

Proyecto de Análisis de Bioplásticos

NOVIEMBRE

2008

AUTORES

J. V. LÓPEZ ÁLVAREZ

M. PAZ ARRAIZA BERMÚDEZ – CAÑETE

AÍDA FERNANDO DE FUENTES

INFORME SOBRE
BIODEGRADABILIDAD
AERÓBICA DE
ENVASES PLASTICOS
BAJO CONDICIONES
DE COMPOSTAJE



POLITÉCNICA

CATEDRA ECOEMBES DE
MEDIO AMBIENTE



INDICE

1	Introducción	3
2	Objetivos	3
3	Metodología	3
4	Descripción del ensayo	5
4.1	Normas	5
4.2	Partes del Ensayo	5
4.3	Definiciones	6
4.4	Principio del Método	7
4.5	Condiciones de trabajo	7
4.6	Equipos y reactivos	7
4.7	Procedimiento operativo	8
5	Resultados	18
5.1	Cálculo de resultados	18
5.2	Validez de los resultados	19
5.3	Expresión de los resultados	19
6	Conclusiones	31
7	Referencias bibliográficas	32
8	Normas consultadas	33

1. Introducción

En el presente trabajo se ha determinado la biodegradabilidad de los envases plásticos según la norma EN 13432, detallada más adelante, y su compostabilidad, junto con aquellos requisitos para poder certificar que un producto fabricado con plásticos biodegradables es compostable.

Analizada la aplicación de la norma, se llevaron a cabo los ensayos de biodegradabilidad sobre distintos tipos de polímeros, en concreto los biopolímeros de BIOPLAST (almidón de patata), PHB (Polihidroxibutirato), PLA (Ácido Poliláctico) y PEBD con aditivo d2w (polímero sintético degradable).

2. Objetivos

El objetivo del estudio es la determinación de la biodegradabilidad final aeróbica y desintegración de materiales plásticos en condiciones de compostaje controladas, durante un período de 90 días.

3. Metodología

Existen normas internacionales que regulan y miden la velocidad de los procesos de degradación y de biodegradación de envases plásticos como de biopolímeros en general. Básicamente estas normas derivan de las ASTM norteamericanas, que con pequeñas modificaciones han pasado a ser ISO, a nivel internacional.

Los métodos de ensayo determinan la biodegradabilidad total y el grado de desintegración del material degradado. Se realiza bajo condiciones de simulación de un proceso de compostaje aeróbico intensivo.

El inóculo utilizado consiste en un derivado maduro de compost estabilizado a ser posible derivado del compostaje de la fracción orgánica del residuo sólido urbano. El material de ensayo se mezcla con el inóculo en una proporción entre 6 a 1 y se introduce en un recipiente estático donde se composta intensivamente bajo condiciones de oxígeno, temperatura y humedad óptimas durante un período de ensayo de no más de 6 meses.

Este método está diseñado, por tanto, para simular las condiciones de compostaje aeróbico para abono, de la fracción orgánica de los residuos sólidos urbanos mixtos.

Los productos finales de la biodegradación aeróbica del material de ensayo son: el dióxido de carbono, el agua, las sales minerales, y los nuevos constituyentes celulares microbianos (biomasa).

El dióxido de carbono generado se mide continuamente a intervalos regulares en recipientes de ensayo y de blanco para determinar la producción acumulada del mismo.

El porcentaje de biodegradación se mide mediante la relación entre el dióxido de carbono generado a partir del material de ensayo y la cantidad teórica máxima de dióxido de carbono que puede producirse a partir del material de ensayo. Así por ejemplo un 75% de biodegradación significa que un 75% de los átomos de carbono (C) presentes en el envase se convirtieron a dióxido de carbono (CO₂). El método también determina la velocidad del proceso de conversión, es decir, en cuánto tiempo se logra el porcentaje especificado de biodegradación. La incubación debe realizarse a una temperatura constante de aproximadamente 58 °C.

La segunda etapa del método, que es muy importante, es la medición de la desintegración es decir, la descomposición física del material plástico en muchos fragmentos pequeños. Esto es fundamental para que el envase pueda ser recuperado orgánicamente, que se desintegre en el procedimiento biológico sin que se observen efectos negativos en el proceso.

Según la Norma EN 13432, para que un envase plástico obtenga la etiqueta de “compostable”, debe cumplir los siguientes requisitos:

- Biodegradabilidad: 90% antes de seis meses
- Desintegrabilidad: la fragmentación y la pérdida de visibilidad del residuo en el compost final (ausencia de contaminación visual). El que el material tiene que estar desintegrado antes de 3 meses, con un tamaño inferior a 2 milímetros y que alcance al 90% de la masa inicial.

El certificado de “compostable”, junto a la etiqueta que lo acredita, distingue también entre bioplástico y plásticos convencionales, aun cuando estos sean biodegradables.

4. Descripción del ensayo

4.1 NORMAS

Las normas europeas que rigen el ensayo realizado son:

UNE 13432: 2001/AC. Envases y embalajes. Requisitos de los envases y embalajes valorizables mediante compostaje y biodegradación. Programas de ensayo y criterios de evaluación para la aceptación final del envase o embalaje.

ISO 14855-1: 2005. Determinación de la biodegradabilidad aeróbica final de materiales plásticos en condiciones de compostaje controladas, método según el análisis de Carbono generado. Parte I. Método General.

4.2 PARTES DEL ENSAYO

Se emplea como inóculo rico en microorganismos, derivado maduro de compost estabilizado procedente del compostaje de la fracción orgánica de residuos sólidos urbanos de Valdemingómez (Madrid).

Como material de referencia de control positivo se emplea TLC (cromatografía de capa fina) de grado celulosa con un tamaño de partícula de menos de 20 μm de diámetro.

Como fuente de nutrientes, se emplearon las distintas muestras a analizar, que son las que se detallan a continuación.

Tabla 1. Muestras ensayadas.

MUESTRA	PROCEDENCIA
Almidón de patata (BIOPLAST)	Sphere España
Plástico Oxodegradable (PEBD + d2w)	Symphony Ltd.
Polihidroxibutirato (PHB)	Goodfellow
Ácido Poliláctico (PLA)	Toledo -¿Se puede incluir el nombre de la empresa o al menos el sector en el que está?

4.3 DEFINICIONES

Biodegradabilidad aeróbica final. La descomposición de un compuesto orgánico por microorganismos en presencia de oxígeno en CO_2 , agua y sales minerales.

Compostaje. Proceso aeróbico para producir compost.

Desintegración. Descomposición física de un material en muchos fragmentos pequeños.

Sólidos secos totales. Cantidad de sólidos obtenidos tomando un volumen conocido de material de ensayo o compost y secándolo a unos 105°C a masa constante.

Sólidos volátiles. Cantidad de sólidos obtenidos restando el residuo de un volumen conocido de material de ensayo o compost después de incineración a 550°C a partir de los sólidos totales de la misma muestra.

Cantidad teórica de C generado, ThCO_2 . Cantidad máxima teórica de CO_2 generado después de la oxidación completa de un compuesto químico calculada a partir de su fórmula molecular y expresada en mg de CO_2 generado por mg o g de compuesto de ensayo.

Máximo nivel de biodegradación. Grado de degradación, medido en %, de un compuesto químico o materia orgánica, sobre el que no ha tenido lugar una posterior biodegradación durante el ensayo.

Fase de demora. Tiempo transcurrido en días hasta que se alcanza el 10% de la biodegradabilidad máxima.

Fase de biodegradación. Tiempo transcurrido en días hasta que se alcanza el 90% de la biodegradabilidad máxima.

Fase estacionaria. Tiempo transcurrido en días desde el final de la fase de biodegradación hasta el final del ensayo.

4.4 PRINCIPIO DEL MÉTODO

El método de ensayo determina la biodegradabilidad total y el grado de desintegración de un material de ensayo bajo condiciones de simulación de un proceso aeróbico intensivo.

4.5 CONDICIONES DE TRABAJO

La incubación debe realizarse en oscuridad o luz difusa, con oxígeno en saturación, temperatura constante ($58 \pm 2^\circ\text{C}$) y humedad aproximada de 50 %. El tiempo máximo de duración del ensayo es de 6 meses.

4.6 EQUIPOS Y REACTIVOS

Equipos

- Sistema de suministro de aire exento de CO_2 . Se empleó un compresor de aire conectado a botellas con una trampa de CO_2 para cada muestra.
- Aparatos de medida de CO_2 por absorción completa en una disolución básica.
- Tubos herméticos de aire para conectar los recipientes de compostaje con el suministro de aire y el sistema de medición de CO_2 .
- Equipo analítico para la determinación de sólidos secos totales, sólidos volátiles y carbono orgánico total (TOC).
- Biorreactores de 3 L de capacidad.
- Baños termostatizados.
- pHmetro, balanza, termómetros.

Reactivos

- Agua destilada.
- NaOH.
- HCl concentrado.
- Fenolftaleína (FNA).
- Heliantina (HNA).
- Papel Tornasol

4.7 PROCEDIMIENTO OPERATIVO

a. Preparación del inóculo

Como inóculo se empleó compost bien aireado procedente de una planta de compostaje aeróbico en túnel de residuos sólidos urbanos (20-30 días de edad). Debe ser homogéneo y estar libre de objetos, que se eliminaron manualmente (Imagen 1).

Se tamizó en malla de 0,5 - 1 cm. Se determinaron los sólidos secos totales (SST), que deben ser aproximadamente del 50%, y sólidos volátiles (SV), que han de ser del 15 % o 30 % de los SST. Se ajustó la humedad mediante la adición de agua o secado (Tabla 2).

Imagen 1. Inóculo (compost) sin tamizar (a) y tamizado (b).



Se mezcló 1 parte de inóculo con 5 partes de H₂O desionizada. Se agitó y se comprobó que el pH se encontraba dentro del rango establecido por la norma (7 a 9).

Durante el ensayo, tal y como especifica la norma, se verificó la actividad del control positivo (celulosa), comprobando que se degradó en un 70% al menos, y que el blanco produjo de 50 a 150 mg CO₂ por g de sólidos totales en los primeros 10 días del ensayo.

Tabla 2. Características del inóculo.

MATERIAL	% SST	% TOC	% SV
COMPOST	42,29%	21,14%	10,15%

b. Preparación del material de ensayo y referencia

Para cada uno de los materiales de ensayo así como el material de referencia (celulosa), se determinó el carbono orgánico total (TOC), equivalente a g (TOC) / g (sólidos secos totales) y los sólidos totales (SST) y volátiles (SV).

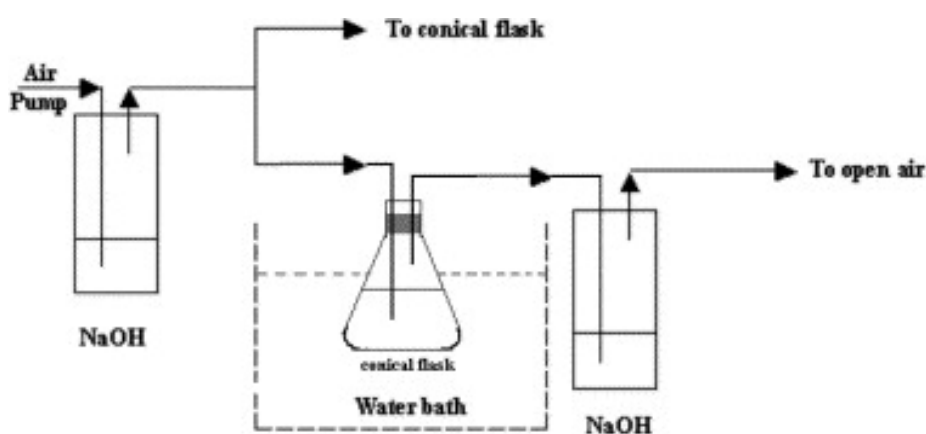
Así mismo, se comprobó que cada uno de los materiales de ensayo así como el material de referencia tenían la cantidad mínima de carbono orgánico para producir CO₂ en cantidad adecuada para la determinación, esto es, un mínimo de 50 g de sólidos secos totales con 20 g de TOC por recipiente (Tabla 3).

Tabla 3. Características de los materiales de referencia ensayo.

MATERIAL	% SST	% TOC	% SV
CELULOSA	47,80%	42,93%	13,90%
BIOPLAST	49,26%	54,03%	14,63%
PEBD	50,23%	80,49%	15,11%
PHB	49,52%	53,69%	14,76%
PLA	49,86%	48,45%	14,93%

Los materiales de ensayo como referencia se trocearon en un área máxima de 2 x 2 cm (Imágenes 2-5), excepto en el caso del PHB, en el que al provenir de una barra sólida, su dureza hizo imposible cortarla en esas dimensiones y hubo que rallarla (Imagen 6).

Figura 1. Esquema del equipo de ensayo



Fuente: Mohee R. et al. Waste Management 27 (2007) 1486-1493

Imagen 2. Material de referencia.



Imagen 3. BIOPLAST.



Imagen 4. PEBD con aditivo d2w.



Imagen 5. PLA.



Imagen 6. PHB.



c. Puesta en marcha del ensayo

Se prepararon los siguientes recipientes, de 3 L de capacidad cada uno:

- 3 para cada material de ensayo
- 3 para el material de referencia (celulosa)
- 3 para el blanco (compost)

Se mezcló masa seca de inóculo con masa seca de ensayo en proporción 6:1 mezclando bien y poniendo la misma cantidad de compost por recipiente, que se llenaron hasta unas $\frac{3}{4}$ partes de su volumen.

Se comprobó que el material debe tener un 50% de humedad o estar algo pegajoso y con agua cuando se presiona con la mano.

Se colocaron los recipientes en los baños a 58°C y se airearon con aire libre de CO₂ y agua (pasando el aire a través de botellas con una disolución de NaOH 0,1 M).

Se manejaron igual material de ensayo y referencia.

Imagen 7. Recipiente 1. Inóculo (Compost)



Imagen 8. Recipiente 2. Inóculo + Referencia (Celulosa)



Imagen 9. Recipiente 3. Inóculo + BIOPLAST



Imagen 10. Recipiente 4. Inóculo + PEBD



Imagen 11. Recipiente 5. Inóculo + PHB



Imagen 12. Recipiente 6. Inóculo + PLA



Imagen 13. Equipos de ensayo. Vista frontal.

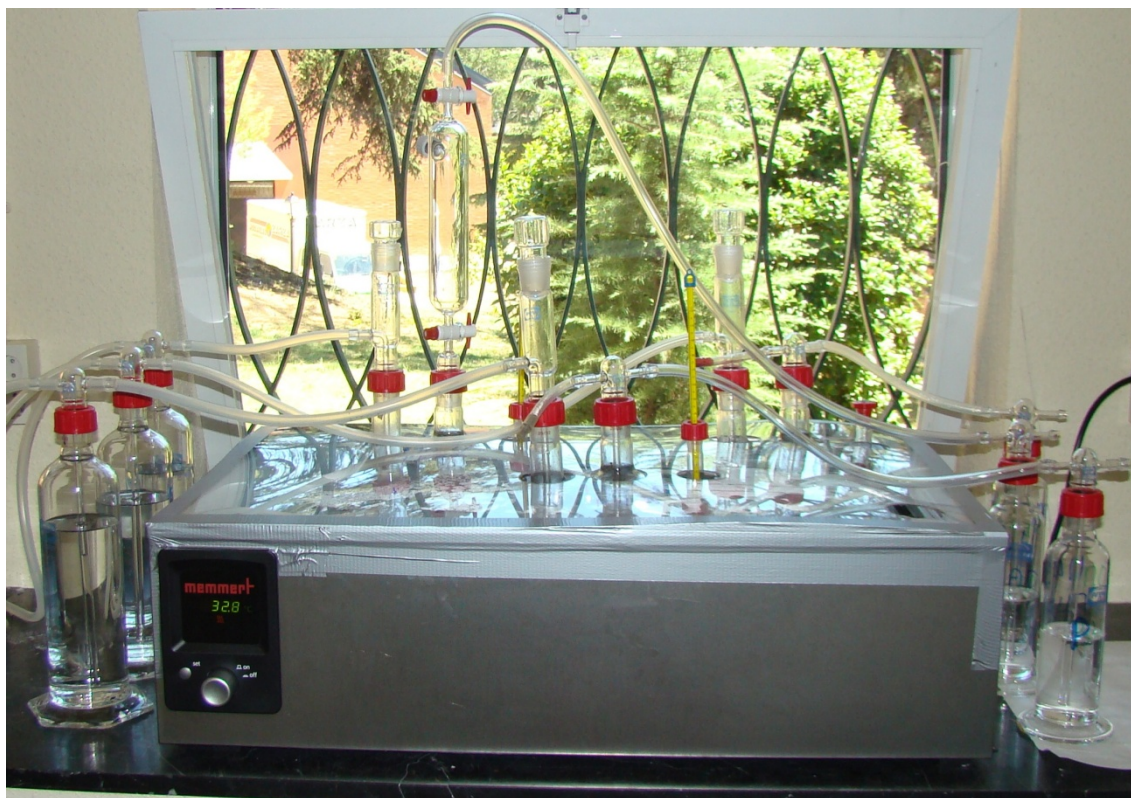


Imagen 14. Equipos de ensayo. Vista lateral.



Imagen 15. Equipos de ensayo. Detalle trampas CO₂.



d. Medidas

Se midió el CO₂ generado a intervalos regulares de tiempo, 1 vez al día. Los recipientes se agitaron semanalmente. Se controló que la humedad no fuese demasiado alta ni baja, en torno al 50%. Se midió el pH a intervalos regulares, comprobando que se encontraba en el rango de 7 a 9.

Para determinar el CO₂ generado se empleó el método de absorción completa en una disolución básica, basado en la reacción del CO₂ libre del agua con el hidróxido de sodio para formar bicarbonato de sodio. Para ello, se hizo pasar el gas procedente de cada recipiente por 200 ml de una disolución de NaOH 1 M, capaz de retener la totalidad de CO₂ generada cada día por cada uno de los materiales de ensayo.

Diariamente, se tomaron 10 ml de la muestra, se valoraron con HCl 0,05 M y FNA hasta cambio de color. Se anotaron los ml de HCl consumidos.

Así mismo, se comprueba que el compost no se ha secado ni tiene moho. Si se seca se añade agua desionizada, si tiene moho, se hace pasar aire seco.

e. Fin del ensayo

Tras 90 días de ensayo, se pesaron los recipientes con sus contenidos, se determinaron los sólidos secos totales y volátiles.

Se anotaron apreciaciones visuales en relación con la apariencia del material de ensayo para determinar su grado de desintegración.

Así mismo, a partir de los datos de CO₂ producido, se calculó la biodegradabilidad de cada uno de los materiales ensayados.

5. Resultados

Se determinó la biodegradabilidad de cuatro materiales plásticos (BIOPLAST, PEBD con aditivo d2w, PHB y PLA) así como la de un control positivo bajo condiciones de compostaje aerobio.

5.1 Cálculos de los resultados

A partir de los datos de SST y COT se calculó la cantidad teórica de CO₂ en gramos por recipiente (ThCO₂), que puede producirse por el material de ensayo utilizando la ecuación

$$ThCO_2 = M_{TOT} \cdot C_{TOT} \cdot 44/12$$

Donde M_{TOT} son los sólidos secos totales, en gramos, en el material de ensayo introducido en los recipientes de compostaje al principio del ensayo, C_{TOT} es la proporción de carbono orgánico total en los sólidos secos totales en el material de ensayo, en gramos por gramo, y 44 y 12 son la masa molecular del CO₂ y masa atómica del C respectivamente.

A partir de la cantidad acumulada de CO₂ liberada por cada uno de los recipientes, se calculó el porcentaje de biodegradación DT, de cada material de ensayo, utilizando la ecuación

$$D_T = \frac{(CO_2)_T - (CO_2)_B}{ThCO_2}$$

Donde (CO₂)_T es la cantidad acumulada de CO₂ generado por cada recipiente de compostaje que contiene el material de ensayo, en gramos por recipiente, (CO₂)_B es la cantidad acumulada media de CO₂ generado en los recipientes del blanco, en gramos por recipiente, y ThCO₂ es la

cantidad teórica de CO₂ que puede producir el material de ensayo, en gramos por recipiente.

Finalmente, se calculó el porcentaje de degradación por pérdida de peso y se determinó el grado de desintegración de cada uno de los materiales ensayados.

5.2 Validez de los resultados

Se comprobó la validez del ensayo según los parámetros establecidos por la norma ISO 14855. El ensayo se considera válido si

- El grado de biodegradación del material de referencia es más del 70% después de 45 días.
- La diferencia entre el porcentaje de biodegradación del material de referencia en los recipientes de compostaje es menor del 20% al final del ensayo.
- El inóculo en el blanco ha generado más de 50 mg y menos de 150 g de CO₂ por gramo de sólidos después de 10 días de incubación.

5.3 Expresión de los resultados

a. CO₂ producido

En la Tabla 4 se muestran los valores obtenidos de producción de CO₂ durante el período de ensayo. La Figura 2 muestra los datos referentes a la producción acumulada de CO₂ por cada uno de los materiales de ensayo, así como el del material de referencia.

b. Biodegradabilidad

A partir de los datos de CO₂ acumulado, se calcularon los valores correspondientes de biodegradabilidad, que se muestran en la Tabla 5, así como en la Figura 3.

Tabla 4. CO₂ acumulado producido por cada uno de los materiales (g)

DÍA	COMPOST	CELULOSA	BIOPLAST	PEBD	PHB	PLA
1	0,00	8,47	8,25	8,25	7,83	6,89
	0,63	25,58	17,69	16,08	15,24	14,05
5	1,16	45,04	26,16	23,78	23,14	21,19
	1,64	58,34	34,49	31,35	30,70	28,62
	2,46	70,00	43,09	39,17	38,10	36,12
	3,78	74,20	51,51	46,82	46,07	43,62
	5,36	84,40	59,64	54,22	56,43	51,09
	6,22	90,14	61,88	57,75	57,00	52,50
	7,07	95,18	64,35	59,25	58,50	54,55
	7,93	102,52	68,00	61,82	60,95	55,90
45	8,78	104,14	77,74	70,68	66,66	63,48
	9,63	106,33	85,64	77,86	70,80	67,10
	10,49	108,64	91,14	82,04	73,48	68,86
	11,34	110,67	92,25	82,20	76,61	70,70
	12,20	111,17	94,05	82,50	78,00	71,59
50	13,05	112,50	97,35	82,85	79,50	73,64
	13,91	113,82	100,61	83,05	82,44	75,45
	14,76	114,86	104,81	83,86	84,36	77,17
	15,62	116,92	107,00	84,46	85,78	78,01
	16,47	119,00	107,90	84,94	86,73	78,46
	17,33	119,09	113,57	85,50	90,75	80,23
55	18,18	121,21	113,85	85,94	91,50	80,45
	19,04	122,50	117,15	87,00	93,00	81,14
	19,89	123,79	118,96	87,75	93,48	81,87
	20,74	125,08	120,51	88,50	94,81	82,99
	21,60	126,38	121,58	88,50	95,32	83,44
60	22,45	127,67	123,61	90,71	97,50	84,08
	23,31	128,97	123,75	90,71	99,00	84,27
	24,16	130,27	125,40	90,71	100,50	84,41
	25,02	131,56	127,05	90,71	102,00	84,55
	25,87	132,86	129,08	91,14	103,03	84,70
65	25,87	134,16	129,08	91,81	103,03	85,06
	25,87	135,47	129,08	92,48	103,03	85,43
	25,87	136,77	129,08	93,15	103,03	85,79
	25,87	138,07	129,56	93,59	103,58	86,09
	25,87	139,38	129,56	94,26	103,58	86,45
70	25,87	140,69	129,56	94,93	103,58	86,82
	27,47	142,00	132,90	95,68	105,76	87,45
	28,17	143,31	134,31	96,69	107,25	88,28
	29,10	144,62	136,09	97,70	108,89	91,01
	29,10	145,93	136,09	98,37	108,89	91,38
75	29,10	146,70	136,09	99,04	108,89	91,74
	29,10	147,47	136,09	99,71	108,89	92,10

Tabla 4. (Continuación)

DÍA	COMPOST	CELULOSA	BIOPLAST	PEBD	PHB	PLA
80	29,10	147,47	136,09	100,38	108,89	92,47
	31,18	147,47	139,61	103,53	109,56	95,22
	31,84	151,16	141,88	104,73	110,35	97,72
	32,34	153,22	142,95	105,73	111,59	99,80
	33,08	154,19	144,12	106,60	112,51	102,77
	33,91	155,26	144,12	107,47	113,79	105,75
85	33,91	156,03	144,12	108,14	113,79	106,11
	33,91	156,03	144,12	108,82	113,79	106,48
	36,20	156,03	146,86	111,13	116,25	108,20
	36,53	158,52	147,67	112,12	117,72	110,72
	37,42	159,25	148,37	112,74	118,71	111,58
	37,42	159,89	148,37	113,41	118,71	111,94
90	37,42	160,66	148,37	113,41	118,71	111,94
	37,42	161,43	148,37	114,08	118,71	112,30

Figura 2. CO₂ acumulado producido por cada uno de los materiales (g)

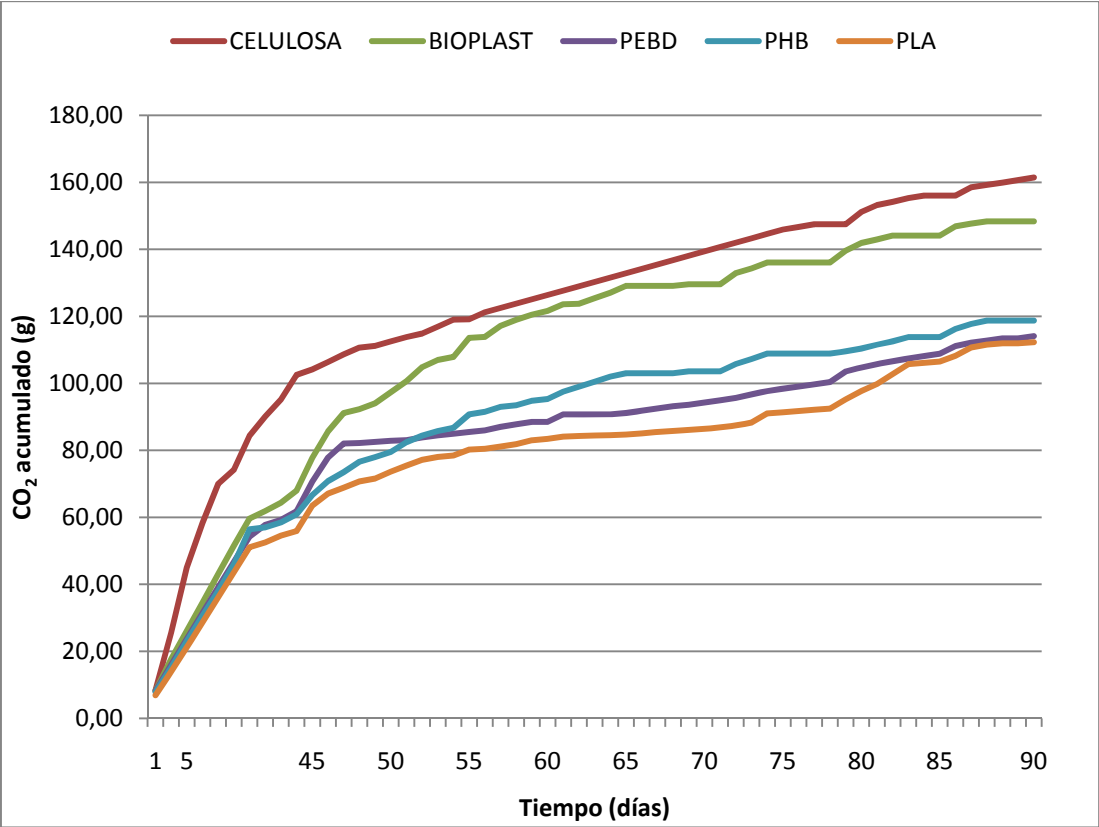


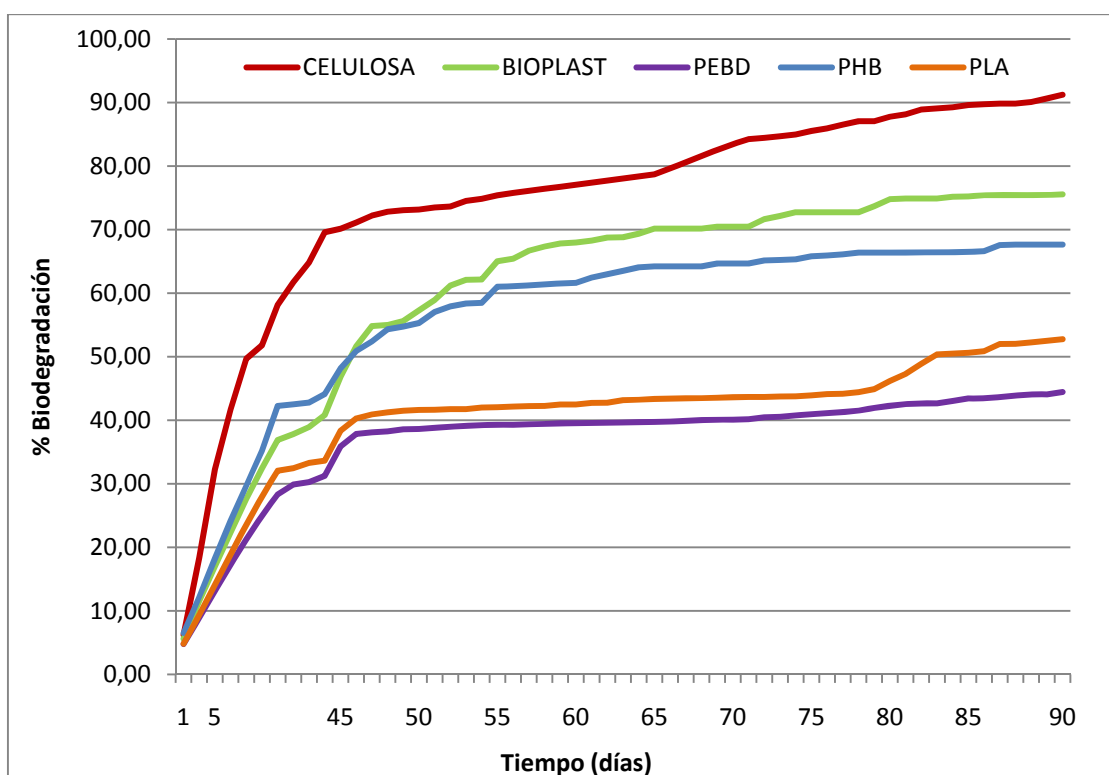
Tabla 5. Biodegradabilidad de cada uno de los materiales (%)

DÍA	CELULOSA	BIOPLAST	PEBD	PHB	PLA
1	6,23	5,61	4,78	6,51	4,83
	18,36	11,60	8,96	12,16	9,41
5	32,27	16,99	13,12	18,29	14,05
	41,71	22,33	17,23	24,19	18,92
	49,69	27,62	21,29	29,66	23,61
	51,80	32,44	24,96	35,20	27,94
	58,14	36,89	28,33	42,26	32,06
	61,73	37,83	29,88	42,50	32,45
	64,81	38,93	30,26	42,80	33,29
	69,58	40,83	31,25	44,12	33,64
45	70,15	46,88	35,89	48,17	38,36
	71,13	51,66	37,85	50,90	40,30
	72,20	54,82	38,10	52,42	40,93
	72,80	54,99	38,24	54,31	41,25
	73,06	55,64	38,59	54,76	41,51
50	73,15	57,30	38,63	55,29	41,62
	73,50	58,94	38,80	57,03	41,65
	73,63	61,21	39,02	57,92	41,74
	74,51	62,11	39,09	58,38	41,76
	74,86	62,14	39,27	58,47	42,02
55	75,41	65,03	39,29	61,01	42,05
	75,79	65,42	39,29	61,10	42,15
	76,11	66,69	39,35	61,24	42,22
	76,43	67,34	39,41	61,35	42,25
	76,75	67,81	39,53	61,55	42,48
60	77,07	67,96	39,55	61,63	42,48
	77,40	68,27	39,56	62,45	42,73
	77,72	68,75	39,58	62,99	42,75
	78,05	68,81	39,66	63,52	43,16
	78,37	69,35	39,71	64,06	43,22
65	78,70	70,15	39,74	64,21	43,36
	79,66	70,15	39,78	64,21	43,41
	80,61	70,15	39,92	64,21	43,46
	81,57	70,15	40,04	64,21	43,46
	82,53	70,48	40,07	64,67	43,55
70	83,49	70,48	40,10	64,67	43,65
	84,24	70,48	40,17	64,67	43,67
	84,45	71,66	40,48	65,15	43,67
	84,69	72,15	40,56	65,22	43,75
	84,97	72,72	40,77	65,33	43,76
75	85,53	72,72	40,94	65,81	43,92
	85,93	72,72	41,09	65,94	44,11
	86,50	72,72	41,33	66,10	44,18

Tabla 5. Continuación

DÍA	CELULOSA	BIOPLAST	PEBD	PHB	PLA
80	87,07	72,72	41,49	66,39	44,43
	87,07	73,70	41,96	66,39	44,90
	87,76	74,79	42,27	66,39	46,20
	88,14	74,91	42,55	66,39	47,30
	88,91	74,91	42,63	66,39	48,87
	89,09	74,91	42,65	66,46	50,37
85	89,25	75,18	43,04	66,46	50,48
	89,62	75,22	43,44	66,46	50,63
	89,73	75,41	43,45	66,61	50,88
	89,82	75,41	43,68	67,56	52,00
	89,82	75,41	43,83	67,65	52,02
	90,08	75,41	44,07	67,65	52,25
90	90,65	75,48	44,07	67,65	52,51
	91,22	75,54	44,46	67,65	52,76

Figura 3. % Biodegradabilidad de cada uno de los materiales de ensayo



c. Pérdida de masa

El porcentaje de biodegradabilidad se puede calcular también a partir de los pesos inicial y finales del material ensayado. En la Tabla 3 se muestran los resultados obtenidos en cuanto a la variación del peso de las muestras antes y después del ensayo. Las medidas se refieren a peso seco. Tanto peso inicial como restante se refiere a la mezcla de material de ensayo y compost. Los cálculos se han hecho referidos a cada uno de los materiales.

Tabla 3. Pesos de las muestras (peso seco, g)

MUESTRA	Peso Inicial	Peso restante	% Pérdida de masa
CELULOSA	350,00	29,00	91,71
BIOPLAST	350,00	85,00	75,71
PEBD	350,00	190,00	45,71
PHB	322,40	100,00	68,98
PLA	350,00	162,00	53,71

d. Grado de desintegración.

El grado de desintegración determina la descomposición física en fragmentos de inferior tamaño del material ensayado. Su apreciación puede hacerse visualmente. En las imágenes siguientes se muestran los materiales de ensayo antes y después de la degradación.

La medición de la desintegración determina la descomposición física del material plástico en muchos fragmentos pequeños. Esto es fundamental para que el envase pueda ser recuperado orgánicamente, que se desintegre en el procedimiento biológico sin que se observen efectos negativos en el proceso.

Según requisitos marcados por la Norma EN 13432, la desintegrabilidad consiste en la fragmentación y la pérdida de visibilidad del residuo en el compost final (ausencia de contaminación visual). El material tiene que estar desintegrado antes de 3 meses, con un tamaño inferior a 2 milímetros.

Imagen 16. Muestra 1 (compost) (a) antes y (b) después del ensayo



Imagen 17. Muestra 2 (CELULOSA) (a) antes y (b) después del ensayo



Imagen 18. Muestra 3 (BIOPLAST) (a) antes y (b) después del ensayo



Imagen 19. Muestra 4 (PEBD) (a) antes y (b) después del ensayo



Imagen 20. Muestra 5 (PHB) (a) antes y (b) después del ensayo



Imagen 21. Muestra 6 (PLA) (a) antes y (b) después del ensayo



6. Conclusiones

En el presente trabajo se ha determinado la biodegradabilidad de los envases plásticos según la norma EN 13432, y su desintegrabilidad. Para ello, se llevaron a cabo los ensayos de biodegradabilidad sobre distintos tipos de polímeros, en concreto los biopolímeros de BIOPLAST, PHB, PLA y polímeros sintéticos degradables (PEBD + aditivo d2w).

Los resultados en cuanto a porcentaje de biodegradabilidad y grado de desintegración son los siguientes.

La **celulosa**, o control positivo, alcanzó el 70 % de biodegradación en el día 45, tal y como establece la Normativa para que el ensayo se considere válido.

Al final del ensayo (90 días) la celulosa había alcanzado un 91,22 % de degradación, calculado por el método de CO₂ producido y muy similar al valor obtenido por el método de pérdida de masa (91,72%).

Al final del ensayo no se distinguían fragmentos de celulosa en los restos de la mezcla superiores a 2 mm (Imagen 17).

El material de ensayo **BIOPLAST** alcanzó en el período de ensayo un 75,41% de biodegradación, calculado por el método de CO₂ producido y muy similar al valor obtenido por el método de pérdida de masa (75,71%).

Al final del ensayo se distinguían pocos fragmentos del material en los restos de la mezcla superiores a 2 mm (Imagen 18).

El material de ensayo **PEBD** alcanzó en el período de ensayo un 44,46% de biodegradación, calculado por el método de CO₂ producido y muy similar al valor obtenido por el método de pérdida de masa (45,71%).

Al final del ensayo se distinguían abundantes fragmentos del material en los restos de la mezcla superiores a 2 mm (Imagen 19).

El material de ensayo **PHB** alcanzó en el período de ensayo un 67,65% de biodegradación, calculado por el método de CO₂ producido y muy similar al valor obtenido por el método de pérdida de masa (68,98%).

Al final del ensayo no se distinguían fragmentos del material en los restos de la mezcla superiores a 2 mm (Imagen 20).

El material de ensayo **PLA** alcanzó en el período de ensayo un 52,76% de biodegradación, calculado por el método de CO₂ producido y muy similar al valor obtenido por el método de pérdida de masa (53,71%).

Al final del ensayo se distinguían algunos fragmentos del material en los restos de la mezcla, en la imagen no tan apreciables dado que se trata de un material transparente (Imagen 21).

7. Referencias bibliográficas

Calmon A. et al. An automated test for measuring polymer degradation. *Chemosphere* 41 (2000) 645 – 651.

Gaurav Kale, Rafael Auras, Sher Paul Singh and Ramani Narayan (2007). Biodegradabilidad de las botellas de ácido poliláctico en situación real y simuladas las condiciones de compostaje.

Iovino R., R. Zulloa, M.A. Raob, L. Cassara and L. Gianfredab (2007). Biodegradación de poli (ácido láctico) / almidón / coco biocomposites bajo condiciones de compostaje controlado.

Itria R. F., Luppi L. I. and L. A. de Tullio. Estudio comparativo de ensayos de biodegradabilidad. *Recursos Naturales y Ambiente*, 4º Jornadas de Desarrollo e Innovación. Nov. 2002.

Mohee, R. et al., Biodegradability of biodegradable/degradable plastic material. *Waste Management* (2007), doi: 10.1016/j.wasman.2007.07.003.

Mohee, R., G. Unmar. Determining biodegradability of plastic materials under controlled and natural composting environments. *Waste Management* 27 (2007) 1486 – 1493.

Rudeekit Y. et al. Comparative degradation of biodegradable plastics by aerobic microorganism using ASTM 5338-98 (03) and ASTM D 5988-03 as Standard Methods.

Vázquez – Rodríguez G. et al. Effect of the inoculation level in aerobic biodegradability tests of polymeric materials. *International Biodeterioration & Biodegradation* 58 (2006) 44 – 47.

8. Normas consultadas

UNE 13432: 2001/AC. Envases y embalajes. Requisitos de los envases y embalajes valorizables mediante compostaje y biodegradación. Programas de ensayo y criterios de evaluación para la aceptación final del envase o embalaje.

UNE-EN ISO 14851:2005. Determinación de la biodegradabilidad aeróbica final de los materiales plásticos en medio acuoso. Método según la medición de la demanda de oxígeno en un respirómetro cerrado (ISO 14851:1999)

UNE-EN ISO 14852:2005. Determinación de la biodegradabilidad aeróbica final y desintegración de materiales plásticos en condiciones de compostaje controladas. Método según el análisis de dióxido de carbono generado (ISO 14852:1999).

UNE-EN ISO 14852:2005. Determinación de la biodegradabilidad aeróbica final de los materiales plásticos en medio acuoso. Método según el análisis de dióxido de carbono generado (ISO 14852:1999)

UNE-EN ISO 14855-1: 2005. Determinación de la biodegradabilidad aeróbica final de materiales plásticos en condiciones de compostaje controladas, método según el análisis de Carbono generado. Parte I. Método General.

UNE-EN ISO 17556:2005: Plásticos. Determinación de la biodegradabilidad aeróbica última en el suelo mediante la medición de la demanda de oxígeno en un respirómetro o bien mediante la cantidad de dióxido de carbono generada (ISO 17556:2003).