



#### RESUMEN

La elaboración de empaques biodegradables a partir de gelatina, constituye una de varias alternativas para tratar de solucionar los problemas ambientales causados por residuos plásticos elaborados a partir de derivados del petróleo. Sin embargo, las biopelículas de gelatina debido a ser altamente hidrofílicas y a su fuerte energía cohesiva, son frágiles y susceptibles al agrietamiento. Estudios previos constatan que el uso de nanopartículas, tales como los nanotubos de carbono (NTC), contribuyen a mejorar las características estructurales de las matrices poliméricas de origen sintético, ya que poseen una alta resistencia a la fractura y elasticidad. Por tal motivo, se considera que éstos podrían modificar las propiedades de las biopelículas de gelatina. El objetivo de este trabajo fue caracterizar las propiedades mecánicas, termodinámicas y morfo-estructurales de biopelículas de gelatina nanoestructuradas con NTC. Para el desarrollo de esta investigación se elaboraron soluciones filmogénicas a partir de una mezcla de gelatina comercial, glicerol, NTC y dodecil sulfato de sodio (DSS), las cuales fueron vertidas en placas para la obtención de biopelículas de gelatina. Dado que los NTC son muy hidrofóbicos y tienden a aglomerarse, es necesario que se dispersen e interactúen con los componentes de la biopelícula; por lo que se evaluó el efecto de la concentración de DSS en la tensión superficial de las soluciones filmogénicas. De igual manera se realizaron pruebas reológicas dinámicas para obtener la respuesta viscoelástica como medida indirecta cualitativa del estado de dispersión de los NTC en las soluciones filmogénicas. Por otra parte para analizar la estabilidad térmica de las biopelículas, éstas se sometieron a termogravimetría. Para evaluar la estabilidad física de las biopelículas se construyeron isoterms de adsorción de humedad para obtener el contenido de humedad en la monocapa de éstas. En cuanto a las pruebas mecánicas a las que se sometieron las biopelículas se midió tanto la distancia de elongación como la fuerza de la tensión ante la fractura utilizando un texturómetro universal. La dureza y el módulo de Young se obtuvieron a partir de pruebas de nanoindentación. Las características morfo-estructurales fueron obtenidas por medio de microscopia de fuerza atómica (MFA), microscopia de barrido ambiental (MBA) y difracción de rayos X (DRX). Por último, se encontraron los valores de permeabilidad al vapor de agua y solubilidad de las biopelículas. De manera general se encontró que el aumento en la concentración de DSS disminuyó la tensión superficial de las soluciones filmogénicas, lo que permitió que los NTC se dispersaran; encontrando



una concentración micelar crítica (CMC) de DSS del 0.1% p/p. Las propiedades viscoelásticas de las soluciones filmogénicas con NTC fueron afectadas por el aumento en la concentración de DSS, obteniendo valores de  $G'$  mayores para la CMC de DSS. La distancia de elongación de las biopelículas de gelatina aumentó en un 168%, con el uso de los NTC con la CMC de DSS. La morfo-estructura cambio en el interior de las biopelículas más no en la superficie evidenciándose por los resultados obtenidos en DRX, MFA y MBA. Finalmente se concluyó que la adición de nanotubos proporciona una mejoría mecánica sin afectar las propiedades de barrera.

#### ABSTRACT

The manufacture of biodegradable packages from gelatin constitutes one of various alternatives for attempting to solve the environmental problems caused by plastic residues produced from petroleum derivatives. However, due to being highly hydrophilic with strong cohesive energy, gelatin biofilms are fragile and prone to cracking. Previous studies have shown that the use of nanoparticles, such as carbon nanotubes (CNT), contributes to improve the structural characteristics of the polymeric matrices from synthetic origin, since they have a high fracture resistance and elasticity. Thus, it is considered that CNT could modify the gelatin biofilms properties. The objective of this work was to characterize the mechanical, thermodynamic, and morfo-structural properties of gelatin biofilms nanostructured with CNT. To undertake this research, filmogenic solutions from a mixture of commercial gelatin, glycerol, CNT and sodium dodecyl sulphate (SDS), were prepared and poured in plates to obtain biofilms. Since the CNT are highly hydrophobic and tend to agglomerate, it was necessary to disperse them so that they interacted with the other biofilm components. So, the effect of SDS concentration on the filmogenic solutions surface tension was evaluated. Dynamic rheological tests to obtain a viscoelastic response, as an indirect qualitative measurement of the CNT dispersion state were also carried out. To study the thermal stability of the biofilms, these were subjected to thermogravimetric analysis. To evaluate the physical biofilms stability, moisture adsorption isotherms were undertaken to obtain water content of the biofilms monolayer. Respect to the mechanical properties, both the biofilms elongation at break and the



### CARACTERIZACIÓN MECÁNICA, TERMODINÁMICA Y MORFO-ESTRUCTURAL DE BIOPELÍCULAS NANOESTRUCTURADAS.

María Alejandra Ortiz Zarama, 2012

---

tensile strength were measured with a universal testing system. The hardness and Young modulus were obtained from nanoindentation measurements. The biofilms morpho-structural characteristics were obtained by atomic force microscopy (AFM), environmental scanning electron microscopy (ESEM) and X-ray diffraction (XRD). Finally, the biofilms water vapor permeability (WVP) and solubility were measured. Overall, it was found that the biofilms surface tension decreased as the SDS concentration increased, this allowed the CNT dispersion, being the SDS critical micelle concentration (CMC) 0.1% w/w. The viscoelastic properties of filmogenic solutions with CNT were affected by the SDS concentration, showing the highest elastic modulus ( $G'$ ) values, those with CMC of SDS. AFM, ESM and XRD showed that the biofilms morpho-structure changed inside the films but not on the surface. The CNT addition improved the overall mechanical properties without affecting the WVP.