

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL  
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y MATEMÁTICAS**

**INFORME DE MATERIA INTEGRADORA**

**“PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE RECICLADOS  
DE HDPE/PET REFORZADOS CON RELLENOS  
INORGÁNICOS PARA MATERIALES DE APLICACIONES  
ESTRUCTURALES EN CONSTRUCCIÓN”**

Previo a la obtención del título de

**INGENIERO QUÍMICO**

Autores

**STEFANIA DEL CARMEN ULLAGUARI LOOR  
NICOLÁS MAXIMILIANO MORALES FUENTES**

GUAYAQUIL – ECUADOR

AÑO 2017

## RESUMEN

El reciclado de desechos poliméricos generados diariamente ayuda a conservar los recursos naturales y es por esto que se han realizado investigaciones en el desarrollo de nanocompuestos, como método de reciclado mecánico. Este trabajo de investigación tiene como objetivo relacionar la estructura y propiedades termomecánicas de nanocompuestos de HDPE y PET reciclados a través de métodos avanzados de caracterización para posibles aplicaciones industriales. Las mezclas evaluadas, además de polímeros reciclados, contienen dos organoarcillas (3% en peso) y un agente compatibilizante basado en glicidilo de metacrilato (5% en peso). Los nanocompuestos fueron procesados usando una extrusora de tornillo simple y luego moldeados por inyección. La caracterización consistió en la evaluación del comportamiento de las arcillas en las mezclas mediante difracción de rayos x, cuya compatibilidad luego fue verificada por el porcentaje de cristalización obtenida por calorimetría diferencial de barrido. Se evaluó el comportamiento mecánico de las mezclas con ensayos de tensión, en donde se compararon resultados de módulos de elongación obtenidos. Se encontró que la aplicación más adecuada es la de viguetas usadas en construcción, cuyas propiedades fueron evaluadas.

**Palabras claves:** nanocompuestos, organoarcilla, compatibilizante, dispersión.

## ABSTRACT

Recycling of polymer waste generated daily, helps natural resources and therefore several investigations have been made in the development of nanocomposites, as a method of mechanical recycling. This research work aims to relate the structure and thermo-mechanical properties of recycled HDPE and PET nanocomposites through advanced characterization methods for possible industrial applications. The blends evaluated, in addition to recycled polymers, contain two organoclays (3% by weight) and a compatibilizer agent based on glycidyl methacrylate (5% by weight). The nanocomposites were processed using a single screw extruder and then injection moulding. The characterization consisted in the evaluation of the behaviour of the clays in the blends by X-ray Diffractometry, whose compatibility was then verified by the percentage of crystallization obtained by differential scanning calorimetry. The mechanical behaviour of the blends with stress tests was evaluated, where the results of elongation modules obtained were compared. It was found that the most suitable application is that of joists used in construction, whose properties were reviewed.

**Keywords:** nanocomposite, organoclay, compatibilizer, dispersion.

## **DEDICATORIA**

Este trabajo se lo dedico a mis padres Esmenia Loor y Edgar Ullaguari por haberme apoyado incondicionalmente durante toda mi vida y ser una fuente constante de aliento durante cada desafío presentado a lo largo de la universidad.

**Stefanía Ullaguari L.**

A mis padres Boris Rene y Josefina Fuentes por enseñarme a no rendirme y haberme ayudado a alcanzar mi vida profesional. A mi abuelo por transmitirme sus sabios consejos, que me enseñaron la importancia de enfocarme en los estudios. A mis amigos compañeros que estuvieron conmigo a lo largo de mi carrera, regalándome momentos inolvidables. Gracias a todos por formar parte de mi vida.

**Nicolás Morales F.**

## **AGRADECIMIENTO**

Damos gracias a Dios, primeramente, por guiarnos durante toda nuestra vida y llenarnos de bendiciones y fuerzas para completar nuestros estudios y esta tesis.

A nuestras familias por brindarnos apoyo y sustento en nuestros estudios y por enseñarnos los valores que nos impulsaron para seguir adelante.

A nuestros tutores PhD. Andrés Rigail y MSc. Jenny Venegas por guiarnos y darnos la oportunidad de trabajar con personas reconocidas a nivel industrial y alentarnos en ser parte de futuras investigaciones.

Al Ing. Jose Pilataxi y al Ing. Juan Gallardo por brindarnos sus conocimientos y depositar su confianza en nosotros para la manipulación de los equipos en el Laboratorio de Procesamiento de Plásticos.

Al Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales por el apoyo académico necesario para poder realizar los ensayos de nuestro proyecto, y al personal que nos guio en cada equipo.

A nuestros amigos que, durante esta etapa universitaria, mostraron un gran apoyo desinteresado y nos acompañaron en todo momento.

**Stefania Ullaguari L.**

**Nicolás Morales F.**

## DECLARACIÓN EXPRESA

“La responsabilidad del contenido desarrollado en la presente propuesta de la materia integradora corresponde exclusivamente al equipo conformado por:

Stefania Del Carmen Ullaguari Loor

Nicolás Maximiliano Morales Fuentes

Y el patrimonio intelectual del mismo a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”.



Stefania Del Carmen Ullaguari Loor



Nicolás Maximiliano Morales Fuentes

## SIGLAS

<b>ASTM</b>	Asociación Americana de Ensayo de Materiales American Society of Testing Materials
<b>DSC</b>	Calorimetría Diferencial de barrido Differential Scanning Calorimetry
<b>C20A</b>	Cloisite 20A
<b>C30B</b>	Cloisite 30B
<b>XRD</b>	Difracción de Rayos X X-Ray Diffraction
<b>ETD</b>	Equipo Terminal de Datos
<b>ESPOL</b>	Escuela Superior Politécnica Del Litoral
<b>FTIR</b>	Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier Fourier Transform Infrared Spectroscopy
<b>SEBS-g-MA</b>	Estireno-butadieno-estirenohidrogenado con anhídrido maleico
<b>E--MeA-g-MA</b>	Etileno-Acrilato de Metilo Modificado con Anhídrido Maleico
<b>E-GMA</b>	Etileno-Metacrilato de Glicidilo
<b>FIMCP</b>	Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción
<b>FEI</b>	Field Electron and Ion Company
<b>IRR</b>	Iniciativa Regional para el Reciclaje
<b>INEC</b>	Instituto Nacional de Estadística y Censos
<b>LEMAT</b>	Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales
<b>GMA</b>	Metacrilato de glicidilo
<b>SEM</b>	Microscopía Electrónica de Barrido Scanning Electron Microscope
<b>MAE</b>	Ministerio de Ambiente
<b>HDPE</b>	Polietileno de Alta Densidad High Density Polyethylene
<b>LDPE</b>	Polietileno de Baja Densidad Low Density Polyethylene
<b>PET</b>	Polietileno de Tereftalato Polyethylene terephthalate

<b>PNGIDS</b>	Programa Nacional para la Gestión Integral de Desechos Sólidos
<b>rHDPE</b>	Reciclado de Polietileno de Alta Densidad reciclado
<b>rPET</b>	Reciclado de Polietileno-Tereftalato reciclado
<b>UV</b>	Ultravioleta

## TABLA DE CONTENIDO

AGRADECIMIENTO _____	I
DECLARACIÓN EXPRESA _____	II
SIGLAS _____	III
TABLA DE CONTENIDO _____	V
índice DE FIGURAS _____	VIII
índice DE TABLAS _____	XI
INTRODUCCIÓN _____	1
CAPITULO 1 FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA _____	5
1.1 Introducción _____	5
1.2 Reciclaje en el Ecuador _____	7
1.3 Reciclaje de materiales poliméricos _____	8
1.3.1. Métodos de reciclado _____	8
1.3.1.1. Reciclado químico _____	8
1.3.1.2. Reciclado mecánico _____	9
1.4 Procesos en reciclado mecánico _____	9
1.4.1. Extrusión _____	9
1.4.2. Moldeo por inyección _____	10
1.5 Polietileno de Alta Densidad _____	11
1.5.1. Generalidades _____	11
1.5.2. Estructura química _____	12
1.5.3. Propiedades _____	12
1.6 Tereftalato de polietileno _____	13
1.6.1. Generalidades _____	13
1.6.2. Estructura _____	13
1.6.3. Propiedades _____	14

1.7 Agente Compatibilizador	15
1.7.1. Etileno - Metacrilato de Glicidilo	17
1.8 Nanoarcillas	17
1.8.1. Cloisite 20A	19
1.8.2. Cloisite 30B	20
1.9 Nanocompuestos Poliméricos	21
1.10 Aplicaciones de los nanocompuestos	22
1.11 Caracterización y evaluación de los nanocompuestos	23
CAPITULO 2 METODOLOGÍA	25
2.1 Descripción de Materia prima	25
2.1.1. HDPE	25
2.1.2. PET	25
2.1.3. Agente Compatibilizador	26
2.1.4. Arcillas	26
2.1.4.1. Cloisite 20A	26
2.1.4.2. Cloisite 30B	27
2.1.5. Preparación de los nanocompuestos	27
2.1.5.1. Acondicionamiento de materia prima	27
2.2 Caracterización de las Muestras	32
2.2.1. Análisis por Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier – FTIR	32
2.2.2. Análisis por Difracción de Rayos X - XRD	32
2.2.3. Microscopio Electrónico de Barrido - SEM	34
2.2.4. Calorimetría de Barrido Diferencial - DSC	35
2.2.5. Ensayo de Tensión	36
CAPÍTULO 3 RESULTADOS	38
3.1 Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier	38

3.2 Difracción de Rayos X - XRD _____	39
3.3 Microscopio Electrónico de Barrido _____	42
3.4 Calorimetría de Barrido Diferencial – DSC _____	44
3.5 Ensayo de Tensión _____	46
CAPÍTULO 4 _____	52
ANÁLISIS DE RESULTADOS _____	52
4.1 Interpretación de los resultados de Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier _____	51
4.2 Interpretación de los resultados de Difracción de Rayos X _____	53
4.3 Interpretación de los resultados de Microscopio Electrónico de Barrido _____	54
4.4 Interpretación de los resultados de Calorimetría de Barrido Diferencial _____	55
4.5 Efecto de las arcillas en resistencia a la tensión. _____	56
CAPÍTULO 5 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES _____	59
5.1 Conclusiones _____	58
5.2 Recomendaciones _____	59
REFERENCIAS _____	60
GLOSARIO DE TÉRMINOS _____	64
SIMBOLOGÍA _____	66
APÉNDICES _____	68
Apéndice A Espectrometría infrarroja de nanocompuestos _____	69
Apéndice B Difractogramas de rayos x _____	72
Apéndice C Calorimetría diferencial de barrido _____	79
Apéndice D Ensayos de tensión _____	82
Apéndice E Micrografías obtenidas a través de microscopio electrónico de barrido _____	98
Apéndice F Fichas técnicas _____	102

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Esquema básico de extrusión de tornillo simple	10
Figura 1.2 Esquema de máquina inyectora	11
Figura 1.3 Estructura química del polietileno de alta densidad	12
Figura 1.4 Estructura química del polietileno de tereftalato	14
Figura 1.5 Estructura amorfa y semicristalina de termoplásticos	14
Figura 1.6 Esquemas de reacción química. (a) grupo hidroxilo del PET y grupo epoxi del GMA (b) grupo carbonilo de PET y grupo epoxi GMA	16
Figura 1. 7 Fórmula estructural de la molécula del copolimero Etileno - Metacrilato de Glicidilo	17
Figura 1.8 Estructura de montmorillonite	18
Figura 1.9 Tratamiento de superficie de una montmorillonita hasta obtener la nanoarcilla	19
Figura 1.10 Estructura química de Cloisite 20A	20
Figura 1.11 Estructura química de Cloisite 30B	20
Figura 1.12 Esquema de los diferentes tipos de interacciones entre las capas de silicato y el polímero en los nanocompuestos	22
Figura 2.1 Reciclado de polietileno de alta densidad	25
Figura 2.2 Reciclado de polietileno-tereftalato	26
Figura 2.3 Agente compatibilizador E-GMA	26
Figura 2.4 Organoarcilla Cloisite 20A	27
Figura 2.5 Organoarcilla Cloisite 30B	27
Figura 2.6 Pesado de material	28
Figura 2.7 Estufa microprocesada de secado QUIMIS	29
Figura 2.8 Extrusora del Laboratorio de plasticos	30
Figura 2.9 Inyectora Lien Yu Plastic Injection Molding Machine	30
Figura 2.10 Molde de inyectora	31
Figura 2.11 a) Forma de la probeta b) Dimensiones de probeta	31
Figura 2.12 Difractómetro de rayos X PANalytical X'Pert pro	33
Figura 2.13 Microscopio electrónico de barrido	34
Figura 2.14 Analizador térmico DSC TA Instruments	35

Figura 2.15 Máquina de ensayos universales Shimadzu _____	36
Figura 3.1 Espectrometría infrarroja de Cloisite 30B, Cloisite 20A, E-GMA, rHDPE y rPET. ....	38
Figura 3.2 Espectrometría infrarroja de mezclas con rHDPE, rPET, Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizadas y sin compatibilizar. _____	38
Figura 3.3 Curvas XRD de mezclas de rHDPE, rPET, Cloisite 20A compatibilizada y sin compatibilizar comparado con curva XRD correspondiente al Cloisite 20A puro _____	40
Figura 3.4 Curvas XRD de mezclas de rHDPE puro, rPET puro, Cloisite 20A comparado con curva XRD correspondiente al Cloisite 20A puro _____	40
Figura 3.5 Curvas XRD de mezclas de rHDPE, rPET, Cloisite 30B compatibilizada y sin compatibilizar comparado con curva XRD correspondiente al Cloisite 30B puro _____	41
Figura 3.6 Curvas XRD de mezclas de rHDPE puro, rPET puro, Cloisite 30B comparado con curva XRD correspondiente al Cloisite 30B puro _____	41
Figura 3.7 Micrografía SEM de mezcla rHDPE/rPET _____	42
Figura 3.8 Micrografía SEM de mezcla rHDPE/rPET/EGMA _____	42
Figura 3.9 Micrografía SEM de mezcla rHDPE/rPET/EGMA/Cloisite 20A _____	43
Figura 3.10 Micrografía SEM de mezcla rHDPE/rPET/EGMA/Cloisite 30B _____	43
Figura 3.11 Curvas DSC de las mezclas de rHDPE y rPET compatibilizado y sin compatibilizar _____	44
Figura 3.12 Curvas DSC de las mezclas de rHDPE, rPET, Cloisite 20A compatibilizado y sin compatibilizar _____	45
Figura 3.13 Curvas DSC de las mezclas de rHDPE, rPET, Cloisite 30B compatibilizado y sin compatibilizar _____	46
Figura 3.14 Gráfica de esfuerzo-deformación (stress-stroke) de los nanocompuestos de rHDPE, rPET, Cloisite 20A y Cloisite 30B compatibilizado y sin compatibilizar _____	47
Figura 3.15 Módulo de elasticidad en las mezclas de HDPE/PET con Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar _____	49
Figura 3.16 Esfuerzo máximo en las mezclas de rHDPE/rPET con Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar _____	49

Figura 3.17 Módulo de elasticidad en las mezclas de rHDPE/rPET con Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar con Presión posterior de 50 psi y 90 psi _____	50
Figura 3.18 Esfuerzo máximo en las mezclas de rHDPE/rPET con Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar con Presión posterior de 50 psi y 90 psi _____	51
Figura 3.19 Energía requerida para romper las mezclas de rHDPE/rPET con Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar _____	51

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Propiedades generales del polietileno de alta densidad	13
Tabla 1.2 Propiedades generales del polietileno de tereftalato	15
Tabla 1. 3 Propiedades físicas y químicas de nanoarcilla Cloisite 20A	20
Tabla 1.4 Propiedades físicas y químicas de nanoarcilla 30B	21
Tabla 2.1 Concentraciones de los nanocompuestos	28
Tabla 3.1 Descripción de componentes en cada rango	39
Tabla 3.2 Espaciado entre capas de nanocompuestos con arcillas, compatibilizados y sin compatibilizar	41
Tabla 3.3 Temperatura de fusión ( $T_m$ ) y porcentaje de cristalinidad ( $\%X_c$ ) de HDPE y PET en mezclas con Cloisites 20A y 30B , compatibilizados y sin compatibilizar.	46
Tabla 3.4 Características mecánicas de mezclas con rHDPE, rPET, Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar	47
Tabla 3.5 Características mecánicas de mezclas con rHDPE, rPET, Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar, a presiones de 50 psi y 90 psi	48

# **INTRODUCCIÓN**

# INTRODUCCIÓN

En los últimos años, la industria de polímeros ha tenido un crecimiento exponencial de acuerdo con las necesidades diarias de las personas. Esto se evidencia a través de las innovaciones en industrias textiles, automotrices, eléctricas y de empaque, que ha provocado que la producción de desechos de plásticos crezca y sea difícil de manejar. Para el año 2025, el Banco Mundial estima que 2.42 mil millones de toneladas de plástico serán desechadas cada año (Bravo, 2014)

En Ecuador se han creado diversos programas para incentivar el reciclaje de plásticos mediante la clasificación de los desechos. Sin embargo, en la actualidad son escasos los procesos alternativos a escala industrial para la transformación del plástico post-consumo. Según el Ministerio del Ambiente (2014), el ecuatoriano promedio desecha 253 fundas plásticas de tipo camisa elaboradas con Polietileno de Alta Densidad (HDPE) al año. Esto representa un gran problema porque este material toma de 400 a 1,000 años para lograr su descomposición. En el país, muchos de los desechos terminan en los ríos o el océano, afectando a todas las especies de la zona y causando la muerte de cerca de 100,000 animales marinos. (Andes, 2014)

Otro material de gran consumo masivo, debido a su bajo costo y su capacidad como barrera de gases, es el Polietileno de Tereftalato (PET). Este polímero es un producto de alta demanda para la fabricación de envases agua o bebidas gaseosas. Cada ecuatoriano consume en promedio 140 de estos envases por año, es decir, aproximadamente 313 millones de envases al año (Hachi & Rodríguez, 2010) y solo se logra reciclar cerca del 40% (El Telégrafo, 2013).

Aunque existe la tendencia de reusar o rediseñar el uso posterior de los productos plásticos, dentro del ciclo de plásticos, el reciclaje sigue siendo cerca del 60% la solución al problema. Esa disponibilidad de materia prima podría ser reciclada nuevamente en nuevas soluciones industriales que permitan controlar los desechos plásticos y la demanda de materia prima. Muchos estudios mencionan los métodos que existen para el reciclaje y estos son: mecánicos o químicos, siendo este último

el más costoso. El reciclado mecánico, en cambio, ha sido comúnmente usado para un solo componente polimérico, obteniendo resultados efectivos, pero si se logra combinar dos componentes reciclados, el costo del proceso podría llegar a reducirse. (Wiannah., 2007)

Una alternativa para mejorar los productos reciclados, es reforzarlos con materiales inorgánicos tales como nanoarcillas sintéticas y organofílicas (Dávila et al., 2011), pero en Ecuador no se ha desarrollado ninguna solución al mejoramiento de polímeros reciclados. Siendo PET y HDPE, los polímeros más consumidos localmente (Estudio técnico de las Asociación de municipalidades del Ecuador, 2009) y los de mayor desecho urbano, las mezclas entre estos polímeros no han sido estudiadas localmente y existen resultados referenciados bibliográficamente que han sido promisorios para el desarrollo de estos nuevos materiales o la incorporación de refuerzo como la nanoarcilla para el mejoramiento de sus propiedades finales.

En base a esta alternativa, se ha planteado como hipótesis que la adición de nanoarcillas a una mezcla de Polietileno de Alta Densidad (HDPE) / Polietileno de Tereftalato (PET) mediante procesos de extrusión e inyección y el empleo de agentes compatibilizantes, mejora las propiedades mecánicas y térmicas.

Para la verificación de la hipótesis se establece un objetivo general para este trabajo de investigación y es: relacionar la estructura y propiedades termo-mecánicas de nanocompuestos de HDPE y PET reciclados a través de métodos avanzados de caracterización para la determinación de aplicaciones industriales.

Además, se plantean los siguientes objetivos específicos.

- Procesar las mezclas de rHDPE y rPET por extrusión e inyección con la incorporación de organoarcillas .
- Analizar el comportamiento termo/mecánico de los compuestos para comprobar los efectos de dos tipos de organoarcillas con y sin la presencia de un agente compatibilizante en la matriz polimérica.
- Caracterizar la estructura y morfología de los compuestos mediante FTIR (Espectroscopía de infrarrojo por Transformada de Fourier), XRD (Difracción

por rayos X) y SEM (Microscopio electrónico de barrido) para comprobar el nivel de dispersión de las arcillas

- Identificar potenciales aplicaciones para estos compuestos.

Las tendencias actuales en las industrias están asociadas al desarrollo de nuevos materiales y productos innovadores considerando el aspecto económico. Las industrias de materiales compuestos o composites, van creciendo rápidamente, buscando procesos que disminuyan el impacto ambiental y productos que alarguen su ciclo de vida útil. Pero, los materiales con los que más se han trabajado son aquellos con matriz polimérica y refuerzo. En Ecuador, recientemente se ha comenzado a trabajar en estas áreas, sin embargo, se debe trabajar en el ciclo de vida o lo que se ha denominado en los últimos años como economía circular con la finalidad de encontrar soluciones para reducir los desechos de los productos plásticos, para reducir los efectos de la contaminación. (Dávila et al., 2011)

Los métodos que mejoran las propiedades de mezcla de estos dos polímeros son: mayor segregación (proceso de alto costo que requiere mucho tiempo) y adición de otro componente que actúe como agente compatibilizante. (A. Pawlak, Morawiec, Pazzagli, Pracella, & Galeski, 2002) El polietileno de alta densidad y el tereftalato de polietileno han sido ampliamente utilizados en aplicaciones de envasado y constituyen una gran cantidad de residuos post-consumo en zonas urbanas en el país. El reciclaje ofrece una solución alternativa para el manejo de estos residuos, un método de reciclaje es el termo-mecánico que implica la mezcla del fundido y su posterior moldeo de los plásticos. Sin embargo, la inmiscibilidad del HDPE y del PET conduce a una baja adherencia interfacial y propiedades mecánicas. (Ávila & Duarte, 2003)

Existen muchos estudios que comprenden la mezcla de estos dos polímeros agregando el copolímero de etileno/metacrilato de glicidilo (E-GMA), el cual es muy efectivo si se lo mezcla primero con HDPE y luego con PET según estudios realizados por Dagli y Kamdar (1994). Debido a la alta adhesión entre las dos fases, se logra un incremento en la fuerza de impacto y la elongación, y esto se puede lograr en un proceso de un paso, ya sea por extrusión o moldeo por inyección,

aunque se han encontrado que se obtienen mejores resultados si se usan ambos métodos. (Chen, Ahmad, & Gan, 2017) (Dagli & Kamdar, 1994)

Investigaciones que involucran nanocompuestos con matriz polimérica han notado la importancia que tiene el compatibilizante al momento de agregar arcilla para que exista una mejor mezcla, además de las condiciones de procesos a usar. (Lertwimolnun & Vergnes, 2005).

El principal interés de este proyecto es comprobar qué tan eficaz es la adición de nanoarcillas como un potencial reemplazante de compatibilizante a una matriz polimérica elaborada con HDPE y PET reciclados para desarrollar un material para construcción de adecuadas propiedades mecánicas para su correcto funcionamiento; promover el uso racional de materiales disponibles además que disminuya el costo de producción de este para industrias que requieran de este proceso.

**CAPITULO 1**  
**FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA**

# CAPÍTULO 1

## FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

### 1.1 Introducción

Durante las últimas décadas se ha despertado preocupación hacia los problemas medioambientales causados por la acumulación de desechos plásticos que ha ido incrementando acorde a las necesidades de las personas. Así como crece el desarrollo industrial, también se trata de disminuir la cantidad de residuos y además reducir el impacto ambiental negativo que se ha producido por estas actividades.

En los años noventa, muchos de los países desarrollados optaron por incorporar nuevas estrategias para la recolección de residuos sólidos. En Ecuador, este cambio se ha notado recientemente, el 38.32% de familias clasifica sus residuos (INEC, 2008), esto se debe a la disponibilidad actual de información sobre la contaminación y el cambio climático. Este hábito también ha sido agregado en las empresas, debido a la aplicación de nuevas normativas que involucra la clasificación de desechos.

Reduciendo el uso de material virgen y reusando los desechos plásticos, se contribuye con la sostenibilidad ambiental. Varias tecnologías han sido usadas incluyendo técnicas de separación de polímeros debido a que si se junta un polímero con otro puede llegar a reducir las propiedades de material reciclado por los diferentes puntos de fusión. (Carvalho, Durão, & Ferreira, 2010) Un estudio de Singh et al. (2017) sostiene que existen cuatro formas de reciclado, siendo estos, reciclado primario, secundario, terciario y cuaternario; pero cada una posee sus propias ventajas y desventajas.

Tanto el reciclado primario como en el secundario se vinculan con el reciclado mecánico, pero se diferencian en que el segundo se enfoca en

la transformación del material usado en productos con baja demanda mientras que en el primero se usan desechos plásticos no contaminados con propiedades similares a los de un material virgen. El enfoque del reciclado terciario es la contribución a la sostenibilidad energética y se vincula con el reciclado químico, en cambio, el reciclado cuaternario se centra en el manejo de desechos sólidos mediante combustión.

Estudios recientes plantean una sinergia de las propiedades de diferentes materiales para lograr mejores resultados y nuevas aplicaciones. Los estudios sobre nanocompuestos poliméricos comenzaron aproximadamente a finales de los años 80. Un nanocompuesto está formado por una matriz y un reforzado, considerando a otros materiales que pueden ser fibras, partículas y láminas. Estos materiales tienen sus ventajas entre las que destacan elevada flexibilidad, rigidez y resistencia específica, pero también presentan sus desventajas como sensibilidad al ambiente, baja resistencia interlaminar entre otros. (Dávila et al., 2011)

Para que la matriz polimérica contenga distintos polímeros que difícilmente se pueden mezclar, se requiere agregar agentes compatibilizantes para aumentar la adhesión, y disminuir la inmiscibilidad entre los compuestos debido a la presencia de los grupos funcionales pertenecientes a los compatibilizantes. Para la mezcla de Polietileno de Alta Densidad y Polietileno de Tereftalato, el compatibilizante más adecuado es el Etileno-Metacrilato de Glicidilo (E-GMA) debido a la presencia de grupos funcionales epóxicos. (Dagli & Kamdar, 1994)

Al usar una matriz polimérica, además del compatibilizante, se busca un material de relleno comúnmente basado en arcilla o silicatos naturales por su sencilla obtención. Las nanoarcillas se producen por desintegración y descomposición química, compuestas por silicatos de hierro, magnesio y aluminio. Son muy utilizadas para preparar nanocompuestos, debido a sus propiedades y estructuras únicas. Estas arcillas además de ser un recurso natural y económico permiten disminuir el espesor de las capas

de los polímeros y la cantidad de materia prima utilizada, es decir que serán necesarias menores cantidades de polímero para obtener productos de iguales o mejores propiedades. Otro aspecto importante del uso de las nanoarcillas es la ayuda medioambiental que aporta, reduciendo la acumulación de residuos poliméricos. (Fernández, 2014)

Para producir estos materiales compuestos, los procesos usados en varias investigaciones por ser los más conocidos son extrusión, inyección y compresión. Por otro lado, existen comunes limitaciones entre estos procesos, y es que al reciclar o procesar polímeros reciclados, se produce una degradación continua en las propiedades mecánicas. (Pawlak, Pluta, Morawiec, Galeski, & Pracella, 2000) Esta degradación puede deberse al incremento de estructuras cristalinas por una reducción del peso molecular que afecta el alargamiento a la ruptura según La Mantia y Gardette (2002).

## **1.2 Reciclaje en el Ecuador**

Según el Ministerio de Ambiente, mediante el Programa Nacional para la Gestión Integral de Desechos Sólidos (MAE-PNGIDS), en Ecuador se generaron 4'138,512 millones de toneladas métricas de residuos sólidos durante el 2014, de los cuales el 12% son plásticos. La Iniciativa Regional para el Reciclaje Inclusivo (IRR) durante el 2015 presentó un estudio en donde menciona que las ciudades de Guayaquil, Quito, Cuenca y Manta generan el 48% de residuos a nivel nacional.

El MAE-PNGIDS se enfoca en impulsar la industria del reciclaje aprovechando los recursos energéticos. Esto, debido a que, las familias del Ecuador no tienen una cultura de reciclaje, esto ha sido reportado por el INEC mediante una encuesta a 21.678 familias, en donde se encontró que el 82.5% no clasifica los desechos plásticos.

La creación e implementación de nuevas políticas y tecnologías ha mejorado la industria del reciclaje mediante la promoción de nuevas líneas

de negocios por lo que el Ministerio de Industrias y Productividad estima que se reciclan 60.000 toneladas de plásticos que, junto con otros desechos, equivalen al 15% de residuos desechados. (IRR, 2015)

### **1.3 Reciclaje de materiales poliméricos**

El reciclaje es una manera de reducir el impacto medioambiental causado por acumulación de desechos poliméricos generados por las aplicaciones diarias de materiales como empaques, construcción, entre otros. Su uso constante se debe a las características de los plásticos de tener baja densidad, fácil manipulación y principalmente su bajo costo de fabricación.

Una publicación de Hamad, Kaseem y Deri (2013) en donde se revisó trabajos recientes se concluye que, aunque el reciclado mecánico y el reciclado químico son las técnicas más usadas de reciclaje, el reciclado mecánico es el más favorable debido a su bajo costo, desde un punto de vista industrial. Estudios sobre cada método se detallan en este trabajo.

#### **1.3.1. Métodos de reciclado**

##### **1.3.1.1. Reciclado químico**

El reciclado químico consiste en producir combustibles y químicos a partir de desechos plásticos, es decir, llevar a los poliéster y poliamidas en sus monómeros principales

En un estudio de Vicente et al. (2009) en donde aplicó un proceso de reciclado químico al HDPE por el método de craqueo térmico en presencia de fenol, se dio a conocer que los productos principales en ese proceso fueron las olefinas; y, comparando los resultados mecánicos del reciclado con el material virgen, se obtuvieron características térmicas muy similares.

La despolimerización del PET ha sido estudiada por Achilias et al. (2010), una práctica común en el reciclado químico de este material, y encontró que a condiciones normales, la reacción con la

presencia de dietilenglicol para completar la degradación del PET toma más de cuatro horas, mientras que usando irradiación de microondas, la degradación se obtuvo en menos tiempo.

#### **1.3.1.2. Reciclado mecánico**

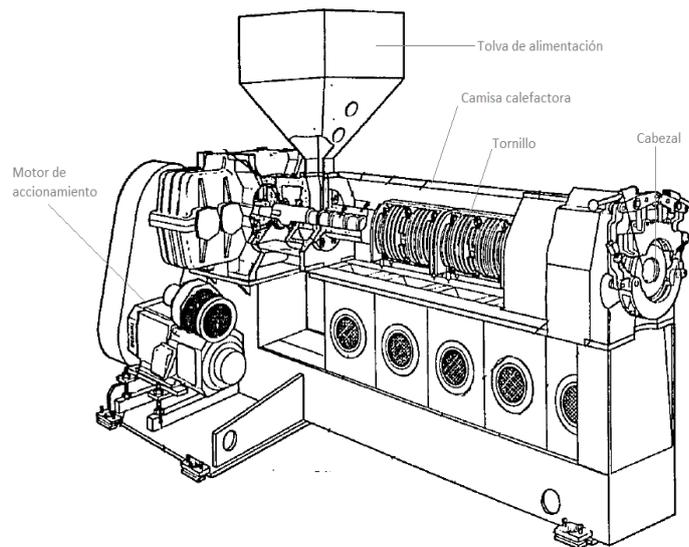
Se conoce también como reciclado físico y se refiere a la recuperación de desechos plásticos mediante procesos mecánicos con la oportunidad de convertirlos en nuevos productos plásticos. Aunque este proceso degrada el material deteriorando las propiedades, el uso de aditivos, rellenos o compatibilizadores garantiza un incremento en estos.

El reciclado mecánico en donde se usa el mezclado de plásticos para obtener nuevos materiales es el más utilizado porque se obtienen mejores propiedades mecánicas y un conveniente costo de fabricación. Mediante un proceso de extrusión, Navarro et al. (2008) prepararon mezclas entre HDPE y PET notando que su incompatibilidad aumentaba cuando el contenido de HDPE era mayor al 5% debido a que en esta mezcla se encontraron propiedades mecánicas deficientes comparado con las obtenidas al evaluar PET solo.

### **1.4 Procesos en reciclado mecánico**

#### **1.4.1. Extrusión**

Es un proceso en donde, mediante calentamiento y presión ejercida por un tornillo, homogeniza el polímero y lo fuerza a pasar por un orificio para luego ser llevado a un enfriamiento con agua y después pasa a ser peletizado. Este proceso es usado en termoplásticos y cauchos, tomando su temperatura de fusión como parámetro esencial.



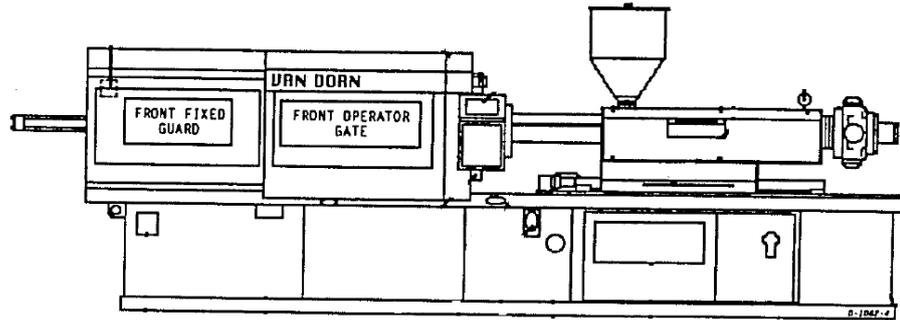
**Figura 1.1 Esquema básico de extrusión de tornillo simple**

*Fuente: Harold Belofsky, 1995*

Para el reciclado de polímeros, se usan extrusoras tanto con doble tornillo como la extrusoras con tornillo simple siendo este último el más utilizado, (ver Figura 1.1). Se comienza alimentando el polímero en estado sólido a través de la tolva, luego pasa por la cámara de calentamiento en donde se encuentra el tornillo y las resistencias que lo llevan a la temperatura de fusión. Al final, el polímero es expulsado por el cabezal que puede contener uno o varias salidas. Para solidificar el extruido se lo enfría con agua o con aire. (Harold Belofsky, 1995)

#### **1.4.2. Moldeo por inyección**

Este proceso es similar al de extrusión, debido a que se usa el principio de calentar el material y expulsarlo con presión por medio de un tornillo. El material, una vez fundido, pasa a una cavidad del molde, que para entonces debe estar completamente cerrado. El molde se mantiene de esta forma hasta que el producto se solidifica por completo, gracias al flujo de agua que pasa a través del molde y enfría el material. Al final, el molde se abre y expulsa el producto.



**Figura 1.2 Esquema de máquina inyectora**

*Fuente: Harold Belofsky, 1995*

## **1.5 Polietileno de Alta Densidad**

### **1.5.1. Generalidades**

El polietileno es uno de los plásticos más usados debido a su versatilidad, razón por la cual se adapta a numerosas aplicaciones. Es parte de la familia de las poliolefinas. Las poliolefinas se producen a partir de monómeros olefínicos, y en este caso, el etileno.

El polietileno de alta densidad se caracteriza por tener una densidad igual o mayor a  $0.94 \text{ g/cm}^3$ , posee una alta resistencia a la tracción y fuerzas intermoleculares debido a su bajo grado de ramificación. La ramificación depende del catalizador usado, frecuentemente se produce mediante catalizadores Ziegler-Natta o de metaloceno. (Lokensgard, 1999)

El polietileno de alta densidad es un polímero termoplástico, es decir, que se puede moldear y dar forma cuando es calentado. Es relativamente menos costoso de producir además de ser de fácil procesabilidad.

Debido a las ventajas que presenta este polímero por su elasticidad, peso reducido y larga vida útil, durante la última década se ha reportado una producción y consumo incontrolable que genera grandes cantidades de desperdicios. El proceso de degradación de

este material toma muchos años, y esto se considera como la principal desventaja. (Binti, 2013)

### 1.5.2. Estructura química

La estructura química consiste en una cadena larga de átomos de carbono con dos átomos de hidrógeno, ver figura X, no presenta ramificaciones. Se compone de entre 4000 a 7000 unidades de etileno por cadena. Su masa molecular se encuentra en un intervalo de 100,000 a 200,000 unidades de masa atómica.

Las moléculas del polímero se alinean de modo que forman una estructura cristalina, lo que conlleva a tener un material fuerte con alto punto de fusión.

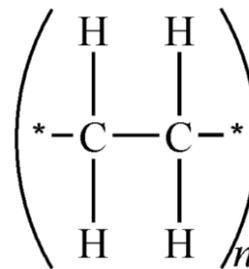


Figura 1.3 Estructura química del polietileno de alta densidad

### 1.5.3. Propiedades

El polietileno de alta densidad posee un punto de fusión de 135°C, una densidad que varía entre 0.944 - 0.965 g/cm<sup>3</sup>. Presenta una alta cristalinidad (>90%), lo que lo diferencia del polietileno de baja densidad, debido a que no posee ramificaciones y no llega a tener la claridad que posee el LDPE.

Este polímero se caracteriza por su flexibilidad, resistencia al impacto y buena resistencia a los químicos. Por otro lado, el HDPE tiene una alta fuerza tensil, esta propiedad refiere a qué tanta presión un material puede soportar antes de romperse, y se encuentra entre 3000 y 3500 psi, por lo que se lo califica como un buen candidato para ser

procesado en industrias pesadas como la automotriz o de construcción. (Lokensgard, 1999)

**Tabla 1.1 Propiedades generales del polietileno de alta densidad**

Propiedad	Polietileno de Alta Densidad
Punto de fusión	135°C
Cristalinidad	>90%
Densidad	0.944 - 0.965 g/cm <sup>3</sup>
Fuerza Tensil	0.20 - 0.40 N/mm <sup>2</sup>
Índice de Fluidez	Bajo
Resistencia química	Químicamente inerte
Temperatura de transición vítrea	Entre -30°C y -80°C

*Fuente: Binti, 2013*

## **1.6 Tereftalato de polietileno**

### **1.6.1. Generalidades**

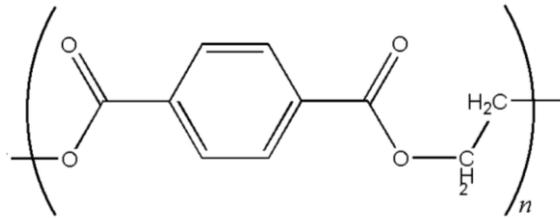
El tereftalato de polietileno, también conocido como polietilentereftalato, se obtiene mediante policondensación en donde se involucra el etilenglicol y el ácido terftalático. Es un termoplástico lineal y forma parte de la familia de los poliésteres. Comúnmente usado en industrias textiles y de envases alimenticios.

El uso de este polímero tiene algunos atributos positivos para ser considerado por las industrias, entre estos, destaca su característica de barrera para gases. Por otra parte, tiene como ventaja su baja densidad, impermeabilidad, resistencia a los esfuerzos permanentes, estabilidad a la intemperie y en general, sus buenas propiedades térmicas. (Hachi & Rodríguez, 2010)

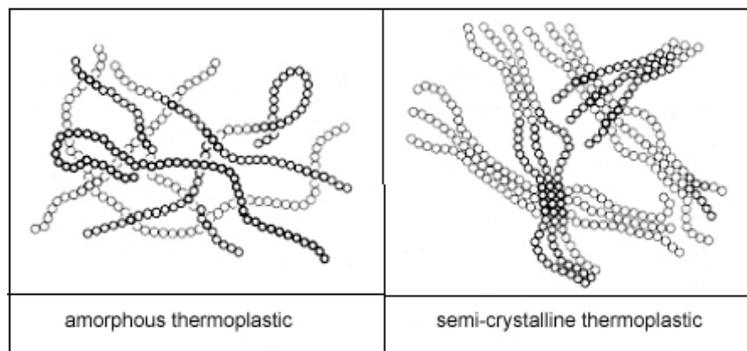
### **1.6.2. Estructura**

El polietileno de tereftalato puede ser elaborado con dos tipos de estructura diferentes, amorfos o cristalinos. Antes de procesar,

cuando se tienen los pellets, se tiene una estructura cristalina, mientras que cuando se extruye, se vuelven amorfos. Esto ocurre debido al calentamiento que se realiza hasta llegar a su punto de fusión y que luego, inmediatamente se enfría por debajo de su temperatura de transición vítrea.



**Figura 1.4 Estructura química del polietileno de tereftalato**



**Figura 1.5 Estructura amorfa y semicristalina de termoplásticos**

*Fuente: Franck, 2006*

### 1.6.3. Propiedades

El polietileno de tereftalato amorfo se caracteriza por su transparencia, tiene un punto de fusión de cerca de 260°C. Se cristaliza cuando la temperatura de proceso es mayor a 90°C. Por otra parte, es resistente a los alcoholes, grasas y a hidrocarburos clorados, alifáticos y aromáticos; pero no al agua caliente, ácidos y bases concentradas.

**Tabla 1.2 Propiedades generales del polietileno de tereftalato**

Propiedad	Polietileno de baja densidad
Punto de fusión	260°C
Cristalinidad	<30%
Densidad	1.34 - 1.39 g/cm <sup>3</sup>
Fuerza Tensil	55 - 75 MPa
Viscosidad Intrínseca	0.79-0.83 dL/g
Resistencia química	químicamente inerte
Temperatura de transición vítrea	75°C

*Fuente: Hachi & Rodríguez, 2010*

### **1.7 Agente Compatibilizador**

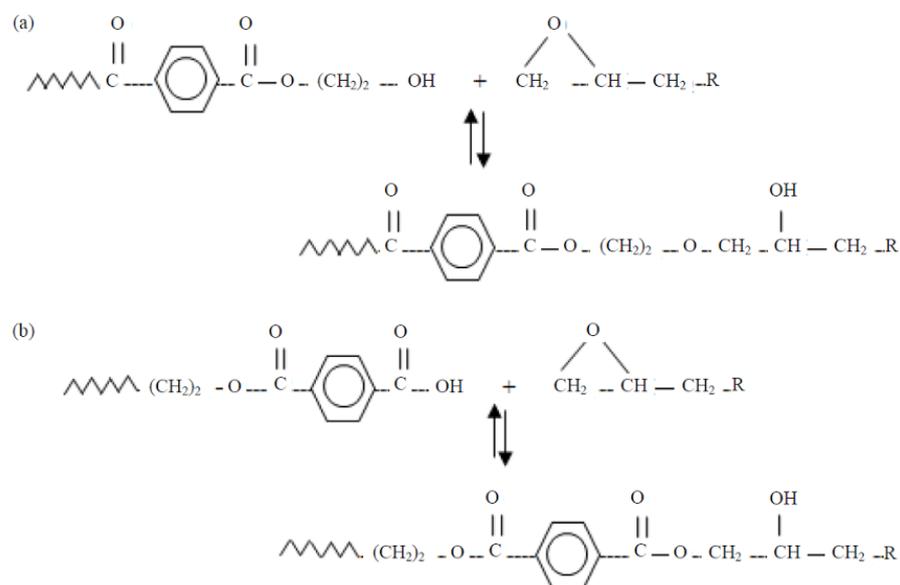
Se han desarrollado diversas estrategias para lograr disminuir la incompatibilidad entre polímeros puesto que son termodinámicamente inmiscibles, causando que la mezcla entre ellos resulte en materiales con propiedades deficientes. Para mejorar estas propiedades, se requiere disminuir la tensión interfacial por medio de aditivos, que se conocen comúnmente como compatibilizadores.

El uso de agentes compatibilizantes genera lo siguiente:

- mejora la tensión interfacial
- eleva la adhesión entre fases que se encuentran en estado sólido
- estabilización de la morfología, debido a la disminución del tamaño de la fase dispersa. (Maris et al., 2018)

Existen algunas investigaciones que analizan la compatibilización en las mezclas con HDPE y PET. Kalfoglou et al. (1995) comparó la eficiencia entre cuatro compatibilizantes para analizar el efecto que produce en las propiedades de esta mezcla polimérica, los compatibilizantes fueron: copolimero metacrilato de glicidilo-etileno (E-GMA), terpolímero de

metacrilato etilacrilato etileno (E-EA-GMA), copolímero de estireno-butadieno-estireno hidrogenado con anhídrido maleico (SEBS-g-MA) y copolímero de etileno-acrilato de metilo modificado con anhídrido maleico (E--MeA-g-MA). Mediante técnicas de termoanálisis, pruebas tensiles y de impacto concluyó que se obtuvo una compatibilización fuerte usando copolímeros que contienen grupos funcionales epoxi porque son capaces de reaccionar con grupo hidroxilos (-OH) y carboxilos (-COOH) pertenecientes al PET.



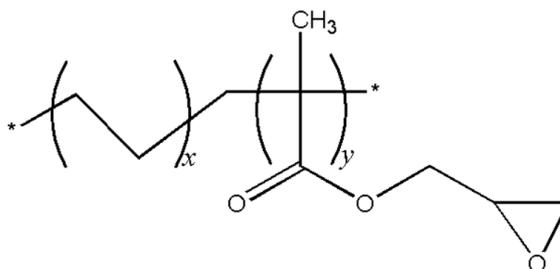
**Figura 1.6 Esquemas de reacción química. (a) grupo hidroxilo del PET y grupo epoxi del GMA (b) grupo carbonilo de PET y grupo epoxi GMA**

*Fuente: Chen, Hafizuddin, Ghani, Salleh, & Ahmad, 2014*

Mohd Nazry Salleh et al. (2014) en un estudio, revisó el efecto de dos tipos diferentes de compatibilizantes que contenían el mismo copolímero (E-GMA), además de conocer el efecto que se produce al variar las proporciones entre los polímeros rHDPE y rPET junto con este compatibilizante. En esta investigación se afirma que copolímeros que contienen GMA son los más eficientes debido a que la reacción de esterificación que se produce es reversible a altas temperaturas. También concluye que entre mayor sea la concentración de rPET en la mezcla, la distribución en la fase dispersa es más débil.

### 1.7.1. Etileno - Metacrilato de Glicidilo

Es un copolímero de etileno y metacrilato de glicidilo obtenido mediante un proceso en autoclave a alta presión. Tiene una excelente adhesión con papel, vidrio, metal además es compatible con PET, PE y todos los copolímeros etileno. Es muy usado como compatibilizante en mezclas de poliéster y poliolefinas.



**Figura 1. 7 Fórmula estructural de la molécula del copolímero Etileno - Metacrilato de Glicidilo**

En otro estudio, Mohd Nazry Salleh et al. (2016) demostró que el uso de este agente compatibilizante aumenta en un 300% la fuerza de impacto en una mezcla de HDPE/PET, además influye en la dispersión de la mezcla, haciéndola más efectiva y mejora significativamente las propiedades.

## 1.8 Nanoarcillas

En general, las arcillas se consideran como rellenos de materiales en compuestos poliméricos debido a que mejoran las propiedades mecánicas y en algunos casos aclaran las películas de empaque.

Las nanoarcillas, también conocidas como organoarcillas, son arcillas cuya estructura ha sido modificada a nivel nanométrico. Se forman por medio de un intercambio iónico en donde cationes inorgánicos como el  $K^+$  y el  $Ca^{+2}$  fueron reemplazados por cationes orgánicos. Su pureza depende del porcentaje de montmorillonita presente en la arcilla. La presencia de manganeso (Mn), hierro (Fe) y titanio (Ti) en su estructura afecta en el color de este, que puede ser amarillo, crema o hasta café.

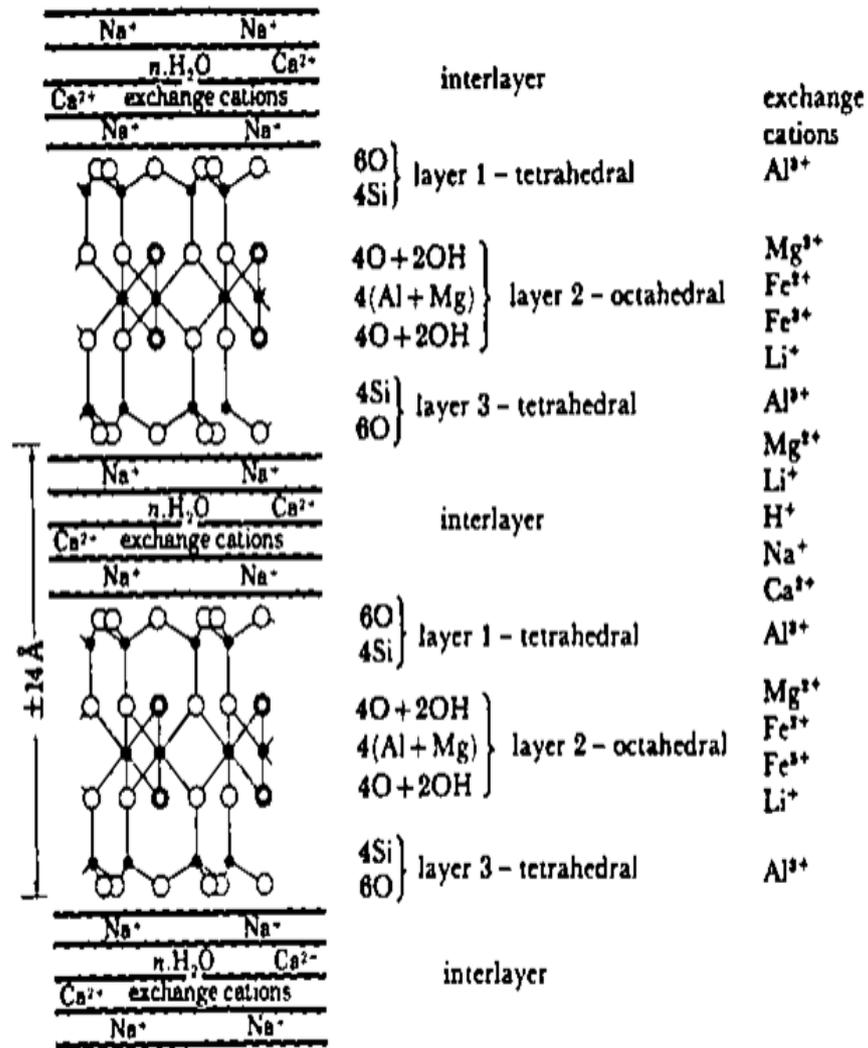


Figura 1.8 Estructura de montmorillonite

Fuente: Odom, 1984

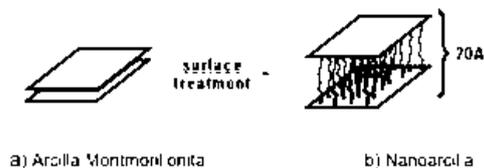
La montmorillonita es un filossilicato con estructura cristalina y capas separadas por una distancia de aproximadamente 9.5 Å de espesor. Su fórmula química es (Ca, Na, H) (Al,Mg,Fe,Zn)<sub>2</sub>(Si,Al)<sub>4</sub>O<sub>10</sub>(OH)<sub>2-x</sub>H<sub>2</sub>O. Su morfología, como se muestra en la Figura 1.8, posee dos capas tetraédicas de silicato que forman una estructura trilaminar. Este tipo de arcilla se caracteriza por tener su superficie interlaminar cargada negativamente lo que lleva a luego ser compensada por cationes. (Chen, Ahmad, & Gan, 2017)

G. Lagaly (1986), mediante los datos obtenidos por medio de una difracción de Rayos X, se llegó a pensar que las cadenas orgánicas se encuentran paralelas a la capa de silicato y que, con esto, formaba bicapas o monocapas

dependiendo de la longitud de la cadena. Por otra parte, Vaia et al. (1994), encontró a través de experimentos con espectrofotometría infrarroja por Transformada de Fourier, que mientras la longitud de la cadena disminuye, estas adoptan una estructura más desordenada parecida al de un líquido.

La capacidad de intercambio catiónico es el total de todos los cationes presentes que un mineral es capaz de atraer a un pH determinado, y es medido en miliequivalentes por 100 gramos de arcilla seca. Esta propiedad es relevante para procesos industriales porque indica el grado de potencial sustitución con otros minerales como la dolomita o el cuarzo. (Alexandre & Dubois, 2000)

Para lograr trabajar con estas arcillas en el campo de polímero, se trata la superficie con sales de amonio y de esta forma sea compatible con materiales orgánicos. La carga usual para polímeros oscila entre el 3 y 5% dependiendo de la aplicación que se le dé.

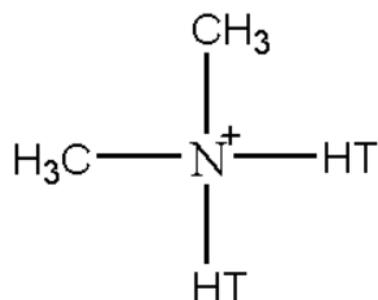


**Figura 1.9 Tratamiento de superficie de una montmorillonita hasta obtener la nanoarcilla**

*Fuente: Perugachi Benalcázar, 2006*

### 1.8.1. Cloisite 20A

Arcilla natural tipo montmorillonita modificada formada por láminas de silicatos de magnesio y aluminio con una sal de amonio cuaternario (2M2HT, dimethyl, dihydrogenated tallow, quaternary ammonium). Compuesta por aniones cloruro y HT, siendo este, Tallow hidrogenado (~65% C18, ~30% C16, ~5% C14).



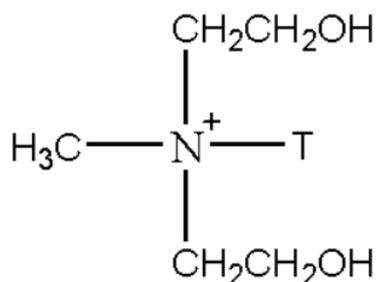
**Figura 1.10 Estructura química de Cloisite 20A**

**Tabla 1. 3 Propiedades físicas y químicas de nanoarcilla Cloisite 20A**

Apariencia	Polvo
Estado físico	Sólido
Color	Blanco Opaco
Olor	Ninguno
Solubilidad	Insoluble
Humedad	<2%
Modificador Orgánico	2M2HT
Concentración del modificador	95 meq/100g arcilla
Gravedad específica	1.77 g/cc
Espacio basal	24.2 Å

### 1.8.2. Cloisite 30B

Arcilla natural tipo montmorillonita modificada con una sal de amonio cuaternario (2MT2EtOT, methyl, tallow, bis-2-hydroxyethyl, quaternary ammonium). Compuesta por aniones cloruro y T, siendo este, Tallow (~65% C18, ~30% C16, ~5% C14).



**Figura 1.11 Estructura química de Cloisite 30B**

**Tabla 1.4 Propiedades físicas y químicas de nanoarcilla 30B**

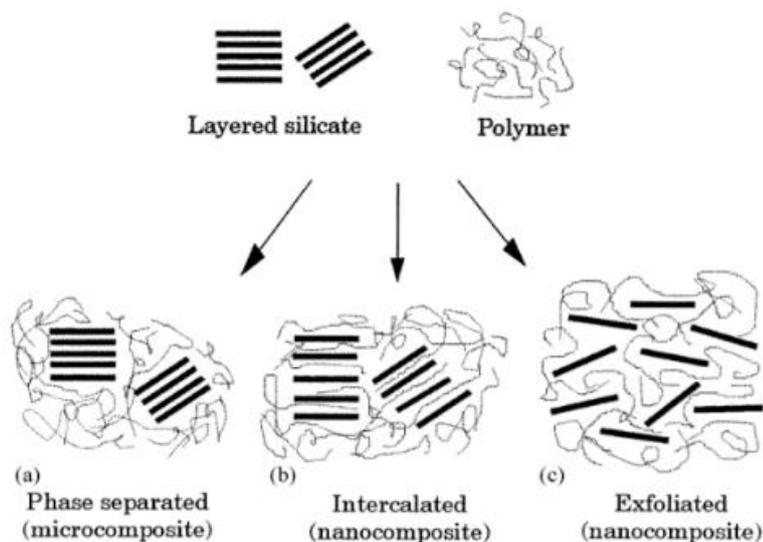
Apariencia	Polvo
Estado físico	Sólido
Color	Blanco Opaco
Olor	Ninguno
Solubilidad	Insoluble
Humedad	<2%
Modificador Orgánico	MT2EtOH
Concentración del modificador	90 meq/100g arcilla
Gravedad específica	1.77 g/cc
Espacio basal	18.5 Å

### **1.9 Nanocompuestos Poliméricos**

Los composites poliméricos están formados por un material de matriz polimérica (sea termoestable o termoplástico), en fase continua; y también por rellenos tanto inorgánicos como orgánicos, considerando a fibras, partículas y láminas, siendo estos, en fase discontinua.

Dependiendo del método de preparación de estos nanocompuestos, se puede obtener tres escenarios correspondientes a la asociación entre la matriz polimérica y la arcilla, por lo cual se tiene:

- Fase separada: Se forma un microcompuesto debido a que no se produjo una asociación adecuada con la arcilla y el polímero.
- Nanocompuestos Intercalados: Se produce cuando capas de silicatos se inserta entre las cadenas poliméricas dando como resultando unas capas poliméricas e inorgánicas intercaladas.
- Nanocompuestos Exfoliados: Ocurre cuando la arcilla se dispersa de manera uniforme en una matriz polimérica continua.



**Figura 1.12 Esquema de los diferentes tipos de interacciones entre las capas de silicato y el polímero en los nanocompuestos**

*Fuente: Alexandre & Dubois, 2000*

### 1.10 Aplicaciones de los nanocompuestos

Existe un amplio campo en donde los nanocompuestos son aplicados en la industria. siendo los de matriz polimérica los que proponen una infinidad de posibilidades. En la actualidad, se dispersan nanoarcillas en polímeros termofijos o termoplásticos dando como resultado un incremento en las propiedades como el incremento de barrera a humedad y vapores, esfuerzo en la tensión y baja transmisión de rayos UV, entre otras propiedades, tomando en cuenta que esto no se lograría si la disposición entre las capas poliméricas y de silicato se encuentren separadas.

Las organoarcillas usadas en este estudio, también son aprovechadas en la elaboración de filtros de agua debido a que es capaz de contrarrestar aceites, materia orgánica natural y ciertos hidrocarburos orgánicos de baja solubilidad. También se lo utiliza en la remoción de aceites de equipos industriales e incluso como un método de biorremediación ya que absorbe contaminantes de los suelos. (Perugachi Benalcázar, 2006)

### 1.11 Caracterización y evaluación de los nanocompuestos

Para conocer la estructura y propiedades de los nanocompuestos elaborados se desarrolla su caracterización mediante ensayos físicos y térmicos para comprobar la efectividad del experimento. A continuación, se describirán cada uno de los ensayos realizados en esta investigación.

**FTIR:** La espectroscopia infrarroja permite identificar los grupos funcionales del material por medio de un espectro de luz que pasa a través de la muestra. Se realiza el análisis de un amplio espectro de propiedades para determinar el potencial de aplicación de los nanocompuestos. El espectrómetro infrarrojo permite realizar la caracterización de la organoarcilla con el que se puede identificar las interacciones de la modificación del relleno con las cadenas del polímero, incluidas las reacciones químicas entre los dos. (Rees, 2010)

**XRD:** El análisis por difracción de rayos x se utiliza para determinar el aumento en el espaciamiento de la capa intermedia de los rellenos después de la combinación con los polímeros, que está relacionado con el desplazamiento de los picos de difracción a ángulos de difracción más bajos, lo que indica el grado de intercalación de los polímeros entre las organoarcillas (Mittal, 2012)

**SEM:** El microscopio electrónico de barrido SEM se emplea para determinar la morfología de los materiales y así como determinar los elementos existentes en mezclas a nivel microscópico. Estas imágenes se obtienen por la generación de un haz de luz sobre la superficie escaneada captada por detectores de electrones permitiendo una imagen con una resolución alta y una apariencia tridimensional con la capacidad de aumentar el rango de visión de la imagen facilitando el estudio de fisuras o fracturas en la muestra a nivel microscópico. (Hernández & Espejo, 2002)

**DSC:** La calorimetría diferencial de barrido se emplea en la materia prima para determinar información sobre las transiciones de vitriación, fusión y cristalización, así como obtener información sobre la cristalinidad del área bajo la transición de fusión (entalpía de fusión). Se realiza de manera similar en las mezclas de nanocompuestos para conocer el efecto de los rellenos en el comportamiento de cristalización del polímero puro. Los rellenos modificados orgánicamente también se caracterizan por DSC.

**Tensión:** El ensayo de tensión indica, mediante un diagrama, el esfuerzo aplicado sobre la muestra y la deformación que resulta con todos los niveles de carga. El ensayo permite determinar el módulo de Young, la deformación y esfuerzos máximo y de rotura, así como la energía necesaria para romper la muestra representada por el área bajo la curva. (Lokensgard, 1999)

Los parámetros usados para cada uno de estos ensayos se detallan en el siguiente capítulo, además de las descripciones de materiales y procesos usados.

# **CAPITULO 2**

## **METODOLOGÍA**

# CAPITULO 2

## METODOLOGÍA

La preparación de los compuestos reciclados se realizó en el en el Laboratorio de Procesamiento de Plásticos de la Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción [FIMCP]. Los ensayos y caracterización de las muestras se efectuaron en el Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales [LEMAT], ubicados en la Escuela Superior Politécnica del Litoral [ESPOL].

### 2.1 Descripción de Materia prima

#### 2.1.1. HDPE

El reciclado de Polietileno de Alta Densidad [rHDPE] fue donado por la empresa PROCONECU S.A, con un índice de fluidez de 0.23 g/10 min a 190°C. El material fue lavado y posteriormente secado en una estufa a 100°C.



**Figura 2.1 Reciclado de polietileno de alta densidad**

#### 2.1.2. PET

El reciclado de Polietileno-Tereftalato [rPET] utilizado fue donado por la empresa INTERCIA S.A.



**Figura 2.2 Reciclado de polietileno-tereftalato**

### **2.1.3. Agente Compatibilizador**

El Etileno - Metacrilato de Glicidilo [E-GMA] con un porcentaje del 8% en peso de contenido de metacrilato de glicidilo, índice de fluidez de 5 g/10min a 190°C y una densidad de 0.94 g/cm<sup>3</sup>, fue suministrado por ARKEMA Functional Polyolefins, Francia.

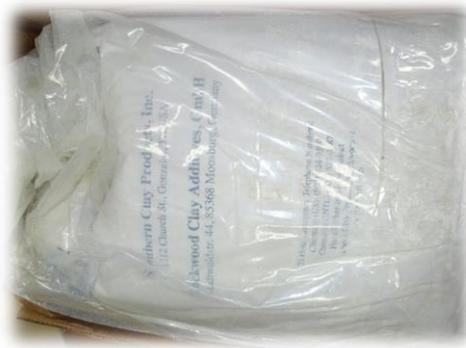


**Figura 2.3 Agente compatibilizador E-GMA**

### **2.1.4. Arcillas**

#### **2.1.4.1. Cloisite 20A**

La arcilla Cloisite 20A con un porcentaje del 2% de humedad, electrocromatografía capilar de 95 meq/100g-arcilla y  $d_{001}=24.2\text{\AA}$ , se obtuvo de Southern Clay Products Co., USA.



**Figura 2.4 Organoarcilla Cloisite 20A**

#### **2.1.4.2. Cloisite 30B**

La arcilla Cloisite 30B se obtuvo de Southern Clay Products Co., USA, con un porcentaje del 2% de humedad, electrocromatografía capilar de 90 meq/100g-arcilla y  $d_{001}=18.5\text{\AA}$ .



**Figura 2.5 Organoarcilla Cloisite 30B**

### **2.1.5. Preparación de los nanocompuestos**

#### **2.1.5.1. Acondicionamiento de materia prima**

##### **Lavado**

Debido a que el material a utilizar es reciclado, se desconoce el estado en el que es recibido. Por ello se realiza un lavado a la materia prima para eliminar las impurezas y evitar contaminantes durante el proceso.

##### **Pesado**

Para la preparación de las mezclas, la matriz polimérica que está compuesta con reciclados de rHDPE/rPET mantuvo una relación

en peso del 75:25, el cual se le adicionó un compatibilizador a un 5% p/p y variando el tipo de arcilla en un 3% p/p. Las mezclas formuladas son:

**Tabla 2. 1 Concentraciones de los nanocompuestos**

Mezcla	Compuestos	Concentraciones
A	rHDPE/rPET	75/25
B	rHDPE/rPET/E-GMA	75/25/5
C	rHDPE/rPET/CLOISITE 20A	75/25/3
D	rHDPE/rPET/E-GMA/CLOISITE 20A	75/25/5/3
E	rHDPE/rPET/CLOISITE 30B	75/25/3
F	rHDPE/rPET/E-GMA/CLOISITE 30B	75/25/5/3

Cada material se lo peso en bandejas separadas para su siguiente proceso.



**Figura 2.6 Pesado de material**

### **Secado**

El material previamente pesado se coloca en la estufa microprocesada de secado, modelo Q1317M-33, marca QUIMIS a una temperatura de 100°C por un periodo de 24 horas para eliminar la humedad almacenada. Una vez secos los

componentes se procede a realizar las mezclas previamente mencionadas en la (tabla 2.1).



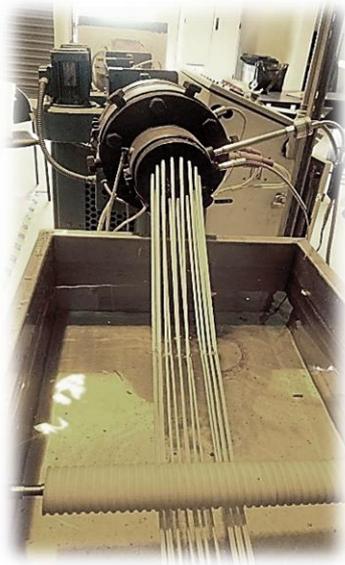
**Figura 2.7 Estufa microprocesada de secado QUIMIS**

### **Extrusión**

Para la extrusión se utilizó una extrusora de tornillo simple con una relación de  $L/D=26$  y un dado de 16 orificios de 3 mm de diámetro, el cual permite al material optar la forma de “fideos”. El material sale de la extrusora, cae en una piscina de enfriamiento por acción de la gravedad.

Las mezclas son alimentadas por la tolva de la extrusora con un perfil de temperatura (desde la alimentación hasta la última resistencia) de 190-240-270-250-220°C y una velocidad del tornillo de 27 rpm.

Una vez que el material se haya enfriado es llevado a la peletizadora.



**Figura 2.8 Extrusora del Laboratorio de plasticos**

### **Inyección**

La inyección del material se realizó en una Lien Yu Plastic Injection Molding Machine, modelo D 75, capacidad de calor de 5 Kw, motor de 10 HP y una bomba de presión de 140 Kg/cm<sup>2</sup>. Obtenida de Lien Yu Machinery CO., LTD.



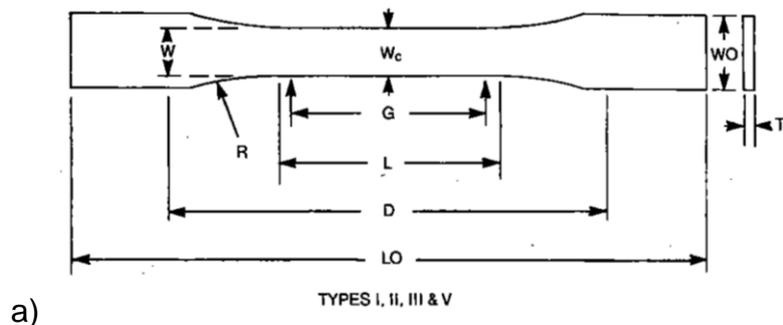
**Figura 2.9 Inyectora Lien Yu Plastic Injection Molding Machine**

La inyectora trabaja en conjunto con un chiller YU TING Refrigerator Co.,LTD. Modelo YT 130S, cuya función es disminuir la temperatura del molde de la inyectora para permitir la solidificación y manipulación de la muestra.

La mezcla previamente peletizada se ingresa por la tolva de la inyectora con un perfil de temperatura (desde la alimentación hasta la última resistencia) de 250/240/230/210°C a una contrapresión de 50 psi y una temperatura de enfriamiento del molde de 15°C a un ciclo general de 80 segundos. Con el molde de la inyectora se obtiene tres tipos de probetas diferentes, pero en este estudio solo se usó las correspondientes a tracción, cuyas dimensiones se indican en la Figura 2.11.



Figura 2.10 Molde de inyectora



b)

Dimensions (see drawings)	7 (0.28) or under	
	Type I	Type II
<i>W</i> —Width of narrow section <sup>E,F</sup>	13 (0.50)	6 (0.25)
<i>L</i> —Length of narrow section	57 (2.25)	57 (2.25)
<i>WO</i> —Width overall, min <sup>G</sup>	19 (0.75)	19 (0.75)
<i>WO</i> —Width overall, min <sup>G</sup>	...	...
<i>LO</i> —Length overall, min <sup>H</sup>	165 (6.5)	183 (7.2)
<i>G</i> —Gage length <sup>I</sup>	50 (2.00)	50 (2.00)
<i>G</i> —Gage length <sup>I</sup>	...	...
<i>D</i> —Distance between grips	115 (4.5)	135 (5.3)
<i>R</i> —Radius of fillet	76 (3.00)	76 (3.00)
<i>RO</i> —Outer radius (Type IV)	...	...

Figura 2.11 a) Forma de la probeta b) Dimensiones de probeta

(ASTM International, 2003)

## **2.2 Caracterización de las Muestras**

### **2.2.1. Análisis por Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier – FTIR**

Previo a realizar el ensayo del espectrómetro se necesita preparar una pastilla laminar o film de la muestra con un espesor aproximado de 0.5 mm debido a que permite el paso del haz de luz.

Para ello se hizo uso de la prensa térmica a 250°C en donde se colocó la muestra a maquinar y se la prensó aplicando una presión de 3,000-4,000 psi durante 1 minuto; Si la presión decrece vuelve a comprimir hasta alcanzar los 4,000 psi y dejar reposar por 2 minutos, por último, se comprime la muestra aplicando una presión de 5,000-6,000 psi por un tiempo de 2 minutos.

Para determinar los grupos funcionales presentes en los compuestos desarrollados se hizo uso de la norma ASTM E1252 “Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis” que indica que un haz de luz atraviesa al material permitiendo medir la absorbancia de luz infrarroja a diferentes frecuencias produciendo una “huella dactilar espectral” resultante específica del tipo de material. La frecuencia utilizada en este ensayo es de 4000  $\text{cm}^{-1}$  a 400  $\text{cm}^{-1}$  y 4000  $\text{cm}^{-1}$  a 7500  $\text{cm}^{-1}$  a una resolución de 32.

El ensayo FTIR se realizó en un Perkin Elmer, modelo Spectrum 100 de Proinstra S.A.

### **2.2.2. Análisis por Difracción de Rayos X - XRD**

El grado de intercalación de arcilla en la mezcla de polímeros / nanocompuestos de arcilla se examinó mediante difracción de rayos X (XRD).

Las mediciones de XRD de la arcilla en polvo y los nanocompuestos se realizaron con un difractómetro de rayos X PANalytical X'Pert Pro usando radiación CuK( $\alpha$ ) ( $\lambda = 0.154056$  nm o  $1.542\text{\AA}$ ), donde la potencia del generador fue de 40 kV y 30 mA, con un ángulo de escaneo ( $2\theta$ ) de  $2.3^\circ$  a  $12^\circ$  a una velocidad de escaneo de  $0.15^\circ/\text{min}$ .



**Figura 2.12 Difractómetro de rayos X PANalytical X'Pert pro**

Para la evaluación de la dispersión de la arcilla en los nanocompuestos se utilizan las ecuaciones (2.2) y (2.3) correspondientes al espaciado entre capas que se mide en  $\text{\AA}$  y la intercalación relativa medida en %.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.1)$$

En donde,  $n$  es el número de longitud de onda ( $n = 1$ ),  $\lambda$  es la longitud de onda del rayo X,  $d$  es el espaciado entre capas de la arcilla en el nanocompuesto, y  $\theta$  es la mitad del ángulo de refracción.

### **2.2.3. Microscopio Electrónico de Barrido - SEM**

Las superficies de fractura de las muestras a tracción se examinaron utilizando el microscopio electrónico de barrido (SEM), modelo Inspect S de la compañía FEI (Field Electron and Ion Company) subsidiaria de Thermo Fisher Scientific con ayuda del software xT Microscope Server y xT Microscope Control.

Para la manipulación del equipo se estableció un voltaje de 11.00 kV a una magnificación (mag) de 6000x con un Spot de 2.5 y un detector ETD.

Para el análisis de la muestra se debe realizar un ensayo de prueba el cual consiste en colocar la muestra directamente en el equipo a los parámetros establecidos y verificar si el software presenta una ilustración detallada. Caso contrario que la ilustración presente en mayor parte áreas blancas se recubre la muestra con una placa formada por una mezcla de oro-paladio y se realiza la prueba nuevamente.

Las superficies de fractura de las muestras a tracción se examinaron utilizando el microscopio electrónico de barrido (SEM) JEOL JUSM 840A.



**Figura 2.13 Microscopio electrónico de barrido**

#### 2.2.4. Calorimetría de Barrido Diferencial - DSC

El ensayo se realiza de acuerdo a la norma ASTM D3418 "Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry". Este ensayo consiste en calentar o enfriar el material de prueba a una velocidad controlada bajo un gas de purga especificado a un caudal controlado y monitorear continuamente con un dispositivo de detección adecuado la diferencia en la entrada de calor entre un material de referencia y un material de prueba debido a cambios de energía en el material.

Para el ensayo se empleó el analizador térmico DSC, modelo Q200, marca TA Instruments. Se estableció un barrido de calentamiento de 25-300°C a 10°C/min y un barrido de enfriamiento de 300 - 25°C a 10°C/min.



**Figura 2.14 Analizador térmico DSC TA Instruments**

Las temperaturas de fusión y porcentaje de cristalinidad de cada compuesto se analizan mediante el software TRIOS, en donde, la temperatura es obtenida por el pico endotérmico que se genera por el segundo corrido de calentamiento, mientras que la cristalinidad se la obtiene con el área del pico exotérmico del barrido de enfriamiento. Para el cálculo del porcentaje de cristalinidad se usa la formula (2.1) como se muestra:

$$\text{Porcentaje de cristalinidad} = \frac{\Delta H_m(\text{nanocompuesto})}{\Delta H_m(\text{polímero cristalino})} \times 100\% \quad (2.2)$$

En donde,  $\Delta H_m(\text{nanocompuesto})$  es la entalpia del nanocompuesto y  $\Delta H_m(\text{polímero cristalino})$  es la entalpia del polímero 100% cristalino.

### 2.2.5. Ensayo de Tensión

Este método de prueba cubre la determinación de las propiedades de tracción de los plásticos reforzados y no reforzados en forma de probetas estándar (con forma de pesa) cuando se prueban en condiciones definidas de pretratamiento, temperatura, humedad y velocidad de la máquina de prueba.

La prueba de tensión en esta investigación se realiza a diferentes velocidades para un mejor análisis del módulo de Young en donde se utilizó una velocidad de 1 mm/min y la curva de elongación que se realizó a una velocidad de 50 mm/min.



**Figura 2.15 Máquina de ensayos universales Shimadzu**

El ensayo de tensión se elaboró en la máquina de ensayos universales Shimadzu, modelo AG-IS 10 KN. Utilizando las probetas de acuerdo con la norma ASTM D638 “Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics” previamente obtenidas de la máquina de inyección. Se usó el software Trapezium para obtener las variables

Módulo de Young (MPa), Esfuerzo a la Rotura (MPa) y Deformación a la rotura (%)

# **CAPÍTULO 3**

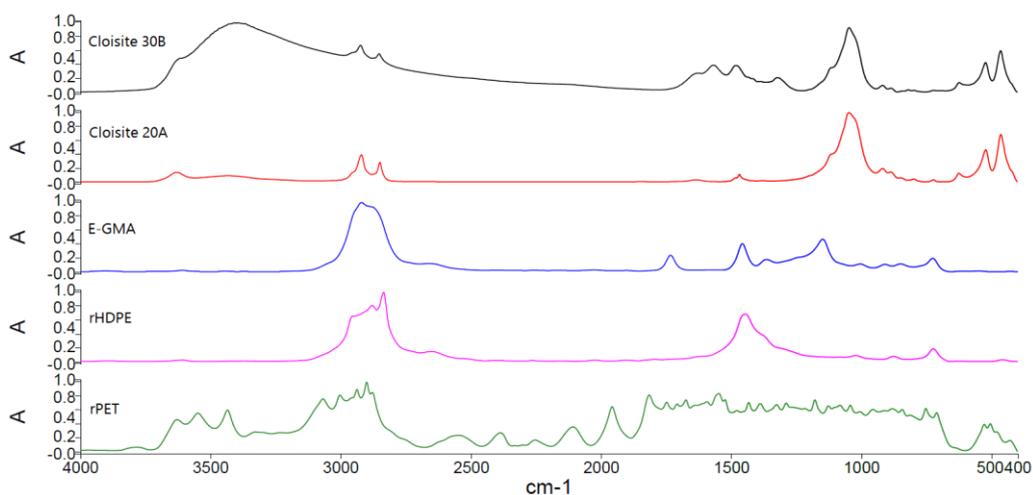
## **RESULTADOS**

# CAPÍTULO 3

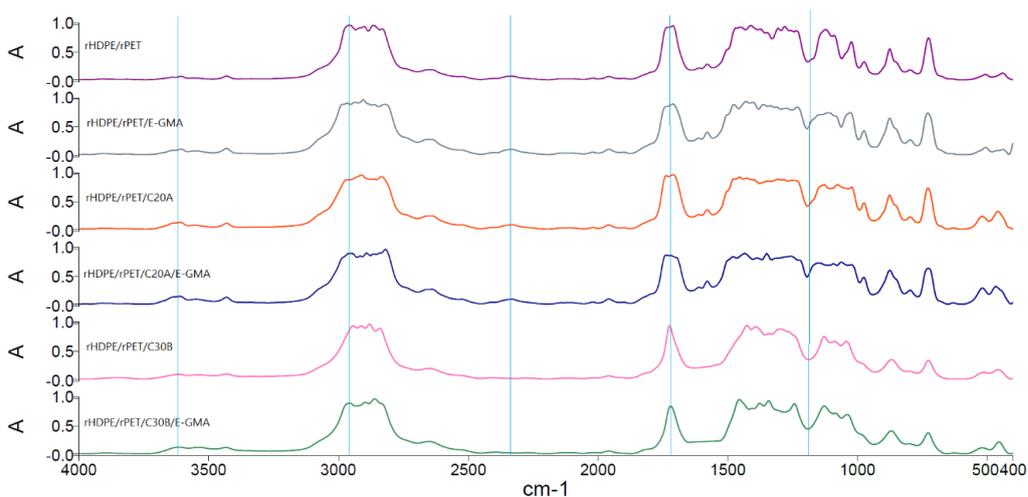
## RESULTADOS

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos de los ensayos realizados a los nanocompuestos para luego interpretar las modificaciones que ocurren por la adición de nanoarcillas a una matriz polimérica.

### 3.1 Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier



**Figura 3.1** Espectrometría infrarroja de Cloisite 30B, Cloisite 20A, E-GMA, rHDPE y rPET.



**Figura 3.2** Espectrometría infrarroja de mezclas con rHDPE, rPET, Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizadas y sin compatibilizar.

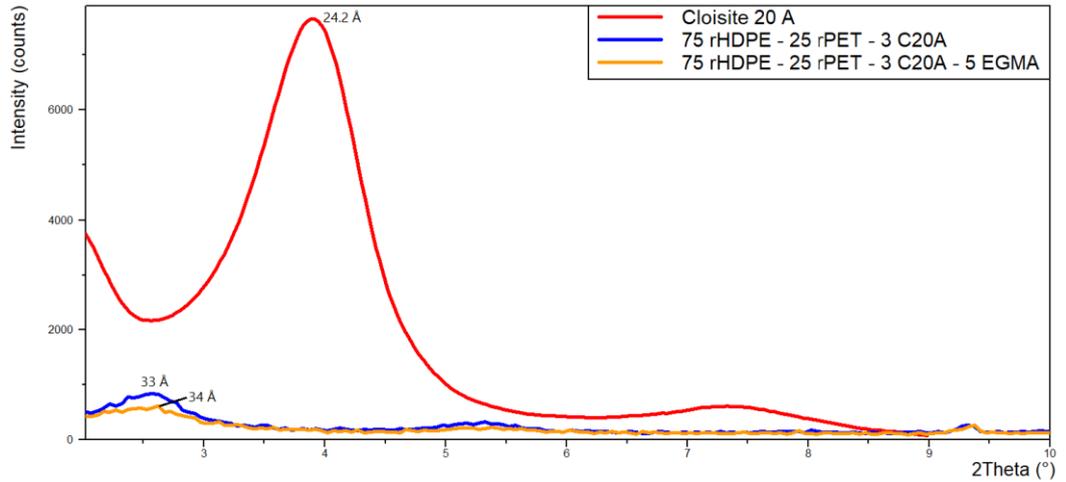
**Tabla 3.1 Descripción de componentes en cada rango**

Rango de onda (cm <sup>-1</sup> )		Descripción
3617	3432	Estiramiento del grupo funcional -OH presentes en la Montmorillonita
2967	2818	Vibraciones de cadenas alquilamonios C-H saturadas
2406	1958	Vibraciones débiles de alquinos(-C≡C-) y nitrilos(-C≡N)
1737	1710	Estiramiento del grupo carbonilo (C=O)
1610	1578	Absorción de grupo O-H por hidratación (a excepción de la Cloisite 30B)
1479	1022	Vibración de cadenas de alquilamonio del grupo C-H
1022	794	Estiramiento del grupo glicidil epoxi
730	720	Estiramiento del AlMgOH
635	610	Vibración del Si-C de la Cloisite 20A
520	470	Vibración de Si-O-Al de la Cloisite 20A
470	400	Vibración de Si-O-Si

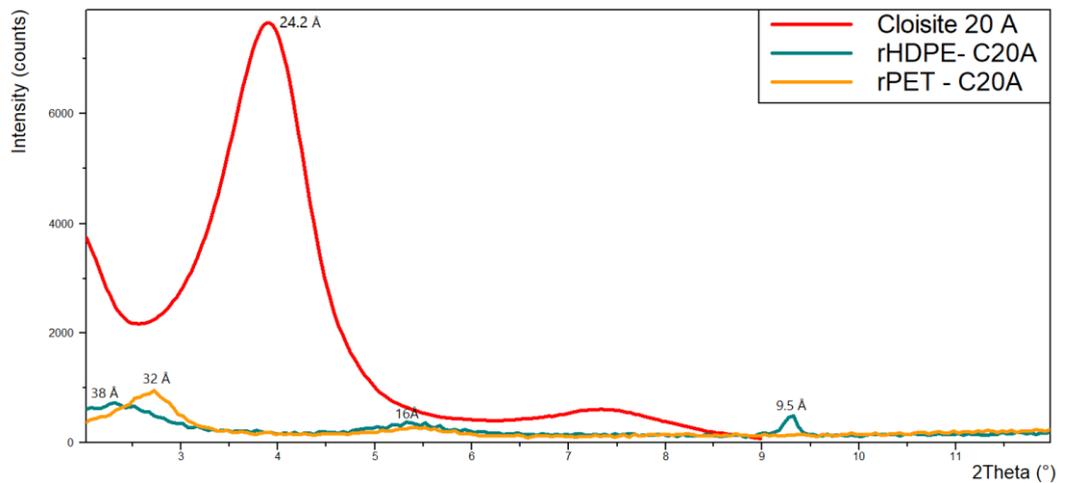
### 3.2 Difracción de Rayos X - XRD

La Figura 3.3 muestra las curvas XRD de la organoarcilla 20A pura y las mezclas de rHDPE/rPET con organoarcillas compatibilizadas y sin compatibilizar. La arcilla Cloisite 20A muestra una reflexión cerca de 4° (24.2 Å) mientras que Cloisite 30B la presenta cerca de 5° (18.5 Å).

Se observó un pico cerca de 2.6° (33 Å) en la mezcla que contiene rHDPE/rPET con arcilla Cloisite 20A sin compatibilizar, mientras que la mezcla compatibilizada presenta un pico cercano a la mezcla anterior en 2.5° (34 Å).

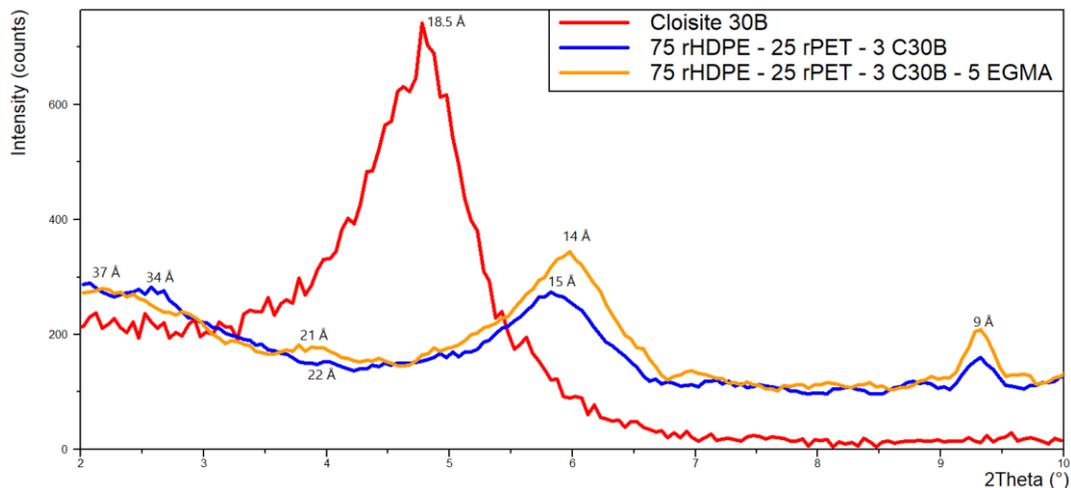


**Figura 3.3** Curvas XRD de mezclas de rHDPE, rPET, Cloisite 20A compatibilizada y sin compatibilizar comparado con curva XRD correspondiente al Cloisite 20A puro

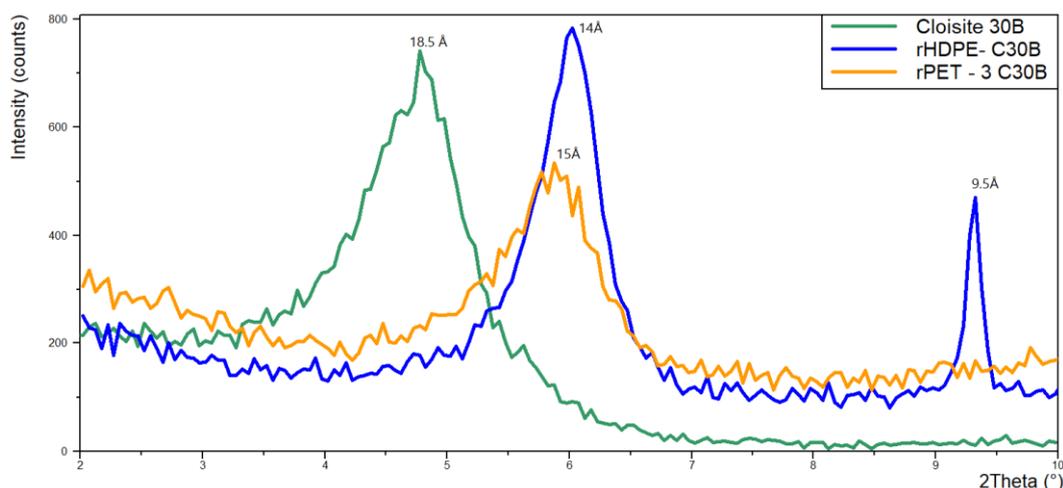


**Figura 3.4** Curvas XRD de mezclas de rHDPE puro, rPET puro, Cloisite 20A comparado con curva XRD correspondiente al Cloisite 20A puro

Unos picos pueden ser observados en las curvas presentes en la Figura 3.4, para las mezclas con rHDPE/rPET, Cloisite 30B compatibilizada y sin compatibilizar, siendo  $2.3^\circ$  ( $38 \text{ \AA}$ ) y  $2.5^\circ$  ( $34 \text{ \AA}$ ), respectivamente. Pero, la intercalación de estos nanocompuestos con respecto a la arcilla pura se refleja en los picos  $4.3^\circ$  ( $22 \text{ \AA}$ ) para la mezcla sin compatibilizar, y  $4.92^\circ$  ( $21 \text{ \AA}$ ) para la mezcla compatibilizada.



**Figura 3.5** Curvas XRD de mezclas de rHDPE, rPET, Cloisite 30B compatibilizada y sin compatibilizar comparado con curva XRD correspondiente al Cloisite 30B puro



**Figura 3.6** Curvas XRD de mezclas de rHDPE puro, rPET puro, Cloisite 30B comparado con curva XRD correspondiente al Cloisite 30B puro

**Tabla 3.2** Espaciado entre capas de nanocompuestos con arcillas, compatibilizados y sin compatibilizar

Mezcla	Posición (2θ)	Espaciamiento basal (Å)
<b>Cloisite 20A</b>	<b>4</b>	<b>24</b>
rHDPE/rPET/Cloisite 20A	2.6	33, 17
rHDPE/rPET/Cloisite 20A/EGMA	2.55	34, 17
<b>Cloisite 30B</b>	<b>5</b>	<b>18.5</b>
rHDPE/rPET/Cloisite 30B	4.3	22, 15
rHDPE/rPET/Cloisite 30B/EGMA	4.2	21, 14

### 3.3 Microscopio Electrónico de Barrido

Las siguientes imágenes muestran la superficie de las muestras que fueron previamente partidas en nitrógeno líquido y luego recubiertas por una aleación de oro y paladio.

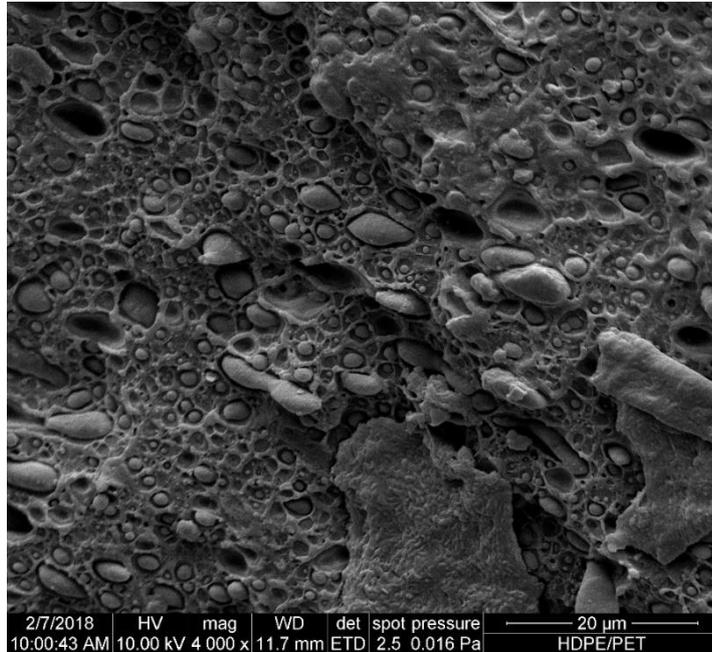


Figura 3.7 Micrografía SEM de mezcla rHDPE/rPET

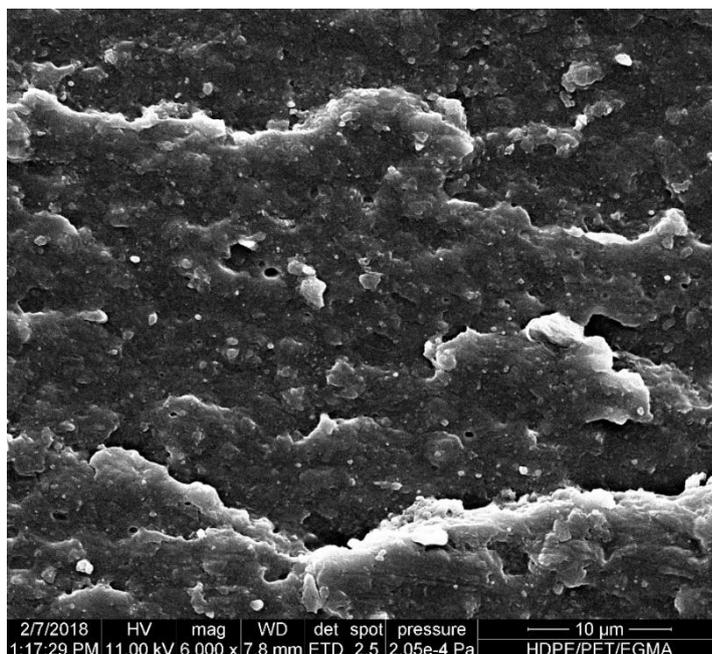
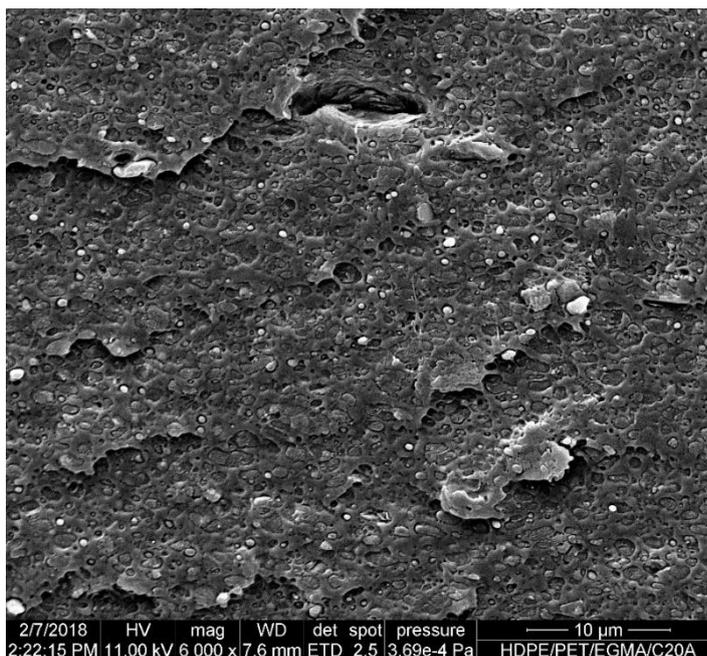
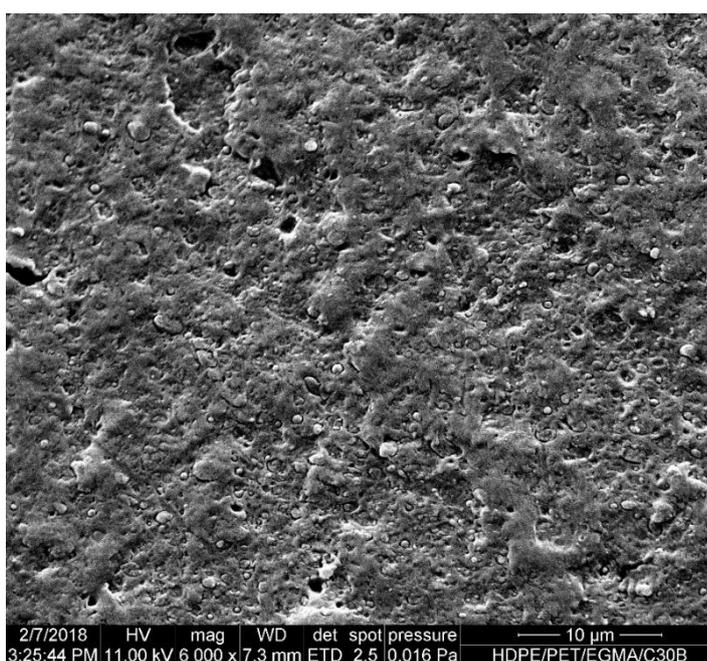


Figura 3.8 Micrografía SEM de mezcla rHDPE/rPET/EGMA



**Figura 3.9 Micrografía SEM de mezcla rHDPE/rPET/EGMA/Cloisite 20A**



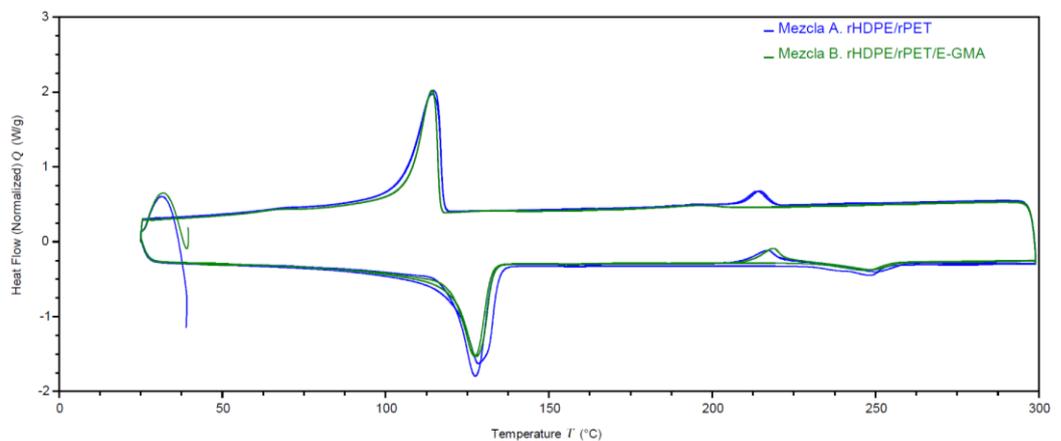
**Figura 3.10 Micrografía SEM de mezcla rHDPE/rPET/EGMA/Cloisite 30B**

La superficie de la muestra de rHDPE/rPET sin compatibilizar muestra varios orificios, mientras que la muestra compatibilizada posee una superficie más homogénea; esto también se observa en la mezcla con Cloisite 20A, mientras que la muestra con la arcilla 30B se vuelve a notar orificios en la superficie.

### 3.4 Calorimetría de Barrido Diferencial – DSC

La temperatura de fusión y el porcentaje de cristalinidad de las mezclas fueron analizadas mediante las gráficas obtenidas por el software TRIOS versión 4 (Ver figura 3.9, 3.10 y 3.11). La cristalinidad de los componentes de la mezcla se calcula con las entalpías de fundición de cada polímero 100% cristalino. Para el PET,  $\Delta H_m = 119.8 \text{ J/g}$  y para el HDPE  $\Delta H_m = 293.0 \text{ J/g}$ .

La temperatura de fusión ( $T_f$ ) y porcentaje de cristalinidad ( $\%X_c$ ) para el rPET y el rHDPE se enlistan en la Tabla 3.3. Las curvas DSC de las mezclas rHDPE/rPET y rHDPE/rPET/EGMA, se muestran en la Figura 3.8. En el primer caso, el  $T_f$  del rHDPE fue de  $128.42^\circ\text{C}$  y el  $\% X_c$  de 36.93%, mientras que, para el rPET, el  $T_f$  fue de  $250.18^\circ\text{C}$  y el  $\%X_c$  7.19. Al agregar el compatibilizante a la mezcla, se obtuvieron menores temperaturas de fusión y porcentaje de cristalinidad, siendo estas, para el rHDPE el  $T_f$  de  $127.19^\circ\text{C}$  y el  $\%X_c$  de 31.22, y para el rPET el  $T_f$  fue  $249.39^\circ\text{C}$  y el  $\%X_c$  1.12.

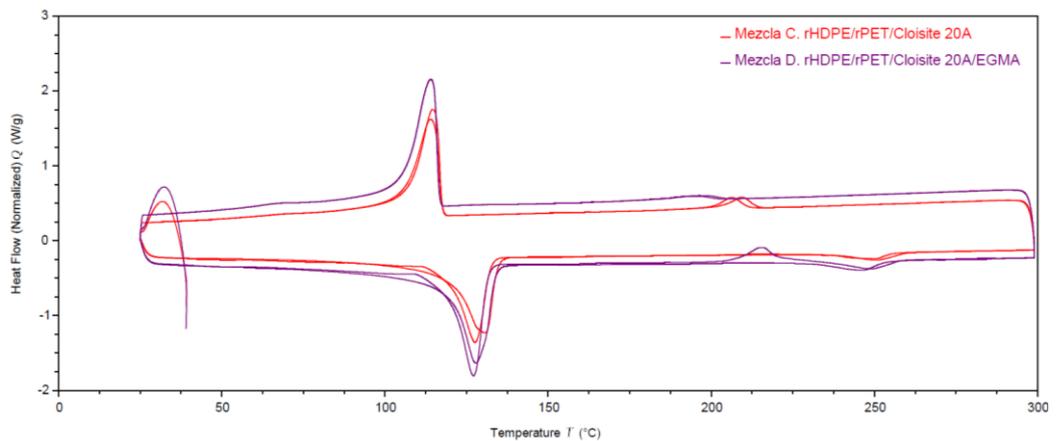


**Figura 3.11 Curvas DSC de las mezclas de rHDPE y rPET compatibilizado y sin compatibilizar**

Las curvas DSC de las mezclas con arcilla 20A se muestran en la Figura 3.10 y se nota un cambio contrario al efectuado por el compatibilizante. Para el HDPE de la mezcla rHDPE/rPET/Cloisite 20A,  $T_f$  fue  $130.61^\circ\text{C}$  y

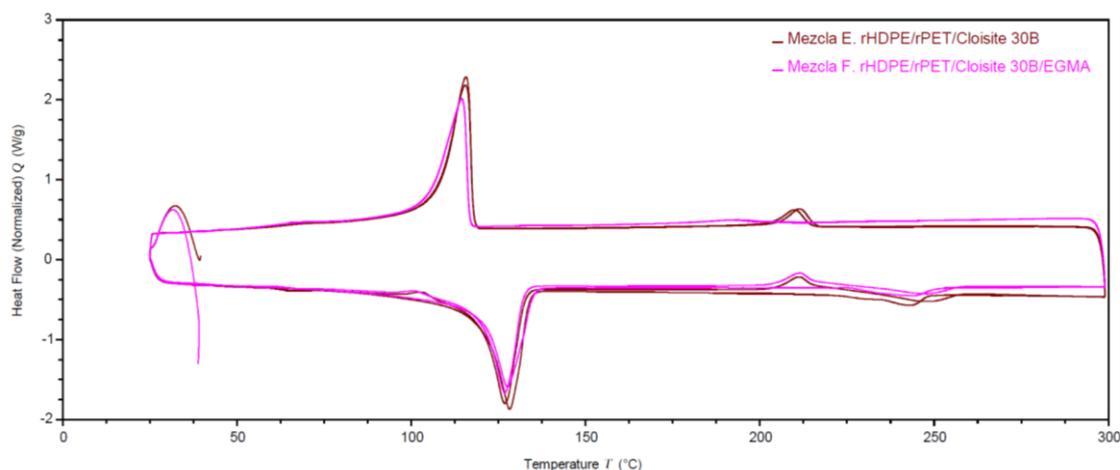
el  $\%X_c$  27.25. La temperatura de fusión obtenida por parte del rPET fue  $263.36^\circ\text{C}$  y su porcentaje de cristalinidad fue de 5.09%.

A diferencia del resultado anterior, mezcla sin arcilla, el compatibilizante produjo un aumento en la cristalinidad y la temperatura de fusión solo para el componente rHDPE, siendo 26.60% y  $127.86^\circ\text{C}$ , respectivamente. En el caso del rPET no ocurre esto, teniendo  $\%X_c$  1.49 y  $T_f$  fue  $251.18^\circ\text{C}$ .



**Figura 3.12 Curvas DSC de las mezclas de rHDPE, rPET, Cloisite 20A compatibilizado y sin compatibilizar**

La mezcla que contiene Cloisite 30B sin compatibilizar presenta una menor temperatura de fusión que la mezcla rHDPE/rPET tanto por parte del rHDPE y el rPET, siendo  $126.78^\circ\text{C}$  y  $248.79^\circ\text{C}$ , respectivamente. Lo mismo ocurre con el porcentaje de cristalinidad, teniendo una diferencia respecto a la mezcla inicial de 4% por parte del rHDPE y del 6% por parte del rPET.



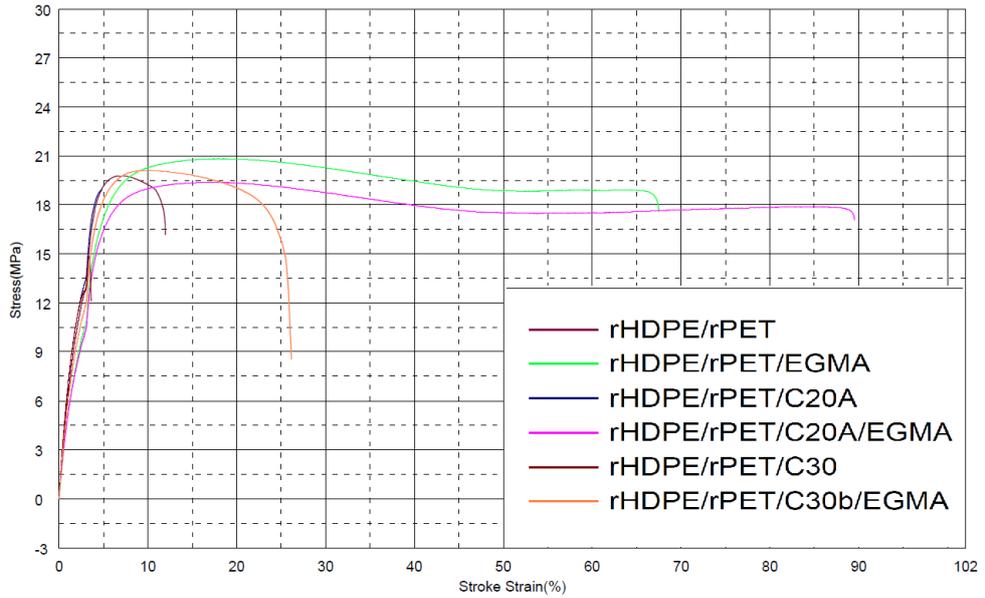
**Figura 3.13** Curvas DSC de las mezclas de rHDPE, rPET, Cloisite 30B compatibilizado y sin compatibilizar

**Tabla 3.3** Temperatura de fusión ( $T_m$ ) y porcentaje de cristalinidad ( $\%X_c$ ) de HDPE y PET en mezclas con Cloisites 20A y 30B, compatibilizados y sin compatibilizar

N	Compuesto	Componente HDPE		Componente PET	
		Tf (°C)	$\%X_c$	Tf (°C)	$\%X_c$
A	rHDPE/rPET	128.42	36.93	250.18	7.19
B	rHDPE/rPET/EGMA	127.19	31.22	249.30	1.12
C	rHDPE/rPET/Cloisite 20A	130.61	27.25	263.36	5.09
D	rHDPE/rPET/Cloisite 20A/EGMA	127.86	26.60	251.18	1.49
E	rHDPE/rPET/Cloisite 30B	126.78	32.52	248.79	0.34
F	rHDPE/rPET/Cloisite 30B/EGMA	127.53	32.29	247.77	1.32

### 3.5 Ensayo de Tensión

Para el ensayo de tensión se utilizó el software Trapezium2 para obtener la gráfica esfuerzo/deformación (Ver Figura 3.12) y así determinar las variables de esfuerzo máximo, deformación a la rotura, módulo de elasticidad, fractura y energía como se muestra en la Tabla 3.4.



**Figura 3.14 Gráfica de esfuerzo-deformación (stress-stroke) de los nanocompuestos de rHDPE, rPET, Cloisite 20A y Cloisite 30B compatibilizado y sin compatibilizar**

**Tabla 3.4 Características mecánicas de mezclas con rHDPE, rPET, Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar**

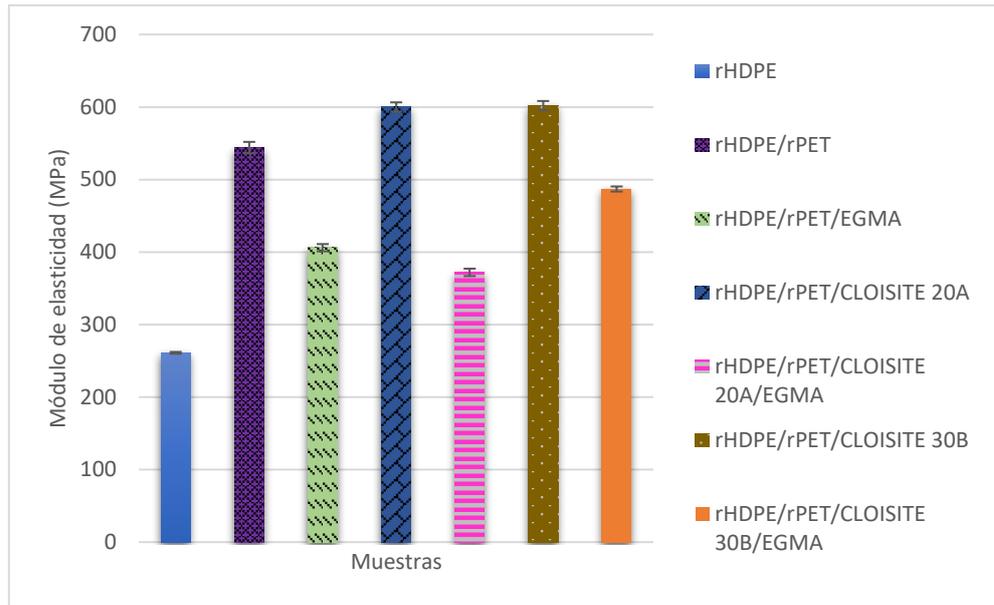
N	Compuesto	Esfuerzo	Deformación	Módulo de	Fractura	Energía al
		Máximo	a la Rotura	Elasticidad	MPa	romper
		MPa	%	MPa	MPa	J
-	rHDPE	18.1 ±0.12	249 ±9.88	261 ±1.26	15.6 ±0.36	167 ±7.00
A	rHDPE/rPET	19.8 ±0.19	11.7 ±1.32	544 ±7.96	16.6 ±1.51	7.51 ±0.97
B	rHDPE/rPET/ EGMA	20.8 ±0.06	65.1 ±2.1	406 ±5.03	17.3 ±0.44	49.2 ±1.64
C	rHDPE/rPET/ Cloisite 20A	18.9 ±0.17	4.90 ±0.12	600 ±6.48	18.8 ±0.45	2.31 ±0.10
D	rHDPE/rPET/ Cloisite 20A/ EGMA	19.2 ±0.21	79.3 ±9.42	372 ±5.13	16.6 ±0.5	55.5 ±6.95
E	rHDPE/rPET/ Cloisite 30B	15.1 ±1.61	3.71 ±1.32	602 ±6.32	11.8 ±5.21	1.41 ±0.23
F	rHDPE/rPET/ Cloisite 30B/ EGMA	20.1 ±0.00	26.1 ±2.72	487 ±3.51	9.28 ±1.05	18.0 ±1.89

**Tabla 3.5 Características mecánicas de mezclas con rHDPE, rPET, Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar, a presiones de 50 psi y 90 psi**

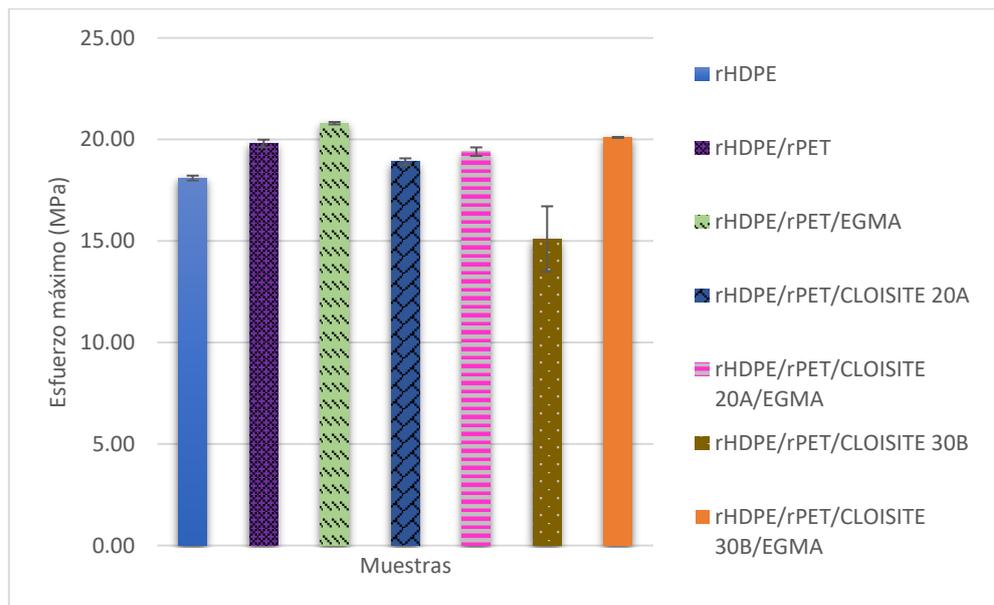
N	Compuesto	Presión posterior	Esfuerzo Máximo	Deformación a la Rotura	Módulo de Elasticidad
		psi	MPa	%	MPa
C	rHDPE/rPET/ CLOISITE 20A	50	18.9 ±0.17	4.90 ±0.12	600 ±6.48
		90	19.1 ±0.15	4.79 ±0.13	617 ±8.33
D	rHDPE/rPET/ CLOISITE 20A/EGMA	50	19.2 ±0.21	79.3 ±9.42	372 ±5.13
		90	20.1 ±0.28	56.6 ±8.03	449 ±9.22
E	rHDPE/rPET/ CLOISITE 30B	50	15.1 ±1.61	3.71 ±1.32	603 ±3.62
		90	13.4 ±1.62	3.84 ±0.81	604 ±4.93
F	rHDPE/rPET/ CLOISITE 30B/EGMA	50	20.1 ±0.00	26.1 ±2.72	487 ±3.51
		90	20.6 ±0.06	20.4 ±1.96	523 ±4.99

Las muestras que contienen arcillas se elaboraron variando el parámetro de contrapresión en la inyectora, en donde, a partir de los datos obtenidos se busca determinar cuál mezcla posee mejor ductilidad y dispersión de la organoarcilla a una contrapresión de 50 psi y cómo mejora la dispersión de esta en la mezcla con el aumento de contrapresión a 90 psi.

La deformación a la rotura en la mezcla del polímero con la organoarcilla C20A y el compatibilizador E-GMA da como resultado 79.3% siendo este el valor más alto obtenido en comparación a las otras mezclas, volviéndolo más dúctil al estiramiento.



**Figura 3.15** Módulo de elasticidad en las mezclas de HDPE/PET con Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar



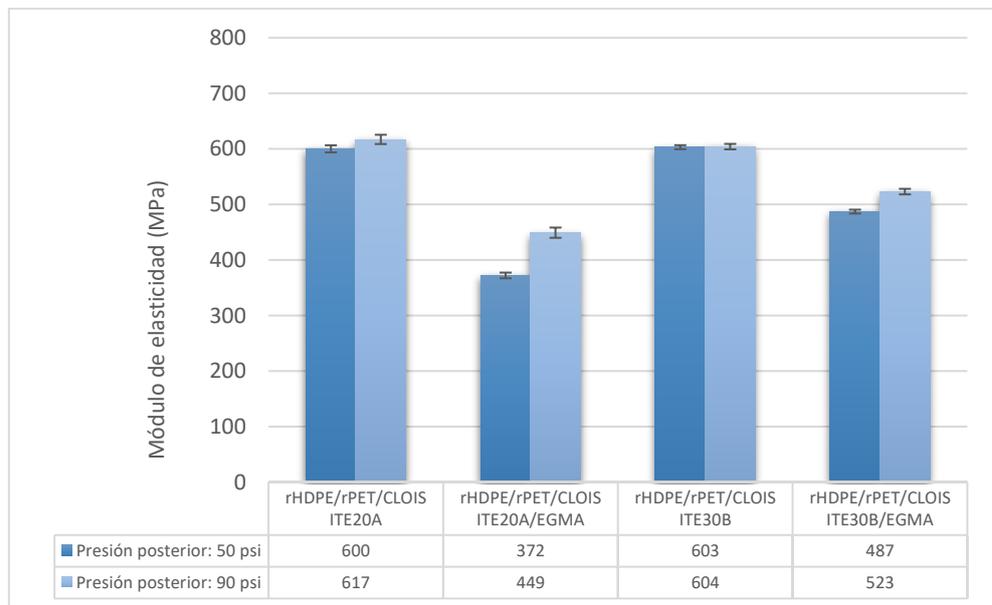
**Figura 3.16** Esfuerzo máximo en las mezclas de rHDPE/rPET con Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar

En la Figura 3.14 se observa que la mezcla con el menor esfuerzo máximo en relación con las otras es la del nanocompuesto con organoarcilla 30B, con un valor de 15.1 MPa que indica que no requiere de mucho esfuerzo para provocar deformación. Realizando una comparación con su deformación de rotura de 3.71% se deduce que el material no es dúctil,

es decir, el comportamiento de la mezcla es de carácter frágil y no propenso al alargamiento, provocando rotura a la deformación.

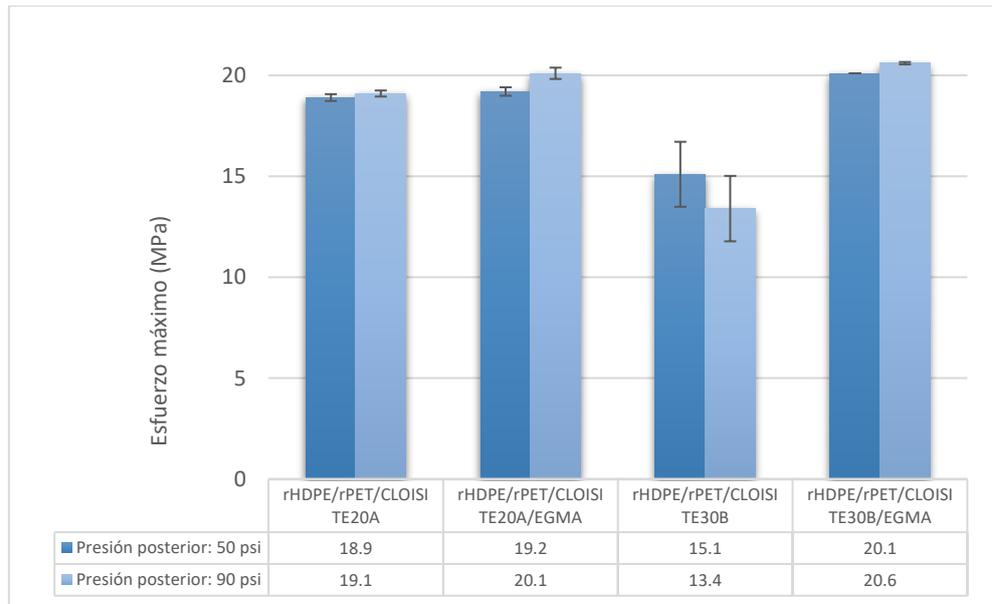
Los esfuerzos máximos más altos obtenidos son de 20.8 MPa y 20.1MPa, los cuales están dados por las mezclas de polímeros con compatibilizante y el nanocompuesto con organoarcilla C30B y compatibilizante E-GMA respectivamente. Siendo valores mayores al de la mezcla del polímero puro con un esfuerzo máximo de 19.8 MPa.

En la Figura 3.15 y 3.16 se compara las mezclas con organoarcilla a diferentes contrapresiones o presiones posteriores usadas en la inyectora para determinar la efectividad de la dispersión de la organoarcilla. Se observa que el módulo de elasticidad de la mezcla de polímero con organoarcilla C20A y C30B se encuentra en un rango de 600 MPa y 603 MPa respectivamente a una contrapresión de 50 psi y al aumentar la contrapresión a 90 PSI el módulo de elasticidad aumenta a 617 MPa y 604 MPa respectivamente.

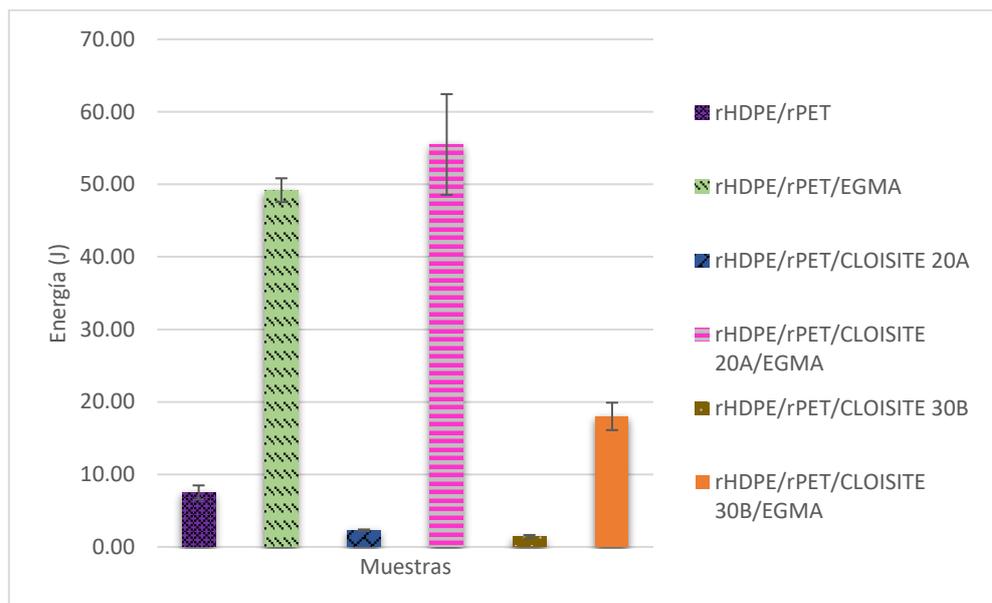


**Figura 3.17 Módulo de elasticidad en las mezclas de rHDPE/rPET con Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar con Presión posterior de 50 psi y 90 psi**

En las mezclas de polímero con compatibilizante E-GMA y organoarcilla C20A y C30B se obtuvo un módulo de elasticidad de 375 MPa y 487 MPa respectivamente a una presión posterior de 50 psi. Al aumentar la contrapresión a 90 PSI se alcanzó un módulo de Young de las mezclas antes mencionadas de 449 MPa y 523 MPa respectivamente.



**Figura 3.18 Esfuerzo máximo en las mezclas de rHDPE/rPET con Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar con Presión posterior de 50 psi y 90 psi**



**Figura 3.19 Energía requerida para romper las mezclas de rHDPE/rPET con Cloisite 20A, Cloisite 30B, compatibilizado y sin compatibilizar**

# **CAPÍTULO 4**

## **ANÁLISIS DE RESULTADOS**

# CAPÍTULO 4

## ANÁLISIS DE RESULTADOS

En este capítulo se presentan la evaluación e interpretación de resultados obtenidos y presentados en la sección anterior, considerando los resultados de investigaciones previas revisadas en la Fase I de ese proyecto.

### 4.1 Interpretación de los resultados de Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier

Se realiza una comparación de espectrometría entre las mezclas realizadas como se observa en la Figura 3.2, en el cual se identificaron los picos característicos de las mezclas en sus respectivos intervalos de frecuencia.

Como se observa en la Figura 3.2 en el rango de frecuencia  $3617\text{ cm}^{-1}$  a  $3432\text{ cm}^{-1}$ , se indica la presencia de tensión en los grupos funcionales N-H y O-H, las vibraciones corresponden a los alcoholes primarios (RCH<sub>2</sub>-OH) los cuales son aportados por las organoarcillas y armónicos de la absorción intensa de (COO<sup>-</sup>) del compuesto rPET, luego se aprecia una banda de alta intensidad en el rango de frecuencia  $2967\text{ cm}^{-1}$  a  $2818\text{ cm}^{-1}$  que corresponde a la vibración de grupos alquilo (C-H saturado), sin embargo en el rango de C-H con frecuencia de  $2650\text{ cm}^{-1}$  a  $2590\text{ cm}^{-1}$  se observa una banda el cual sugiere la presencia débil de un aldehído. (Cáceres & Zambrano, 2013)

En el rango de frecuencia de  $2406\text{ cm}^{-1}$  a  $1958\text{ cm}^{-1}$  se presentan tensiones de las moléculas (C=CH) y (CH=CH) que comprende al benceno perteneciente al compuesto rPET, a excepción de las mezclas que contienen la organoarcilla Cloisite 30B, en donde en este rango de frecuencia no se produce vibraciones en el espectro.

Como se puede observar en el espectro de  $1711\text{ cm}^{-1}$  se presencia el estiramiento del grupo carbonilo (C=O) pertenecientes al grupo éster en rPET, el cual sugiere la presencia de cetonas o ácidos carboxílicos sencillos. En cuanto a las mezclas de nanocompuestos con organoarcillas este pico se desplaza a un número de onda menor de  $1737\text{ cm}^{-1}$  con Cloisite 20A pertenecientes a los esteres y  $1723\text{ cm}^{-1}$  con Cloisite 30B, sugiriendo la presencia de aldehído, dichos picos se contraen en presencia del EGMA debido a que realiza un aumento en la polaridad del nanocompuesto y como consecuencia los grupos funcionales del EGMA interactúan con los grupos funcionales hidroxilo y amino de las organoarcillas Cloisite 20A y Cloisite 30B.

Las bandas localizadas en el rango de frecuencia de  $1610\text{ cm}^{-1}$  y  $1578\text{ cm}^{-1}$  corresponden al grupo aromático benceno del tereftalato y al carboxilo ionizado ( $\text{COO}^-$ ) pertenecientes del rPET. Estos picos no se presentan en la mezcla de nanocompuesto con Cloisite 30B. Teniendo en cuenta que ocurre una contracción del grupo C=O anti-simétrico, se considera que dicho efecto fue causado por el incremento de polaridad pertenecientes a la interacción del rPET con Cloisite 30B.

Se observa el funcionamiento del EGMA por medio de la relación del espectro de la mezcla rHDPE/rPET con la mezcla rHDPE/PET/EGMA, en donde el EGMA efectúa una absorción débil en cuatro bandas de intensidad localizados aproximadamente en las frecuencias  $1022\text{ cm}^{-1}$ ,  $973\text{ cm}^{-1}$ ,  $874\text{ cm}^{-1}$  y  $794\text{ cm}^{-1}$ , dichas bandas corresponden a la señal IR característica del grupo glicidil epoxi del compatibilizante.

Finalmente, en la región de huella dactilar se puede observar en el espectro el estiramiento de un pico localizado en la frecuencia  $1037\text{ cm}^{-1}$  el cual presume la presencia del Si-O, además del estiramiento de otra banda localizada en la frecuencia  $973\text{ cm}^{-1}$  provocado por la vibración de la molécula Al-OH pertenecientes a las organoarcillas. Además, en el rango de frecuencia de  $516\text{ cm}^{-1}$  y  $464\text{ cm}^{-1}$  se presentan dos

estiramientos de banda provocado por la absorción de las moléculas de Si-O-Al y Si-O-Mg. (Perugachi et al., 2016)

#### **4.2 Interpretación de los resultados de Difracción de Rayos X**

Para conocer la morfología de la arcilla pura y la de los nanocompuestos pertenecientes a esta investigación, se obtuvieron difractogramas de rayos X donde se observa una manifestación por la ruptura del plano de las organoarcillas C20A y C30B en la mezcla rHDPE/rPET, desplazando el plano a un ángulo menor en comparación con las arcillas no modificadas respectivamente, esto se puede notar en la Tabla 3.2.

En la Figura 3.3 se observa que la mezcla de nanocompuesto basado en la organoarcilla C20A con E-GMA y la mezcla de nanocompuesto C20A presentan un desplazamiento de pico de  $4^\circ$  a ángulos menores en un rango de  $2.55-2.6^\circ$ . Este desplazamiento indica una intercalación de la organoarcilla en las capas internas de la matriz polimérica. (Paul & Robeson, 2008)

En la Figura 3.4 se observa el desplazamiento del plano de los polímeros rHDPE y rPET con la organoarcilla C20A respectivamente. La mezcla que presento una mayor intercalación fue la de rHDPE/C20A con un desplazamiento de pico a un ángulo de  $2\theta=2.33^\circ$  mientras que la mezcla con rPET/C20A realizo un desplazamiento de ángulo de  $2\theta=2.7^\circ$ . Así mismo se observa una mayor exfoliación en la mezcla rHDPE/C20A con un pico de  $38 \text{ \AA}$ . Sin embargo, la mezcla rPET/20A presencio un pico de  $32 \text{ \AA}$  de intensidad. Dando a conocer que la organoarcilla C20A posee mayor compatibilidad con el polímero rHDPE. Conforme a las mezclas rHDPE y rPET con organoarcilla C30B se observa el mismo comportamiento de tendencia a exfoliación con el polímero rPET. No obstante, se presencia una disminución del desplazamiento del plano con respecto a las mezclas con C20A.

Además, como se observa en la Figura 3.5, la mezcla de nanocompuesto C30B y nanocompuesto C30B con EGMA presentan un desplazamiento de pico de  $5^\circ$  a ángulos menores en un rango de  $2.32$ - $2.56^\circ$ . Paul y Robenson (2008) confirma en su estudio que la presencia de picos en el patrón de la mezcla indica que ésta no se encuentra exfoliada. El desplazamiento del pico en el patrón del nanocompuesto indica que el espaciado de las capas se expandió, y la cadena polimérica se intercalo por el agregado de una montmorillonita.

Para determinar el cambio en el espacio entre capas de organoarcilla por el compatibilizante, se relacionó las mezclas con y sin dicho agregado. En el nanocompuesto C20A se observa un espaciado entre capas de  $33 \text{ \AA}$ , mientras que en el nanocompuesto C20A compatibilizado se exhibió un espaciado entre capas de  $34 \text{ \AA}$ . El espaciado entre capas de la nanoarcilla se incrementa en aproximadamente  $1 \text{ \AA}$  debido a la presencia del agente compatibilizante en la matriz polimérica en la región de la capa intermedia de la nanoarcilla. Por otra parte, las mezclas con C30B se exhibió un espaciado entre capas un poco mayor, en donde, el nanocompuesto con espaciado entre capas de  $34 \text{ \AA}$  incremento a  $37 \text{ \AA}$ .

#### **4.3 Interpretación de los resultados de Microscopio Electrónico de Barrido**

Se observa la presencia de perforaciones en la superficie de la matriz (ver Figura 3.7) causada por el desprendimiento de las aglomeraciones de rPET depositados, lo que muestra una mala adhesión entre rHDPE y rPET debido a la incompatibilidad de estos polímeros. (Lei, Wu, & Zhang, 2009)

La mezcla carente de compatibilizante E-GMA presenta partículas de gran tamaño pertenecientes al rPET, comparada con la mezcla compatibilizada la cual presenta las partículas de rPET de manera más distribuida y de menor tamaño. El efecto del compatibilizante se puede presenciar claramente al comparar las Figuras 3.7 y 3.8 pertenecientes a

la mezcla compatibilizada y no compatibilizada, respectivamente, debido al efecto emulsificador característico del agente compatibilizante. Los resultados obtenidos concuerdan con los efectuados en el estudio de Chen et al. (2014), en donde se experimentaron con diferentes proporciones de compatibilizante E-GMA en el nanocompuesto HDPE/PET.

La morfología de las mezclas se ve fuertemente afectada por las adiciones de arcillas. La mezcla con Cloisite 20A presenta una fase homogénea (ver Figura 3.9) entre rHDPE y rPET con la ayuda del compatibilizante, además se puede observar una ligera reducción en las partículas rPET. Por otro lado, la mezcla que contiene Cloisite 30B (ver Figura 3.8) presenta aglomeraciones de partículas con formas irregulares, a pesar de tener presente el compatibilizante, lo que demuestra una mayor intercalación en el nanocompuesto con Cloisite 20A y EGMA el cual se complementa con los resultados obtenidos por el difractor de rayos X.

#### **4.4 Interpretación de los resultados de Calorimetría de Barrido Diferencial**

Se realizó un análisis calorimétrico diferencial de barrido con el objetivo de conocer cuáles son las interacciones energéticas tanto de la materia prima como de las mezclas por medio de su temperatura de fusión ( $T_f$ ) y el porcentaje de cristalinidad ( $\%X_c$ ) de los componentes HDPE y PET como se presenta en la Tabla 3.3. A fin de conocer el efecto que provocan los agregados sobre los compuestos de cada mezcla.

Se evaluó el comportamiento tanto del compatibilizante como de las organoarcillas en la mezcla rHDPE/rPET, en donde se puede observar en la Tabla 3.3 una disminución del  $T_f$  y  $\%X_c$  tanto en el HDPE como en el PET, esto fue sustentado por Chen (2014) que afirma que la reducción de la cristalinidad implica una pérdida de rigidez debido al aumento de la elongación influido por la mejora en la adhesión interfacial de las mezclas.

De acuerdo con el estudio de Abdallah y Yilmazer (2013), afirma que el nivel de cristalinidad de un nanocompuesto polimérico disminuye a causa de la incorporación de un compatibilizante elastomérico.

Al analizar las mezclas con Cloisite 20A compatibilizada y sin compatibilizar, se nota una tendencia similar al de las mezclas sin arcillas, pero con una mayor disminución que la causada solo por el compatibilizante EGMA. Por un lado, su porcentaje de cristalinización es menor cuando a la arcilla se le agrega compatibilizante, esto se debe a que hubo una mejor compatibilidad como se mencionó en los resultados de difracción por rayos X. El incremento de  $T_f$  en el compuesto PET se debe a que la temperatura de fusión aumenta con el porcentaje de arcilla porque las capas de arcillas tienen buena barrera y además la interacción entre la arcilla y el HDPE pueden limitar el movimiento de la cadena polimérica. (Chen et al., 2017)

Siendo la arcilla Cloisite 30B un compuesto polar, su comportamiento fue diferente al de la arcilla Cloisite 20, que es no polar. Al compatibilizar la mezcla con esta arcilla, se notó una disminución entre temperatura de fusión y porcentaje de cristalinidad para el compuesto del HDPE, pero para el PET, estas propiedades aumentan, esto se debe a que el material no pierde mucha rigidez, como se definió en anteriores investigaciones.

#### **4.5 Efecto de las arcillas en resistencia a la tensión.**

Las propiedades de módulo de elasticidad y esfuerzo máximo de las mezclas de rHDPE/rPET compatibilizadas con E-GMA y organoarcillas (C20A y C30B) se representa en la Figura 3.15 y en la Figura 3.16, respectivamente. La inclusión de las organoarcillas C20A y C30B sin compatibilizante muestra un aumento en el módulo de elasticidad, esto se ve influido en el comportamiento de endurecimiento, es decir que actúan como relleno y agente nucleante, mejora las propiedades del módulo de elasticidad de la mezcla de polímeros inmiscible, pero disminuyendo el esfuerzo máximo inicial. (Jarukumjorn & Chareunkvun, 2006)

La arcilla Cloisite 20A permite un mejor balance de propiedades mecánicas, lo que indicaría una mejor compatibilidad comparado con la Cloisite 30B como se aprecia en la Figura 3.14. Faruk y Matuana (2008) demuestra en su análisis de nanoarcilla/HDPE, que la organoarcilla C20A y C30B incrementan las propiedades tensiles en relación con el HDPE, confirmando que el incremento de las propiedades son resultado de una buena intercalación de las arcillas, pero en nuestro caso el esfuerzo máximo disminuye por la presencia del PET en el nanocompuesto por motivo de que la organoarcilla C30B es un compuesto polar de igual manera que el PET, provocando que la cadena hidrofílica de la organoarcilla genere un colapso al interactuar con el PET, mientras que la organoarcilla C20A es un compuesto no polar permitiendo su enlace con el PET por medio de su cadena o cola hidrofóbica. (Faruk & Matuana, 2008)

Se puede observar que las organoarcillas incrementan el módulo de Young, sin embargo, la acción del EGMA aumenta la deformación como se observa en la Figura 3.15. La adición del compatibilizante a estas mezclas muestra materiales más resistentes, esto puede explicarse mediante el comportamiento elastomérico que posee el EGMA.

Analizando la energía requerida para romper las probetas de cada mezcla como se muestra en la Figura 3.19, se puede apreciar el incremento de la resistencia, propiedad que puede ser evaluada por medio de pruebas de impacto Izod o Charpy, esto fue mencionado por Jarukumjom & Charenkvun (2006). Ruy Shan et.al. (2017) en su estudio demuestra como la aplicación del compatibilizante EGMA en la mezcla de rHDPE/rPET incrementa efectivamente la interacción de las dos fases progresivamente y mejorando la fase de dispersión de las mezclas.

Comparando la misma composición de mezclas, pero cambiando el parámetro de contrapresión de 90 PSI como se muestra en la Figura 3.17

y Figura 3.18, se lograron las propiedades mecánicas más altas para la combinación de rHDPE/rPET/E-GMA con y sin las organoarcillas, a excepción del esfuerzo máximo obtenido de la mezcla rHDPE/rPET incorporada con organoarcilla C30B. En esta mezcla, el esfuerzo máximo disminuyó en un 6% y el módulo de elasticidad aumentó en un 2.16% en comparación a la misma mezcla a 50 PSI.

**CAPÍTULO 5**  
**CONCLUSIONES Y**  
**RECOMENDACIONES**

# CAPÍTULO 5

## CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 5.1 Conclusiones

Se ha determinado los efectos de las organoarcillas en el comportamiento termo-mecánico del nanocompuesto, además de la caracterización de su estructura y morfología.

La adición de E-GMA a una mezcla inmiscible de rHDPE/rPET mejora la interacción entre las fases y, por tanto, ayuda en la dispersión de las mezclas. La introducción de las dos nanoarcillas incorporadas con el compatibilizador E-GMA exhibieron la mayor miscibilidad y compatibilidad de la arcilla polimérica, así como las mejores propiedades de tensión.

Los gráficos de difracción de rayos X muestran que la adición del compatibilizante presenta mejor intercalación en los nanocompuestos que contienen Cloisite 20A y Cloisite 30B. Entre las dos arcillas, la que presentó una tendencia a exfoliación fue la Cloisite 20A, esto se confirmó con las micrografías SEM debido a que presentó una morfología homogénea comparada con la muestra que contenía Cloisite 30B.

De los datos obtenidos en el DSC se confirma que las nanoarcillas Cloisite 20A y Cloisite 30B actúan como agentes nucleantes debido a disminución en el porcentaje de cristalinidad. Siendo la mezcla rHDPE/rPET/E-GMA/C20A la que posee el porcentaje de cristalinidad más bajo, indica una mejor compatibilidad en los componentes, presentando una mayor tenacidad según los resultados obtenidos de tensión.

En la preparación de las mezclas mediante extrusión y moldeo por inyección para la elaboración de probetas, se encontró que, al aumentar la contrapresión de 50 psi a 90 psi, en la etapa de inyección, produjo un aumento no significativo en las propiedades tensiles, aunque se observa

un incremento considerable en el esfuerzo máximo en las mezclas con el E-GMA.

Tomando en consideración los resultados obtenidos, una posible aplicación sería la de elaboración de vigas para reemplazar las comúnmente usadas vigas de madera, debido a que de esta forma se aprovechan los residuos plásticos y el mantenimiento de este material es mucho menor y es más durable.

## **5.2 Recomendaciones**

Evaluar otras propiedades importantes como: temperatura de ablandamiento o vicat, resistencia al impacto, análisis termogravimétricos y resistencia a los rayos UV para profundizar el entendimiento de los efectos de estos refuerzos en materiales reciclados.

Realizar una simulación de las propiedades termo-mecánicas para el diseño de un elemento estructural, como el de una viga, tomando en cuenta el aumento del momento de inercia para incrementar la rigidez. Además, analizar la variación del módulo de elongación con respecto al tiempo.

Preparar nuevas mezclas con otros polímeros reciclados, tomando en cuenta la temperatura de procesamiento de estos, pero manteniendo las mismas arcillas utilizadas en esta investigación para relacionar su comportamiento con el revisado en este trabajo.

## REFERENCIAS

- Abdallah, W., & Yilmazer, U. (2013). Preparation and characterization of thermally stable phosphonium organoclays and their use in poly(ethylene terephthalate) nanocomposites. *Journal of Applied Polymer Science*, 128(6), 4283–4293. <https://doi.org/10.1002/app.38651>
- Achilias, D. S., Siddiqui, M. N., Redhwi, H., & Karayannidis, G. P. (2010). Glycolytic depolymerization PET waste in a microwave reactor. *Journal of Applied Polymer Science*. <https://doi.org/10.1002/app.32737>
- Alexandre, M., & Dubois, P. (2000). Polymer-layered silicate nanocomposites: preparation, properties and uses of a new class of materials. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 28(1–2), 1–63. [https://doi.org/10.1016/S0927-796X\(00\)00012-7](https://doi.org/10.1016/S0927-796X(00)00012-7)
- Andes. (2014). Ecuador seeks to reduce the use of plastic bags, in an effort to protect the ecosystem. Recuperado a partir de <http://www.andes.info.ec/en/news/ecuador-seeks-reduce-use-plastic-bags-%0Aeffort-protect-ecosystem.html%0A>
- ASTM International. (2003). Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, 8.
- Binti, S. A. H. (2013). *The effect of recycled - high density polyethylene (HDPE) mixing ratio on the tensile strength of high density polyethylene (HDPE) polymer*. University Malaysia Pahang.
- Bravo, K. (2014, abril). In South America, Plastic Trash Will Be as Good as Money. *TakePart*. Recuperado a partir de <http://www.takepart.com/article/2014/04/28/south-america-picking-%0Abeachside-litter-comes-special-rewards%0A>
- Cáceres, J., & Zambrano, A. (2013). Caracterización de nanocompuestos de polietileno de baja densidad usando organoarcilla e inhibidores de corrosión.
- Carvalho, T., Durão, F., & Ferreira, C. (2010). Separation of packaging plastics by froth flotation in a continuous pilot plant. *Waste Management*, 30(11), 2209–2215. <https://doi.org/10.1016/J.WASMAN.2010.05.023>
- Chen, R. S., Ahmad, S., & Gan, S. (2017). Characterization of recycled thermoplastics-based nanocomposites: Polymer-clay compatibility, blending procedure, processing condition, and clay content effects. *Composites Part B:*

- Engineering*, 131, 91–99. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.07.057>
- Chen, R. S., Hafizuddin, M., Ghani, A., Salleh, M. N., & Ahmad, S. (2014). Influence of blend composition and compatibilizer on mechanical and morphological properties of recycled HDPE / PET Blends, (November), 943–952.
- Dagli, S. S., & Kamdar, K. M. (1994). Effects of component addition protocol on the reactive compatibilization of HDPE/PET blends. *Polymer Engineering & Science*. <https://doi.org/10.1002/pen.760342302>
- Dávila, J., Galeas, S., Guerrero, V., Pontón, P., Rosas, N., Sotomayor, V., & Valdivieso, C. (2011). *Nuevos materiales: Aplicaciones estructurales e industriales*.
- El reciclaje reactiva la industria de plásticos. (2013, agosto 10). *El Telegrafo*.
- Faruk, O., & Matuana, L. M. (2008). Nanoclay reinforced HDPE as a matrix for wood-plastic composites. *Composites Science and Technology*, 68(9), 2073–2077. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.03.004>
- Fernández, C. (2014). *Materiales barrera, Nanoestructuras basadas en Polietileno y Nanoarcillas*. Universidad de Murcia.
- Franck, A. (2006). *Plastics compendium*. (V. B. Media, Ed.) (6th ed.). Recuperado a partir de <http://www.isovolt.de/englisch/Kunststoffe.htm>
- Hachi, J. G., & Rodríguez, D. (2010). Estudio de factibilidad para reciclar envases plásticos de polietileno tereftalato(PET), en la ciudad de Guayaquil, 237.
- Hamad, K., Kaseem, M., & Deri, F. (2013). Recycling of waste from polymer materials: An overview of the recent works, 98. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2013.09.025>
- Harold Belofsky. (1995). *Plastics product design and process engineering*. Akron, USA: Hanser Publisher.
- Hernández, H., & Espejo, E. (2002). *Mecánica de fractura y análisis de falla*. Bogotá, Colombia: Universidad Nacional de Colombia. Recuperado a partir de [https://books.google.com.ec/books?id=4thN1y4un2UC&dq=La+microscopía+electrónica+de+barrido+SEM&source=gbs\\_navlinks\\_s](https://books.google.com.ec/books?id=4thN1y4un2UC&dq=La+microscopía+electrónica+de+barrido+SEM&source=gbs_navlinks_s)
- INEC. (2008). *Manufactura y minería*.
- IRR. (2015). *Reciclaje inclusivo y recicladores de base en el Ecuador*. Recuperado a partir de <https://reciclajeinclusivo.org/wp-content/uploads/2016/04/Reciclaje-Inclusivo-y-Recicladores-de-base-en-EC.pdf>

- Jarukumjorn, K., & Chareunkvun, S. (2006). Compatibilization of Recycled High Density Polyethylene / Polyethylene Terephthalate Blends, *14*(2001), 1–8.
- Kalfoglou, N. K., Skafidas, D. S., Kallitsis, J. K., Lambert, J.-C., & Van der Stappen, L. (1995). Comparison of compatibilizer effectiveness for PET/HDPE blends. *Polymer*, *36*(23), 4453–4462. [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(95\)96853-Z](https://doi.org/10.1016/0032-3861(95)96853-Z)
- La Mantia, F. P., & Gardette, J. L. (2002). Improvement of the mechanical properties of photo-oxidized films after recycling. *Polymer Degradation and Stability*. [https://doi.org/10.1016/S0141-3910\(01\)00199-9](https://doi.org/10.1016/S0141-3910(01)00199-9)
- Lei, Y., Wu, Q., & Zhang, Q. (2009). Morphology and properties of microfibrillar composites based on recycled poly (ethylene terephthalate) and high density polyethylene. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *40*(6–7), 904–912. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2009.04.017>
- Lokensgard, R. y. (1999). *Industria del Plástico*. (M. S. Cristobal, Ed.). Madrid, España: PARANINFO.
- Maris, J., Bourdon, S., Brossard, J., Cauret, L., Fontaine, L., & Montembault, V. (2018). Mechanical recycling: Compatibilization of mixed thermoplastic wastes. *Polymer Degradation and Stability*, *147*(October 2017), 245–266. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2017.11.001>
- Mittal, V. (2012). Characterization of Nanocomposite Materials: An overview. En *Characterization Techniques for Polymer Nanocomposites*. <https://doi.org/10.1002/9783527654505.ch1>
- Navarro, R., Ferrándiz, S., López, J., & Seguí, V. J. (2008). The influence of polyethylene in the mechanical recycling of polyethylene terephthalate. *Journal of Materials Processing Technology*, *195*(1–3), 110–116. <https://doi.org/10.1016/J.JMATPROTEC.2007.04.126>
- Odom, I. E. (1984). Smectite clay Minerals: Properties and Uses. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*. <https://doi.org/10.1098/rsta.1984.0036>
- Paul, D. R., & Robeson, L. M. (2008). Polymer nanotechnology: Nanocomposites. *Polymer*, *49*(15), 3187–3204. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2008.04.017>
- Pawlak, A., Pluta, M., Morawiec, J., Galeski, A., & Pracella, M. (2000). Characterization of scrap poly(ethylene terephthalate). *European Polymer Journal*. [https://doi.org/10.1016/S0014-3057\(99\)00261-X](https://doi.org/10.1016/S0014-3057(99)00261-X)

- Perugachi, R., Paredes, C., Cornejo, M., Baquerizo, L., Rigail, A., & Eng, D. (2016). Nanocompuestos de polietileno de alta densidad y organoarcillas producidos industrialmente, (July), 20–22.
- Perugachi Benalcázar, C. (2006). *Modificación a nivel nanomolecular de las propiedades de las arcillas pertenecientes al grupo ancon de la península de Santa Elena*. Escuela Superior Politécnica del Litoral. Recuperado a partir de <https://www.dspace.espol.edu.ec/handle/123456789/13461>
- Rees, O. (2010). *Fourier Transform Infrared Spectroscopy Developments, Techniques and Applications*. Nova Science Publishers, Inc.  
Recuperado a partir de <http://ebookcentral.proquest.com/auth/lib/null/login.action?returnURL=http%3A%2F%2Febookcentral.proquest.com%2Flib.espol%2Freader.action%3FdocID%3D3019517>
- Salleh, M. N., Ahmad, S., Hafizuddin, M., & Ghani, A. (2016). Blends effect of compatibilizer on impact and morphological analysis of recycled HDPE / PET blends, *70*(2013). <https://doi.org/10.1063/1.4858632>
- Salleh, M. N., Chen, R. S., Hafizuddin, M., Ghani, A., Kasim, F. H., & Ahmad, S. (2014). Preparation and Characterization of High-Density Polyethylene Blends and Recycled Poly ( ethylene terephthalate ), 1–4. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.695.131>
- Singh, N., Hui, D., Singh, R., Ahuja, I. P. S., Feo, L., & Fraternali, F. (2017). Recycling of plastic solid waste : A state of art review and future applications, 115.
- Vicente, G., Aguado, J., Serrano, D. P., & Sánchez, N. (2009). HDPE chemical recycling promoted by phenol solvent. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, *85*(1–2), 366–371. <https://doi.org/10.1016/J.JAAP.2008.10.007>
- Wiannah., M. M. (2007). Sustainable Plastic Waste Management – A Case of Accra, Ghana, in Land and Water Resource Engineering. *Royal Institute of Technology*, 38.

## GLOSARIO DE TÉRMINOS

**Agente Compatibilizante:** Permite el mezclado de dos o más polímeros inmiscibles.

**Análisis Termogravimétrico:** Ensayo el cual permite medir las transiciones endotérmicas y exotérmicas en función del tiempo y temperatura.

**Armónico:** Vibración oscilante de la frecuencia provocada en el IR (buscar mejor)

**Compuesto de matriz polimérica:** Es un material que consiste en un compuesto que se hace más fuerte al agregarle fibras o partículas.

**Contrapresión:** Expulsión del material plástico provocado por el retroceso del husillo en la inyectora en un movimiento circular impidiendo el retorno del material, mejorando la mezcla.

**Cristalinidad:** Característica de un polímero con ordenamiento de sus moléculas de manera regular.

**Degradación:** Es el proceso en el cual un material reduce sus características, disminuyendo su calidad.

**Elastómero:** Material conformado de polímeros con la capacidad de estirarse

**Elongación:** Alargamiento longitudinal de la estructura de un material.

**Esfuerzo:** Fuerza aplicada sobre un área unitaria.

**Exfoliación:** Des-laminación de las capas internas de una estructura, generalmente un polímero.

**Hidrofílica:** Sustancia la cual posee grupos polares que interactúan con el agua.

**Homogeneidad:** Establece relación entre las características de los elementos de una composición permitiendo uniformidad.

**Intercalación:** Inclusión reversible de una molécula (o grupo) entre otras dos moléculas.

**Miscibilidad:** Capacidad de una sustancia líquida para disolverse o mezclarse con otra en cualquier proporción formando una o más fases.

**Módulo de Young (elasticidad):** Es el parámetro característico que indica el comportamiento de un material por relación de la deformación provocada por una fuerza o tensión aplicada sobre el material, en el ensayo de tracción.

**Momento de inercia:** Es la capacidad de un cuerpo a resistirse al cambio de movimiento por una fuerza aplicada sobre él, girando en torno a un eje principal.

**Monómero:** Es una molécula con baja masa molecular, enlazada a otros monómeros formando cadenas lineales o ramificadas.

**Organoarcilla:** Es un filosilicato orgánicamente modificado, derivado de un mineral de arcilla natural. Permitiendo el intercambio de cationes de las inter-capas por órgano-cationes en una mezcla.

**Polímero:** Son macromoléculas formadas por la unión de monómeros por medio de sus enlaces covalentes.

**Probetas de ensayos:** Pieza constituida por un material de acuerdo con las dimensiones normalizadas, al cual se desea estudiar sus características.

**Punto de fusión:** temperatura en la cual el material pasa de estado sólido a líquido.

**Rigidez:** Característica de un material el cual le permite resistir las deformaciones elásticas por la fuerza producida por una estructura.

**Temperatura de fusión cristalina:** También conocida como temperatura de transición vítrea, es la temperatura en la cual el material presenta carácter rígido y quebradizo.

**Tensión Interfacial:** Es el contacto de dos líquidos en una mezcla liquido-liquido.

**Termoplástico:** Material con la capacidad de volverse deformable o flexible a temperaturas altas.

## SIMBOLOGÍA

$\alpha$	Alfa
Å	Armstrongs
OH	Alcohol
N-H	Amina
-COOH	Carboxilo
Si-C	Carburo de silicio
cm <sup>2</sup>	Centímetro cuadrado
2M2HT	Dimetil, Tallow dihidrogenado, Amonio Cuaternario
CuK- $\alpha$	Frecuencia Alpha del cobre
°	Grados
°C	Grados Celsius
CH	Grupo funcional Alcano
CH=CH	Grupo funcional Alqueno
-OH	Hidróxidos
Fe	Hierro
kV	Kilovoltios
$\lambda$	Lambda/Longitud de onda
PSI	Libra fuerza por pulgada cuadrada
Mag	Magnificación
Mn	Manganeso
mA	Mega Amperios
CH <sub>2</sub>	Metileno
2MT2EtOT	Methyl, Tallow, Bis-2-Hydroxyethyl, Quaternary Ammonium
mm	Milímetros
min	Minutos
(Ca, Na, H) (Al,Mg,Fe,Zn) <sub>2</sub> (Si,Al) <sub>4</sub> O <sub>10</sub> (OH) <sub>2</sub> -xH <sub>2</sub> O	Montmorillonita
%X <sub>c</sub>	Porcentaje de cristalinidad
p/p	Relación peso-peso

rpm	Revoluciones por minuto
T <sub>f</sub>	Temperatura de fusión
Ti	Titanio

# APÉNDICES

## APÉNDICE A

### Espectrometría infrarroja de nanocompuestos

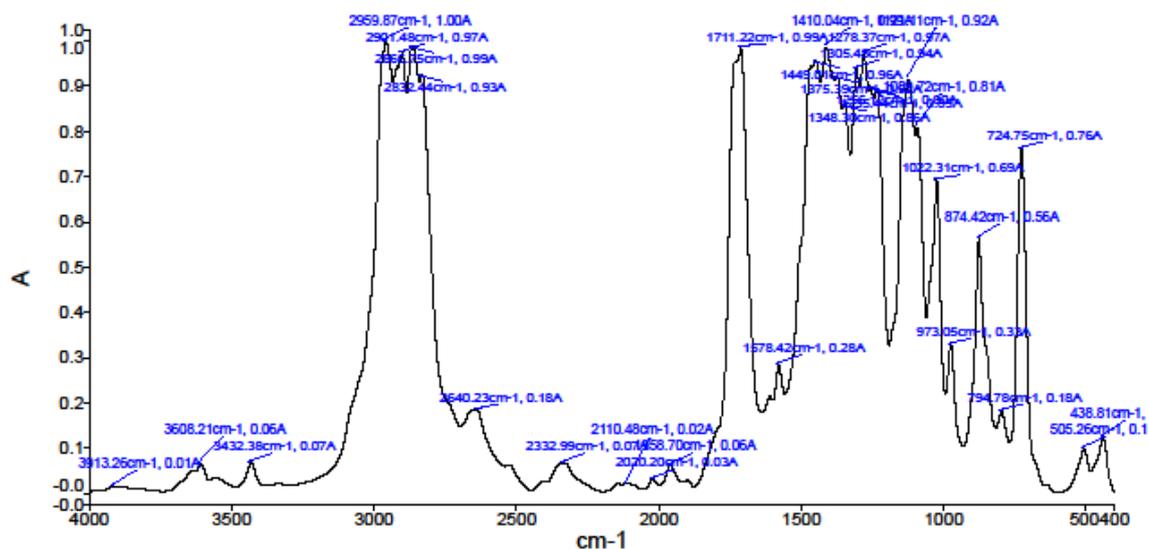


Figura A.1. Espectrometría molecular de mezcla 75rHDPE/25rPET

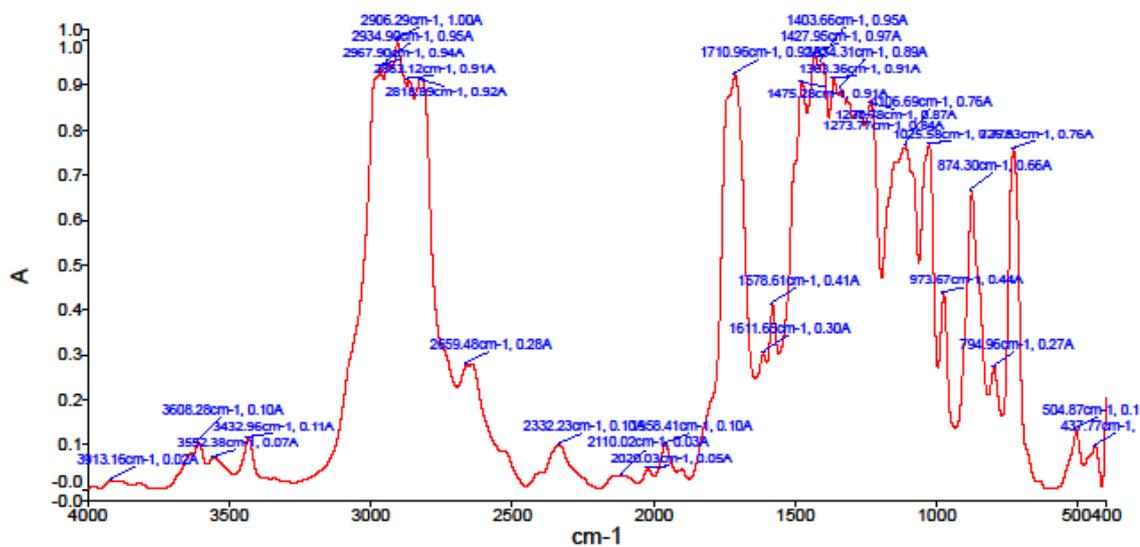


Figura A.2. Espectrometría molecular de mezcla 75rHDPE/25rPET/5E-GMA

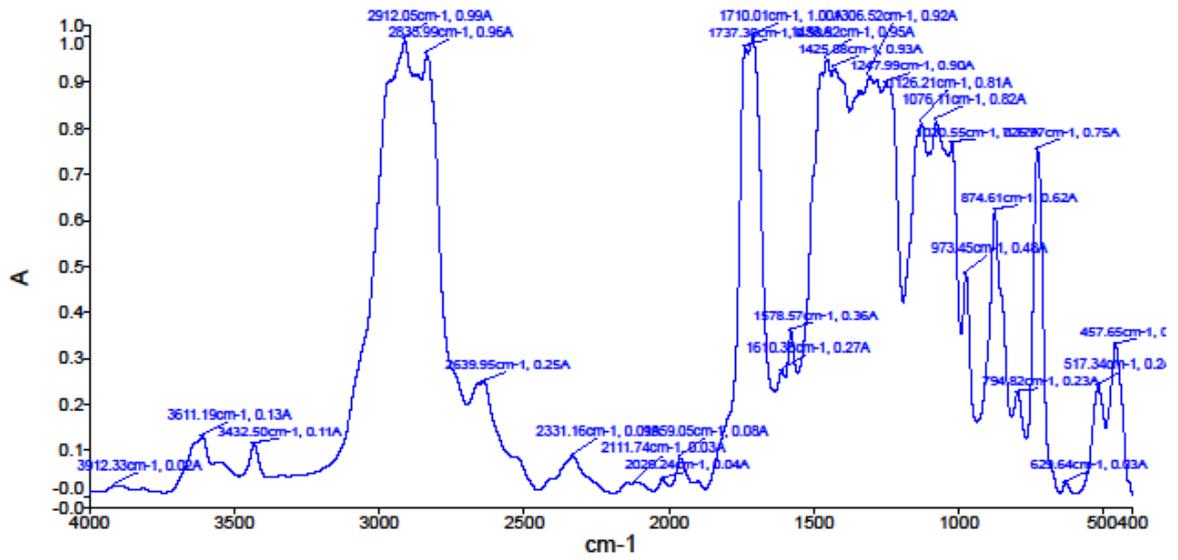


Figura A.3. Espectrometría molecular de mezcla 75rHDPE/25rPET/3C20A

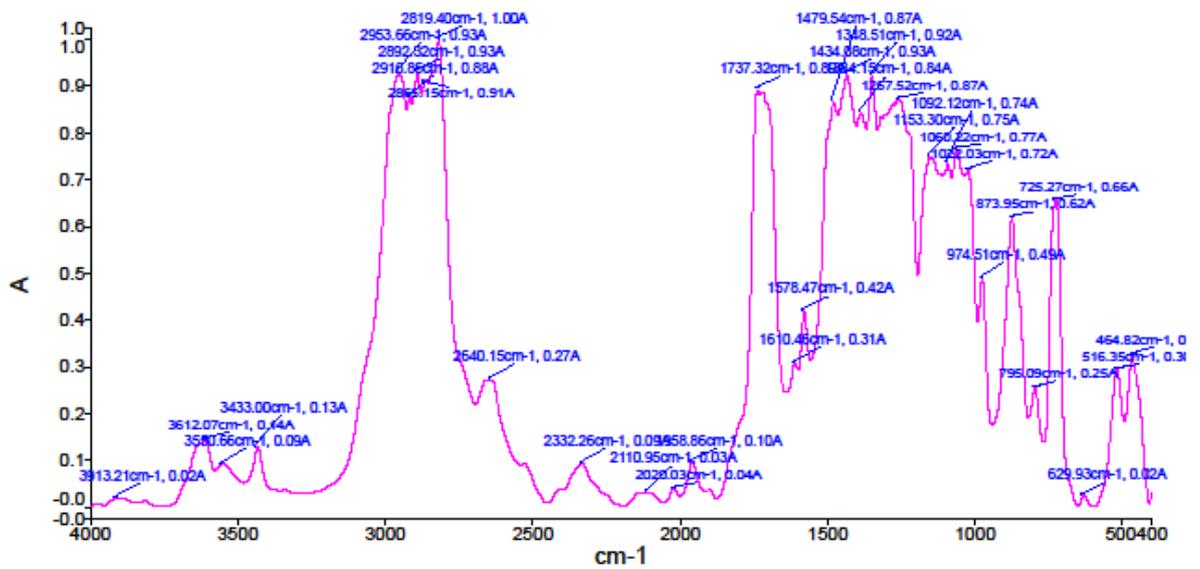


Figura A.4. Espectrometría infrarroja de mezcla 75rHDPE /25rPET/3C20A/E-GMA

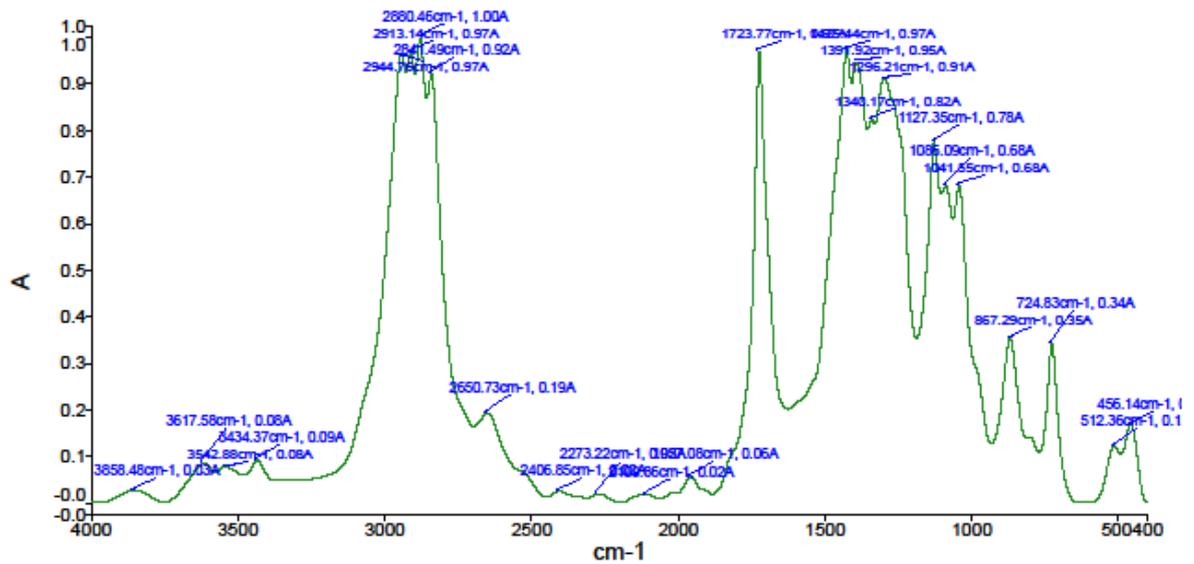


Figura A.5. Espectrometría infrarroja de mezcla 75rHDPE/25rPET/3C30B

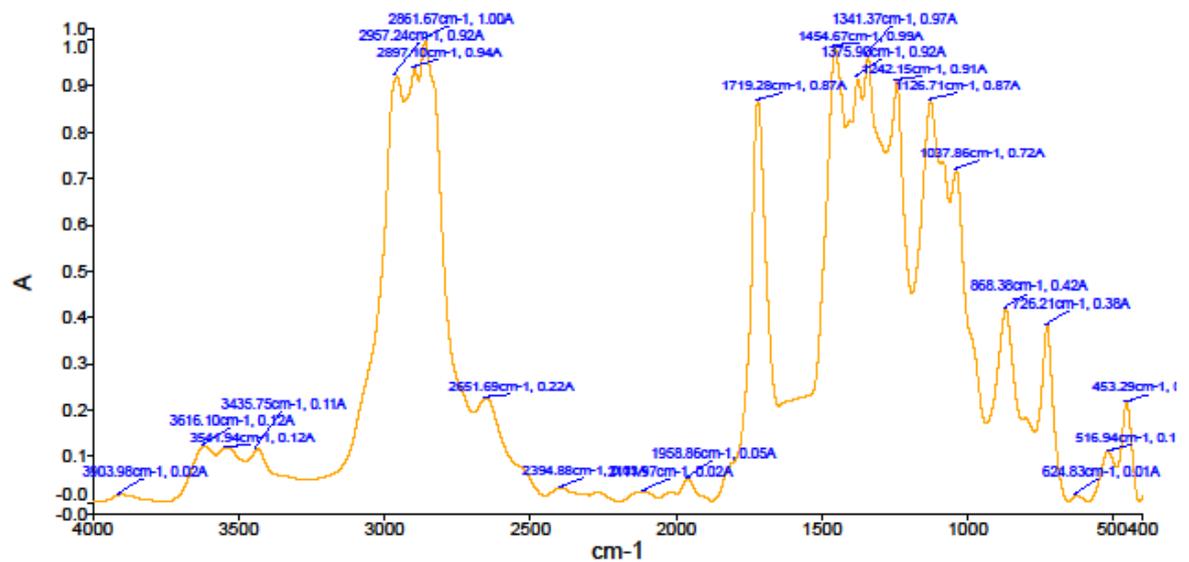
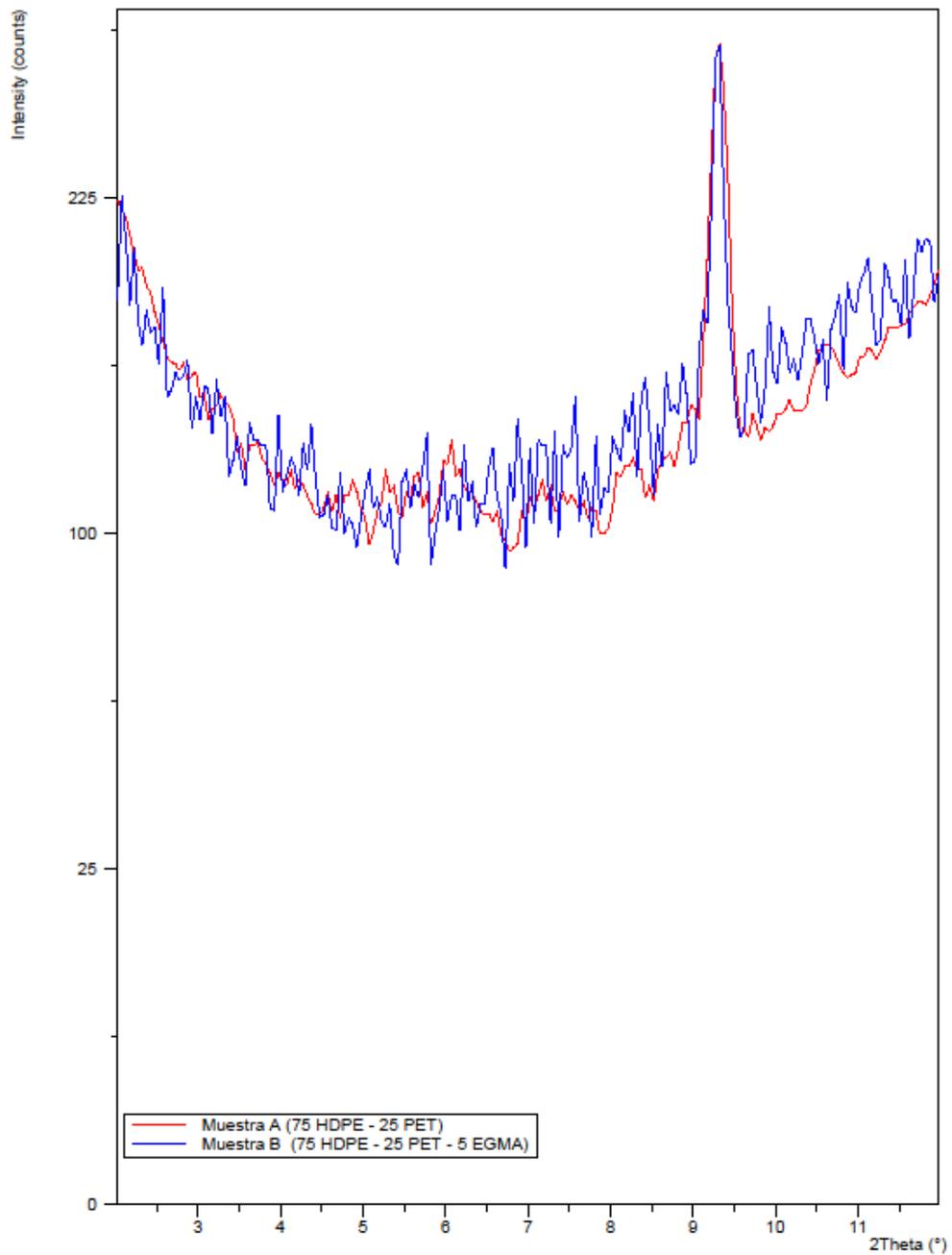


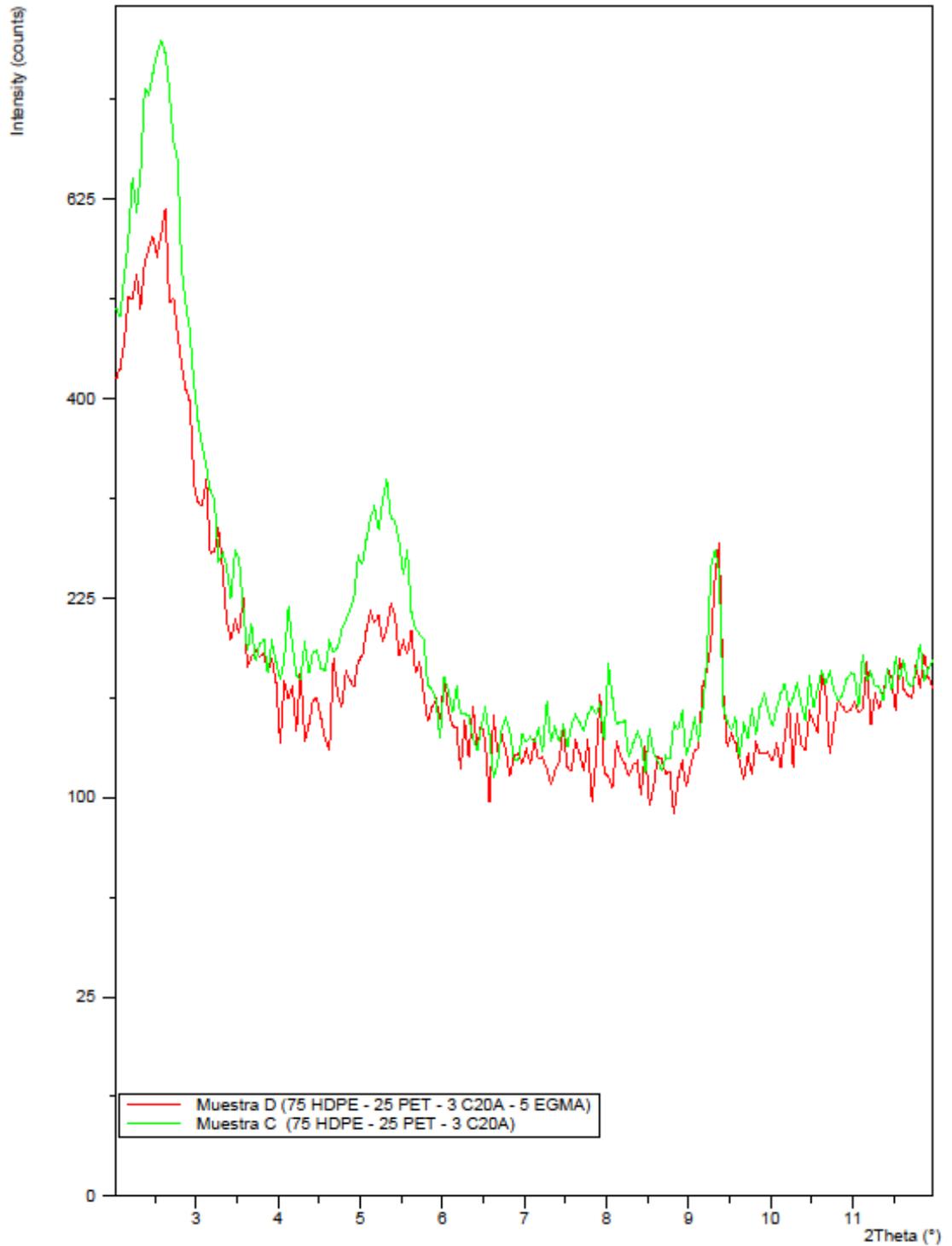
Figura A.6. Espectrometría infrarroja de mezcla 75rHDPE/25rPET/3C30B/E-GMA

## APÉNDICE B

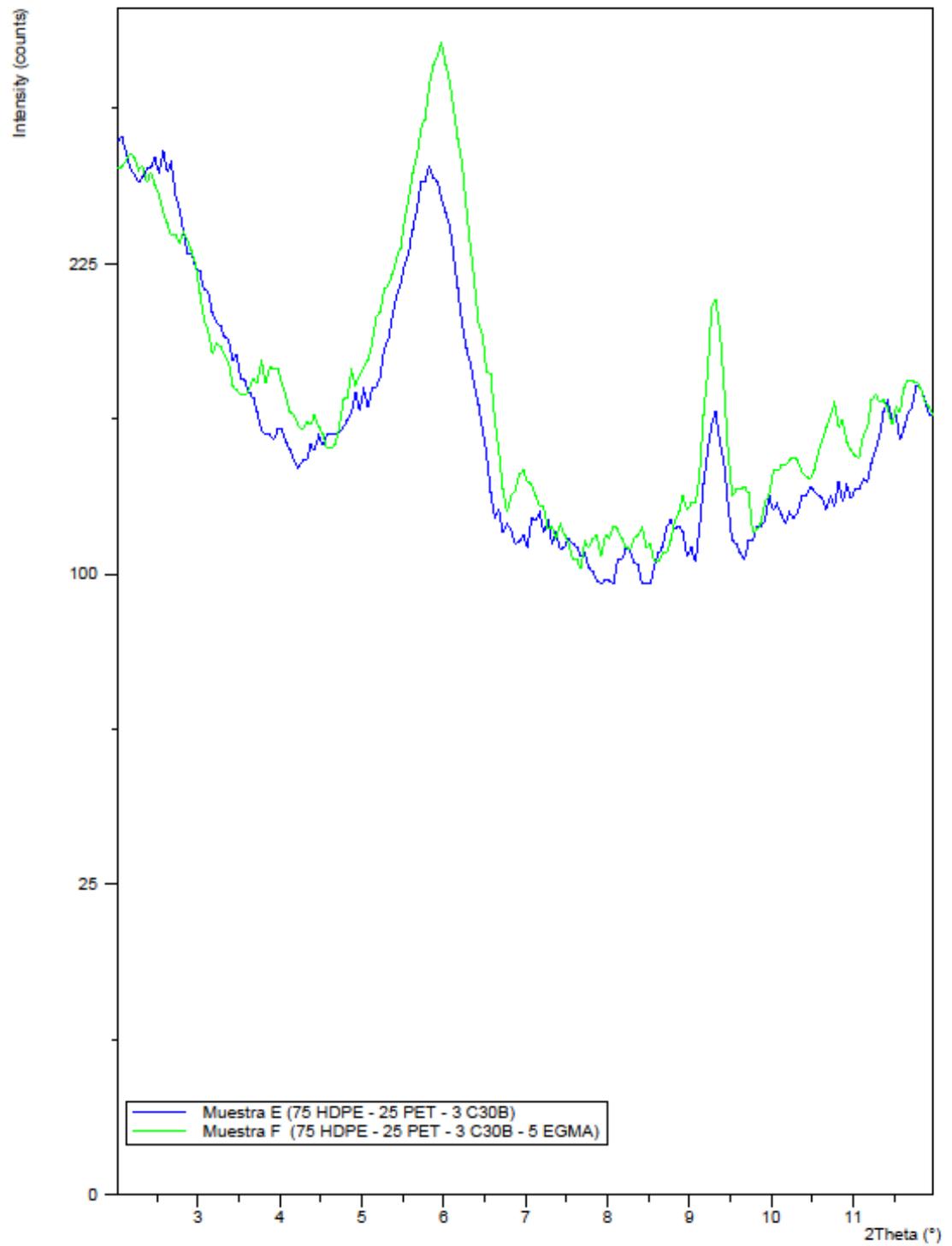
### Difractogramas de rayos x



**Figura B.1. Difractograma de mezcla 75rHDPE/25rPET y mezcla 75rHDPE/25rPET/5E-GMA**



**Figura B.2. Difractograma de mezcla 75rHDPE/25rPET/3C20A y mezcla 75rHDPE/25rPET/3C20A/5E-GMA**



**Figura B.3. Difractograma de mezcla 75rHDPE/25rPET/3C30B y mezcla 75rHDPE/25rPET/3C30B/5E-GMA**

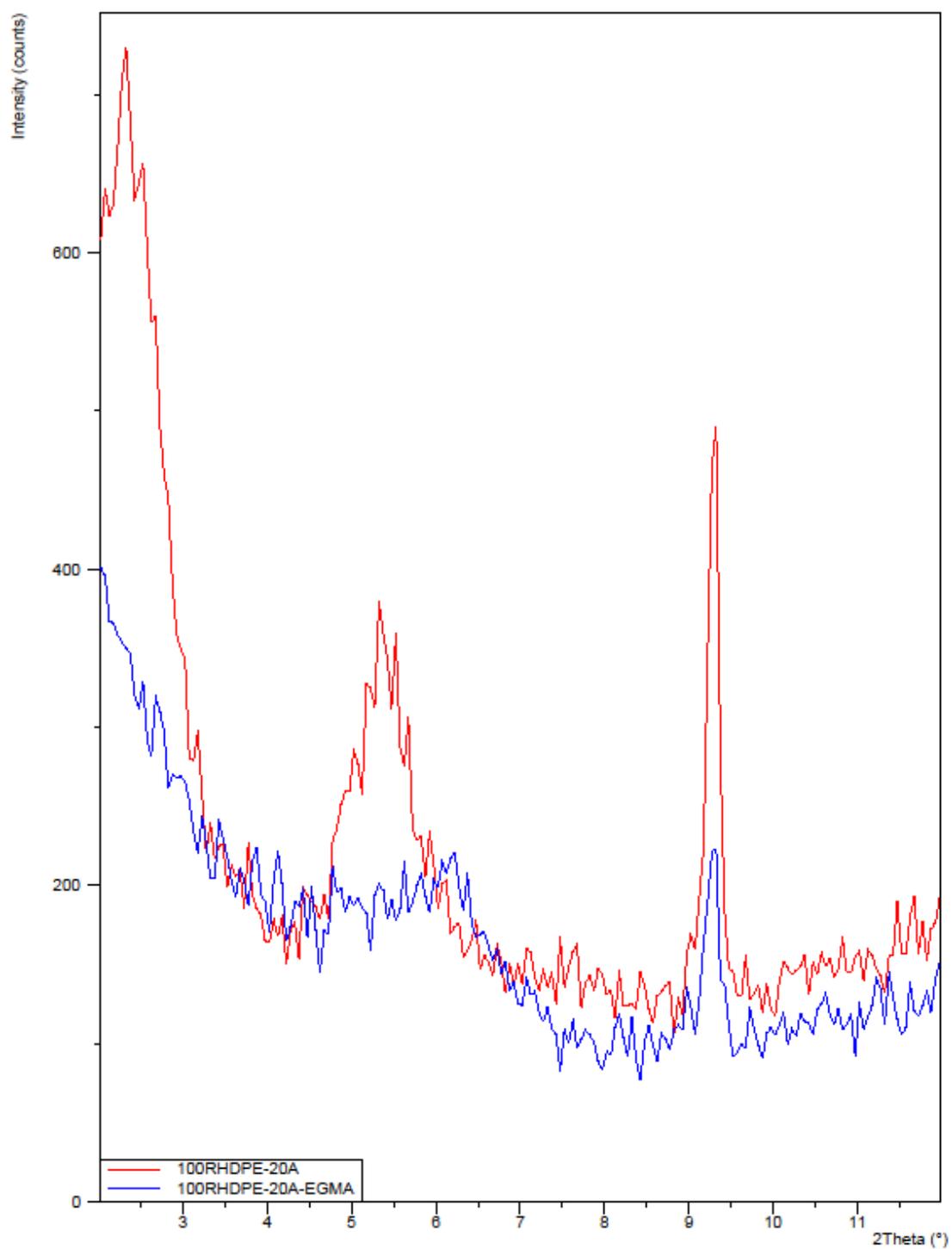


Figura B.4. Difractograma de mezcla rHDPE/C20A y mezcla rHDPE/C20A/E-GMA

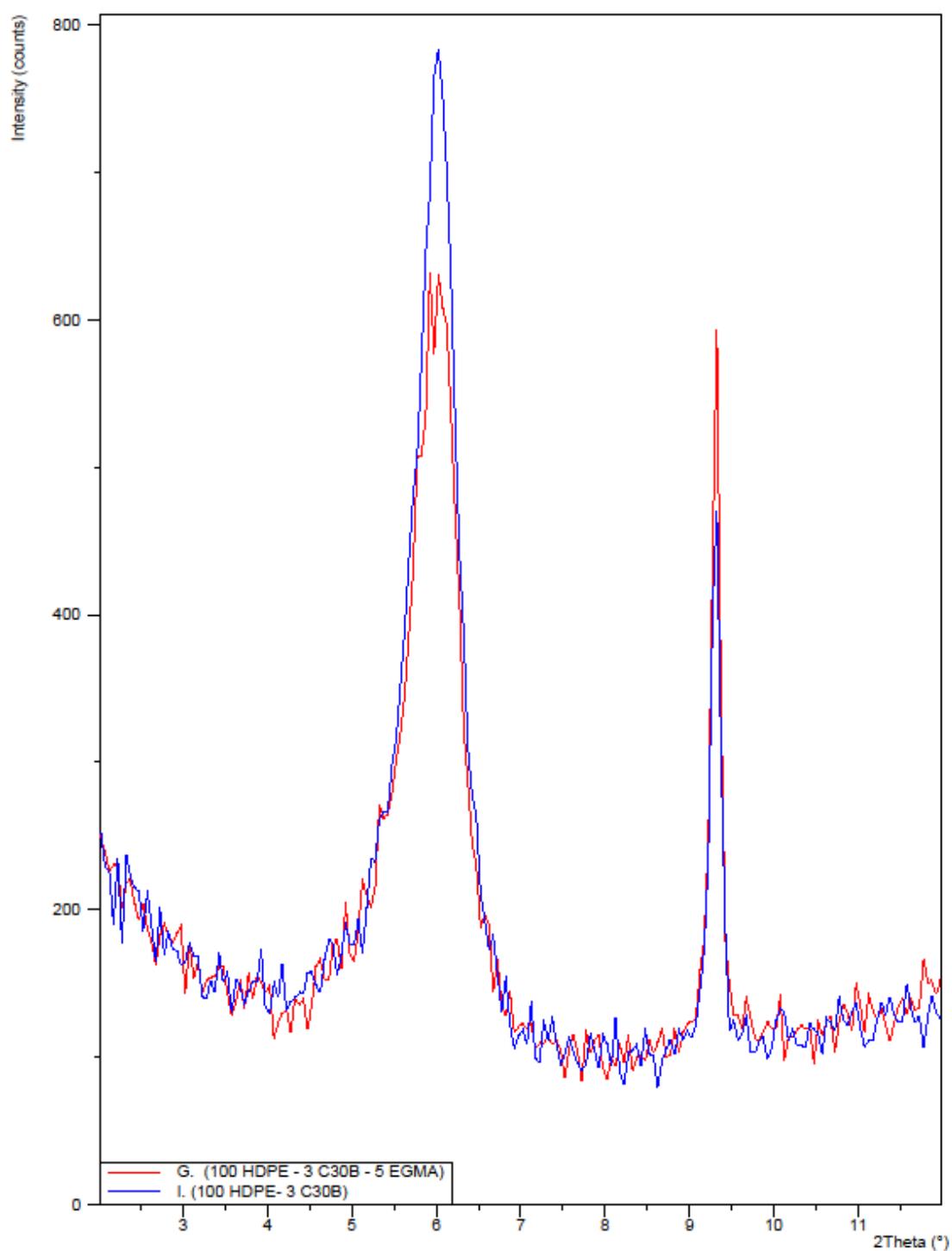


Figura B.5. Difractograma de mezcla rHDPE/C30B y mezcla rHDPE/C30B/E-GMA

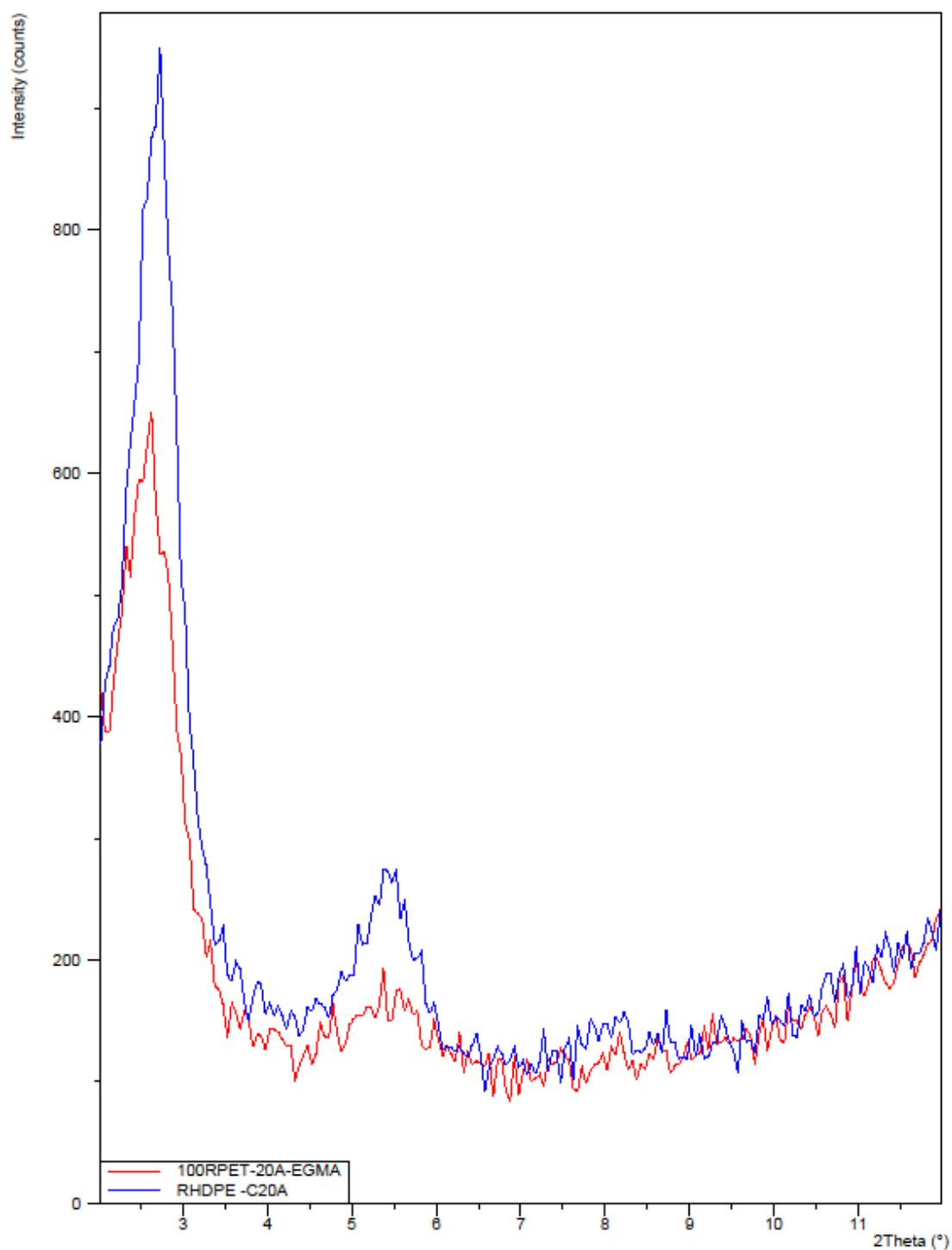


Figura B.6 Difractograma de mezcla rPET/C20A y mezcla rPET/C20A/E-GMA

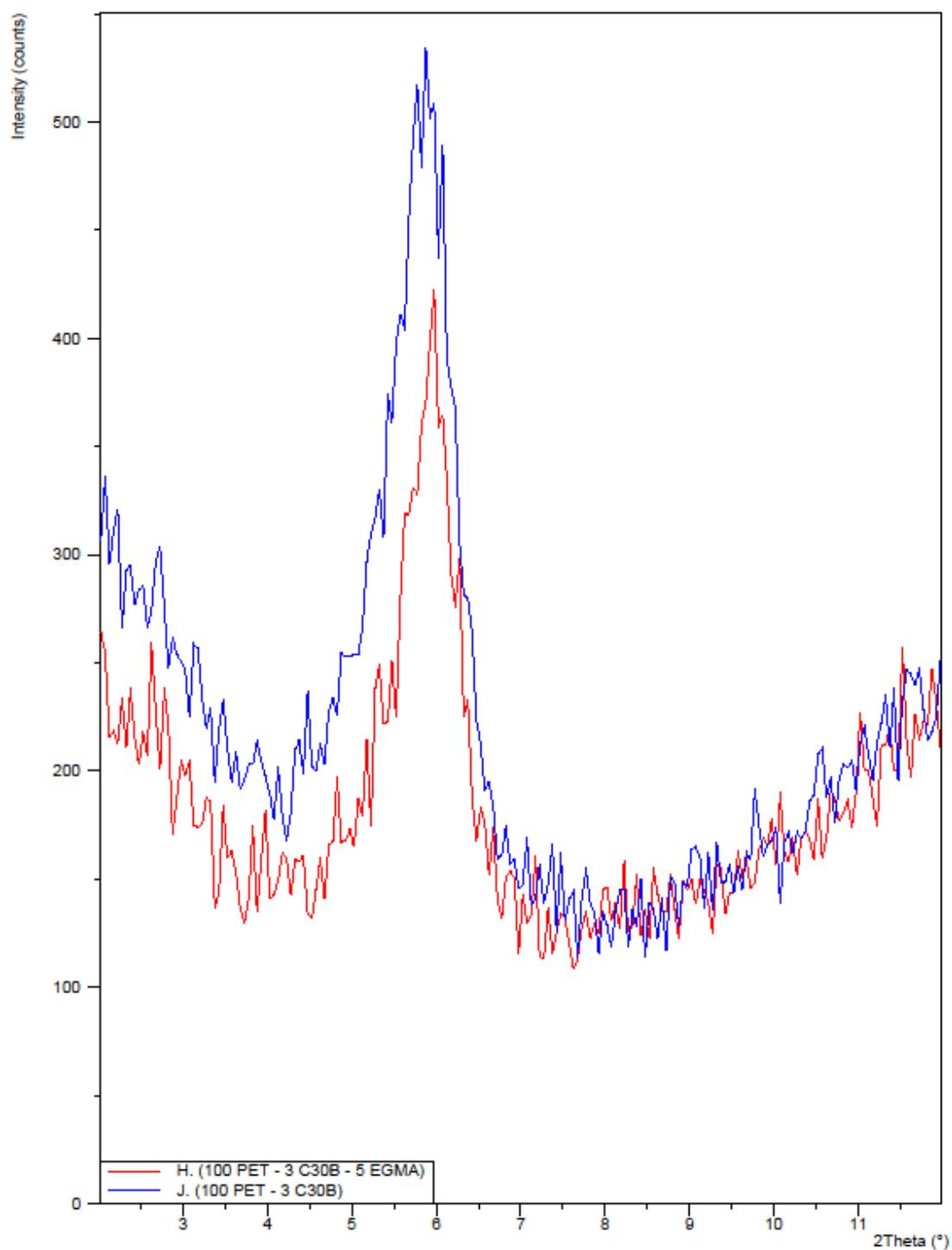
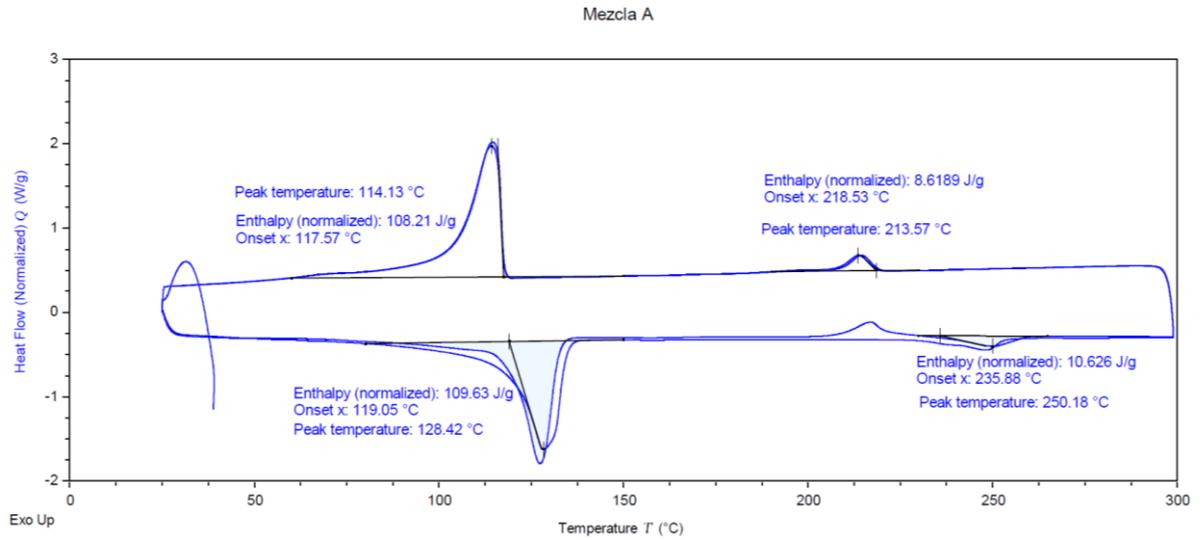


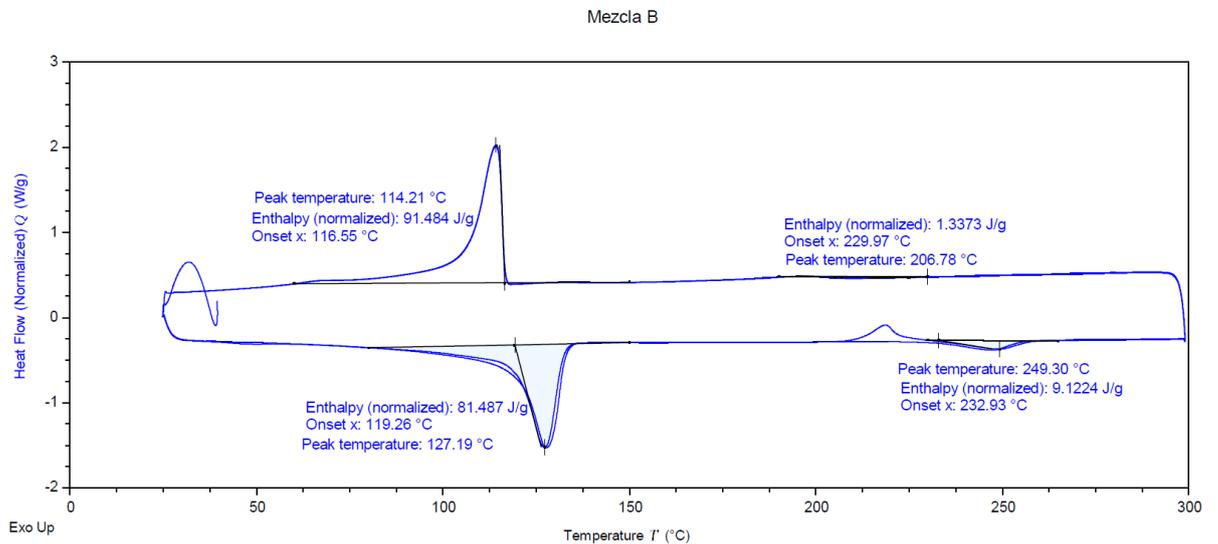
Figura B.7. Difractograma de mezcla rPET/C30B y mezcla rPET/C30B/E-GMA

## APÉNDICE C

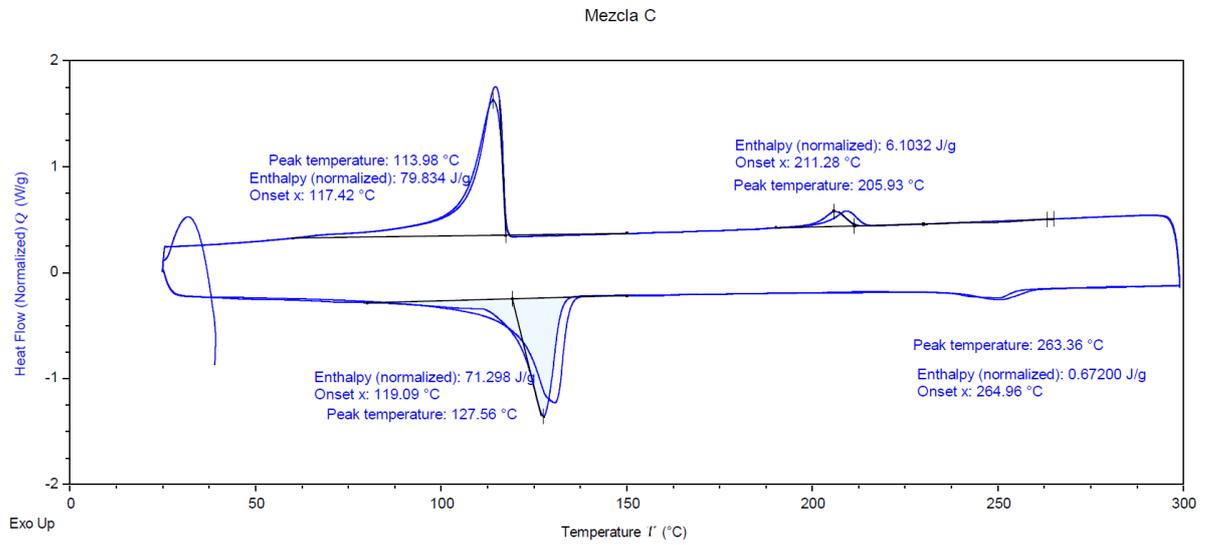
### Calorimetría diferencial de barrido



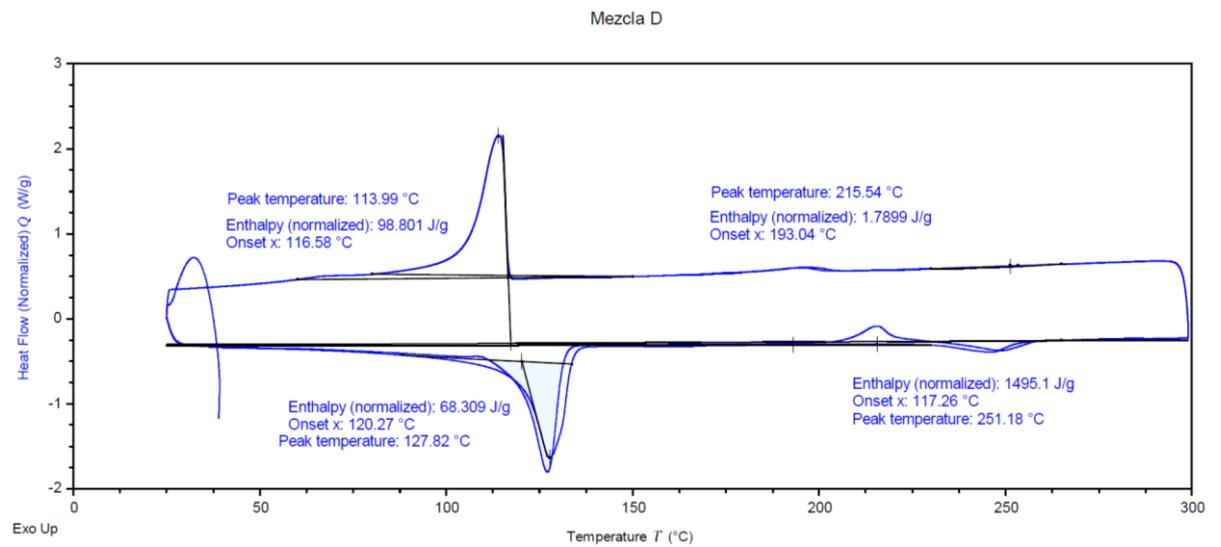
**Figura C.1. DSC de 75rHDPE/25rPET**



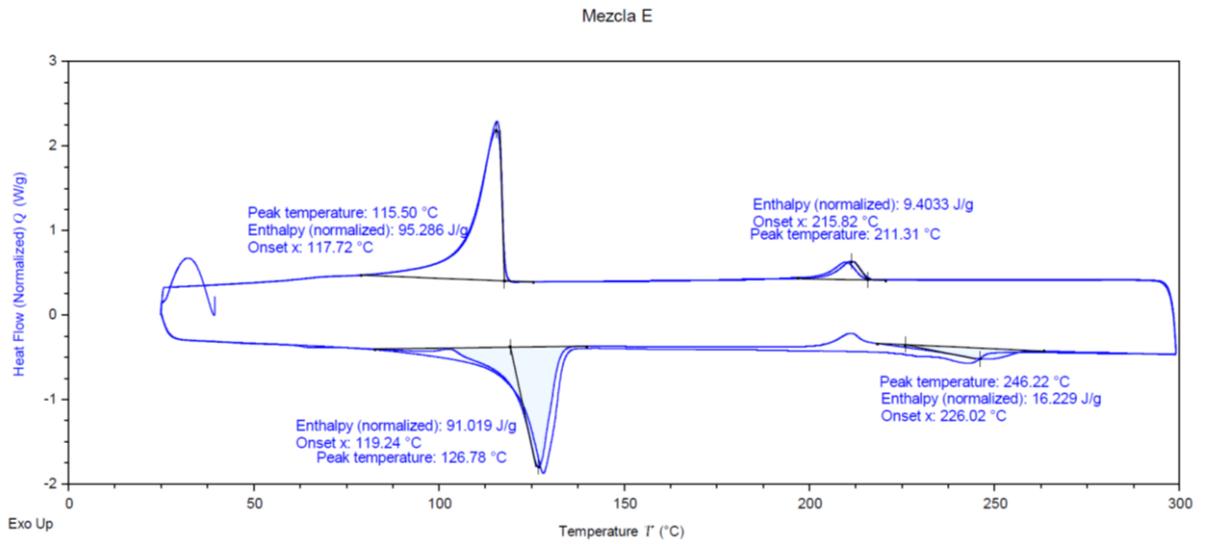
**Figura C.2. DSC de 75rHDPE/25rPET/5EGMA**



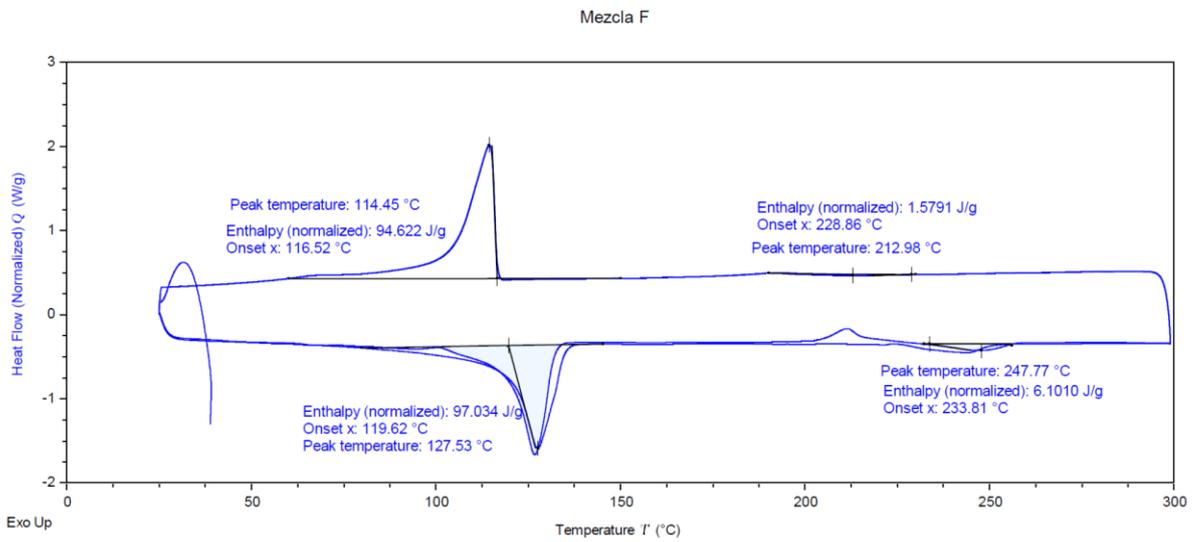
**Figura C.3. DSC de 75rHDPE/25rPET/3C20A**



**Figura C.4. DSC de 75rHDPE/25rPET/3C20A/5EGMA**



**Figura C.5. DSC de 75rHDPE/25rPET/3C30B**



**Figura C.6. DSC de 75rHDPE/25rPET/3C30B/5EGMA**



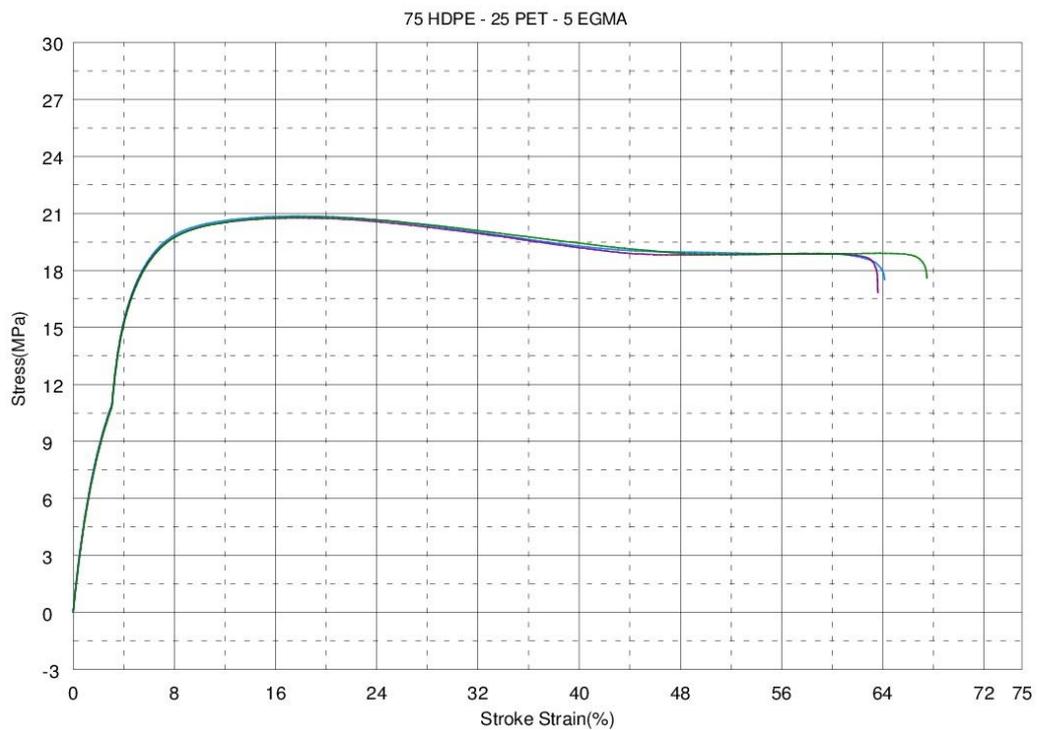
### ENSAYO DE TENSION

V1 : 1 mm/min

V2 : 50 mm/min

Name	Carga Máxima	Esfuerzo Máximo	Deformacion a la rotura	Módulo de elasticidad	Fractura
Parameter				0.1, 0.3 kN	
Units	kN	MPa	%	MPa	MPa
17-1570 - 1	0.835	20.9	64.2	411.	17.5
17-1570 - 3	0.831	20.8	63.6	405.	16.8
17-1570 - 4	0.833	20.8	67.5	401.	17.6
Mean	0.833	20.8	65.1	406.	17.3
Standard Deviation	0.00200	0.0577	2.10	5.03	0.436
Median	0.833	20.8	64.2	405.	17.5
Variation	0.00240	0.00277	0.0323	0.0124	0.0252
3 Sigma	0.00600	0.173	6.30	15.1	1.31

Name	Energia
Units	J
17-1570 - 1	48.6
17-1570 - 3	48.0
17-1570 - 4	51.1
Mean	49.2
Standard Deviation	1.64
Median	48.6
Variation	0.0334
3 Sigma	4.93



**Figura D.2. Resultados del ensayo de tensión de HDPE/PET/EGMA**

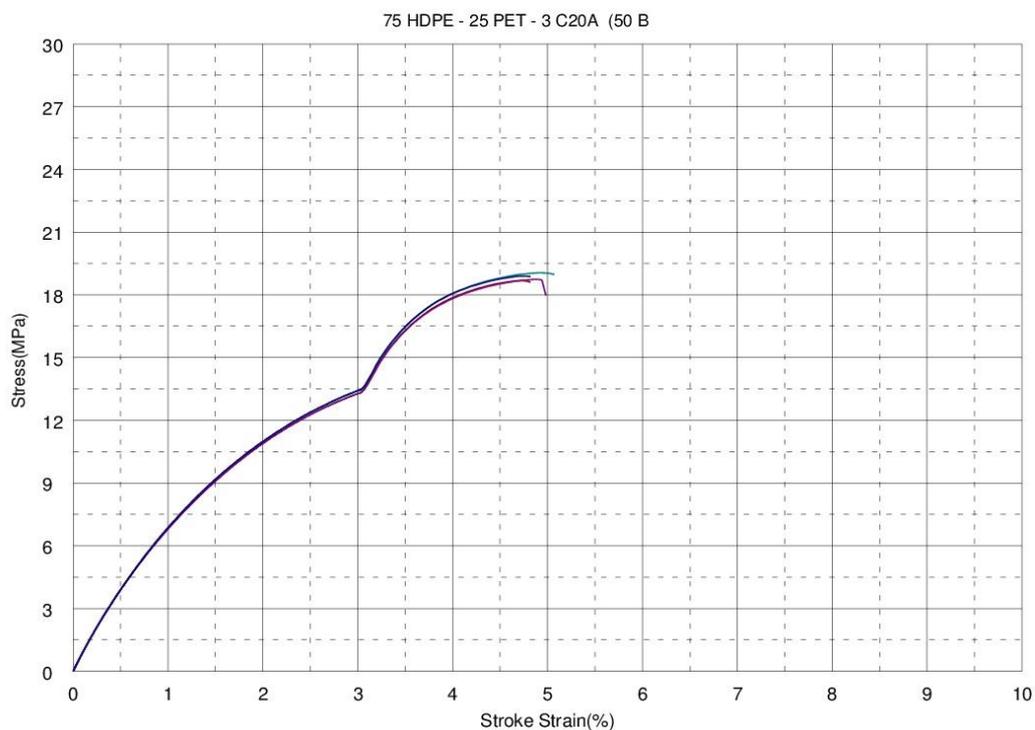
### ENSAYO DE TENSIÓN

V1 : 1 mm/min

V2 : 50 mm/min

Name	Carga Máxima	Esfuerzo Máximo	Deformacion a la rotura	Módulo de elasticidad	Fractura
Parameter				0.1, 0.3 kN	
Units	kN	MPa	%	MPa	MPa
17-1572 - 1	0.762	19.1	5.07	604.	19.0
17-1572 - 2	0.747	18.7	4.82	595.	18.6
17-1572 - 3	0.750	18.8	4.98	594.	18.0
17-1572 - 5	0.756	18.9	4.82	607.	18.9
Mean	0.754	18.9	4.92	600.	18.6
Standard Deviation	0.00665	0.171	0.124	6.48	0.450
Median	0.753	18.9	4.90	600.	18.8
Variation	0.00883	0.00905	0.0252	0.0108	0.0242
3 Sigma	0.0200	0.512	0.372	19.4	1.35

Name	Energia
Units	J
17-1572 - 1	2.45
17-1572 - 2	2.24
17-1572 - 3	2.36
17-1572 - 5	2.26
Mean	2.33
Standard Deviation	0.0971
Median	2.31
Variation	0.0417
3 Sigma	0.291



**Figura D.3. Resultados del ensayo de tensión de HDPE/PET/C20A**

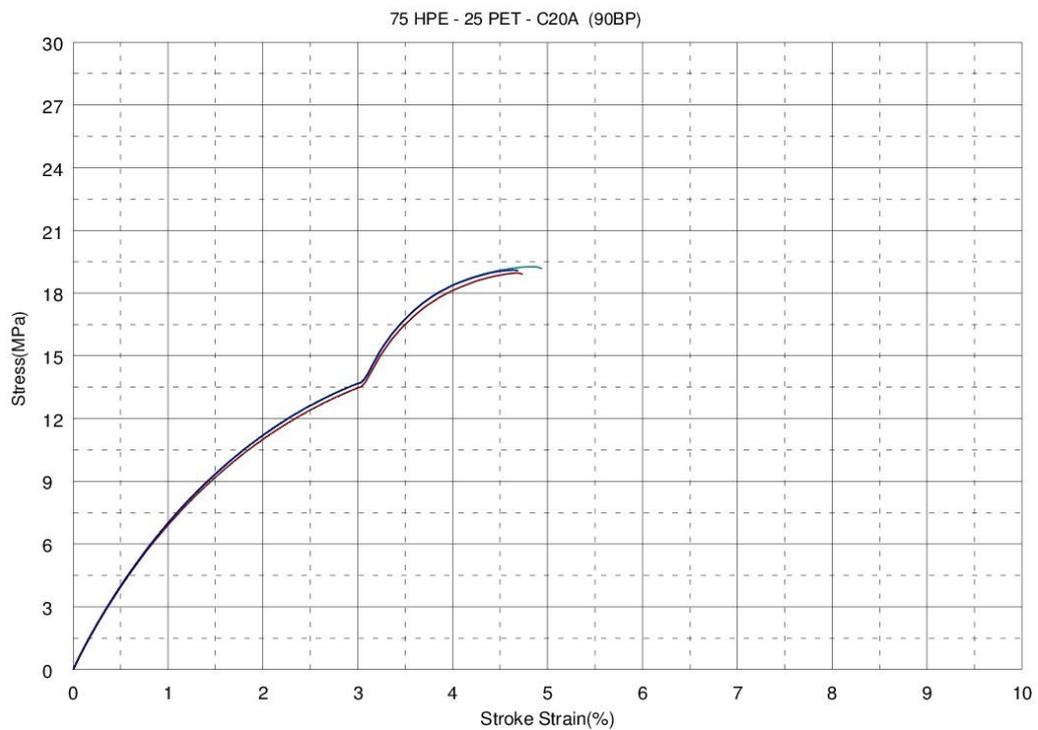
### ENSAYO DE TENSIÓN

V1 : 1 mm/min

V2 : 50 mm/min

Name	Carga Máxima	Esfuerzo Máximo	Deformacion a la rotura	Módulo de elasticidad	Fractura
Parameter				0.1, 0.3 kN	
Units	kN	MPa	%	MPa	MPa
17-1573 - 1	0.771	19.3	4.94	620.	19.2
17-1573 - 2	0.759	19.0	4.74	608.	18.9
17-1573 - 5	0.764	19.1	4.69	624.	19.1
Mean	0.765	19.1	4.79	617.	19.1
Standard Deviation	0.00603	0.153	0.132	8.33	0.153
Median	0.764	19.1	4.74	620.	19.1
Variation	0.00788	0.00798	0.0276	0.0135	0.00801
3 Sigma	0.0181	0.458	0.397	25.0	0.458

Name	Energia
Units	J
17-1573 - 1	2.40
17-1573 - 2	2.21
17-1573 - 5	2.21
Mean	2.27
Standard Deviation	0.110
Median	2.21
Variation	0.0483
3 Sigma	0.329



**Figura D.4. Resultados del ensayo de tensión de HDPE/PET/C20A con contrapresión de 90 psi**

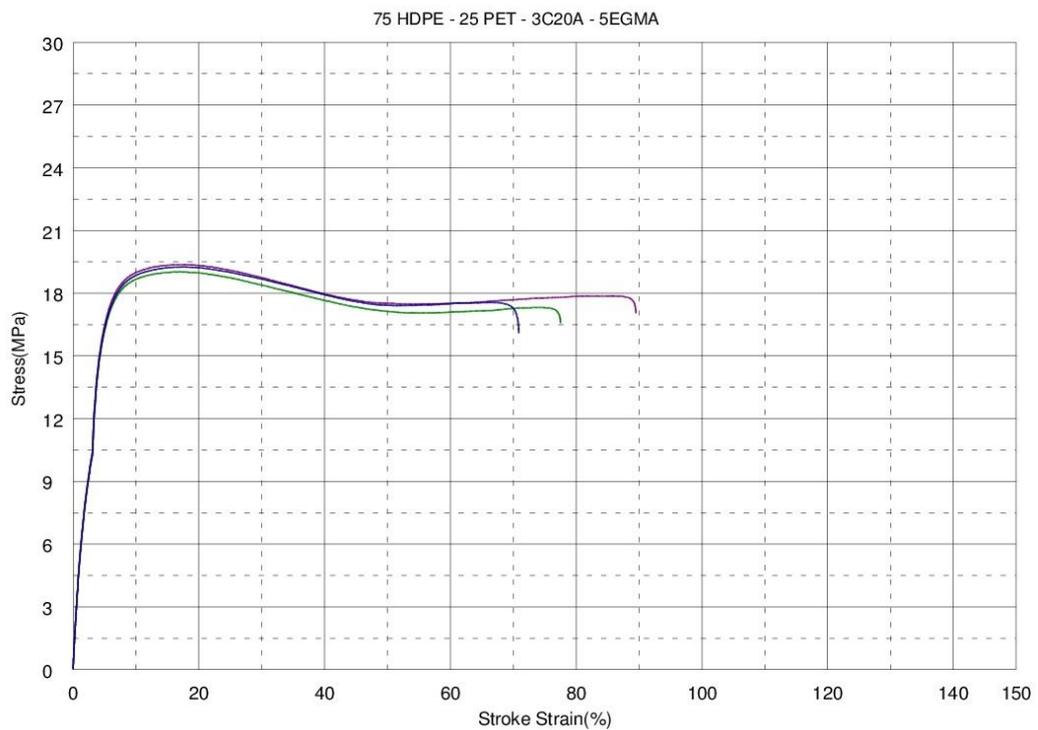
### ENSAYO DE TENSIÓN

V1 : 1 mm/min

V2 : 50 mm/min

Name	Carga Máxima	Esfuerzo Máximo	Deformacion a la rotura	Modulo de elasticidad	Fractura
Parameter				0.1, 0.3 kN	
Units	kN	MPa	%	MPa	MPa
17-1574 - 3	0.775	19.4	89.5	378.	17.1
17-1574 - 4	0.761	19.0	77.6	368.	16.6
17-1574 - 5	0.770	19.3	70.9	371.	16.1
Mean	0.769	19.2	79.3	372.	16.6
Standard Deviation	0.00709	0.208	9.42	5.13	0.500
Median	0.770	19.3	77.6	371.	16.6
Variation	0.00923	0.0108	0.119	0.0138	0.0301
3 Sigma	0.0213	0.624	28.3	15.4	1.50

Name	Energia
Units	J
17-1574 - 3	63.2
17-1574 - 4	53.6
17-1574 - 5	49.7
Mean	55.5
Standard Deviation	6.95
Median	53.6
Variation	0.125
3 Sigma	20.8



**Figura D.5. Resultados del ensayo de tensión de HDPE/PET/C20A/EGMA**

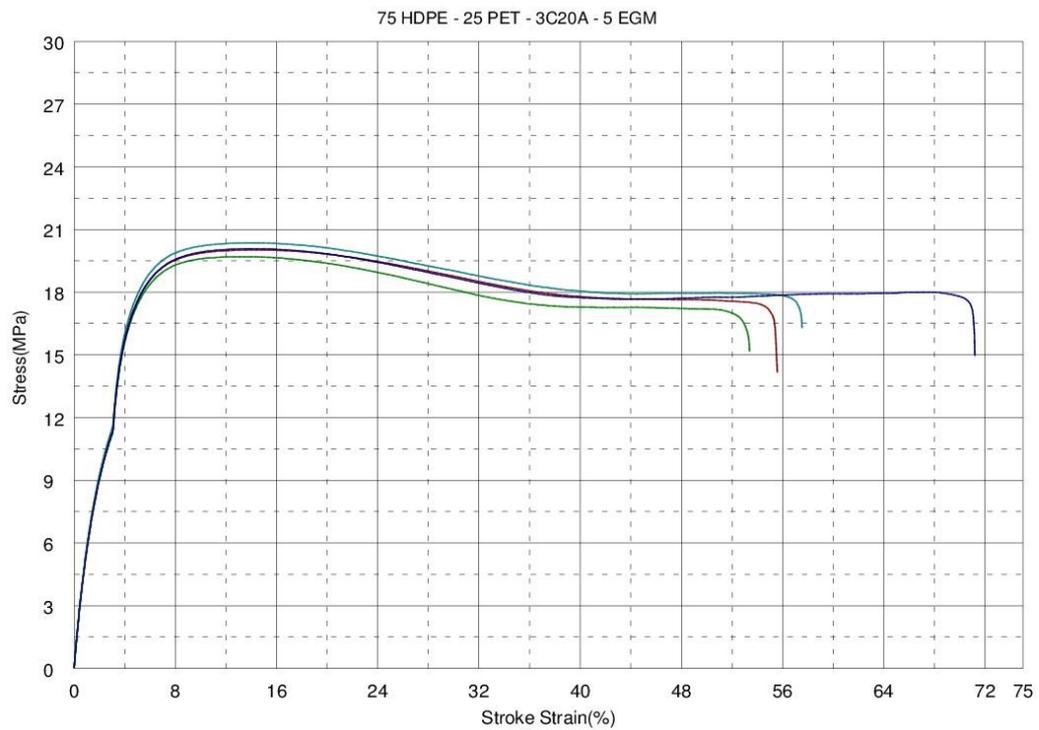
### ENSAYO DE TENSION

V1 : 1 mm/min

V2 : 50 mm/min

Name	Carga Máxima	Esfuerzo Máximo	Deformacion a la rotura	Módulo de elasticidad	Fractura
Parameter				0.1, 0.3 kN	
Units	kN	MPa	%	MPa	MPa
17-1575 - 1	0.815	20.4	57.5	464.	16.3
17-1575 - 2	0.801	20.0	55.6	452.	14.2
17-1575 - 4	0.788	19.7	53.4	444.	15.2
17-1575 - 5	0.803	20.1	71.2	445.	15.0
Mean	0.802	20.1	59.4	451.	15.2
Standard Deviation	0.0111	0.289	8.03	9.22	0.866
Median	0.802	20.1	56.6	449.	15.1
Variation	0.0138	0.0144	0.135	0.0204	0.0570
3 Sigma	0.0332	0.866	24.1	27.6	2.60

Name	Energia
Units	J
17-1575 - 1	41.9
17-1575 - 2	39.8
17-1575 - 4	37.4
17-1575 - 5	51.1
Mean	42.6
Standard Deviation	5.99
Median	40.9
Variation	0.141
3 Sigma	18.0



**Figura D.6. Resultados del ensayo de tensión de HDPE/PET/C20A/EGMA con contrapresión de 90 psi**

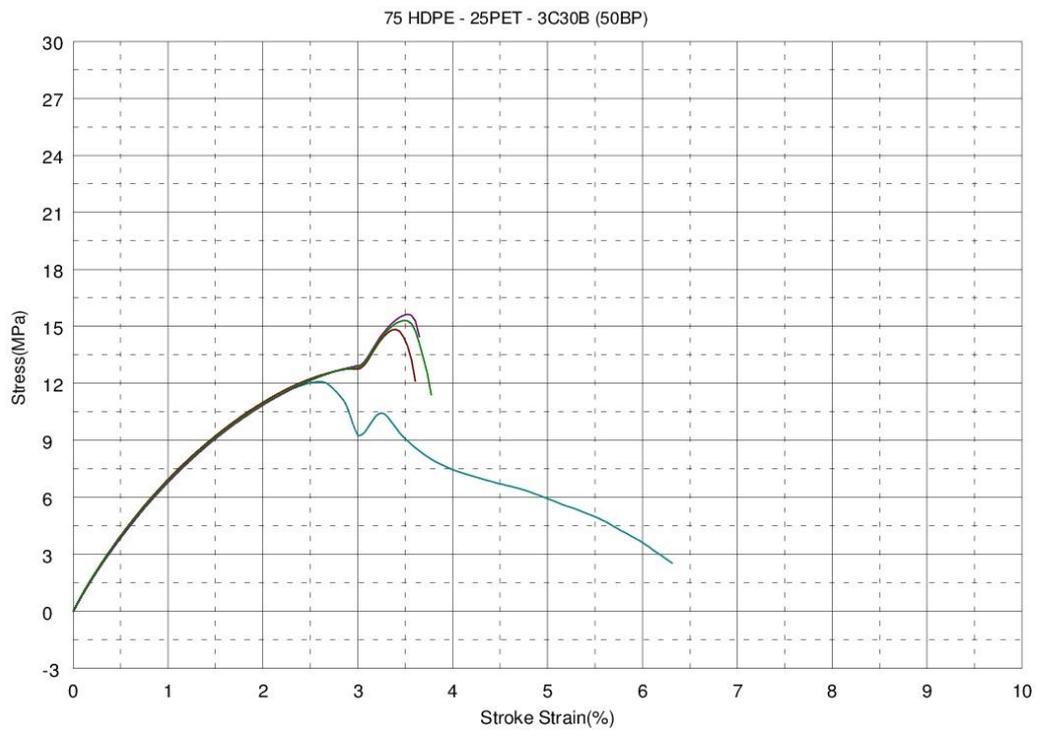
### ENSAYO DE TENSIÓN

V1 : 1 mm/min

V2 : 50 mm/min

Name	Carga Máxima	Esfuerzo Máximo	Deformacion a la rotura	Módulo de elasticidad	Fractura
Parameter				0.1, 0.3 kN	
Units	kN	MPa	%	MPa	MPa
17-1576 - 1	0.484	12.1	6.32	605.	2.53
17-1576 - 2	0.594	14.9	3.61	611.	12.1
17-1576 - 3	0.625	15.6	3.65	597.	14.4
17-1576 - 4	0.612	15.3	3.77	599.	11.4
Mean	0.579	14.5	4.34	603.	10.1
Standard Deviation	0.0644	1.61	1.32	6.32	5.21
Median	0.603	15.1	3.71	602.	11.8
Variation	0.111	0.111	0.305	0.0105	0.516
3 Sigma	0.193	4.83	3.97	19.0	15.6

Name	Energia
Units	J
17-1576 - 1	1.84
17-1576 - 2	1.34
17-1576 - 3	1.37
17-1576 - 4	1.44
Mean	1.50
Standard Deviation	0.232
Median	1.41
Variation	0.155
3 Sigma	0.696



**Figura D.7. Resultados del ensayo de tensión de HDPE/PET/C30A**







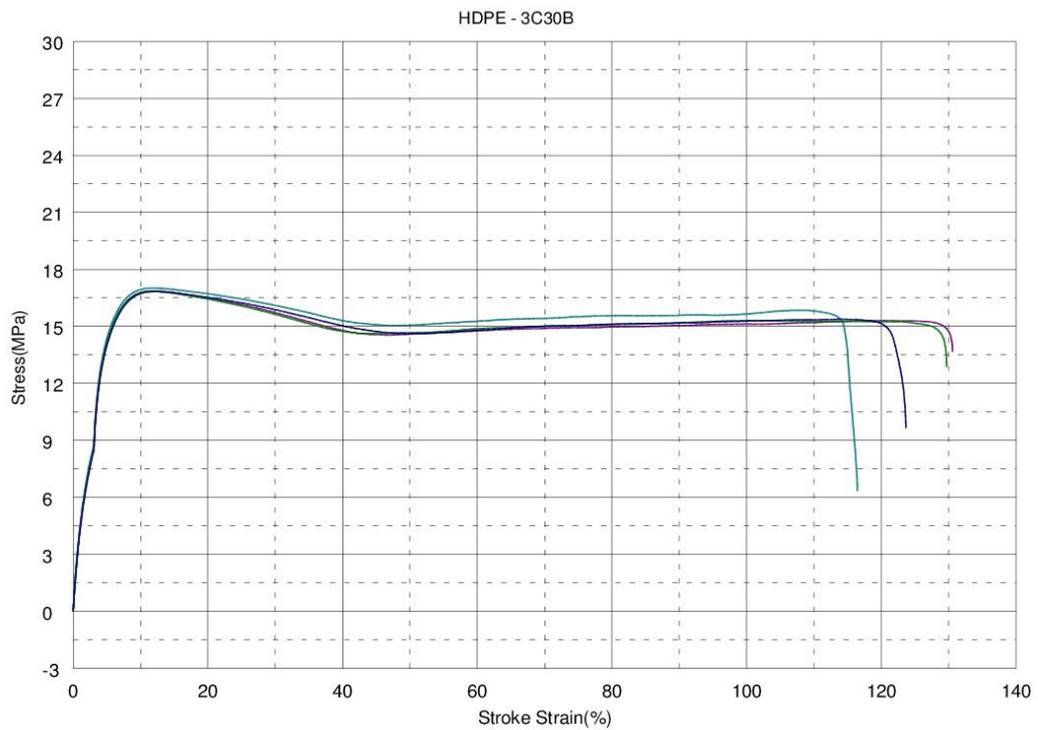
### ENSAYO DE TENSIÓN

V1 : 1 mm/min

V2 : 50 mm/min

Name	Carga Máxima	Esfuerzo Máximo	Deformacion a la rotura	Módulo de elasticidad	Fractura
Parameter				0.1, 0.3 kN	
Units	kN	MPa	%	MPa	MPa
18-1719 - 1	0.681	17.0	116.	273.	6.34
18-1719 - 3	0.675	16.9	131.	261.	13.7
18-1719 - 4	0.674	16.9	130.	262.	12.9
18-1719 - 5	0.674	16.9	124.	254.	9.66
Mean	0.676	16.9	125.	263.	10.7
Standard Deviation	0.00337	0.0500	6.90	7.85	3.36
Median	0.675	16.9	127.	262.	11.3
Variation	0.00498	0.00295	0.0551	0.0299	0.316
3 Sigma	0.0101	0.150	20.7	23.6	10.1

Name	Energia
Units	J
18-1719 - 1	71.4
18-1719 - 3	78.3
18-1719 - 4	77.9
18-1719 - 5	74.3
Mean	75.5
Standard Deviation	3.26
Median	76.1
Variation	0.0432
3 Sigma	9.77



**Figura D.11. Resultados del ensayo de tensión de HDPE/C30B**

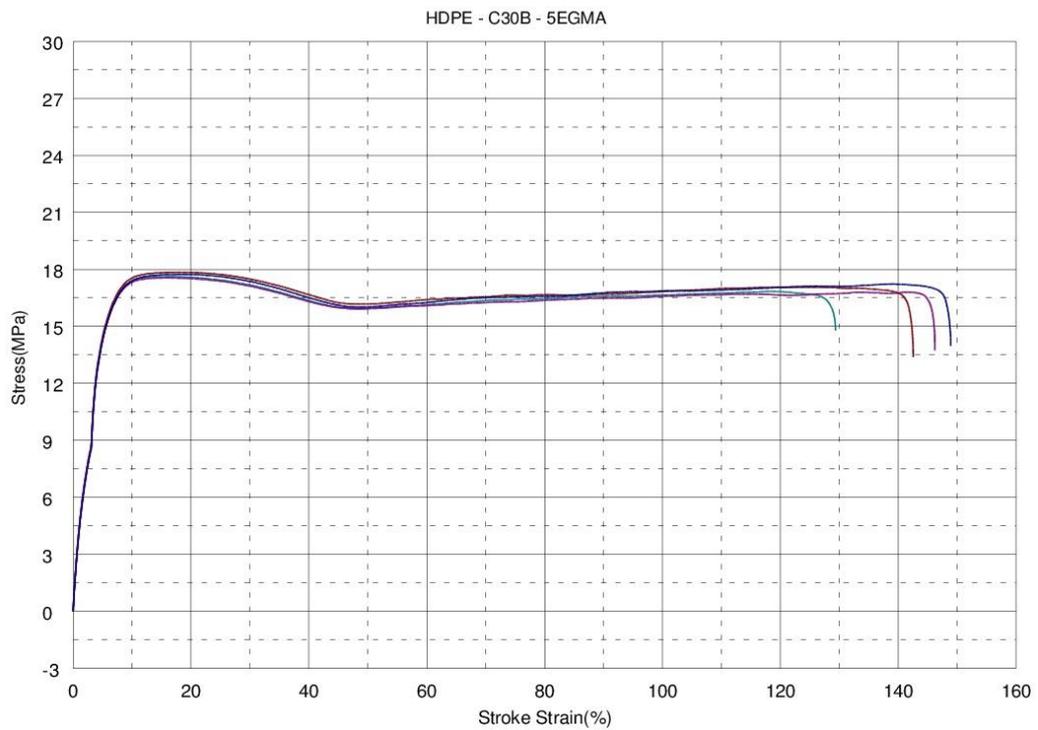
### ENSAYO DE TENSIÓN

V1 : 1 mm/min

V2 : 50 mm/min

Name	Carga Máxima	Esfuerzo Máximo	Deformacion a la rotura	Módulo de elasticidad	Fractura
Parameter				0.1, 0.3 kN	
Units	kN	MPa	%	MPa	MPa
18-1717 - 1	0.705	17.6	129.	266.	14.8
18-1717 - 2	0.714	17.9	143.	270.	13.4
18-1717 - 3	0.703	17.6	146.	263.	13.8
18-1717 - 5	0.710	17.8	149.	262.	14.0
Mean	0.708	17.7	142.	265.	14.0
Standard Deviation	0.00497	0.150	8.85	3.59	0.589
Median	0.708	17.7	145.	265.	13.9
Variation	0.00701	0.00846	0.0624	0.0135	0.0421
3 Sigma	0.0149	0.450	26.5	10.8	1.77

Name	Energia
Units	J
18-1717 - 1	84.4
18-1717 - 2	94.4
18-1717 - 3	95.3
18-1717 - 5	98.6
Mean	93.2
Standard Deviation	6.12
Median	94.9
Variation	0.0657
3 Sigma	18.4



**Figura D.12. Resultados del ensayo de tensión de HDPE/C30B/EGMA**

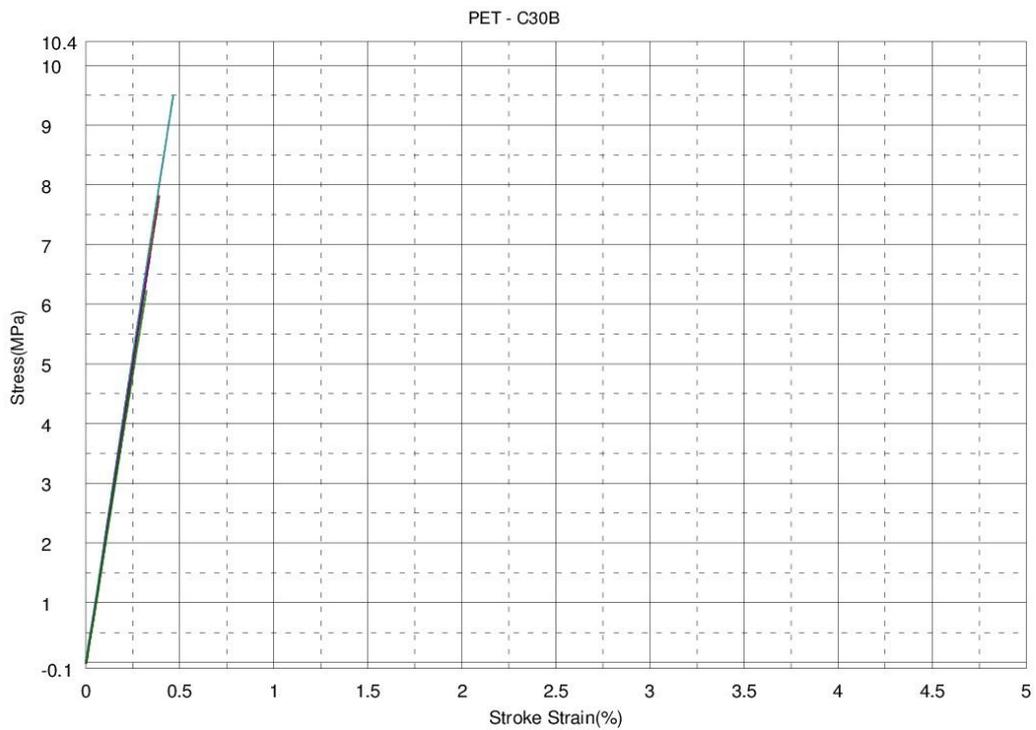
### ENSAYO DE TENSION

V1 : 1 mm/min

V2 : 5 mm/min

Name	Carga Máxima	Esfuerzo Máximo	Deformacion a la rotura	Módulo de elasticidad	Fractura
Parameter				0.1, 0.3 kN	
Units	kN	MPa	%	MPa	MPa
18-1720 - 1	0.380	9.51	0.466	2050	9.51
18-1720 - 2	0.313	7.82	0.392	2030	7.82
18-1720 - 3	0.272	6.80	0.342	--	6.80
18-1720 - 4	0.250	6.24	0.324	--	6.24
Mean	0.304	7.59	0.381	2040	7.59
Standard Deviation	0.0571	1.44	0.0636	14.1	1.44
Median	0.293	7.31	0.367	2040	7.31
Variation	0.188	0.189	0.167	0.00693	0.189
3 Sigma	0.171	4.31	0.191	42.4	4.31

Name	Energia
Units	J
18-1720 - 1	0.0888
18-1720 - 2	0.0605
18-1720 - 3	0.0462
18-1720 - 4	0.0399
Mean	0.0589
Standard Deviation	0.0217
Median	0.0534
Variation	0.370
3 Sigma	0.0652



**Figura D.13. Resultados del ensayo de tensión de PET/C30B**

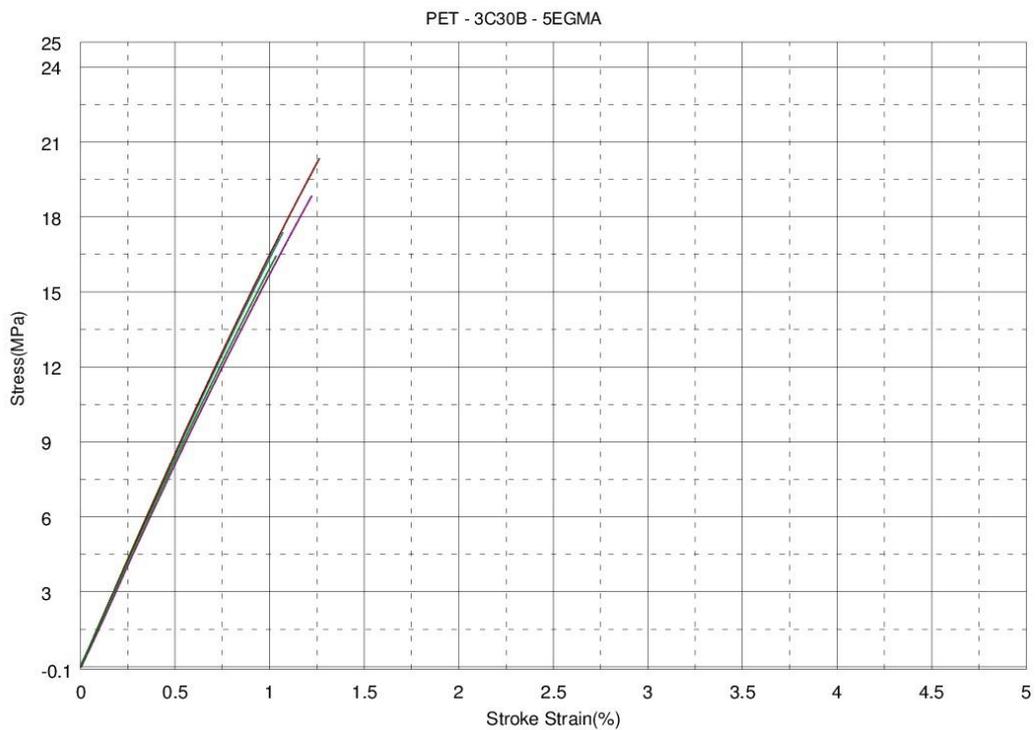
### ENSAYO DE TENSION

V1 : 1 mm/min

V2 : 5 mm/min

Name	Carga Máxima	Esfuerzo Máximo	Deformacion a la rotura	Módulo de elasticidad	Fractura
Parameter				0.1, 0.3 kN	
Units	kN	MPa	%	MPa	MPa
18-1718 - 1	0.695	17.4	1.07	1690	17.4
18-1718 - 2	0.814	20.4	1.26	1710	20.4
18-1718 - 3	0.754	18.9	1.22	1640	18.9
18-1718 - 4	0.658	16.5	1.04	1650	16.5
Mean	0.730	18.3	1.15	1670	18.3
Standard Deviation	0.0684	1.71	0.109	33.0	1.71
Median	0.725	18.2	1.15	1670	18.2
Variation	0.0937	0.0937	0.0948	0.0198	0.0937
3 Sigma	0.205	5.14	0.326	99.1	5.14

Name	Energia
Units	J
18-1718 - 1	0.382
18-1718 - 2	0.532
18-1718 - 3	0.475
18-1718 - 4	0.350
Mean	0.435
Standard Deviation	0.0838
Median	0.429
Variation	0.193
3 Sigma	0.251



**Figura D.14. Resultados del ensayo de tensión de PET/C30B/EGMA**

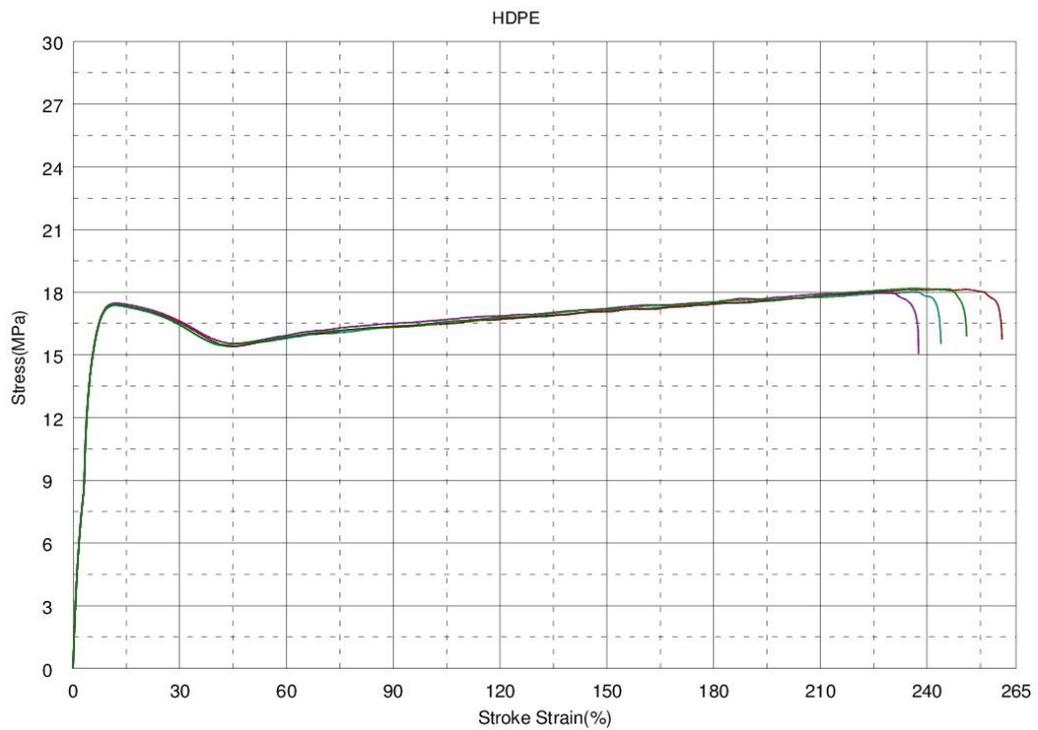
### ENSAYO DE TENSION

V1 : 1 mm/min

V2 : 50 mm/min

Name	Carga Máxima	Esfuerzo Máximo	Deformacion a la rotura	Módulo de elasticidad	Fractura
Parameter				0.1, 0.3 kN	
Units	kN	MPa	%	MPa	MPa
18-1721 - 1	0.721	18.0	244.	261.	15.5
18-1721 - 2	0.726	18.2	261.	261.	15.8
18-1721 - 3	0.720	18.0	238.	262.	15.1
18-1721 - 4	0.727	18.2	251.	259.	15.9
Mean	0.724	18.1	249.	261.	15.6
Standard Deviation	0.00351	0.115	9.89	1.26	0.359
Median	0.724	18.1	248.	261.	15.7
Variation	0.00485	0.00638	0.0398	0.00483	0.0231
3 Sigma	0.0105	0.346	29.6	3.77	1.08

Name	Energia
Units	J
18-1721 - 1	163.
18-1721 - 2	175.
18-1721 - 3	159.
18-1721 - 4	169.
Mean	167.
Standard Deviation	7.00
Median	166.
Variation	0.0420
3 Sigma	21.0



**Figura D.15. Resultados del ensayo de tensión de HDPE**

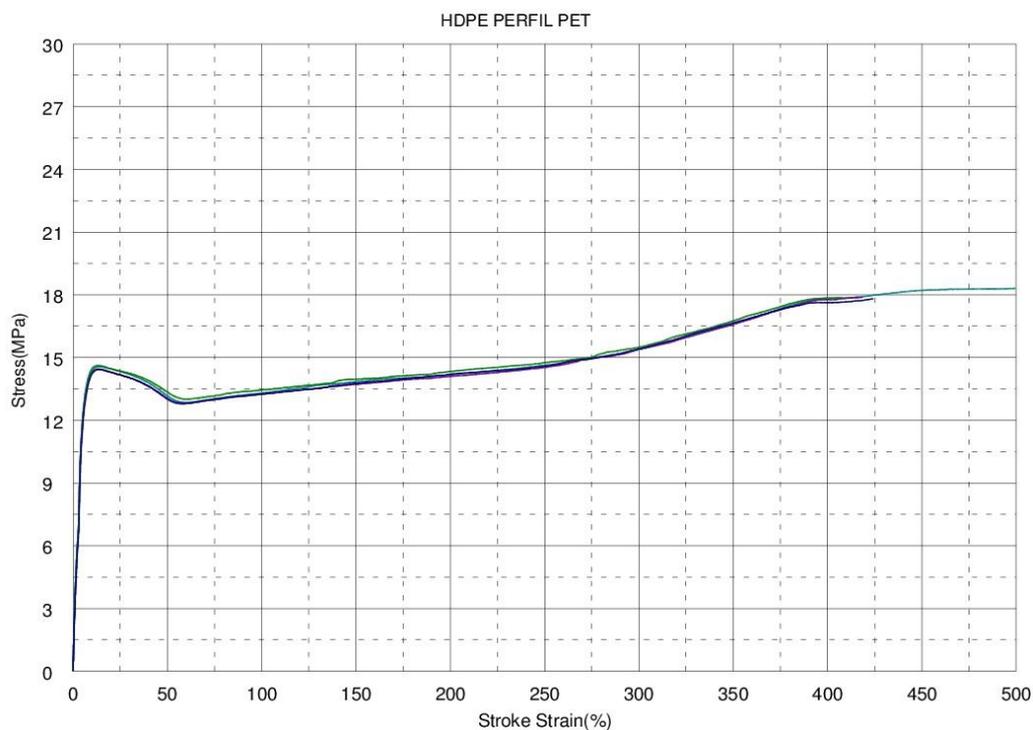
### ENSAYO DE TENSIÓN

V1 : 1 mm/min

V2 : 50 mm/min

Name	Carga Máxima	Esfuerzo Máximo	Deformacion a la rotura	Módulo de elasticidad	Fractura
Parameter				0.1, 0.3 kN	
Units	kN	MPa	%	MPa	MPa
18-1722 - 1	0.732	18.3	--	189.	--
18-1722 - 3	0.715	17.9	--	185.	--
18-1722 - 4	0.715	17.9	--	187.	--
18-1722 - 5	0.713	17.8	--	183.	--
Mean	0.719	18.0	--	186.	--
Standard Deviation	0.00888	0.222	--	2.58	--
Median	0.715	17.9	--	186.	--
Variation	0.0124	0.0123	--	0.0139	--
3 Sigma	0.0267	0.665	--	7.75	--

Name	Energia
Units	J
18-1722 - 1	306.
18-1722 - 3	245.
18-1722 - 4	241.
18-1722 - 5	249.
Mean	260.
Standard Deviation	30.7
Median	247.
Variation	0.118
3 Sigma	92.0



**Figura D.16. Resultados del ensayo de tensión de HDPE inyectado a temperaturas de procesamiento del PET**

## APÉNDICE E

Micrografías obtenidas a través de microscopio electrónico de barrido

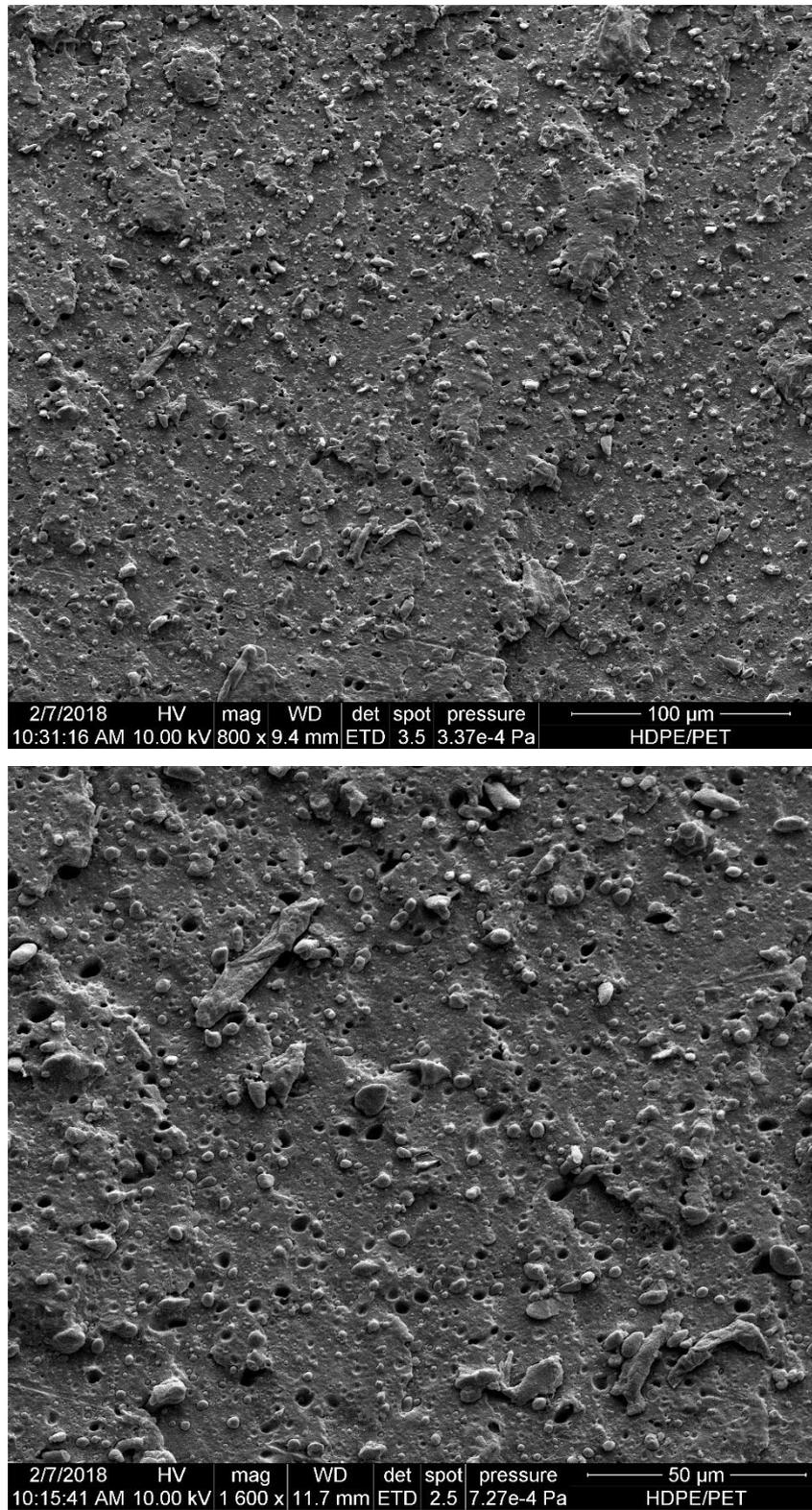
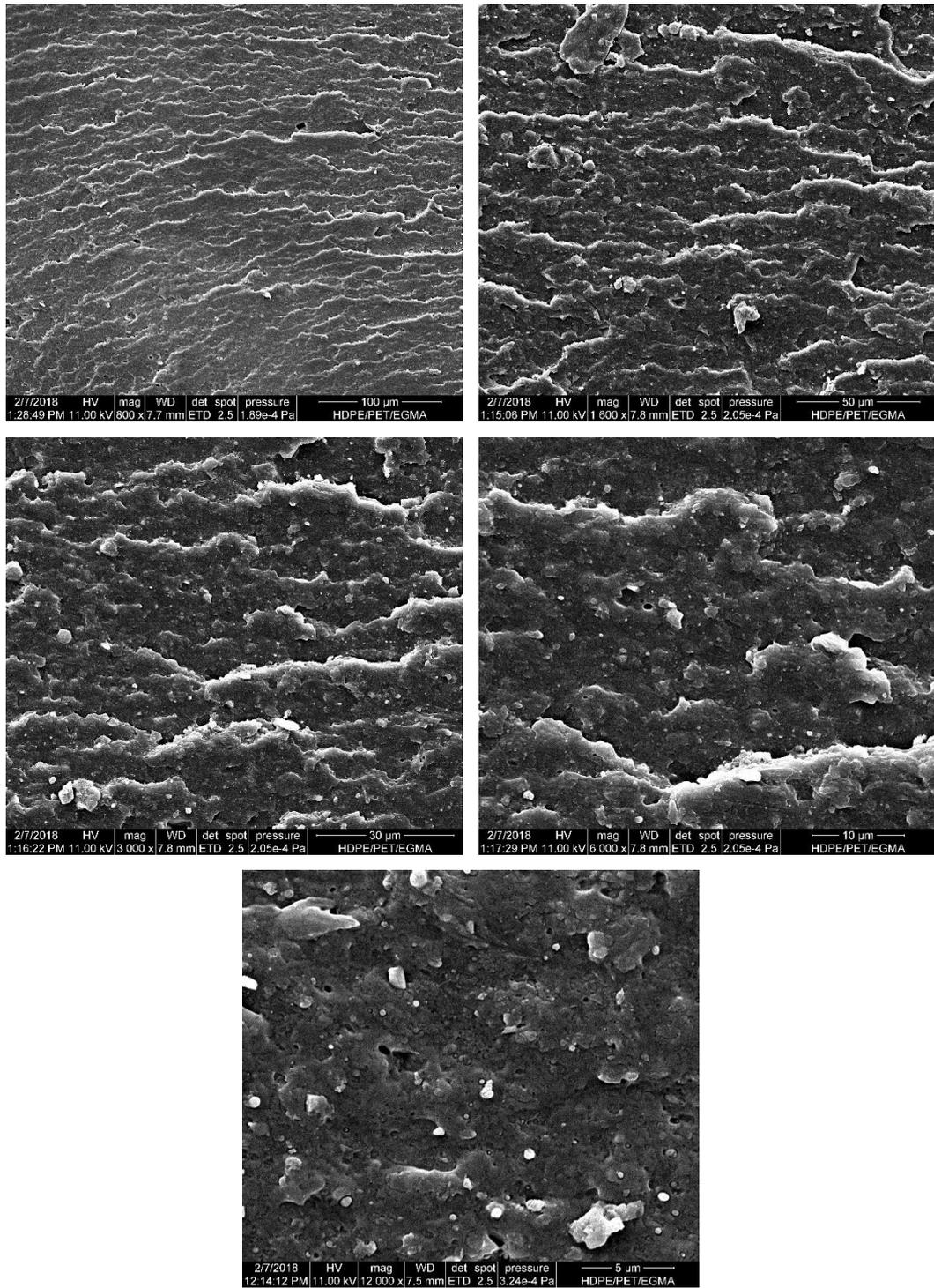


Figura E.1 Micrografías de rHDPE/rPET



**Figura E.2 Micrografías de rHDPE/rPET/EGMA**

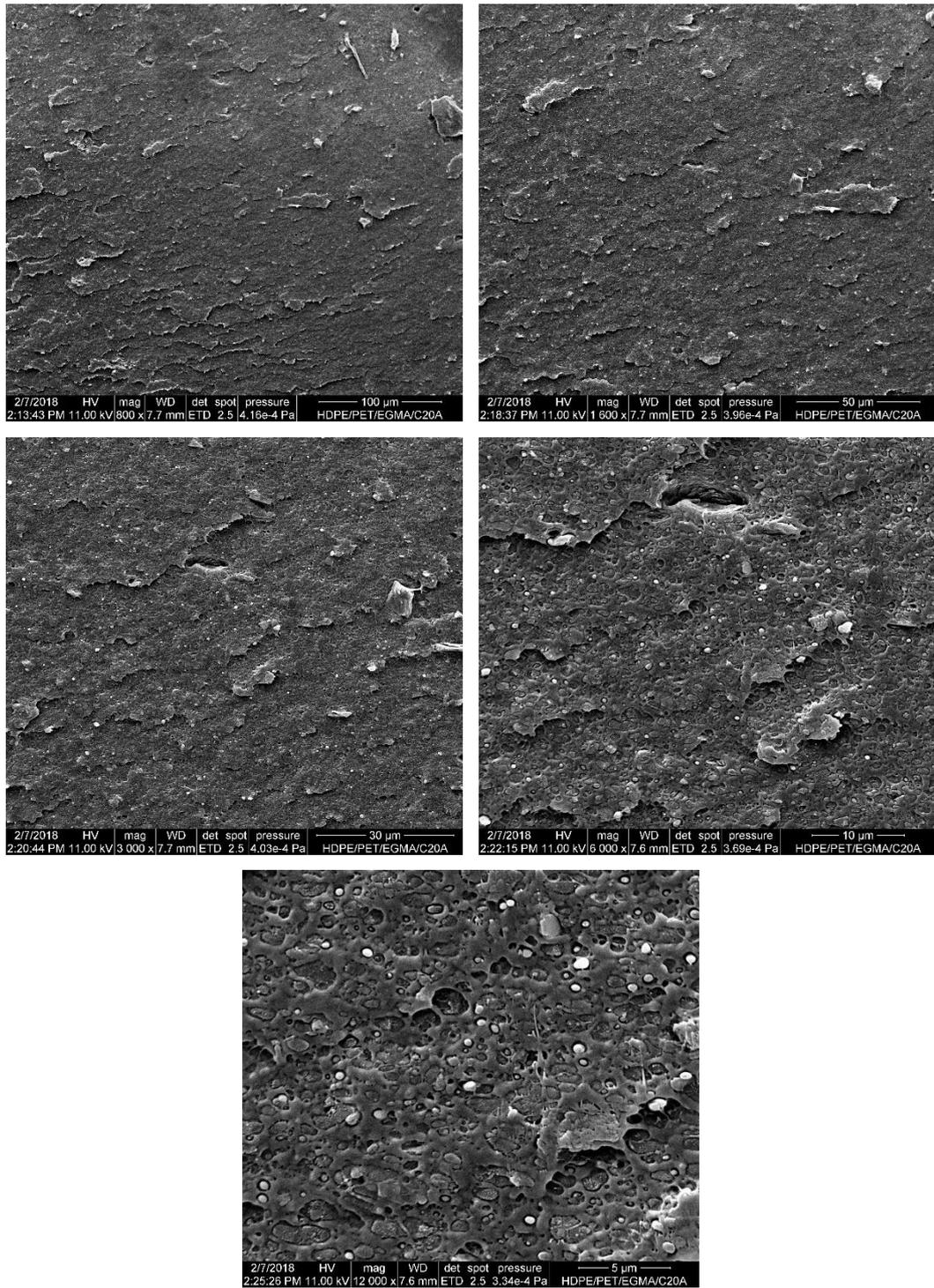
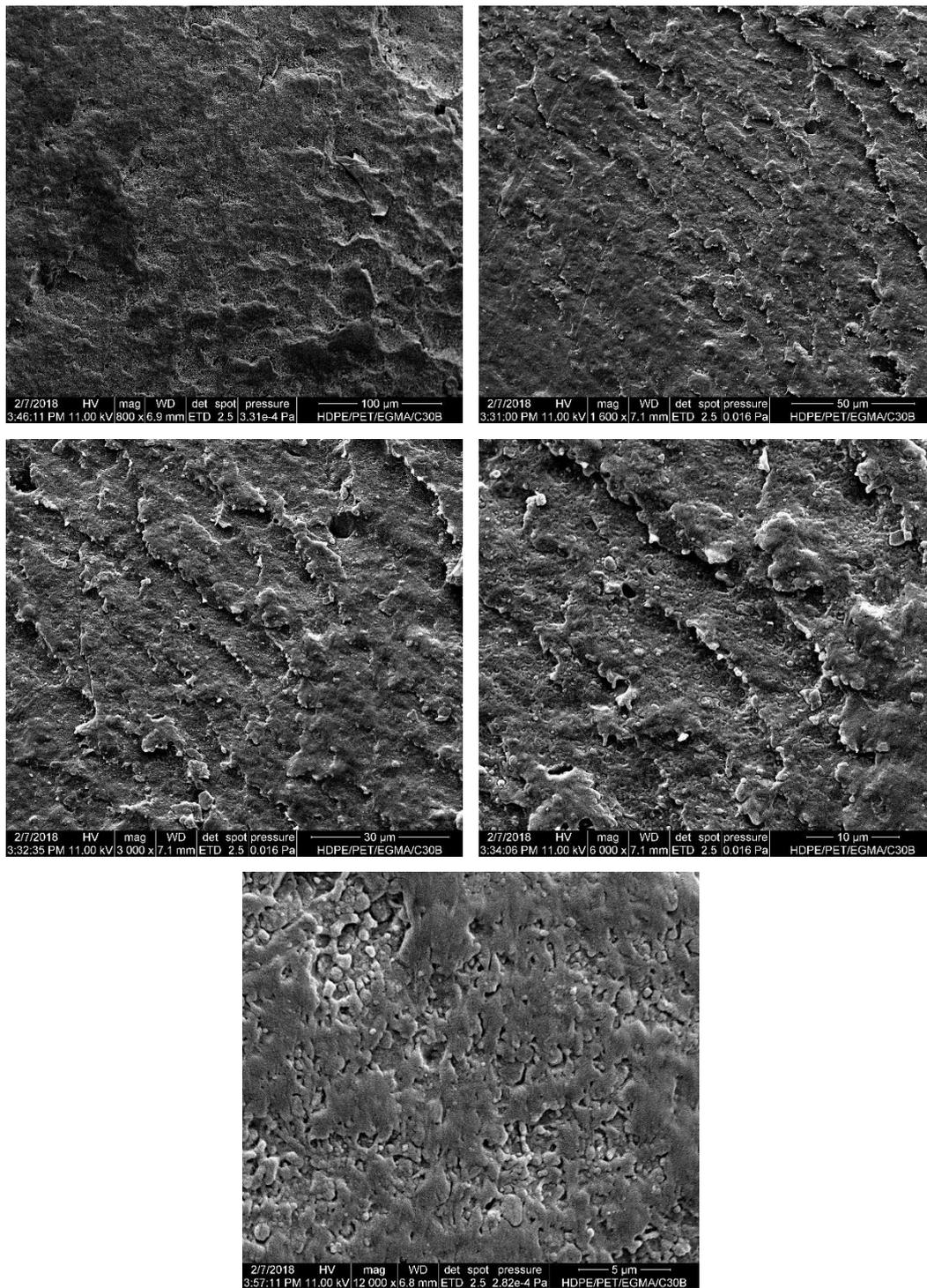


Figura E.3 Micrografías de rHDPE/rPET/EGMA/C20A



**Figura E.4 Micrografías de rHDPE/rPET/EGMA/C30B**

## APÉNDICE F

### Fichas técnicas

# LOTADER® AX8840

## Ethylene - Glycidyl Methacrylate copolymer

### DESCRIPTION

LOTADER® AX8840 is a random copolymer of ethylene and glycidyl methacrylate, polymerized by high-pressure autoclave process.

- Glycidyl methacrylate gives reactivity (versus OH, COOH and NH<sub>2</sub> groups), leading to optimal dispersion during melt mixing with engineering thermoplastics.
- As an ethylene copolymer, LOTADER® AX8840 is compatible with LDPE in all proportions, and with almost all other ethylene copolymers.
- LOTADER® AX8840 exhibits good adhesion on PET, PBT, PPS, metal, paper, glass.

### TYPICAL PROPERTIES

Characteristics	Value	Unit	Test Method
Glycidyl Methacrylate content	8	% Wt	FTIR (internal method)
Melt Index (190°C / 2.16 kg)	5	g/10min	ISO 1133 / ASTM D1238
Melting point	106	°C	ISO 11357-3
Density	0.94	g/cm <sup>3</sup>	ISO 1183 / ASTM D1505
Vicat softening temperature (10N) <sup>(1)</sup>	87	°C	ISO 306 / ASTM D1525
Flexural modulus <sup>(1)</sup>	85	MPa	ISO 178 / ASTM D790
Elongation at break <sup>(1)</sup>	400	%	ISO 527-2 / ASTM D638
Tensile strength at break <sup>(1)</sup>	8	MPa	ISO 527-2 / ASTM D638
Hardness Shore D (at 1s) <sup>(1)</sup>	50		ISO 868 / ASTM D2240

<sup>(1)</sup> On compression molded samples.

### APPLICATIONS

Due to its reactivity induced by the glycidyl methacrylate, LOTADER® AX8840 can be use as a compatibilizer for polyesters/polyolefins blends and as an adhesive for some laminate structures (polyolefins/polyesters, polyolefins/PPS etc.).

For more detailed information and recommendations regarding your specific application, please contact your local ARKEMA technical representative.

**LOTADER**<sup>®</sup>  
BY ARKEMA

# LOTADER® AX8840

## PROCESSING

Heat stability of acrylate comonomers allows processing temperatures as high as for polyesters (PBT, PET) and PPS, which is the main material using **LOTADER® AX8840** as impact modifier or compatibilizer.

**CAUTION: LOTADER® AX8840** reacts with polymers containing maleic anhydride and acid. This reaction may generate gels or can block an extruder if not controlled. Extruders must be thoroughly purged before and after extruding **LOTADER® AX8840**.

## STORAGE, HANDLING AND SAFETY

**LOTADER® AX8840** should be stored in dry conditions and be kept out of moisture in an aerated building. Improper storage conditions may cause degradation and could have consequences on physical properties of the product.

Safety data sheet as well as information on handling and storage of the **LOTADER® AX8840** is available upon request to your ARKEMA representative or on the web site [lotader.com](http://lotader.com).

## SHELF LIFE

Two years from the date of delivery, in unopened packaging. For any use above this limit, please refer to our technical services.

April 2014

The products described in the brochure are not Medical grades designated for Medical Device applications. Arkema has implemented an Internal Medical Policy regarding the use of Arkema products in Medical Devices applications that are in contact with the body or circulating bodily fluids. Arkema has designated Medical grades to be used for such Medical Device applications. Products that have not been designated as Medical grades are not authorized by Arkema for use in Medical Device applications that are in contact with the body or circulating bodily fluids. In addition, except for limited cases as determined by the Medical Device Policy, Arkema strictly prohibits the use of any Arkema products in Medical Device applications that are implanted in the body or in contact with bodily fluids or tissues for greater than 30 days.

The statements, technical information and recommendations contained herein are believed to be accurate as of the date hereof. Since the conditions and methods of use of the product and of the information referred to herein are beyond our control, ARKEMA expressly disclaims any and all liability as to any results obtained or arising from any use of the product or reliance on such information; NO WARRANTY OF FITNESS FOR ANY PARTICULAR PURPOSE, WARRANTY OF MERCHANTABILITY OR ANY OTHER WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, IS MADE CONCERNING THE GOODS DESCRIBED OR THE INFORMATION PROVIDED HEREIN. The information provided herein relates only to the specific product designated and may not be applicable when such product is used in combination with other materials or in any process. The user should thoroughly test any application before commercialization. Nothing contained herein constitutes a license to practice under any patent and it should not be construed as an inducement to infringe any patent and the user is advised to take appropriate steps to be sure that any proposed use of the product will not result in patent infringement. See MSDS for Health & Safety Considerations.

Arkema Functional Polyolefins  
420, rue d'Estienne d'Orves  
92705 Colombes Cedex - France  
[arkema.com](http://arkema.com) - [lotader.com](http://lotader.com)

**ARKEMA**  
INNOVATIVE ARKEMIENRY

ARKEMA - Société anonyme au capital de 614 927 940 euros - 445 074 085 RCS Nanterre



Southern Clay Products, Inc.  
 1212 Church Street  
 Gonzales, TX 78629  
 Phone: 800-324-2831  
 Fax: 830-672-1903  
 www.scpod.com

## Cloisite® 20A

### Typical Physical Properties Bulletin

**Description:**

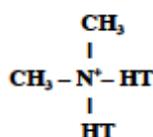
Cloisite® 20A is a natural montmorillonite modified with a quaternary ammonium salt.

**Designed Used:**

Cloisite® 20A is an additive for plastics to improve various plastic physical properties, such as reinforcement, HDT, CLTE and barrier.

**Typical Properties:**

Treatment/Properties:	Organic Modifier (1)	Modifier Concentration	% Moisture	% Weight Loss on Ignition
Cloisite® 20A	2M2HT	95 meq/100g clay	< 2%	38%



Where HT is Hydrogenated Tallow (~65% C18; ~30% C16; ~5% C14)

**Anion: Chloride**

(1) 2M2HT: dimethyl, dehydrogenated tallow, quaternary ammonium

Typical Dry Particle Sizes: (microns, by volume)

10% less than:	50% less than:	90% less than:
2 $\mu$	6 $\mu$	13 $\mu$

Color: Off White

Density:

Loose Bulk, lbs/ft <sup>3</sup>	Packed Bulk, lbs/ft <sup>3</sup>	Density, g/cc
7.35	13.55	1.77

X Ray Results:  $d_{001} = 24.2\text{\AA}$

For additional information or technical assistance contact Southern Clay Products, Inc. toll free at 800-324-2891.

Disclaimer of Warranty: The information presented herein is believed to be accurate but is not to be taken as a warranty, guarantee, or representation for which we assume legal responsibility. This information does not grant permission, license, or any rights or recommendations to practice any form of proprietary intellectual property without obtaining the appropriate license or grant from the property owner. The information is offered solely for your consideration, investigation and verification, but you must determine the suitability of the product for your specific application. The purchaser assumes all risk of use of handling the material, including but not limited to transferring the material within purchaser's facilities, using the material in applications specified by the purchaser and handling any product which includes the material, whether or not in accordance with any statements made herein.



Southern Clay Products, Inc.  
 1212 Church Street  
 Gonzales, TX 78629  
 Phone: 800-324-2831  
 Fax: 830-672-1903  
 www.scpod.com

**Cloisite® 30B**

**Typical Physical Properties Bulletin**

**Description:**

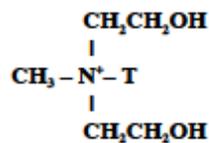
Cloisite® 30B is a natural montmorillonite modified with a quaternary ammonium salt.

**Designed Used:**

Cloisite® 30B is an additive for plastics to improve various plastic physical properties, such as reinforcement, HDT, CLTE and barrier.

**Typical Properties:**

<u>Treatment/Properties:</u>	Organic Modifier (1)	Modifier Concentration	% Moisture	% Weight Loss on Ignition
Cloisite® 30B	MT2EtOH	90 meq/100g clay	< 2%	30%



Where T is Tallow (~65% C18; ~30% C16; ~5% C14)

**Anion: Chloride**

(1) MT2EtOH: methyl, tallow, bis-2-hydroxyethyl, quaternary ammonium

Typical Dry Particle Sizes: (microns, by volume)

10% less than:	50% less than:	90% less than:
2µm	6µm	13µm

Color: Off White

Density:

Loose Bulk, lbs/ft <sup>3</sup>	Packed Bulk, lbs/ft <sup>3</sup>	Density, g/cc
14.25	22.71	1.98

X Ray Results:  $d_{001} = 18.5\text{\AA}$

For additional information or technical assistance contact Southern Clay Products, Inc. toll free at 800-324-2891.

Disclaimer of Warranty: The information presented herein is believed to be accurate but is not to be taken as a warranty, guarantee, or representation for which we assume legal responsibility. This information does not grant permission, license, or any rights or recommendations to practice any form of proprietary intellectual property without obtaining the appropriate license or grant from the property owner. The information is offered solely for your consideration, investigation and verification, but you must determine the suitability of the product for your specific application. The purchaser assumes all risk of use of handling the material, including but not limited to transferring the material within purchaser's facilities, using the material in applications specified by the purchaser and handling any product which includes the material, whether or not in accordance with any statements made herein.