



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

**Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la
Producción**

**“Síntesis, caracterización y predicción de propiedades mecánicas
de materiales compuestos de alcohol polivinílico reforzados con
microcelulosa”**

TESIS DE POSTGRADO

Previo a la obtención del Título de:

MAGÍSTER EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

Presentada por:

Carolina del Carmen Massay Aldaz

GUAYAQUIL - ECUADOR

Año: 2024

AGRADECIMIENTO

Agradezco a Dios, a la guía y orientación de mi tutor, el Dr. Haci Baykara. Así como al Centro de Investigación y Desarrollo en Nanotecnología (CIDNA) y al Dr. Carlos Cuenca del Laboratorio de Mecánica de Sólidos, que me han permitido desarrollar de manera exitosa la parte experimental de este trabajo de investigación. También, deseo agradecer al Ing. José Sigüenza por su colaboración con la implementación de la red neuronal convolucional.

DEDICATORIA

Dedico este trabajo de investigación a Dios, a mi padre el Ing. Eddie Guillermo Massay Reyes, a mi madre Ana de los Ángeles Aldaz Acosta y a mi hermano Guillermo Alejandro Massay Aldaz, por su ayuda y apoyo constante. A mi esposo Gabriel Eduardo Pazmiño Villegas, porque siempre me inspira a superarme todos los días. Y a mi tío, el Tnlgo. José Oswaldo Aldas Acosta porque siempre me ha incentivado y apoyado en todo lo que he emprendido.

TRIBUNAL DE TITULACIÓN

Rómulo Salazar González, Ph.D.
DECANO DE LA FIMCP
PRESIDENTE

Haci Baykara Ph.D.
DIRECTOR DE TESIS

Mauricio Cornejo Ph.D.
CODIRECTOR DE TESIS

Eduardo Andrés Morales H., MSc.
VOCAL

DECLARACIÓN EXPRESA

“La responsabilidad del contenido de esta tesis de grado, me corresponden exclusivamente; y el patrimonio intelectual del mismo a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”

Carolina del Carmen Massay Aldaz

RESUMEN

El presente trabajo investigativo se enfoca en la síntesis de materiales compuestos de alcohol de polivinilo reforzados con microcelulosa y en su caracterización usando las técnicas de difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido, microscopía óptica, espectrometría infrarroja por transformada de Fourier y análisis termogravimétrico integrado con calorimetría diferencial de barrido. Así como también se centra en la implementación de dos algoritmos de inteligencia artificial: aprendizaje automático de regresión y de redes neuronales convolucionales para predecir la resistencia a la tensión en materiales poliméricos compuesto empleando la plataforma online de Google Colab y el software de programación Python. Se desarrolló exitosamente microcelulosa a partir de fibras de coco y películas de material compuesto reforzado con la microcelulosa obtenida usando el método de evaporación del solvente asistido con sonicación. Una potencial aplicación para los materiales compuestos desarrollos puede estar relacionado con el embalaje biodegradable para reducir el impacto ambiental que se genera con la producción de plásticos convencionales y de un solo uso. Con los resultados del ensayo de tensión se concluyó que el material compuesto que posee la mayor resistencia a la tensión es el reforzado con 3% de microcelulosa con un valor de 18.74 MPa y una desviación estándar de 3.19. Sin embargo, la resistencia a la tensión de los materiales compuestos no sobrepasa la del alcohol de polivinilo puro, lo cual puede haber ocurrido debido a la dispersión no homogénea de la celulosa en la matriz. Se determinó que el modelo de árboles extremadamente aleatorizados optimizado mediante el método bayesiano con un coeficiente de determinación de 0.8492 para la etapa de entrenamiento y 0.7921 para la etapa de prueba, predice los resultados de resistencia a la tensión con más precisión en comparación con los modelos de árboles de decisión y aumento de gradiente extremo. También, se comprobó que las redes neuronales convolucionales predicen satisfactoriamente ($\text{Hit}_5 = 76.69$ y $\text{Hit}_{10} = 93.61$) los resultados de resistencia a la tensión de materiales compuestos polimérica usando imágenes de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
CAPÍTULO 1.....	1
1 INTRODUCCIÓN.....	1
1.1 Planteamiento del problema.....	1
1.2 Justificación del problema	4
1.3 Objetivos.....	6
1.3.1 Objetivo general.....	6
1.3.2 Objetivos específicos	6
CAPÍTULO 2.....	7
2 MARCO TEÓRICO	7
2.1 Polímero	7
2.1.1 Tipos de polímeros según su cadena.....	7
2.1.2 Tipos de polímeros según la naturaleza de los monómeros	8
2.1.3 Tipos de polímeros según su origen.....	9
2.2 Alcohol de polivinilo	9
2.3 Celulosa.....	10
2.4 Materiales compuestos poliméricos	10
2.4.1 Interacción entre la matriz y la fibra de reforzamiento.....	11
2.4.2 Tipos de materiales compuestos de acuerdo con la naturaleza del material	12
2.4.3 Tipos de materiales compuestos según la forma del material	12
2.4.4 Métodos de elaboración de películas de material compuesto.....	13
2.5 Inteligencia artificial (IA).....	14
2.6 Aprendizaje automático.....	14
2.6.1 Aprendizaje supervisado	14
2.6.2 Aprendizaje no supervisado.....	15
2.6.3 Aprendizaje semi-supervisado.....	15
2.7 Aprendizaje profundo	15
2.7.1 Redes neuronales convolucionales	16
2.8 Transferencia de aprendizaje.....	17
CAPÍTULO 3.....	18
3 METODOLOGÍA.....	18
3.1 Materia prima.....	18

3.2	Síntesis de la microcelulosa a partir de fibra de coco	18
3.2.1	Tratamiento hidrotérmico.....	18
3.2.2	Tratamiento alcalino	20
3.2.3	Hidrólisis ácida asistida con sonicación	21
3.2.4	Síntesis de materiales compuestos de alcohol polivinílico reforzado con microcelulosa	22
3.3	Microscopía electrónica de barrido	24
3.4	Microscopía óptica.....	25
3.5	Difracción de rayos X	25
3.6	Espectrometría infrarroja por transformada de Fourier.....	25
3.7	Análisis termogravimétrico integrado con calorimetría diferencial de barrido	25
3.8	Resistencia a la tensión	26
3.9	Aprendizaje automático.....	27
3.9.1	Modelos de regresión.....	27
3.9.2	Métricas para evaluar el rendimiento del modelo.....	28
3.9.3	Implementación del modelo	29
3.9.4	Optimización de hiperparámetros	29
3.10	Redes neuronales convolucionales	30
3.10.1	Preparación de las imágenes.....	30
3.10.2	Arquitectura del modelo de transferencia de aprendizaje.....	31
CAPÍTULO 4.....		33
4	RESULTADOS	33
4.1	Microscopía electrónica de barrido	33
4.2	Microscopía óptica.....	35
4.3	Espectrometría infrarroja por transformada de Fourier.....	36
4.4	Difracción de rayos X	38
4.5	Análisis termogravimétrico integrado con calorimetría diferencial de barrido	40
4.6	Resistencia a la tensión	44
4.7	Aprendizaje automático.....	46
4.7.1	Implementación de los modelos de aprendizaje automático	47
4.7.2	Optimización de los modelos de aprendizaje automático	49
4.8	Redes neuronales convolucionales	51
4.8.1	Aumento de datos.....	52
4.8.2	Optimización de hiperparámetros de la red neuronal convolucional.....	53

4.8.3 Rendimiento de la red neuronal convolucional	54
4.8.4 Resultados de la red neuronal convolucional.....	55
CAPÍTULO 5.....	57
5 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	57
5.1 Conclusiones	57
5.2 Recomendaciones	57
BIBLIOGRAFÍA	
ANEXOS	

ABREVIATURAS

ANOVA	Análisis de varianza
ASTM	Sociedad Estadounidense para Pruebas y Materiales.
ESPAC	Encuesta de Superficie y Producción Agropecuaria Continua
IA	Inteligencia artificial
Google Colab	Google Colaboratory
MAE	Error absoluto medio
MAPE	Error de porcentaje absoluto medio
MSE	Error cuadrático medio
RMSE	Raíz del error cuadrático medio
TEMPO	2,2,6,6-tetrametilpiperidin-1-oxilo

SÍMBOLOGÍA

g	Gramos
mg	Miligramos
cm	Centímetros
mm	Milímetros
μm	Micrómetros
cm ⁻¹	Número de onda
g/cm	Gramos dividido para centímetros
mL	Mililitros
g/mL	Gramos dividido para mililitros
% m/m	Porcentaje masa dividido para masa
mm/min	Milímetros sobre minutos
MPa	Mega pascales
mPa-s	Mega pascales por segundo
°C	Grados centígrados
Kv	Kilo voltios
pA	Pico amperio
J/g	Joule dividido para gramos

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1.1. Estructura de la celulosa.....	1
Figura 2.1. Estructura del alcohol de polivinilo.....	10
Figura 2.2. Esquema del material compuesto polimérico desarrollado en este estudio.....	11
Figura 3.1. Material de reforzamiento: a) Fibra de coco, b) Fibra de coco lavada con agua destilada y secándose en el horno y c) Fibra de coco de largo de 0.5 a 1 cm.....	18
Figura 3.2. Tratamiento hidrotérmico realizado a la fibra de coco.....	19
Figura 3.3. Productos de la descomposición de la hemicelulosa.....	19
Figura 3.4. Tratamiento alcalino realizado a la fibra de coco.....	20
Figura 3.5. Posible mecanismo de reacción del hidróxido de sodio actuando como catalizador para la despolimerización de la lignina presente en las fibras vegetales.....	20
Figura 3.6. Hidrólisis ácida de la celulosa asistida con sonicación.....	21
Figura 3.7. Mecanismo de reacción de la hidrólisis ácida de la celulosa.....	22
Figura 3.8. Elaboración de las películas de material compuesto mediante el método de evaporación de solvente asistido con sonicación.....	23
Figura 3.9. Películas de material polimérico: a) Alcohol de polivinilo, b) PVA_MCC_1, c) PVA_MCC_3 y d) PVA_MCC_5.....	23
Figura 3.10. Estructura del material compuesto consistente en una matriz polimérica de alcohol de polivinilo reforzada con celulosa.....	24
Figura 3.11. Ensayo de tensión a los materiales compuestos: a) Alcohol de polivinilo, b) PVA_MCC_1, c) PVA_MCC_3 y d) PVA_MCC_5.....	26
Figura 4.1. Análisis SEM de la microcelulosa sintetizada.....	33
Figura 4.2. Análisis SEM de los materiales compuestos reforzados con microcelulosa.....	34
Figura 4.3. Microscopía óptica del alcohol de polivinilo y los materiales compuestos reforzados con microcelulosa.....	35
Figura 4.4. FTIR de la microcelulosa.....	37
Figura 4.5. FTIR del alcohol de polivinilo puro y los materiales compuestos poliméricos.....	37
Figura 4.6. Reacción de hidrólisis para la síntesis del alcohol de polivinilo.....	38
Figura 4.7. Hidrólisis parcial y completa del acetato de polivinilo.....	38
Figura 4.8. Difractograma de rayos X de la celulosa.....	40
Figura 4.9. Difractograma de rayos X de los materiales compuestos poliméricos.....	40
Figura 4.10. Análisis termogravimétrico integrado con calorimetría diferencial de barrido de la microcelulosa y los materiales compuestos poliméricos.....	42
Figura 4.11. Reacción de degradación del alcohol de polivinilo.....	43
Figura 4.12. Resultados de la resistencia a la tensión de los materiales compuestos poliméricos.....	46
Figura 4.13. Mapa de calor de correlación de Pearson de las variables estudiadas en el algoritmo de aprendizaje automático.....	47
Figura 4.14. Gráficas de error de los modelos iniciales.....	48
Figura 4.15. Gráficas de error de los modelos optimizados.....	50
Figura 4.16. Imágenes de microscopía óptica de los materiales compuestos: a) material compuesto PVA_MCC_3, b) imagen re-escalada a 250x250, c) imagen obtenida con la técnica de aumento de datos.....	52

Figura 4.17. Imágenes de microscopía electrónica de barrido de los materiales compuestos: a) material compuesto PVA_MCC_1, b) imagen obtenida con la técnica de aumento de datos.....	53
Figura 4.18. Comportamiento de la función de pérdida vs. el número de corridas de la red neuronal convolucional.....	55
Figura 4.19. Diagrama de cajas para los resultados de tensión de los materiales compuestos: a) los valores obtenidos por el modelo de redes neuronales convolucionales y b) valores experimentales.....	56

ÍNDICES DE TABLAS

	Pág.
Tabla 3.1. Materiales compuestos.....	24
Tabla 3.2. Características del modelo de red neuronal convolucional.	32
Tabla 3.3. Rango de los hiperparámetros a optimizar.....	32
Tabla 4.1. Pérdida de masa de cada fase de degradación para la microcelulosa, alcohol de polivinilo y material compuesto.	42
Tabla 4.2. Residuo final después de realizar el análisis termogravimétrico para la microcelulosa, el alcohol de polivinilo y los materiales compuestos.....	44
Tabla 4.3. Análisis de calorimetría diferencial de barrido para cada una de las etapas de degradación de la microcelulosa, el alcohol de polivinilo y los materiales compuestos.	44
Tabla 4.4. Resultados del ensayo de tensión.	45
Tabla 4.5. Métricas de los modelos de aprendizaje automático.....	49
Tabla 4.6. Métricas de los modelos de aprendizaje automático optimizados.....	50
Tabla 4.7. Hiperparámetros para el modelo de árboles extremadamente aleatorizados.	51
Tabla 4.8. Hiperparámetros óptimos para el modelo de aumento de gradiente extremo.....	51
Tabla 4.9. Hiperparámetros óptimos para el modelo de árboles de decisión.....	51
Tabla 4.10. Conjunto de hiperparámetros óptimos para la red neuronal convolucional.	53
Tabla 4.11. Resultados del rendimiento de la red neuronal convolucional.....	54
Tabla 4.12. Resultados del rendimiento de la red neuronal convolucional.....	55

CAPÍTULO 1

1 INTRODUCCIÓN

1.1 Planteamiento del problema

Los polímeros sostenibles proponen una alternativa amigable con el medioambiente a la producción actual de plásticos convencionales, los cuales tienen un fuerte impacto ambiental y usan derivados del petróleo como materia prima [1]. Por este motivo, es relevante el estudio de los materiales compuestos, dado que se plantean como polímeros amigables con el medio ambiente que pueden usar celulosa obtenida a partir de fibras vegetales como reforzamiento, lo cual mejora sus propiedades mecánicas [2] y reduce el calentamiento global. La celulosa está conformada por unidades de glucosa que se encuentran unidas por enlaces glicosídicos 1,4 – β , adicionalmente este polímero, el más abundante en la tierra, contiene en su estructura química tres grupos hidroxilos, como se puede observar en la Figura 1 [3].

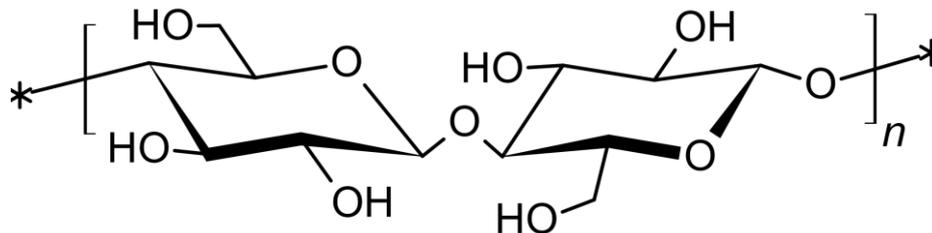


Figura 1.1. Estructura de la celulosa.

Fuente: Adaptado de Miao *et al.* [3].

La celulosa se puede obtener a partir de varios tipos de materia prima como hojas, paja, semillas, pasto, fibras textiles y de frutas [2]. Entre ellas, se encuentra la fibra de coco que es un desperdicio que se genera en el procesamiento del coco, pero que puede ser usado para obtener celulosa por su composición química y excelentes propiedades mecánicas [4]. Esto se evidencia en varios estudios previos que han sintetizado celulosa a partir de la fibra de coco [5], [6], [7], [8], [9], [10]. Debido a que la fibra de coco tiene un alto contenido de celulosa, dado que su composición química consiste en un 31.6% de celulosa, 25.5% de hemicelulosa y 35.1% de lignina [11]. Además, la fibra de coco posee excelentes propiedades mecánicas, puesto que su resistencia es de 131- 175 MPa, el módulo de tensión se encuentra en el rango de 4000 - 6000 MPa, tiene una elongación al quiebre de 15-40% y una densidad de 1.15 g/cm [12].

En el año 2021, la producción global de coco fue alrededor de 63.7 millones de toneladas, esto plantea un grave problema ambiental dado que las empresas no suelen procesar la fruta entera, sino solo ciertas partes como la carne o el agua del coco, lo que genera residuos como la fibra de coco. Dado que, durante ese mismo año, la generación de fibra de coco fue alrededor de 1.29 millones de toneladas en

el mundo. Específicamente en India, uno de los mayores productores de coco a nivel mundial, durante el año 2021 se procesaron 14.3 millones de toneladas de coco, lo que generó 591000 toneladas de fibra de coco [13]. Por otra parte, en Ecuador se han investigado diferentes usos para los residuos agroindustriales que contienen fibra de coco. Uno de los usos que se le puede dar a este desecho industrial es emplearlo como absorbente en tratamientos de agua para remover la cafeína de agua residual [14], [15]. También, varios estudios [16], [17] investigaron acerca del uso de la fibra de coco como material de reforzamiento en el concreto para mejorar propiedades como densidad, tenacidad y elongación al quiebre. También evaluaron el crecimiento de grietas y su propagación con dos condiciones diferentes de secado (viento y aire simulado en laboratorio) para estudiar la contracción plástica en el concreto. Otro uso que puede tener la fibra de coco es como biomaterial de sutura por sus propiedades de degradación rápida, adhesión antibacteriana y antiincrustante [18]. Además, la cascara de coco también puede ser usada como sustrato para la producción de seta de cardo durante el proceso de fermentación [19].

La matriz polimérica del material compuesto que se desarrolló en el presente estudio es el alcohol de polivinilo, el cual es un polímero biodegradable que es sintetizado por la hidrólisis del aceto de polivinilo [20]. Este polímero es termoplástico, soluble en agua, no tóxico y su solubilidad en agua se debe a los tres grupos hidroxilos en su estructura [21]. Las películas de materiales compuestos de alcohol polivinílico pueden ser preparados usando el método de evaporación de solvente, este consiste en disolver al alcohol de polivinilo en agua y las películas de plástico resultantes se obtienen por la evaporación del agua en la solución acuosa [22]. La celulosa es usada para reforzar las películas de los compuestos de alcohol polivinílico para mejorar sus propiedades mecánicas [23].

Se han realizado numerosos estudios sobre el desarrollo de materiales compuestos de alcohol polivinílico reforzados con microcelulosa. Senusi *et al.* [24] sintetizó microcelulosa a partir de los troncos de palma aceitera para elaborar biocompuestos que evalúen la resistencia a la tensión con respecto a tres diferentes composiciones de microcelulosa (0.5% m/m, 1% m/m y 1.5% m/m). Chin *et al.* [25] investigó sobre el efecto de emplear microcelulosa obtenida de la paja de arroz en las propiedades mecánicas de 5 biocompuestos con diferentes cantidades de microcelulosa (0 % m/m, 2.5% m/m, 5% m/m, 7.5% m/m y 10 % m/m) en la matriz de alcohol de polivinilo. También Sharma *et al.* [26] investigó sobre el uso de celulosa fabricada a partir de paja de arroz en materiales compuestos como refuerzo empleando diferentes proporciones (0% m/m, 15% m/m, 20% m/m, 25% m/m y 30% m/m) para evaluar la resistencia a la tensión, el módulo de Young y el porcentaje de elongación a la ruptura. Por otra parte, Zhang *et al.* [27] estudio diferentes partes de la paja de arroz como la cáscara de arroz, las hojas de arroz y la médula de la planta de arroz para utilizarlos como materia prima para la elaboración de celulosa que actúa como material de refuerzo dentro de la matriz polimérica de alcohol de polivinilo. Se encontró que la celulosa sintetizada a partir de la cáscara de arroz presenta una mayor estabilidad térmica y el valor más alto de resistencia a la tensión y. De manera similar, Ren *et al.* [28] empleo diferentes materias primas (tallo de alcachofa de Jerusalén, tallo de sorgo dulce, granos de

destilerías y residuo de hierba China) en la síntesis de microcelulosa para analizar el impacto en las propiedades mecánicas de materiales compuestos que la usan como material de reforzamiento. Syafri *et al.* [29] empleo las hojas de la planta *Agave gigantea* para sintetizar celulosa y someterlas a diferentes condiciones como tratamientos de molienda para la obtención de granos ultrafinos y de sonicación durante 1 y 2 horas con el objetivo de analizar como estos tres diferentes tratamientos afectan la resistencia a la tensión del material compuesto obtenido. Singhaboot *et al.* [30] empleo el método de fermentación para obtener celulosa a partir de la cepa *Komagataeibacter intermedius* y utilizarla como material de refuerzo en proporciones de 0%, 10%, 20%, 30% y 40% en una matriz polimérica de alcohol de polivinilo con el fin de evaluar su efecto en la resistencia a la tensión, módulo de Young y elongación a la rotura. Tan *et al.* [31] sintetizo celulosa empleando como materia prima racimos de fruta vacía de aceite de palma y evaluó mediante un análisis de varianza (ANOVA) tres parámetros relevantes (tiempo, temperatura y concentración del ácido sulfúrico) en el tratamiento de la hidrólisis ácida. Adicionalmente, investigo sobre el efecto de diferentes proporciones de celulosa (0% m/m, 1% m/m, 2.5% m/m y 5% m/m) en materiales compuesto de alcohol de polivinilo. Boroujeni *et al.* [32] evaluó el efecto de tres diferentes ácidos (ácido oxálico, ácido cítrico y ácido sulfúrico) durante la hidrólisis ácida realizada a las fibras de cáñamo desgomado para la obtención de microcelulosa. Con el objetivo de evaluar el efecto de estos tres diferentes ácidos sobre propiedades mecánicas como la resistencia a la tensión, el módulo de Young y la elongación a la rotura. En cambio, otras investigaciones [33], [34] analizan el efecto de variar la proporción de alcohol de polivinilo y mantener el mismo contenido de celulosa en los materiales compuestos de alcohol de polivinilo.

También se ha investigado sobre la predicción de propiedades de polímeros usando algoritmos de aprendizaje automático. Mahajan *et al.* [35] llevo a cabo la implementación de un modelo de redes neuronales artificiales para predecir la resistencia a la tensión y el módulo de Young de siete tipos de matrices poliméricas reforzadas con fibras cortas de coco a través de cinco tipos de procesos de manufactura. Además, para incrementar el rendimiento del modelo realizaron una optimización del conjunto de hiperparámetros usando el método de búsqueda de cuadrícula. Özkan *et al.* [36] estudió la predicción de las propiedades mecánicas del alcohol polivinílico reforzado con nanofibras de celulosa oxidada y entrecruzadas con 2,2,6,6-tetrametilpiperidin-1-oxilo (TEMPO), y glioxal o carbonato de zirconio y amonio. Se emplearon tres modelos de aprendizaje automático: regresión lineal múltiple, red neuronal artificial y árboles aleatorios para predecir la resistencia a la tensión, el módulo de Young y la elongación al quiebre. Salah *et al.* [37] investigó la predicción de absorción electromagnética usando algoritmos de perceptrón multicapa para materiales compuestos de policarbonato y nanotubos de carbono. Daghigh *et al.* [38] analizó cuatro tipos de materiales de reforzamiento (nanoarcillas, fibras cortas de latania, polvo de cáscara de pistacho y polvo de semillas de dátiles) en una matriz polimérica de polipropileno y un monómero de etileno, propileno y dieno. En dicho estudio se implementó el algoritmo de regresión de k vecinos más cercanos para predecir la temperatura de deflexión térmica de los materiales compuestos sintetizados. Gulihonenahali *et al.* [39] implementó algoritmos de redes neuronales artificiales para predecir la

resistencia a la tensión y flexión, así como el módulo de tensión y flexión de materiales compuestos con matriz polimérica de tereftalato de polietileno reforzado con fibras de caña de castilla (Arundo donax). Lashari *et al.* [40] ejecuto ocho algoritmos de regresión de aprendizaje supervisado para predecir la viscosidad de un polímero de poliacrilamida hidrolizada reforzada con óxido de grafeno y óxido de silicio. Los algoritmos de aprendizaje automático supervisado que se utilizaron fueron: Regresión de cresta, Regresión de operador de selección y reducción mínima absoluta, Máquina de vectores de soporte, Árbol de decisión, Bosque aleatorio, Regresión de árboles extremadamente aleatorizados, Regresión por aumento de gradiente y Aumento extremo de gradiente. Liu *et al.* [41] exploró la predicción de la conductividad térmica en un material compuesto de poliamina cicloalifática reforzada con nanotubos de grafeno utilizando los algoritmos de Bosque aleatorio, Regresión por aumento de gradiente y Redes neuronales Artificiales. Para mejorar el rendimiento de los algoritmos se implementó la optimización de hiperparámetros mediante el método de Optimización por enjambres de partículas.

En la actualidad también se ha estudiado la implementación de algoritmos de redes convolucionales a los que se ingresan imágenes como datos de entrada para predecir el comportamiento mecánico de los materiales compuestos sintetizados. Bleiziffer *et al.* [42] desarrollo un algoritmo de redes neuronales convolucionales de regresión para predecir la orientación de las fibras de vidrio dentro de una matriz polimérica de poliamida 66 empleando imágenes de microtomografías computarizadas de rayos X. Barile *et al.* [43] implemento un algoritmo de redes de clasificación para determinar cuatro tipos diferentes de daños (grietas dentro de la matriz polimérica, delaminación, separación entre la matriz y la fibra y rotura de fibras) en materiales compuestos de resina epóxica y fibras de carbono utilizando imágenes de forma de onda de emisión acústica. Lee *et al.* [44] investigo sobre el uso de cuatro algoritmos diferentes de las redes neuronales convolucionales para el monitoreo de la salud estructural de materiales compuestos de vinil éster reforzados con fibra de carbono. Lahcene *et al.* [45] estudio un algoritmo híbrido de aprendizaje profundo que combina las redes neuronales convoluciones y la máquina de vectores de soporte para predecir las gráficas de esfuerzo vs deformación y el tiempo de vida útil de películas de polietileno de baja densidad.

Por lo tanto, la presente investigación se basa en los estudios previos anteriormente mencionados para evaluar el uso de la fibra de coco como materia prima para elaborar plásticos que sean sostenibles y eco amigables con la naturaleza y cuyas propiedades mecánicas puedan ser estimadas a través de la tecnología usando herramientas de inteligencia artificial.

1.2 Justificación del problema

En Ecuador, según los datos tabulados de la Encuesta de Superficie y Producción Agropecuaria Continua (ESPAC) del año 2023 existen 90753 árboles de coco en el país, lo que implica una producción de 4636 toneladas métricas de coco [46]. Teniendo en cuenta que en la producción de coco solo se aprovecha aproximadamente el 17% de la fruta entera y lo demás se convierte en desecho sin

aprovechar, Ecuador durante el año 2023 habría generado 3847 toneladas métricas de residuos de coco.

Adicionalmente, la generación de desechos plásticos en el área urbana del país representa el segundo lugar con un 11.3% en el año 2022 [47]. A lo que se debe agregar que durante el intervalo desde el año 2018 a enero del 2022 se ha importado alrededor de 48473 toneladas de residuos plásticos de cerca de 42 países al Ecuador. Por lo cual, Ecuador se encuentra en el tercer lugar de países de América Latina que receptan desechos plásticos desde Estados Unidos [48].

Dada la problemática ambiental que representa la producción y el consumo tanto del coco como de los plásticos en el país, es relevante investigar nuevas alternativas a la producción de plástico tradicional, al enfocarse en la investigación de materiales compuestos amigables con el medio ambiente que permitan el desarrollo de una economía circular al plantear transformar los desechos contaminantes en materia prima. De esta forma, se valoriza la fibra de coco dándole un valor agregado a un desecho local.

De igual manera, es importante integrar en los procesos de producción tradicionales los nuevos avances tecnológicos que desarrolla la ciencia. Los modelos de análisis de elementos finitos son modelos físicos que se basan en ecuaciones diferenciales para poder describir el comportamiento de un sistema. Los modelos de elementos finitos se han utilizado en diversos estudios [49], [50] para predecir las propiedades de la resistencia a la tensión, elongación al quiebre, carga máxima, carga de la rotura y la deformación por flexión en materiales compuestos. Pero, cuando se desarrollan modelos de elementos finitos se necesita un computador que pueda procesar una gran carga computacional y el tiempo de procesamiento para resolver simulaciones también es elevado. En cambio, en los modelos de inteligencia artificial el tiempo y carga de procesamiento son bastante menores a los modelos de elementos finitos, esto debido a que son modelos fenomenológicos que pueden describen el comportamiento de un sistema basándose en datos experimentales lo que los hace más rápidos.

En particular, la implementación de algoritmos de inteligencia artificial, como los modelos de aprendizaje automático y profundo han tomado un rol relevante en la predicción de propiedades en el área de los materiales. Los algoritmos de aprendizaje automático aprenden mediante la experiencia, por lo que es importante suministrar al modelo un conjunto de datos para que se puedan determinar los patrones ocultos y por medio de ellos predecir la variable dependiente. Por lo general, en los algoritmos de aprendizaje automático de regresión las variables independientes o de entrada del modelo corresponden a los componentes del material compuesto y la variable dependiente o de salida es la propiedad que se desea estimar. En cambio, para los algoritmos de regresión de redes neuronales convolucionales la variable de entrada es una imagen que se relaciona estrechamente con la propiedad que se desea predecir. Al aplicar algoritmos de inteligencia artificial en el área de la ciencia de materiales se reduce el tiempo de experimentación y los gastos, dado que se optimizan los recursos y procesos al mismo tiempo que se obtienen resultados más precisos y exactos.

Por lo tanto, este estudio comprende la síntesis de la celulosa microcristalina a partir de fibra de coco ecuatoriana, así como la respectiva elaboración del material compuesto con matriz polimérica de alcohol polivinílico y reforzamiento de microcelulosa. Esto con el objetivo de crear materiales poliméricos sustentables orientados a una economía circular en la que se aprovechan los residuos generados por las empresas. De esta manera el desarrollo de la presente investigación permitirá plantear nuevas fuentes de negocio en las empresas dedicadas a la fabricación de plástico. Dado que se propone disminuir costos en la adquisición de materia prima al utilizar desechos locales disponibles y renovables lo que favorecerá la competitividad del sector de los plásticos en el país. Así como también promoverá el uso de herramientas de inteligencia artificial (algoritmos de aprendizaje automático y redes convolucionales) para predecir las propiedades mecánicas de materiales compuestos usando plataformas online de programación como Google Colab [51].

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo general

Sintetizar y caracterizar materiales compuestos poliméricos utilizando una matriz de alcohol polivinílico reforzada con celulosa microcristalina, así como predecir sus propiedades mecánicas mediante el empleo de algoritmos de inteligencia artificial.

1.3.2 Objetivos específicos

- Obtener celulosa microcristalina a partir de fibra de coco ecuatoriana para la elaboración de las películas de materiales compuestos poliméricos con matriz polimérica de alcohol polivinílico reforzada con celulosa microcristalina.
- Caracterizar la celulosa microcristalina y los materiales compuestos poliméricos mediante las técnicas de microscopía electrónica de barrido, espectroscopia de infrarrojos por transformada de Fourier, análisis termogravimétrico con calorimetría diferencial de barrido, difracción de rayos X y microscopía óptica para examinar sus morfologías, grupos funcionales, estabilidad térmica, cristalinidad, tamaño de partículas y dispersión de la microcelulosa en la matriz polimérica.
- Realizar el ensayo de tensión a las películas de material compuesto polimérico de acuerdo con la norma ASTM D882 para el análisis de su comportamiento mecánico.
- Implementar algoritmos de aprendizaje automático y redes neuronales convolucionales para la predicción de propiedades mecánicas de los materiales compuestos poliméricos sintetizados.

CAPÍTULO 2

2 MARCO TEÓRICO

2.1 Polímero

Un polímero es una macromolécula constituida por pequeñas unidades simples denominadas monómeros. Esta repetición de los monómeros puede ser lineal o ramificada. La repetición es lineal cuando los monómeros se colocan uno al lado de otro en forma de una cadena. En cambio, la repetición de los monómeros es ramificada cuando a lo largo de la cadena del polímero se van colocando radicales o ramificaciones. Por lo que, la longitud de una cadena polimérica se determina por medio del número de monómeros contenidos dentro de la misma y a este valor se le denomina grado de polimerización. Mientras que, el peso molecular del polímero se calcula multiplicando el grado de polimerización por el peso molecular del monómero que lo constituye. La mayoría de los polímeros más comunes tiene un peso molecular que se encuentra en el rango de 10000 a 1000000. El alto peso molecular de los polímeros permite que las fuerzas de los enlaces alcancen un valor elevado, lo que les proporciona un excelente comportamiento mecánico y estabilidad dimensional [52].

2.1.1 Tipos de polímeros según su cadena

2.1.1.1 Termoplásticos

Los polímeros termoplásticos son materiales que pueden ser moldeados al aplicarles calor, dado que si se los calienta por encima de una determinada temperatura se vuelven fluidos y viscosos, capaces de adoptar la forma de un molde específico y mantener dicha forma una vez que se los enfría. Un material termoplástico puede ser reprocesado varias veces, pero al someterlo por este proceso repetitivo de calentamiento y enfriamiento, la cadena del polímero poco a poco se va degradando o rompiendo y esto reduce las propiedades mecánicas del mismo. Por lo tanto, un polímero termoplástico se puede reciclar un determinado número de veces para que las propiedades mecánicas del producto no se vean afectadas. Algunos de los termoplásticos más relevantes son el polietileno de alta densidad, el polietileno de baja densidad, el polipropileno y el poliestireno [53].

2.1.1.2 Termoestables

Los polímeros termoestables, en cambio, son aquellos que una vez que se moldean al aplicarles calor es difícil volver a reprocesarlos, debido a la fuerza de sus enlaces. Son sintetizados por la mezcla y la reacción química de fluidos precursores en un molde. Cuando los reactivos reaccionan, se forma como producto un polímero con una red de entrecruzamiento que no permite que el material sea fluido al calentarlo. Por lo que, las etapas de calentamiento y de reacción química suelen suceder al mismo tiempo y para esto se usan métodos de procesamiento de plásticos como moldeo por inyección o por inyección-reacción. Ejemplos de polímeros termoestables

pueden ser algunas resinas epóxicas, poliuretanos, poliésteres y resinas fenólicas con formaldehído [53].

2.1.1.3 Elastómeros

Los polímeros elastómeros o cauchos son materiales flexibles generalmente usados como materia prima para fabricar llantas, sellos de goma, mangueras y adhesivos. También, se los puede emplear como aditivos para mejorar las propiedades de impacto de los polímeros termoplásticos, dado que son materiales resistentes a impactos. Para usarlos como materia prima para fabricar llantas o mangueras, muchas veces se los debe someter a una reacción de entrecruzamiento para que se puedan moldear en una determinada forma, puesto que los elastómeros tienden a fluir lentamente. Además, cuando se somete a los elastómeros a una reacción de entrecruzamiento se mejora su comportamiento mecánico, puesto que suele ser similar en dos dimensiones. Ejemplos de elastómeros son el polibutadieno, el caucho de estireno y butadieno, el caucho de etileno propileno dieno y el caucho de acronitrilo y butadieno [53].

2.1.2 Tipos de polímeros según la naturaleza de los monómeros

Dependiendo del tipo de monómero que sea la unidad repetitiva de la macromolécula, los polímeros se pueden clasificar en homopolímeros o copolímeros. Los homopolímeros están conformados por un solo tipo de monómero, mientras que los copolímeros están constituidos por más de un tipo de monómero. Cuando un polímero está estructurado por tres diferentes monómeros se le denomina terpolímero [53].

Los copolímeros también pueden subclasificarse según la disposición de los monómeros dentro de la cadena polimérica: aleatorio, en bloque, alternado e injertados. Los copolímeros en bloque son aquellos en donde los dos monómeros que lo conforman se encuentran agrupados en dos grandes bloques uno al lado de otro, respectivamente. También, puede ser considerado como dos cadenas de homopolímeros unidas. En cambio, en los copolímeros aleatorios los dos monómeros se encuentran ubicados al azar a lo largo de la cadena polimérica. Por otra parte, en los copolímeros alternados los dos monómeros se encuentran ubicados uno al lado del otro alternándose. Mientras que, en los copolímeros de injerto un monómero se encuentra ubicado linealmente a lo largo de cadena y el otro monómero se localiza en las ramificaciones de la cadena polimérica [54], [55].

Adicionalmente, los monómeros pueden ser simétricos o asimétricos. Un ejemplo de polímero simétrico es el etileno, puesto que tiene la misma estructura en ambos lados en relación con su centro. En cambio, los monómeros asimétricos pueden ser clasificados en tres formas diferentes: cabeza a cola, cabeza a cabeza y cola a cola. Un ejemplo de polímeros con monómeros asimétricos es el policloruro de vinilo [54]. Se denomina “cabeza” al monómero más sustituido mientras que “cola” se refiere al menos sustituido [56].

2.1.3 Tipos de polímeros según su origen

Los polímeros se pueden clasificar con respecto al origen de la naturaleza de los monómeros que lo constituyen: sintético, semisintético y natural.

2.1.3.1 Polímeros naturales

Los polímeros naturales son aquellos que pueden ser extraídos de fuentes disponibles en la naturaleza como árboles, plantas, flores, animales (lana y exoesqueleto), etc. Algunos ejemplos de polímeros naturales son el almidón, la celulosa, la quitina, el algodón, las proteínas, los polisacáridos y los polipéptidos. Las proteínas se encuentran conformadas por los aminoácidos, mientras que los polipéptidos son polímeros compuestos por al menos diez tipos de proteínas. En cambio, los polisacáridos son macromoléculas de carbohidratos constituidos por unidades repetitivas de azúcares simples que se unen mediante enlaces glucosídicos [57].

2.1.3.2 Polímeros semisintéticos

Los polímeros semisintéticos son aquellos que son obtenidos a partir de polímeros naturales que son sometidos a tratamientos físicos y químicos sencillos con el objetivo de mejorar su comportamiento mecánico. Ejemplos de polímeros semisintéticos podría ser la acetilación de la celulosa que produce rayón, la nitración de la celulosa usando ácido nítrico y la vulcanización de caucho que usa como materia prima para elaborar llantas [57].

2.1.3.3 Polímeros sintéticos

Los polímeros sintéticos se obtienen en laboratorios químicos usando como materia prima a monómeros de bajo peso molecular para transformarlos a macromoléculas. Es decir, que se los denomina polímeros sintéticos debido a que son producidos de manera artificial por el ser humano. Ejemplos de polímeros sintéticos son el polietileno de baja densidad, el polietileno de alta densidad, el nilón, el poliestireno, el polipropileno, el cloruro de polivinilo, entre otros [57].

Los polímeros sintéticos pueden clasificarse en orgánicos e inorgánicos, dependiendo de los elementos químicos que conforman su estructura. Los polímeros sintéticos orgánicos están compuestos por átomos de carbono que se encuentran enlazados a átomos de hidrógeno, nitrógeno u oxígeno. Mientras que los polímeros sintéticos inorgánicos no poseen átomos de carbono en su cadena y en su lugar están formados por átomos de silicio, cloro, boro, fósforo o azufre. Los polímeros sintéticos orgánicos generalmente son producidos a escala industrial por las empresas petroquímicas que usan como materia prima el petróleo o sus derivados [53], [58].

2.2 Alcohol de polivinilo

El alcohol de polivinilo es un polímero sintético que es soluble en agua, su fórmula química es $(C_2H_4O)_n$ y su forma de presentación es un sólido que puede ser en gránulos o en polvo. El alcohol de polivinilo se produce mediante la

hidrólisis del acetato de polivinilo, la cual puede ser completa o parcial dependiendo del grado de la reacción de hidrólisis. Si el alcohol de polivinilo tiene un grado de hidrólisis del 100% es totalmente puro. Pero si el grado de hidrólisis es menor del 100%, entonces es un copolímero constituido por el acetato de polivinilo y el alcohol de polivinilo, cuya composición dependerá del porcentaje de hidrólisis. Las propiedades del alcohol de polivinilo dependen de su grado de hidrólisis, dado que a mayor grado de hidrólisis se incrementan propiedades como resistencia al agua y a los solventes, la resistencia a la tensión y a la adhesión de superficies hidrofílicas. También el grado de hidrólisis afecta a la cristalinidad del alcohol de polivinilo, dado que a menor grado de hidrólisis menor es el grado de cristalinidad. El alcohol de polivinilo se puede usar como fundas hidrosolubles para uso hospitalario, dado que se puede disolver fácilmente en agua. También se puede emplear como adhesivo y empaque de alimentos y textiles [59], [60], [61]. La estructura del alcohol de polivinilo se muestra en la Figura 2.1.

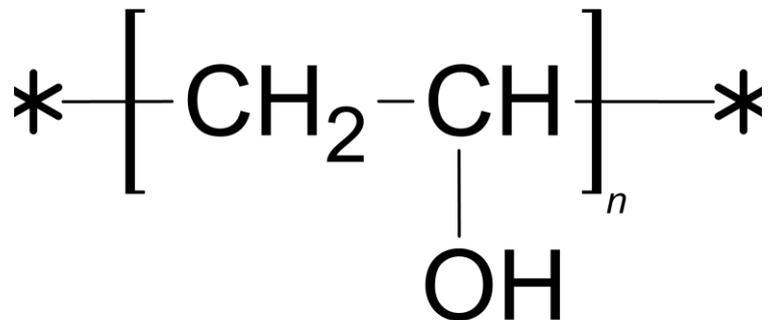


Figura 2.1. Estructura del alcohol de polivinilo.

Fuente: Adaptado de DeMerlis *et al.* [62]

2.3 Celulosa

La celulosa es el biopolímero más abundante en la tierra, específicamente es un polisacárido que se encuentra unido por medio de enlaces glicosídicos en los carbonos uno y cuatro de la cadena polimérica, como se ilustra en la Figura 1.1. Su fórmula química es $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$ y no se disuelve fácilmente en agua, esto se debe a que su estructura posee un empaquetamiento compacto por su cristalinidad. Además, las cadenas adyacentes no poseen enlaces covalentes sino múltiples enlaces de hidrógenos lo que le permite ser soluble en sustancias ácidas, básicas y solventes orgánicos. La celulosa se puede encontrar en un tercio de las plantas con un porcentaje de alrededor del 40 al 60% en madera, más del 90% en algodón, del 35% al 45% en el bagazo de azúcar, del 40 al 50% en la paja y del 40 al 55% en el bambú [63], [64], [65].

2.4 Materiales compuestos poliméricos

Los materiales compuestos son aquellos que constan de dos o más componentes o fases que se encuentran combinados a nivel macroscópico, pero

en donde no existe una reacción química entre sus constituyentes que forme un nuevo material. Los materiales compuestos tienen al menos dos componentes: la matriz y las fibras de reforzamiento. Dependiendo del material que sean tanto la matriz como la fibra de reforzamiento se tendrán diferentes tipos de materiales compuestos [66]. En el caso del presente estudio, se investiga el desarrollo de un material compuesto polimérico porque la matriz está constituida por un polímero, el alcohol de polivinilo, y la fibra de reforzamiento es la celulosa, como se ilustra en la Figura 2.2.

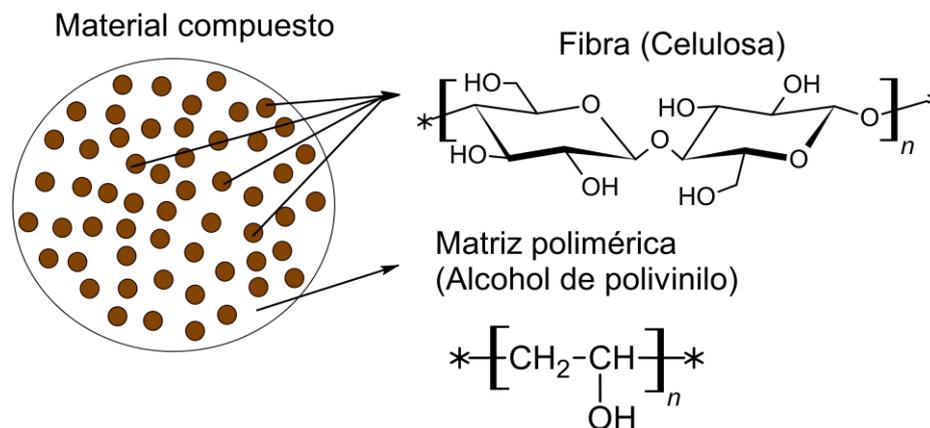


Figura 2.2. Esquema del material compuesto polimérico desarrollado en este estudio.

Fuente: Autor.

2.4.1 Interacción entre la matriz y la fibra de reforzamiento

Por lo general en los materiales compuestos, la resistencia mecánica y la rigidez son proporcionadas en su mayor parte por el material de reforzamiento más que por la matriz polimérica y por ese motivo las fibras tienen un componente capaz de soportar las cargas externas a las que se puede someter el material. En cambio, la matriz polimérica permite distribuir las cargas o esfuerzos externos de manera uniforme a lo largo del material compuesto. La matriz polimérica también protege a las fibras cubriéndolas de daños externos provenientes del medio ambiente o de productos químicos. Por lo tanto, la matriz polimérica sostiene a la fibra firmemente lo cual permite transferir esfuerzos o cargas de manera eficiente y con ello incrementar las propiedades mecánicas del material compuesto [67], [68].

También es importante, considerar la adhesión del material compuesto con respecto a la matriz polimérica, dado que este parámetro afecta en su compatibilidad. La adhesión de la fibra a la matriz polimérica se debe principalmente a tres factores: interacción química entre ambos, la adhesión mecánica entre la fibra con la matriz y las fuerzas electrostáticas y de Van der Waals que se forman entre la estructura del refuerzo y la matriz [69]. Adicionalmente, el comportamiento de las propiedades de los materiales compuestos suele estar asociado por cuatro factores: las propiedades de la fibra, las propiedades de la matriz polimérica, el porcentaje del contenido de la

fibra y la geometría, la orientación y la distribución de la fibra en la matriz polimérica [68].

2.4.2 Tipos de materiales compuestos de acuerdo con la naturaleza del material

Los materiales compuestos con reforzamiento pueden clasificarse dependiendo de la naturaleza del material de reforzamiento, el cual puede ser orgánico o inorgánico. Los materiales de reforzamiento orgánicos son aquellos que se obtienen a partir de fuentes naturales presentes en la naturaleza como plantas, animales, frutas o son materiales basados en compuestos de carbono e hidrógeno (sintéticos o naturales), como por ejemplo el carbón. En cambio, los materiales inorgánicos provienen de metales o minerales, tales como el hierro o el aluminio. Los materiales inorgánicos se suelen usar como reforzamiento en materiales compuestos como el concreto o los cerámicos, para aplicaciones específicas como el aumento de la resistencia a altas temperaturas [70].

2.4.3 Tipos de materiales compuestos según la forma del material

2.4.3.1 Fibras

Las fibras que se utilizan como material de reforzamiento pueden ser de tamaño corto o largo y continuas o discontinuas dentro de la matriz polimérica. Si las fibras se encuentran distribuidas en forma continua dentro de la matriz polimérica puede estar localizadas en una sola dirección o bidireccionalmente. En cambio, si la fibra se encuentra distribuida de forma discontinua, se puede ubicar de manera aleatoria en todo el material o puede ser orientada en una dirección específica. Usualmente las fibras suelen ser anisotrópicas, es decir, que no se encuentran todas orientadas en una sola dirección y por lo tanto sus propiedades mecánicas cambian dependiendo de la dirección del espacio en la que se lo ensaye [71], [72].

2.4.3.2 Copos

Los copos son materiales de reforzamiento planos que se encuentran embebidos dentro de la matriz polimérica. Los materiales compuestos que usan como reforzamiento a los copos pueden tener mejoras en las propiedades mecánicas como un aumento en el módulo de flexión y una alta resistencia a un bajo costo. Pero, una desventaja de usar copos es que son complicados de orientar en una determinada dirección y no poseen una amplia variedad de materiales para usarlos como reforzamiento. Algunos ejemplos de materiales en forma de copos son el vidrio, el aluminio, la plata y la mica (silicatos de hierro, calcio, magnesio y óxido de aluminio) [71].

2.4.3.3 Laminado

Los materiales compuestos conformados por láminas del material compuesto se denominan laminados. Estas láminas pueden estar distribuidas dentro de la matriz polimérica de diferentes formas. Por ejemplo, los materiales compuestos pueden tener láminas de solo un material como la madera o pueden estar constituidos por láminas distribuidas con diferentes orientaciones dentro de la matriz. Así como, también un material compuesto

puede estar conformado por varios tipos de láminas que le dan determinadas propiedades. El material compuesto laminado (de fibras largas) se suele usar ampliamente en el diseño de materiales de alto rendimiento mecánico [70].

2.4.3.4 Material de reforzamiento particulado

Los materiales compuestos reforzados con partículas suelen tener propiedades mecánicas isotrópicas, a diferencia de los materiales reforzados con fibras, dado que el material particulado suele ser agregado de manera aleatoria para que su distribución pueda ser lo más homogénea posible dentro de la matriz polimérica. Estos materiales compuestos reforzados con partículas incrementan la temperatura de operación y son resistentes a la oxidación. Entre los materiales compuestos particulados se encuentran el caucho reforzado con partículas de aluminio, el carburo de silicio reforzado con partículas de aluminio y en el caso de los materiales cerámicos, un ejemplo sería el cemento que se encuentra reforzado con grava, arena y cemento [71].

2.4.3.5 Nanopartículas

Las nanopartículas son materiales cuyo tamaño se encuentra en la escala de los nanómetros y al menos una de sus dimensiones debe medir menos de 100 nanómetros. Los nanomateriales son interesantes porque al tener un tamaño de partícula tan pequeño poseen propiedades totalmente distintas en comparación a los materiales en escalas micrométricas o con dimensiones más grandes. En su mayor parte los materiales compuestos reforzados con nanopartículas poseen mejores propiedades con respecto a los materiales micrométricos. Sin embargo, es importante tener en cuenta que no todas las propiedades se pueden mejorar al incorporar los nanomateriales, en algunos casos propiedades como tenacidad y resistencia al impacto pueden disminuir en vez de aumentar [71].

2.4.4 Métodos de elaboración de películas de material compuesto

2.4.4.1 Evaporación del solvente

El método de evaporación del solvente es uno de los más usados para elaborar películas delgadas de material polimérico compuesto donde el material de reforzamiento se encuentra distribuido homogéneamente dentro de la matriz polimérica. Este proceso puede usarse para sintetizar materiales compuestos con fases intercaladas y dispersadas. Esta técnica de síntesis se suele llevar a cabo a una temperatura ambiente y consiste en disolver la matriz polimérica en un solvente adecuado ya sea a temperatura ambiente o una determinada temperatura. Luego se agrega el material de reforzamiento en la solución anteriormente mencionada y se la puede mezclar bajo agitación continua o usando el método de sonicación para dispersar homogéneamente el material de reforzamiento en la matriz. Finalmente, se coloca la solución en una caja Petri y se evapora el solvente hasta que se obtiene la película de material compuesto [73], [74].

2.4.4.2 Termocompresión

En el método de termocompresión, primero se debe secar la materia prima (matriz polimérica y material de reforzamiento) en una cámara al vacío y luego se los mezcla usando un molino de bolas. Dicha mezcla se la coloca en un molde para luego someterla a un proceso de termocompresión, donde la temperatura del proceso debe ser seleccionada tomando en cuenta la temperatura de fundición de la matriz polimérica. Finalmente, se obtiene como producto una fina película de material compuesto [74].

2.5 Inteligencia artificial (IA)

A pesar de que se han planteado varias definiciones para el término IA no se ha logrado un consenso para un concepto tan complicado de definir. En su significado más amplio, se podría definir a la IA como algoritmos que resuelven problemas o realizan cálculos. En cambio, en su significado más estricto, la IA podría denominarse la imitación de la inteligencia humana por parte de las computadoras. Por otra parte, una definición común es que la IA es una tecnología que permite que las computadoras imiten complejas habilidades que pertenecen a los seres humanos como razonar, aprender, predecir, planear, entre otras. Por lo tanto, a medida que los científicos investigan sobre el campo de la IA, este se vuelve más diverso, lo que lleva a amplias posibilidades de seguir evolucionando [75], [76].

2.6 Aprendizaje automático

El aprendizaje automático o “machine learning” en inglés es un área que se deriva de la inteligencia artificial. El aprendizaje automático se enfoca en como una computadora puede aprender a partir de data histórica de un proceso o sistema con el objetivo de que con los datos aprendidos se puedan predecir resultados. Por lo tanto, el modelo de aprendizaje automático aprende de la experiencia volviéndose cada más eficaz y todo ello sin ninguna intervención del ser humano que le proporcione directrices específicas o tome decisiones. El aprendizaje automático puede clasificarse en aprendizaje supervisado, semi supervisado o no supervisado dependiendo de la base de datos con la que se entrena el modelo [77], [78].

2.6.1 Aprendizaje supervisado

Se denomina aprendizaje supervisado a aquellos algoritmos a los que se entrena con una base de datos que consta de variables debidamente rotuladas. En donde desde el comienzo se define claramente cuáles son las variables independientes que ingresarán al modelo como variables de entrada y la cuál es la variable dependiente que se buscará predecir. Dado que es el ser humano el que establece y determina cuales son las variables de entrada y salida, a este tipo de algoritmo de IA se le llama aprendizaje supervisado [77], [78].

Los algoritmos de aprendizaje supervisado se pueden clasificar de acuerdo con el tipo de variable de salida que se desea predecir. Un algoritmo de aprendizaje

supervisado es de clasificación, cuando la variable de salida es una variable cualitativa donde los valores que puede tomar son fijos, por ejemplo: género, estado civil, tipos de medio de transporte, países, etc. En cambio, un algoritmo de aprendizaje supervisado es de regresión cuando la variable de salida que se analizar es una variable cuantitativa que puede tomar cualquier valor numérico, por ejemplo: edad, peso, altura, número de hermanos, entre otros [77].

2.6.2 Aprendizaje no supervisado

El aprendizaje no supervisado se diferencia del aprendizaje supervisado en la base de datos que se emplea para que el algoritmo se entrene y después se pruebe. Dado que en el aprendizaje supervisado la base de datos que se usa tiene etiquetas o variables de entrada y salida establecidas por el ser humano. En cambio, en el aprendizaje no supervisado la base de datos suplementada por el ser humano no especifica que variables son las de entrada y de salida, sino que es el mismo algoritmo el que debe definir las y agruparlas. Esto es especialmente útil, cuando se tienen procesos o sistemas que son demasiado complejos de estudiar y por lo tanto no es fácil definir cuál es la variable que se desea predecir. En esos casos, es el algoritmo de aprendizaje no supervisado estudiará los patrones ocultos dentro de la base de datos y determinará internamente como clasificar las variables que sean similares. Un ejemplo común de aprendizaje no supervisado es entrenar un algoritmo con una base de datos que sean imágenes de frutas y que a partir de dichas imágenes el algoritmo de aprendizaje no supervisado sea capaz de clasificar las imágenes en grupos por cada tipo de fruta [77].

2.6.3 Aprendizaje semi-supervisado

El aprendizaje semi-supervisado es una combinación entre aprendizaje supervisado y no supervisado, puesto que la base de datos que se emplea para entrenar el algoritmo se encuentra parcialmente etiquetada. Se utiliza para aprovechar las ventajas de ambas técnicas al mismo tiempo que se reducen sus respectivas desventajas. Dado que cuando se usan algoritmos de aprendizaje supervisado es necesario contar con una base de datos extensa para que el algoritmo pueda descubrir el patrón oculto en los mismos. Pero usar una base de datos extensa consume tiempo de procesamiento en el ordenador y representa más costos. En el caso de los algoritmos de aprendizaje no supervisado no se necesita una base de datos grande dado que esta agrupa a los datos de acuerdo con las características similares que comparten. Pero, esto conlleva que sea más difícil para el algoritmo clasificar a los datos con una buena precisión. Por lo tanto, los algoritmos de aprendizaje semi-supervisado permiten construir un modelo que se entrene con una cantidad pequeña de datos etiquetados y que luego se pruebe con datos sin etiquetar con el fin de que el modelo entregue como resultados los datos de la etapa de prueba etiquetados [79].

2.7 Aprendizaje profundo

La definición del término aprendizaje profundo se encuentra asociada al concepto de las redes neuronales artificiales. Dado que el aprendizaje profundo

es un algoritmo que se puede denominar la nueva generación de redes neuronales por su excelente capacidad de predicción para problemas de clasificación y regresión. Actualmente, el desarrollo de redes neuronales convolucionales está en tendencia dado que son máquinas de caja negra que permiten resolver problemas de tres tipos de categorías. La primera categoría se enfoca en problemas de aprendizaje supervisado de regresión y clasificación. En cambio, la segunda categoría se basa en el aprendizaje no supervisado o aprendizaje generativo para identificar características o patrones de un orden superior que luego se pueden usar en algoritmos de aprendizaje supervisado. Por otra parte, la tercera categoría explora problemas que integran tanto el aprendizaje supervisado como el no supervisado. Es decir, que el aprendizaje profundo se refiere a modelos constituidos por múltiples niveles que permite procesar bases de datos como imágenes o videos con el objetivo de identificar características de alto grado de complejidad [80], [81].

2.7.1 Redes neuronales convolucionales

Las redes neuronales convolucionales son un tipo de arquitectura de aprendizaje profundo que pueden entrenarse con un conjunto de base de datos sin que necesite las instrucciones detalladas de un humano para determinar qué características deben extraerse. Las redes neuronales convolucionales al constituirse de múltiples capas de perceptrón tienen un mejor rendimiento que las redes neuronal artificiales convencionales [81]. La arquitectura de una red neuronal convolucional está compuesta de cuatro capas: capa convolucional, capa de agrupamiento o “pooling”, capa totalmente conectada o densa y la función de activación [82].

Para que los algoritmos de aprendizaje profundo puedan aprender de las imágenes con las que se entrena el modelo, primero deben transformar la imagen en una matriz numérica en donde cada valor corresponde a un píxel que depende de la intensidad de la luz (color) de la imagen. Las capas convolucionales usan un filtro para determinar las características más relevantes de una imagen como bordes, esquinas o texturas. Puesto que son capaces de capturar o detectar patrones espaciales específicos de una imagen haciendo que su representación sea lo más efectiva posible dentro del algoritmo. Las capas de agrupamiento permiten combinar dos capas convolucionales consecutivas para reducir la dimensión de la imagen y con ello minimizar el tiempo de procesamiento y el sobreajuste. La capa totalmente conectada se la conoce como la capa de salida porque es la que recibe la información de la última capa (ya sea convolucional o de agrupamiento) y la envía a la siguiente. La función de activación es fundamental en la implementación de redes neuronales convolucionales dado que decide el resultado de predicción de acuerdo con los pesos que se han asignado a cada neurona [82]. La función ReLU es una de las funciones de activación más comunes es la abreviación del inglés “Rectified Linear Unit” que en español significa unidad lineal rectificadora. Esta función consiste en que convierte a todas las entradas en números positivos, dado que, si la entrada es menor que cero la salida es igual a cero, mientras que si la entrada es mayor a cero la salida es igual. Por lo tanto, al usar la función ReLU se generan

representaciones escasas, es decir, que la matriz de activación contiene muchos ceros, lo cual es beneficioso puesto que se consume menos tiempo y espacio de procesamiento [83].

2.8 Transferencia de aprendizaje

La transferencia de aprendizaje es una técnica que se utiliza en los algoritmos de inteligencia artificial para afrontar el problema que representa recopilar grandes conjuntos de datos para poder entrenar un modelo. Dado que la filosofía que plantea la transferencia de aprendizaje es usar los datos o modelos compilados en trabajos anteriores y con ellos preentrenar un modelo. Luego a ese modelo se lo vuelve a entrenar con el conjunto de datos que se han recolectado en un estudio actual y de esa manera se resuelve el problema de necesitar una gran cantidad de datos para implementar modelos. Por lo tanto, con el método de transferencia de aprendizaje se basa en que es más fácil entender un problema nuevo cuando se han revisado previamente problemas similares [84], [85].

CAPÍTULO 3

3 METODOLOGÍA

3.1 Materia prima

Las fibras de coco fueron obtenidas de tiendas de coco ubicadas en la ciudad de Milagro en Ecuador. El presente estudio utiliza los siguientes reactivos químicos: hidróxido de sodio en pellets (Marca: Merck, País: Alemania, 98% de pureza), ácido sulfúrico (Marca: J.T Baker, País: México, concentración 98% m/m) y alcohol polivinílico (Marca: TM Media, País: India, Grado de polimerización: 1700-1800, Peso molecular: 125000 g/mol y Viscosidad: 24-32 mPa-s). Se calculó que el grado de hidrólisis del alcohol de polivinilo es 34.69% con la ecuación 3.1 [86] :

$$\text{Grado de hidrólisis: } \frac{1}{0.42} * \left(86 - \frac{\text{Peso molecular}}{\text{Grado de polimerización}} \right) \quad (\text{ec. 3.1})$$

3.2 Síntesis de la microcelulosa a partir de fibra de coco

Dado que la materia prima (fibras de coco) puede contener impurezas y partículas de polvo, se la debe limpiar con agua destilada para su respectiva remoción. La fibra de coco lavada con agua destilada se la seca en una estufa (Marca: Memmert, Modelo: UNB 500) a 60 °C durante 48 horas para remover la humedad de la muestra y se la coloco a secar de nuevo en el horno a 70 °C durante 3 horas más. Después, las fibras de coco fueron cortadas en un tamaño de 0.5 a 1 cm de largo con el fin reducir su respectivo tamaño de partícula como se ilustra en la Figura 3.1.



Figura 3.1. Material de reforzamiento: a) Fibra de coco, b) Fibra de coco lavada con agua destilada y secándose en el horno y c) Fibra de coco de largo de 0.5 a 1 cm.

Fuente: Autor.

3.2.1 Tratamiento hidrotérmico

El tratamiento hidrotérmico es llevado a cabo en una placa calefactora (marca Biobase, Modelo: MSH-H550S) usando como materia prima la fibra de coco seca y teniendo como referencia la metodología propuesta por Bondacia *et al.* [87]. Este tratamiento es realizado durante una hora con agua destilada a una temperatura de 100 °C, y una relación entre fibra de coco y agua de 1:34 (g/mL), como se muestra en la Figura 3.2.

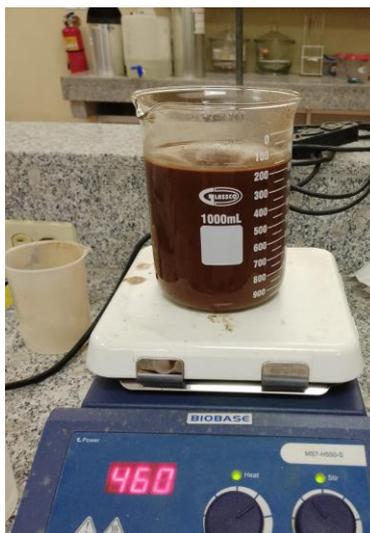


Figura 3.2. Tratamiento hidrotérmico realizado a la fibra de coco.

Fuente: Autor.

Adicionalmente, es importante recalcar que el agua que se evapora en el transcurso del tratamiento hidrotérmico se la vuelve a reponer durante el transcurso de este. Luego, se filtra el precipitado usando una bomba de vacío (Marca Biobase, voltaje 110 V, frecuencia 60Hz) y se seca en la estufa a 60°C por 48 horas. Después, la fibra seca es triturada en un molino de mano para reducir su tamaño de partícula. Un segundo tratamiento hidrotérmico es llevado a cabo sobre la fibra molida obtenida después del primer tratamiento utilizando la misma metodología mencionada anteriormente, pero con un ratio entre fibra y agua de 1:14 (g/mL). En el tratamiento hidrotérmico se busca descomponer la estructura de la hemicelulosa presente en la fibra de coco, los productos generados por dicha degradación son azúcares que son fácilmente solubles en agua. Los productos de la degradación de la hemicelulosa se ilustran en la Figura 3.3.

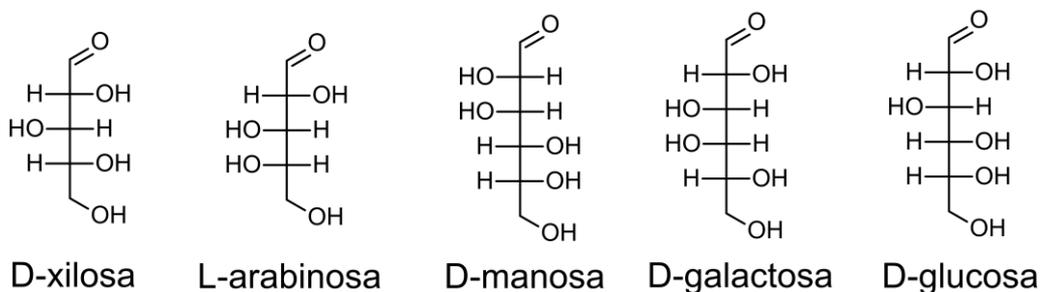


Figura 3.3. Productos de la descomposición de la hemicelulosa.

Fuente: Adaptado de Lu et al. [88] y Harahap et al. [89]

3.2.2 Tratamiento alcalino

El tratamiento alcalino se realiza con la fibra de coco molida obtenida del segundo tratamiento hidrotérmico en una placa calefactora usando la metodología propuesta por Rambabu *et al.* [90]. La fibra de coco es deslignificada usando una solución de hidróxido de sodio al 3.45% a 70°C y una relación entre fibra y solución de hidróxido de sodio de 1.13 (g/mL) durante cuatro horas como se puede apreciar en la Figura 3.4.



Figura 3.4. Tratamiento alcalino realizado a la fibra de coco.

Fuente: Autor.

La solución resultante se lava con abundante agua destilada y se filtra en una bomba de vacío hasta que el sobrenadante tenga un pH igual a 7. Después, el sobrenadante se neutraliza y se desecha, mientras que el precipitado se seca en la estufa a 60°C por 48 horas. La celulosa seca se tritura en un molino de mano para reducir su tamaño de partícula. El posible mecanismo de reacción por el cual la lignina se despolimeriza se muestra en la Figura 3.5. Esta reacción le permite a la lignina reducir el tamaño de su cadena polimérica y le brinda una mayor solubilidad en la solución alcalina y por ende se puede remover de la fibra de coco más fácilmente.

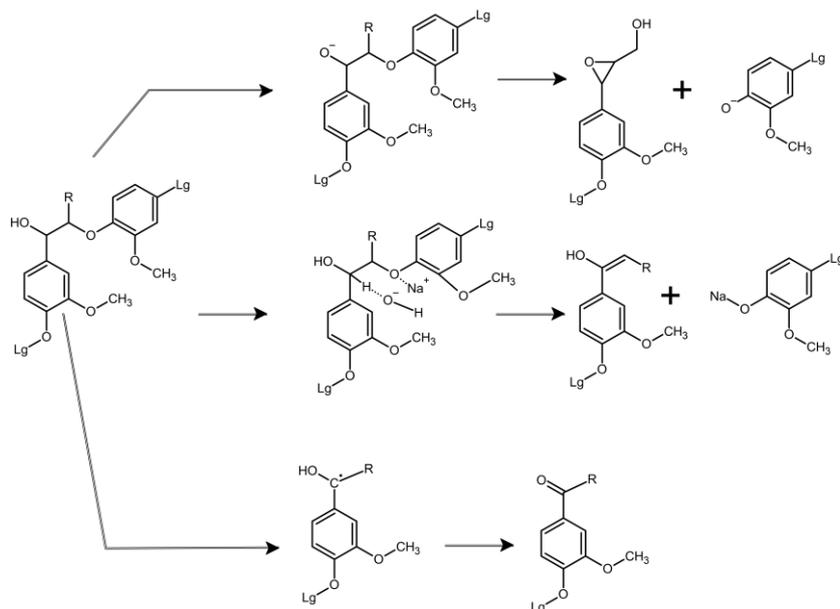


Figura 3.5. Posible mecanismo de reacción del hidróxido de sodio actuando como catalizador para la despolimerización de la lignina presente en las fibras vegetales.

Fuente: Obtenido de Abad *et al.* [91]

3.2.3 Hidrólisis ácida asistida con sonicación

En el proceso de la hidrólisis ácida asistida con sonicación se utiliza la celulosa obtenida en la sección 3.2.2 y se emplea el equipo del procesador ultrasónico (Marca/Modelo: GEX 130PB, Potencia: 130W, Frecuencia: 20 kHz y Amplitud: 75% Apml) usando la metodología propuesta por Pandi *et al.* [92]. La concentración de la solución de ácido sulfúrico es del 30% m/m, y la relación entre la fibra y la solución de ácido sulfúrico es 1:30 (g/mL). La celulosa se somete a un tratamiento de sonicación y de hidrólisis ácida con una solución de ácido sulfúrico durante cuatro horas a temperatura ambiente, como se ilustra en la Figura 3.6.

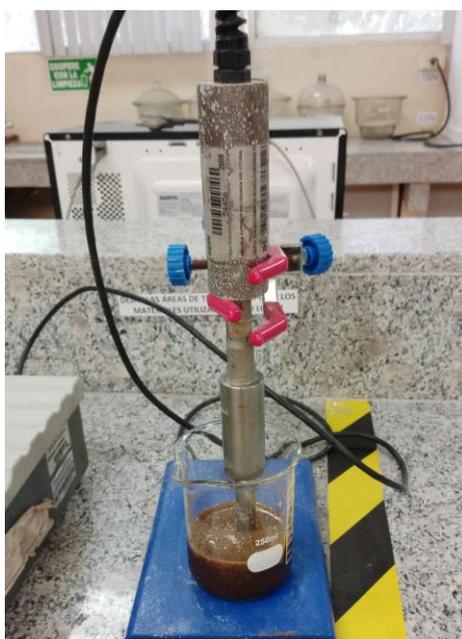


Figura 3.6. Hidrólisis ácida de la celulosa asistida con sonicación.

Fuente: Autor.

La reacción de hidrólisis ácida se termina cuando se añaden 100mL de agua destilada a la solución ácida y luego se la coloca en un baño de hielo. La solución ácida resultante se lava con abundante agua destilada y se filtra en una bomba de vacío hasta que el sobrenadante tenga un pH neutro. Después, el sobrenadante se neutraliza y se desecha, mientras que el precipitado se seca dentro de la estufa durante 48 horas a 60°C. La microcelulosa seca se tritura en un molino de bolas (Marca: Retsch, Modelo: PM 100) para reducir su tamaño de partícula, el tiempo de trituración es de 15 minutos a una velocidad de 150 revoluciones por minuto y el material de las bolas del molino es de corindio sintético. La reacción de hidrólisis ácida de la celulosa para reducir su tamaño de partícula al romper los enlaces glicosídicos se observa en la Figura 3.7.

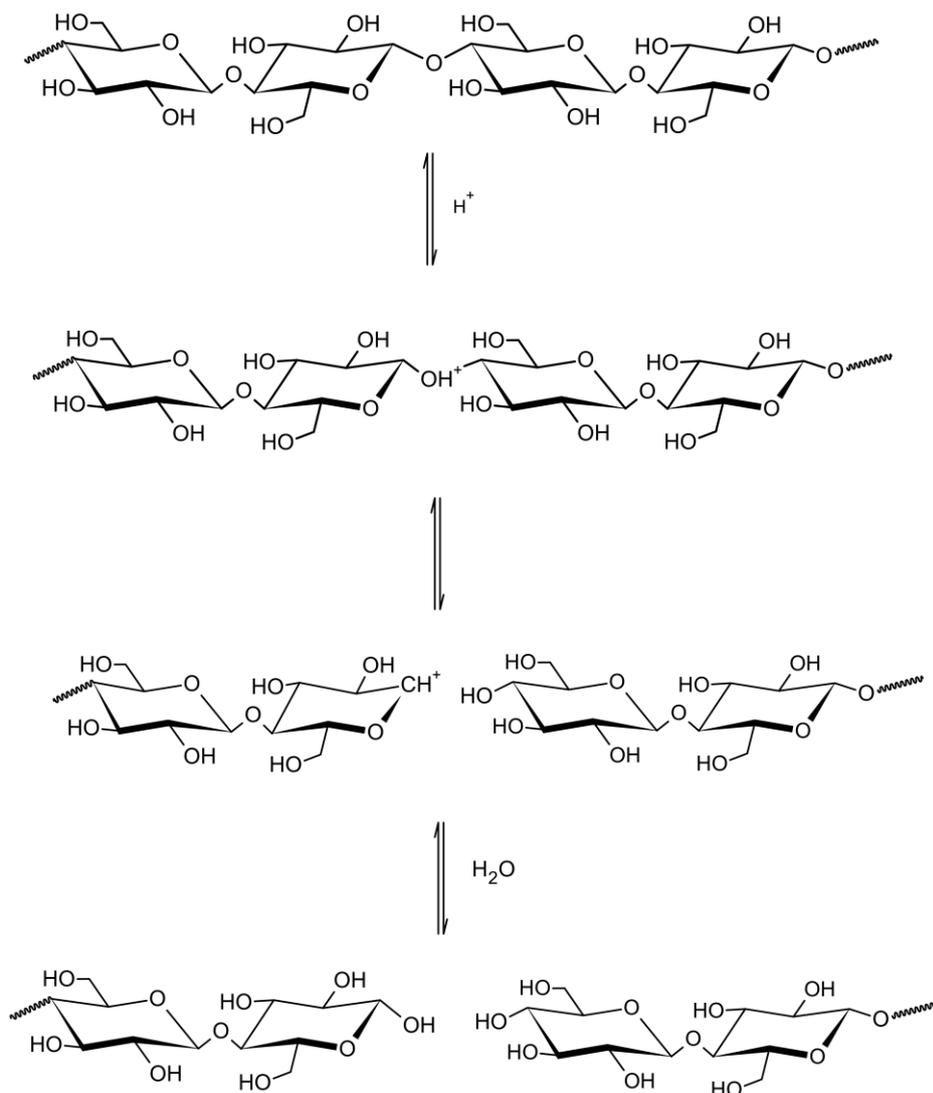


Figura 3.7. Mecanismo de reacción de la hidrólisis ácida de la celulosa

Fuente: Adaptado de Lee *et al.* [93].

3.2.4 Síntesis de materiales compuestos de alcohol polivinílico reforzado con microcelulosa

Los materiales compuestos de alcohol polivinílico reforzados con microcelulosa son preparados empleando la técnica de evaporación del solvente, basado en el trabajo de Zhang *et al.* [94]. Se elaboro la solución de alcohol polivinílico al 6% m/m en una placa calefactora usando agua destilada como solvente a una temperatura de 80 °C por una hora. La microcelulosa fue añadida en proporciones de 1%, 3% y 5% m/m con respecto a la cantidad de alcohol polivinílico como se puede observar en la Tabla 3.1. La solución caliente del material compuesto fue mezclada en la placa calefactora por otra hora y después se realizó la sonicación asistida de la solución por otra media hora, como se observa en la Figura 3.8. La solución polimérica fue colocada en cajas Petri durante dos días a temperatura ambiente hasta que se evaporó el agua de la solución y en las cajas Petri solo quedó el material compuesto sintetizado. Una vez que se retiraron las películas de la caja Petri, se las coloco en el horno a una temperatura de 80°C durante cuatro horas para remover el contenido de agua restante. Las películas de material compuesto sintetizados se ilustran en

la Figura 3.9. Mientras que la estructura de alcohol de polivinilo reforzado con microcelulosa se presenta en la Figura 3.10.



Figura 3.8. Elaboración de las películas de material compuesto mediante el método de evaporación de solvente asistido con sonicación.

Fuente: Autor.

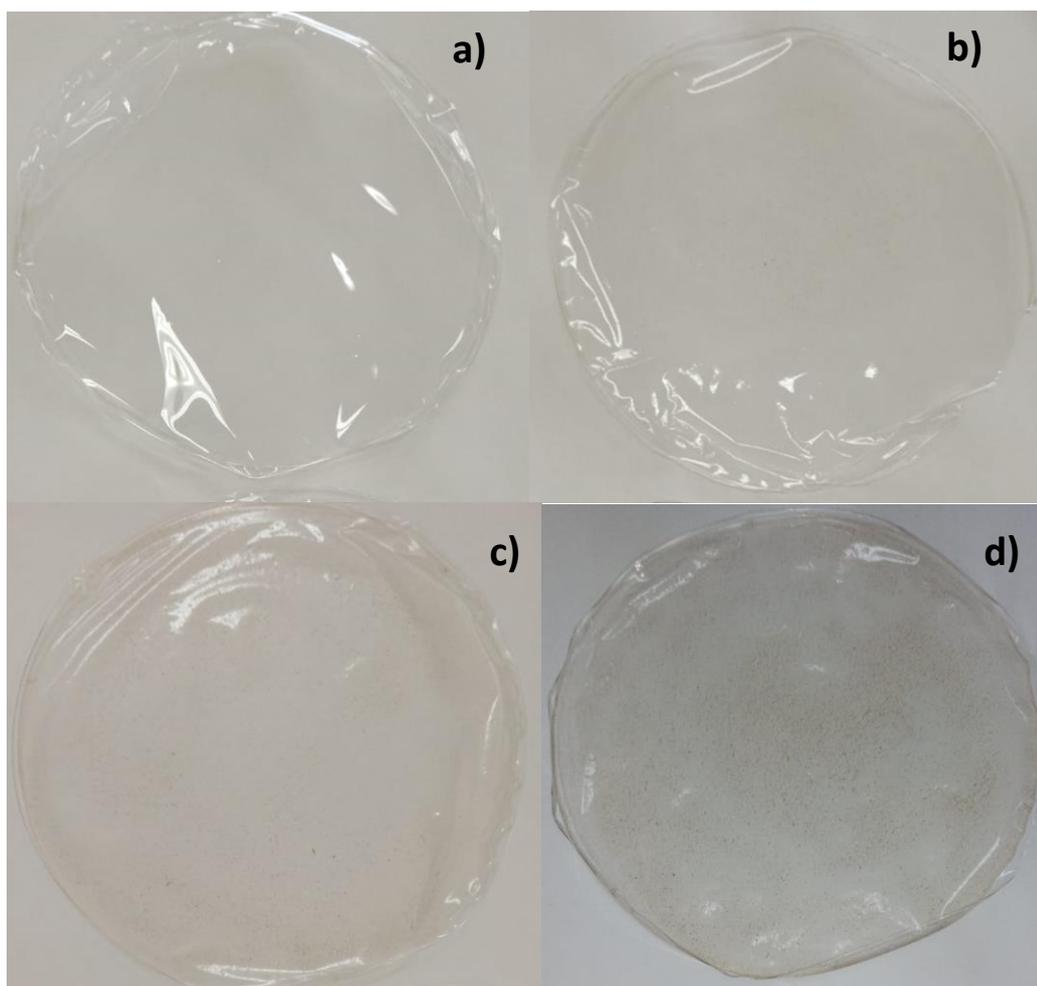


Figura 3.9. Películas de material polimérico: a) Alcohol de polivinilo, b) PVA_MCC_1, c) PVA_MCC_3 y d) PVA_MCC_5.

Fuente: Autor.

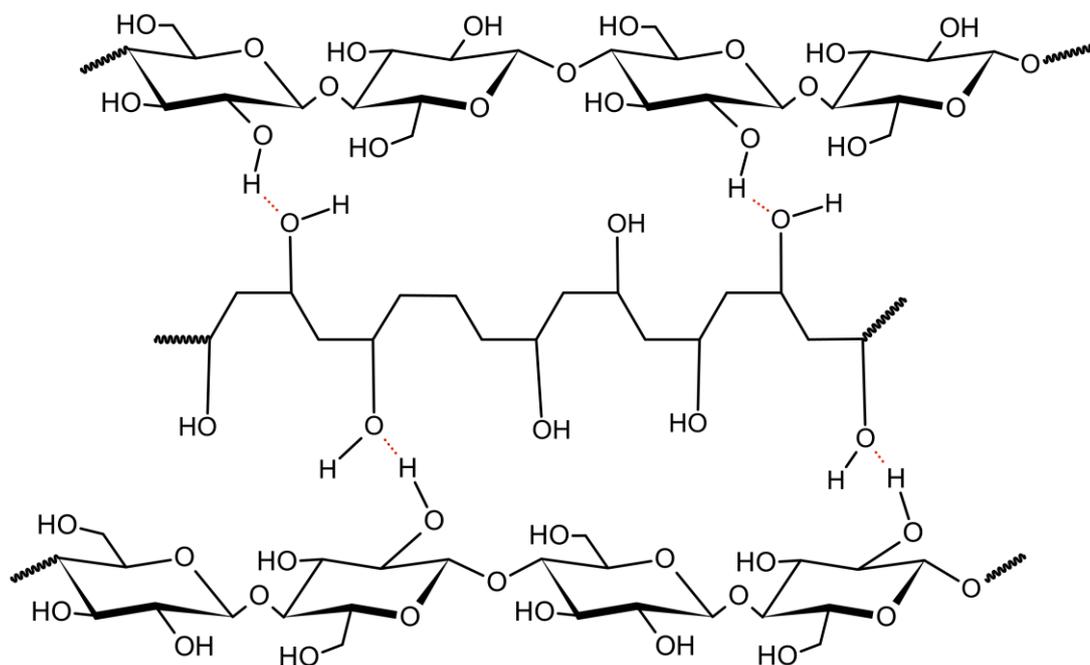


Figura 3.10. Estructura del material compuesto consistente en una matriz polimérica de alcohol de polivinilo reforzada con celulosa.

Fuente: Adaptado de Zhou *et al.* [95].

Tabla 3.1. Materiales compuestos.

Muestra	Alcohol polivinílico (g)	Microcelulosa (g)	Contenido de microcelulosa (m/m %)
PVA_MCC_0	6	0	0
PVA_MCC_1	6	0.06	1
PVA_MCC_3	6	0.18	3
PVA_MCC_5	6	0.3	5

Fuente: Autor

3.3 Microscopía electrónica de barrido

El microscopio electrónico de barrido (Marca: Inspect FEI S50, Modelo: FEI, País: Hillsboro, Texas, Estados Unidos) permite observar la superficie de la muestra a altas escalas de magnificación como 1000x, 2500x, 5000x y 10000x con imágenes de alta resolución. Puesto que los materiales compuestos analizados no poseen conductividad eléctrica al ser plásticos se les realiza un recubrimiento de oro paladio. Las condiciones de operación del microscopio electrónico de barrido son 15 kV de voltaje, 3.5 de diámetro final del haz de electrones, 14 pA de corriente de electrones, la distancia de trabajo es de 12.7 mm y se emplea un detector de electrones retrodispersados.

3.4 Microscopía óptica

El microscopio óptico (Marca: Nikon eclipse, Modelo: E200) permite examinar la morfología de las muestras a una escala microscópica y determinar la dispersión de las fibras de celulosa dentro de la matriz polimérica de alcohol de polivinilo. Para tener una mejor resolución de las imágenes obtenidas por el microscopio, este equipo cuenta con una cámara integrada que guarda las fotos directamente en el computador. El microscopio cuenta con un revolver que tiene tres objetivos de diferente magnificación 4x, 10x y 40x que permiten analizar imágenes con escalas de 200 micrómetros, 50 micrómetros y 20 micrómetros, respectivamente.

3.5 Difracción de rayos X

El difractómetro de rayos X (Marca: PAN analytical X'pert) permite analizar la cristalinidad de las muestras, así como también los picos representativos que se encuentran en función del ángulo de difracción (2θ) que cumple con la ley de Bragg y con ello determinar los índices de Miller para cada pico. El equipo usa un tubo de ánodo de cobalto, un voltaje de 45 kV y 30 miliamperios de corriente. Para determinar la cristalinidad de la microcelulosa sintetizada se utilizan las siguientes ecuaciones [96], [97]:

$$GC = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} * 100 \quad (\text{ec. 3.2})$$

Donde GC es el grado de cristalinidad de la muestra, I_{002} es la máxima intensidad correspondiente al plano de difracción (0 0 2), I_{am} es la intensidad correspondiente al pico de difracción en $2\theta = 18^\circ$.

$$GC = \frac{A_C}{A_T} * 100 \quad (\text{ec. 3.3})$$

Donde A_C es el área total correspondiente a los picos cristalinos y A_T es el área total de todos los picos tanto cristalinos como amorfos.

3.6 Espectrometría infrarroja por transformada de Fourier

El espectrómetro infrarrojo por transformada de Fourier (Marca: Perkin Elmer, Modelo: Spectrum 100) permite obtener información acerca de los grupos funcionales y las vibraciones de los enlaces químicos presentes en las muestras analizadas. Se emplea al bromuro de potasio para compactar en un disco con la muestra sólida a analizar, que en este caso sería la microcelulosa. Para las muestras correspondientes a los materiales compuestos se preparan láminas delgadas de polímero fabricadas mediante el método de evaporación del solvente y se las analiza en el espectrómetro. Se utiliza el software PerkinElmer Spectrum Quant para elaborar las gráficas de absorbancia vs número de onda de todas las muestras analizadas.

3.7 Análisis termogravimétrico integrado con calorimetría diferencial de barrido

El análisis gravimétrico integrado con calorimetría diferencial de barrido (Marca: TA thermal analyzer) nos permite determinar las pérdidas de masa de la muestra que se encuentran asociadas a fenómenos endotérmicos o exotérmicos en

rangos de temperatura específicos que son característicos del material analizado. Para realizar esta técnica de caracterización se necesitan 10 mg de la muestra y el equipo trabaja en las siguientes condiciones de operación: flujo de nitrógeno gaseoso de 50 mL por minuto, pureza del nitrógeno puro es 99.999%, rampa de calentamiento de 10°C por minuto y rango de temperatura desde 25°C hasta 700°C. Los datos se analizaron en el software TA Universal Analysis.

3.8 Resistencia a la tensión

El ensayo de tensión se realizó a las muestras de material compuesto teniendo como referencia la norma ASTM D882 [98] para películas poliméricas de espesor menor a 1 mm en el equipo de Maquina de Ensayos Universales (Marca: Shimadzu, Capacidad: 50kN), como se evidencia en la Figura 3.11. Este ensayo nos indica el comportamiento mecánico de los materiales compuestos cuando se ven sometidos a una fuerza externa axial que se aplica lentamente de manera creciente hasta que el material experimenta la rotura. La dimensión de las películas rectangulares es de 100 mm de largo por 20 mm de ancho y la velocidad de deformación aplicada al material es de 50 mm/min como establece la norma.

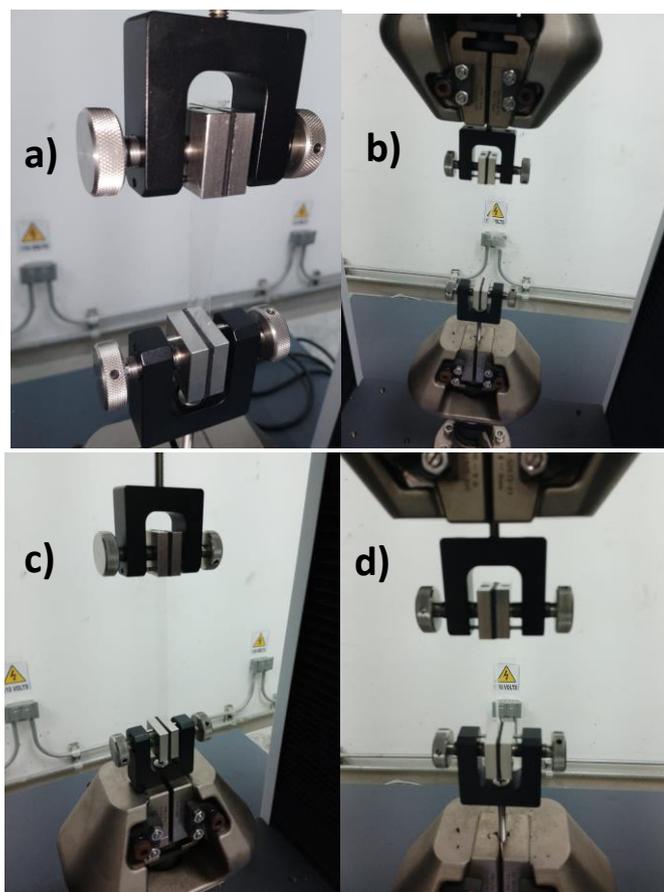


Figura 3.11. Ensayo de tensión a los materiales compuestos: a) Alcohol de polivinilo, b) PVA_MCC_1, c) PVA_MCC_3 y d) PVA_MCC_5.

Fuente: Autor

Las fórmulas para calcular la resistencia a la tensión, el porcentaje de elongación al quiebre y el módulo de Young se detallan a continuación:

$$\sigma = \frac{F}{A_t} \text{ (ec. 3.4)}$$

Donde:

σ es la resistencia a la tensión, F es la máxima carga y A_t es el área transversal.

$$E\% = \frac{L_f - L_o}{L_o} \text{ (ec. 3.5)}$$

Donde:

$E\%$ es el porcentaje de elongación al quiebre, L_o es la longitud inicial y L_f es la longitud final.

3.9 Aprendizaje automático

Los datos empleados para la implementación de los modelos de aprendizaje automático fueron recopilados de trabajos de investigación donde se obtuvieron experimentalmente resultados de la resistencia a la tensión de muestras con una matriz de alcohol de polivinilo reforzada con fibras de microcelulosa, la tabla se encuentra detallada en el Anexo A. Se recopilaron en total 60 datos para implementar los algoritmos, la base de datos se dividió en un 70% para la etapa de entrenamiento y 30% para la etapa de prueba. Para seleccionar los modelos de aprendizaje automático con el mejor rendimiento se utilizó la función de comparar modelos de la librería Pycaret [99]. Se determinó que los tres mejores modelos de aprendizaje automático para los datos recopilados son el de árboles de decisión, el de árboles extremadamente aleatorizado y el de aumento de gradiente extremo.

3.9.1 Modelos de regresión

3.9.1.1 Árboles de decisión

Los árboles de decisión son algoritmos de aprendizaje automático utilizados para problemas de regresión y fue implementado por Breiman en 1984 [100]. Este algoritmo se fundamenta en dividir la base de datos en ramas las cuales se vuelven a dividir sucesivamente. El nodo raíz es el nivel más alto del árbol de decisión, el nodo de decisión se refiere a la parte del árbol donde se divide en dos o más ramas y el nodo de terminación es el nivel más bajo del árbol donde el algoritmo ya no se sigue dividiendo más. Para decidir los atributos que se colocaran en cada nodo de decisión se usan para varios criterios: entropía e índice de Gini [101]. La entropía, en el área de la inteligencia

artificial, mide la incertidumbre que tiene un conjunto de datos y puede tomar valores desde cero a uno, donde el valor de la entropía se incrementa a medida que más valores puede tomar la variable de salida [102]. El índice de Gini también es un criterio de la impureza de los datos que permite la medición de la divergencia que existe entre las distribuciones de probabilidad de la variable de salida y sirve para seleccionar el atributo que minimiza el error de la predicción del modelo [103].

3.9.1.2 Árboles extremadamente aleatorizados

El modelo de árboles extremadamente aleatorizados también se conoce en inglés como “extra trees” y fue propuesto por Geurts en 2005 [104]. Este modelo de aprendizaje supervisado de regresión que se deriva del modelo de árboles de decisión, dado que se basa en combinar varios árboles de decisión en uno solo. Puesto que se logra una predicción más exacta cuando se promedia los resultados de un grupo de árboles de decisión en vez de uno solo. Se les llama árboles extremadamente aleatorizados porque este algoritmo en el proceso de dividir los nodos selecciona de manera completamente aleatoria los puntos de corte. Al igual de los árboles de decisión este algoritmo obtiene el valor de predicción al promediar los resultados de todos los árboles [101].

3.9.1.3 Aumento del gradiente extremo

El modelo de aumento de gradiente extremo también se denomina como XGBoost en inglés y fue desarrollado por Chen y Guestrin en 2016 [105]. Es un algoritmo de aprendizaje de regresión ensamblado que combina varios algoritmos de aprendizaje débiles para convertirlo en uno fuerte que corrija los errores de los modelos previos [101]. El modelo de aumento de gradiente extremo es una versión mejorada del aumento de gradiente debido a que consume menos tiempo de procesamiento y usa dos funciones de regularización: L1 promueve la parsimonia en los parámetros y L2 para evitar el sobreajuste [106]. También, en los modelos de aumento de gradiente solo se usa la primera derivada de la función de pérdida mientras que en el aumento de gradiente extremo se usa tanto la primera como la segunda derivada de la función de pérdida [101].

3.9.2 Métricas para evaluar el rendimiento del modelo

Para evaluar el rendimiento del modelo se usaron cinco métricas estadísticas: error medio absoluto (MAE por sus siglas en inglés), error de porcentaje medio absoluto (MAPE por sus siglas en inglés), error cuadrático medio (MSE por sus siglas en inglés), la raíz del error cuadrático medio (RMSE por sus siglas en inglés) y el coeficiente de determinación o R cuadrado que miden el error entre el valor experimental y el que se obtiene como resultado del modelo de aprendizaje de regresión. Las fórmulas de las cinco métricas estadísticas se detallan a continuación [107]:

$$MAE = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y_i - \hat{y}_i| \quad (ec\ 3.6)$$

$$MAPE = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left| \frac{y_i - \hat{y}_i}{y_i} \right| * 100\% \quad (ec. 3.7)$$

$$MSE = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 \quad (ec. 3.8)$$

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2} \quad (ec. 3.9)$$

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2} \quad (ec. 3.10)$$

3.9.3 Implementación del modelo

Se implementaron los tres modelos de aprendizaje automático detallados en la sección 3.9.2 en la plataforma online Google Colab [51] utilizando el software Python [108] con las librerías scikit-learn [109], scikit optimize [110], xgboost [105], pandas [111], numpy [112], matplotlib [113] y seaborn [114]. La variable de salida, es decir, la que se desea predecir es la resistencia a la tensión y las variables de entrada son el porcentaje de almidón, el porcentaje de alcohol de polivinilo, el porcentaje de dialmidón acetilado, el porcentaje de microcelulosa, el tiempo de agitación de la solución de material compuesto, la temperatura para disolver el alcohol de polivinilo en el agua y el tiempo de sonicación que se sometió a la solución de material compuesto. El código para la implementación de los algoritmos de aprendizaje se encuentra en el siguiente enlace: <https://github.com/CarolinaMassay/Tensile-strength-prediction-using-ML.git>

3.9.4 Optimización de hiperparámetros

Para mejorar el rendimiento del modelo se realizó una optimización del conjunto de hiperparámetros para cada uno de los tres modelos usando el método de optimización bayesiana [115] de la librería scikit-optimize [110]. El método de optimización bayesiana consiste en generar un conjunto de puntos iniciales y luego ajustarlos con el modelo probabilístico como el de proceso Gaussiano, lo cual permite determinar la relación entre los valores de los hiperparámetros y las métricas estadísticas del algoritmo, esto se conoce como modelo subrogado. Luego, para escoger el siguiente conjunto de hiperparámetros se usa una función de adquisición que permite equilibrar la exploración dentro del espacio de búsqueda entre las zonas donde no se han elegido muchos conjuntos de hiperparámetros y las zonas donde se espera que las métricas sean las óptimas. Una vez que se elige el conjunto de hiperparámetros a probar el modelo se entrena y la información se actualiza en el modelo subrogado para que se pueda centrar en las áreas con más probabilidad de que mejoren el rendimiento del modelo y elijan el conjunto de hiperparámetros con las métricas óptimas [116].

3.10 Redes neuronales convolucionales

Para desarrollar el algoritmo de red neuronal convolucional se utilizó la plataforma online Google Colab Pro [51] usando la unidad de procesamiento de gráficos NVIDIA L4. Python [108], versión 3.10.12, fue el software de programación que se empleó para predecir la resistencia a la tensión de los materiales compuestos usando imágenes de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido para entrenar y probar el modelo. Las principales librerías que usaron para la preparación de las imágenes y el entrenamiento de la red neuronal convolucional fueron TensorFlow 2.7 [117], tensorflow-addons 0.23.0 [117], cv2 [118], matplotlib 3.7.1 [113], numpy 1.26.4 [112], keras 3.4.1 [119], keras-tuner 1.4.7 [120], sklearn-pandas 2.2.0 [109], Pillow 9.4.0 [121], pandas 2.1.4 [111], así como otras bibliotecas integradas de Python para funciones de aleatoriedad y estadística. El código para el entrenamiento de los modelos y la predicción de propiedades mecánicas se encuentra en github en el enlace: <https://github.com/JoseAntonioSiguenza/Composites-Property-Prediction>.

3.10.1 Preparación de las imágenes

Las redes neuronales convolucionales se entrenaron con imágenes de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido de los materiales compuestos poliméricos sintetizados en este estudio. Las dimensiones de las imágenes de microscopía electrónica de barrido son de 1024 píxeles de ancho y 884 píxeles de largo, mientras que las imágenes de microscopía óptica tienen dimensiones de 1920 píxeles de ancho y 1080 píxeles de largo. Dado que las imágenes tienen diferentes dimensiones se las normalizo en un tamaño de 250 píxeles de largo y de ancho en una escala de blanco y negro. Se recolectaron 47 imágenes en total en un rango de escala de 50 μm a 10000 μm . Las imágenes luego fueron almacenadas en una matriz numérica en numpy para realizarles la técnica de aumento de datos y el posterior entrenamiento de la red convolucional.

3.10.1.1 Aumento de datos

Se empleó la función “ImageDataGenerator” de la librería TensorFlow para aumentar el número de imágenes que se usaron para entrenar la red neuronal convolucional. Se les aplicó diferentes tipos de variaciones a las imágenes como giros verticales y horizontales, rotaciones de 20 grados y ampliación de las imágenes de 0.2x. Con la técnica de aumento de datos se obtuvieron 1647 imágenes para implementar el modelo.

3.10.1.2 Manejo de datos

Para poder implementar la red neuronal convolucional se dividió al conjunto de datos en un 85% para entrenamiento, 7.5% para prueba y 7.5% para validación. Las imágenes fueron normalizadas al dividir las para 255 con el objetivo de tener valores del 0 al 1 y poder convertirlas a tensores para facilitar el entrenamiento del algoritmo. Puesto que, en las imágenes de 8 bits a blanco y negro los valores de los píxeles se encuentran en un rango desde 0 (color negro) hasta 255 (color blanco).

3.10.2 Arquitectura del modelo de transferencia de aprendizaje

Para implementar la red neuronal convolucional se empleó un enfoque de transferencia de aprendizaje usando la arquitectura de InceptionV3 [122] con pesos de ImageNet [123] que permite clasificar las imágenes de los materiales compuestos en escalas de grises. Cuando se trabaja con imágenes en blanco y negro en vez de imágenes a color se reduce la complejidad del problema dado que solo se usa un canal en vez de tres. Como el tamaño de las imágenes fue de 250x250 píxeles, la entrada para el modelo fue (250,250,1). Pero como el modelo InceptionV3 [122] espera como entrada imágenes a color se utilizó una capa Lambda para convertir las imágenes de blanco y negro a color para que sean compatibles las imágenes de los materiales compuestos con las imágenes del modelo InceptionV3 [122] de la base de datos ImageNet [123]. La capa de clasificación superior del modelo InceptionV3 [122] no se utilizó para poder conservar los pesos entrenados e incluir capas personalizadas. Se implementó el modelo con los pesos preentrenados del modelo ImageNet [123] y durante la fase de entrenamiento se configuró al modelo como “no entrenable” para prevenir cualquier alteración de los pesos ya preentrenados.

Además de tomar como base al modelo InceptionV3 [122], se añadieron capas personalizadas para que el modelo se adapte a las imágenes de los materiales compuestos. Primero, se añadió una capa de agrupamiento global de dos dimensiones para que las salidas de la red convolucional pasen de ser de características de altas dimensiones a unas más pequeñas. Después, se añadió una capa de “Abandono” para evitar el sobreajuste de los datos al desactivar aleatoriamente una fracción de las neuronas durante el entrenamiento. También, se añadió una capa totalmente conectada con la función de activación ReLU para introducir la no linealidad al modelo y que con ellos pueda aprender sobre los complejos patrones de los datos de entrenamiento. Dado que la variable a predecir es la resistencia a la tensión, la capa de salida consistió en una capa con una función de activación lineal.

El modelo utilizó como función de pérdida al MSE y la métrica del modelo fue de “precisión personalizada”, dado que se la definió como el porcentaje del error relativo. También se incluyó dentro del modelo “un programador de aprendizaje” y funciones de “detención temprana” que paran el modelo cuando la métrica del rendimiento del modelo ya no sigue mejorando y previenen el sobreajuste de alrededor de 30 corridas usando el optimizador Adam. Las características del modelo se detallan en la Tabla 3.2.

A la red neuronal convolucional se le realizó una optimización de hiperparámetros para minimizar la variabilidad entre las corridas y hacer que el modelo sea más generalizable, los hiperparámetros a optimizar y sus respectivos rangos se encuentran detallados en la Tabla 3.3. La búsqueda de los hiperparámetros se realizó usando el algoritmo de búsqueda aleatoria con quince combinaciones de hiperparámetros y dos corridas para cada combinación.

Una vez finalizado el ajuste de los hiperparámetros, se entrenaron 20 modelos para encontrar una tendencia en el rendimiento del modelo mediante los

resultados de la evaluación y la predicción. Luego, se guardó el último modelo para usarlo para predecir todos los valores de la imagen.

Tabla 3.2. Características del modelo de red neuronal convolucional.

Función de pérdida	Optimizador	Corridas	Métrica
MSE	Adam	40	Precisión personalizada

Fuente: Autor

Tabla 3.3. Rango de los hiperparámetros a optimizar.

Hiperparámetro/Valor	Tamaño del lote	Unidades densas	Tasa de abandono	Tasa de aprendizaje
Rango	[8 - 32]	[64 – 512]	[0.2 – 0.7]	[1e-05 – 1e-03]
Paso	6	64	0.1	-

Fuente: Autor

CAPÍTULO 4

4 RESULTADOS

4.1 Microscopía electrónica de barrido

Se observó la morfología obtenida de la celulosa, el alcohol de polivinilo y los materiales compuestos poliméricos sintetizados en las Figuras 4.1 y 4.2. En la Figura 4.1 se puede observar la morfología y tamaño de partícula de la celulosa sintetizada. Donde se puede denotar que la celulosa obtenida posee un tamaño micrométrico, a pesar de haber sometido a la fibra de coco a un tratamiento de hidrólisis ácida para romper los enlaces glicosídicos de la celulosa y obtener nanocelulosa cristalina. Esto probablemente se deba a que la trituration de la muestra se realizó en un molino de mano y el tamaño de partícula no fue lo suficiente pequeño para que la superficie de la muestra interactuará correctamente con la solución de ácido sulfúrico y posteriormente con la sonda de sonicación. Adicionalmente, en la Figura 4.1 se puede evidenciar la morfología de la microcelulosa obtenida, la cual se encuentra en forma de fibras tanto largas como cortas, así como también de partículas más pequeñas en forma triangular y rectangular, por lo que el tamaño de partícula no es homogéneo. En su mayoría, la celulosa obtenida se encuentra en forma de fibras, dado que fue sintetizada a partir de la fibra de coco. En la superficie de la celulosa se observa que la muestra no es lisa ni porosa, dado que no se observan pequeños huecos en la superficie de esta. A diferencia del estudio de Dien *et al.* donde se analiza que la microcelulosa obtenida del bagazo de azúcar posee una superficie porosa y lisa, sin presencia de una capa protectora sobre la microcelulosa correspondiente a la hemicelulosa y lignina [124].

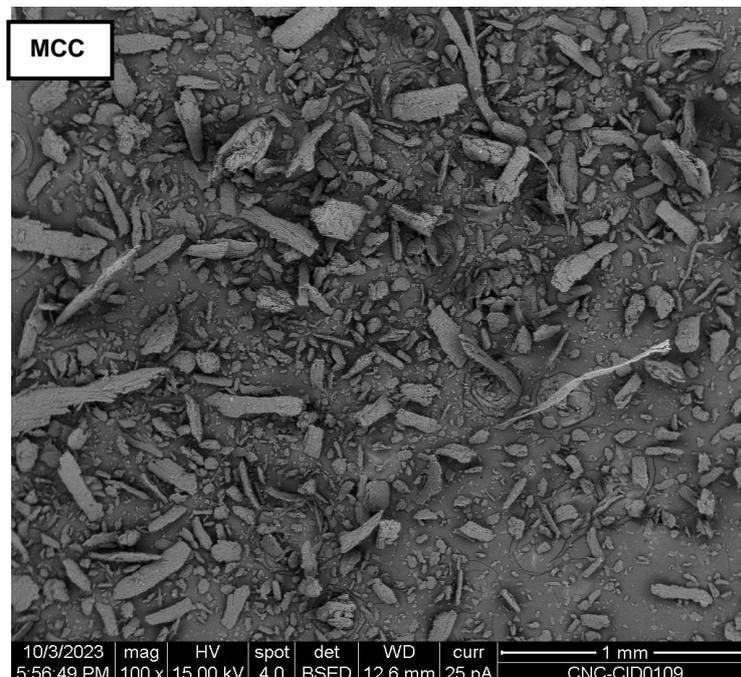


Figura 4.1. Análisis SEM de la microcelulosa sintetizada.

Fuente: Autor

En la Figura 4.2 se observa la morfología de las muestras de alcohol de polivinilo puro y del material polimérico compuesto a una escala de 50 micrómetros. La superficie de la película de alcohol de polivinilo se observa plana, con ligeras rugosidades que probablemente se deban a que el grado de hidrólisis del alcohol de polivinilo es bajo y por ende su solubilidad en agua no es alta. Esto mismo sucede en las tres imágenes de microscopía electrónica de barrido de los materiales compuestos, donde se pueden observar ligeros pliegues dentro de la matriz polimérica. En cambio, en los materiales compuestos con microcelulosa al 1% y al 5% se observan grandes aglomeraciones de microcelulosa que afectan a la matriz polimérica puesto que forma líneas curvadas en la misma [125]. También, se denota que las fibras no se encuentran dispersadas homogéneamente dentro de la matriz polimérica, como también sucede en el estudio de Hasan *et al.* [126].

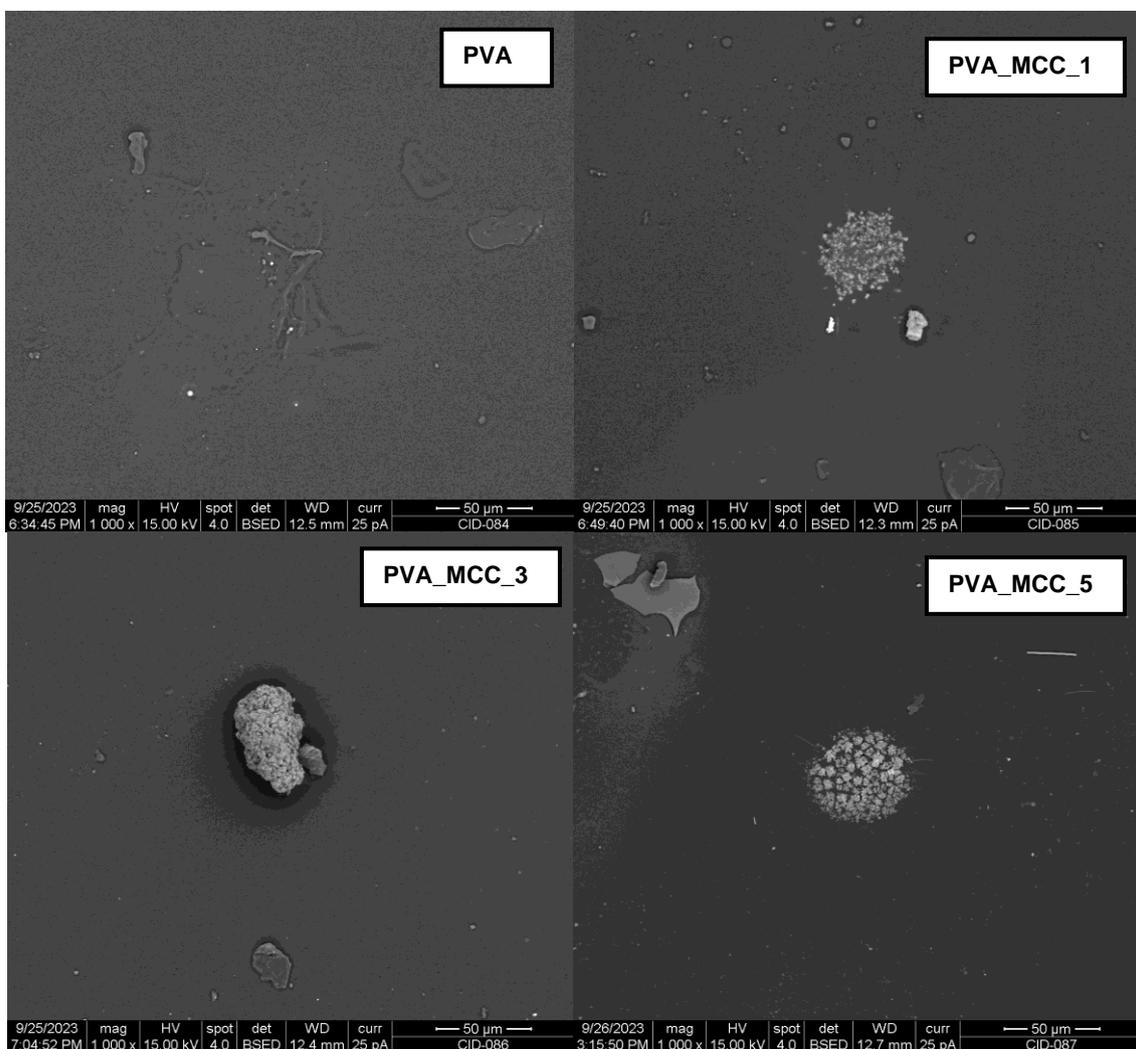


Figura 4.2. Análisis SEM de los materiales compuestos reforzados con microcelulosa.

Fuente: Autor

4.2 Microscopía óptica

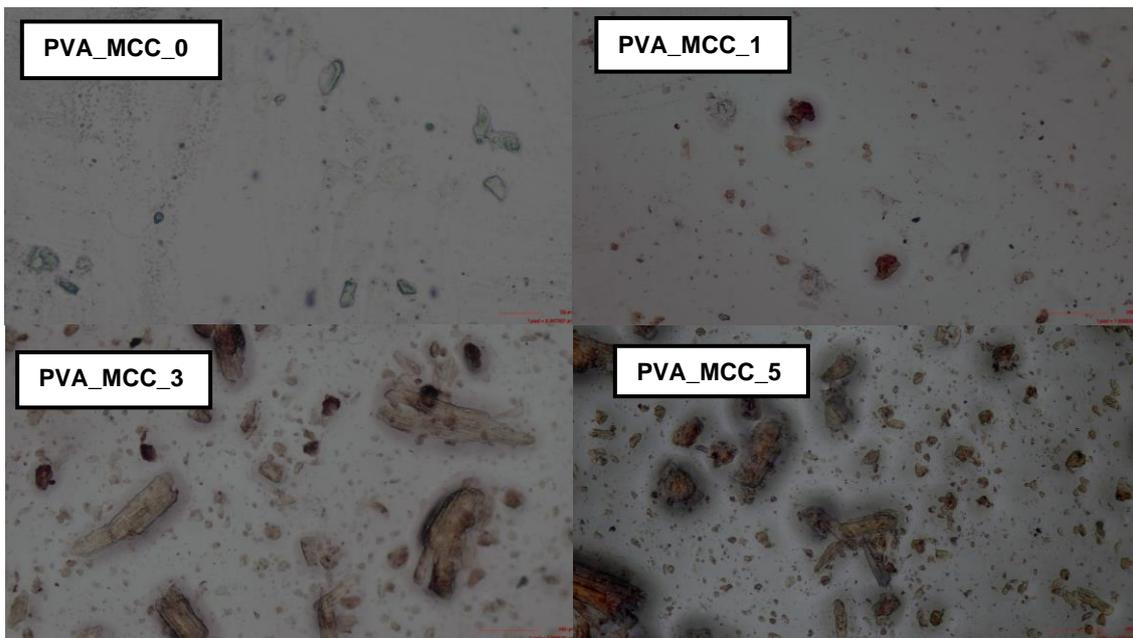


Figura 4.3. Microscopía óptica del alcohol de polivinilo y los materiales compuestos reforzados con microcelulosa.

Fuente: Autor

A las muestras de alcohol de polivinilo se las sometió al ensayo de microscopía óptica para determinar su morfología y la distribución de las fibras en la matriz polimérica, como se ilustra en la Figura 4.3. En la imagen de microscopía óptica de la muestra de alcohol de polivinilo puro se muestran pequeños pliegues, como ya se había comentado anteriormente en la sección 4.1, esto debido al bajo grado de hidrólisis del alcohol de polivinilo. Con respecto a las imágenes correspondientes al material compuesto se puede observar que la fibra es de color café debido a que no se realizó un tratamiento de despigmentación a la microcelulosa obtenida de la fibra de coco. Además, se puede observar que la fibra no se encuentra homogéneamente distribuida dentro de la matriz polimérica, lo cual puede deberse a que el tamaño de partícula de la microcelulosa varía en gran medida. Dado que existen zonas dentro de la matriz polimérica donde se encuentran las partículas de celulosa más grandes y a su alrededor se encuentran las partículas más pequeñas. En las imágenes de microscopía óptica también se puede observar que la cantidad de partículas de microcelulosa se incrementa a medida que aumenta la proporción de microcelulosa en la matriz polimérica. Adicionalmente, en las imágenes de microscopía óptica correspondientes al material compuesto no se observa pliegues en la matriz polimérica, a diferencia de las imágenes de microscopía electrónica de barrido. Una razón para explicar esta diferencia podría ser que las muestras de material compuesto se sometieron a sonicación mientras que la muestra de alcohol de polivinilo pura no se sometió a este tratamiento. Por lo que, los pliegues en la

matriz polimérica disminuyeron de tamaño con la sonicación y solo pueden ser observados a escalas más pequeñas como la del microscopio electrónico de barrido. En la Figura 4.3, también se puede observar que todas las muestras analizadas en el microscopio tienen una matriz polimérica plana sin poros, mientras que en el estudio de Liu *et al.* [127] se muestran imágenes de microscopía óptica donde la superficie del alcohol de polivinilo se muestra rugosa y porosa dado que tiene un reforzamiento híbrido de nanocelulosa y nanoplaquetas de grafeno.

4.3 Espectrometría infrarroja por transformada de Fourier

Los enlaces de los grupos funcionales relevantes para la estructura de la microcelulosa se analizaron mediante la técnica de espectrometría infrarroja por transformada de Fourier como se observa en la Figura 4.4. Para la microcelulosa, hay dos bandas en 3430.6 cm^{-1} y 2922.4 cm^{-1} correspondientes a la banda de estiramiento del grupo hidroxilo y del enlace del CH_2 , respectivamente [128]. También se observa un pico en 1630.6 cm^{-1} relacionados a la vibración de flexión del agua absorbida [128], [129]. Los picos en 1387 cm^{-1} y en 1270.6 cm^{-1} están asociados al estiramiento del enlace simple entre carbono e hidrogeno [128]. La banda en 1058.8 cm^{-1} corresponde al estiramiento entre el enlace de carbono y oxígeno en la celulosa [128], [129], [130].

En cambio, la Figura 4.5 muestra los enlaces de los grupos funcionales correspondientes al alcohol de polivinilo y los materiales compuestos de alcohol de polivinilo reforzado con microcelulosa. Las bandas en 3434.7 cm^{-1} y 2937.2 cm^{-1} están relacionadas con el estiramiento del grupo hidroxilo y del enlace entre carbono e hidrógeno del CH_2 , respectivamente [131], [132]. También, se observa un pico en 3153 cm^{-1} el cual no es característico del alcohol de polivinilo puro. Para analizar la aparición de esta banda en el espectro del alcohol de polivinilo y los materiales compuestos, se debe tener en cuenta que el alcohol de polivinilo se suele sintetizar mediante la hidrólisis del acetato de polivinilo utilizando hidróxido de sodio y metanol como se observa en la Figura 4.6. Pero, en la reacción de hidrólisis no siempre es completa, dado que puede darse el caso de que una parte de los reactivos no se convierta en productos. Esto se ilustra en la Figura 4.7, donde se muestran dos estructuras del alcohol de polivinilo: una que se encuentra completamente hidrolizada y otra parcialmente. Por lo general, a nivel comercial el alcohol de polivinilo tiene un grado de hidrólisis mayor al 80%, sin embargo, en el caso del presente estudio se calculó en la sección 3.1 que el grado de hidrólisis del alcohol de polivinilo era del 34.69%. Este bajo grado de hidrólisis del alcohol de polivinilo, implica que es un copolímero de acetato de polivinilo y alcohol de polivinilo y que es el acetato de polivinilo el que se encuentra en una mayor proporción. Esto se denota con el pico en 1735.4 cm^{-1} que está asociado con el estiramiento del enlace entre carbono y oxígeno del grupo carbonilo correspondiente al acetato de polivinilo que no se encuentra hidrolizado en su totalidad a alcohol de polivinilo [131], [133]. Las bandas en 1431.7 cm^{-1} y 1374.5 cm^{-1} corresponden a la vibración por flexión del enlace entre carbono e hidrógeno del CH y CH_2 , respectivamente [132], [133]. Mientras que la banda en 1255.6 cm^{-1} indica la vibración por flexión de enlace entre

carbono y oxígeno del acetato de polivinilo sin hidrolizar [133]. Así mismo, las bandas en 1082.6 cm^{-1} y 850.6 cm^{-1} denotan la vibración de estiramiento del enlace entre carbono y oxígeno del acetato de polivinilo que permanece no hidrolizado [131]. Mientras que la banda en 608.48 cm^{-1} corresponde a la vibración del grupo hidroxilo del alcohol de polivinilo [132].

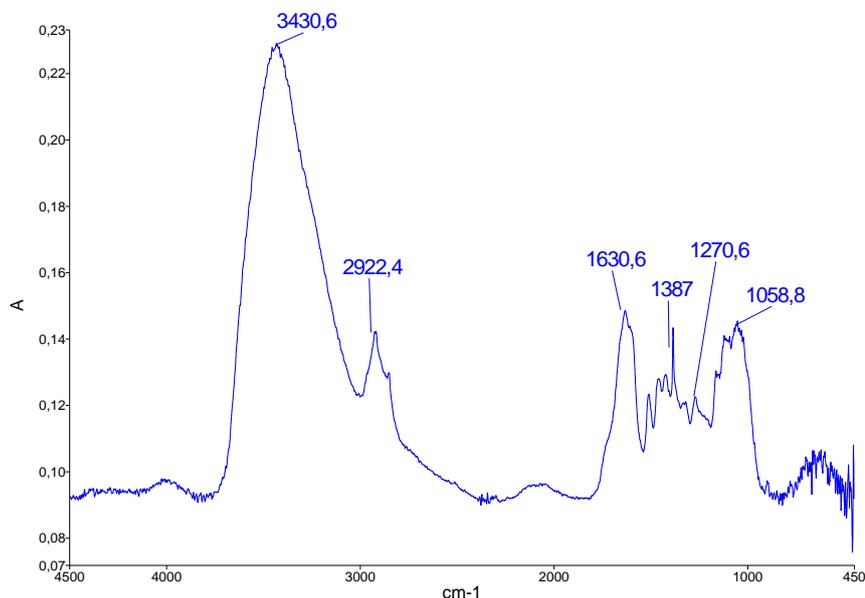


Figura 4.4. FTIR de la microcelulosa.

Fuente: Autor

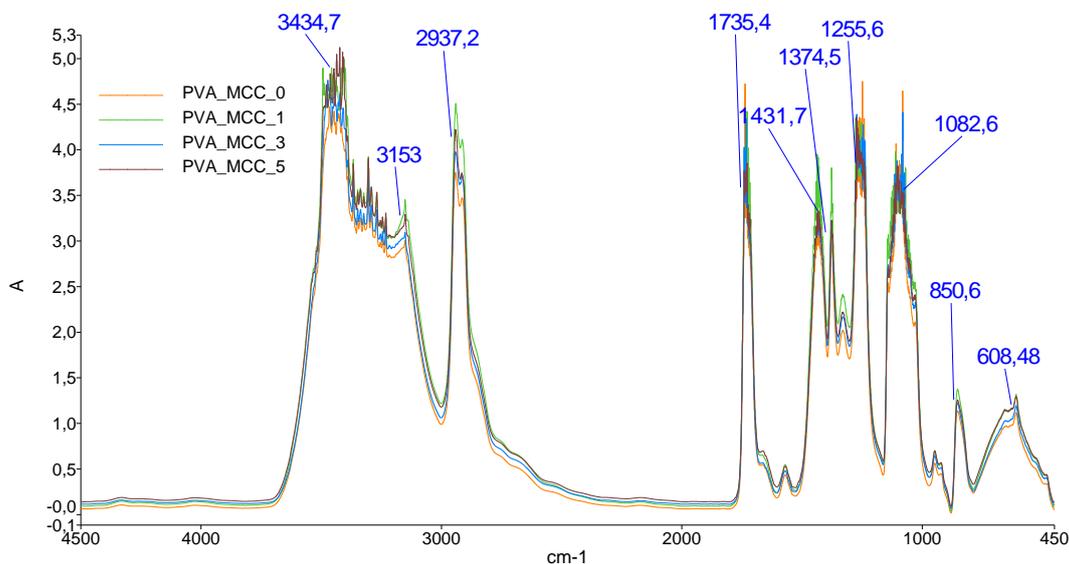


Figura 4.5. FTIR del alcohol de polivinilo puro y los materiales compuestos poliméricos.

Fuente: Autor

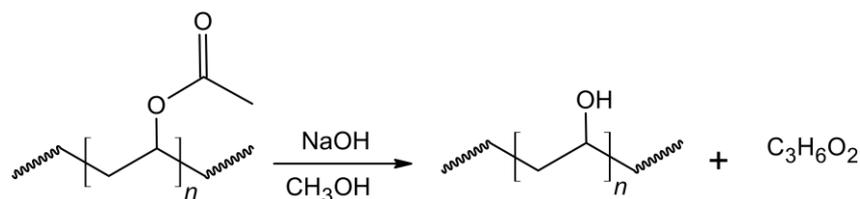


Figura 4.6 Reacción de hidrólisis para la síntesis del alcohol de polivinilo.

Fuente: Adaptado de Mol *et al.* [134] y Haweel *et al.* [135].

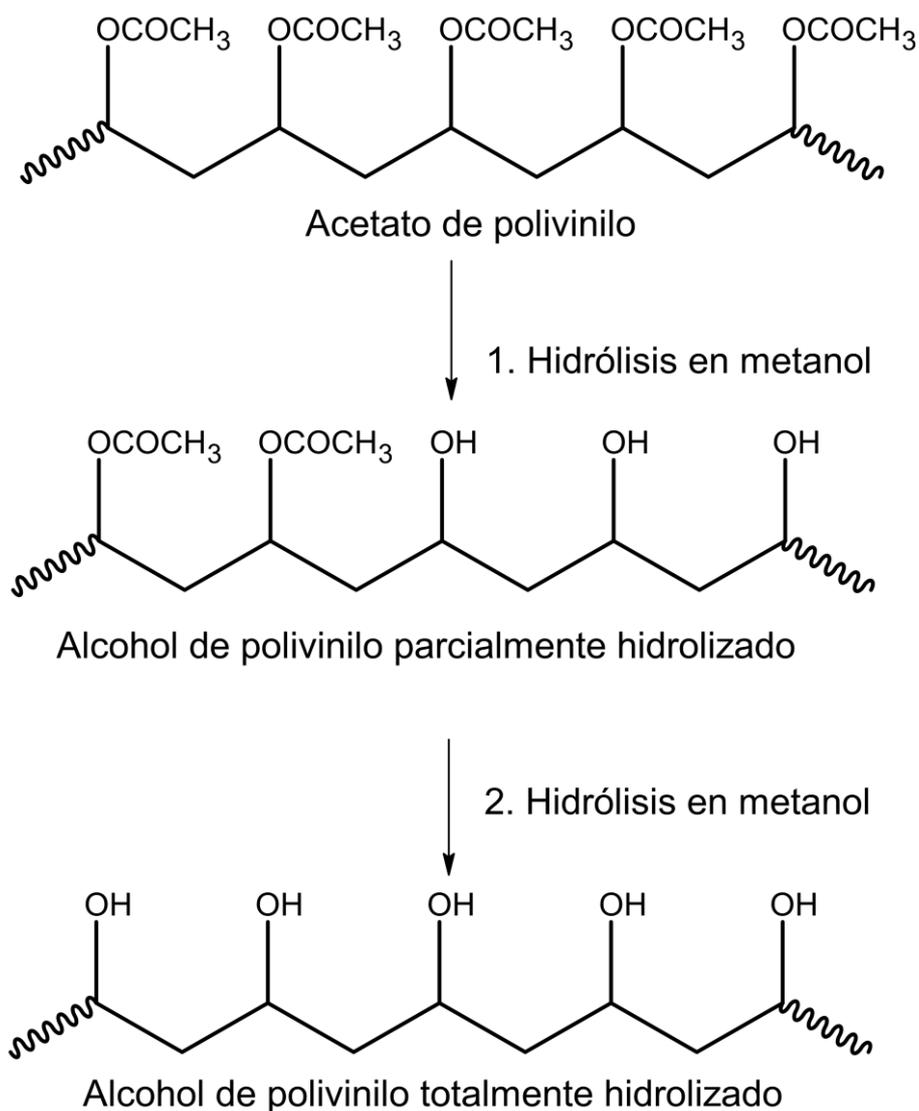


Figura 4.7. Hidrólisis parcial y completa del acetato de polivinilo.

Fuente: Adaptado de Mokwena Nthoiwa [86].

4.4 Difracción de rayos X

Los patrones de difracción de rayos X de las muestras de microcelulosa, alcohol de polivinilo y los materiales compuestos se muestran en las Figuras 4.8 y 4.9. Para la microcelulosa sintetizada los picos de difracción en el ángulo de 2 theta

se encuentran en 19.0° , 26.3° , 40.3° y 52.2° . A pesar de que para la celulosa los patrones de difracción representativos se localizan en 16° , 22.5° y 35° en los planos de difracción $(1\ 0\ \bar{1})$, $(0\ 0\ 2)$ y $(0\ 4\ 0)$, respectivamente [136], [137], [138], [139]. Esta diferencia entre los picos de difracción característicos de la celulosa y la microcelulosa a partir de fibra de coco que se obtuvo en este estudio, puede haber sucedido debido al efecto de los tratamientos físicos a los que se sometió la muestra, específicamente a la molienda que se realizó en un molino de mano después de cada tratamiento químico para reducir su tamaño de partícula, de forma que la superficie de las fibras puedan tener una mayor interacción con cada una de las soluciones de los tratamientos químicos mencionados previamente en el capítulo 3. El impacto de los tratamientos físicos en el grado de cristalinidad de la celulosa se evidencia en los estudios efectuados por Mattonai *et al.* [140] y Avolio *et al.* [141]. En ambos estudios se realizan varios ensayos donde varían el tiempo de molienda que se le aplica a la celulosa y miden el porcentaje de cristalinidad de estas. Como resultado, se determina que cuando se aumenta el tiempo de molienda esto ocasiona que se disminuya el porcentaje de cristalinidad de la muestra, hasta que finalmente se vuelve amorfa y en la difracción de rayos X solo se observa un pico en $2\theta = 19^\circ$, como es el caso en este estudio. Se determinó que el grado de cristalinidad de la microcelulosa es 48.34% utilizando la ecuación 3.2 planteada en la metodología. Mientras que utilizando la ecuación 3.3 se determinó que el porcentaje de cristalinidad es 67.65%. Por lo que promediando ambos resultados se obtuvo que el porcentaje de cristalinidad de la microcelulosa es 58%, a diferencia del trabajo de Kian *et al.* [142] donde se obtuvo que el porcentaje de cristalinidad de la microcelulosa sintetizada a partir de las fibras de rosella fue del 78%. De manera similar, el estudio de Landín *et al.* [143] indica que el porcentaje de cristalinidad de la microcelulosa fue de 86.2%. La diferencia en el porcentaje de cristalinidad de la microcelulosa sintetizada con respecto a la muestra de celulosa microcristalina de los dos estudios mencionados anteriormente se debe a que se sometió a la muestra a varias etapas de molienda lo que bajo el grado de cristalinidad de la celulosa sintetizada en este trabajo de investigación. Lo que concuerda con los resultados presentados por Avolio *et al.* [141] donde la celulosa se convierte en amorfa cuando se realiza un tratamiento de trituración por una hora a 650 rpm y de manera similar Mattonai *et al.* [140] reportó que la celulosa es amorfa después de dos horas de molienda.

Se observa que los patrones de difracción del alcohol de polivinilo y los materiales compuestos son similares en la Figura 4.8. El alcohol de polivinilo muestra un pico de difracción en el ángulo $2\theta = 22.2^\circ$ y de manera similar los materiales compuestos presentan patrones de difracción en 22.7° , 22.1° y 22.0° cuando la proporción de reforzamiento de la microcelulosa es del 1%, 3% y 5%, respectivamente. Sin embargo, el pico de difracción característico del alcohol de polivinilo se encuentra en $2\theta = 19.4^\circ$ [144], [145] y en los estudios de Marf *et al.* [146] y Aziz *et al.* [97] se observa otro pico de difracción adicional en el ángulo $2\theta = 40.7^\circ$ que tiene una menor intensidad y corresponde a la fase amorfa del alcohol de polivinilo. Mientras que, el pico de difracción representativo del acetato de polivinilo se localiza en $2\theta = 22.5^\circ$ [147]. Esto corrobora lo que se mencionó anteriormente en la sección 4.3, donde se indicó que el alcohol de polivinilo

utilizado es un copolímero y está constituido en mayor proporción por acetato de polivinilo. Tal como se evidencia con el trabajo de Hammami *et al.* [148], donde se determina que los materiales compuestos de acetato de polivinilo reforzados con celulosa nanocrystalina tienen un patrón de difracción en el ángulo $2\theta = 22.64^\circ$ en el plano (0 2 0), el cual es similar a los picos de difracción obtenidos en la presente investigación.

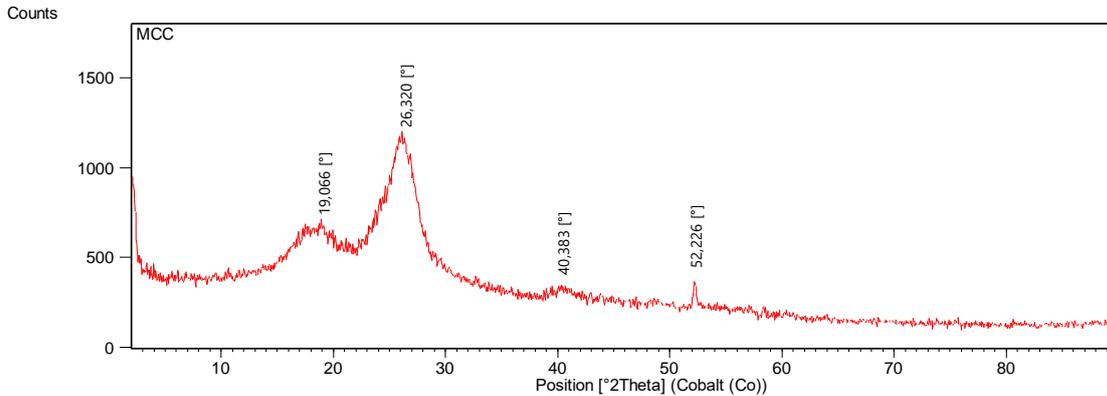


Figura 4.8. Difractograma de rayos X de la celulosa.

Fuente: Autor

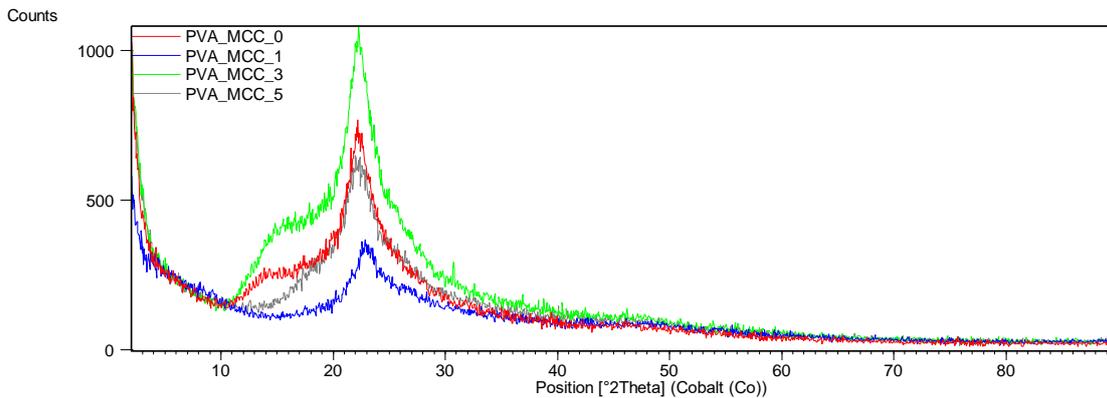


Figura 4.9. Difractograma de rayos X de los materiales compuestos poliméricos.

Fuente: Autor

4.5 Análisis termogravimétrico integrado con calorimetría diferencial de barrido

Se realizó el análisis termogravimétrico integrado con calorimetría diferencial de barrido a la muestra de microcelulosa, el alcohol de polivinilo y los materiales compuestos poliméricos como se ilustra en la Figura 4.10. Donde se denota que la celulosa tiene dos etapas de pérdida de masa, mientras que los materiales compuestos y el alcohol de polivinilo tienen tres etapas de pérdida de masa.

En la tabla 4.1 se observa los porcentajes de pérdidas de masa asociados a las etapas de descomposición de la microcelulosa, alcohol de polivinilo y materiales compuestos. Para la celulosa el porcentaje de pérdida de masa es de 9.16% en

la primera etapa, la cual corresponde a la evaporación de agua dentro de la muestra, dado que se remueve la humedad restante [149]. En cambio, la segunda pérdida de masa es de un 60.86% y se debe a la descomposición de la celulosa, cuya respectiva despolimerización sucede por la reacción de transglicosilación. Esto sucede cuando la celulosa a través de la temperatura ha ganado suficiente energía para superar la barrera de energía y entonces se puede producir levoglucosano (1,6 anhidro-beta-D-glucopiranos) y su isómero, furanosa (1,6 anhidro-beta-D-glucofuranosa) [150]. Estas reacciones de transglicosilación suelen estar acompañadas por reacciones de deshidratación y luego suelen ser seguidas por reacciones de fisión en la fase gaseosa y en la fase sólida por reacciones de descomposición donde se generan gases, productos volátiles y carbono residual “estable” [150].

Con respecto al alcohol de polivinilo, su reacción de descomposición es ilustrada en la Figura 4.11. La primera etapa de pérdida de masa del alcohol de polivinilo es del 9.260% y está asociada a la evaporación de moléculas de agua dentro de la estructura polimérica [151], [152]. La segunda etapa de pérdida de masa es del 68.68% y se debe a la reacción de deshidratación del polímero, la cual sucede a través de la remoción de la mayoría de los grupos hidroxilos de la cadena de alcohol de polivinilo quedando como producto cadenas lineales con doble enlace en el carbono donde se encontraba el -OH, formando polienos que son polímeros con cadenas lineales donde el carbono tiene doble enlace [151], [153]. En la tercera etapa de pérdida de masa, el porcentaje es del 16.31% y se encuentra relacionada a la degradación de los polienos a grupos alifáticos. Como es el caso, de las reacciones de Diels-Alder y de la ciclización intramolecular donde los polienos se transforman a productos aromáticos sustituidos y en las reacciones por radicales donde los polienos se convierten a productos alifáticos u olefinas sustituidas [151].

Al analizar las etapas de degradación de la materia prima (celulosa y alcohol de polivinilo) desde 25°C hasta 700°C y los materiales compuestos poliméricos desde 25°C hasta 800°C, se determina que todavía queda materia que no se ha degradado, el porcentaje de residuo de las muestras se ilustra en la tabla 4.2. En donde se observa que la celulosa es la que tiene un porcentaje mayor de residuo debido a que la materia inorgánica que poseen las fibras se degrada a mayores temperaturas. En el caso del alcohol de polivinilo y los materiales compuestos se muestra que el porcentaje de residuo de estos es mucho menor que el de la celulosa, dado que se encuentra en el rango de 4.54% a 5.75%. Se observa que el porcentaje de residuo de las muestras de material compuesto no guarda relación con la proporción de celulosa, lo que es coherente puesto que en el análisis gravimétrico se analiza una parte de la película y esto no es una representación de toda la película.

En la tabla 4.3 se ilustra el valor de la entalpía necesaria para que sucedan cada una de las etapas de descomposición de la materia prima y los materiales compuestos. Con la técnica de calorimetría diferencial de barrido se puede determinar si la pérdida de masa que sucede debido a la descomposición térmica de las muestras es un fenómeno exotérmico o endotérmico. En este caso, los fenómenos son endotérmicos tanto para las dos etapas de descomposición de la

celulosa como para las tres etapas de descomposición del alcohol de polivinilo y los materiales compuestos, es decir que se necesita energía para que la descomposición suceda. El estudio de Voronova et al. [154] también reportó resultados similares para materiales compuestos de alcohol de polivinilo reforzados con nanocelulosa, dado que se determinó que la descomposición térmica de las mismas corresponde a fenómenos endotérmicos.

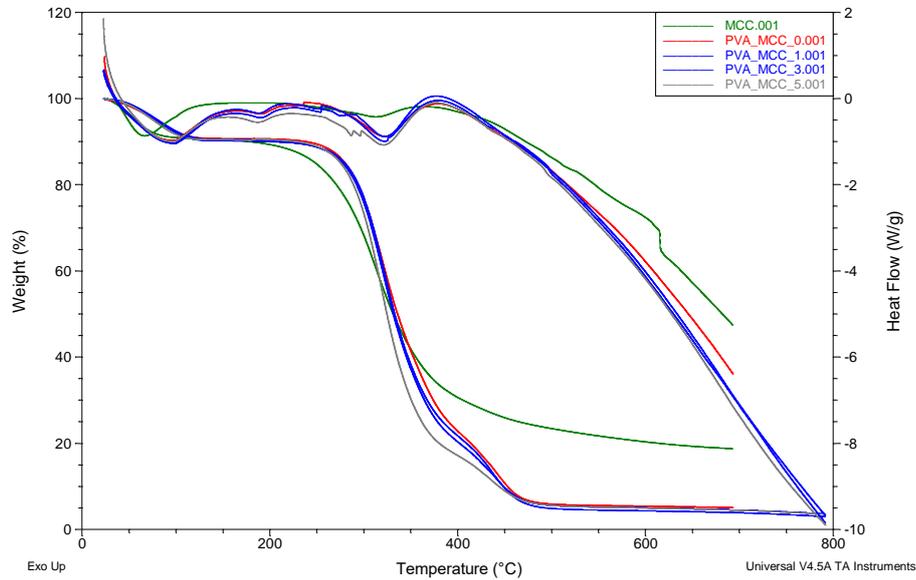


Figura 4.10. Análisis termogravimétrico integrado con calorimetría diferencial de barrido de la microcelulosa y los materiales compuestos poliméricos.

Fuente: Autor

Tabla 4.1. Pérdida de masa de cada fase de degradación para la microcelulosa, alcohol de polivinilo y material compuesto.

Muestra	Primera fase		Segunda fase		Tercera fase	
	T (°C)	% Pérdida de masa	T (°C)	% Pérdida de masa	T (°C)	% Pérdida de masa
MCC	(27.08 - 112.87)	9.160	(112.87- 406.00)	60.86	-	-
PVA_MCC_0	(23.61 - 144.35)	9.260	(144.35- 404.03)	68.68	(404.03- 551.61)	16.31
PVA_MCC_1	(22.61 - 140.80)	9.764	(140.80- 404.99)	69.46	(404.99- 545.71)	16.24
PVA_MCC_3	(22.89- 148.06)	9.479	(148.06- 401.36)	70.45	(401.36- 523.93)	14.74
PVA_MCC_5	(22.69- 135.35)	9.527	(135.35- 399.55)	73.28	(399.55- 540.27)	11.97

Fuente: Autor

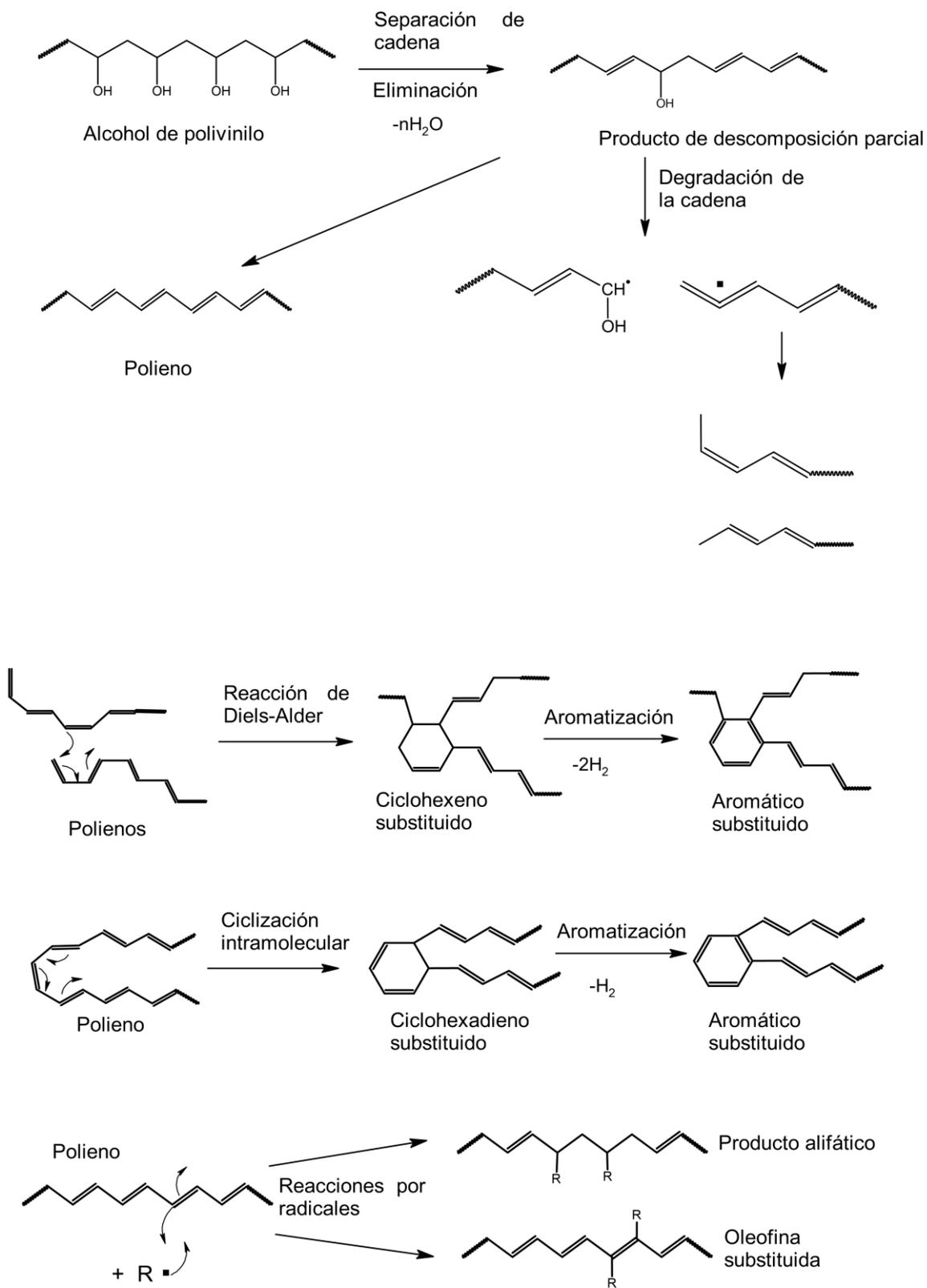


Figura 4.11. Reacción de degradación del alcohol de polivinilo.

Fuente: Obtenido de Gilman *et al.* [151]

Tabla 4.2. Residuo final después de realizar el análisis termogravimétrico para la microcelulosa, el alcohol de polivinilo y los materiales compuestos.

Muestra	%Residuo
MCC	29.98
PVA_MCC_0	5.75
PVA_MCC_1	4.54
PVA_MCC_3	5.33
PVA_MCC_5	5.22

Fuente: Autor.

Tabla 4.3. Análisis de calorimetría diferencial de barrido para cada una de las etapas de degradación de la microcelulosa, el alcohol de polivinilo y los materiales compuestos.

Muestra	Primera fase		Segunda fase		Tercera fase	
	T máx	Entalpía (J/g)	T máx	Entalpía (J/g)	T máx	Entalpía (J/g)
MCC	66.51	83.90	319.20	9.326	-	-
PVA_MCC_0	99.54	93.41	192.33	6.089	326.43	56.70
PVA_MCC_1	99.61	125.5	190.68	9.066	327.10	64.26
PVA_MCC_3	99.61	129.8	192.95	5.432	324.86	72.56
PVA_MCC_5	96.85	140.8	189.04	8.908	325.52	75.27

Fuente: Autor

4.6 Resistencia a la tensión

En la Figura 4.12 ilustran los resultados de los ensayos de tensión a los que se sometió al alcohol de polivinilo puro y a las tres muestras de material compuesto de alcohol de polivinilo reforzado con celulosa. Se observa que los materiales compuestos reforzados con proporciones del 1% y el 3% de microcelulosa son los que presentan valores más alto de resistencia a la tensión, pero el material compuesto con 3% de microcelulosa tiene una desviación estándar más pequeña que el del 1% de microcelulosa. Por lo tanto, se determina que el material compuesto con 3% de microcelulosa con 18.74 MPa y una desviación de 3.19 es el que posee la resistencia a la tensión más alta. Sin embargo, los materiales compuestos no superaron los valores de resistencia a la tensión con respecto al polímero puro. Esto puede haber ocurrido debido a que la fibra no se encontraba homogéneamente distribuida dentro de la matriz polimérica lo que conlleva a que se forme aglomeraciones de la fibra y se generen concentradores de esfuerzo que provocan que el material no posea un buen comportamiento

mecánico. Pero, aunque los materiales compuestos no superen a la película de alcohol de polivinilo comparándolos con los resultados reportados por otros estudios tienen valores más altos de resistencia a tensión. Como es el caso del trabajo de Senusi *et al.* [24] donde se sintetizan películas de alcohol de polivinilo y microcelulosa en proporciones de 0.5%, 1% y 1.5% y se obtiene que material compuesto con mayor resistencia a la tensión es el que está reforzado con un 1% de microcelulosa con un valor de 11.87MPa. De manera similar Sharma *et al* [26] elabora películas de materiales compuestos de alcohol de polivinilo y almidón reforzado con microcelulosa y el valor de resistencia a la tensión más alto corresponde al material reforzado con 25% de fibras de celulosa con 6.06 MPa.

En la Tabla 4.4 se observan de manera detallada los resultados de la resistencia a la tensión y la elongación al quiebre. En la cual los materiales compuestos presentan valores de elongación al quiebre mayores que el alcohol de polivinilo. Esto puede suceder a que suele existir una relación inversa entre la resistencia a la tensión y la elongación al quiebre de un material. Lo cual concuerda con los resultados obtenidos, puesto que el alcohol de polivinilo tiene una resistencia a la tensión mayor que los materiales compuestos sintetizados. El material compuesto reforzado con un 1% de microcelulosa es el que posee el valor más alto de elongación al quiebre con un 116.38%. Por otra parte, en el estudio de Sharma *et al.* [26] el valor de elongación al quiebre más alto (40%) corresponde al material compuesto reforzado con un 30% de microcelulosa. Mientras que en el estudio de Dien *et al.* [124] el porcentaje de elongación al quiebre es 262.5% para el alcohol de polivinilo con 10% de microcelulosa.

Tabla 4.4. Resultados del ensayo de tensión.

Muestras	Resistencia a la tensión (MPa)	Promedio	Elongación al quiebre (%)	Promedio
PVA_MCC_0	35.18	33.18±2.03	54.75	59.85±24.43
	31.12		86.42	
	33.24		38.37	
PVA_MCC_1	25.16	18.87±5.53	83.17	116.38±31.14
	14.72		144.93	
	16.74		121.06	
PVA_MCC_3	21.91	18.74±3.19	54.22	112.45±52.71
	15.53		126.22	
	18.77		156.92	
PVA_MCC_5	14.82	14.23±1.43	25.52	63.13±34.75
	15.28		69.81	
	12.60		94.06	

Fuente: Autor

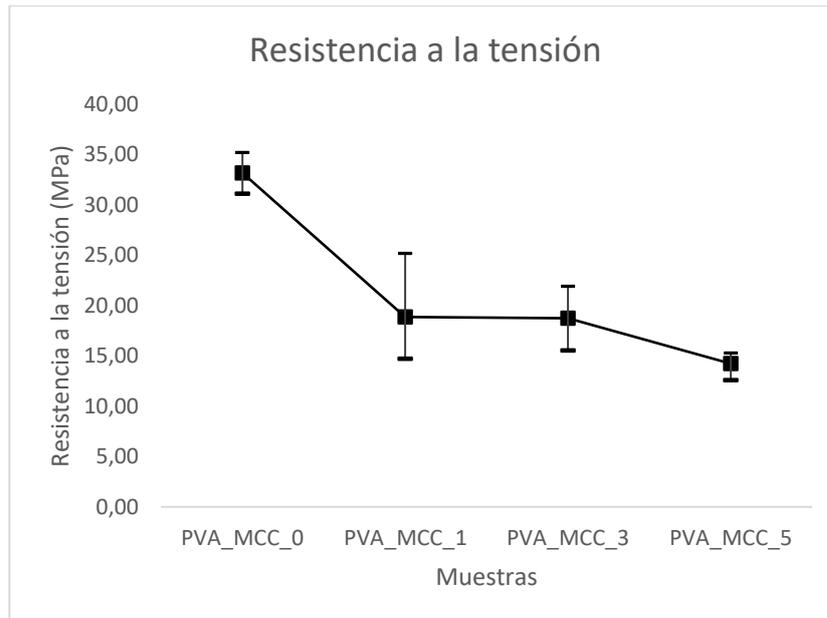


Figura 4.12. Resultados de la resistencia a la tensión de los materiales compuestos poliméricos.

Fuente: Autor

4.7 Aprendizaje automático

Para determinar la correlación entre las variables de entrada con la variable de salida se realizó un mapa de color de correlación de Pearson que se muestra en la Figura 4.13. El mapa de calor nos permite observar si la relación entre dos variables es fuerte o débil. Mientras más intenso sea el color azul más fuerte será la correlación de las dos variables y positiva. En cambio, mientras más claro sea el color la correlación de las dos variables será más fuerte y negativa. Por otra parte, los colores azules claros indican que la correlación es débil. Con la gráfica de correlación se puede observar que las variables de entrada tienen una correlación débil con respecto a la resistencia a la tensión (variable de salida), dado que el valor del coeficiente de correlación se encuentra dentro del rango de -0.5 a 0.43. Esto implica que con los datos recopilados un modelo de regresión lineal no sería adecuado para predecir la relación de las variables de entrada analizadas con respecto a la variable de salida. Por lo tanto, para este conjunto de datos más complejo se puede implementar un algoritmo de aprendizaje automático para encontrar los patrones en los datos.

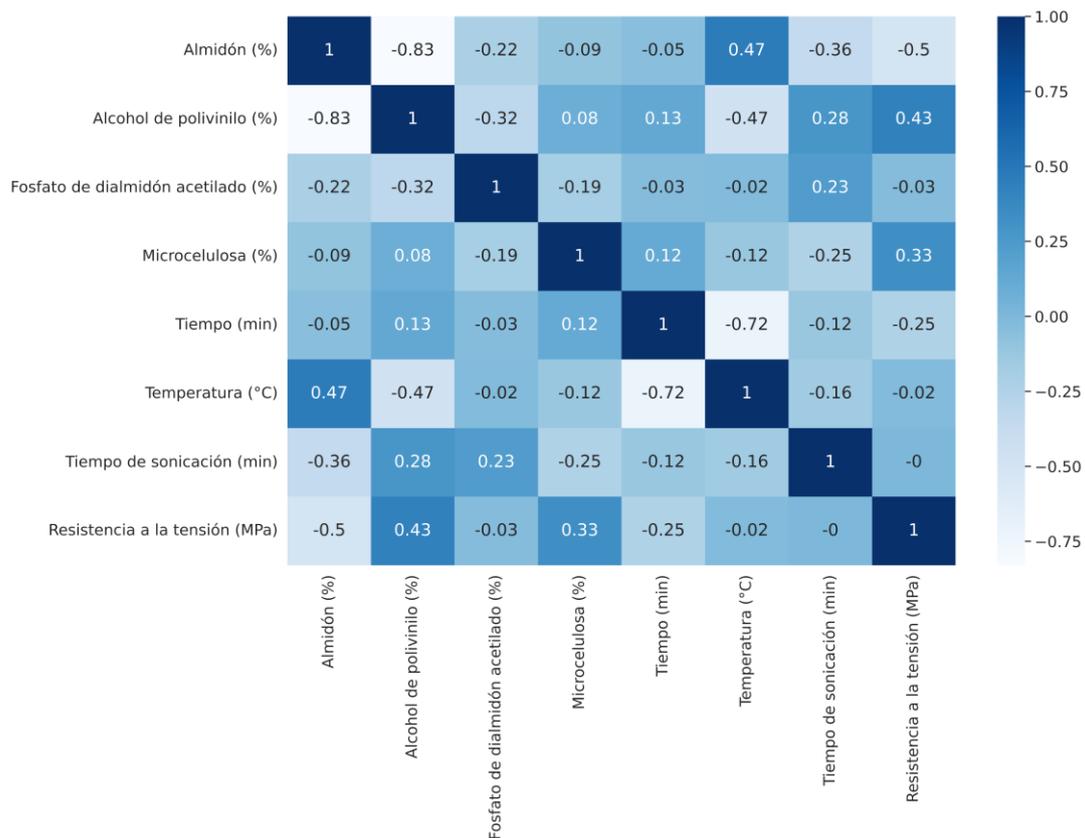


Figura 4.13. Mapa de calor de correlación de Pearson de las variables estudiadas en el algoritmo de aprendizaje automático

Fuente: Autor

4.7.1 Implementación de los modelos de aprendizaje automático

Se implementaron tres modelos de aprendizaje automático: árboles extremadamente aleatorizados, árboles de decisión y aumento de gradiente extremo para predecir la resistencia a la tensión. En la Tabla 4.5 se muestran los resultados de las cinco métricas estadísticas para evaluar el rendimiento del modelo tanto en la etapa de entrenamiento como en la etapa de prueba. Se observa que los tres modelos tienen un rendimiento relativamente bueno con un coeficiente de determinación en la etapa de entrenamiento que se encuentra dentro del rango de 0.72 hasta 0.68. Aunque para los tres modelos el coeficiente de determinación de la etapa de entrenamiento es mayor que el de la etapa de prueba, son valores cercanos por lo que se puede observar que no hay un sobreajuste en los modelos. El modelo que tiene el valor más alto del coeficiente de determinación en la etapa de prueba es el de árboles extremadamente aleatorizados con un valor de 0.69. Otros estudios también han reportado el uso de algoritmos de aprendizaje automático para predecir las propiedades mecánicas de materiales poliméricos. Özkan *et al.* [36] estudió la predicción de las propiedades mecánicas del alcohol polivinílico reforzado con nanofibras de celulosa oxidada y entrecruzadas con TEMPO. En este estudio se reportó que el modelo de red neuronal artificial tuvo un mejor desempeño

con valores de MAE de 0.88, MAPE 0.37 y RMSE de 0.94 para uno de los materiales compuestos analizados. De manera similar, Salah et al. [37] investigó la predicción de absorción electromagnética usando algoritmos de perceptrón multicapa para materiales compuestos de policarbonato y nanotubos de carbono obteniendo una precisión del 99.7994%. Probablemente la razón de que los dos algoritmos de aprendizaje automático reportados por Özkan y Salah tengan un modelo de mejor rendimiento que el que se obtuvo en el presente estudio se deba a que la desviación estándar de los resultados experimentales que ellos analizan es menor y esto influye en la variabilidad que puede tener el resultado de predicción. Dado que la presente investigación también incorpora en su base de datos resultados de otros estudios experimentales y eso conlleva una variabilidad de los resultados de resistencia a la tensión, aun así, el modelo de árboles extremadamente aleatorizados es un modelo generalizable cuyo rendimiento se puede mejorar usando la optimización de hiperparámetros como se muestra en la siguiente sección.

Las gráficas de error de la etapa de prueba de los tres modelos se ilustran en la Figura 4.14. En las gráficas se observa que los resultados de los tres modelos son consistentes y la mayoría de los puntos se encuentran cerca de la línea de tendencia, excepto por unos cuantos valores aberrantes que probablemente son mucho más notorios en el modelo de árboles de decisión y esto explicaría porque su coeficiente de determinación es bastante menor al de los otros dos modelos.

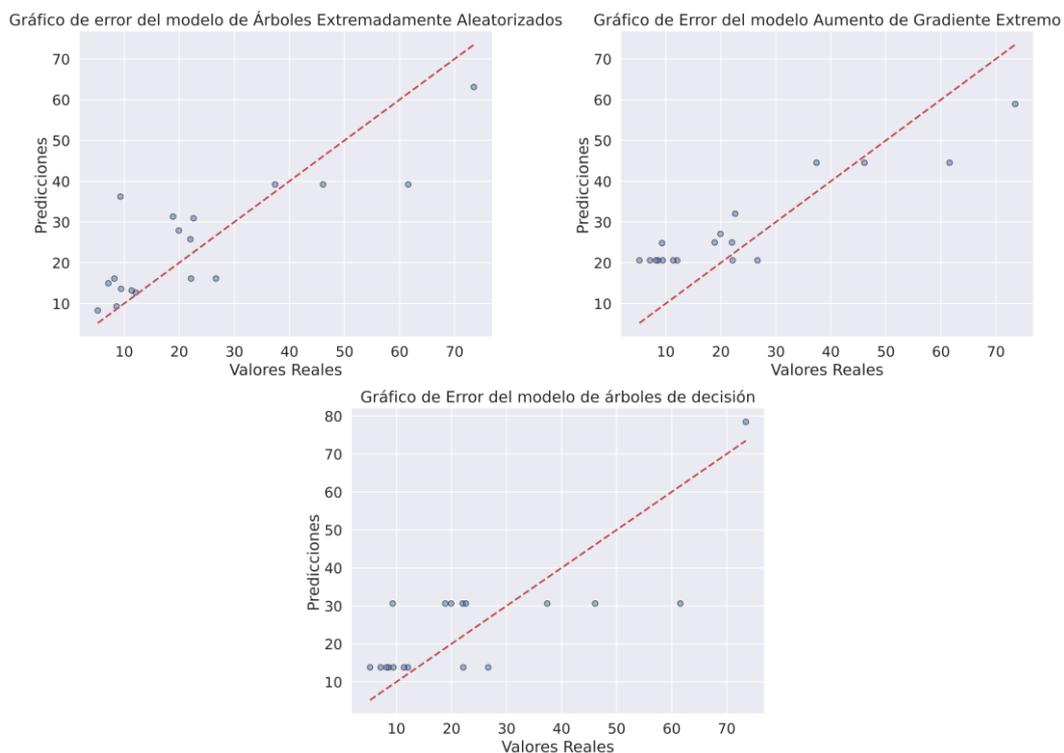


Figura 4.14. Gráficas de error de los modelos iniciales

Fuente: Autor

Tabla 4.5. Métricas de los modelos de aprendizaje automático.

Modelos/Métricas		R ²	MAE	MAPE	MSE	RMSE
Árboles extremadamente aleatorizados	Entrenamiento	0.7008	7.8241	0.4892	125.7238	11.2127
	Prueba	0.6911	7.9816	0.5148	110.4283	10.5085
Aumento del gradiente extremo	Entrenamiento	0.7236	7.4934	0.4748	116.1398	10.7768
	Prueba	0.6861	9.5158	0.7981	112.2379	10.5942
Árboles de decisión	Entrenamiento	0.6858	9.0282	0.5132	132.0176	11.4899
	Prueba	0.6032	9.6924	0.6027	141.8269	11.9091

Fuente: Autor

4.7.2 Optimización de los modelos de aprendizaje automático

Para mejorar las cinco métricas obtenidas en los tres modelos de aprendizaje automático implementados en la sección 4.7.1 se utilizó la técnica de optimización bayesiana, los resultados de la optimización se pueden observar en la tabla 4.6. En donde se denota que en todos los modelos el coeficiente de determinación aumento mientras que los valores del MAE, MAPE, MSE y RMSE disminuyeron, es decir que el error entre el valor experimental y el obtenido por los modelos es menor. Esto nos permite concluir que usar los métodos de optimización para explorar los valores óptimos que pueden tener los modelos de aprendizaje automático permite aumentar el rendimiento de estos. El algoritmo que posee las mejores métricas estadísticas y por ende el mejor rendimiento es de árboles extremadamente aleatorizados, le sigue el modelo de aumento de gradiente extremo y el último es el de árboles de decisión. Esto probablemente se debe a que el algoritmo de árboles extremadamente aleatorizados es robusto y es menos sensible a datos con ruidos, lo cual no es el caso para los modelos de aumento de gradiente extremo y árboles de decisión. En las Tablas 4.7, 4.8 y 4.9 se detallan los valores óptimos obtenidos para los hiperparámetros de los modelos de árboles extremadamente aleatorizados, aumento de gradiente extremo y árboles de decisión, respectivamente.

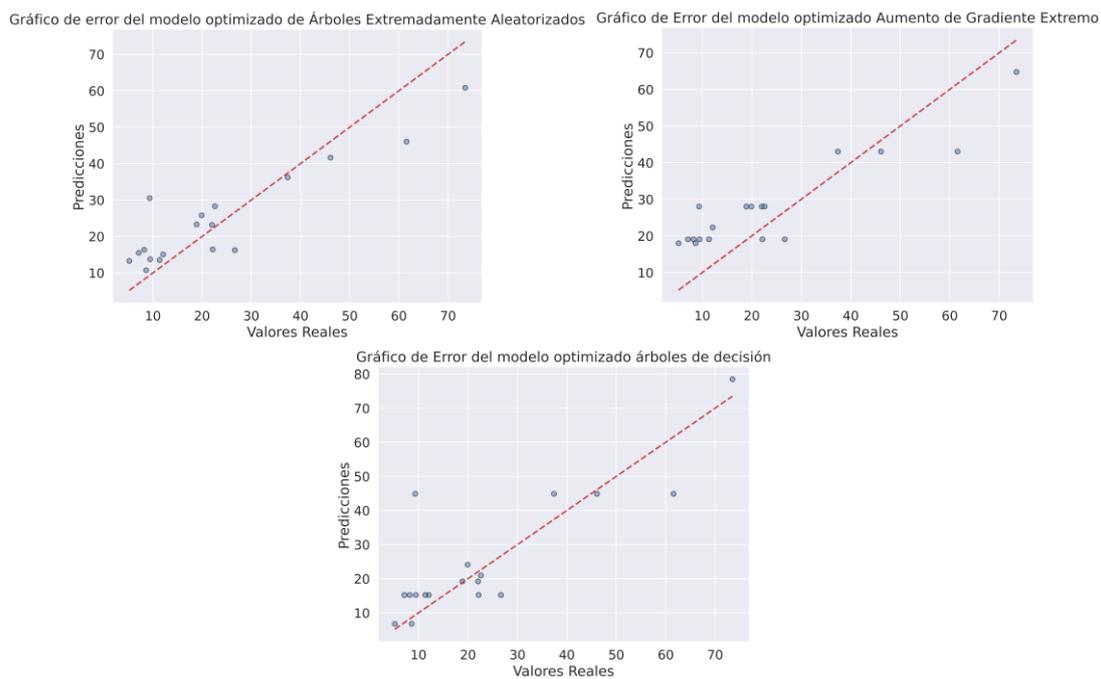


Figura 4.15. Gráficas de error de los modelos optimizados.

Fuente: Autor

Tabla 4.6. Métricas de los modelos de aprendizaje automático optimizados.

Modelos/Métricas		R ²	MAE	MAPE	MSE	RMSE
Árboles extremadamente aleatorizados	Entrenamiento	0.8492	5.6925	0.3608	63.3592	7.9598
	Prueba	0.7921	6.9371	0.5121	74.3112	8.6204
Aumento del gradiente extremo	Entrenamiento	0.7252	8.5566	0.5315	115.4551	10.7450
	Prueba	0.7105	9.2559	0.7548	103.5121	10.1741
Árboles de decisión	Entrenamiento	0.8555	5.7507	0.2540	60.7066	7.7914
	Prueba	0.6874	6.9197	0.5150	111.7418	10.5708

Fuente: Autor

Tabla 4.7. Hiperparámetros para el modelo de árboles extremadamente aleatorizados.

Hiperparámetros	Valor
max_depth	11
max_features	0.36343435219303777
min_samples_leaf	1
min_samples_split	6
n_estimators	603

Fuente: Autor

Tabla 4.8. Hiperparámetros óptimos para el modelo de aumento de gradiente extremo.

Hiperparámetros	Valor
max_depth	3
n_estimators	4

Fuente: Autor

Tabla 4.9. Hiperparámetros óptimos para el modelo de árboles de decisión.

Hiperparámetros	Valor
max_depth	13
max_features	'sqrt'
min_samples_leaf	1
min_samples_split	7
max_leaf_nodes	9

Fuente: Autor

4.8 Redes neuronales convolucionales

Un modelo de transferencia de aprendizaje InceptionV3 [122] con capas personalizadas se entrenó para predecir la resistencia a la tensión de materiales compuestos de alcohol de polivinilo reforzado con microcelulosa. Sin embargo, debido a las características aleatoria de los modelos de aprendizaje profundo, se entrenó y evaluó el modelo veinte veces para determinar el rendimiento promedio y la desviación estándar de los resultados del modelo. Se considero

como una salida valida (hit) si el resultado de la resistencia a la tensión se encuentra dentro del rango del 5% entre el valor experimental y el resultado del modelo.

4.8.1 Aumento de datos

Las imágenes de microscopía óptica y de microscopía electrónica de barrido fueron re-escaladas a un tamaño de 250x250 píxeles y convertidas de imágenes en blanco y negro (microscopía óptica de barrido) y a color (microscopía óptica) a imágenes RGB, como se ilustra en las Figuras 4.16 y 4.17. Las imágenes en blanco y negro tienen solo un canal, lo que las hace más eficientes para entrenar un modelo que las imágenes RGB que tienen tres canales. Las transformaciones de las imágenes se pueden observar en la Figura 4.16 para las imágenes de microscopía óptica y la Figura 4.17 para las imágenes de microscopía electrónica de barrido. Como resultado de aplicar la técnica de aumento de datos se obtuvieron 1647 imágenes para implementar el modelo.

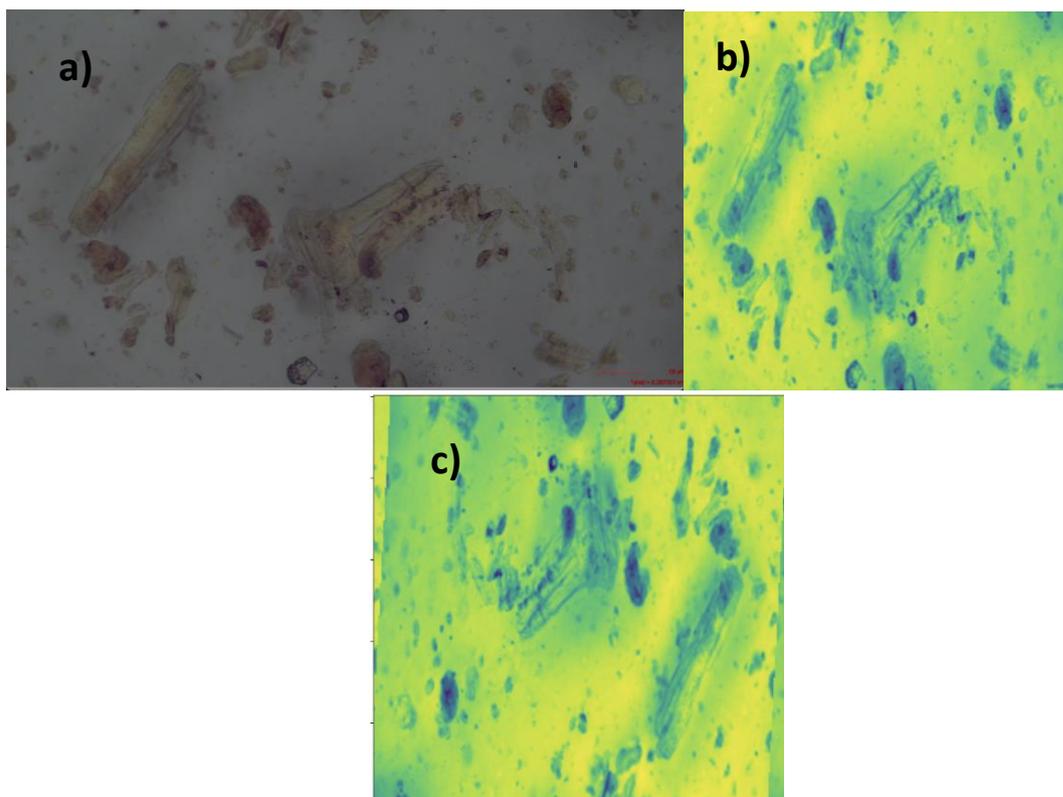


Figura 4.16. Imágenes de microscopía óptica de los materiales compuestos: a) material compuesto PVA_MCC_3, b) imagen re-escalada a 250x250, c) imagen obtenida con la técnica de aumento de datos.

Fuente: Autor

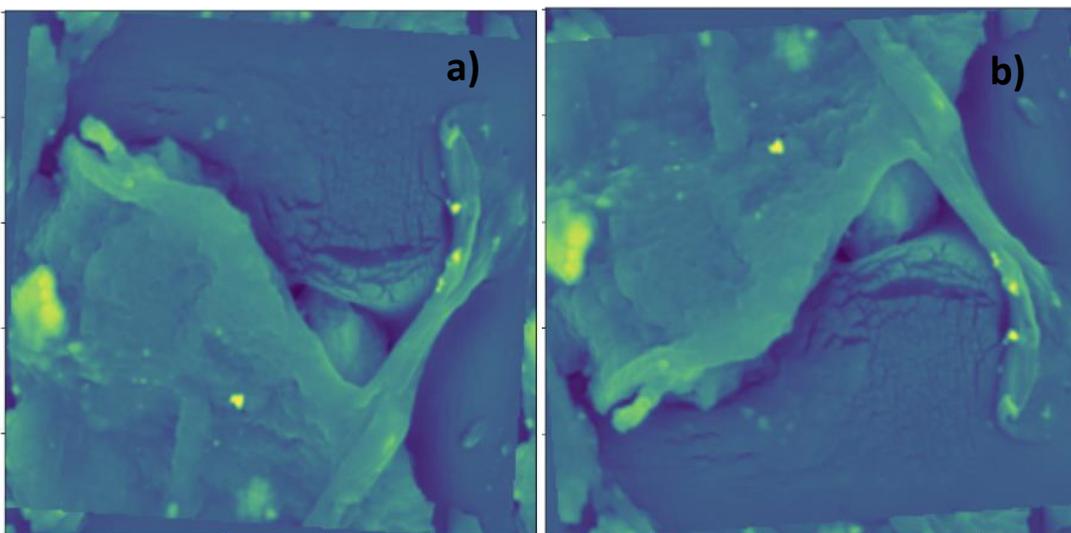


Figura 4.17. Imágenes de microscopía electrónica de barrido de los materiales compuestos: a) material compuesto PVA_MCC_1, b) imagen obtenida con la técnica de aumento de datos.

Fuente: Autor

4.8.2 Optimización de hiperparámetros de la red neuronal convolucional

Para optimizar los hiperparámetros de la red neuronal convolucional se utilizó el método de búsqueda aleatoria y se determinó los valores de cuatro hiperparámetros que mejoran la métrica de rendimiento del modelo, los cuales se encuentran detallados en la Tabla 4.10. El valor del tamaño de lote es 14, el cual es un valor relativamente pequeño que permite que el modelo actualice los pesos frecuentemente. Las unidades densas son 192 lo que mejora la generalización del modelo y equilibra su complejidad, mientras que la tasa de abandono permite evitar su sobreajuste. El valor pequeño de la tasa de aprendizaje permite que las actualizaciones de gradiente en el modelo sean uniformes. Además, una pérdida de validación mínima de 0.859 indica que el modelo de transferencia de aprendizaje se ajusta bien a los datos nuevos. Después de la evaluación del modelo, los valores de pérdida y de precisión personalizada fueron 0,812 y 0,314 respectivamente, lo que sugiere su capacidad para generalizar de manera efectiva.

Tabla 4.10. Conjunto de hiperparámetros óptimos para la red neuronal convolucional.

Hiperparámetro	Valor
Tamaño del lote	14
Unidades densas	192
Tasa de abandono	0.3
Tasa de aprendizaje	6.88e-04

Fuente: Autor

4.8.3 Rendimiento de la red neuronal convolucional

Una vez que se optimizó los hiperparámetros de la red convolucional pre-entrenada con el modelo InceptionV3 [122] con capas personalizadas, se entrenó y evaluó 20 veces la red convolucional para encontrar una tendencia en los resultados. Las métricas Hit_5 y Hit_{10} son los valores predichos por la red convolucional después del entrenamiento que se encuentran dentro de un rango de error del 5% y 10%, respectivamente. Los resultados de ambas métricas para el modelo se encuentran detalladas en la Tabla 4.11. El valor promedio de la función de pérdida indica que la desviación entre los resultados experimentales y los de la red convolucional es pequeña, además la desviación estándar de 0.0029 también es consistente y estable durante las 20 corridas del modelo. El valor de la métrica Hit_5 es de 74.31% con una desviación estándar de 3.7%, lo que indica que el rendimiento del modelo es bueno y tiene una baja variabilidad, pero si considera un rango de error del 10% (Hit_{10}) el rendimiento mejora drásticamente y también se reduce su variabilidad.

En la Figura 4.18 se ilustra el comportamiento de pérdida durante la fase de entrenamiento. Tanto para los valores de pérdida del entrenamiento como los de prueba, la curva de entrenamiento muestra una tendencia decreciente consistente a través de las corridas realizadas. Además, dado que la curva de prueba está por debajo de la curva de entrenamiento significa que el modelo está generalizando bien a las imágenes nuevas que no ha visto anteriormente y no existe sobreajuste. En términos de estabilidad, el modelo presenta leves fluctuaciones en la curva de prueba debido a la variabilidad presente en las imágenes de la base de datos, pero una estabilidad en general se logra a medida que las corridas de entrenamiento continúan dado que la tasa de aprendizaje es menor a 0.06. Por lo tanto, se puede establecer que el modelo es consistente y generalizable en los veinte modelos entrenados.

Tabla 4.11. Resultados del rendimiento de la red neuronal convolucional.

Métricas	Promedio	Desviación estándar
Hit_5 [%]	74.31	3.70
Hit_{10} [%]	97.01	1.2
Pérdida (10^{-2})	3.46	0.29

Fuente: Autor

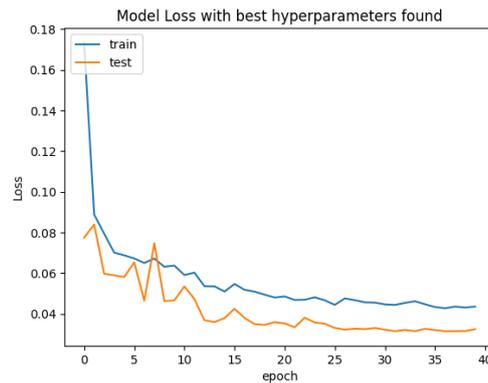


Figura 4.18. Comportamiento de la función de pérdida vs. el número de corridas de la red neuronal convolucional.

Fuente: Autor

4.8.4 Resultados de la red neuronal convolucional

En un archivo separado, el modelo Inception V3 [122] con capas personalizadas e hiperparámetros optimizados fue cargado pasando la métrica “precisión personalizada” al parámetro “custom_objects”. Los resultados indican el rendimiento del modelo basados en la precisión “hit” y presentan en la Tabla 4.12. El modelo alcanza un rendimiento de 76.69% cuando se usa un rango del 5% del margen de error mientras que logra un rendimiento del 93.61% cuando el margen de error se amplía al 10%.

Aquellos resultados indican que el modelo tiene un rendimiento razonable en restricciones estrictas. También, la precisión aumenta al ampliarse el margen de la desviación del error de 1 a 3 N/mm². Otros estudios han reportado resultados similares al usar la técnica de transferencia de aprendizaje y redes neuronales convolucionales. Por ejemplo, Thike *et al.* [155] reportó predicciones con alta precisión de los errores relativos menor al 10% para propiedades mecánicas como fricción y pérdida de peso por desgaste. También, en el estudio de Ma *et al.* [156] se aplicó un modelo VGG16 pre-entrenado con pesos de la base ImageNet [123] para predecir propiedades como resistencia a la tracción basadas en imágenes de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido para tres aleaciones de aluminio. El error entre los valores experimentales y los estimados por el modelo se encuentran en el rango de 8% a 12%. Además, los márgenes de error del 5% y el 10% con una precisión relativamente alta están en el rango de los resultados informados en estudios similares.

Tabla 4.12. Resultados del rendimiento de la red neuronal convolucional.

Métricas	Valores
Hit ₅ [%]	76.69
Hit ₁₀ [%]	93.61

Fuente: Autor

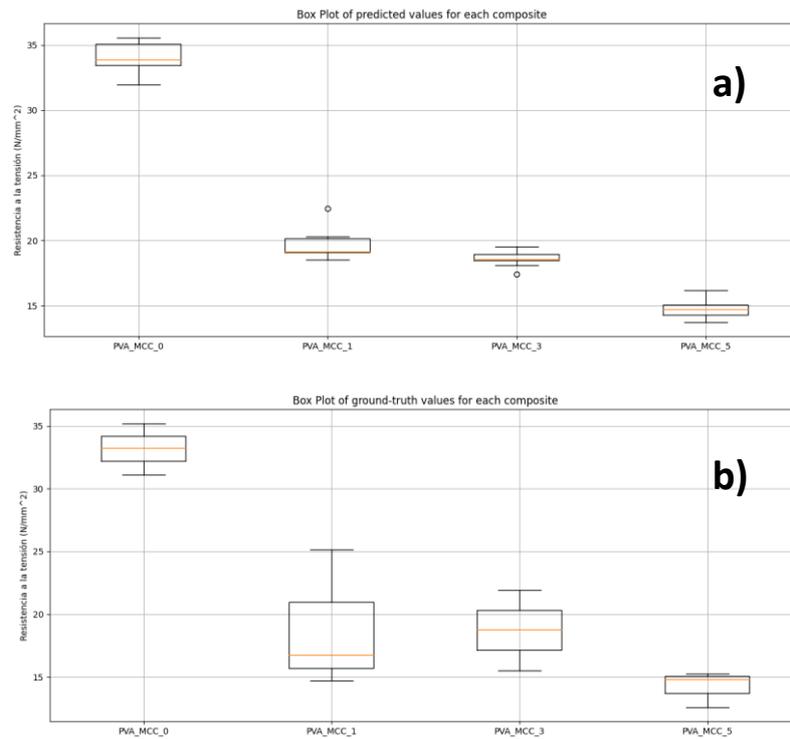


Figura 4.19. Diagrama de cajas para los resultados de tensión de los materiales compuestos: a) los valores obtenidos por el modelo de redes neuronales convolucionales y b) valores experimentales.

Fuente: Autor

CAPÍTULO 5

5 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

1. Se sintetizó y caracterizó satisfactoriamente celulosa a partir de fibras de coco usando tratamientos físicos y químicos, así como también se determinó que el tamaño de partícula de las fibras de celulosa es micrométrico.
2. Se elaboró eficazmente películas delgadas de materiales compuestos de alcohol de polivinilo reforzado con microcelulosa empleando el método de evaporación del solvente asistido con sonicación.
3. Se estableció que el alcohol de polivinilo reforzado con un 1% m/m de microcelulosa alcanza la mayor resistencia a la tensión con una baja desviación estándar entre los materiales compuestos desarrollados. Pero, ninguno de los materiales compuestos superó la resistencia a la tensión del alcohol de polivinilo puro. Lo cual se puede atribuir debido a una distribución no homogénea de la celulosa en la matriz polimérica, lo que afecta negativamente a sus propiedades mecánicas.
4. Se implementó exitosamente algoritmos de aprendizaje automático para predecir el comportamiento mecánico de materiales compuestos y se determinó que con el modelo de árboles extremadamente aleatorizados optimizado con el método bayesiano se obtuvieron los resultados más precisos y exactos.
5. Se demostró que los modelos de redes neuronales convolucionales son capaces de predecir la resistencia a la tensión de materiales compuestos de alcohol de polivinilo reforzado con microcelulosa usando como base de datos imágenes de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.
6. Modelos pre-entrenados como el InceptionV3 con capas personalizadas que usan imágenes RGB provenientes de la base de datos ImageNet son factibles para mejorar el rendimiento de las redes neuronales convolucionales.
7. Al efectuar la optimización de los hiperparámetros del modelo de red convolucional se mejoran sus métricas estadísticas y con ello su rendimiento.

5.2 Recomendaciones

1. Se recomienda despigmentar la microcelulosa si se desea usar el material compuesto para aplicaciones donde se necesita que el material de reforzamiento y la matriz polimérica sea incolora.
2. Se sugiere encontrar un balance entre el número de corridas del algoritmo cuando se realiza la optimización de los hiperparámetros y el tiempo de procesamiento del computador para encontrar la solución. Dado que mientras se incrementa el número de corridas más tiempo de procesamiento conllevará.
3. Para mejorar las propiedades deseadas de la matriz polimérica y el material de refuerzo considerando su aplicación específica, se recomienda en futuras investigaciones utilizar plastificantes o compatibilizantes como el glicerol, el polietilenglicol, el sorbitol y el propilenglicol.

4. Se sugiere explorar en la implementación de redes neuronales convolucionales otros modelos preentrenados como RESNET-50 y CGG16 para su rendimiento.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] J. S, H. Deka, T. O. Varghese, and S. K. Nayak, "Recent development and future trends in coir fiber-reinforced green polymer composites: Review and evaluation," *Polym Compos*, vol. 37, no. 11, pp. 3296–3309, Nov. 2016, doi: 10.1002/pc.23529.
- [2] S. Venkatarajan and A. Athijayamani, "An overview on natural cellulose fiber reinforced polymer composites," *Mater Today Proc*, vol. 37, no. Part 2, pp. 3620–3624, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2020.09.773.
- [3] C. Miao and W. Y. Hamad, "Cellulose reinforced polymer composites and nanocomposites: A critical review," *Cellulose*, vol. 20, no. 5, pp. 2221–2262, 2013, doi: 10.1007/s10570-013-0007-3.
- [4] K. M. F. Hasan, P. G. Horváth, M. Bak, and T. Alpár, "A state-of-the-art review on coir fiber-reinforced biocomposites," *RSC Adv*, vol. 11, no. 18, pp. 10548–10571, 2021, doi: 10.1039/d1ra00231g.
- [5] C. Poornachandhra *et al.*, "Coconut Husk Fiber: A Low-Cost Bioresource for the Synthesis of High-Value Nanocellulose," *Biointerface Res Appl Chem*, vol. 13, no. 6, pp. 1–25, 2023, doi: 10.33263/BRIAC136.504.
- [6] K. Pavalaydon, H. Ramasawmy, and D. Surroop, "Comparative evaluation of cellulose nanocrystals from bagasse and coir agro-wastes for reinforcing PVA-based composites," *Environ Dev Sustain*, vol. 24, no. 8, pp. 9963–9984, 2022, doi: 10.1007/s10668-021-01852-9.
- [7] D. M. Nascimento *et al.*, "A novel green approach for the preparation of cellulose nanowhiskers from white coir," *Carbohydr Polym*, vol. 110, pp. 456–463, 2014, doi: 10.1016/j.carbpol.2014.04.053.
- [8] P. Chawla, K. Sridhar, A. Kumar, P. K. Sarangi, A. Bains, and M. Sharma, "Production of nanocellulose from corn husk for the development of antimicrobial biodegradable packaging film," *Int J Biol Macromol*, vol. 242, no. P2, p. 124805, 2023, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2023.124805.
- [9] V. N. Krishnan, "Synthesis and Characterization of Cellulose Nanofibers From Coconut Coir Fibers," *IOSR Journal of Applied Chemistry*, vol. 6, no. 3, pp. 18–23, 2013, doi: 10.9790/5736-0631823.
- [10] J. Wu, X. Du, Z. Yin, S. Xu, S. Xu, and Y. Zhang, "Preparation and characterization of cellulose nanofibrils from coconut coir fibers and their reinforcements in biodegradable composite films," *Carbohydr Polym*, vol. 211, no. January, pp. 49–56, 2019, doi: 10.1016/j.carbpol.2019.01.093.
- [11] D. M. do Nascimento *et al.*, "A comprehensive approach for obtaining cellulose nanocrystal from coconut fiber. Part I: Proposition of technological pathways," *Ind Crops Prod*, vol. 93, pp. 66–75, 2016, doi: 10.1016/j.indcrop.2015.12.078.

- [12] R. Malkapuram, V. Kumar, and Y. Singh Negi, "Recent development in natural fiber reinforced polypropylene composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 28, no. 10, pp. 1169–1189, 2009, doi: 10.1177/0731684407087759.
- [13] Food and Agriculture Organization of the United Nations, "Coconut and coir fiber production." Accessed: Aug. 20, 2023. [Online]. Available: <https://www.fao.org/faostat/en/#data/QCL>
- [14] C. E. Almeida-Naranjo *et al.*, "Caffeine adsorptive performance and compatibility characteristics (*Eisenia foetida* Savigny) of agro-industrial residues potentially suitable for vermifilter beds," *Science of the Total Environment*, vol. 801, Dec. 2021, doi: 10.1016/j.scitotenv.2021.149666.
- [15] J. Tejedor, R. Álvarez-Briceño, V. H. Guerrero, and C. A. Villamar-Ayala, "Removal of caffeine using agro-industrial residues in fixed-bed columns: Improving the adsorption capacity and efficiency by selecting adequate physical and operational parameters," *Journal of Water Process Engineering*, vol. 53, Jul. 2023, doi: 10.1016/j.jwpe.2023.103778.
- [16] M. Amaguaña, L. Guamán, N. B. Y. Gómez, M. Khorami, M. Calvo, and J. Albuja-Sánchez, "Test Method for Studying the Shrinkage Effect under Controlled Environmental Conditions for Concrete Reinforced with Coconut Fibres," *Materials*, vol. 16, no. 8, Apr. 2023, doi: 10.3390/ma16083247.
- [17] E. Vélez *et al.*, "Coconut-Fiber Composite Concrete: Assessment of Mechanical Performance and Environmental Benefits," *Fibers*, vol. 10, no. 11, Nov. 2022, doi: 10.3390/fib10110096.
- [18] M. P. R. Guambo *et al.*, "Natural cellulose fibers for surgical suture applications," *Polymers (Basel)*, vol. 12, no. 12, pp. 1–20, Dec. 2020, doi: 10.3390/polym12123042.
- [19] J. D. Lindao-Perez, A. J. R. Cedeno, R. O. Villamar-Torres, A. D. Z. Santillan, H. A. Mera-Perez, and S. M. Jazayeri, "Production and bromatological analysis of the oyster mushroom (*Pleurotus ostreatus* (Jacq. ex Fr.) P.Kumm.) grown with cocoa, banana, coconut and African palm husk substrates," *Acta Agric Slov*, vol. 118, no. 1, 2022, doi: 10.14720/aas.2022.118.1.1875.
- [20] A. A. Oun, G. H. Shin, J.-W. Rhim, and J. T. Kim, "Recent advances in polyvinyl alcohol-based composite films and their applications in food packaging," *Food Packag Shelf Life*, vol. 34, p. 100991, 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2022.100991>.
- [21] N. Jain, V. K. Singh, and S. Chauhan, "A review on mechanical and water absorption properties of polyvinyl alcohol based composites/films," *J Mech Behav Mater*, vol. 26, no. 5–6, pp. 213–222, 2017, doi: 10.1515/jmbm-2017-0027.

- [22] L. W. Chan, J. S. Hao, and P. W. S. Heng, "Evaluation of Permeability and Mechanical Properties of Composite Polyvinyl Alcohol Films.," *Chem Pharm Bull (Tokyo)*, vol. 47, no. 10, pp. 1412–1416, 1999, doi: 10.1248/cpb.47.1412.
- [23] S. Y. Lee, D. J. Mohan, I. A. Kang, G. H. Doh, S. Lee, and S. O. Han, "Nanocellulose reinforced PVA composite films: Effects of acid treatment and filler loading," *Fibers and Polymers*, vol. 10, no. 1, pp. 77–82, Feb. 2009, doi: 10.1007/s12221-009-0077-x.
- [24] N. A. M. Senusi *et al.*, "Effect of extracted microcrystalline cellulose on PVA/microcrystalline cellulose biocomposite," 2023, p. 020012. doi: 10.1063/5.0149317.
- [25] K.-M. Chin, S. S. Ting, O. H. Lin, and W. T. Owi, "Extraction of microcrystalline cellulose from rice straw and its effect on polyvinyl alcohol biocomposites film," 2017, p. 040006. doi: 10.1063/1.4993348.
- [26] M. Sharma, P. Beniwal, and A. P. Toor, "The effect of rice straw derived microfibrillated cellulose as a reinforcing agent in starch/polyvinyl alcohol/polyethylene glycol biocompatible films," *Mater Chem Phys*, vol. 291, Nov. 2022, doi: 10.1016/j.matchemphys.2022.126652.
- [27] X. Zhang, C. Fang, Y. Cheng, M. Li, and J. Liu, "Fine extraction of cellulose from corn straw and the application for eco-friendly packaging films enhanced with polyvinyl alcohol," *Int J Biol Macromol*, vol. 268, May 2024, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2024.131984.
- [28] H. Ren *et al.*, "Preparation of poly (vinyl alcohol)/microcrystalline cellulose composite film and its application for the preservation of Lanzhou lily (*Lilium davidii* var. *unicolor*)," *Journal of Food Measurement and Characterization*, vol. 18, no. 2, pp. 1190–1203, Feb. 2024, doi: 10.1007/s11694-023-02229-4.
- [29] E. Syafri *et al.*, "Effect of ultrafine grinding and ultrasonication duration on the performance of polyvinyl alcohol (PVA) agave gigantea cellulose micro fiber (CMF) bio-composite film," *Journal of Natural Fibers*, vol. 20, no. 1, 2023, doi: 10.1080/15440478.2023.2192545.
- [30] P. Singhaboot, W. Kraisuwan, T. Chatkumpjunjalearn, P. Kroeksakul, and B. Chongkolnee, "Development and Characterization of Polyvinyl Alcohol/Bacterial Cellulose Composite for Environmentally Friendly Film," *Journal of Ecological Engineering*, vol. 24, no. 6, pp. 226–238, 2023, doi: 10.12911/22998993/162954.
- [31] J. Y. Tan, W. Y. Tey, J. Panpranot, S. Lim, and K. M. Lee, "Valorization of Oil Palm Empty Fruit Bunch for Cellulose Fibers: A Reinforcement Material in Polyvinyl Alcohol Biocomposites for Its Application as Detergent Capsules," *Sustainability (Switzerland)*, vol. 14, no. 18, Sep. 2022, doi: 10.3390/su141811446.

- [32] F. M. Boroujeni, G. Fioravanti, and R. Kander, "Synthesis and Characterization of Cellulose Microfibril-Reinforced Polyvinyl Alcohol Biodegradable Composites," *Materials*, vol. 17, no. 2, Jan. 2024, doi: 10.3390/ma17020526.
- [33] C. Zhao, X. Gong, X. Lin, C. Zhang, and Y. Wang, "Regenerated cellulose/polyvinyl alcohol composite films with high transparency and ultrahigh haze for multifunctional light management," *Carbohydr Polym*, vol. 321, Dec. 2023, doi: 10.1016/j.carbpol.2023.121303.
- [34] D. Behera *et al.*, "Fabrication and characterization of industrial biocomposite from cellulosic fibers of *Luffa cylindrica* in a protein based natural matrix," *Ind Crops Prod*, vol. 212, Jun. 2024, doi: 10.1016/j.indcrop.2024.118328.
- [35] A. Mahajan, I. Singh, and N. Arora, "Data-driven analysis and prediction of tensile behavior of coir-based composites," *Mater Lett*, vol. 348, Oct. 2023, doi: 10.1016/j.matlet.2023.134719.
- [36] M. Özkan, A. Karakoç, M. Borghei, J. Wiklund, O. J. Rojas, and J. Paltakari, "Machine Learning assisted design of tailor-made nanocellulose films: A combination of experimental and computational studies," *Polym Compos*, vol. 40, no. 10, pp. 4013–4022, Oct. 2019, doi: 10.1002/pc.25262.
- [37] L. S. Salah, M. Chouai, Y. Danlée, I. Huynen, and N. Ouslimani, "Simulation and optimization of electromagnetic absorption of polycarbonate/CNT composites using machine learning," *Micromachines (Basel)*, vol. 11, no. 8, pp. 1–17, 2020, doi: 10.3390/M11080778.
- [38] V. Daghigh *et al.*, "Heat deflection temperatures of bio-nano-composites using experiments and machine learning predictions," *Mater Today Commun*, vol. 22, Mar. 2020, doi: 10.1016/j.mtcomm.2019.100789.
- [39] A. Gulihonenahali Rajkumar, M. Hemath, B. Kurki Nagaraja, S. Neerakallu, S. M. K. Thiagamani, and M. Asrofi, "An artificial neural network prediction on physical, mechanical, and thermal characteristics of giant reed fiber reinforced polyethylene terephthalate composite," *Journal of Industrial Textiles*, vol. 51, no. 1_suppl, pp. 769S-803S, Jun. 2022, doi: 10.1177/15280837211064804.
- [40] N. Lashari, T. Ganat, D. Otchere, S. Kalam, and I. Ali, "Navigating viscosity of GO-SiO₂/HPAM composite using response surface methodology and supervised machine learning models," *J Pet Sci Eng*, vol. 205, Oct. 2021, doi: 10.1016/j.petrol.2021.108800.
- [41] B. Liu, N. Vu-Bac, X. Zhuang, X. Fu, and T. Rabczuk, "Stochastic full-range multiscale modeling of thermal conductivity of Polymeric carbon nanotubes composites: A machine learning approach," *Compos Struct*, vol. 289, Jun. 2022, doi: 10.1016/j.compstruct.2022.115393.
- [42] P. Bleiziffer, J. Hofmann, R. Zboray, T. Wiege, and R. Herger, "Predicting the fiber orientation in glass fiber reinforced polymers using the moment of inertia and convolutional neural networks," *Eng Appl Artif Intell*, vol. 104, Sep. 2021, doi: 10.1016/j.engappai.2021.104351.

- [43] C. Barile, C. Casavola, G. Pappalettera, and V. Paramsamy Kannan, "Damage monitoring of carbon fibre reinforced polymer composites using acoustic emission technique and deep learning," *Compos Struct*, vol. 292, Jul. 2022, doi: 10.1016/j.compstruct.2022.115629.
- [44] I. Y. Lee, J. Jang, and Y. Bin Park, "Advanced structural health monitoring in carbon fiber-reinforced plastic using real-time self-sensing data and convolutional neural network architectures," *Mater Des*, vol. 224, Dec. 2022, doi: 10.1016/j.matdes.2022.111348.
- [45] A. Lahcene, D. M. Amine, and D. Abdelkader, "A Hybrid Deep Learning Model for Predicting Lifetime and Mechanical Performance Degradation of Multilayer Greenhouse Polyethylene Films," *Polymer Science - Series B*, vol. 63, no. 6, pp. 964–977, Nov. 2021, doi: 10.1134/S1560090421060117.
- [46] INEC, "Encuesta de Superficie y Producción Agropecuaria Continua," 2023. Accessed: May 12, 2024. [Online]. Available: <https://www.ecuadorencifras.gob.ec/estadisticas-agropecuarias-2/>
- [47] INEC, "Estadística de Información Ambiental Económica en Gobiernos Autónomos Descentralizados Municipales. Gestión de Residuos Sólidos 2022.," Dec. 2023. Accessed: May 12, 2024. [Online]. Available: https://www.ecuadorencifras.gob.ec/documentos/web-inec/Encuestas_Ambientales/Municipios_2022/Residuos_Solidos/Presentacion_GIRS_2022vFINAL.pdf
- [48] Alianza Basura Cero Ecuador, "Ecuador sigue importando miles de toneladas de desechos plásticos, sobre todo desde EEUU," Apr. 2022. Accessed: May 12, 2024. [Online]. Available: <https://www.uasb.edu.ec/wp-content/uploads/2022/04/Informe-Desechos-plasticos-Alianza-Basura-Cero-Ecuador-2022.pdf>
- [49] P. Bian, S. Schmauder, and H. Qing, "Strength and damage of nanoplatelets reinforced polymer: A 3D finite element modeling and simulation," *Compos Struct*, vol. 245, p. 112337, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.compstruct.2020.112337.
- [50] D. G. Puttaraju and H. G. Hanumantharaju, "Finite element analysis and validation of tensile properties of carbon fiber reinforced polymer matrix composites," *Mater Today Proc*, vol. 62, pp. 2800–2807, 2022, doi: 10.1016/j.matpr.2022.02.188.
- [51] Google Research, "Google colabatory." [Online]. Available: <https://colab.research.google.com/>
- [52] Fred. Billmeyer, "The science of Large Molecules," in *Textbook of polymer science*, Third edition., United States of America: Wiley-Interscience Publication, 1984, pp. 3–4.
- [53] E. Saldívar-Guerra and E. Vivaldo-Lima, "Introduction to Polymers and Polymer Types," in *Handbook of Polymer Synthesis, Characterization, and Processing*, Wiley, 2013, pp. 1–14. doi: 10.1002/9781118480793.ch1.

- [54] S. Ebnesajjad, "Introduction to Plastics," in *Chemical Resistance of Engineering Thermoplastics*, E. Baur, K. Ruhrberg, and W. Woishnis, Eds., William Andrew Applied Science Publishers, 2016, pp. xiii–xxv. doi: 10.1016/B978-0-323-47357-6.00021-0.
- [55] L. W. McKeen, "Introduction to Plastics and Polymers," in *The Effect of UV Light and Weather on Plastics and Elastomers*, Elsevier, 2019, pp. 1–20. doi: 10.1016/B978-0-12-816457-0.00001-0.
- [56] O. Vogl, M. F. Qin, and A. Zilkha, "Head to head polymers," *Prog Polym Sci*, vol. 24, no. 10, pp. 1481–1525, Dec. 1999, doi: 10.1016/S0079-6700(99)00032-5.
- [57] T. A. Saleh, "Polymer science and polymerization methods toward hybrid materials," in *Polymer Hybrid Materials and Nanocomposites*, William Andrew Applied Science Publishers, 2021, pp. 59–103. doi: 10.1016/B978-0-12-813294-4.00004-2.
- [58] G. Pertici, "The effect of molecular structure on the properties of biomedical polymers," in *Durability and Reliability of Medical Polymers*, Woodhead Publishing, 2012, pp. 30–48. doi: 10.1533/9780857096517.1.30.
- [59] T. A. Cooper, "Developments in plastic materials and recycling systems for packaging food, beverages and other fast-moving consumer goods," in *Trends in Packaging of Food, Beverages and Other Fast-Moving Consumer Goods (FMCG)*, Woodhead Publishing, 2013, pp. 58–107. doi: 10.1533/9780857098979.58.
- [60] C. C. DeMerlis and D. R. Schoneker, "Review of the oral toxicity of polyvinyl alcohol (PVA)," *Food and Chemical Toxicology*, vol. 41, no. 3, pp. 319–326, Mar. 2003, doi: 10.1016/S0278-6915(02)00258-2.
- [61] H. L. Jaffe and F. M. Rosenblum, "Poly(Vinyl Alcohol) for Adhesives," in *Handbook of Adhesives*, Boston, MA: Springer US, 1990, pp. 401–407. doi: 10.1007/978-1-4613-0671-9_22.
- [62] C. C. DeMerlis and D. R. Schoneker, "Review of the oral toxicity of polyvinyl alcohol (PVA)," *Food and Chemical Toxicology*, vol. 41, no. 3, pp. 319–326, Mar. 2003, doi: 10.1016/S0278-6915(02)00258-2.
- [63] T. Heinze, "Cellulose: Structure and Properties," 2015, pp. 1–52. doi: 10.1007/12_2015_319.
- [64] K. Kamide, "Introduction," in *Cellulose and Cellulose Derivatives*, Elsevier, 2005, pp. 1–23. doi: 10.1016/B978-044482254-3/50003-5.
- [65] I. A. Tarchevsky and G. N. Marchenko, "Cell Wall Composition," 1991, pp. 9–31. doi: 10.1007/978-3-642-75474-6_2.
- [66] H. Abramovich, "Introduction to composite materials," in *Stability and Vibrations of Thin-Walled Composite Structures*, Elsevier, 2017, pp. 1–47. doi: 10.1016/B978-0-08-100410-4.00001-6.

- [67] N. Miskolczi, "Polyester resins as a matrix material in advanced fibre-reinforced polymer (FRP) composites," in *Advanced Fibre-Reinforced Polymer (FRP) Composites for Structural Applications*, Elsevier, 2013, pp. 44–68. doi: 10.1533/9780857098641.1.44.
- [68] R. Rahman and S. Zhafer Firdaus Syed Putra, "Tensile properties of natural and synthetic fiber-reinforced polymer composites," in *Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*, Elsevier, 2019, pp. 81–102. doi: 10.1016/B978-0-08-102292-4.00005-9.
- [69] V. V. Tcherdyntsev, "Reinforced Polymer Composites," *Polymers (Basel)*, vol. 13, no. 4, p. 564, Feb. 2021, doi: 10.3390/polym13040564.
- [70] J. Brauns and K. Rocens, "Reinforced Materials: Elastic Properties and Strength Prediction," in *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Elsevier, 2006, pp. 1–9. doi: 10.1016/B0-08-043152-6/02137-9.
- [71] E. Akca and A. Gursel, "A Review on the Matrix Toughness of Thermoplastic Materials," *Periodicals of Engineering and Natural Sciences (PEN)*, vol. 3, no. 2, Aug. 2015, doi: 10.21533/pen.v3i2.52.
- [72] S. J. Park and M. K. Seo, "Types of composites," in *Interface Science and Technology*, vol. 18, 2011, pp. 501–503. doi: 10.1016/B978-0-12-375049-5.00001-3.
- [73] I. Kong, K. Y. Tshai, and M. E. Hoque, "Manufacturing of Natural Fibre-Reinforced Polymer Composites by Solvent Casting Method," in *Manufacturing of Natural Fibre Reinforced Polymer Composites*, Cham: Springer International Publishing, 2015, pp. 331–349. doi: 10.1007/978-3-319-07944-8_16.
- [74] A. Das and A. Rai, "Synthesis Methods and Characterization Techniques for Polymer Composites," in *Polymer Electrolytes and their Composites for Energy Storage/Conversion Devices*, A. L. Sharma, A. Arya, and A. Gaur, Eds., New York: CRC Press, 2022. doi: 10.1201/9781003208662.
- [75] Y. Xu *et al.*, "Artificial intelligence: A powerful paradigm for scientific research," *The Innovation*, vol. 2, no. 4, p. 100179, Nov. 2021, doi: 10.1016/j.xinn.2021.100179.
- [76] H. Sheikh, C. Prins, and E. Schrijvers, "Definitions of AI," in *Artificial Intelligence: Definition and Background*, 2023, pp. 15–41. doi: 10.1007/978-3-031-21448-6_2.
- [77] A. Smiti, "When machine learning meets medical world: Current status and future challenges," *Comput Sci Rev*, vol. 37, p. 100280, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.cosrev.2020.100280.
- [78] L. Saitta, "Machine learning," in *Artificial Intelligence*, J. N. Kok, Ed., Oxford, United Kingdom: Eolss Publishers Co. Ltd., 2009, pp. 98–104.

- [79] Y. C. A. Padmanabha Reddy, P. Viswanath, and B. Eswara Reddy, "Semi-supervised learning: a brief review," *International Journal of Engineering & Technology*, vol. 7, no. 1.8, p. 81, Feb. 2018, doi: 10.14419/ijet.v7i1.8.9977.
- [80] W. J. Zhang, G. Yang, Y. Lin, C. Ji, and M. M. Gupta, "On Definition of Deep Learning," in *2018 World Automation Congress (WAC)*, IEEE, Jun. 2018, pp. 1–5. doi: 10.23919/WAC.2018.8430387.
- [81] I. H. Sarker, "Deep Learning: A Comprehensive Overview on Techniques, Taxonomy, Applications and Research Directions," *SN Comput Sci*, vol. 2, no. 6, p. 420, Nov. 2021, doi: 10.1007/s42979-021-00815-1.
- [82] P. Purwono, A. Ma'arif, W. Rahmani, H. I. K. Fathurrahman, A. Z. K. Frisky, and Q. M. ul Haq, "Understanding of Convolutional Neural Network (CNN): A Review," *International Journal of Robotics and Control Systems*, vol. 2, no. 4, pp. 739–748, Jan. 2023, doi: 10.31763/ijrcs.v2i4.888.
- [83] Y. Bai, "RELU-Function and Derived Function Review," *SHS Web of Conferences*, vol. 144, p. 02006, 2022, doi: 10.1051/shsconf/202214402006.
- [84] A. Hosna, E. Merry, J. Gyalmo, Z. Alom, Z. Aung, and M. A. Azim, "Transfer learning: a friendly introduction," *J Big Data*, vol. 9, no. 1, p. 102, Oct. 2022, doi: 10.1186/s40537-022-00652-w.
- [85] J. Wang and Y. Chen, "Introduction," 2023, pp. 3–38. doi: 10.1007/978-981-19-7584-4_1.
- [86] K. K. Mokwena Nthoiwa, C. A. Diaz, and Y. Chaudhari, "Vinyl Alcohol Polymers," in *Handbook of Thermoplastics*, 2nd Edition., O. Olabisi and K. Adewale, Eds., Boca Raton: CRC Press, 2016, ch. Second chapter, pp. 53–89. doi: 10.1201/b19190.
- [87] T. J. Bondancia *et al.*, "Cellulose Nanocrystals from Sugar Cane Bagasse Using Organic and/or Inorganic Acids: Techno-Economic Analysis and Life Cycle Assessment," *ACS Sustain Chem Eng*, vol. 10, no. 14, pp. 4660–4676, Apr. 2022, doi: 10.1021/acssuschemeng.2c00061.
- [88] Y. Lu, Q. He, G. Fan, Q. Cheng, and G. Song, "Extraction and modification of hemicellulose from lignocellulosic biomass: A review," Jan. 01, 2021, *De Gruyter Open Ltd*. doi: 10.1515/gps-2021-0065.
- [89] B. M. Harahap, "Degradation Techniques of Hemicellulose Fraction from Biomass Feedstock for Optimum Xylose Production: A Review," *Jurnal Keteknik Pertanian Tropis dan Biosistem*, vol. 8, no. 2, pp. 107–124, Aug. 2020, doi: 10.21776/ub.jkptb.2020.008.02.01.
- [90] N. Rambabu, S. Panthapulakkal, M. Sain, and A. K. Dalai, "Production of nanocellulose fibers from pinecone biomass: Evaluation and optimization of chemical and mechanical treatment conditions on mechanical properties of nanocellulose films," *Ind Crops Prod*, vol. 83, pp. 746–754, May 2016, doi: 10.1016/j.indcrop.2015.11.083.

- [91] N. Abad-Fernández, E. Pérez, and M. J. Cocero, "Aromatics from lignin through ultrafast reactions in water," *Green Chemistry*, vol. 21, no. 6, pp. 1351–1360, 2019, doi: 10.1039/c8gc03989e.
- [92] N. Pandi, S. H. Sonawane, and K. Anand Kishore, "Synthesis of cellulose nanocrystals (CNCs) from cotton using ultrasound-assisted acid hydrolysis," *Ultrason Sonochem*, vol. 70, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.ultsonch.2020.105353.
- [93] H. V. Lee, S. B. A. Hamid, and S. K. Zain, "Conversion of lignocellulosic biomass to nanocellulose: Structure and chemical process," *Scientific World Journal*, vol. 2014, 2014, doi: 10.1155/2014/631013.
- [94] C. Zhang *et al.*, "Enteromorpha cellulose micro-nanofibrils/poly(vinyl alcohol) based composite films with excellent hydrophilic, mechanical properties and improved thermal stability," *Int J Biol Macromol*, vol. 217, pp. 229–242, Sep. 2022, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2022.06.150.
- [95] P. Zhou, Y. Luo, Z. Lv, X. Sun, Y. Tian, and X. Zhang, "Melt-processed poly (vinyl alcohol)/corn starch/nanocellulose composites with improved mechanical properties," *Int J Biol Macromol*, vol. 183, pp. 1903–1910, Jul. 2021, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2021.06.011.
- [96] L. Segal, J. J. Creely, A. E. Martin, and C. M. Conrad, "An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer," *Textile Research Journal*, vol. 29, no. 10, pp. 786–794, 1959.
- [97] S. B. Aziz, A. S. Marf, E. M. A. Dannoun, M. A. Brza, and R. M. Abdullah, "The study of the degree of crystallinity, electrical equivalent circuit, and dielectric properties of polyvinyl alcohol (PVA)-based biopolymer electrolytes," *Polymers (Basel)*, vol. 12, no. 10, pp. 1–17, Oct. 2020, doi: 10.3390/polym12102184.
- [98] ASTM International, "ASTM D882. Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting.," Aug. 2012.
- [99] M. Ali, "PyCaret: An open source, low-code machine learning library in Python.," 2020. [Online]. Available: <https://pycaret.gitbook.io/docs/>
- [100] L. Breiman, J. H. Friedman, C. J. Stone, and R. A. Olshen, *Classification and regression trees*. Chapman and Hall, 1984. doi: <https://doi.org/10.1201/9781315139470>.
- [101] H. Belyadi and A. Haghghat, "Supervised learning," in *Machine Learning Guide for Oil and Gas Using Python*, Elsevier, 2021, pp. 169–295. doi: 10.1016/B978-0-12-821929-4.00004-4.
- [102] S. Prasomphan, P. Nomrubporn, and P. Pathanarat, "Automated Generating Thai Stupa Image Descriptions with Grid Pattern and Decision Tree," in *Soft Computing in Data Science. SCDS 2016*, 2016, pp. 123–135. doi: 10.1007/978-981-10-2777-2_11.
- [103] L. Rokach and O. Maimon, "Splitting criteria," in *Data Mining with Decision Trees*, vol. 81, WORLD SCIENTIFIC, 2014. doi: 10.1142/9097.

- [104] P. Geurts, D. Ernst, and L. Wehenkel, "Extremely randomized trees," *Mach Learn*, vol. 63, no. 1, pp. 3–42, 2006, doi: 10.1007/s10994-006-6226-1.
- [105] T. Chen and C. Guestrin, "XGBoost: A scalable tree boosting system," in *Proceedings of the ACM SIGKDD International Conference on Knowledge Discovery and Data Mining*, Association for Computing Machinery, Aug. 2016, pp. 785–794. doi: 10.1145/2939672.2939785.
- [106] J. H. Claver, N. D. L. Perin, B. Thomas, and T. Paul, "Impacts of Climate Changes on Traffic Flows Using Geospatial Data Analysis," in *Geospatial Application Development Using Python Programming*, 2024, pp. 292–307. doi: 10.4018/979-8-3693-1754-9.ch010.
- [107] C. A. Kerrache, A. E. K. Tahari, D. Kassimi, and C. Chakraborty, Eds., *Proceedings of the International Conference on Emerging Intelligent Systems for Sustainable Development (ICEIS 2024)*, vol. 184. Dordrecht: Atlantis Press International BV, 2024. doi: 10.2991/978-94-6463-496-9.
- [108] G. Van Rossum and F. L. Drake Jr, "Python reference manual," 1995, *Centrum voor Wiskunde en Informatica Amsterdam*.
- [109] F. Pedregosa, "Scikit-learn: Machine Learning in Python," 2011.
- [110] T. Head, M. Kumar, H. Nahrstaedt, G. Louppe, and I. Shcherbatyi, "scikit-optimize/scikit-optimize," 2021, *Zenodo*. doi: 10.5281/ZENODO.5565057.
- [111] W. McKinney, "Data Structures for Statistical Computing in Python," 2010, pp. 56–61. doi: 10.25080/Majora-92bf1922-00a.
- [112] C. R. Harris *et al.*, "Array programming with NumPy," *Nature*, vol. 585, no. 7825, pp. 357–362, Sep. 2020, doi: 10.1038/s41586-020-2649-2.
- [113] J. D. Hunter, "Matplotlib: A 2D graphics environment," *Comput Sci Eng*, vol. 9, no. 3, pp. 90–95, 2007, doi: 10.5281/zenodo.7570264.
- [114] M. Waskom, "Seaborn: Statistical Data Visualization," *J Open Source Softw*, vol. 6, no. 60, p. 3021, 2021, doi: 10.21105/joss.03021.
- [115] J. Snoek, H. Larochelle, and R. P. Adams, "Practical Bayesian Optimization of Machine Learning Algorithms," in *Advances in neural information processing systems*, pp. 2951–2959, 2012, doi: <https://doi.org/10.48550/arXiv.1206.2944>.
- [116] F. Archetti and A. Candelieri, "Automated Machine Learning and Bayesian Optimization," 2019, pp. 1–18. doi: 10.1007/978-3-030-24494-1_1.
- [117] M. Abadi, "TensorFlow: Large-scale machine learning on heterogeneous systems," 2015.
- [118] G. Bradski, "The OpenCV Library," *Dr. Dobb's Journal of Software Tools*, 2000.
- [119] F. Chollet, "Keras," 2015.

- [120] T. O'Malley, E. Bursztein, J. Long, F. Chollet, H. Jin, and L. Invernizzi, "KerasTuner," 2019.
- [121] A. Clark, "Pillow (PIL Fork) Documentation," 2015.
- [122] C. Szegedy, V. Vanhoucke, S. Ioffe, and J. Shlens, "Rethinking the Inception Architecture for Computer Vision," 2015.
- [123] J. Deng, W. Dong, R. Socher, L.-J. Li, Kai Li, and Li Fei-Fei, "ImageNet: A large-scale hierarchical image database," in *2009 IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition*, IEEE, Jun. 2009, pp. 248–255. doi: 10.1109/CVPR.2009.5206848.
- [124] L. V. Dien, T. T. Dat, T. T. Khanh, and H. V. Trinh, "Synthesis of microcrystalline cellulose from sugarcane bagasse and its incorporation into Polyvinyl Alcohol (PVA) matrix to test the composites mechanical properties," *Mater Res Express*, vol. 10, no. 3, Mar. 2023, doi: 10.1088/2053-1591/acbd18.
- [125] M. Sánchez-Gutiérrez, I. Bascón-Villegas, E. Espinosa, E. Carrasco, F. Pérez-Rodríguez, and A. Rodríguez, "Cellulose nanofibers from olive tree pruning as food packaging additive of a biodegradable film," *Foods*, vol. 10, no. 7, Jul. 2021, doi: 10.3390/foods10071584.
- [126] M. Z. Hasan *et al.*, "Preparation and Characterization of PVA-Cellulose Micro Crystal Composite Film from Jute ber," 2021, doi: 10.21203/rs.3.rs-850096/v1.
- [127] Y. Liu, D. Liu, and G. Sui, "Effects of cellulose nanowhiskers on the properties of poly(vinyl alcohol)/graphene nanoplatelets nanocomposites," *Polym Compos*, vol. 38, pp. E98–E107, Sep. 2017, doi: 10.1002/pc.23831.
- [128] R. H. Marchessault and C. Y. Liang, "Infrared Spectra of Crystalline Polysaccharides. III. Mercerized Cellulose," 1960.
- [129] K. K. Pandey, "A Study of Chemical Structure of Soft and Hardwood and Wood Polymers by FTIR Spectroscopy," 1969.
- [130] P. K. Sahoo, S. K. Swain, and N. L. Debsarkar, "Preparation, characterization, and properties of unbleached, bleached, and grafted pulps from JRC-321 variety jute fiber," *J Appl Polym Sci*, vol. 83, no. 9, pp. 1963–1969, Feb. 2002, doi: 10.1002/app.10122.
- [131] B. V. K. Naidu, M. Sairam, K. V. S. N. Raju, and T. M. Aminabhavi, "Pervaporation separation of water + isopropanol mixtures using novel nanocomposite membranes of poly(vinyl alcohol) and polyaniline," *J Memb Sci*, vol. 260, no. 1–2, pp. 142–155, Sep. 2005, doi: 10.1016/j.memsci.2005.03.037.
- [132] G. N. Hemantha Kumar, J. Lakshmana Rao, N. O. Gopal, K. V. Narasimhulu, R. P. S. Chakradhar, and A. Varada Rajulu, "Spectroscopic investigations of Mn²⁺ ions doped polyvinylalcohol films," *Polymer (Guildf)*, vol. 45, no. 16, pp. 5407–5415, Jul. 2004, doi: 10.1016/j.polymer.2004.05.068.

- [133] E. H. Qua, P. R. Hornsby, H. S. S. Sharma, G. Lyons, and R. D. Mccall, "Preparation and characterization of Poly(vinyl alcohol) nanocomposites made from cellulose nanofibers," *J Appl Polym Sci*, vol. 113, no. 4, pp. 2238–2247, Aug. 2009, doi: 10.1002/app.30116.
- [134] C. F. Mok, Y. C. Ching, F. Muhamad, N. A. Abu Osman, N. D. Hai, and C. R. Che Hassan, "Adsorption of Dyes Using Poly(vinyl alcohol) (PVA) and PVA-Based Polymer Composite Adsorbents: A Review," Mar. 01, 2020, *Springer*. doi: 10.1007/s10924-020-01656-4.
- [135] C. K. Haweel and S. H. Ammar, "Preparation of Polyvinyl Alcohol from Local Raw Material," *Iraqi Journal of Chemical and Petroleum Engineering*, vol. 9, no. 1, pp. 15–21, 2008.
- [136] A. Isogai, M. Usuda, T. Kat0, T. Uryu, and R. H. Atalla, "Solid-state CP/MAS 13C NMR Study of Cellulose Polymorphs," 1989.
- [137] N. Shanmugam, R. D. Nagarkar, and M. Kurhade, "Microcrystalline cellulose powder from banana pseudostem fibres using bio-chemical route," 2015.
- [138] G. P. Singh, P. V. Madiwale, and R. V. Adivarekar, "Preparation and Characterization of Microcrystalline Cellulose (MCC) from Renewable Source," *Current Applied Polymer Science*, vol. 1, no. 2, Jul. 2017, doi: 10.2174/2452271601666170721120343.
- [139] A. Junior de Menezes, G. Siqueira, A. A. S. Curvelo, and A. Dufresne, "Extrusion and characterization of functionalized cellulose whiskers reinforced polyethylene nanocomposites," *Polymer (Guildf)*, vol. 50, no. 19, pp. 4552–4563, Sep. 2009, doi: 10.1016/j.polymer.2009.07.038.
- [140] M. Mattonai, D. Pawcenis, S. del Seppia, J. Łojewska, and E. Ribechini, "Effect of ball-milling on crystallinity index, degree of polymerization and thermal stability of cellulose," *Bioresour Technol*, vol. 270, pp. 270–277, Dec. 2018, doi: 10.1016/j.biortech.2018.09.029.
- [141] R. Avolio, I. Bonadies, D. Capitani, M. E. Errico, G. Gentile, and M. Avella, "A multitechnique approach to assess the effect of ball milling on cellulose," *Carbohydr Polym*, vol. 87, no. 1, pp. 265–273, Jan. 2012, doi: 10.1016/j.carbpol.2011.07.047.
- [142] L. K. Kian, M. Jawaid, H. Ariffin, and O. Y. Alothman, "Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from roselle fibers," *Int J Biol Macromol*, vol. 103, pp. 931–940, Oct. 2017, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2017.05.135.
- [143] M. Landín, R. Martínez-Pacheco, J. L. Gómez-Amoza, C. Souto, A. Concheiro, and R. C. Rowe, "Effect of batch variation and source of pulp on the properties of microcrystalline cellulose," *Int J Pharm*, vol. 91, no. 2–3, pp. 133–141, Apr. 1993, doi: 10.1016/0378-5173(93)90332-A.

- [144] R. P. Chahal, S. Mahendia, A. K. Tomar, and S. Kumar, "γ-Irradiated PVA/Ag nanocomposite films: Materials for optical applications," *J Alloys Compd*, vol. 538, pp. 212–219, Oct. 2012, doi: 10.1016/j.jallcom.2012.05.085.
- [145] R. Ricciardi, F. Auriemma, C. De Rosa, and F. Lauprêtre, "X-ray Diffraction Analysis of Poly(vinyl alcohol) Hydrogels, Obtained by Freezing and Thawing Techniques," *Macromolecules*, vol. 37, no. 5, pp. 1921–1927, Mar. 2004, doi: 10.1021/ma035663q.
- [146] A. S. Marf, R. M. Abdullah, and S. B. Aziz, "Structural, morphological, electrical and electrochemical properties of PVA: CS-based proton-conducting polymer blend electrolytes," *Membranes (Basel)*, vol. 10, no. 4, Apr. 2020, doi: 10.3390/membranes10040071.
- [147] M. S. Islam, J. H. Yeum, and A. K. Das, "Synthesis of poly(vinyl acetate-methyl methacrylate) copolymer microspheres using suspension polymerization," *J Colloid Interface Sci*, vol. 368, no. 1, pp. 400–405, Feb. 2012, doi: 10.1016/j.jcis.2011.11.002.
- [148] I. Hammami *et al.*, "Electrical, morphology and structural properties of biodegradable nanocomposite polyvinyl-acetate/ cellulose nanocrystals," *Mater Chem Phys*, vol. 240, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.matchemphys.2019.122182.
- [149] E. Apaydın Varol and Ü. Mutlu, "TGA-FTIR Analysis of Biomass Samples Based on the Thermal Decomposition Behavior of Hemicellulose, Cellulose, and Lignin," *Energies (Basel)*, vol. 16, no. 9, p. 3674, Apr. 2023, doi: 10.3390/en16093674.
- [150] F. Shafizadeh, "Pyrolytic Reactions and Products of Biomass," in *Fundamentals of Thermochemical Biomass Conversion*, Dordrecht: Springer Netherlands, 1985, pp. 183–217. doi: 10.1007/978-94-009-4932-4_11.
- [151] J. W. Gilman, D. L. VanderHart, and T. Kashiwagi, "Thermal Decomposition Chemistry of Poly(vinyl alcohol)," 1995, pp. 161–185. doi: 10.1021/bk-1995-0599.ch011.
- [152] Y. Tsuchiya and K. Sumi, "Thermal Decomposition Products of Poly(vinyl Alcohol)," 1969.
- [153] J. Lu, T. Wang, and L. T. Drzal, "Preparation and properties of microfibrillated cellulose polyvinyl alcohol composite materials," *Compos Part A Appl Sci Manuf*, vol. 39, no. 5, pp. 738–746, May 2008, doi: 10.1016/j.compositesa.2008.02.003.
- [154] M. I. Voronova, O. V. Surov, S. S. Guseinov, V. P. Barannikov, and A. G. Zakharov, "Thermal stability of polyvinyl alcohol/nanocrystalline cellulose composites," *Carbohydr Polym*, vol. 130, pp. 440–447, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.carbpol.2015.05.032.
- [155] P. H. Thike, Z. Zhao, P. Shi, and Y. Jin, "Significance of artificial neural network analytical models in materials' performance prediction," *Bulletin of Materials Science*, vol. 43, no. 1, p. 211, Dec. 2020, doi: 10.1007/s12034-020-02154-y.

- [156] J. Ma, W. Zhang, Z. Han, Q. Xu, and H. Zhao, "An Explainable Deep Learning Model Based on Multi-scale Microstructure Information for Establishing Composition–Microstructure–Property Relationship of Aluminum Alloys," *Integr Mater Manuf Innov*, vol. 13, no. 3, pp. 827–842, Sep. 2024, doi: 10.1007/s40192-024-00374-2.
- [157] C. Chen, L. Zong, J. Wang, and J. Xie, "Microfibrillated cellulose reinforced starch/polyvinyl alcohol antimicrobial active films with controlled release behavior of cinnamaldehyde," *Carbohydr Polym*, vol. 272, no. July, p. 118448, 2021, doi: 10.1016/j.carbpol.2021.118448.
- [158] Y. Tian, P. Zhu, M. Zhou, Y. Lin, and F. Cheng, "Effect of Microfibrillated Cellulose Loading on Physical Properties of Starch/Polyvinyl Alcohol Composite Films," *Journal Wuhan University of Technology, Materials Science Edition*, vol. 35, no. 4, pp. 825–831, Aug. 2020, doi: 10.1007/s11595-020-2326-1.
- [159] M. M. Rahman, S. Afrin, and P. Haque, "Characterization of crystalline cellulose of jute reinforced poly (vinyl alcohol) (PVA) biocomposite film for potential biomedical applications," *Prog Biomater*, vol. 3, no. 1, 2014, doi: 10.1007/s40204-014-0023-x.
- [160] A. Chakraborty, M. Sain, and M. Kortschot, "Reinforcing potential of wood pulp-derived microfibrils in a PVA matrix," *Holzforschung*, vol. 60, no. 1, pp. 53–58, 2006, doi: 10.1515/HF.2006.010.
- [161] P. A. Sreekumar, S. K. Manirul Haque, H. M. Afzal, Z. Sadique, and M. A. Al-Harthi, "Preparation and characterization of microcellulose reinforced polyvinyl alcohol/starch biocomposites," *J Compos Mater*, vol. 53, no. 14, pp. 1933–1939, 2019, doi: 10.1177/0021998318816437.
- [162] N. M. Barkoula, B. Alcock, N. O. Cabrera, and T. Peijs, "Flame-Retardancy Properties of Intumescent Ammonium Poly(Phosphate) and Mineral Filler Magnesium Hydroxide in Combination with Graphene," *Polymers and Polymer Composites*, vol. 16, no. 2, pp. 101–113, 2008, doi: 10.1002/pc.
- [163] M. Puttaswamy, G. Srinikethan, and V. K. Shetty, "Biocomposite composed of PVA reinforced with cellulose microfibrils isolated from biofuel industrial dissipate: *Jatropha Curcus L.* seed shell," *J Environ Chem Eng*, vol. 5, no. 2, pp. 1990–1997, Apr. 2017, doi: 10.1016/j.jece.2017.04.004.
- [164] S. Naduparambath, M. P. Sreejith, V. Shaniba, A. K. Balan, T. V. Jinitha, and E. Purushothaman, "Poly (vinyl alcohol) green composites reinforced with microcrystalline cellulose through sonication," *Mater Today Proc*, vol. 5, no. 8, pp. 16411–16417, 2018, doi: 10.1016/j.matpr.2018.05.139.

ANEXOS

ANEXO A

Datos experimentales usados para implementar los algoritmos de aprendizaje de regresión

No.	Almidón (%)	Alcohol de polivinilo (%)	Fosfato de dialmidón acetilado (%)	Microcelulosa (%)	Tiempo (min)	Temperatura (°C)	Tiempo de sonicación (min)	Resistencia a la tensión (MPa)	Referencia
1	50	50	0	0	120	95	0	7,11	[157]
2	50	50	0	0	120	95	0	6,71	
3	50	50	0	1	120	95	0	7,13	
4	50	50	0	2,5	120	95	0	8,21	
5	50	50	0	5	120	95	0	8,49	
6	50	50	0	7,5	120	95	0	9,44	
7	50	50	0	10	120	95	0	11,35	
8	50	50	0	12,5	120	95	0	11,55	
9	50	50	0	15	120	95	0	12,07	
10	50	50	0	0	120	95	0	19,45	[158]
11	50	50	0	0,5	120	95	0	21,54	
12	50	50	0	1	120	95	0	24,08	
13	50	50	0	2	120	95	0	26,66	
14	50	50	0	3	120	95	0	22,14	
15	50	50	0	4	120	95	0	22,74	
16	0	60	40	0	60	80	0	19,5	[94]
17	0	59,7	39,8	0,5	120	80	30	22,4	
18	0	59,4	39,6	1	120	80	30	22,6	

No.	Almidón (%)	Alcohol de polivinilo (%)	Fosfato de dialmidón acetilado (%)	Microcelulosa (%)	Tiempo (min)	Temperatura (°C)	Tiempo de sonicación (min)	Resistencia a la tensión (MPa)	Referencia
19	0	58,8	39,2	2	120	80	30	32,2	
20	0	58,2	38,8	3	120	80	30	33,9	
21	0	57,6	38,4	4	120	80	30	32	
22	0	100	0	0	90	80	0	17,1	[159]
23	0	97	0	3	90	80	0	31,2	
24	0	94	0	6	90	80	0	41,6	
25	0	91	0	9	90	80	0	43,9	
26	0	88	0	12	90	80	0	37,2	
27	0	85	0	15	90	80	0	36,4	
28	0	100	0	0	30	80	0	42,67	[160]
29	0	95	0	5	30	80	0	102	
30	0	95	0	5	35	80	0	72	
31	0	90	0	10	30	80	0	81	
32	0	85	0	15	30	80	0	73	
33	0	80	0	20	30	80	0	59	[161]
34	30	70	0	0	45	90	0	8,6	
35	30	70	0	1	45	90	0	9,2	
36	30	70	0	3	45	90	0	7,2	
37	30	70	0	5	45	90	0	5,2	[162]
38	0	100	0	0	60	90	60	39	
39	0	100	0	1	60	90	60	44,25	
40	0	100	0	3	60	90	60	35,82	
41	0	100	0	5	60	90	60	33	[163]
42	0	100	0	0	390	25	0	20,69	

No.	Almidón (%)	Alcohol de polivinilo (%)	Fosfato de dialmidón acetilado (%)	Microcelulosa (%)	Tiempo (min)	Temperatura (°C)	Tiempo de sonicación (min)	Resistencia a la tensión (MPa)	Referencia
43	0	100	0	5	390	25	0	22,345	
44	0	100	0	10	390	25	0	23,97	
45	0	100	0	20	390	25	0	29,32	
46	0	100	0	0	120	95	0	37,39	[153]
47	0	100	0	1	120	95	1	46,08	
48	0	100	0	5	120	95	1	54,60	
49	0	100	0	10	120	95	1	61,56	
50	0	100	0	15	120	95	1	61,91	
51	0	100	0	0	120	90	0	9,32	[124]
52	0	90	0	10	120	90	0	3,92	
53	0	100	0	0	120	50	0	19,91	[164]
54	0	100	0	1	120	50	60	22,96	
55	0	100	0	2	120	50	60	22,00	
56	0	100	0	3	120	50	60	20,99	
57	0	100	0	0	120	80	0	33,18	Resultados de este estudio
58	0	100	0	1	120	80	30	18,87	
59	0	100	0	3	120	80	30	18,74	
60	0	100	0	5	120	80	30	14,23	