UNIVERSIDAD POLITÉCNICA SALESIANA SEDE QUITO

CARRERA: INGENIERÍA AMBIENTAL

Tesis previa a la obtención del título de: INGENIERA AMBIENTAL

TEMA:

ESTUDIO DE LA BIODEGRADACIÓN DE CUATRO TIPOS DE BOLSAS
OXO - BIODEGRADABLES EMPLEADAS EN LA VENTA DE
PRODUCTOS, UTILIZANDO TIERRA COMPOSTABLE FRESCA, FRESCA
MÁS AIREACIÓN Y MADURA, SIMULANDO CONDICIONES
AMBIENTALES DE HUMEDAD Y TEMPERATURA DEL RELLENO
SANITARIO UBICADO EN QUITO.

AUTORA:
DANIELA VERÓNICA CADENA CALVACHI

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 de la autora.

Quito, junio 2014

Daniela Verónica Cadena Calvachi

CC: 172392186-0

AGRADECIMIENTO

Agradezco a la Universidad Politécnica Salesiana por haberme hecho crecer profesionalmente y amar mi profesión, un especial agradecimiento a la Ing. Elena Coyago e Ing. Ximena Borja que con sus conocimientos ayudaron a la culminación de este trabajo.

DEDICATORIA

Dedico este trabajo principalmente a Dios y a mi papi Geovanny que siempre están conmigo cuidándome y guiándome, a mi mami por su amor, esfuerzo, cuidados y porque sin ella no hubiese podido llegar a esta meta, a mi Lola por su ayuda y apoyo ilimitado a lo largo de todo este camino recorrido, a mi Mami Martitha por su amor incondicional y por hacerme sentir que cualquier cosa puedo lograrla, a mis amigas Nelly, Isa y Mabe por brindarme esta maravillosa amistad y apoyo en la realización de la tesis y en cada paso a lo largo de nuestra vida dentro de la UPS, y por último a toda mi familia que son lo más importante que Dios me pudo regalar.

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 1	3
REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	
1.1 Polímeros	
1.1.1 Metodologías utilizadas para cuantificar polímeros	6
1.1.1.1 Cuantificación de peso.	
1.1.1.2 Cuantificación de espesor	6
1.1.1.3 Calorimetría diferencial de barrido	7
1.1.1.4 Espectroscopia de infrarrojo	8
1.1.1.3 Prueba de tensión	
1.2 Plásticos	11
1.2.1 Fabricación de bolsas plásticas.	14
1.3 Biodegradabilidad	16
1.3.1 Tipos de plásticos según su degradabilidad.	16
1.4 Relleno sanitario de Quito (El Inga)	18
1.4.1 Compost.	26
CAPÍTULO 2	28
METODOLOGÍA	28
2.1 Selección de cadenas de venta de productos en Quito	28
2.2 Muestreo de bolsas oxo-biodegradables	29
2.3 Estudio de biodegradabilidad	29
2.3.1 Determinación de condiciones ambientales.	29
2.3.2 Diseño y construcción del biorreactor.	30
2.3.3 Cuantificación del proceso de degradación	31
CAPÍTULO 3	38
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	38
3.1 Selección de cadenas de venta de productos en Quito	38
3.2 Muestreo de bolsas oxo-biodegradables	39
3.3 Estudio de biodegradabilidad	42

3.3.1 D	eterminación de condiciones ambientales	42
3.3.2 D	iseño y construcción del biorreactor	43
3.3.3 C	uantificación del proceso de degradación	52
3.3.3.1	Peso	52
3.3.3.2	Espesor.	56
3.3.3.4	Calorimetría diferencial de barrido	60
3.3.3.5	Espectroscopia de infrarrojo	60
3.3.3.6	Tensión	70
CONC	LUSIONES	74
RECO	MENDACIONES	77
LISTA	DE REFERENCIAS	78
GLOSA	ARIO DE SIGLAS	84
GLOSA	ARIO DE TÉRMINOS	85
UNIDA	DES	87

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Disposición final de residuos sólidos19
Tabla 2. Centros comerciales de Quito
Tabla 3. Uso de bolsas en las diferentes zonas de Quito39
Tabla 4. Cantidad de locales escogidos en las diferentes zonas de Quito39
Tabla 5. Evolución de la temperatura en la experimentación60
Tabla 6. Grupos funcionales de la muestra 1 a lo largo de la experimentación62
Tabla 7. Grupos funcionales de la muestra 2 a lo largo de la experimentación64
Tabla 7. Grupos funcionales de la muestra 2 a lo largo de la experimentación
(continuación)65
Tabla 8. Grupos funcionales de la muestra 3 a lo largo de la experimentación66
Tabla 8. Grupos funcionales de la muestra 3 a lo largo de la experimentación
(continuación)67
Tabla 9. Grupos funcionales de la muestra 4 a lo largo de la experimentación68
Tabla 9. Grupos funcionales de la muestra 4 a lo largo de la experimentación
(continuación)

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Polimerización del etileno	3
Figura 2. Estructura del HDPE	5
Figura 3. Estructura del LDPE	5
Figura 4. Estructura del CLPE	6
Figura 5. Esquema de los componentes de un equipo DSC	7
Figura 6. Termograma de un polímero con sus diferentes transiciones térmicas	8
Figura 7. Funcionamiento de un espectrómetro de infrarrojo	9
Figura 8. Espectro FT-IR de película plástica biodegradable	.10
Figura 9. Aumento de carga (Muestra típica de sección circular para el ensayo	de
tensión – deformación)	.11
Figura 10. Naturaleza de los termoplásticos	.12
Figura 11. Estructura de un polímero termoplástico	.12
Figura 12. Estructura de un polímero termofijo	.13
Figura 13. Naturaleza de los termofijos	.13
Figura 14. Estructura de un polímero elastómero	.14
Figura 15. Proceso de extrusión	.15
Figura 16. Proceso de corte y sellado	.15
Figura 17. Hogares ecuatorianos que botan basura en la calle	.20
Figura 18. Hogares ecuatorianos que llevan la basura en bolsa a nivel provincial	.22
Figura 19. Hogares ecuatorianos que clasifican los plásticos	.23
Figura 20. Ubicación Relleno sanitario "El Inga"	.24
Figura 21. Esquema funcional del Relleno sanitario "El Inga"	.25
Figura 22. Etapas de experimentación	.28
Figura 23. Balanza Mettler Toledo	.32
Figura 24. Probetas para la prueba de tensión	.33
Figura 25. Equipo FT-IR utilizado para la prueba de espectroscopia infrarrojo	.34
Figura 26. Tamaño de muestras para prueba espectroscopia de infrarrojo	.35
Figura 27. Página principal programa Statgraphics	.37
Figura 28. Exposición a rayos solares	.40
Figura 29. Variación de temperatura diaria promedio durante el periodo	de
exposición UV de bolsas oxo-biodegradables	.41

Figura 30. Variación de humedad diaria promedio durante el periodo de exposición
UV de bolsas oxo-biodegradables
Figura 31. Carta de control de temperatura para simulación de condiciones
ambientales en el biorreactor
Figura 32. Carta de control de humedad relativa para simulación de condiciones
ambientales en el biorreactor
Figura 33. Diseño del biorreactor
Figura 34. Biorreactor construido con vidrio templado
Figura 35. Tubería instalada para simular lluvia dentro del biorreactor46
Figura 36. Sistema de drenaje
Figura 37. Diseño de la caja de control
Figura 38. Caja de control instalada
Figura 39. Muestra 12 x 12 cm
Figura 40. Lecho de grava para las resistencias
Figura 41. Proceso de siembra de las muestras 12 x 12 cm51
Figura 42. Término del proceso de sembrado
Figura 43. Evolución perdida peso de la muestra 1
Figura 44. Evolución perdida peso de la muestra 2
Figura 45. Evolución perdida peso de la muestra 3
Figura 46. Evolución perdida peso de la muestra 455
Figura 47. Evolución de la variación de espesor de la muestra 156
Figura 48. Evolución de la variación de espesor de la muestra 257
Figura 49. Evolución de la variación de espesor de la muestra 358
Figura 50. Evolución de la variación de espesor de la muestra 459
Figura 51. Evolución de la ruptura de la muestra 170
Figura 52. Evolución de la ruptura de la muestra 2
Figura 53. Evolución de la ruptura de la muestra 3
Figura 54. Evolución de la ruptura de la muestra 4
Figura 55. Estructura general del grupo carbonilo85

ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo 1. ASTM D 6954 – 04 "Guía estándar para la exposición y prueba de
plásticos se degradan en el Medio Ambiente por una combinación de oxidación y
Biodegradación"
Anexo 2. ASTM D - 882 "Método estándar de prueba para propiedades tensiles de
láminas plásticas delgadas"
Anexo 3. ASTM D- 3418 -99 "Métodos estándar de prueba para temperatura de
transición de polímeros por calorimetría diferencial de barrido"99
Anexo 4. Espectro FT-IR resultado de los cuatro tipos de muestras desenterradas del
compost fresco a los 3 meses de la experimentación
Anexo 5. Fotografías de la experimentación

RESUMEN

Este trabajo abordó el estudio de la biodegradación de cuatro tipos de bolsas oxobiodegradables simulando las condiciones ambientales de temperatura y humedad del Relleno sanitario "El Inga" ubicado en la parroquia Pintag perteneciente a la provincia de Pichincha cantón Quito.

Para iniciar el estudio se realizó la investigación de los centros comerciales ubicados en Quito para escoger las bolsas plásticas de mayor uso para la venta de sus productos, las muestras escogidas fueron sometidas a un proceso de degradación a través de la exposición a rayos solares y condiciones ambientales de Quito por un periodo de dos meses, luego pasaron a un proceso de biodegradación colocándolas por tres meses dentro de un biorreactor el cual simuló el diseño y condiciones del Relleno sanitario antes mencionado. A lo largo de la experimentación se analizó la degradación de las muestras mediante metodologías para la cuantificación de peso, espesor (propiedades físicas), tensión (propiedades mecánicas); calorimetría diferencial de barrido y espectroscopia de infrarrojo.

Al final del estudio se observó que la mayoría de las muestras se volvieron opacas; en cuanto a los resultados de los análisis antes mencionados se observó una variación de peso y espesor similar en la mayoría de las muestras, en la prueba de tensión los resultados demostraron que las muestras al final de la experimentación disminuyeron su resistencia inicial y mediante el análisis de los espectros FT-IR se encontró que en dos de las muestras estudiadas apareció la banda de absorción de grupos carbonilos que indica el inició de la degradación.

ABSTRACT

This work aboards the study of biodegradation of four types of oxo - biodegradable bags simulating the environmental conditions of temperature and humidity Landfill "El Inga" located in Pintag, belonging to the province of Pichincha, Quito.

To star the study, research was conducted the shopping centers located in Quito to choose the most used plastic bags to sell their products, selected samples were subjected to a process of degradation through exposure to sunlight and environmental conditions in Quito for two months, then passed to a process of biodegradation placing for three months inside the biorreactor which simulated the design and conditions the land fill above mentioned. Throughout the experimentation the biodegradation process of the samples analyzed through methodologies for quantifying by weight, thickness (physical properties), stress (mechanical properties); Differential scanning calorimetry and infrared spectroscopy.

At the end of the study it was observed that most of the samples were opaque; as to the results of the above analysis, a variation of similar weight and thickness was observed in the majority of samples, in the stress test results showed that the samples at the end of the experiment decreased their initial resistance and by analyzing the FT-IR spectrum it was found that in two of the samples studied the absorption band of carbonyl groups indicating began a process of degradation appeared.

INTRODUCCIÓN

Desde tiempos antiguos ha existido el intercambio de bienes, al principio era muy rudimentario pero con el paso de los años ha ido evolucionando e incrementando por esto, se ha visto la necesidad de generar algo que ayude a los consumidores tanto a guardar como a transportar los productos adquiridos los cuales van desde bolsas de papel hasta plástico. La materia prima de las bolsas plásticas es el polietileno que es uno de los plásticos más utilizados por tanto, estudios demuestran que el 20% del volumen total de desechos producidos en una ciudad es plástico (Mondragón, Peña, Sánchez, & Arbeláez, 2005, p. 54).

Las bolsas plásticas tienen un sin número de beneficios pero al ser utilizadas de una manera no apropiada podría afectar el lugar, contaminando agua y suelo. En los últimos años en el Ecuador, como a nivel mundial, el uso de las bolsas plásticas ha ido incrementando debido a que son muy útiles y su distribución es gratuita exceptuando algunos países en los cuales si se ha prohibido su producción y distribución (Diario El Universo, 2009) este aumento ocasiona que el manejo integral de residuos sólidos urbanos en cada una de las ciudades se vea afectado por el colapso de los rellenos sanitarios ya que al aumentar el volumen de la producción per cápita (PPC) se necesita que se ubiquen áreas más grandes para la disposición de los desechos disminuyendo el espacio vital para los seres vivos (Mondragón et al. 2005, p. 54).

Según la Empresa Pública Metropolitana de Gestión Integral de Residuos Sólidos (EMGIRS-EP) al Relleno sanitario "El Inga" ingresa diariamente un 15,5 % de plástico siendo el segundo porcentaje más alto de residuos generados por lo cual el tema del cuidado ambiental por contaminación de plásticos es primordial y esto ha llevado a las autoridades competentes a realizar campañas para la disminución del consumo y el aumento del porcentaje de reciclaje y reutilización de bolsas y otros productos plásticos, debido a esto se ve la importancia de la realización de estudios de biodegradación los cuales ayudarán al hallazgo de nuevos productos que satisfagan de la misma manera las necesidades de los consumidores, pero sean amigables con el medio ambiente también permitirán a las empresas fabricantes el

control de sus productos oxo-biodegradables que ya están siendo utilizados en el mercado.

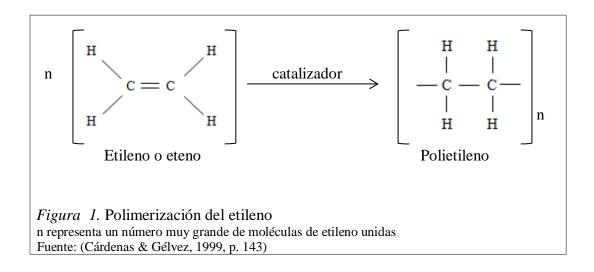
Dentro de los objetivos del trabajo está el muestreo - selección de bolsas plásticas oxo-biodegradables y el estudio de la degradación de cuatro tipos de bolsas oxo-biodegradables empleadas en la venta de productos en Quito, utilizando tierra compostable fresca, fresca más aireación y madura, simulando condiciones ambientales de humedad y temperatura del Relleno sanitario antes mencionado.

CAPÍTULO 1

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

1.1 Polímeros

"Un polímero es una molécula grande constituida mediante el enlace de unidades repetidas de moléculas pequeñas llamadas monómeros" (Yurkanis, 2007, p. 125), esta unión se conoce como polimerización, así por ejemplo el gas etileno es un hidrocarburo no saturado (Freire, 1970, p. 146,147) y al tener una polimerización a altas presiones como se observa en la figura 1 produce un material flexible, con el que se fabrican bolsas plásticas.



La palabra polímero viene de las raíces griegas poli, que significa muchos y mero que significa partes. Los polímeros tienen propiedades distintas a los monómeros que los originan, por ejemplo el etileno es un gas y es la unidad monomérica que da origen al polietileno (Gutiérrez, López, Arellano, & Ochoa, 2009, p. 385).

Los polímeros tienen características como:

• Poseen enlaces covalentes que toman el nombre de reticulaciones, mientras mayor sea el número de enlaces el polímero es más rígido.

• La cristalinidad disminuye mientras las ramificaciones del polímero aumentan, ya que las ramificaciones impiden la alineación de las cadenas del polímero (Brown & Cowan, 1991, p. 365,367).

Los polímeros de acuerdo a su naturaleza se clasifican en:

- Naturales: se los conoce como biomoléculas y están presentes en los seres vivos. En esta clasificación se cita al: Ácido Desoxirribonucleico (ADN), Ácido Ribonucleico (ARN), aceites, grasas, etc. (Gutiérrez et al. 2009, p. 386).
- **Artificiales:** estos polímeros se obtienen mediante la alteración de ciertos polímeros naturales en base a procesos químicos.
- **Sintéticos:** se obtienen a partir de la polimerización de materias primas que presentan un peso molecular bajo, por ejemplo el polietileno y otros polímeros (Ysacura, Labrador, & Crespo, 2009, p. 78).

Las bolsas de plástico pueden estar fabricadas de: polietileno de baja densidad, polietileno de alta densidad o polipropileno.

El polietileno (PE) se obtiene a partir del monómero etileno o eteno cuando polimerizan las moléculas de etileno estas se unen por medio de los dobles enlaces, formando largas cadenas de varios miles de átomos de carbono conteniendo enlaces simples entre sí (Groover, 1997, p. 187,202). Las características más relevantes del PE son:

- Incoloro, opaco, inodoro e inocuo
- Fisiológicamente permite el uso en contacto con alimentos
- Bajo grado de cristalinidad
- Temperatura máxima de trabajo: LDPE 80°C, HDPE 95°C
- Resistente a ácidos, alcohol, aceite (Liberati, 2008, p. 88).

El polietileno se clasifica en:

• Alta densidad (HDPE): tiene una estructura larga con característica lineal como se observa en la figura 2, una alta cristalinidad y resistencia mecánica. Este tipo de polietileno tiene una densidad entre 0.94 – 0.96 g/cm³. Se lo utiliza para fabricar botellas, tubos, recipientes, tanques (Groover, 1997, p. 202); (Liberati, 2008, p. 89).



Figura 2. Estructura del HDF Fuente: (Liberati, 2008, p. 89)

• **Baja densidad** (**LDPE**): la densidad está entre 0.92 – 0.94 g/cm³. Posee una estructura que contiene cadenas ramificadas como se observa en la figura 3, y esto hace que tenga una cristalinidad baja y por tanto la resistencia mecánica será menor comparado con el polietileno de alta densidad. Se puede fabricar a base de este polietileno bolsas plásticas, recubrimiento para alambres, entre otros (Groover, 1997, p. 202); (Liberati, 2008, p. 89).

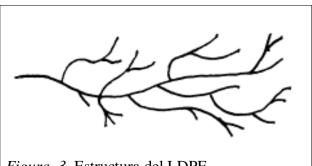


Figura 3. Estructura del LDPE Fuente: (Liberati, 2008, p. 89)

• Con enlaces cruzados (CLPE): posee más enlaces cruzados en las cadenas de polímero, esto ocasiona que sea altamente rígido e inflexible como se observa en la figura 4. Se pueden fabricar: tapas de botellas, alfombras, redes de pesca, etc. (Gutiérrez et al. 2009, p. 389); (Kotz, Treichel, & Weaver, 2005, p. 456).



Figura 4. Estructura del CLPE Fuente: (Kotz et al. 2005, p. 457)

1.1.1 Metodologías utilizadas para cuantificar polímeros.

Las propiedades físicas de los materiales poliméricos cambian en gran medida en función de la temperatura, y no todos los polímeros responden de igual forma ante un estímulo de calor, así se tiene que los polímeros lineales (termoplásticos) formados por cadenas poliméricas dispuestas en forma de ovillo con uniones débiles entre ellas experimentan cambios importantes, mientras que los polímeros reticulares (termoestables) no son sensibles a la temperatura por presentar estructuras tridimensionales (Gimeno, Parres, García, & López, 2004, p. 34).

1.1.1.1 Cuantificación de peso.

Se define a la masa como una propiedad intrínseca del objeto en estudio, la cantidad de materia de este es invariable, en cuanto al peso, es una fuerza que tiene acción sobre el objeto la cual varía según la ubicación del objeto, este se define como masa por gravedad y como la gravedad en la Tierra es la misma para todos los cuerpos se puede decir que el peso es proporcional a la masa (Skoog, West, Holler, & Crouch, 2001, p. 9); (Tipler & Gene, 2003, p. 65).

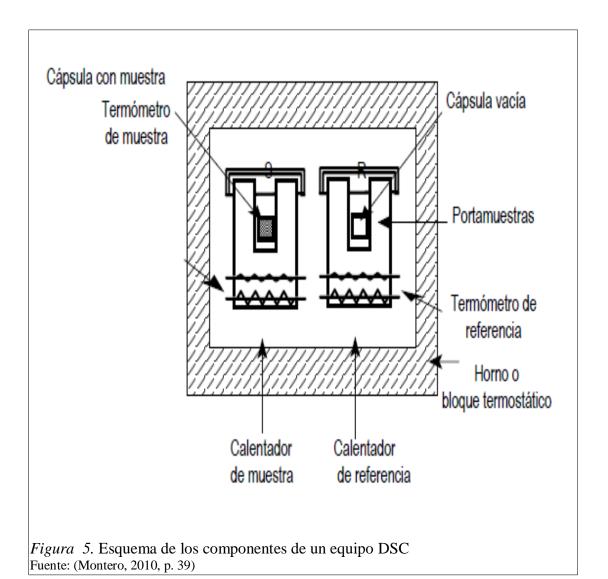
1.1.1.2 Cuantificación de espesor.

Es el "grosor de un sólido" (Real Academia Española, 2001, p. 662) en este caso de las bolsas plásticas.

1.1.1.3 Calorimetría diferencial de barrido.

Esta metodología también es conocida como DSC por su nombre en inglés "Differential Scanning Calorimetry" (Sabín, 2007, p. 75), "consiste en proporcionar un flujo de calor, a velocidad constante, a la muestra y a un material de referencia de composición conocida que se sabe que no sufre cambios en el intervalo de temperaturas en que se van a hacerse las determinaciones" (Martínez, Andrés, Chiralt, & Fito, 1998, p. 229).

Un calorímetro diferencial de barrido cuantifica la variación entre el flujo de calor suministrado a una muestra en estudio y una referencia, las dos expuestas a las mismas condiciones de variación de temperatura como se muestra en la figura 5.



En la figura 6, se presenta el termograma del PET (polímero) que reporta el análisis de DSC.

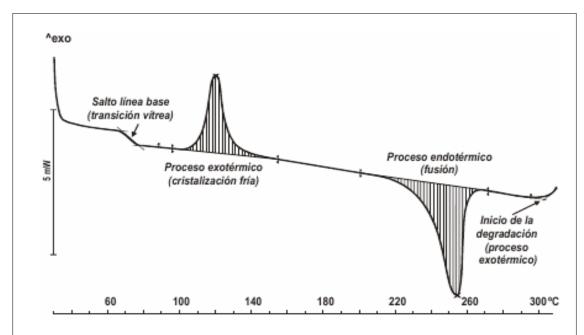


Figura 6. Termograma de un polímero con sus diferentes transiciones térmicas Fuente: (Hernández, 2006, p. 17)

1.1.1.4 Espectroscopia de infrarrojo.

Es un método analítico que utiliza la región infrarroja, la cual puede ser absorbida por las moléculas de la muestra que se está analizando y por la acción de esta energía la molécula vibra, la vibración que va a sufrir la muestra va a depender de la rigidez de sus enlaces. Con este método se obtiene un espectro el cual da como resultado picos de longitudes de onda de la radiación absorbida, los cuales representan compuestos que forman parte de la muestra analizada (Atkins & Jones, 2006, p. 84). En la figura 7, se muestra el funcionamiento de un equipo de espectroscopia de infrarrojo.

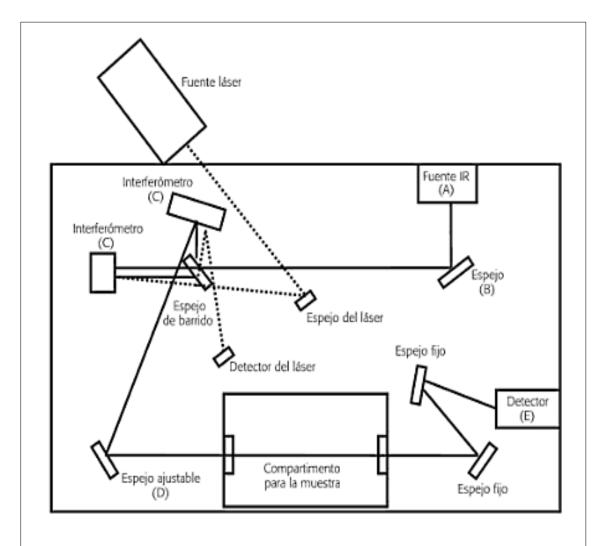
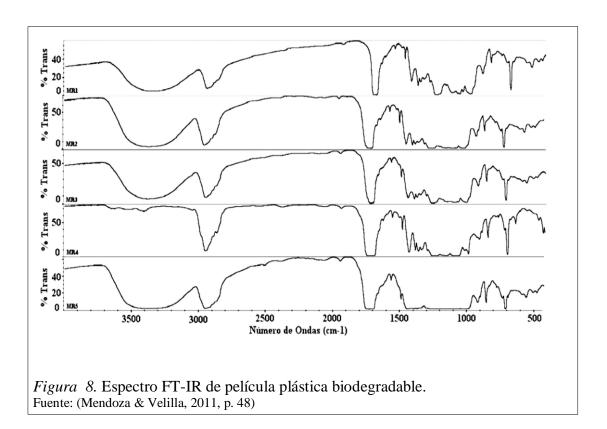


Figura 7. Funcionamiento de un espectrómetro de infrarrojo Fuente: (Sierra, Pérez, Gómez, & Morante, 2010, p. 79)

La espectroscopia de infrarrojo se caracteriza por presentar un espectro de infrarrojo con los valores de longitud de onda (μ) o de frecuencia (cm⁻¹) frente a los valores de porcentaje de transmitancia (%T), cuando un compuesto con una longitud dada absorbe la radiación IR esto ocasiona que la transmitancia (%T) descienda y esto se grafica en el espectro infrarrojo formando un pico como se muestra en la figura 8 o banda de absorción que corresponden a los grupos funcionales (Castellanos & Villamizar, 2013, p. 30).



En la zona del espectro comprendida en el rango de 4000 a 1200 cm-¹ se observan bandas de grupos funcionales de compuestos orgánicos, mientras que en la zona de un rango menor a 1600 cm-1 se encuentran algunas vibraciones de tensión que son típicas de enlaces sencillos (Pine, Hendrickson, Cram, & Hammond, 1982, p. 171).

1.1.1.3 Prueba de tensión.

Esta prueba se la realiza para analizar propiedades mecánicas como la tenacidad, ductilidad, resistencia. Se realiza poniendo una carga en la muestra con lo cual se empieza a notar una deformación, la muestra sigue con un estiramiento hasta que es descargada, si la muestra es cargada más allá de su resistencia va a llegar al punto de ruptura como se observa en la figura 9. La energía total absorbida por la muestra hasta que llega a la ruptura es la energía de tracción a la ruptura (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 56); (ASTM, 2008, p. 2).

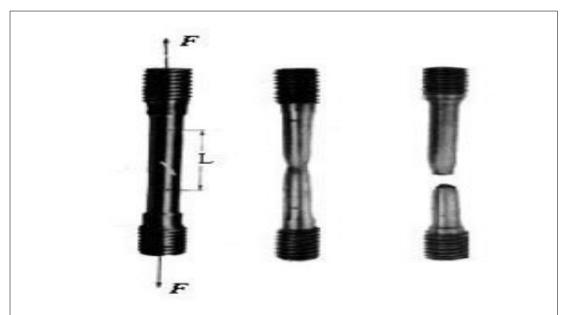


Figura 9. Aumento de carga (Muestra típica de sección circular para el ensayo de tensión – deformación)

Fuente: (Medina, 2009, p. 1)

1.2 Plásticos

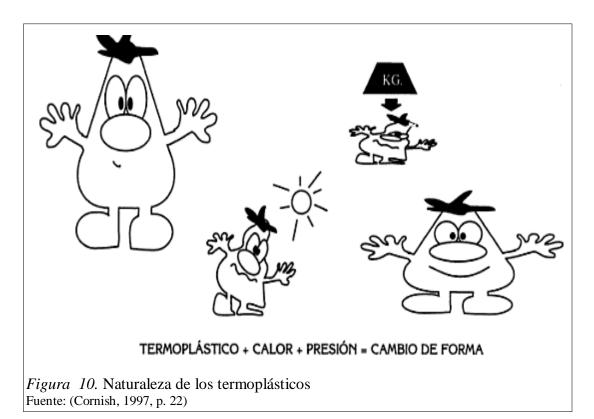
Plástico proviene de la palabra griega plastikos, que significa susceptible de ser modelado o moldeado. Los plásticos son polímeros de elevado peso molecular, están compuestos de macromoléculas que contienen específicamente carbono, su característica sobresaliente es su plasticidad de ella se deriva su nombre, esta característica permite que sea moldeado en su fabricación por tanto se puede elaborar bolsas, vasos, recipientes, etc. (Cornish, 1997, p. 9).

Los plásticos se caracterizan por:

- No tener una buena conductividad térmica
- Bajo peso
- Costo bajo
- Soportan grandes pesos sin romperse
- Ciertos plásticos pierden su color en presencia de rayos UV (Castilla, 2007, p. 35,92).

Los plásticos se clasifican en:

• **Termoplásticos:** son plásticos que al estar en contacto con calor se vuelven blandos permitiendo su moldeo y al enfriarse se endurecen como se observa en la figura 10, estos son polímeros de cadenas largas, las cuales pueden ser lineales o ramificadas como se muestra en la figura 11, estos plásticos pueden ser reciclados ya que al exponerlo nuevamente al calor se pueden moldear nuevamente por ejemplo el PE, polipropileno, poliestireno (Gutiérrez et al. 2009, p. 393); (Kotz et al. 2005, p. 505).



Cadena larga ramificada

Cadena larga lineal

Cadena larga lineal

Figura 11. Estructura de un polímero termoplástico Fuente: (García, Navarro, Gómez, & Águeda, 2004, p. 93)

• **Termofijos:** mientras se van formando estos plásticos se forman redes de enlaces en varias direcciones lo que hace que se forme una sola molécula grande como se observa en la figura 12, es decir que al terminar su proceso de fabricación toma una forma rígida y ésta es muy difícil de fundir nuevamente, no se ablanda, como se observa en la figura 13, ya que si se lo hiciera el material se quemaría o deformaría. Un ejemplo de estos plásticos son las resinas fenólicas, viniléster (Gutiérrez et al. 2009, p. 393); (Kotz et al. 2005, p. 505).



Figura 12. Estructura de un polímero termofijo Fuente: (García et al. 2004, p. 96)

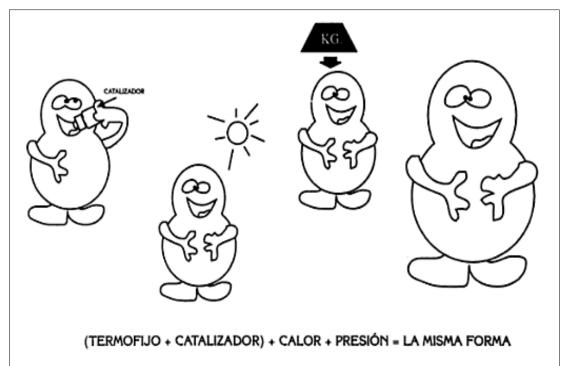
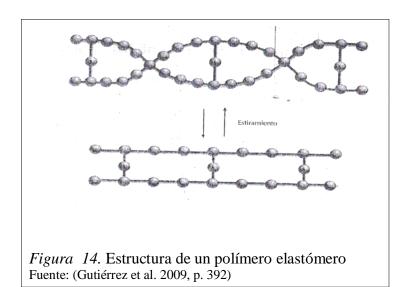


Figura 13. Naturaleza de los termofijos Fuente: (Cornish, 1997, p. 23)

• Elastómeros: son plásticos con enlaces entrecruzados, lo que permite que tenga una alta elasticidad, es decir que su estructura permite que luego de ser deformado al quitar la tensión va a volver a su forma original, estos plásticos se caracterizan porque pueden deformarse hasta 8 veces su longitud original sin sufrir ningún cambio en su estructura como se observa en la figura 14. Un ejemplo de estos elastómeros son el polibutadieno y el caucho natural (Gutiérrez et al. 2009, p. 392); (Kotz et al. 2005, p. 506).



1.2.1 Fabricación de bolsas plásticas.

La producción de bolsas plásticas va a comenzar por la extrusión, aquí se va a generar una película de plástico a partir de la materia prima que es el polietileno como se observa en la figura 15, se realiza un estiramiento vertical y un soplado en sentido transversal para obtener un globo de plástico luego va a pasar por la máquina de sellado, la cual consta de rodillos, luego de esto ingresa a una máquina de cortado la cual posee una cuchilla caliente que hace un doble sellado a la funda plástica como se observa en la figura 16, seguido de esto se realiza la impresión de diseños sobre la funda, inmediatamente pasa por un control de calidad y finalmente se almacena (Garzon, 2000, p. 28); (Paraiso S.A, 2006).

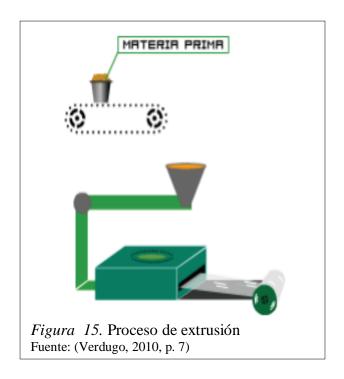




Figura 16. Proceso de corte y sellado Fuente: (Naranjo, 2008, p. 29)

Dentro de la fabricación de las bolsas plásticas se les agrega aditivos como los siguientes:

- **Estabilizantes:** este aditivo se lo utiliza para que el polímero tenga más resistencia al calor, tiempo, rayos UV, etc.
- Plastificantes: al mezclarse con el polímero este aditivo hace que los enlaces secundarios entre las moléculas vayan disminuyendo por lo tanto se obtiene un polímero más suave y flexible.
- Colorantes: estos aditivos pueden ser naturales como pigmentos y artificiales como tintes, estos permiten que tenga una variedad de colores en las bolsas plásticas. (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 190,191); (Elias & Jurado, 2012, p. 1003,1004).

1.3 Biodegradabilidad

El uso de bolsas plásticas ha ido deteriorando el medio ambiente a través de los años, ya que para su fabricación se requiere de sustancias derivadas del petróleo y grandes cantidades de energía las cuales pueden demorar más de medio siglo en degradarse (Cámara de diputados de Chile, 2009, p. 1).

La degradación es un cambio en la cadena principal de la estructura química del polímero, cambiando sus propiedades físicas y su apariencia; mientras que la biodegradación fragmenta el plástico en pequeños pedazos de un peso molecular menor al original por acción de varios elementos como por ejemplo los microorganismos, esto se da cuando los plásticos están expuestos en condiciones adecuadas como: temperatura, humedad, oxigeno, pH; en el caso de la fotodegradación sucede el mismo proceso pero con acción de la luz (ASTM, 2008, p. 5); (Pancorbo, 2011, p. 438).

1.3.1 Tipos de plásticos según su degradabilidad.

Las bolsas con aditivos pro-degradación son polímeros a los cuales se les ha añadido aditivos que permiten su degradación en menor tiempo y las bolsas degradables son

elaboradas con productos 100% degradables. De acuerdo con lo antes mencionado se clasifican en:

- **Degradables:** este tipo de plásticos fue diseñado para que al estar bajo condiciones ambientales específicas su estructura química vaya cambiando y disminuyendo algunas de sus propiedades intrínsecas (ASTM, 2008, p. 5).
- **Biodegradables:** también conocido como biopolímeros, este plástico va a iniciar una acción de depolimerización de sus macromoléculas bajo condiciones ambientales adecuadas como temperatura, oxígeno, pH, etc. y por la intervención de microorganismo de origen natural, como bacterias, hongos y algas, dando como resultado pedazos pequeños con un peso molecular menor al inicial (ASTM, 2008, p. 5); (Costa, 2005, p. 440). Hay plásticos biodegradables que se han fabricado a partir de materias primas como:
 - Almidón: la materia prima que se utiliza en este tipo de plásticos es el almidón del maíz, papa, arroz, se parte de almidón en polvo luego esto se hace un líquido pegajoso y los siguientes pasos son iguales a la fabricación de las bolsas de plástico convencionales, uno de los más conocidos es el PLA (Ácido Poliláctico).
 - **Lácticos:** para fabricar este tipo de plástico se empieza con el ácido láctico que se obtiene del proceso de fermentación del forraje.
 - **Fermentación de azucares:** aquí se añade ácidos orgánicos a los azucares los cuales forman un polímero rígido que luego sometido a un proceso se obtiene la materia prima para fabricar la funda (Kalpakjian & Schmid, 2002, p. 196).
- Oxo-biodegradables: son oxo-biodegradables porque en su fabricación se les añade un aditivo pro-oxidante. Su degradación se va a ver evidenciada en varias etapas, se inicia con la exposición a radiación UV (luz solar), tensión mecánica y calor, luego de esto se va a iniciar con la degradación oxidativa, esta tecnología

funciona con la rotura de los enlaces carbono-carbono con la presencia de los factores antes mencionados se van a formar radicales libres, y el peso molecular va a disminuir, esto hace que el plástico desarrolle características hidrófobas lo cual permite que se inicie la degradación con microorganismos (Fiorentino, 2009, p. 19); (Quiróz, Cadena, Sinche, Chango, & Aldás, 2009, p. 180).

• **Fotodegradables:** este tipo de plástico sufre una depolimerización en sus macromoléculas por acción de la luz natural – radiación ultravioleta ya que fue fabricado con un aditivo que posee sustancias fotosensibles y esto ayuda a que las cadenas moleculares se desintegren y por lo tanto el peso molecular del polímero disminuye (Ramos & Ramos C, 2005, p. 320,321); (Costa, 2005, p. 440).

1.4 Relleno sanitario de Quito (El Inga)

Los plásticos desde su descubrimiento en la revolución industrial se han convertido en parte integral de nuestra vida cotidiana, sufriendo cambios continuos para crear nuevos productos que satisfagan las necesidades de los consumidores (Gimeno et al. 2004, p. 49), esta necesidad ha generado la proliferación de este tipo de productos que se desechan en un plazo corto como señala la PPC de la ciudad de Quito y la generación de plásticos respectivo señalado en la tabla 1.

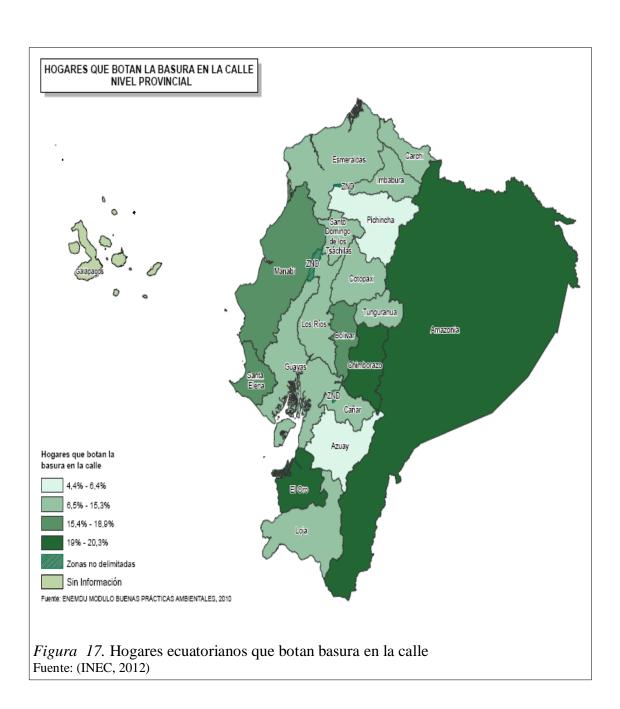
Tabla 1. Disposición final de residuos sólidos

Cantón	Tipo de disposición final	Nombre	Ubicación del Relleno sanitario		Área total	PPC (kg/hb.día)	Generación cantonal de RSU (ton/día)	Disposición final de RSU recolectada (ton/día)	Generación de plástico (%)
Quito	Relleno sanitario	El Inga	516072 coordena das UTM	9967772 coordena das UTM		0.73	1687.5	1700 **	17

Nota: ** 1700 TON/DÍA más la cantidad variable que ingresa del Municipio de Rumiñahui UTM Universal Transversal de Mercator

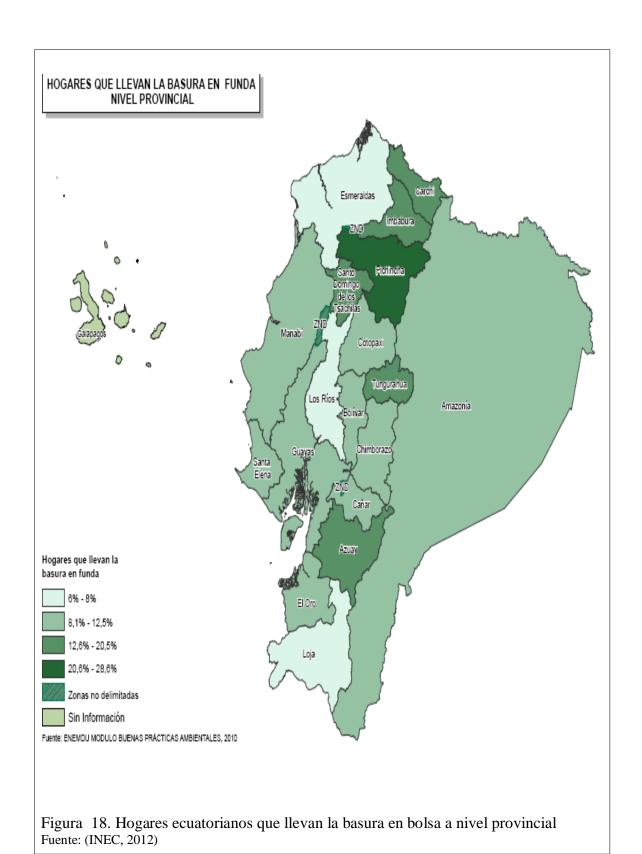
Fuente: (MAE, 2012)

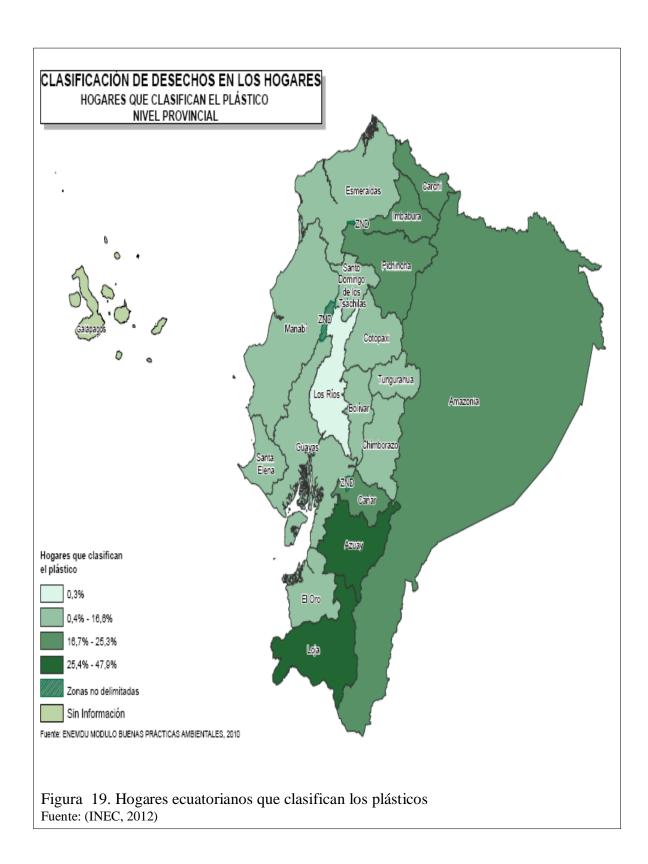
El desecho casi inmediato de los diferentes plásticos ha incrementado el problema de las municipalidades y el tratamiento o confinamiento de estos desechos, convirtiéndose en un problema económico, social y ambiental; además de constituir un problema de contaminación en tierra y agua por falta de una cultura ambiental de la ciudadanía como muestra la figura 17 (INEC, 2012).



Los residuos plásticos que llegaron al Relleno sanitario durante los últimos años en Quito han ido incrementando sustancialmente desde un 3% en el 2006 a 13,8% en el 2007 según datos obtenidos por Empresa Pública Metropolitana de Aseo (EMASEO); correspondiendo al tercer rubro más importante de residuos depositados; este fenómeno se debe a los hábitos ambientales en los ecuatorianos reportando que el 74% de hogares considera muy importante que un electrodoméstico ahorre energía al momento de hacer una compra pero el 47,1% no lleva nunca una bolsa o cesta propia al momento de hacer compras (figura 18 y figura 19) según lo estable las estadísticas del Instituto Nacional de Estadística y Censos (INEC, 2012).

El comportamiento de este tipo de residuos se repite a nivel internacional como señala (Frías, Ize, & Gavilán, 2003, p. 75) y considerando que una bolsa plástica por tratarse de un polietileno de baja densidad se degradan en alrededor de 20 años (Duarte, 2010, p. 184); esta problemática ha generado que los consumidores presionen a las industrias para que proporcionen al mercado productos amigables al medio ambiente. Esta necesidad generó el lanzamiento de productos degradables y con aditivos pro-degradación que permiten un tiempo de degradación de alrededor de 18 meses.





El Relleno sanitario "El Inga" tiene como finalidad tratar y disponer los residuos que se producen en Quito de una forma técnica y controlada, minimizando los riesgos y las afecciones sobre la sociedad y el ambiente. Está ubicado en el Sector del Inga Bajo perteneciente a la parroquia Pintag como se muestra en la figura 20, en la vía Pifo – Pintag a 45 Km de Quito; tiene una extensión de 13 hectáreas, a este relleno llegan 1700 toneladas de basura diariamente, tomando en cuenta la cantidad variable que ingresa por el Municipio de Rumiñahui, en la figura 21 se muestra el funcionamiento del Relleno sanitario.



Figura 20. Ubicación Relleno sanitario "El Inga" Fuente: (Diario La Hora, 2012)

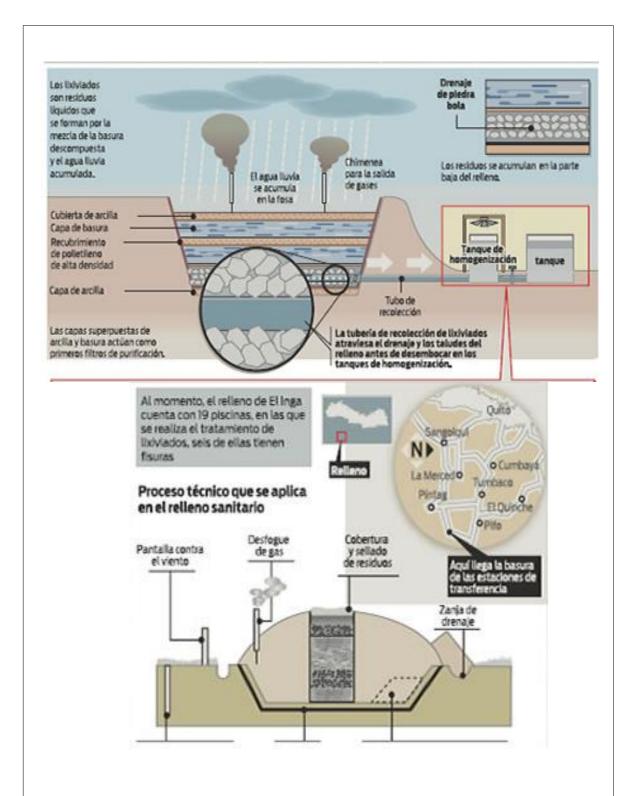


Figura 21. Esquema funcional del Relleno sanitario "El Inga" Fuente: (Diario El Hoy, 2009)

El relleno inició sus operaciones en el año 2003 y tres zonas en las cuales se dispone los residuos que llegan al lugar así: Inga I contaba con 4 cubetas que funcionaron desde el 2003 al 2007; Inga II contaba con 2 cubetos que funcionaron desde el 2007 al 2012 e Inga III cuenta con un cubeto de transición hasta terminar la construcción y operación de esta zona. Cada uno de los cubetos utilizados para disposición final de los residuos son construidos considerando el manejo de aguas subterráneas, facilidad de operación, manejo de lixiviados y extracción de biogás.

El Relleno sanitario El Inga, cuenta con un sistema de control de ingreso de los desechos urbanos y no peligrosos, preparación del sitio de disposición final evitando capas intermedias de tierra y procurando una correcta compactación de los desechos para evitar inestabilidad de la celda y la cobertura final de la celda utilizando tractores y retroexcavadoras que colocan una capa de 35 cm de tierra y la colocación de una cobertura final de una terraza.

Según el Instituto Nacional de Meteorología e Hidrología (INAMHI) algunas de las características climáticas del lugar son: temperatura promedio de la zona es de 15,5 °C, la humedad relativa esta entre 63 y 81% y velocidad del viento varía entre 0,6 y 5,2 m/s. El relleno tiene un suelo predominante limoso limo – arenoso.

En el relleno se opera los 365 días al año 24 horas al día, el personal trabaja por turnos, 10 personas en la parte del Relleno sanitario; 4 en lixiviados y 2 en la parte de fiscalización. Existen 2 turnos de 12 horas para los que trabajan en la parte del relleno y 8 horas para trabajo operativo.

1.4.1 Compost.

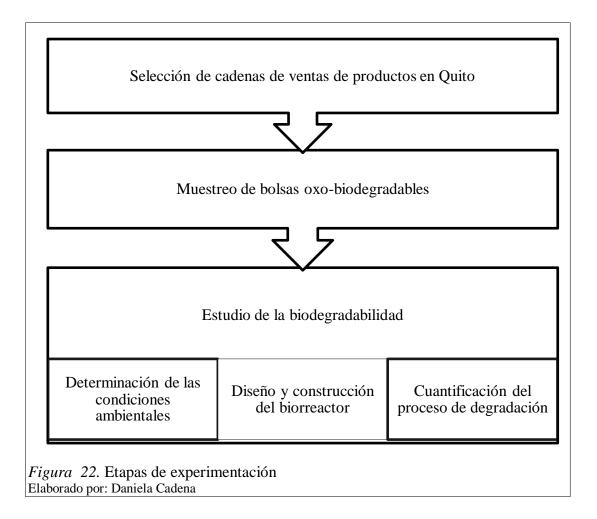
El compost es un material inodoro e inestable muy parecido al humus, el cual está cargado de microorganismos resultado de la descomposición de una cantidad considerable de residuos orgánicos (hojas de árboles, cáscaras de frutas, verduras, etc.) el cual se da gracias a condiciones adecuadas y varios tipos de microorganismos, dependiendo de la madurez que alcance este se obtiene:

• Compost maduro: tiene un olor agradable y el volumen disminuye en comparación al inicial.

• Compost fresco: este presenta todavía residuos orgánicos y tiene una mayor humedad que el compost maduro (Alcolea & González, 2000, p. 15,35,36); (Gershuny, 2011, p. 1,2); (Rodríguez & Córdova, 2006, p. 14).

CAPÍTULO 2 METODOLOGÍA

El proceso experimental de biodegradación siguió la secuencia mostrada en la figura 22.



2.1 Selección de cadenas de venta de productos en Quito

El proceso empezó con la identificación de los límites de Quito, dividiendo en norte, centro y sur; en cada uno de los sectores se identificó los diferentes centros de expendio de productos, mediante búsqueda de información en páginas web como:

- http://www.in-quito.com
- http://www.quitoadventure.com
- http://www.quito.com.ec

Además, se realizó la búsqueda de información en entidades públicas como la Secretaria de Ambiente y el INEC.

Luego de realizar una investigación general de los diferentes centros de expendio de productos se efectuó una visita in situ y se procedió a levantar la información respectiva de los tipos de bolsas que se utilizan en cada uno de ellos.

Se realizó la tabulación de la información recolectada y se seleccionó las bolsas oxobiodegradables más utilizadas en Quito, tomando en cuenta la información de las grandes corporaciones del país fabricantes de este tipo de material.

2.2 Muestreo de bolsas oxo-biodegradables

A partir de la información recopilada se determinó qué bolsas oxo-biodegradables son las más utilizadas y se procedió a recolectar cuatro diferentes tipos de dichas bolsas. Las muestras seleccionadas se expusieron totalmente por dos meses a los rayos solares tomando en cuenta la norma American Society for Testing and Materials (ASTM) D 6954 – 04 "Guía estándar para la exposición y prueba de plásticos se degradan en el Medio Ambiente por una combinación de oxidación y biodegradación" (Ver anexo 1), para lo cual se cuantificó las precipitaciones, temperatura y humedad relativa.

2.3 Estudio de biodegradabilidad

2.3.1 Determinación de condiciones ambientales.

Los promedios de temperatura y humedad que se utilizaron para la experimentación fueron similares a los valores que reportaron las estaciones meteorológicas cercanas al Relleno sanitario El Inga, según la información recolectada en las siguientes entidades públicas:

- Información del Ministerio del Ambiente (MAE),
- Anuarios meteorológicos del INAMHI de la estación meteorológica La Tola código M002,
- Red de monitoreo de calidad de aire y meteorología de la Secretaría del Ambiente, estación Tumbaco código TUM.

Con la información recolectada de los años 2009 al 2011 se realizó una carta de control mensual que incluyó el promedio de temperatura y humedad para lo cual se tomó en cuenta las temperaturas máximas, mínimas y promedios mensuales, determinando los límites máximos y mínimos de control que consideraron una y dos desviaciones estándar, esta carta de control sirvió para determinar y controlar las condiciones que fueron simuladas en el biorreactor.

2.3.2 Diseño y construcción del biorreactor.

Tomando en cuenta las características y condiciones del Relleno sanitario El Inga se realizó el diseño del biorreactor, el cual permitió visualizar la experimentación, los cambios generados y resistir las condiciones ambientales de experimentación, por esto se buscó materiales que favorecieran lo antes mencionado y además la resistencia a la corrosión por exceso de humedad.

El tamaño del biorreactor dependió de la cantidad de muestras a degradar y se dividió en tres secciones que permitieron experimentaciones en diferentes sustratos, compost fresco, compost maduro, compost fresco más aireación, a las mismas condiciones de humedad y temperatura.

Se colocó en cada división serpentines de calentamiento, que permitieron mantener la temperatura promedio de experimentación, además, de dispersores de agua que mantuvieron la humedad promedio, estos dispositivos se encontraban conectados al controlador de humedad y temperatura que además de reportar valores de humedad y temperatura permitieron mantener las condiciones deseadas mediante la apertura de válvulas y accionar de serpentines de calentamiento.

En el biorreactor se colocó una tapa hermética que no permitió la interferencia de las condiciones ambientales externas, además estuvo provisto de tubería en la parte inferior para el drenaje de lixiviados generados. Cada división tuvo un lecho de grava que permitió el drenaje adecuado de lixiviados evitando empozamiento, sobre cada una de las capas de grava se colocó los serpentines de calentamiento protegiéndolos de humedad excesiva, posteriormente se empezó con la siembra de las muestras de las bolsas oxo-biodegradables.

En una de las celdas se colocó manguera que generó aireación durante la experimentación, procurando que la distribución de aire sea uniforme. La generación de aire se realizó con una bomba utilizada para airear peceras, la cual proporcionó flujos de aire continuos.

Al momento que estuvo construido totalmente el biorreactor se procedió a preparar las muestras para poder enterrarlas en el mismo, primero se realizó el corte de la franja que une las dos caras de la bolsa para que no exista alteración en el momento de realizar el pesaje seguido de esto se recortó las muestras con una dimensión 12 x 12 cm para de ésta obtener las muestras que se utilizaran en cada prueba, también para tener fácil manipulación y su disposición en el biorreactor, en total se enterraron 108 muestras para la experimentación.

2.3.3 Cuantificación del proceso de degradación.

Al final de cada mes las muestras que permanecieron en el biorreactor fueron desenterradas para posteriormente someterlas a evaluación de sus propiedades:

Propiedades físicas

Para la cuantificación del peso se utilizó una balanza analítica marca Mettler Toledo, modelo New Classic ML104 como se observa en la figura 23, para realizar la prueba se procedió a colocar la muestra en el plato de la balanza se esperó hasta que se estabilice los valores y se realizó tres mediciones con cuatro decimales a cada muestra: frescas, expuestas y enterradas.



Figura 23. Balanza Mettler Toledo

Imagen: Daniela Cadena

En la cuantificación del espesor se utilizó un micrómetro marca Machines Inc, modelo 549, previo al análisis se enceró el equipo, luego se levantó la barra móvil donde se introdujo la muestra y se cuantificó por diez ocasiones en lugares diferentes cada una de las muestras a analizar.

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) utilizando un equipo Maquina universal de ensayos, para poder realizar esta prueba las muestras fueron recortadas en probetas de 10 cm de largo y 1 cm de ancho como se observa en la figura 24.



Figura 24. Probetas para la prueba de tensión Imagen: Daniela Cadena

- Para la identificación del material y seguimiento de la degradación se utilizó espectroscopia de infrarrojo, esta prueba se la realizó en el equipo FT-IR, marca Perkin Elmer, modelo BX como se observa en la figura 25, este equipo trabajó bajo las siguientes características:
 - a) Uso de interior
 - b) Temperatura ambiente de 5 $^{\circ}$ C a 40 $^{\circ}$ C
 - c) Una humedad relativa ambiente máxima de 80% para temperaturas de hasta 31 $^{\circ}$ C, disminuyendo linealmente hasta 50% de humedad relativa a 40 $^{\circ}$ C
 - d) Conexión a la red con fluctuaciones que no excedan de $\pm 10\%$ del voltaje nominal.



Figura 25. Equipo FT-IR utilizado para la prueba de espectroscopia infrarrojo Imagen: Daniela Cadena

Tomando en cuenta la estructura del equipo FT-IR se recortó las muestras con dimensiones 4 x 4 cm como se observa en la figura 26, para poder introducirla en el mismo. Para empezar con el análisis se configuró al equipo para que la lectura de las muestras tenga su respectivo duplicado seguido de esto se realizó la lectura de un blanco y luego se procedió a introducir la muestra recortada en el equipo y se inició con la lectura de las muestras frescas, muestras expuestas al sol y muestras enterradas en el biorreactor, generando de cada una su espectro FT-IR.



Figura 26. Tamaño de muestras para prueba espectroscopia de infrarrojo Imagen: Daniela Cadena

Para obtener el espectro de las diferentes muestras, se ingresó al programa "FT-IR SpectrumV2.00" siguiendo estos pasos:

- Para la lectura del blanco no se coloca ninguna muestra en el equipo, se seleccionó INSTRUMENT→Scanbackground y se guarda.
- 2. Para la lectura de cada una de las muestras, se colocó dentro del equipo la muestra, se seleccionó INSTRUMENT→ScanSample, se obtuvo la curva de la muestra para que esta esté en transmitancia se seleccionó PROCESS→ Base line correction→Normalize→Smooth, con esta curva se activó el icono PEAKS el cual colocó los valores en los picos que aparecen en cada curva.

Propiedades térmicas

Se analizó 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 diferencial de barrido marca Perkin Elmer modelo DSC7, el cual realiza una prueba de calentamiento o enfriamiento a condiciones controladas en una atmósfera determinada, generando el siguiente perfil de experimentación:

- 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 una temperatura superior a la temperatura de pico.
- d) Repetir el enfriamiento a la velocidad antes indicada.

El análisis de los datos estadísticos se realizó utilizando el programa STATGRAPHICS acompañado del programa EXCEL, este software consta con una hoja de cálculo similar a la de Excel como se observa en la figura 27, estos programas ayudaron a realizar un análisis estadístico a los datos reportados a lo largo de la experimentación en cada una de las pruebas realizadas como el cálculo de medias, valores máximos y mínimos, desviación estándar, porcentaje del coeficiente de variación y comparación entre las muestras.

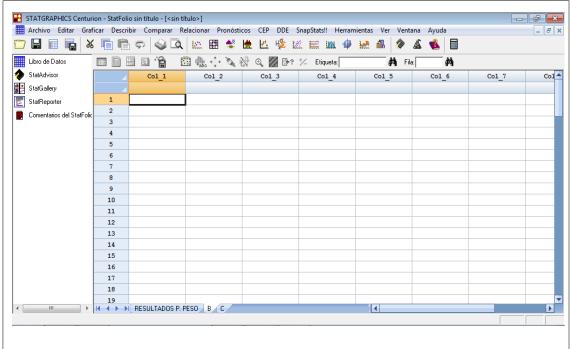


Figura 27. Página principal programa Statgraphics

Imagen: Daniela Cadena

CAPÍTULO 3

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Selección de cadenas de venta de productos en Quito

Quito es un cantón de la provincia de Pichincha, está limitado al norte por la provincia de Imbabura, sur por los cantones Rumiñahui y Mejía, este por el cantón Pedro Moncayo y provincia de Napo y oeste por los cantones Pedro Vicente Maldonado y Los Bancos, Quito se dividió en tres zonas centro, sur y norte (CNE, 2013).

Cada una de las zonas presentó una dinámica de comercio diferente, esta característica se debió al movimiento de capital en cada una de ellas, así se observó que en la zona norte predominan grandes centros comerciales, mientras que en el centro y sur existen en mayor cantidad centros del ahorro.

Tabla 2. Centros comerciales de Quito

Norte	Centro	Sur
Quicentro Shopping	Centros comerciales del ahorro	Quicentro Sur
Centro comercial Iñaquito (CCI)	Centro comercial San Gregorio	Centro comercial El Recreo
Mall el Jardín	Tía	Centros comerciales del ahorro
Ciudad comercial El Bosque	Mi comisariato	Centro comercial Atahualpa
Centro comercial El Caracol		Centro comercial de mayoristas y negocios andinos
Centro comercial El Espiral		Santa María
Centros comerciales del ahorro		Tía
Centro comercial Naciones Unidas (CCNU)		
Centro comercial Aeropuerto		
Centro comercial Multicentro		
Santa María		
Centro comercial El Condado		

Elaborador por: Daniela Cadena

Cada uno de los centros comerciales de las diferentes zonas contienen locales que expenden sus productos en bolsas plásticas, para realizar un monitoreo de las mismas se realizó una visita in situ a cada uno de los locales y se recolectó muestras de dichas bolsas. Como se puede observar en la tabla 3, en las diferentes zonas predomina el uso de bolsas no biodegradables y apenas el 20 % de locales expenden sus productos en bolsas oxo-biodegradables.

Tabla 3. Uso de bolsas en las diferentes zonas de Quito

Zona	Bolsas Oxo- biodegradables	Bolsas normales	TOTAL
Norte	137	713	850
Centro	4	76	80
Sur	80	88	168
TOTAL	221	877	1098

Elaborado por: Daniela Cadena

Las bolsas oxo-biodegradables que son utilizadas por los locales son distribuidas por algunas empresas de plásticos por ejemplo: Flexiplast, Paraíso, Reverte, Tinflex, etc.; según las bolsas recolectadas en los diferentes locales se seleccionó cuatro diferentes locales y por ende cuatro tipo de bolsas más usadas en Quito.

Tabla 4. Cantidad de locales escogidos en las diferentes zonas de Quito

		Centro	Sur	Norte	TOTAL
Muestra 1	Local A	0	2	6	8
Muestra 2	Local B	1	2	5	8
Muestra 3	Local C	0	3	13	16
Muestra 4	Local D	4	11	8	23
TOTAL		5	18	32	55

Elaborado por: Daniela Cadena

3.2 Muestreo de bolsas oxo-biodegradables

Los tipos cuatro tipos de bolsas oxo-biodegradables fueron sometidos a la exposición de rayos solares y condiciones ambientales como se observa en la figura 28, simulando el proceso de secado que sufren las mismas luego del expendio del producto y un corto almacenamiento en los diferentes hogares.

El periodo de secado cumplió las siguientes condiciones: temperatura máxima de 23,5°C, temperatura mínima de 12 °C como se observa en la figura 29, precipitación máxima de 28,1 mm, precipitación mínima de 0,3 mm y humedad relativa máxima de 89,9%, humedad mínima de 37,2% como se observa en la figura 30.



Figura 28. Exposición a rayos solares

Imagen: Daniela Cadena

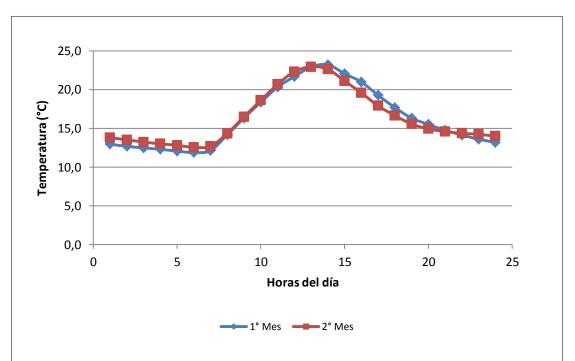


Figura 29. Variación de temperatura diaria promedio durante el periodo de exposición UV de bolsas oxo-biodegradables Elaborado por: Daniela Cadena

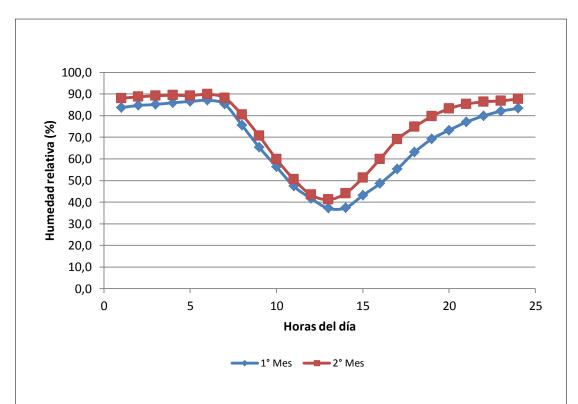


Figura 30. Variación de humedad diaria promedio durante el periodo de exposición UV de bolsas oxo-biodegradables Elaborado por: Daniela Cadena

3.3 Estudio de biodegradabilidad

3.3.1 Determinación de condiciones ambientales.

Tomando como referencia el anuario meteorológico de la Secretaria de Ambiente la temperatura máxima del Inga fue de 24,1 °C y temperatura mínima 11,9 °C, mientras que la humedad relativa máxima reportó de 90,5% y humedad relativa mínima de 36,7%, dichas temperaturas y humedades relativas sirvieron de referencia para la construcción de cartas de control que permitieron monitorear los parámetros durante los tres meses de experimentación como se muestra en la figura 31 y la figura 32.

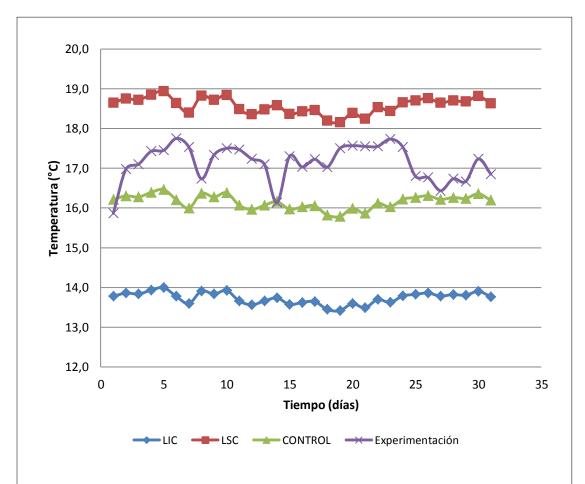


Figura 31. Carta de control de temperatura para simulación de condiciones ambientales en el biorreactor

LIC: Límite Inferior de Control, LSC: Límite Superior de Control

Elaborado por: Daniela Cadena

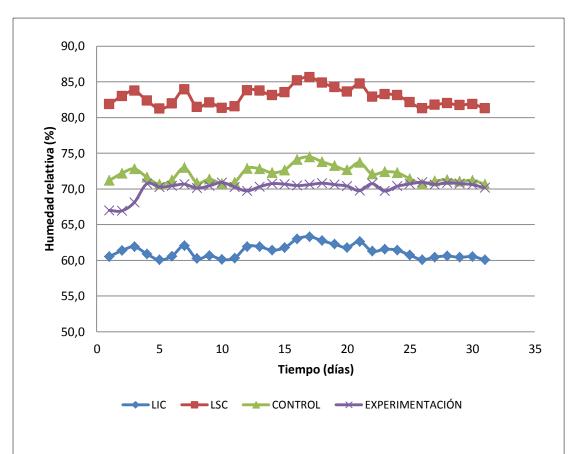


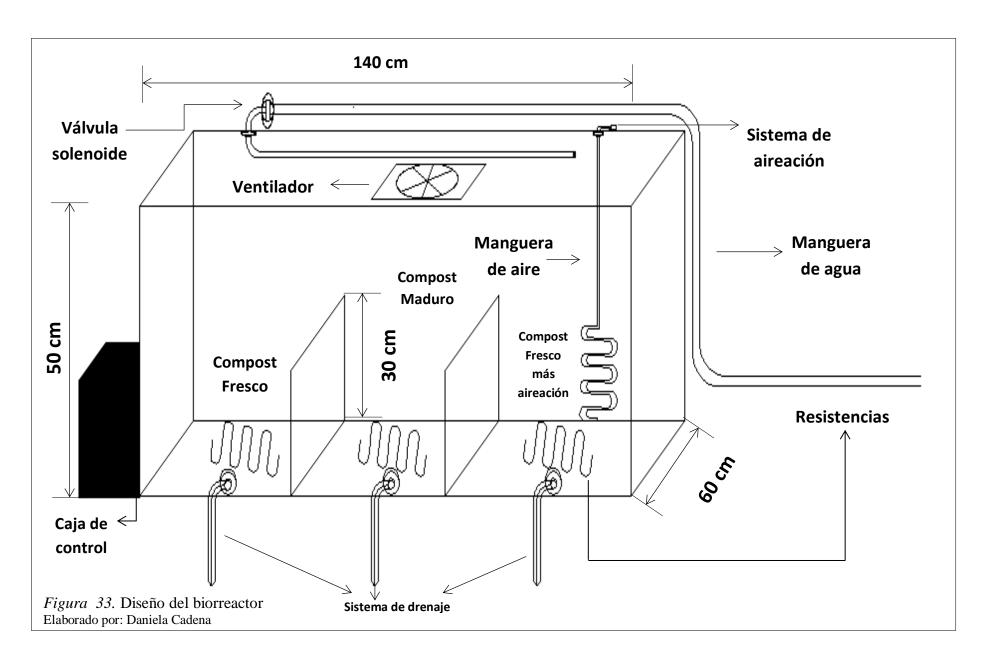
Figura 32. Carta de control de humedad relativa para simulación de condiciones ambientales en el biorreactor

LIC: Límite Inferior de Control, LSC: Límite Superior de Control

Elaborado por: Daniela Cadena

3.3.2 Diseño y construcción del biorreactor.

Según lo mostrado en la figura 21, el Relleno sanitario El Inga se caracteriza por estar construido de una capa de arcilla, grava, piedra bola, recubrimiento de polietileno, capa de basura y cubierta de arcilla, con estos parámetros iniciales se realizó el diseño del biorreactor en el programa Autocad, cuyas dimensiones fueron 140 cm de largo, 60 cm de ancho y 50 cm de alto, dividido en tres secciones como se observa en la figura 33; estas dimensiones dependieron de la cantidad y tamaño de cada muestra necesarias para los análisis respectivos, esto permitió una distribución adecuada evitando el roce o la superposición entre las mismas.



El control de la experimentación creó la necesidad de buscar un material que permita visualizar los diferentes cambios ocasionados durante el estudio, por tanto el vidrio se convirtió en uno de los aliados del diseño; este vidrio debió cumplir características de resistencia al choque térmico, humedad, corrosión y seguridad al usuario, por tanto la elección de vidrio templado para la construcción de los biorreactores como se muestra en la figura 34 y como sugiere (Lara, 2011, p. 58-60) en su publicación catálogo general de usos y aplicaciones.



Figura 34. Biorreactor construido con vidrio templado Imagen: Daniela Cadena

El control de temperatura durante la experimentación fue un parámetro propio del estudio, por tanto la necesidad de colocar en cada división del biorreactor resistencias doble M en forma de serpentín lo cual proporcionó calor uniformemente y mantuvo la temperatura promedio de experimentación. Las cubas de depósito de residuos generan gran cantidad de lixiviado, por lo que fue necesario buscar un material

resistente a la corrosión como las resistencias de acero inoxidable, esto impidió que se oxiden por el ambiente húmedo al que estuvo expuesto durante los tres meses de experimentación, asimismo se instaló una válvula solenoide conectada a una tubería que permitió el paso de agua simulando lluvia lo cual facilitó que la humedad promedio se mantenga, estos dispositivos se encontraban conectados a controladores de humedad y temperatura que permitieron mantener las condiciones deseadas durante la experimentación.



Figura 35. Tubería instalada para simular lluvia dentro del biorreactor Imagen: Daniela Cadena

Seguido de esto se colocó una tapa hermética la cual evitó que las condiciones del biorreactor se vean afectadas por las condiciones ambientales externas y ayudó a sostener al ventilador y al sistema de dispersión de agua, además se realizó la instalación de un sistema de drenaje para los lixiviados en la parte inferior delantera del biorreactor.

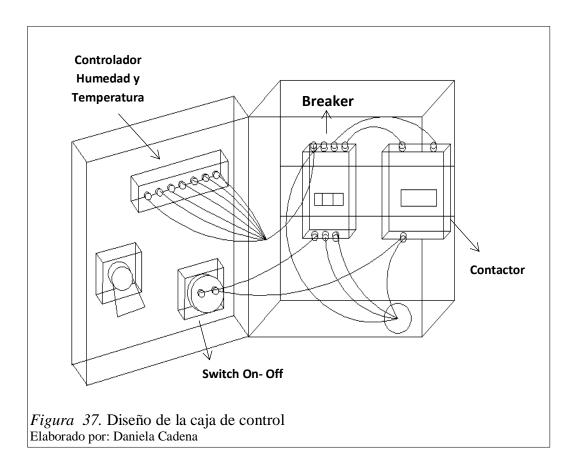


Figura 36. Sistema de drenaje

Imagen: Daniela Cadena

Finalizado el montaje del biorreactor se procedió a la automatización del mismo lo que consistió en instalar una caja de control que estuvo diseñada con materiales que se describen a continuación:

- 1 contactor de 3 polos
- 20 Terminales Y
- Cable sucre 3x12
- 1 breaker de 2 polos 20 A
- 1 Controlador de temperatura y humedad MT-530 Full Guage
- 1 enchufe polarizado 110 V
- 1 riel dien
- Switch On-Off



Luego del ensamblaje de la caja de control se realizó la conexión de todos los materiales antes mencionados.



Imagen: Daniela Cadena

Finalmente se realizó el ensamble total de cada uno de los equipos constituyentes del biorreactor, verificando el correcto funcionamiento de los controladores de temperatura y humedad cuando las condiciones se salían de las configuradas se activaban automáticamente las resistencias y la válvula solenoide permitiendo que los parámetros vuelvan al set point inicial.

Luego de verificar el correcto funcionamiento del biorreactor se procedió con el proceso de enterrado de las muestras, el cual se inició con el recorte de las muestras en cuadrados de 12 x 12 cm.



Figura 39. Muestra 12 x 12 cm Imagen: Daniela Cadena

Luego de esto se empezó colocando en cada división del biorreactor un lecho de grava para evitar el contacto directo de las resistencias con el vidrio como se observa en la figura 40, seguido de las resistencias se colocó una capa de grava gruesa y una capa del compost seleccionado, seguido de las muestras a degradar como se observa en la figura 41 y cubriendo posteriormente con otra capa de compost, este proceso se repitió dos veces más en cada una de las divisiones como se observa en la figura 42.

En la tercera división se colocó junto a la capa de tierra manguera perforada que permitió airear las muestras. El proceso de sembrado permitió desenterrar una capa cada mes durante los tres meses de experimentación y realizar los análisis pertinentes a las muestras.



Figura 40. Lecho de grava para las resistencias Imagen: Daniela Cadena



 $\it Figura~41$. Proceso de siembra de las muestras 12 x 12 cm Imagen: Daniela Cadena



Figura 42. Término del proceso de sembrado Imagen: Daniela Cadena

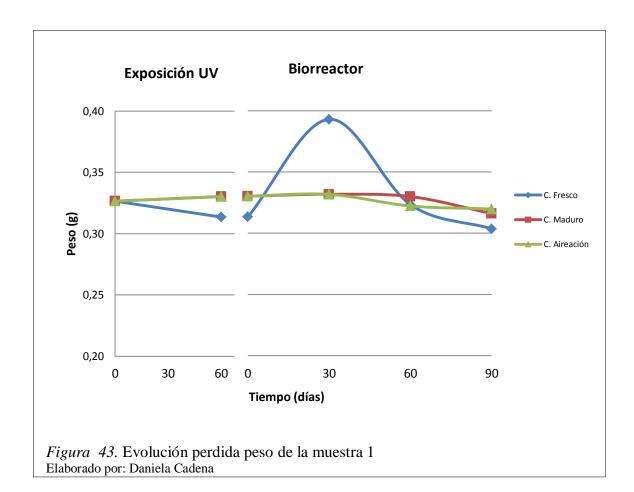
3.3.3 Cuantificación del proceso de degradación.

Luego de los dos meses de exposición al sol las muestras fueron enterradas en el biorreactor por tres meses, siguiendo el proceso de degradación de forma mensual.

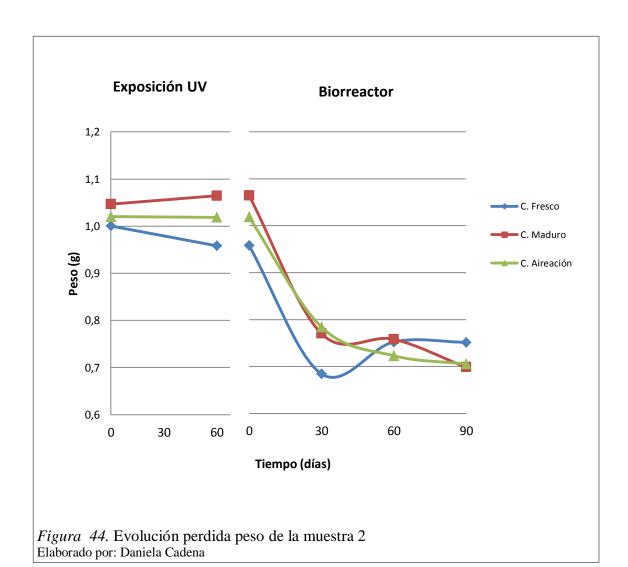
3.3.3.1 Peso.

Esta prueba permitió evaluar las variaciones de peso durante la degradación así:

• Muestra 1, presenta una disminución de peso para muestras sometidas a; aireación y compost maduro, mientras que las muestras sometidas a compost fresco reportaron incremento de peso esto puede deberse a la humedad absorbida por la muestra.



• Muestra 2, existió disminución de peso en los tres tratamientos, presentando una disminución pronunciada de peso en el primer mes dentro del biorreactor. La pérdida de peso se pudo deber a que en estas muestras no se acumularon partículas sólidas del compost y tampoco se absorbió agua durante la experimentación.



• Muestra 3, indica un comportamiento de disminución de peso similar en los tres tipos de compost durante el periodo de secado, en la curva del compost fresco y maduro se observa un incremento de peso diferente a la curva de compost fresco más aireación esto pudo ocurrir, ya que las partículas de los dos compost fueron más fáciles de adherir a las muestras que en el compost más aireación.

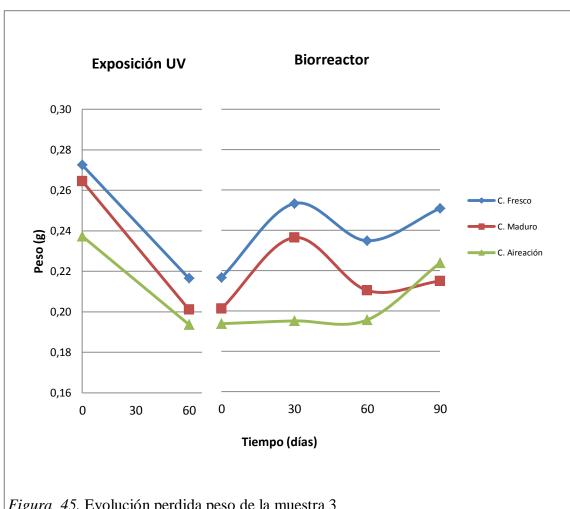
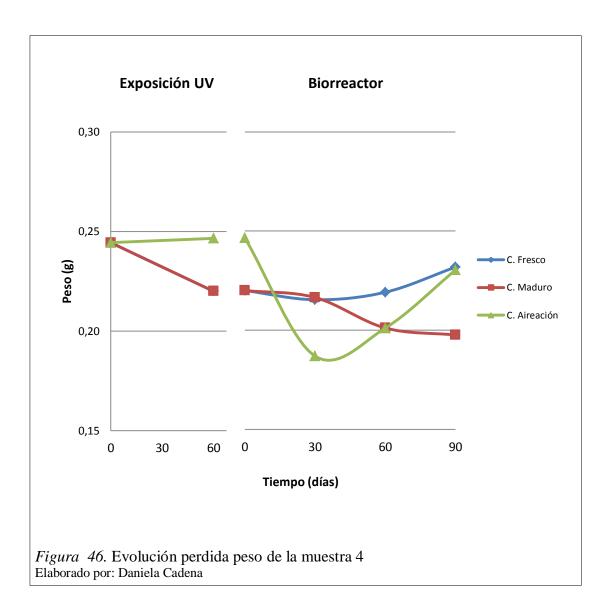


Figura 45. Evolución perdida peso de la muestra 3 Elaborado por: Daniela Cadena

• Muestra 4, presenta una disminución de peso similar hasta el primer mes del periodo dentro del biorreactor para las muestras enterradas en compost maduro y fresco, luego de esto en el compost fresco se observa un incremento en cambio en el compost maduro hubo un decremento, mientras que las muestras sometidas a aireación reportaron disminución en el primer mes y en los dos meses siguientes incrementó el peso, esto pudo suceder por la mayor susceptibilidad de las muestras a la adhesión de partículas sólidas en esos meses.



55

3.3.3.3 Espesor.

En esta prueba se observaron los siguientes cambios:

• Muestra 1, presenta en los tres tipos de compost un incremento de espesor para las muestras sometidas al periodo de secado esto se debe a la deposición de sólidos, mientras que en el periodo dentro del biorreactor las muestras presentan un incremento y disminución, las diez mediciones que se tomaron no fueron en el mismo lugar en todas las muestras por esto existe esta variación de espesor.

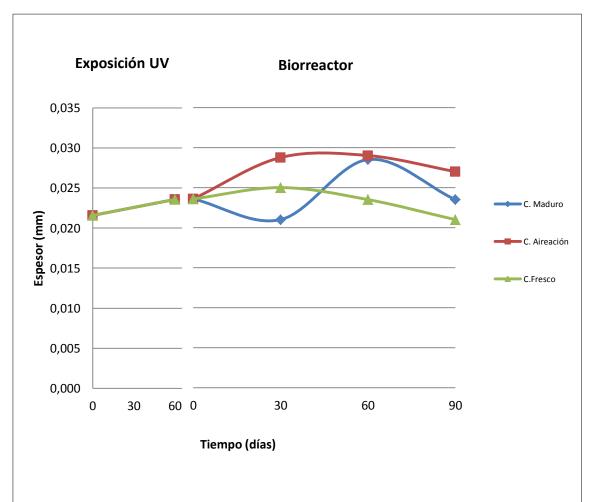
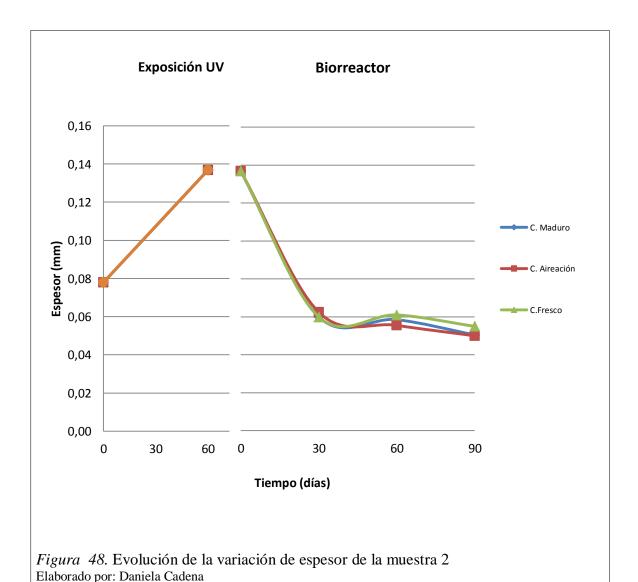


Figura 47. Evolución de la variación de espesor de la muestra 1 Elaborado por: Daniela Cadena

• La muestra 2 evidencia un incremento de espesor en el periodo de secado para las muestras enterradas en los tres tipos de compost esto se pudo deber a la presencia de partículas sólidas en la superficie de las muestras evitando el contacto con los rayos solares, mientras que en el periodo dentro del biorreactor se nota una disminución pronunciada en el primer mes y en los dos siguientes meses una disminución moderada para las muestras enterradas en los tres tipos de compost. Las variaciones de espesor en este tipo de muestra fueron más marcadas debido a que este tipo de muestra presentó valores de espesor promedio de 0,8 mm superior a las tradicionales.



• Muestra 3, en cada uno de los compost en el periodo de secado se evidencia una disminución del espesor pero este se mantiene dentro del espesor típico de una bolsa de plástico que está entre 0,012 a 0,015 mm (González, Massimi, Medina, & Sánchez, 2010, p. 10); el periodo dentro del biorreactor no presenta una tendencia específica para los tres tipos de compost.

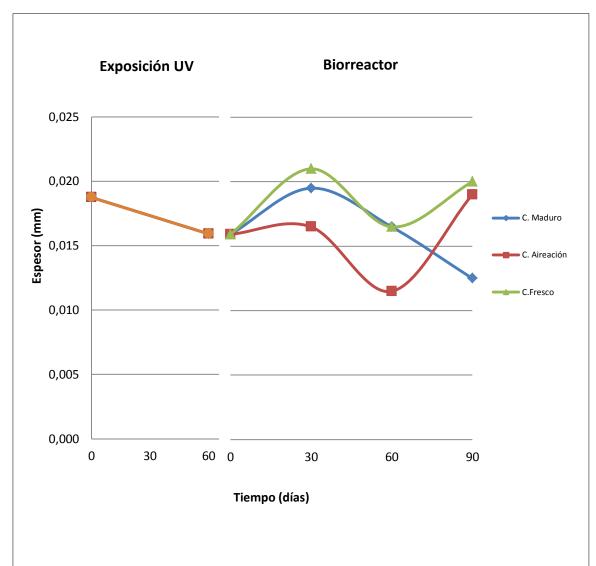


Figura 49. Evolución de la variación de espesor de la muestra 3 Elaborado por: Daniela Cadena

• La muestra 4, en los tres tipos de compost en el periodo de secado indica una disminución en el espesor comparado con la medición inicial, en el periodo dentro del biorreactor se observa una disminución paulatina del espesor en las muestras del compost maduro, en las muestras sometidas a aireación se evidencia un descenso en el primer mes y un aumento en los dos meses siguientes y en las muestras del compost fresco se observa un incremento en el primer mes, luego un descenso y por último un incremento del espesor; estas variaciones pudieron suceder porque las muestras de las bolsas no poseían un espesor uniforme y por lo tanto unas partes menos gruesas reportaron valores bajos mientras que las partes más gruesas valores altos.

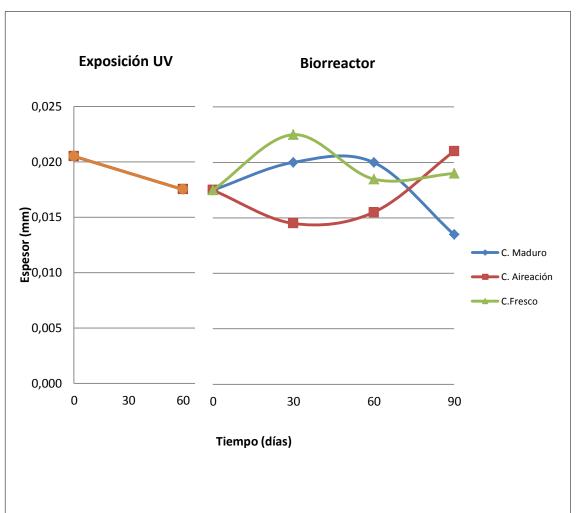


Figura 50. Evolución de la variación de espesor de la muestra 4 Elaborado por: Daniela Cadena

3.3.3.4 Calorimetría diferencial de barrido.

El análisis de DSC se lo realizó comparando las 5 mediciones que se hicieron a lo largo de la experimentación, dando como resultado termogramas de cada muestra donde se identificó la temperatura inicial y final como se observa en la tabla 5, cuya desviación estándar durante toda la experimentación fue máxima de 3,65 y mínima de 2,87 con un coeficiente de variación máximo de 2,69 y mínimo de 0,56 lo que da a entender que los valores que se obtuvieron tienen una distribución homogénea, las variaciones que se visualiza en la temperatura de cada una de las muestras es bajo y por esto no se puede concluir si esas variaciones se deben a un inicio de degradación en las muestras o se debe a que las lecturas están dentro del rango de error aceptable del equipo DSC7 Perkin Elmer en el cual se realizó las pruebas.

Tabla 5. Evolución de la temperatura en la experimentación

		Muestra 1		Muestra 2		Muestra 3		Muestra 4	
Compost		Т	T	T	T	T	T	T	T
		inicial	final	inicial	final	inicial	final	inicial	final
		°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C	°C
Fresco	Prom	126,31	144,17	124,21	143,55	125,14	144,25	126,29	144,82
	Desv.	3,18	2,94	1,61	1,62	3,36	1,02	1,06	2,77
	% coef.	2,52	2,04	1,29	1,13	2,69	0,71	0,84	1,91
Maduro	Prom	127,42	145,09	124,77	145,05	126,05	144,17	125,90	143,39
	Desv.	3,65	2,60	1,92	0,82	2,57	1,39	1,64	2,04
	% coef.	2,87	1,79	1,54	0,56	2,04	0,97	1,30	1,42
Aireación	Prom.	128,25	146,06	124,20	143,83	127,22	145,37	125,85	144,11
	Desv.	1,79	3,30	1,63	1,63	2,15	1,19	1,83	2,39
	% coef.	1,40	2,26	1,32	1,14	1,69	0,82	1,45	1,66

Elaborado por: Daniela Cadena

3.3.3.5 Espectroscopia de infrarrojo.

(Quiróz et al. 2009, p. 186) indican que en las bolsas sin el aditivo, las reacciones de degradación son más lentas pero de cualquier modo se darán si existe el tiempo suficiente.

El análisis FT-IR se lo realizó comparando las 5 mediciones que se hicieron a lo largo de la experimentación, dando como resultado curvas de cada muestra (Ver anexo 4).

Los espectros fueron analizados por zonas espectrales identificando los picos que pertenecen a los grupos funcionales más representativos del polietileno y los grupos carbonilos los cuales ayudan a determinar el inicio del proceso de degradación.

• Muestra 1: esta muestra a lo largo de la experimentación no pierde su naturaleza de polietileno ya que se pudieron distinguir las bandas de absorción de C-H de alcano que tiene un rango de 2800 a 3000 cm⁻¹, y la banda C-C alcano estiramiento que está situada entre el rango de 1450 a 1610 cm⁻¹ y se observan tres picos que pertenecen a la banda C-H típica del polietileno que tiene un rango de 600 a 900 cm⁻¹ como se observa en la tabla 6.

Esta muestra no presentó indicio de proceso de degradación porque en el análisis de sus grupos funcionales no se encontró grupos carbonilos.

Tabla 6. Grupos funcionales de la muestra 1 a lo largo de la experimentación

	С-Н	С-С	-CH2	С-Н	S=O	-CH2
Grupo	Alcanos	Alcanos	Metileno	Polietileno	Sulfóxidos	4
Funcional	(2800-	(estiramiento)	(1465)	(900-600)	(1070-1010)	metilenos
	3000)	(1450-1610)			(1035-1070)	(720)
		Mue	stras fresca	S		
Muestra 1	X	X		X		
		Mues	tras expuest	as		
Muestra 1	X	X		X		
			1° Mes			
			C. Fresco			
Muestra 1	X	X		X	X	
		C	. Maduro			
Muestra 1	Х	X		X	Х	
		C. Freso	co más airea	ción		
Muestra 1	X	X		X	X	
			2° Mes			
		(C. Fresco			
Muestra 1	X	X		X	X	
		C	. Maduro			
Muestra 1	X	X		X	X	
		C. Freso	co más airea	ción		
Muestra 1	X	X		X		
			3° Mes			
			C. Fresco			
Muestra 1	X	X	X	X		X
		C	. Maduro			
Muestra 1	X	X			X	X
		C. Freso	co más airea	ción		
Muestra 1	X	X		X	X	

• Muestra 2: durante la experimentación en esta muestra se identificó las bandas de absorción de C-H de alcano que tiene un rango de 2800 a 3000 cm⁻¹, y la desaparición de la banda C-C alcano estiramiento que está situada entre el rango de 1450 a 1610 cm⁻¹ por la disminución de su rango dando lugar a la banda -CH2 (metileno) con un valor de 1465 cm⁻¹ y se observan tres picos que pertenecen a la banda C-H típica del polietileno que tiene un rango de 600 a 900 cm⁻¹ como se observa en la tabla 7.

Esta muestra presenta un inicio de proceso de degradación en el primer mes de estar enterrado en el biorreactor ya que se pudo distinguir la banda de haluro de acilo situada en el rango 1785-1815 cm⁻¹ la cual pertenece al grupo carbonilo (grupo cromóforo) (Pine et al. 1982, p. 175).

Tabla 7. Grupos funcionales de la muestra 2 a lo largo de la experimentación

Grupo Funcional	O-H Alcohol (Fenol libre) (3650-300)	O-H Acido carboxílico (3400-2400)	C-H Alcanos (2800- 3000)	~COCl Haluro de acilo Cloruro de acilo (1815-1785)	C-C Alcanos (estiramiento) (1450-1610)	C-F Haluro - Halogenuro (1400-1000)	CH2 Metileno (1465)	Polieti- leno (1368)	Sulfonas (1100-1150) (1300-1000)	C-H Polieti- leno (900- 600)	S=O Sulfóxidos (1070-1010) (1035-1070)
					Muestras f	rescas					
Muestra 2	X	X	X		x	X	X		X	X	X
	<u>I</u>	1	1	<u> </u>	Muestras ex	puestas	<u> </u>	<u> </u>		<u> </u>	<u> </u>
Muestra 2	X	X	X		X			X	X	X	
	l		l .		1° Me	S	I	I.			
					C. Fres	со					
Muestra 2			X	X	X					X	X
					C. Madı	uro		l .			
Muestra 2			X	X	X					X	X
	I	1		1	C. Fresco más	aireación	I	ı		1	1
Muestra 2			X	X			X			X	Х
	I	I .			2° Me	S	I	L			
					C. Fres	со					
Muestra 2	X	X	X	X			X			X	X

Tabla 7. Grupos funcionales de la muestra 2 a lo largo de la experimentación (continuación...)

O-H Alcohol (Fenol libre) (3650-300)	O-H Acido carboxílico (3400-2400)	C-H Alcanos (2800- 3000)	-COCl Haluro de acilo Cloruro de acilo (1815-1785)	C-C Alcanos (estirami- ento) (1450- 1610)	C-F Haluro - Halogen uro (1400- 1000)	CH2 Metileno (1465)	Polieti- leno (1368)	Sulfonas (1100- 1150) (1300- 1000)	C-H Polieti- leno (900- 600)	S=O Sulfóxi- dos (1070- 1010) (1035- 1070)	-CH2 (4 metilenos) 720
				C. M	Iaduro						
X	X	X	X			X			X	X	
				C. Fresco r	nás aireació	n					
		X	X			X			X	X	
				3°	Mes						
				C. I	Fresco						
X	X	X	X			X			X	X	
•	•	•	•	C. M	Iaduro				•		
		X	X	X						X	Х
				C. Fresco r	nás aireació	n	•		•		
X	X	X	X			X			X	X	
	Alcohol (Fenol libre) (3650-300)	Alcohol (Fenol libre) (3650-300)	Alcohol (Fenol libre) (3650-300)	Alcohol (Fenol libre) (3650-300)	Alcohol (Fenol libre) (3650-300)	Alcohol (Fenol libre) (3650-300)	Alcohol (Fenol libre) (3650-300) Acido carboxílico (3400-2400) Alcanos (2800-3000) Haluro de acilo (1450-1610) Alcanos (estiramiento) (14400-1000) Haluro de acilo (14400-1610) Metileno (1465) X<	Alcohol (Fenol libre) (3400-2400)	Alcohol (Fenol libre) (3400-2400)	Alcohol (Fenol libre) (3600-3400) Alcanos (2800-3000) Alcano	Alcanos (Penol libre) (3400-2400) Alcanos (2800-3000) Alcano

• Muestra 3: esta muestra a lo largo de la experimentación, no pierde las bandas de absorción típicas del polietileno las cuales son: C-H de alcano que tiene un rango de 2800 a 3000 cm⁻¹, y la banda C-C alcano estiramiento que está situada entre el rango de 1450 a 1610 cm⁻¹ y se observan tres picos que pertenecen a la banda C-H típica del polietileno que tiene un rango de 600 a 900 cm⁻¹, esta muestra no presentó indicio de proceso de degradación porque en el análisis de sus grupos funcionales no se encontró grupos carbonilos.

Tabla 8. Grupos funcionales de la muestra 3 a lo largo de la experimentación

Grupo Funcional	C-H Alcanos (2800- 3000)	C-C Alcanos (estiramiento) (1450-1610)	Sulfonas (1100- 1150) (1300- 1000)	C-H Polietileno (900-600)	S=O Sulfoxidos (1070- 1010) (1035- 1070)	- CH2 (4 metilenos) 720
		Mu	estras frescas			
Muestra 3	X	X		X		
		Mue	stras expuesta	ıs		
Muestra 3	X	X		X		
			1° Mes			
			C. Fresco			
Muestra 3	X	X		X	X	
			C. Maduro			
Muestra 3	X	X		X	X	
		C. Fre	sco más aireac	ción		
Muestra 3	X	X		X		
			2° Mes			
			C. Fresco			
Muestra 3	X	X	X	X		
			C. Maduro			
Muestra 3	X	X		X	X	
		C. Fre	sco más aireac	ción		
Muestra 3	X	X		X	X	X

Tabla 8. *Grupos funcionales de la muestra 3 a lo largo de la experimentación (continuación...)*

Grupo Funcional	C-H Alcanos (2800-3000)	C-C Alcanos (estiramiento) (1450-1610)	Sulfonas (1100- 1150) (1300- 1000)	C-H Polietileno (900-600)	S=O Sulfoxidos (1070-1010) (1035-1070)	- CH2 (4 metilenos) 720
			3° Mes			
			C. Fresco			
Muestra 3	X	X		X		
			C. Maduro			
Muestra 3	Х	X			X	Х
		C. Fres	co más aireac	ión		
Muestra 3	X	X			X	X

• Muestra 4: en esta muestra durante la experimentación se identificó las bandas de absorción características del polietilenos, la banda de C-H de alcano que tiene un rango de 2800 a 3000 cm⁻¹, y la banda C-C alcano estiramiento que está situada entre el rango de 1450 a 1610 cm⁻¹ y se observan tres picos que pertenecen a la banda C-H típica del polietileno que tiene un rango de 600 a 900 cm⁻¹ como se observa en la tabla 9.

Esta muestra presenta un inicio de proceso de degradación en el segundo mes de estar enterrado en el biorreactor ya que se pudo distinguir la banda de haluro de acilo situada en el rango 1785-1815 cm⁻¹ y las cetonas en un rango de 1705 – 1725 cm⁻¹ las cuales pertenecen al grupo carbonilo.

Tabla 9. Grupos funcionales de la muestra 4 a lo largo de la experimentación

Grupo Funcional	C-H Alcanos (2800- 3000)	~COCl Haluro de acilo Cloruro de acilo (1815- 1785)	Ácido carboxílico (1725-1700)	C=O Cetona (1705-1725)	C-C Alcanos (estiramie- nto) (1450- 1610)	Alqueno (1600-1800)	C-F Haluro – Halogenu- ro (1400- 1000)	Sulfonas (1100- 1150) (1300- 1000)	C-H Polieti- leno (900- 600)	S=O Sulfóxi- dos (1070- 1010) (1035- 1070)	~ CH2 (4 metilenos) 720
					Muestras frese	cas					
Muestra 4	X				X		X		X	X	Х
				ľ	Muestras expue	estas					
Muestra 4	X	x			x				X		
					1° Mes						
					C. Fresco						
Muestra 4	X				X				X	X	
		•			C. Maduro		•		•		
Muestra 4	X				X				X	X	
				C.	Fresco más air	eación			•		
Muestra 4	X				X				X		
		•			2° Mes	•	•		•		
					C. Fresco						
Muestra 4	X				X			X	X		

Tabla 9. Grupos funcionales de la muestra 4 a lo largo de la experimentación (continuación...)

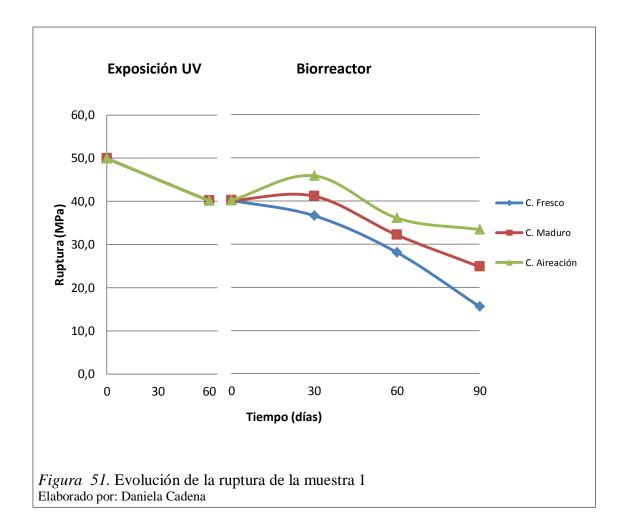
Grupo Funcional	C-H Alcanos (2800-3000)	-COCl Haluro de acilo Cloruro de acilo (1815- 1785)	Acido carboxílico (1725-1700)	C=O Cetona (1705- 1725)	C-C Alcanos estiramiento (1450-1610)	Alqueno (1600- 1800)	C-F Haluro - Halogenur o (1400- 1000)	Sulfonas (1100- 1150) (1300- 1000)	C-H Polietileno (900-600)	S=O Sulfóx- idos (1070- 1010) (1035- 1070)	~ CH2 4 metileno s 720
					C. Madu	ro					
Muestra 4	X		X	X	X				X	X	X
					C. Fresco más a	aireación					
Muestra 4	X				X	X		X	X	X	X
					3° Mes			-			•
					C. Freso	co					
Muestra 4	X				X			X	X	X	Х
					C. Madu	ro	1				1
Muestra 4	X		X	X	X					X	х
					C. Fresco más a	aireación					'
Muestra 4	X				X				X		
F1 1 1											

3.3.3.6 Tensión.

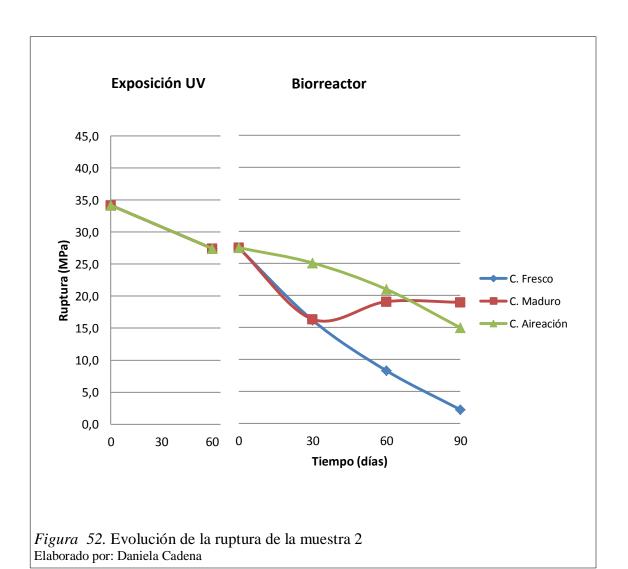
Luego de la exposición a radiación UV las bolsas con aditivos muestran cambios en la resistencia a la tracción mientras que las normales no describen variaciones (Quiróz et al. 2009, p. 185).

Mediante esta prueba se pudieron observar los siguientes cambios:

La muestra 1 evidencia en los tres tipos de compost una disminución en la resistencia a la ruptura, con una medición inicial de 49,95 MPa y una final en el compost fresco de 15,55 MPa, compost maduro 24,77 MPa y en el compost fresco más aireación 33,37 MPa, estas variaciones de la resistencia a la ruptura se pudo deber por la incidencia de rayos solares y el calor suministrado dentro del biorreactor debilitando los enlaces simples del polietileno haciendo a la muestra más frágil.

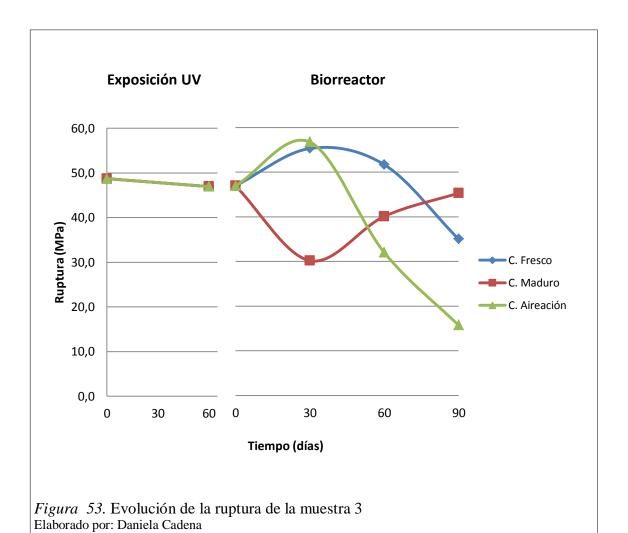


La muestra 2 evidencia una disminución de la resistencia a la ruptura en los tres tipos de compost, las muestras iniciaron con una resistencia de 34,19 MPa y terminaron con un valor en el compost fresco 2,14 MPa, compost maduro 18,91 MPa y en el compost fresco más aireación 14,95 MPa, se puede decir que los enlaces simples que posee el polietileno se fueron rompiendo debido al periodo de exposición a rayos solares que tuvieron las muestras ya que la energía que une estos enlaces es menor que la energía que posee los rayos solares (Aguilar, 2001, p. 236).



71

Muestra 3, se observa en los tres tipos de compost una disminución en la resistencia a la ruptura, estas muestras iniciaron con un valor de 48,71 MPa y al final de la experimentación se observó en el compost fresco un valor de 35,02 MPa, compost maduro de 45,31 MPa y en el compost fresco más aireación de 15,72 MPa. Estas variaciones de resistencia se pudo deber a que la muestra tuvo una mayor resistencia al inicio de la experimentación pero con el paso del tiempo y la participación de los demás factores las muestras fueron cediendo por esto hubo una disminución en su resistencia por la rotura de cadenas del polietileno, ya que según (Frías et al. 2003, p. 80) (...) la luz solar afecta a las sustancias poliméricas (...), lo que ocasiona que éstos pierdan sus propiedades físicas y mecánicas de una manera irreversible, lo que se manifiesta en: decoloración (...), fragilidad, perdida de propiedades de resistencia (...).



La muestra 4, presenta una disminución de la resistencia a la ruptura en los tres tipos de compost; estas muestras al inicio de la experimentación tuvieron un valor de 36,21 MPa, al término de la experimentación se evidenció en el compost fresco un valor de 8,13 MPa, compost maduro de 23,96 MPa y en el compost fresco más aireación de 28,73 MPa, estas variaciones indican que ha disminuido su resistencia a la ruptura más del requisito que necesita una bolsa plástica que es ≥ 30 MPa (Barbiere, 2010, p. 8).

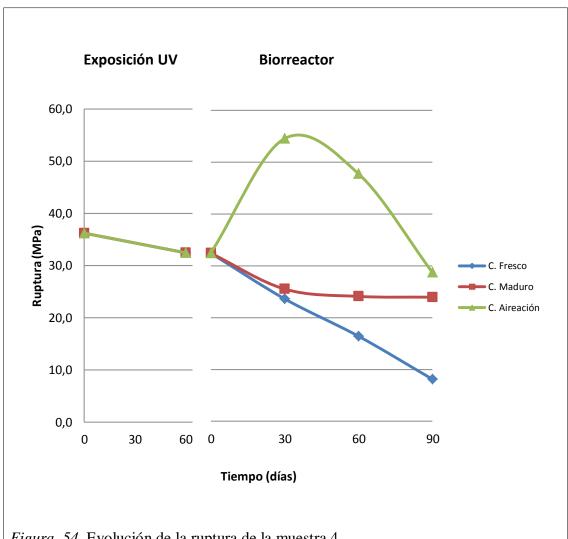


Figura 54. Evolución de la ruptura de la muestra 4 Elaborado por: Daniela Cadena

CONCLUSIONES

Según la investigación de centros comerciales de Quito para la selección de las bolsas a estudiar se concluyó que un 20% utiliza bolsas oxo-biodegradables mientras que un 80% utiliza bolsas normales para el expendio de sus productos.

Al término del periodo de exposición a los rayos solares los cuatro tipos bolsas a estudiar manifestaron un deterioro significativo y una disminución en la intensidad de los colores que estaban impresos en ellas.

Se observó variaciones de porcentaje de pérdida de peso para la muestra 1 de 0,5% a 7%, muestra 2 de 25% a 33%, muestra 3 de 6% a 19%, muestra 4 de 5% a 19%; concluyendo que la muestra 2 fue la que perdió más peso a lo largo de la experimentación esto puede deberse a que este tipo de muestra no fue tan susceptible a la adhesión de partículas y esto ayudo a que la pérdida de peso sea más notoria y no exista interferencia en la lectura de los valores.

Las variaciones de porcentaje de pérdida de espesor fueron para la muestra 1 en el compost fresco de 2,7%, en el compost maduro y compost fresco más aireación no hubo disminución del espesor; muestra 2 de 29,5% a 35,9%, muestra 3 en el compost fresco y compost fresco más aireación no presentaron disminución de espesor y en el compost maduro 33,3%; muestra 4 de 7,3% a 34,1% exceptuando las muestras del compost fresco más aireación ya que no presentó disminución de espesor, concluyendo que la muestra 2 fue la que perdió más espesor a lo largo de la experimentación posiblemente debido a que esta muestra poseía en su estructura mayor cantidad de aditivo pro-degradante lo que permitió que la perdida de espesor sea más evidente.

El análisis de DSC para las muestras en estudio no permitió determinar si estas tuvieron un proceso de degradación ya que la variación de las temperaturas reportadas no fueron considerables ya que están dentro de un % del coeficiente de variación de 0,5 a 1 y esta variación está dentro del rango de error aceptable del equipo utilizado.

La muestra 2 inició una degradación debido a la aparición del grupo carbonilo haluro de acilo desde el primer mes de experimentación dentro del biorreactor a pesar de esto la muestra no perdió del todo su naturaleza de polietileno ya que las bandas típicas de este no desaparecieron por completo, en cuanto a la muestra 4 presentó un proceso de degradación en el segundo mes de la experimentación dentro del biorreactor como resultado de la aparición de la banda de absorción del haluro de acilo que se encuentra entre el rango de 1785 – 1815 cm⁻¹ y la banda de absorción de las cetonas en un rango de 1705 – 1725 cm⁻¹; este grupo carbonilo funciona como grupo cromóforo el cual ayuda a las reacciones provocadas por los rayos solares para su posterior biodegradación, esto se pudo deber que las muestras presentaron grupos carbonilos poseían en su estructura una mayor cantidad de aditivo para que la bolsa sea más susceptible a la perdida de sus propiedades por la incidencia de los rayos solares.

Los porcentajes de pérdida de resistencia a la ruptura fueron para la muestra 1 de 33% a 69%, muestra 2 de 45% a 94%, muestra 3 de 7% a 68%, muestra 4 de 21% a 78% por los valores reportados todas las muestras después de la experimentación perdieron su resistencia a la ruptura, es decir, se volvieron más frágiles, la muestra 2 fue la que evidenció mayor fragilidad al momento de la realización de la prueba a lo largo de la experimentación, esto pudo deberse a que esta muestra poseía mayor cantidad de aditivo pro-degradante en su estructura permitiendo que dicha muestra sea más susceptible a la perdida de las propiedades mecánicas a causa del tiempo y condiciones a las que fue sometida.

Al realizar la experimentación para comprobar si las muestras seleccionadas efectuaban o no biodegradación, se concluyó que las muestras pierden en mayor porcentaje las propiedades físicas (peso, espesor) y las propiedades mecánicas (tensión) en el proceso de exposición al sol y de manera paulatina en el periodo que se encontraron dentro del biorreactor; en cuanto a la pérdida de la estructura química propia de la bolsa plástica (polietileno) que fue determinada mediante FT-IR se mantuvo a lo largo de la experimentación, pero se evidenció el inicio de degradación en dos de las muestras estudiadas, lo cual dio a entender que el tiempo que se realizó el estudio no fue suficiente para que las muestras efectuaran en su totalidad la degradación, por esto se necesitaría un periodo más largo de exposición al sol para

que en este se deterioren en mayor porcentaje para luego disponerlas en el relleno y se complete el proceso de biodegradación al estar en contacto con microorganismos propios del Relleno sanitario.

RECOMENDACIONES

Frente a las conclusiones emitidas se recomienda primero concientizar en las empresas fabricantes y distribuidoras la importancia de la disminución de la producción y consumo de este producto y la inserción de productos que se puedan reutilizar, del mismo modo en los consumidores concientizar la importancia del uso de bolsas oxo-biodegradables, responsablemente, con el propósito de disminuir los porcentajes de consumo de bolsas plásticas normales y por ende disminuir y evitar los daños ambientales que estas producen. También se debe continuar con la campaña "No te confundas, ésta es la funda" esta ayudará a la disminución antes mencionada y el incremento en el uso de bolsas de tela la cual está a cargo del Ministerio del Ambiente y se lo implementará en Galápagos; esta campaña se debería replicar en todo el país y se podría incluir la estrategia de dar incentivos a las empresas productoras y distribuidoras por su aporte con la disminución del consumo de bolsas plásticas normales y oxo-biodegradables.

Al tener un consumo moderado de bolsas plásticas podría ser recomendable que con la ayuda económica y laboral de entidades públicas como el Ministerio del Ambiente, Secretaria de Ambiente y empresas privadas, se implemente en el Relleno sanitario una etapa en la cual se deje a la intemperie a las bolsas plásticas ayudando a acelerar el proceso de biodegradación para su posterior disposición dentro de los cubetos del relleno.

LISTA DE REFERENCIAS

- Acuña, F. (2006). Química orgánica. San José Costa Rica: EUNED.
- Aguado, I., Cocero, D., Lana, N., & Martínez, J. (2004). *Nuevas tecnologías para la estimación del riesgo de incendios forestales*. Madrid: CSIC.
- Aguilar, M. (2001). Bioelectromagnetismo: campos eléctricos y magnéticos y seres vivos. Madrid: RAYCAR.
- Alcolea, M., & González, C. (2000). Manual de compostaje doméstico. Barcelona, España:

 http://mie.esab.upc.es/ms/formacio/Produccio%20Agricola%20Ecologica/bib
 - lio/Manual%20compostaje%20en%20casa.pdf.
- ASTM. (2008). D 882 Método de prueba estándar para propiedades de tracción de lamina de plástico delgado. *ASTM International*.
- ASTM. (2008). D 883 9900 Terminología estándar relativo a plásticos. *ASTM International*.
- Atkins, P., & Jones, L. (2006). *Principios de química: los caminos del descubrimiento*. Recuperado el 29 de julio de 2013, de Google Books: http://books.google.com.ec/books?id=0JuUu1yWTisC&printsec=frontcover#v=onepage&q&f=false
- Barbiere, M. (2010). Bolsas plásticas, tipo camiseta para supermercadismo: Requisitos y métodos de ensayo. *IRAM*, 8.
- Brown, B., & Cowan, M. (1991). *Quimica para la ciencia e ingeniería*. México: Editorial Continental.
- Cámara de diputados de Chile. (14 de mayo de 2009). *Cámara de diputados de Chile Fiscalizamos, Legislamos y Representamos*. Recuperado el 23 de noviembre de 2013, de Proyectos de ley Ingreso de proyecto: http://www.camara.cl/pley/pley_detalle.aspx?prmID=6915&prmBL=6520-12
- Cárdenas, F. A., & Gélvez, C. A. (1999). *Química y Ambiente* 2. Santafé de Bogota: McGraw-Hill Interamericana S.A.
- Castellanos, N., & Villamizar, J. (febrero de 2013). Programa de Química Pura. *Guía del componente práctico del curso Espectroscopia*. Bucaramanga, Santander, Colombia: UNAD.

- Castilla, N. (2007). *Invernadero de plástico: tecnología y manejo*. Recuperado el 22 de julio de 2013, de Google Books: http://books.google.com.ec/books?id=2kQZw3fNEPMC&printsec=frontcove r&dq=plastico&hl=es-419&sa=X&ei=jwb3UdoBjub2BOamgOgH&ved=0CD4Q6AEwAQ#v=onep age&q=plastico&f=false
- CNE. (06 de agosto de 2013). *Consejo Nacional Electoral*. Recuperado el 10 de enero de 2014, de Boletines de prensa: http://www.cne.gob.ec/images/QUITO.pdf
- Cornish, M. L. (01 de enero de 1997). *El ABC de los plásticos*. Recuperado el 22 de julio de 2013, de Google Books: http://books.google.com.ec/books?id=QW8UyW9YO9QC&printsec=frontcover&dq=plastico&hl=es-419&sa=X&ei=jwb3UdoBjub2BOamgOgH&ved=0CE8Q6AEwBA#v=onepage&q=plastico&f=false
- Costa, J. (2005). *Diccionario de Química Física*. Recuperado el 24 de julio de 2013, de Google Books: http://books.google.com.ec/books?id=9_7xnVy4GzsC&pg=PA440&dq=plast ico+biodegradable&hl=es-419&sa=X&ei=kjH3UZWVB5Go4AP5wYDYCg&ved=0CD0Q6AEwAQ#v=onepage&q=plastico%20biodegradable&f=false
- Diario El Hoy. (27 de octubre de 2009). Relleno de El Inga: 90 días para remediación. *El Hoy*, págs. (http://www.explored.com.ec/noticias-ecuador/relleno-de-el-inga-90-dias-para-remediacion-374998.html).
- Diario El Universo. (10 de mayo de 2009). Bolsas de tela, opción ante uso desmedido de fundas plásticas. *El Universo*, pág. http://www.eluniverso.com/2009/05/10/1/1430/237CEE7F669949589A13C6787AEA76B2.html.
- Diario La Hora. (06 de julio de 2012). Empieza clausura técnica de El Inga. *La Hora*, págs. (http://www.lahora.com.ec/index.php/noticias/show/1101357118/-1/Empieza_clausura__t%C3%A9cnica_de_El_Inga.html#.UsUSadLuJX0).
- Duarte, C. (2010). Oceano: El secreto del planeta Tierra. Madrid: CSIC.
- Elias, X., & Jurado, L. (2012). Los plásticos residuales y sus posibilidades de valoración. Madrid: Diaz de Santos.

- EMGIRS EP. (29 de abril de 2014). *Empresa Pública Metropolitana de Gestión Integral de Residuos Sólidos*. Recuperado el 29 de abril de 2014, de Aprovechamiento de residuos: http://emgirs.gob.ec/index.php/proyectos/aprovechamiento-de-residuos
- Fiorentino, E. (2009). Defendamos las bolsas plásticas. Suplemento de las Revistas Industrias Plásticas y Packaging, 20-83.
- Freire, H. (1970). Quimica del Carbono. Quito: Luz de América.
- Frías, A., Ize, I., & Gavilán, A. (2003). La situación de los envases de plástico en México. *Redalyc*, 75-80.
- García, J., Navarro, M., Gómez, T., & Águeda, E. (2004). *Elementos amovibles y fijos no estructurales*. Madrid: Paraninfo.
- Garzon, A. (2000). Proyecto para la instalación de una planta tipo, para la elaboración de bolsas plásticas de alta densidad tipo chequera. Recuperado el 29 de julio de 2013, de Repositorio de la Escuela Superior Politécnica del Litoral:
 - http://www.dspace.espol.edu.ec/bitstream/123456789/3854/1/6381.pdf
- Gershuny, G. (2011). *Compost Vermicompost and compost tea*. Washintong D.C: Chelsea Green Publishing.
- Gimeno, B., Parres, F., García, D., & López, J. (2004). *Técnicas experimentales de análisis térmico de polímeros*. España: Editorial de la Universidad Politécnica de Valencia.
- González, D., Massimi, S., Medina, A., & Sánchez, A. (julio de 2010). Producción y consumo sustentable de bolsas plásticas. *Careintra*, 10.
- Groover, M. P. (1997). Fundamentos de manufactura moderna: Materiales, procesos y sistemas. Recuperado el 20 de julio de 2013, de Google Books: http://books.google.com.ec/books?id=tcV0l37tUr0C&pg=PA184&dq=clasifi cacion+de+polimeros+sinteticos&hl=es-419&sa=X&ei=KjDsUeiHHtGx4AOkhIGwDQ&ved=0CDsQ6AEwAg#v=on
 - 419&sa=X&ei=KjDsUeiHHtGx4AOkhIGwDQ&ved=0CDsQ6AEwAg#v=onepage&q=clasificacion%20de%20polimeros%20sinteticos&f=false
- Gutiérrez, M., López, L., Arellano, L., & Ochoa, A. (2009). *Química orgánica Aprende haciendo*. México: Pearson.
- Henry, G., & Heinke, G. (1999). Ingeniería ambiental. México: Prentice Hall.

- Hernández, M. (diciembre de 2006). Síntesis y caracterización de polimeros vía radicales libres usando Xantatos. Pachuca de Soto, Hidalgo, México: Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo.
- INAMHI. (2004-2008). Instituto Nacional de Meteorología e Hidrología. *Anuarios Meteorológicos*. Quito, Pichincha, Ecuador.
- INEC. (2012). *Instituto Ecuatoriano de Estadísticas y Censos*. Recuperado el 15 de diciembre de 2013, de http://www.ecuadorencifras.gob.ec/
- in-quito. (2014). *In-Quito.com*. Recuperado el 30 de marzo de 2014, de http://www.in-quito.com/sectores-quito.php
- Kalpakjian, S., & Schmid, S. (2002). *Manufactura, ingeniería y tecnología*. Recuperado el 29 de julio de 2013, de Google Books: http://books.google.com.ec/books?id=gilYI9_KKAoC&printsec=frontcover# v=onepage&q&f=false
- Kotz, J., Treichel, P., & Weaver, G. (2005). *Química y reactividad química*. Recuperado el 20 de julio de 2013, de Google Books: http://books.google.com.ec/books?id=4vL3SjWjEcQC&pg=PA453&dq=clasi ficacion+de+polimeros+sinteticos&hl=es-419&sa=X&ei=KjDsUeiHHtGx4AOkhIGwDQ&ved=0CDMQ6AEwAQ#v=onepage&q&f=false
- Lara, H. (enero de 2011). Catálogo General de Uso y aplicaciones. México: Vitro S.A.B de C.V.
- Liberati, D. (2008). *Tapones sintéticos en enología*. Recuperado el 20 de julio de 2013, de Google Books: http://books.google.com.ec/books?id=pgC4-zCx2d8C&pg=PA22&dq=tipos+de+polietileno&hl=es-419&sa=X&ei=UDTsUaKTNo--4APAxoCQDA&ved=0CD4Q6AEwAg#v=onepage&q&f=false
- MAE. (03 de marzo de 2003). TULAS Libro VI Anexo 6. Norma de calidad ambiental para el manejo y disposicion final de desechos no peligrosos. Quito, Pichincha, Ecuador: Registro Oficial Suplemento # 2.
- MAE. (2012). *Ministerio del Ambiente*. Recuperado el 15 de diciembre de 2013, de http://www.ambiente.gob.ec/
- Martínez, N., Andrés, A., Chiralt, A., & Fito, P. (1998). *Termodinámica y cinética de sistemas alimento entorno*. Recuperado el 29 de julio de 2013, de Google Books:

- http://books.google.com.ec/books?id=bLQ_Lj6C4p8C&pg=PA229&dq=calorimetria+diferencial+de+barrido&hl=es-
- 419&sa=X&ei=gfv2UZbXFY3Q8wT_rIFY&ved=0CD4Q6AEwAA#v=onep age&q=calorimetria%20diferencial%20de%20barrido&f=false
- Medina, H. (2009). Física 2. Lima: Pontificia Universidad Católica de Perú.
- Mendoza, R., & Velilla, W. (03 de mayo de 2011). *Metodología para la caracterización termo-mecánica de películas plásticas biodegradables*.

 Barranquilla, Colombia: Universidad Autónoma del Caribe.
- Mondragón, C., Peña, L., Sánchez, M., & Arbeláez, F. (2005). *Química orgánica*. Bogotá: Santillana S.A.
- Montero, M. B. (20 de enero de 2010). Estudio de la influencia del contenido en peso de un Silsesquioxano Oligomérico Poliédrico (POSS®) en las propiedades de un sistema Epoxi/Diamina. Ferrol, España: Universidad de Coruña.
- Naranjo, M. C. (22 de septiembre de 2008). Diseño e implementacion de un sistema de costos por procesos en la empresa DISPLASAL Cia. Ltda. dedicada a la producción de fundas plásticas. Quito, Pichincha, Ecuador: Escuela Politécnica del Ejército.
- Pancorbo, F. J. (2011). Corrosión, degradación y envejecimiento de los materiales empleados en la edificación. Recuperado el 24 de julio de 2013, de Google Books:
 - http://books.google.com.ec/books?id=ULYPNbQISxoC&pg=PA429&dq=de gradacion+de+plasticos&hl=es-419&sa=X&ei=AgL4UffiLInU9gTo-4GoCA&ved=0CDUQ6AEwAg#v=onepage&q=degradacion%20de%20plast
 - icos&f=false
- Paraiso S.A. (2006). Procesos. Quito, Pichincha, Ecuador.
- Pine, S., Hendrickson, J., Cram, D., & Hammond, G. (1982). Química Orgánica. México: McGraw Hill.
- Quiróz, F., Cadena, F., Sinche, L., Chango, I., & Aldás, M. (2009). Estudio de la degradación en polímeros oxo-biodegradables. *Revista Politécnica*, 179-191.
- Ramos, P. (., & Ramos C, P. A. (2005). *Gestión del Medio Ambiente*. Salamanca: Universidad de Salamanca.
- Real Academia Española. (2001). *Diccionario de la lengua Española*. España: Rotapapel S.L.
- Remar. (2011). Bioplásticos. Red Energía y Medio Ambiente, 11.

- Rodríguez, M., & Córdova, A. (2006). *Manual de compostaje municipal Tratamiento de residuos sólidos urbanos*. México: Instituto Nacional de Ecología.
- Sabín, J. D. (julio de 2007). Estabilidad coloidal de nanoestructuras liposómicas.

 Recuperado el 29 de julio de 2013, de Google Books: http://books.google.com.ec/books?id=6up-
 - 8zBDXtMC&pg=PA75&dq=Calorimetr%C3%ADa+diferencial+de+barrido&hl=es-
 - 419&sa=X&ei=20P5Uc2rMpCw8QSnsIHoDg&ved=0CDwQ6AEwAQ#v=onepage&q=Calorimetr%C3%ADa%20diferencial%20de%20barrido&f=false
- Secretaría de Ambiente. (2012). *Red de Monitoreo*. Recuperado el 01 de agosto de 2013, de Reportes calidad del aire y meteorologia, Radiación ultravioleta: http://190.152.144.74/paginas/web/menu_t1.html
- Sierra, I., Pérez, D., Gómez, S., & Morante, S. (2010). *Análisis Instrumental*. España: Netbiblo.
- Skoog, D., West, D., Holler, J., & Crouch, S. (2001). *Química Analítica*. México: McGraw-Hill.
- Tipler, P., & Gene, M. (2003). Física para la ciencia y tecnología. Barcelona: Reverté S.A.
- Ugalde, V. (2008). Los residuos peligrosos en México: Estudio de la política pública a través del derecho. México: El Colegio de México.
- Verdugo, C. (agosto de 2010). Diseño e implementación del sistema de control y monitoreo para la máquina del corte y sellado de fundas Tepack. Quito, Pichincha, Ecuador: Escuela Politécnica Nacional.
- Ysacura, M., Labrador, D., & Crespo, Y. (2009). *Polímeros y biomoléculas*. Argentina: El Cid Editor.
- Yurkanis, P. (2007). Fundamentos de química orgánica. Mexico: Pearson.

GLOSARIO DE SIGLAS

ASTM American Society for Testing and Materials (Sociedad

Americana para pruebas y materiales)

CNE Consejo Nacional Electoral

DSC Differential Scanning Calorimetry – Calorimetría

Diferencial de Barrido

FT-IR Fourier Transform Infrared Spectroscopy -

Transformación de Fourier de la Radiación Infrarroja

PET Polietilenteraftalato

pH Potencial de Hidrógeno

RSU Residuos Sólidos Urbanos

UV Radiación Ultravioleta

GLOSARIO DE TÉRMINOS

Ácido poliláctico: es un poliéster alifático derivado al 100 % de materias primas renovables, se produce por fermentación anaerobia de substratos que contengan carbono, ya sean puros (glucosa, lactosa, etc.) o impuros (almidón, melazas, etc.) con microorganismos, bacterias y ciertos hongos (Remar, 2011, p. 11).

Desecho: es el objeto cuyo destino está, en general, asociado a la eliminación (Ugalde, 2008, p. 84).

Grupo carbonilo: el grupo carbonilo está formado por un átomo de carbono unido por un doble enlace a un oxígeno.

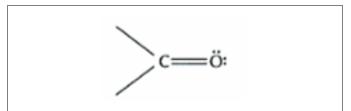


Figura 55. Estructura general del grupo carbonilo Fuente: (Acuña, 2006, p. 167)

El grupo carbonilo es uno de los grupos funcionales más abundantes en biomoléculas, como grasas, carbohidratos, proteínas y esteroides, y en productos sintéticos para uso industrial (Acuña, 2006, p. 167).

Humedad relativa: expresa el contenido real de vapor de agua de una porción de aire como proporción de la humedad que contendría este mismo volumen de aire saturado a la misma temperatura (Aguado, Cocero, Lana, & Martínez, 2004, p. 67).

Lixiviados: es el líquido contaminado que drena de un relleno sanitario, varia ampliamente su composición, según la antigüedad del relleno y del tipo de residuos que contiene (Henry & Heinke, 1999, p. 600).

pH: término que expresa la actividad del ion hidrógeno de una disolución (Costa, 2005, p. 435).

Relleno sanitario: Es una técnica para la disposición de los desechos sólidos en el suelo sin causar perjuicio al medio ambiente y sin causar molestia o peligro para la salud y seguridad pública.

Este método utiliza principios de ingeniería para confinar los desechos sólidos en un área la menor posible, reduciendo su volumen al mínimo aplicable, y luego cubriendo los desechos sólidos depositados con una capa de tierra con la frecuencia necesaria, por lo menos al fin de cada jornada (MAE, 2003, p. 5).

Residuo: Designa algo cuyo destino comprende tanto su eliminación como su reciclaje u otro mecanismo de reintegración en un circuito económico (Ugalde, 2008, p. 82).

Temperatura: Magnitud física que expresa el grado o nivel del calor de los cuerpos o del ambiente (Real Academia Española, 2001, p. 1461).

UNIDADES

% porcentaje

°C grados centígrados

°C/min grados centígrados/ minuto

A amperios

cm centímetros

cm⁻¹ centímetros recíprocos

g/cm³ gramos/ centímetro cubico (densidad)

g gramosHa hectáreas

Kg/Hb. día kilogramos/ habitante. día (producción per

cápita)

Kmkilómetrosmmmilímetrosminminutos

m/s metros/ segundo

MPa mega pascales

Ton/días toneladas/ día (RSU)

μ micrasV voltiosW watios

Anexo 1. ASTM D 6954 – 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 Biodegradation¹

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 reapproval. A superscript epsilon (ε) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

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 CO2 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 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 (Tg) 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 data to aid in the design and development and the reduction 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.

Copyright. © ASTM International. 100 Barr Harbor Drive P.O. box C700 West Conshohocken, Pennsylvania 19428-2959, United States

Copyright by ASTM Int'l (all rights reserved); Tue Jun 19 15:53:46 EDT 2012 1

Downloaded/printed by

Bolivar Aguilera (Ecuador MOU) pursuant to License Agreement. No further reproductions authorized.

¹ 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.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

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 49CFR100-180³

OECD Guideline 207 Earthworm, Acute Toxicity Tests4

OECD Guideline 208 Terrestrial Plants, Growth Test⁴

ORCA Guidelines for the Evaluation of Feedstock for Source Separated Biowaste Composting and Biogasification⁵

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

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 oxobiodegradadation of polymers are chemical bonds created by the degradation process, mostly carbon-carbon bonds, and thus extremely resistant to solvent degradation.⁶

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

² 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.

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

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

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

Copyright by ASTM Int'l (all rights reserved); Tue Jun 19 15:53:46 EDT 2012 2 Downloaded/printed by

Bolivar Aguilera (Ecuador MOU) pursuant to License Agreement. No further reproductions authorized.

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 $70^{\circ}\mathrm{C}$ 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 $20^{\circ}\mathrm{C}$ away from that temperature. It must also be established that the polymer does not undergo a phase change, such as glass transition temperature (Tg) 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.

Copyright by ASTM Int'l (all rights reserved); Tue Jun 19 15:53:46 EDT 2012 3 Downloaded/printed by

Bolivar Aguilera (Ecuador MOU) pursuant to License Agreement. No further reproductions authorized.



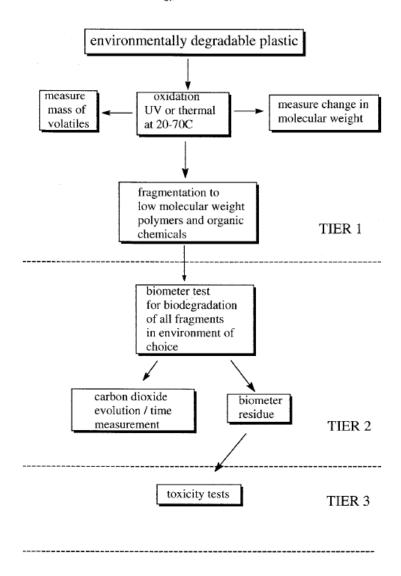


FIG. 1 Flow Schematic of the Guide

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 %.

Copyright by ASTM Int'l (all rights reserved); Tue Jun 19 15:53:46 EDT 2012 4 Downloaded/printed by

Bolivar Aguilera (Ecuador MOU) pursuant to License Agreement. No further reproductions authorized

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 $_2$ 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.⁷

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 \pm 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

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.

Copyright by ASTM Int'l (all rights reserved); Tue Jun 19 15:53:46 EDT 2012 5 Downloaded/printed by

Bolivar Aguilera (Ecuador MOU) pursuant to License Agreement. No further reproductions authorized.

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 oxobio-degradation 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 accor-

⁷ 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.



- 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/m²-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

- 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 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 (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

Anexo 2. ASTM D – 882 "Método estándar de prueba para propiedades tensiles de láminas plásticas delgadas"



Designation: D 882 - 02

Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting¹

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 (ϵ) 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

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 det ermined 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
- 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 informa-
- 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

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 Testing²
- D 638 Test Method for Tensile Properties of Plastics2
- D 4000 Classification System for Specifying Plastic Materials3
- D 5947 Test Methods for Physical Dimensions of Solid Plastic Specimens⁴
- D 6287 Practice for Cutting Film and Sheeting Test Speci-
- E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines⁵
- E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method⁶
- 2.2 ISO Standard:
- ISO 527-3 Plastics-Determination of Tensile Properties-Part 3: Test Conditions for Films and Sheets7

- 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

*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



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 texts this property has been referred to as toughness. 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
- 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
- 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 +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 +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).

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

² Annual Book of ASTM Standards Vol 08 01

Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.02.

Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.02.

Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.03.

⁵ Annual Book of ASTM Standards Vol 03 01

Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

Available from American National Standards Institute, 25 W. 43rd St., 4th

- 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 ± 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 ± 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
- 5.4 Width-Measuring Devices-Suitable test scales or other width measuring devices capable of measuring 0.25 mm (0.010
- 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
- 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
- 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 tests8 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° C (73.4 \pm 3.6°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 ±1°C (1.8°F) and ±2 % relative humidity.
- 7.2 Test Conditions—Conduct the tests at 23 \pm 2°C (73.4 \pm 3.6°F) and 50 ± 5% relative humidity unless otherwise specified by contract or the relevant ASTM material specification. Reference testing conditions, to settle disagreements, shall apply tolerances of ± 1 °C (1.8°F) and ± 2 % relative

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.

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 fullcapacity 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:

$$A = BC$$
 (1)

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

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
- 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.

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 cravon 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

- 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
- 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	Initial Strain Rate,	Initial Grip	Separation	Rate of Grip	Rate of Grip Separation	
at Break	(in./in.·min)	mm	in.	mm/min	in./min	
	Modu	lus of Elasticity Determina	tion			
	0.1	250	10	25	1.0	
	Determin	ations other than Elastic N	lodulus			
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	

⁸ Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-

10.10 If tensile energy to break is being determined, some provision must be made for integration of the stress-strain curve. This may be either an electronic integration during the test or a subsequent determination from the area of the finished stress-strain curve (see Annex A2).

11. Calculation

- 11.1 Toe compensation shall be made in accordance with Annex A1 unless it can be shown that the toe region of the curve is not due to the takeup of slack, seating of the specimen, or other artifact, but rather is an authentic material response.
- 11.2. Breaking Factor (nominal) shall be calculated by dividing the maximum load by the original minimum width of the specimen. The result shall be expressed in force per unit of width, usually newtons per metre (or pounds per inch) of width, and reported to three significant figures. The thickness of the film shall always be stated to the nearest 0.0025 mm (0.0001 in.).

Example-Breaking Factor = 1.75 kN/m (10.0 lbf/in.) of width for 0.1300-mm (0.0051-in.) thickness.

NOTE 14-This method of reporting is useful for very thin films (0.13 mm (0.005 in.) and less) for which breaking load may not be proportional to cross-sectional area and whose thickness may be difficult to determine with precision. Furthermore, films which are in effect laminar due to orientation, skin effects, nonuniform crystallinity, etc., have tensile properties disproportionate to cross-sectional area.

11.3 Tensile Strength (nominal) shall be calculated by dividing the maximum load by the original minimum crosssectional area of the specimen. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch). This value shall be reported to three significant

Note 15-When tear failure occurs, so indicate and calculate results based on load and elongation at which tear initiates, as reflected in the load-deformation curve.

11.4 Tensile Strength at Break (nominal) shall be calculated in the same way as the tensile strength except that the load at break shall be used in place of the maximum load (Note 15 and Note 16)

Note 16-In many cases tensile strength and tensile strength at break are identical

- 11.5 Percent Elongation at Break shall be calculated by dividing the extension at the moment of rupture of the specimen by the initial gage length of the specimen and multiplying by 100. When gage marks or extensometers are used to define a specific test section, only this length shall be used in the calculation otherwise the distance between the grips shall be used. The result shall be expressed in percent and reported to two significant figures (Note 15).
- 11.6 Yield Strength, where applicable, shall be calculated by dividing the load at the yield point by the original minimum cross-sectional area of the specimen. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch). This value shall be reported to three significant figures. Alternatively, for materials that exhibit Hookean behavior in the initial part of the curve, an offset yield strength may be obtained as described in the Appendix of Test

Method D 638. In this case the value should be given as "vield strength at __% offset "

11.7 Percent Elongation at Yield, where applicable, shall be calculated by dividing the extension at the yield point by the initial gage length of specimen and multiplying by 100. When gage marks or extensometers are used to define a specific test section, only this length shall be used in the calculation. Before calculating correct the extension for "toe compensation" as described in Annex A1. The results shall be expressed in percent and reported to two significant figures. When offset yield strength is used, the elongation at the offset yield strength may be calculated.

11.8 Elastic Modulus shall be calculated by drawing a tangent to the initial linear portion of the load-extension curve. selecting any point on this tangent, and dividing the tensile stress by the corresponding strain. Before calculating, correct the extension for "toe compensation" as described in Annex A1. For purposes of this determination, the tensile stress shall be calculated by dividing the load by the average original cross section of the test section. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch), and reported to three significant figures.

11.9 Secant Modulus, at a designated strain, shall be calculated by dividing the corresponding stress (nominal) by the designated strain. Elastic modulus values are preferable and shall be calculated whenever possible. However, for materials where no proportionality is evident, the secant value shall be calculated. Draw the tangent as directed in A1.3 and Fig. A1.2 of Annex A1, and mark off the designated strain from the yield point where the tangent line goes through zero stress. The stress to be used in the calculation is then determined by dividing the load at the designated strain on the load-extension curve by the original average cross-sectional area of the

11.10 Tensile Energy to Break, where applicable, shall be calculated by integrating the energy per unit volume under the stress-strain curve or by integrating the total energy absorbed and dividing it by the volume of the original gage region of the specimen. As indicated in Annex A2, this may be done directly during the test by an electronic integrator, or subsequently by computation from the area of the plotted curve. The result shall be expressed in energy per unit volume, usually in megajoules per cubic metre (or inch-pounds-force per cubic inch). This value shall be reported to two significant figures.

11.11 For each series of tests, the arithmetic mean of all values obtained shall be calculated to the proper number of significant figures.

11.12 The standard deviation (estimated) shall be calculated as follows and reported to two significant figures:

$$s = \sqrt{(\Sigma X^2 - n \overline{X}^2)/(n-1)}$$
(2)

s = estimated standard deviation.

X = value of a single observation.

 n_{\perp} = number of observations, and

 \overline{X} = arithmetic mean of the set of observations.

12.1 Report the following information:



12.1.1 Complete identification of the material tested, including type, source, manufacturer's code number, form, principal dimensions, previous history, and orientation of samples with respect to anisotropy (if any).

12.1.2 Method of preparing test specimens,

12.1.3 Thickness, width, and length of test specimens,

12.1.4 Number of specimens tested,

12.1.5 Strain rate employed,

12.1.6 Grip separation (initial)

ments were taken by five laboratories. The relative precision obtained in this interlaboratory study is in Table 2.

13.1.1 In deriving the estimates in Table 2, statistical outliers were not removed, in keeping with Practice E 691.9

13.1.2 The within-lab standard deviation of a mean value, S \bar{x} , in each case was determined from the standard deviation. S \bar{x} , of the five individual specimens as follows: $S_{\bar{x}} = S_{\bar{x}}/(5) \frac{1}{2}$. The S - values were pooled among laboratories for a given material to obtain the within-lab standard deviation, S, of a

TABLE 2 Precision Data for Modulus

			Tangent Modulus			
Material	Thickness, mils	Average, 10 ³ psi	10 ³ psi	<i>S_R</i> , 10 ³ psi	103 psi	/ _R , 10 ³ psi
LDPE	1.4	53.9	1.81	8.81	5.12	24.9
HDPE	1.6	191	5.47	16.2	15.5	45.9
PP	1.1	425	10.3	31.5	29.0	89.1
PET	0.9	672	13.8	55.5	39.1	157.1
			Secant Modulus			
LDPE	1,4	45.0	2.11	3.43	5.98	9.70
HDPE	1.6	150	3.29	9.58	9.30	27.1
PP	1.1	372	4.66	26.5	13.2	74.9
PET	0.9	640	10.0	27.5	28.4	77.8

12.1.7 Crosshead speed (rate of grip separation),

12.1.8 Gage length (if different from grip separation),

12.1.9 Type of grips used, including facing (if any),

12.1.10 Conditioning procedure (test conditions, temperature, and relative humidity if nonstandard).

12.1.11 Anomalous behavior such as tear failure and failure

12.1.12 Average breaking factor and standard deviation.

12.1.13 Average tensile strength (nominal) and standard deviation

12.1.14 Average tensile strength at break (nominal) and standard deviation.

12.1.15 Average percent elongation at break and standard deviation.

12.1.16 Where applicable, average tensile energy to break and standard deviation

12.1.17 In the case of materials exhibiting "vield" phenomenon: average yield strength and standard deviation; and average percent elongation at yield and standard deviation,

12.1.18 For materials which do not exhibit a yield point: average -% offset yield strength and standard deviation; and average percent elongation at -% offset yield strength and standard deviation

12.1.19 Average modulus of elasticity and standard deviation (if secant modulus is used, so indicate and report strain at which calculated), and

12.1.20 When an extensometer is employed, so indicate.

13. Precision and Bias

13.1 Two interlaboratory tests have been run for these tensile properties. The first was run for modulus only, in 1977, in which randomly drawn samples of four thin (~ 0.025 mm (0.001-in.)) materials were tested with five specimens in each laboratory. Elastic (tangent) modulus measurements were made by six laboratories, and secant (1 %) modulus measuretest result (mean of five specimens). See 13.3-13.3.2 for

definitions of terms in the tables. 13.2 An interlaboratory test was run for all the other tensile properties except modulus in 1981, in which randomly drawn samples of six materials (one of these in three thicknesses) ranging in thickness from 0.019 to 0.178 mm (0.00075 to 0.007 in.) were tested in seven laboratories. A test result was defined as the mean of five specimen determinations. However, each laboratory tested eight specimens, and the S - was determined from $S_{\overline{Y}} = S_{\overline{Y}}/(5)_{1/2}$ as above. This was done to improve the quality of the statistics while maintaining their applicability to a five-specimen test result. The materials and their thicknesses are identified in Tables 3-7, each of which contain data for one of the following properties: tensile yield stress, yield elongation, tensile strength, tensile elongation at break, and tensile energy at break (see Note 17).10

NOTE 17-Subsequent to filing the research report, examination of the LDPE used in this study between crossed polarizers revealed lengthwise lines representing substantial widthwise variation in molecular orientation that probably was not successfully randomized out of the between-labs component of variance.

Note 18—Caution: The following explanations of I_r and I_R (13.3-13.3.3) are only intended to present a meaningful way of considering the Approximate precision of this test method. The data in Table 2 should not be rigorously applied to the acceptance or rejection of material, as those data are specific to the round robin and may not be representative of other lots, conditions, materials, or laboratories. Users of this test method should apply the principles outlined in Practice E 691 to generate data specific to their laboratory and materials, or between specific laboratories. The principles of 13.3-13.3.3 would then be valid for such data.

⁹ Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-

¹⁰ Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1101



TABLE 3 Precision Data for Yield Stress

		INDEE 0 11	coloion Data for 11	ora ou ooo		
Material	Thickness, mils	Average, 103 psi	(S _r) ^A 10 ³ psi	(S _R) ⁸ 10 ³ psi	<i>l(r)</i> ^C 10 ³ psi	<i>I(R)</i> ^D 10 ³ 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

A S , is the within-laboratory standard deviation of the average.

TABLE 4 Precision Data for Yield Elongation

				-		
Material	Thickness, mils	Average, %	(<i>S_r</i>) ^A , %	(S _R) ^B , %	<i>l(r)</i> ^C , %	I(R) ^D , %
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	2.8
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, 103 psi	(S _r) ^A 10 ³ psi	(S _R) ^B 10 ³ psi	<i>l(r)^C</i> 10 ³ psi	<i>I(R)</i> ^D 10³ psi
LDPE	1.0	3.42	0.14	0.53	0.40	1.5
HDPE	1.0	6.87	0.27	0.81	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

TABLE 6 Flecision Data for Elongation at Break									
Material	Thickness, mils	Average, %	(S _r) ^A , %	(S _R) ^B , %	<i>l(r)</i> ^C , %	I(R) ^D , %			
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			
	CTA PP PET PET PET PC LDPE	CTA 5.3 PP 0.75 PET 2.5 PET 7.0 PET 4.0 PC 4.0 LDPE 1.0	Material Thickness, mils Average, % CTA 5.3 26.4 PP 0.75 57.8 PET 2.5 120 PET 7.0 132 PET 4.0 134 PC 4.0 155 LDPE 1.0 205	Material Thickness, mils Average, % (S)*, % CTA 5.3 28.4 1.0 PP 0.75 57.8 4.4 PET 2.5 120 8.0 PET 7.0 132 5.8 PET 4.0 134 4.4 PC 4.0 155 5.4 LOPE 1.0 205 24.4	CTA 5.3 26.4 1.0 4.3 PP 0.75 57.8 4.4 12.7 PET 2.5 120 8.0 14.6 PET 7.0 132 5.8 10.6 PET 4.0 134 4.4 12.2 PC 4.0 155 5.4 17.1 LDPE 1.0 205 24.4 73.3	Material Thickness, mils Average, % (S _t) ^A , % (S _R) ^B , % I(t) ^C , % CTA 5.3 26.4 1.0 4.3 3 PP 0.75 57.8 4.4 12.7 12 PET 2.5 120 8.0 14.6 23 PET 7.0 132 5.8 10.6 16 PET 4.0 134 4.4 12.2 12 PC 4.0 155 5.4 17.1 15 LOPE 1.0 205 24.4 73.3 69			

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 $2.83 \times S(r)$ (see 13.3.1) and R equals $2.83 \times S(R)$ (see 13.3.2).
- 13.3.1 Repeatability, I_r (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_r 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 ³	(<i>S_r</i>) ^A 10 ³ In:/lb/n.3	(S _R) ⁸ 10 ³ In./lb/n.3	<i>I(r)</i> ^C 10 ³ in./lg/n.3	<i>I(R)</i> ^D 10 ³ in./lp∕in.3
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	0.59	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

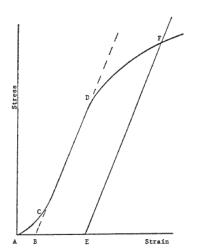
14.1 modulus of elasticity; plastic film; plastic sheeting; tensile properties; tensile strength; toughness; yield stress

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).

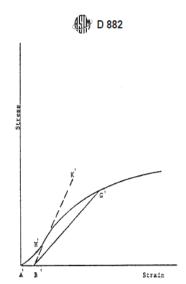
A1.3 In the case of a material that does not exhibit any linear region (Fig. A1.2), the same kind of toe correction of the zero-strain point can be made by constructing a tangent to the maximum slope at the inflection point (H'). This is extended to intersect the strain axis at point B', the corrected 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.

7

B SR is the between-laboratories standard deviation of the average

 $c_{I_r} = 2.83 S_r$

 $DI_R = 2.83 S_R$



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

$$TEB = \int_{0}^{\epsilon_{T}} S d\epsilon \qquad (A2.1)$$

where S is the stress at any strain, ϵ , and ϵ_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:

$$\frac{\text{(fill scale load) (chart speed) (crosshead speed/chart speed)}}{\text{(mean caliper) (specimen width) (gage length)}}$$

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 inchpounds-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:

$$TEB = \frac{(extension per unit chart travel)}{(mean caliper) (specimen width) (gage length)}$$

A2.3 For example, if the area under a force-extension curve is 60 000 mm², 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:

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

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



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.

(1) Revised 7.1 and 7.2.

D 882 - 02: D 882 - 01

- (1) Section 5.5 rewritten
- (2) Note 6 deleted.
- (3) Added Practice D 6287 to Referenced Documents section. D 882 - 00:
- (1) Added 11.1.

- 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.

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 (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 ¹

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 (ϵ) 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: 2

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-

- 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:3
- 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 of fusion endotherm of the test materials are compared against the respective areas obtained by the treatment of a well-characterized standard.

*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.

perature by Thermal Analysis

¹ 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.

² 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.

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

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
- 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).4
- 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
- 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

- 7.1.1 DSC Test Chamber—This chamber is composed of the
- 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 ±0.01°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 ± 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 ±0.1°C/ min or at an isothermal temperature constant to ± 0.1 °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
- 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 ±10 μg.

- 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
- 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 µm, 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.

- 9.1 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

- 10.1 For First-Order Transition (melting and crystalliza-
- 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 ± 10
- 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
- 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
- 10.1.8 Measure the temperatures for the desired points on the curves: T_{einv} T_{pmv} T_{efinv} T_{eic} T_{pc} and T_{eic} (see Fig. 1). Report two T_{pm} 's or T_{pc} 's if observed.

where

= melting extrapolated onset temperature, °C,

= melting extrapolated end temperature, °C,

melting peak temperature,° C,

crystallization extrapolated onset temperature, °C.

= crystallization peak temperature. °C. and

= 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 ±10 µg.

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

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 Tmeasurements. The instrument shall be calibrated at this heating rate. If both first- and second-order transitions (T., and T_ respectively) are to be determined in the same run, use procedure 10.1 and determine results from the second heating

Note 9— T_{σ} obtained using Procedure 10.1 will be different from T_{σ} 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):

 T_{eig} = extrapolated onset temperature, °C.

 T_{mg} = midpoint temperature, °C, and

 T_{efg} = extrapolated end temperature, °C.

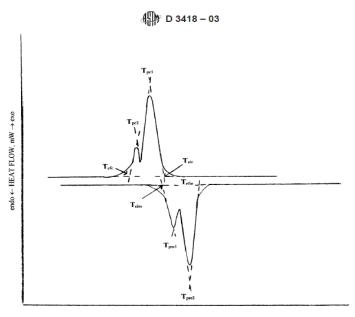
A new baseline will likely be established after the transition. rather than a peak (see Note 10). For most applications, the T_{mg} temperature is more meaningful. In those cases, designate T_{mg} as the glass transition temperature (T_{σ}) in place of the extrapolated onset for the glass transition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

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

⁴ The boldface numbers in parentheses refer to the list of references at the end of this test method



TEMPERATURE, °C 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).

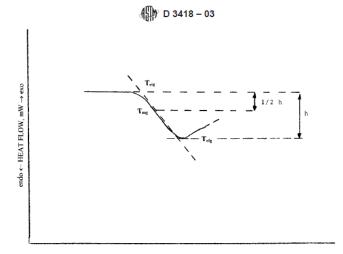
12. Report

- 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. $T_{\rm pm}$ and $T_{\rm eic}$ 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 the 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:



TEMPERATURE, °C FIG. 2 Assignment of Glass Transition of Poly(Methyl Methacrylate) (PMMA)

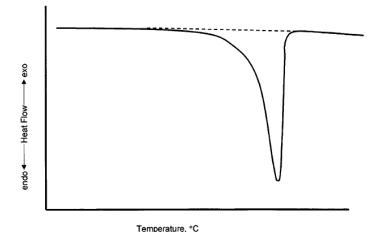
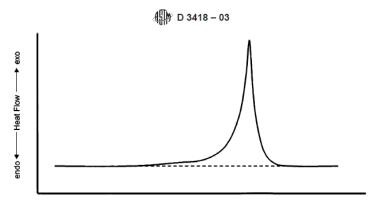


FIG. 3 Typical Heating Curve for Polyethylene

- 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 $1.0^{\circ}\mathrm{C}$ were obtained for the melting and crystallization onset temperatures, 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 = 2.2,

4

5



Temperature, °C

FIG. 4 Typical Freezing Curve for Polyethylene

- 1.9, and 2.8°C were obtained for the glass transition midpoint temperature for a polyurethane, a polystyrene, and a 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°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°C were obtained for the glass transition midpoint temperature for a polyurethane, a polystyrene, and a 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.

- 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

- 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) Garn, 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.



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.

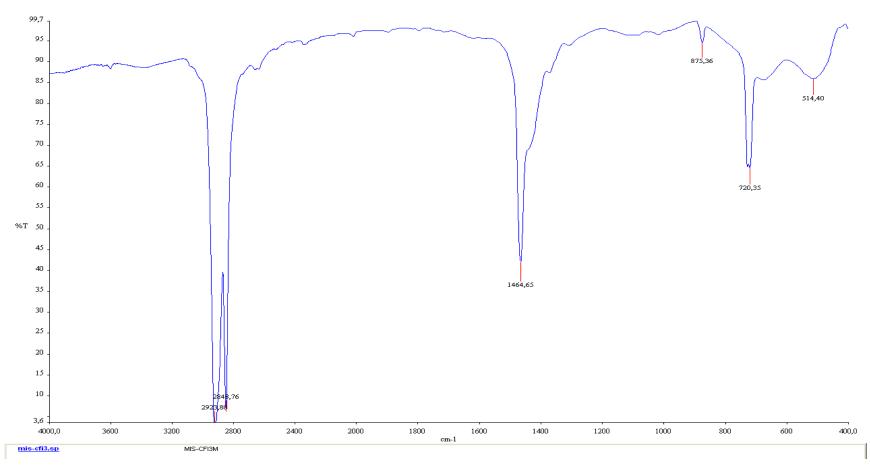
ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are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

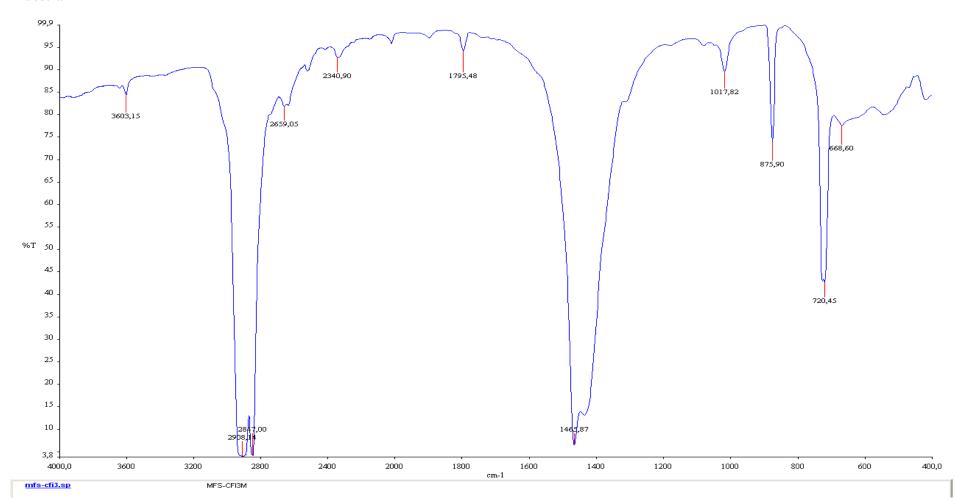
This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocker, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9555 (phone), 610-832-9555 (fax),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

Anexo 4. Espectro FT-IR resultado de los cuatro tipos de muestras desenterradas del compost fresco a los 3 meses de la experimentación.

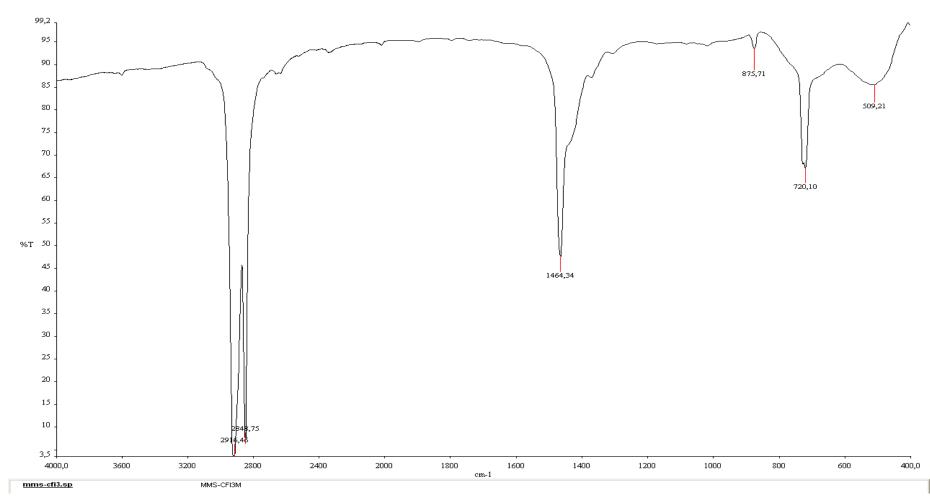
Muestra 1



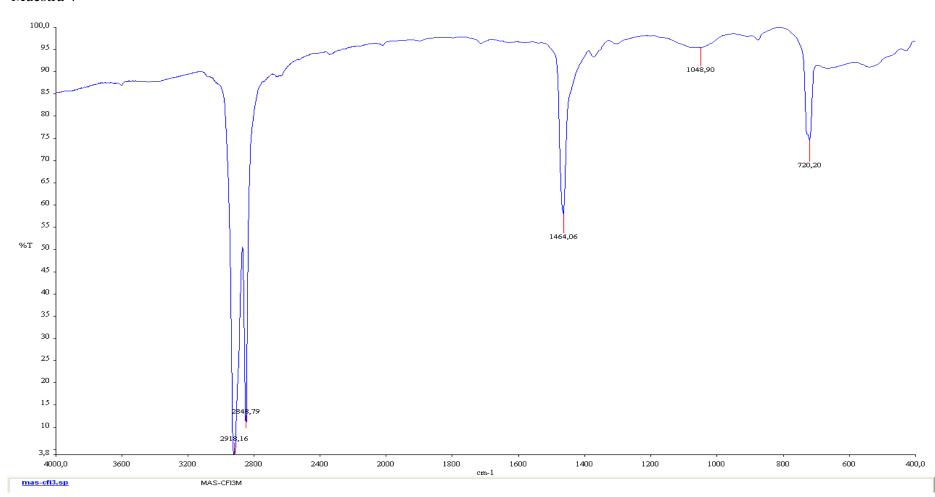




Muestra 3







Anexo 5. Fotografías de la experimentación

