

RESUMEN

“Uso de refuerzo de la lana para materiales biodegradables”

En esta tesis doctoral se examina el uso de fibras de lana de oveja, derivadas de la industria láctea, como refuerzo sostenible para materiales poliméricos biodegradables. La tesis doctoral se divide en cinco capítulos principales que abordan la introducción, los objetivos y la planificación, la parte experimental, los resultados y la discusión, y las conclusiones. Estos capítulos se complementan con referencias y un apéndice al final de la disertación. El primer capítulo, denominado introducción, cubre una revisión general de la literatura sobre el tema principal discutido en la tesis doctoral, que incluye fibras, bioplásticos, materiales poliméricos biodegradables, polímeros reforzados con fibras y un subcapítulo dedicado al modelado computacional. El segundo capítulo aborda el propósito de la investigación, los objetivos específicos de la tesis doctoral y el plan de investigación para lograrlos. El tercer capítulo detalla la metodología experimental, las técnicas de caracterización aplicadas y los materiales utilizados. El cuarto capítulo presenta, analiza y discute los resultados adquiridos en la tesis doctoral, divididos en seis secciones. Finalmente, el quinto capítulo aborda la sección de conclusiones, proporcionando conclusiones generales y conclusiones específicas para cada trabajo de investigación. Como requisito para obtener el título de Doctor con la mención "Doctorado Internacional", al menos una sección del capítulo de resultados y discusión, el resumen y las conclusiones se redactaron en inglés.

El objetivo general de la tesis doctoral se logró mediante la realización de seis trabajos de investigación, que se dividieron en objetivos específicos de la tesis doctoral, uno para cada estudio realizado. Estos trabajos se separaron en dos grupos, donde cuatro estudios principales se centraron en la preparación de materiales y su caracterización en laboratorio, y dos estudios complementarios se centraron en modelado de aprendizaje automático de las características previamente obtenidas. Antes de la investigación diseñada para la tesis doctoral, se recopilaron varias observaciones generales basadas en investigaciones realizadas en el grupo de investigación y en la literatura del campo de estudio. Entre ellas, se considera que la modificación del aceite natural o la modificación superficial de las fibras son un buen enfoque para obtener polímeros reforzados con fibras (FRPs). Los estudios de caracterización de materiales se llevaron a cabo para investigar varias variables que influyen en las características de los FRPs, centrándose en la composición del material, la interacción y tratamiento superficial, el preprocesamiento del material o la estabilidad en condiciones específicas. Por otro lado, los estudios complementarios se realizaron para proporcionar un nuevo enfoque de modelado mejorado por inteligencia artificial para predicciones de propiedades de materiales en relación con diferentes composiciones o tratamientos superficiales.

El estudio presentado en el primer capítulo se centró en la elaboración de mezclas de ácido poliláctico/aceite de linaza maleinizado reforzadas con fibras de lana de oveja. Para este fin, se aplicaron varios agentes de acoplamiento de silano y alquiloxi a fibras cortas de lana para aumentar el número de grupos funcionales en la superficie de la fibra. Entre los grupos funcionales adheridos por el tratamiento superficial se distinguen aminas primarias, secundarias y terciarias, epoxi y grupos vinílicos. Las fibras modificadas se aplicaron a una concentración única a la mezcla de ácido poliláctico/aceite de linaza maleinizado previamente establecida. El tratamiento

superficial con diferentes agentes de acoplamiento resultó en cambios principalmente en propiedades mecánicas y térmicas. Se descubrió que el tratamiento de alquiloxi de las fibras de lana de oveja con isopropóxido de titanio (IV) (trietanolamina) fue el más efectivo en cuanto a propiedades mecánicas de tracción, mientras que el tratamiento de silano con trimetoxi (2-(7-oxabicyclo(4.1.0)hept-3-yl)etil)silano resultó en altas mejoras en la resistencia al impacto entre los agentes de acoplamiento probados. En cuanto al impacto del tratamiento superficial de la lana en las propiedades térmicas, se encontró que dichas modificaciones resultaron en un aumento de las temperaturas de cristalización en frío y en un menor grado de cristalinidad. Sin embargo, la modificación de alquiloxi con isopropóxido de titanio (IV) (trietanolamina) disminuyó la estabilidad térmica, a diferencia de otros modificadores superficiales, determinación que se hizo estudiando la temperatura de pérdida de masa del 5%.

En el estudio descrito en el segundo capítulo es una continuación del estudio sobre el impacto del tratamiento superficial en las características de los FRPs. Entre los tratamientos superficiales previamente probados, se seleccionó para un examen detallado el silano tris(2-metoxietoxi)(vinilo). El estudio tenía como objetivo descubrir la influencia de concentraciones más altas de fibras de lana de oveja en formulaciones poliméricas y concentraciones más altas del agente de tratamiento superficial con respecto a las fibras de lana de oveja. Basándonos en la experiencia del estudio anterior, la reacción de tratamiento superficial se llevó a cabo en un entorno ligeramente ajustado, incluyendo un aumento de la temperatura de reacción en 15°C. En cuanto a los resultados obtenidos, en el rendimiento mecánico, un aumento en el contenido de fibras de lana de oveja produjo una reducción de las propiedades de tracción. Esto se esperaba hasta cierto punto sabiendo que el ácido poliláctico no interactúa de manera adecuada con la superficie de la lana de oveja. Sin embargo, la aplicación del tratamiento de silano a las fibras compensó parcialmente el efecto negativo observado en el caso de las fibras de lana no modificadas. El impacto de la mejora con el aumento de la concentración del tratamiento de silano se observó principalmente en el módulo de Young o en la elongación en el punto de rotura. La concentración de fibras de lana afectó la estabilidad térmica de las formulaciones a base de ácido poliláctico, ya que la fibra de lana de oveja presenta una menor resistencia a las temperaturas elevadas. Sin embargo, la resistencia térmica es suficiente para el procesamiento con la mayoría de los polímeros termoplásticos biodegradables, como el ácido poliláctico.

El tercer capítulo se centró en un paso adicional de preprocesamiento de las fibras de lana de oveja con tratamiento de plasma y su impacto en las propiedades finales del material, entre otras propiedades mecánicas y térmicas. El tratamiento de plasma se conoce por sus aplicaciones de limpieza, que en el caso de la lana se puede utilizar para eliminar los lípidos presentes en la superficie de la fibra. Sin embargo, el tratamiento prolongado con plasma se conoce por su influencia destructiva en la superficie de la fibra de lana, por lo tanto, el pretratamiento se aplicó en poco tiempo. El estudio se centró en un estudio exhaustivo de la mezcla de ácido poliláctico/aceite de linaza maleinizado reforzada con fibras de lana no tratadas y fibras de lana con tratamiento de plasma aplicado. En cuanto a las propiedades térmicas, el pretratamiento de plasma de las fibras de lana mostró una temperatura de transición vítrea reducida y afectó la cristalización del ácido poliláctico reforzado con las fibras. Además, dado que la mayor resistencia a la tracción se encontró para el ácido poliláctico puro, la adición de refuerzo de fibra de lana no modificada redujo la propiedad de tracción. Sin embargo, se encontró que el pretratamiento con plasma fue beneficioso en esa área, lo que resultó en una elongación mejorada en el punto de rotura.

El siguiente capítulo de la tesis doctoral se centró en investigar los aspectos del envejecimiento físico del ácido poliláctico con el tiempo. El ácido poliláctico, como bioplástico, se conoce por mostrar cambios en sus características con el tiempo, incluso sin el impacto del entorno externo, conocido como envejecimiento acelerado. Como resultado, se compararon las características de las formulaciones basadas en ácido poliláctico/aceite de linaza maleinizado entre la preparación inicial del material y después de cuatro años de envejecimiento físico. El estudio se centró en formulaciones reforzadas con dos concentraciones de fibra de lana, sin tratamiento y con tratamiento de silano tris(2-metoxietoxi)(vinilo). Se evaluaron los cambios en la estructura cristalina y las temperaturas de transición del ácido poliláctico, así como el rendimiento mecánico mediante curvas de esfuerzo-deformación.

Los dos últimos capítulos experimentales, que desempeñan un papel complementario en la investigación de laboratorio. Estos se centraron en el uso de un enfoque de modelado basado en inteligencia artificial para la predicción de propiedades de materiales. El entrenamiento del modelo se realizó en función de algoritmos de regresión seleccionados y datos experimentales preprocesados derivados de la caracterización en el laboratorio. A medida que los modelos entrenados fueron evaluados con el coeficiente de determinación y métricas estadísticas medias y relativas, se implementaron para su uso en la predicción de propiedades. El objetivo de los estudios era proporcionar características predichas para un espectro más amplio de formulaciones. El primer estudio computacional se centró en las predicciones de resistencia a la tracción y pérdida de masa del 5% para el ácido poliláctico modificado con diferentes concentraciones de aceite de linaza maleinizado, diferentes concentraciones de fibra de lana de oveja, diferentes tratamientos superficiales y sus concentraciones. El segundo estudio computacional se centró en las predicciones de propiedades mecánicas y características basadas en calorimetría diferencial de barrido para el ácido poliláctico modificado con diferentes concentraciones de aceite de linaza maleinizado y diferentes concentraciones de fibra de lana de oveja.

Los resultados obtenidos en la tesis doctoral proporcionaron una mejor comprensión del refuerzo de lana de oveja en el polímero biodegradable representado por el ácido poliláctico. Un aspecto fundamental de la disertación es el uso de materiales de origen biológico en la mayor cantidad posible, donde el ácido poliláctico, el aceite de linaza maleinizado y las fibras de lana que, en su estado puro, son abundantes en la naturaleza. Además, como parte complementaria de la tesis, se investigó el enfoque computacional del modelado de aprendizaje automático aplicado para limitar el consumo de materiales y energía requerido para la investigación de un vasto espectro de concentraciones de componentes de mezcla. Como un valor añadido a la ciencia, es necesario señalar que la disertación contiene varios enfoques para investigar la interacción entre las fibras de lana de oveja y el biopolímero, además de centrarse en la aplicación a largo plazo de dichos materiales. Las amplias características mecánicas, térmicas, microestructurales y de superficie abren posibilidades para aplicaciones de materiales en diversos sectores industriales, como automotriz, aeroespacial, agricultura o aplicaciones a corto plazo. Finalmente, el trabajo abre nuevas líneas de investigación para el uso de fibras de lana como subproducto y proporciona enfoques para su utilización.