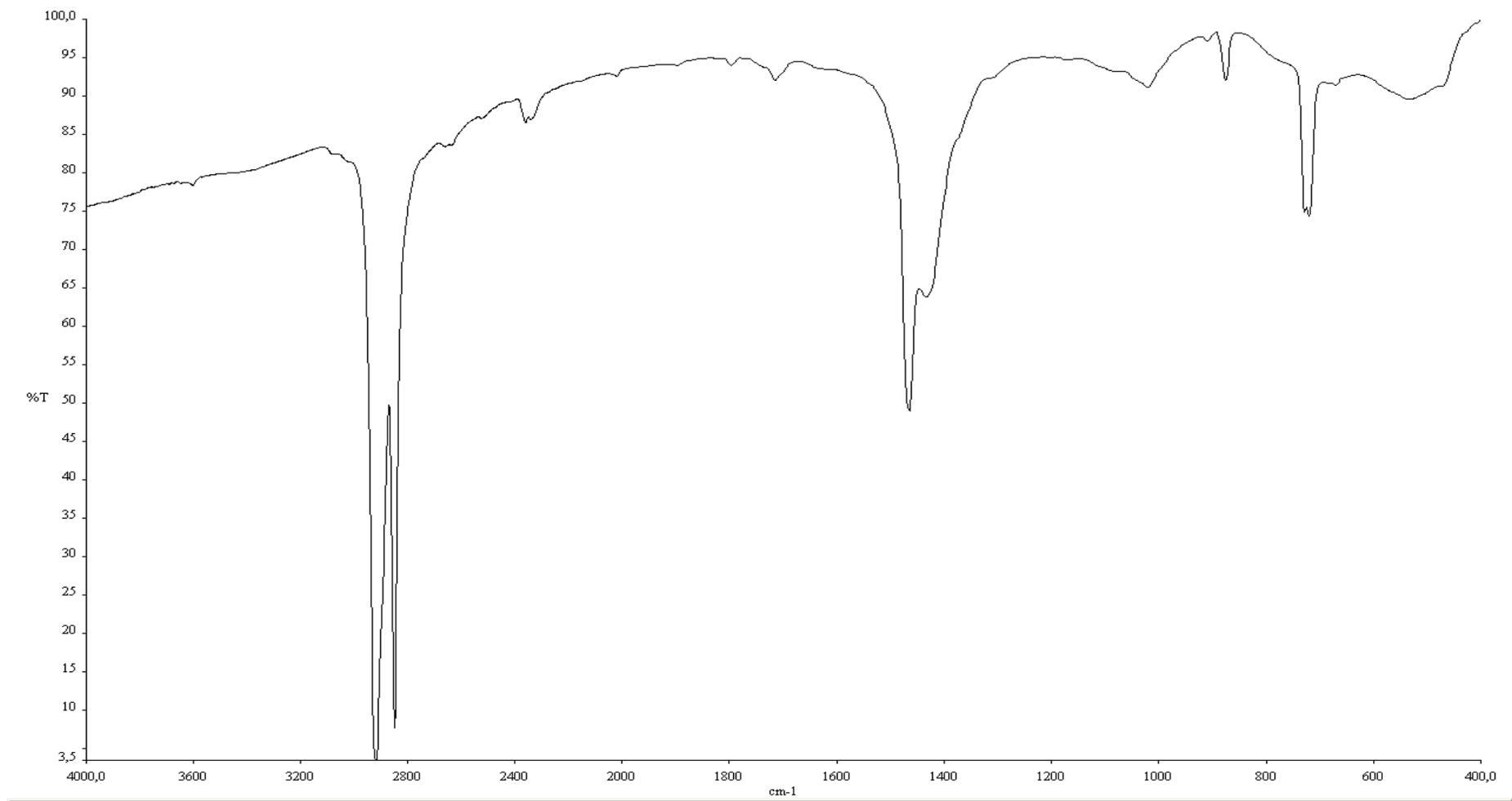
*This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or [service@astm.org](mailto:service@astm.org) (e-mail); or through the ASTM website ([www.astm.org](http://www.astm.org)).*

#### Anexo 4. Espectro FT-IR de los 4 tipos de muestras seleccionadas

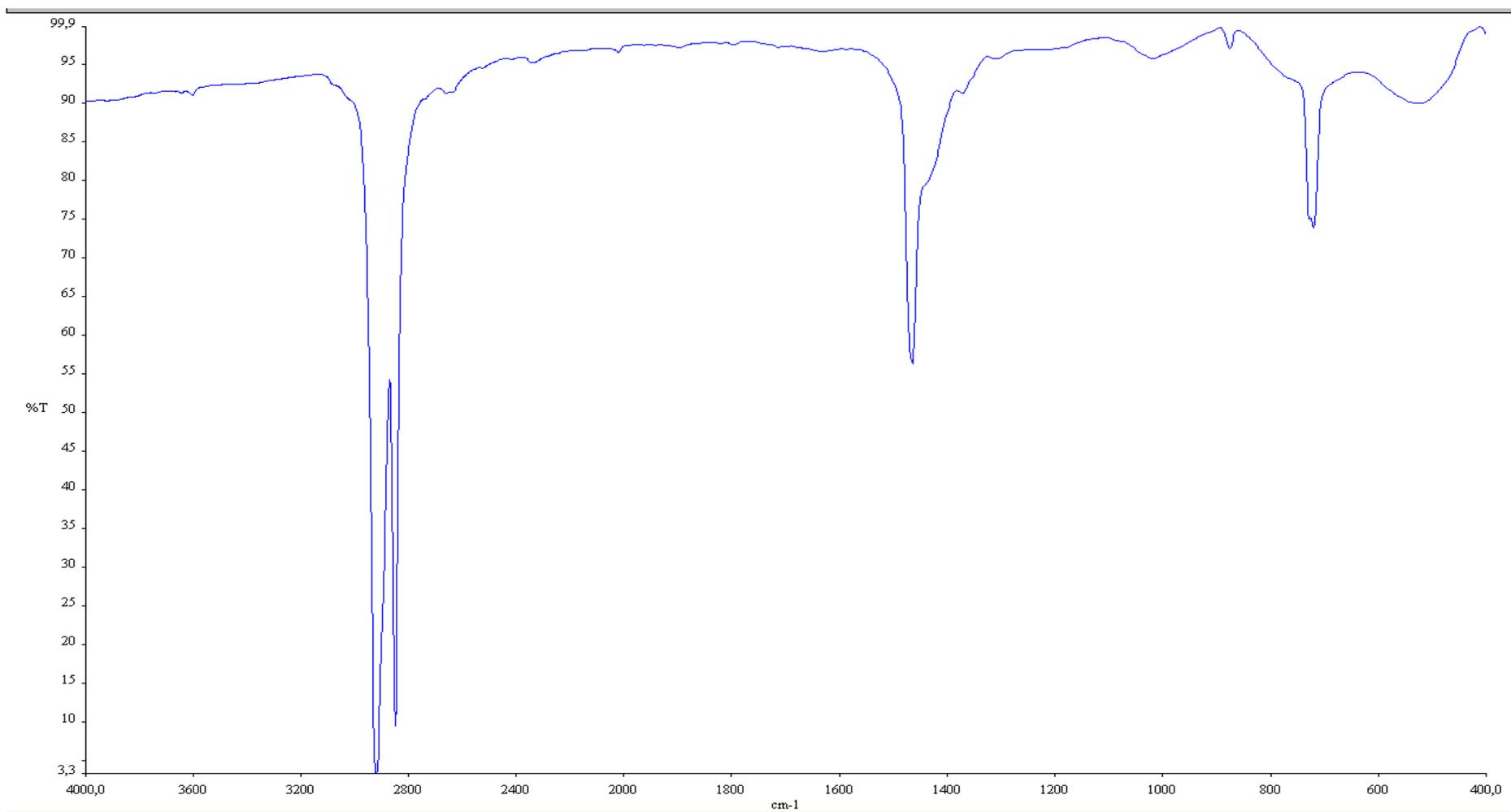
Muestra bolsa 1



Muestra bolsa 2



# Muestra Bolsa 3



Muestra bolsa 4

