



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**ESTUDIO DE LA RESISTENCIA A LA HIDRÓLISIS DE UNA MEZCLA
COMPATIBILIZADA DE POLICARBONATO CON POLIETILENO DE ALTA
DENSIDAD, RECICLADOS**

**TESIS
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERA QUÍMICA**

**PRESENTA:
PATRICIA CARMONA IRENE**



MÉXICO, D.F.

2013



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: Profesor: MARCO ANTONIO URESTI MALDONADO

VOCAL: Profesor: CARLOS GUZMÁN DE LAS CASAS

SECRETARIO: Profesor: ALFREDO MACIEL CERDA

1er. SUPLENTE: Profesor: FRANCISCO LÓPEZ SERRANO

2° SUPLENTE: Profesor: ÁNGEL ENRIQUE CHÁVEZ CASTELLANOS

**SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES, UNAM.**

ASESOR DEL TEMA:

DR. ALFREDO MACIEL CERDA

SUSTENTANTE:

PATRICIA CARMONA IRENE

*Cada quien tiene un punto de vista diferente. Tal vez, si se lograra
juntar cada uno de ellos, se tendría una visión completa de las
cosas.*

Patricia Carmona Irene, 2012.



"Por mi raza hablará el espíritu"

José Vasconcelos, 1921.

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
ÍNDICE GENERAL.....	I
ÍNDICE DE FIGURAS	IV
ÍNDICE DE TABLAS.....	IX
ABREVIATURAS	XI
RESUMEN	XII
1. INTRODUCCIÓN.....	1
OBJETIVOS	3
HIPÓTESIS	3
2. ANTECEDENTES	4
2.1 HIDRÓLISIS.....	4
2.2 MEZCLAS DE POLÍMEROS	6
2.2.1 Miscibilidad y termodinámica de las mezclas poliméricas	8
2.2.2 Mezclas policarbonato (PC)/polietileno (PE).....	10
2.3 MATERIALES ESTUDIADOS	12
2.3.1 Policarbonato.....	12
2.3.2 Polietileno de baja densidad	17
2.3.3 Polietileno de alta densidad	19
2.4 RECICLADO DE MATERIALES.....	20
2.4.1 Recuperación y reciclaje del policarbonato.....	21
2.4.2 Recuperación y reciclaje del polietileno de alta densidad...	23
2.5 EXTRUSIÓN	23
2.5.1 Extrusión reactiva	26

2.6 INYECCIÓN	26
2.7 INJERTO DE ANHÍDRIDO MALEICO EN POLIETILENO	27
3. CARACTERIZACIÓN.....	30
3.1 PROPIEDADES MECÁNICAS	30
3.2 MICROSCOPIA ÓPTICA	33
3.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB).....	35
3.4 CALORIMETRÍA DE BARRIDO DIFERENCIAL (DSC)	38
3.5 INFRARROJO (IR).....	40
3.5.1 Reflexión total atenuada	41
3.5.2 Reflexión especular	42
3.5.3 Reflexión difusa	42
4. DESARROLLO EXPERIMENTAL	43
4.1 MATERIALES EMPLEADOS	44
4.2 REACTIVOS	45
4.3 EQUIPO	46
4.4 MEZCLAS PCr/PEADr	47
4.4.1 Secado de materiales	47
4.4.2 Extrusión para mezclas PCr/PEADr.....	48
4.4.3 Inyección de mezclas PCr/PEADr sin compatibilizante	49
4.4.4 Hidrólisis de las muestras	51
4.4.5 Pruebas de tracción	52
4.5 MECANISMO DE REACCIÓN PARA EL INJERTO DE ANHÍDRIDO MALEICO EN PEBD.	53
4.6 INFRARROJO.....	57
4.7 MEZCLAS 80-20 PCr/PEADr CON COMPATIBILIZANTE.....	57
4.8 CALORIMETRÍA DE BARRIDO DIFERENCIAL (DSC)	58
4.9 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB).....	58

4.9.1 Preparación de las muestras para el MEB.....	59
4.10 MICROSCOPIA ÓPTICA	60
5. RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	61
5.1 MEZCLAS PCr/PEADr	61
5.1.1 Propiedades mecánicas a la tensión de PCr, PEADr y sus mezclas, sin hidrólisis.	61
5.1.2 Propiedades mecánicas a la tensión, después de la hidrólisis.	64
5.2 CARACTERIZACIÓN DEL COMPATIBILIZANTE POR INFRARROJO..	67
5.3 PROPIEDADES MECÁNICAS A LA TENSIÓN DEL PCv, PCr, PEADv, PEADr Y SUS MEZCLAS COMPATIBILIZADAS Y SOMETIDAS A HIDRÓLISIS.....	69
5.4 CARACTERIZACIÓN DEL PCv, PCr, PEADv, PEADr Y SUS MEZCLAS COMPATIBILIZADAS.	74
5.4.1 Calorimetría de Barrido Diferencial (DSC)	74
5.4.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	75
5.4.3 Microscopía Óptica	83
6. CONCLUSIONES.....	87
7. RECOMENDACIONES	89
8. GLOSARIO	90
9. BIBLIOGRAFÍA	91
10. ANEXO I.....	96
11. ANEXO II.....	98
12. ANEXO III.....	104
13. ANEXO IV	110
14. ANEXO V	113
15. ANEXO VI	116

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Diagrama que representa la hidrólisis del enlace éster del policarbonato, [Wade V. Welshons, 2006].....	5
Figura 2. Evolución de ΔG_m en función de la composición de la mezcla A+B, [A. García Loera, 2003].....	8
Figura 3. Esquema de las estructuras obtenidas en una separación de fases...	9
Figura 4. Producto de la reacción entre bisfenol A e hidróxido de sodio.	13
Figura 5. Reacción entre la sal sódica de bisfenol A con fosgeno.	13
Figura 6. Unidad repetitiva del Policarbonato de bisfenol A.	13
Figura 7. Disco compacto (CD)	16
Figura 8. Distribución de los materiales que componen un CD	16
Figura 9. Dimensiones de un CD de acuerdo a la norma internacional ISO 10090 ECMA-130.....	17
Figura 10. Molécula de polietileno ramificado, o PEBD.....	18
Figura 11. Molécula del polietileno lineal, o PEAD	19
Figura 12. Discos compactos de policarbonato	22
Figura 13. Esquema de una extrusora de husillo simple.....	24
Figura 14. Zonas características para extrusoras de un sólo husillo. ..	25
Figura 15. Inyectora de husillo reciprocante, [M. Beltrán Rico y A. Marcilla Gomis, 2012].....	27
Figura 16. Generación de radicales a partir del peróxido de benzoilo.....	27
Figura 17. Reacción de injerto del AHM en PEBD	28
Figura 18. Injerto de AHM en la cadena de PEBD	28
Figura 19. Oligoradical.	28
Figura 20. Formación de injerto de AHM en PEBD.	29
Figura 21. Reacción sucesiva de injerto.....	29
Figura 22. Entrecruzamiento e injerto de oligómeros de AHM.	29
Figura 23. Esquema representativo de un ensayo de tracción.....	30
Figura 24. Diagrama tensión-deformación de un material dúctil, [D. J. Chacón, J. E. Huerfano y M. C. Escalante., 2009].....	32
Figura 25. Esquema de microscopio óptico.....	34
Figura 26. Esquema de un microscopio electrónico de barrido.....	36

Figura 27. Comportamiento de electrones al chocar con la materia, [Ubero Pascal, 2008].	37
Figura 28. Esquema de un aparato de DSC, [Albella, J.M. <i>et al</i> , 1993].	38
Figura 29. Representación esquemática de un termograma obtenido por DSC, correspondiente a una transición de primer orden, [Martínez N., A. Grau, Chiralt B., y Fito M., 1998].	39
Figura 30. Representación esquemática de un termograma obtenido por DSC correspondiente a una transición de segundo orden, [Martínez N. <i>et al</i> , 1998].	39
Figura 31. Termograma obtenido con DSC de un polímero semicristalino, [Cornement, 2011].	40
Figura 32. Diagrama simplificado de un espectrómetro por transformada de Fourier, [Gómez y Murillo, 2011].	41
Figura 33. Extrusor de tornillo simple marca Nieto	48
Figura 34. Molde normalizado ASTM-D638	50
Figura 35. Dimensiones de una probeta tipo halterio empleada en ensayos de tracción, [Sánchez Mora, 2003].	52
Figura 36. Ensayo de tensión.	52
Figura 37. Formación de radicales libres.	53
Figura 38. Injerto de AHM en PEBD.	53
Figura 39. Reacción de injerto del Bis A en PEBD-g-AHM.	53
Figura 40. Microscopio electrónico de barrido marca JEOL.	59
Figura 41. Ion-sputter JEOL modelo JFC-1100E.	60
Figura 42. Gráfica de resistencia a la tensión (MPa) del PCr, PEADr y sus mezclas sin hidrólisis.	61
Figura 43. Variación del módulo elástico del PCr, PEADr y sus mezclas sin hidrólisis.	62
Figura 44. Variación del % de deformación en función del PCr, PEADr y sus mezclas.	63
Figura 45. Variación de la resistencia a la tensión en función de las mezclas PCr/PEADr, de acuerdo a los ciclos de hidrólisis.	64
Figura 46. Variación del módulo en función de la mezcla PCr/PEADr, de acuerdo a los ciclos de hidrólisis.	65

Figura 47. Deformación (%) de las muestras PCv, PCr, PEADv, PEADr y sus mezclas en función de los ciclos de hidrólisis.	66
Figura 48. Espectro del compatibilizante 1.5M-BisA	67
Figura 49. Resistencia a la tensión (MPa) vs ciclos de hidrólisis.	69
Figura 50. Módulo elástico vs ciclos de hidrólisis	71
Figura 51. % Deformación vs ciclos de hidrólisis	73
Figura 52. Ampliación de la escala en Y de 0 a 120 % de deformación de la figura 51.	73
Figura 53. Termograma de una mezcla inmiscible de (80-20) PCr/PEADr en ausencia de compatibilizante.	75
Figura 54. Muestra de policarbonato reciclado con treinta ciclos de hidrólisis .	76
Figura 55. Micrografías tomadas a 5,000 aumentos, (a) PCr sin hidrólisis, (b) PCv sin hidrólisis, (c) PCr con 30 ciclos de hidrólisis y (d) PCv con 30 ciclos de hidrólisis.	77
Figura 56. Micrografías de PEADr con 30 ciclos de hidrólisis	78
Figura 57. Micrografía de la mezcla (80-20) PCr/PEADr sin compatibilizante a 1,000X.....	79
Figura 58. Micrografía de la mezcla (80-20) PCr/PEADr sin compatibilizante a 5,000X.....	79
Figura 59. Micrografía de la mezcla (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (75g) a 1,000X.....	80
Figura 60. Micrografía de la mezcla (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (75g) a 5,000X.....	80
Figura 61. Micrografía de la mezcla (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (150g) a 1,000X.....	81
Figura 62. Micrografía de la mezcla (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (150g) a 5,000X.....	82
Figura 63. Micrografías con luz transmitida de una probeta de policarbonato no sometida a hidrólisis.....	83
Figura 64. Probeta de policarbonato virgen sin hidrólisis.	83
Figura 65. Probeta de policarbonato virgen expuesta a 10 ciclos de hidrólisis.	84
Figura 66. Probeta de policarbonato virgen sometida a 30 ciclos de hidrólisis.	84

Figura 67. Acercamiento de una probeta de policarbonato con 30 ciclos hidrólisis.	85
Figura 68. Micrografías con luz transmitida de una probeta de policarbonato expuesta a 30 ciclos de hidrólisis.	85
Figura 69. Micrografía de una fisura con anillos concéntricos.	86
Figura 70. Espectro infrarrojo del compatibilizante 1.5M.	98
Figura 71. Espectro infrarrojo del compatibilizante 3M.	98
Figura 72. Espectro infrarrojo del compatibilizante 3M-Bis A.	99
Figura 73. Espectro infrarrojo del compatibilizante 6M.	99
Figura 74. Espectro infrarrojo del compatibilizante 6M-Bis A.	100
Figura 75. Espectro infrarrojo del anhídrido maleico.	100
Figura 76. Espectro infrarrojo del bisfenol A.	101
Figura 77. Espectro infrarrojo del peróxido de benzoilo.	101
Figura 78. Espectro infrarrojo de polietileno de baja densidad.	102
Figura 79. Espectro infrarrojo del policarbonato reciclado.	102
Figura 80. Espectro infrarrojo del polietileno de alta densidad reciclado.	103
Figura 81. Micrografía de policarbonato virgen sin hidrólisis a 1,000 aumentos.	104
Figura 82. Micrografía de policarbonato virgen sin hidrólisis a 5,000 aumentos.	104
Figura 83. Micrografía de policarbonato virgen con 30 ciclos de hidrólisis a 1,000 aumentos.	105
Figura 84. Micrografía de policarbonato virgen con 30 ciclos de hidrólisis a 5,000 aumentos.	105
Figura 85. Micrografía de policarbonato reciclado sin hidrólisis a 1,000 aumentos.	106
Figura 86. Micrografía de policarbonato reciclado sin hidrólisis a 1,000 aumentos.	106
Figura 87. Micrografía de polietileno de alta densidad virgen sin hidrólisis a 1,000 aumentos.	107
Figura 88. Micrografía de polietileno de alta densidad virgen sin hidrólisis a 5,000 aumentos.	107

Figura 89. Micrografía de polietileno de alta densidad virgen con 30 ciclos de hidrólisis a 1,000 aumentos.....	108
Figura 90. Micrografía de polietileno de alta densidad virgen con 30 ciclos de hidrólisis a 5,000 aumentos.....	108
Figura 91. Micrografía de polietileno de alta densidad reciclado sin hidrólisis a 1,000 aumentos.....	109
Figura 92. Micrografía de polietileno de alta densidad reciclado sin hidrólisis a 5,000 aumentos.....	109
Figura 93. Probeta de policarbonato virgen con 20 ciclos de hidrólisis	110
Figura 94. Micrografía de una muestra de policarbonato virgen sometida a hidrólisis.	110
Figura 95. Micrografía de una muestra de policarbonato virgen sometida a hidrólisis.	111
Figura 96. Microcavidades en una muestra de policarbonato virgen sometida a hidrólisis.	111
Figura 97. Apreciación de anillos concéntricos que dan lugar a la microcavidad.	112
Figura 98. Termograma de polietileno de alta densidad reciclado (PEADr)...	113
Figura 99. Termograma de polietileno de alta densidad virgen (PEADv).....	113
Figura 100. Termograma de policarbonato reciclado (PCr).....	114
Figura 101. Termograma de policarbonato virgen (PCv).....	114
Figura 102. Termograma de una mezcla inmiscible de (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (75g).	115
Figura 103. Termograma de una mezcla inmiscible de (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (150g).	115
Figura 104. Gráfica de tiempo de vida media del peróxido de benzoilo con respecto a la temperatura.....	116
Figura 105. Gráfica de concentración de peróxido de benzoilo con respecto a la temperatura.....	116
Figura 106. Gráfica de tiempo de vida media del peróxido de cumilo con respecto a la temperatura.....	117

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Propiedades generales del policarbonato.	14
Tabla 2. Propiedades químicas del policarbonato.....	15
Tabla 3. Especificaciones del policarbonato virgen.....	44
Tabla 4. Especificaciones para el polietileno de alta densidad.....	44
Tabla 5. Especificaciones del polietileno de alta densidad reciclado.	45
Tabla 6. Especificaciones del anhídrido maleico.....	45
Tabla 7. Especificaciones del bisfenol A	45
Tabla 8. Especificaciones del peróxido de benzoilo	46
Tabla 9. Especificaciones de acetona anhidra	46
Tabla 10. Proporciones de muestras.....	47
Tabla 11. Temperaturas de procesamiento para las mezclas con mayor porcentaje de PC.....	49
Tabla 12. Temperaturas de procesamiento para las mezclas con mayor porcentaje de PEAD.....	49
Tabla 13. Especificaciones de la inyectora para cada muestra.....	50
Tabla 14. Perfil de temperaturas para las muestras PCv, PCr, PCr/PEADr, PEADv y PEADr.....	51
Tabla 15. Gramos de AHM por cada 100 gramos de PEBD	54
Tabla 16. Gramos calculados de BPO de acuerdo a los gramos de AHM empleados.....	54
Tabla 17. Proporciones de AHM y BPO para 700 gramos de PEBD	54
Tabla 18. Perfil de temperaturas para la extrusión de compatibilizantes	55
Tabla 19. Cantidades obtenidas después de la extrusión de PEBD-g-AHM. ...	55
Tabla 20. Proporción en gramos y moles de bisfenol A con respecto a la cantidad de AHM en el compatibilizante.....	56
Tabla 21. Temperaturas de extrusión para los compatibilizantes PEBD-g-AHM-Bis A.....	56
Tabla 22. Claves y cantidades de los compatibilizantes PEBD-g-AHM-Bis A..	57
Tabla 23. Cantidad en gramos del compatibilizante 1,5M-BisA para la mezcla 80-20 PCr/PEADr.....	57

Tabla 24. Temperaturas de extrusión para las mezclas 80-20 PCr/PEADr con compatibilizante.....	57
Tabla 25. Temperaturas de inyección para las mezclas 80-20 PCr/PEADr con compatibilizante.....	58

ABREVIATURAS

Policarbonato virgen	PCv
Policarbonato reciclado	PCr
Polietileno de Alta Densidad virgen	PEADv
Polietileno de Alta Densidad reciclado	PEADr
Anhídrido Maleico	AHM
Bisfenol A	Bis A
Peróxido de Benzoilo	BPO
Módulo Elástico	E
Mega Pascal	MPa
Microscopía Electrónica de Barrido	MEB
Calorimetría de Barrido Diferencial	DSC
Infrarrojo	IR
Infrarrojo por Transformada de Fourier	FT-IR
Temperatura de transición vítrea	Tg

RESUMEN

En este estudio se evaluó el efecto de la hidrólisis en una mezcla de policarbonato/polietileno de alta densidad (80-20), reciclados. Se injertó, en diferentes proporciones, anhídrido maleico y bisfenol A en polietileno de baja densidad (BisA-MAH-g-PEBD) (MAH-g-PEBD), para ello se empleó un extrusor de husillo simple. Posteriormente, dichos injertos fueron analizados con infrarrojo, para saber si se habían llevado a cabo, una vez evaluados los resultados se comprobó que la única muestra injertada fue la que contenía 1.5 g de MAH-Bis A (2:1 peso mol), éste se incluyó como compatibilizante en la mezcla PCr/PEADr en dos proporciones diferentes, con el fin de obtener un material miscible. Dichas muestras fueron extrudidas y luego inyectadas. Los especímenes obtenidos por inyección fueron expuestos a diez, veinte y treinta ciclos de hidrólisis para evaluar el daño ocasionado por el agua a altas temperaturas. Este efecto se analizó con pruebas de tensión, posteriormente el área transversal de las muestras fracturadas fue observada por MEB. Las micrografías mostraron una mejor adhesión de las fases cuando se tenía mayor cantidad de compatibilizante, los resultados de las pruebas mecánicas indican que la mezcla PCr/PEADr con y sin compatibilizante no se ve afectada por la hidrólisis, mientras que las propiedades mecánicas a la tensión del policarbonato sin polietileno disminuyen drásticamente, debido a la formación de microcavidades en su interior.

1. INTRODUCCIÓN

El policarbonato (PC) es un polímero de ingeniería con muchas aplicaciones debido a su alta resistencia y buena procesabilidad. Sin embargo, el policarbonato generalmente presenta gran afinidad por el agua, lo cual provoca rupturas en la cadena principal así como en las cadenas laterales. Esto causa una disminución del peso molecular y, por lo tanto, un cambio no deseado en las propiedades mecánicas.

Recientemente se han realizado estudios sobre la hidrólisis del policarbonato y se han propuesto algunas soluciones tales como: la mezcla de PC con Hytrel (elastómero de poliéster termoplástico) e incluso la adición de arena y arcillas como montmorillonita, todas estas con el principal objetivo de disminuir su degradación por hidrólisis, pero hasta la fecha ninguna de estas parece haber tenido éxito.

De la misma forma, las mezclas de PC/PE han sido objeto de muchos estudios desde hace tres décadas, durante este periodo, se ha analizado la morfología de la mezcla compatibilizada de PC/PE con extrusor de doble husillo, así como estudios sobre la estructura en fractura por impacto en mezclas de PC/PE, moldeadas a diferentes temperaturas.

Debido a que la mezcla de PC/PE es inmisible, se han desarrollado distintos compatibilizantes con diferentes compuestos, entre ellos fenóxido de sodio y un ionómero de sodio de un copolímero de ácido metacrílico en etileno. Ambos componentes del compatibilizante son capaces de reaccionar con el policarbonato, para producir cadenas de polímero ramificado. Esto le confiere un grado de compatibilización a la mezcla de policarbonato con polietileno de alta densidad. Sin embargo, a mayor contenido de sodio en el compatibilizante, se dan reacciones de entrecruzamiento en el policarbonato, lo cual provoca una alta fragilidad.

Por otra parte, también se ha empleado irradiación de rayos gamma para la compatibilización de la mezcla PC/PE; la superficie del polietileno de ultra alto peso molecular (PEUAPM) en polvo fue tratada con rayos gamma, para inducir la unión de moléculas de oxígeno en la cadena molecular del PEUAPM.

Aunque se han encontrado numerosos estudios sobre la mezcla de PC/PE no se han estudiado los efectos de la hidrólisis en dicha mezcla.

El estudio de la resistencia a la hidrólisis es muy importante en aplicaciones donde el material está sometido al ataque por agua a alta temperatura, como ocurre en los contenedores de agua de los calentadores solares. Con el objetivo de incrementar la resistencia a la hidrólisis del PC reciclado, se mezcló con polietileno de alta densidad reciclado (PEADr), ya que el polietileno de alta densidad (PEAD) es un polímero dúctil que presenta buenas propiedades mecánicas, poca absorción a la humedad y bajo costo.

OBJETIVOS

GENERAL

- Desarrollar un nuevo material con mayor resistencia a la hidrólisis, a partir de policarbonato reciclado mediante una mezcla con polietileno de alta densidad reciclado.

PARTICULARES

- Obtener mezclas físicas y compatibilizadas de policarbonato y polietileno, reciclados.
- Desarrollar un compatibilizante para la mezcla policarbonato/polietileno de alta densidad y evaluar su efecto en las propiedades físicas de la mezcla.
- Evaluar el efecto de la hidrólisis en las propiedades mecánicas y morfológicas de la mezcla de policarbonato y polietileno de alta densidad, reciclados.

HIPÓTESIS

- La adición de polietileno de alta densidad incrementará la resistencia a la hidrólisis del policarbonato.
- Las mezclas de policarbonato/polietileno de alta densidad tendrán mejores propiedades mecánicas que el policarbonato puro.
- La adición de un compatibilizante mejorará la miscibilidad de la mezcla.

2. ANTECEDENTES

2.1 HIDRÓLISIS

Los estudios han demostrado un rápido descenso de peso molecular en el policarbonato (PC) en condiciones de calor / humedad. Esto significa que las cadenas de polímero del PC son fragmentadas por moléculas de agua. Esta reducción en el peso molecular conduce a una pérdida de propiedades mecánicas, lo que causa fragilidad en el material.

Un estudio encontró que el peso molecular medio del policarbonato de calidad comercial se redujo a aproximadamente el 65% de su valor inicial; esto después de 40 semanas, con el 100% de humedad relativa a sólo 65 °C. Esta susceptibilidad a la hidrólisis del PC, también tiene implicaciones al procesarlo. Por ello, el policarbonato debe estar seco, y para este fin, se puede utilizar un secador de tolva o bandejas a 120 °C durante 3 o 4 horas. [Fred Hochgraf, 2001 y Sánchez Mora, 2003].

Otro estudio revela que, se han encontrado regiones en el policarbonato de mayor solubilidad en agua, las cuales promueven la formación de microcavidades en el material, cuando éste es sometido a hidrólisis, [L. M. Robeson y S. T. Crisafulli, 1983].

Por otro lado, se reportó que después de que el polímero se saturó con agua a 100°C, y posteriormente fue enfriado a temperatura ambiente. El agua se condensó en forma de cavidades microscópicas, lo cual ocasionó que la presión interna del material aumentara, debido a la gran cantidad de agua presente en la matriz, [H. E. Bair, G. E. Johnson, y R. Merriweather, 1978].

La degradación hidrolítica del policarbonato de bisfenol A, se caracterizó por cromatografía líquida. La cromatografía de exclusión por tamaño, mostró una disminución significativa de la masa molecular como resultado de la hidrólisis, debido a la escisión de las cadenas del polímero y la formación de grupos terminales OH, [L. Coulier, E.R. Kaal, Th. Hankemeier, 2006].

Otros estudios han reportado, que no se encontraron defectos mecánicos cuando el policarbonato fue sumergido en agua a temperatura ambiente, durante un año. Sin embargo, el polímero se encogió un 16% después de estar 30 días en agua a 40°C. Además se observó un encogimiento del polímero de un 55% después de 30 días a 60 °C. Finalmente, se observó una ruptura frágil después de 14 días a 80 °C. Después de enfriar los especímenes de policarbonato expuestos en agua caliente, se apreciaban superficies de aspecto nebuloso. Esto, se debe a que se formaron y se condensaron pequeñas gotas de agua dentro de la matriz, [Ram *et al.*, 1985 y J. T. Chow, 2007].

Gracias a los innumerables estudios sobre la hidrólisis del policarbonato, se sabe que únicamente es susceptible a la hidrólisis a temperaturas elevadas, mientras que a temperatura ambiente es resistente, [Thompson y Klemchuk, 1996].

La literatura también reporta que en presencia de residuos de ácido, el bisfenol A puede descomponerse y generar fenol e ion carbono, [Schweitzer, 2000].

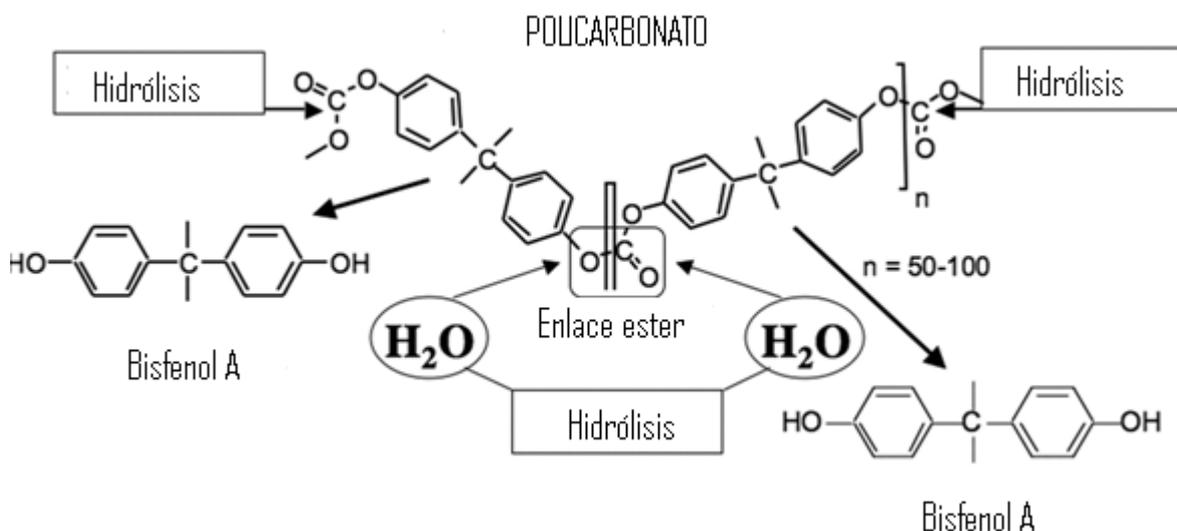


Figura 1. Diagrama que representa la hidrólisis del enlace éster, dicho enlace une las moléculas de bisfenol A, las cuales forman al policarbonato [Wade V. Welshons, 2006].

El bisfenol A es una molécula aromática simétrica, que reacciona en ambos extremos fenólicos en reacciones de polimerización. Para el policarbonato, el bisfenol A normalmente reacciona con fosgeno para formar un enlace éster, el

cual está sujeto a un aumento de hidrólisis a medida que la temperatura se eleva, así como en respuesta a condiciones ácidas o básicas, [Wade V. Welshons, 2006]. Dicho lo anterior, algunos científicos han tratado de disminuir los efectos de la hidrólisis en el policarbonato.

Un estudio reciente se llevó a cabo con policarbonato reciclado de discos, el cual se mezcló con arena, óxido de zinc nanométrico y otros nanocompuestos a base de montmorillonita. El estudio reporta que el policarbonato reciclado presenta mayor degradación por hidrólisis, comparada con el policarbonato virgen. También menciona que la adición de arena logra atenuar la hidrólisis del policarbonato. Sin embargo, debido a la baja adhesión entre los granos de arena y el PCr, se obtiene un material frágil. Por otro lado, al mezclar el PCr con montmorillonita y arena, las propiedades mecánicas disminuyen considerablemente. Finalmente al agregarle óxido de zinc nanométrico al PCr, el estudio menciona que se generan aglomeraciones en la matriz del material, por lo que las propiedades mecánicas también se ven afectadas, [Cortés Arce, 2010].

Otro estudio se llevó a cabo con una mezcla de PCr y Hytrel (elastómero de poliéster termoplástico), después de que las muestras fueron sumergidas en agua durante ciclos de 24h (12h en agua caliente alrededor de 80-90°C y 12h en agua a temperatura ambiente) durante 30 días. Se obtuvo un aumento en el módulo elástico del material, mientras que la resistencia a la tensión disminuyó significativamente, [Casillas Hernández, 2010].

2.2 MEZCLAS DE POLÍMEROS

Las mezclas de polímeros ofrecen la posibilidad de obtener materiales con características especiales complementarias, [A. Valea, 2006].

Las mezclas de polímeros se pueden clasificar principalmente en dos categorías: miscibles e inmiscibles.

En cuanto a las mezclas miscibles se dice que su característica principal es la “versatilidad”, la simple variación de la composición conduce a una innumerable

variedad de materiales, cada uno con propiedades únicas, [O. Olabisi, L.M. Robeson y M.T. Shaw, 1979].

La mezcla polimérica miscible se define como una mezcla homogénea estable. Para los investigadores interesados en problemas industriales prácticos, la mezcla miscible es, en general, aquella que presenta sólo una transición vítrea, [González Lezcano, 1993].

Por otro lado, las mezclas inmiscibles son aquellas en las que los componentes se separan en fases bien definidas, donde el componente de mayor concentración forma la matriz continua, y el segundo componente se encuentra disperso en pequeños dominios. Estos sistemas presentan alta tensión interfacial y una mala adhesión, [W.J. Macknight y R.W. Lenz, 1985].

Generalmente las propiedades mecánicas de este tipo de mezclas, son menores, comparadas con las propiedades promedio de los componentes puros, lo cual disminuye su utilidad, [G. Luengo Rico, 1993].

Una hipótesis menciona que la inmiscibilidad de una mezcla se debe a la baja entropía del sistema, [Wu, S., 1987].

Para mejorar las propiedades de este tipo de mezclas, existen una serie de compuestos denominados agentes compatibilizantes. Un compatibilizante, es aquel que provoca una reducción en el tamaño de las partículas dispersas, lo cual, hace que la zona de contacto entre las dos fases sea mayor, [Fayt R., Hadjiandreou, P. y Teyssie P., 1985].

Numerosos estudios demuestran que la adhesión interfacial influye en gran medida en las propiedades de los compuestos poliméricos. El tamaño, la forma y la distribución de la fase dispersa y la continuidad de la matriz también afectan las propiedades finales, [A. Valea, P.F. Salas, I. Mondragón, F.J. Juanes y M. L. González, 2005].

2.2.1 Miscibilidad y termodinámica de las mezclas poliméricas

De manera general y a una temperatura fija, la miscibilidad puede ser analizada a partir de la curva de energía libre de Gibbs de la mezcla, ΔG_m , en función de la composición de la mezcla (ϕ).

La figura 2 destaca los tres tipos de mezclas que se pueden llegar a obtener.

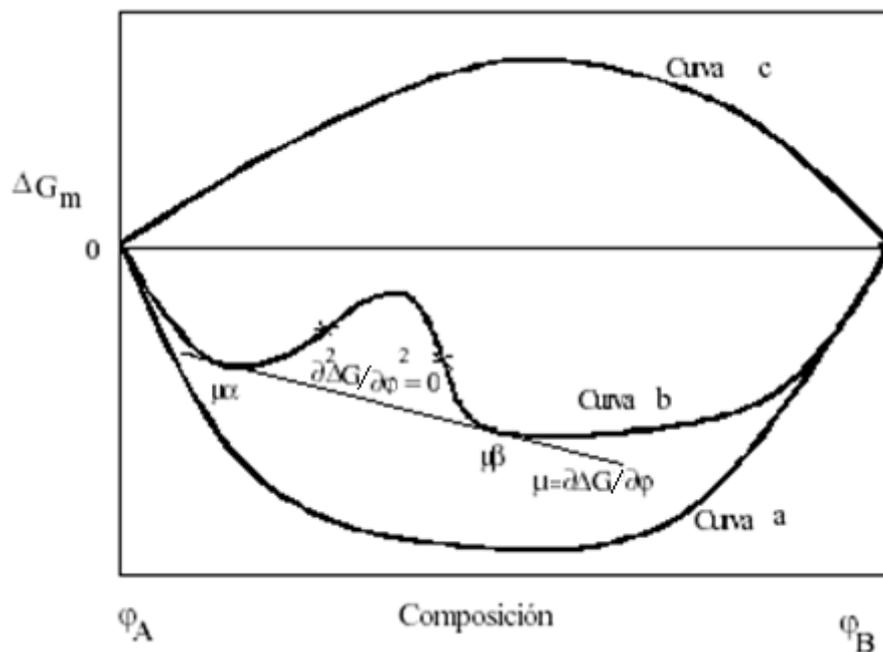


Figura 2. Evolución de ΔG_m en función de la composición de la mezcla A+B, [A. García Loera, 2003]. Donde ΔG_m es la energía libre de Gibbs de la mezcla, ϕ es la composición de la mezcla y μ es el potencial químico.

Mezcla miscible.- Los componentes son completamente miscibles, si los valores ΔG_m son negativos para cualquier composición. Ningún punto de inflexión se presenta en esta trayectoria (curva a).

Mezcla inmiscible.- La inmiscibilidad total está representada por la curva c donde todos los valores ΔG_m son positivos.

Mezcla parcialmente miscible.- En este caso la curva de ΔG_m describe una trayectoria (curva b), la cual se caracteriza por la presencia de dos puntos con

una tangente común, así como por dos puntos de inflexión, [A. García Loera, 2003].

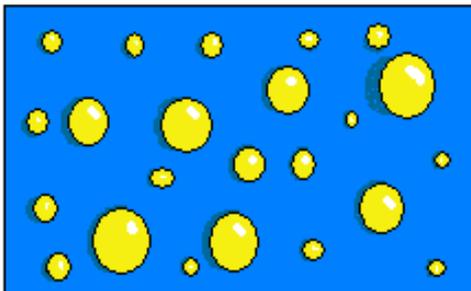
Los dos puntos de inflexión corresponden a los valores donde la segunda derivada tiende a cero:

$$\partial^2 \Delta G_m / \partial^2 \phi = 0$$

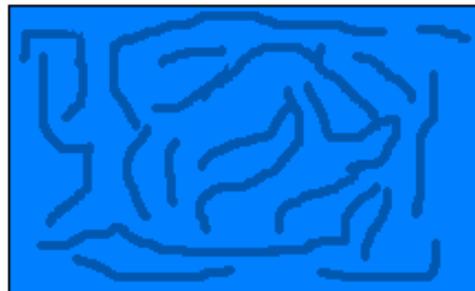
Esta expresión corresponde a la condición termodinámica para inducir una descomposición de tipo espinodal. Dicha descomposición está caracterizada por tener una baja amplitud en las fluctuaciones de las concentraciones.

La descomposición binodal es un proceso de separación de fases gobernado por el mecanismo de nucleación y crecimiento (no espontáneo). El fenómeno de nucleación y crecimiento está asociado a la metaestabilidad del sistema, esto implica la existencia de una barrera energética así como la presencia de amplias fluctuaciones en la composición, [A. García Loera, 2003].

Las descomposiciones binodal y espinodal son claramente diferentes en la separación de fases. La descomposición binodal, conduce a la formación de una fase dispersa en forma de nódulos, por otra parte la descomposición espinodal da como resultado una estructura continua o interconectada (figura 3).



a) Descomposición binodal



b) Descomposición espinodal

Figura 3. Esquema de las estructuras obtenidas en una separación de fases.

2.2.2 Mezclas policarbonato (PC)/polietileno (PE)

La mezcla de PC/PE ha sido objeto de muchos estudios desde hace tres décadas, recientemente Liu, S. y Peng, K. (2010) estudiaron el roto-moldeo de PC/PE y se enfocaron en los parámetros de procesamiento.

El estudio de la morfología de la mezcla de PC/PE ha jugado un papel muy importante en los últimos años. Yin, B. (2010) analizó la evolución de la morfología durante la compatibilización de la mezcla PC/PE con un extrusor de doble husillo. Encontró que la forma y tamaño de la fase dispersa, en la mezcla compatibilizada, fueron ligeramente influenciadas por la velocidad del husillo, a diferencia de la muestra sin compatibilizante que sí mostró variaciones significativas.

Li, Z. (2002) y Yang, W. (1998) describen la influencia de polietileno injertado con dialilbisfenol A éter (PE-g-DBAE) como compatibilizante en PEAD/PC. Li realizó un análisis detallado de la morfología, de las propiedades mecánicas, así como del comportamiento reológico. Los resultados mostraron que el compatibilizante puede mejorar significativamente la interacción de las fases y, por lo tanto, elevar las propiedades mecánicas.

Fan, P., en 2006, analizó la compatibilidad de policarbonato/polietileno de ultra alto peso molecular (PEUAPM). El experimento mostró que la irradiación de rayos gama mejora la compatibilidad de la mezcla. Sin embargo, el PEUAPM se degrada por este tipo de irradiación.

Por otro lado, Zhang, J. (2007) realizó un injerto de anhídrido maleico (AHM) en PEAD para mejorar las propiedades mecánicas del PC. El PEAD y el PEAD-g-AHM redujeron el desgaste del PC. Sin embargo, el PEAD-g-AHM tuvo mejor compatibilidad con PC que el PEAD sin AHM.

Yin, B. y colaboradores (2007) estudiaron las propiedades térmicas del PC/PE con compatibilización reactiva. Yin empleó un copolímero de ácido acrílico en

etileno en presencia de dibutilo-óxido de estaño (DBTO) como compatibilizante y realizaron observaciones morfológicas de la mezcla compatibilizada. Pudo notar que el número de microhuecos en la mezcla se redujeron. En ese mismo año Yin, B. y Zhao, Y. desarrollaron un estudio acerca de PC/PE, dicha mezcla fue procesada en un extrusor de doble husillo. Encontraron que la morfología de las partículas dispersadas y la adhesión interfacial, entre la fase dispersa y la matriz, fueron influenciadas por la temperatura de extrusión. La fase dispersa tenía una forma esferoidal y un tamaño pequeño cuando la temperatura de procesamiento era elevada, y cuando esta variable disminuía las partículas de la fase dispersa presentaban una forma irregular y eran de mayor tamaño. También notaron que la viscosidad influía en la adhesión de las fases.

Jeziórska, R. (2007) Investigó la mezcla PC/PE-g-AHM (80/20) y encontró que tanto la morfología como las propiedades mecánicas fueron claramente modificadas. Además de que notó un realce en la estabilidad térmica.

Li, C. (2002) estudió las propiedades mecánicas y el comportamiento reológico de la mezcla PC/PEAD con fibra de vidrio. Estructuras formadas por un núcleo y una cobertura fueron encontradas en mezclas inyectadas de PC/PE. La morfología de PC/PEAD fue estudiada mediante microscopia de barrido y transmisión.

Mascia, L. y Valenza, A. (1995) agregaron una mezcla de compatibilizates formados por ionomeros de fenóxido de sodio de un copolímero de etileno y ácido metacrílico. Ambos componentes del compatibilizante son capaces de reaccionar con la fase de policarbonato para producir cadenas de polímero ramificado. Esto le confiere un grado de compatibilización al policarbonato en mezclas con polietileno de alta densidad. Sin embargo, a niveles más altos de sodio en el compatibilizante la fase de policarbonato se somete a reacciones de entrecruzamiento lo que causa una alta fragilidad.

Las propiedades reológicas de mezclas de PC/PEAD obtenidas por extrusión en formas de fibras fueron estudiadas por Xu, H.-S. (2004). La mezcla de

PC/PEAD reforzado con fibra de vidrio fue estudiado por reometría capilar y se encontró que las fibras aumentan la viscosidad de los materiales compuestos y aumentan las propiedades mecánicas.

Aunque se han encontrado numerosos estudios sobre la mezcla de PC/PE no se han estudiado los efectos de la hidrólisis en dicha mezcla.

El estudio de la resistencia a la hidrólisis es muy importante en aplicaciones donde el material está sometido al ataque por agua a alta temperatura como ocurre en los contenedores de calentadores solares.

2.3 MATERIALES ESTUDIADOS

2.3.1 Policarbonato

El policarbonato es un poliéster, el cual toma su nombre de los grupos carbonato (-O-CO-O-) en su cadena principal, [Cornement, 2011].

Existen cuatro rutas posibles para la obtención de policarbonato.

- Transesterificación de compuestos dihidroxílicos con diésteres de ácido carbónico y compuestos hidroxílicos aromáticos o alifáticos monofuncionales.
- Transesterificación entre grupos carbonatos (-O-CO-O-) tipo *bis*-aril de un compuesto dihidroxílico o con otros compuestos equivalentes.
- Reacción de grupos ésteres de ácido *bis*-clorocarbónico de compuestos dihidroxílicos con compuestos hidroxílicos en presencia de ácidos aceptores de electrones.
- Reacción de bisfenol A con fosgeno (COCl₂) en presencia de ácidos aceptores de electrones (solventes), [Sánchez Mora, 2003].

Ésta última es la más empleada, ya que permite la obtención de polímeros con alto peso molecular, [Sánchez Mora, 2003].

La síntesis se lleva a cabo en solución, con mezclas de solventes orgánicos, en los cuales hay al menos un componente receptor de hidrohaluros, que favorece la remoción del ácido clorhídrico (HCl) formado durante la reacción. Esto comienza con la reacción del bisfenol A con hidróxido de sodio para dar la sal sódica del bisfenol A, [Cornement, 2011].

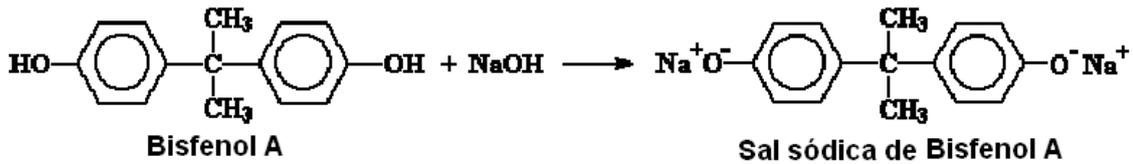


Figura 4. Producto de la reacción entre bisfenol A e hidróxido de sodio.

El producto reacciona luego con fosgeno, para finalmente producir policarbonato de bisfenol A.

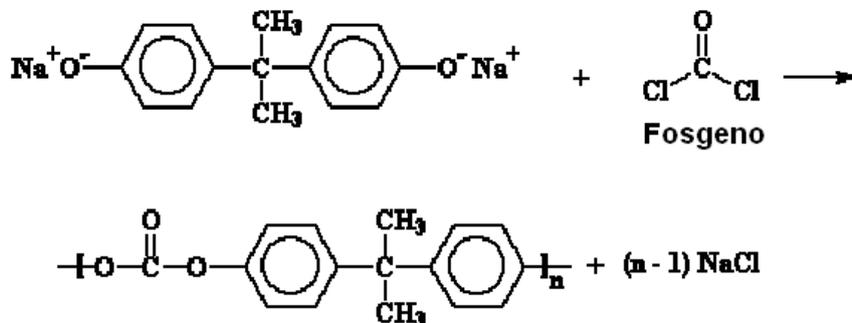


Figura 5. Reacción entre la sal sódica de bisfenol A con fosgeno.

El policarbonato de bisfenol A es un termoplástico de ingeniería, de estructura aromática polar, [Chirinos, *et al.* 2011].

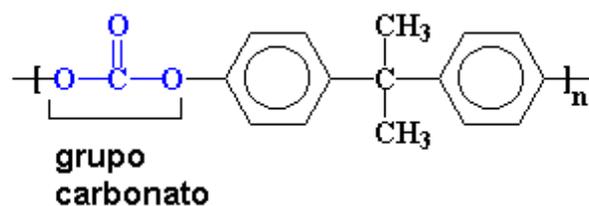


Figura 6. Unidad repetitiva del Policarbonato de bisfenol A.

Propiedades

Propiedades físicas y mecánicas. El policarbonato es un material amorfo, muy transparente, duro y resistente al impacto. También presenta gran rigidez debido a los anillos aromáticos presentes en la cadena principal, [Méndez Liñán, 2010].

Propiedades eléctricas. Sus propiedades como aislante eléctrico son consistentes con las de un polímero polar (aislamiento eléctrico medio): presenta una constante dieléctrica ligeramente superior a la de las poliolefinas. No es idóneo para altas frecuencias (10^3 Hertz). La resistencia a corrientes parasitas es baja, [Sánchez Mora, 2003].

Tabla 1. Propiedades generales del policarbonato.

Propiedades generales del policarbonato	
Densidad	1,2 g/cm ³
Punto de fusión	250 °C aprox.
Calor específico:	1200 J/(K.kg) aprox
Absorción de agua (23 C durante 24h)	0,15%
Módulo de Tracción	2,3 - 2,4 GPa
Resistencia a la tracción	55 - 75 MPa
Resistencia a la flexión	86 - 93 MPa
Resistencia a la compresión	69 - 86 Mpa
Constante dieléctrica a 1 MHz	2,9

Propiedades térmicas. Los grupos polares del policarbonato le proporcionan un alto valor de Tg (145 °C), por lo tanto posee una buena estabilidad térmica, [Cornement, 2011].

Propiedades químicas del PC. Los policarbonatos son resistentes a ácidos inorgánicos diluidos, hidrocarburos alifáticos saturados, gasolina, grasas, aceites, agua a menos de 60°C, alcoholes excepto el metílico, resistente a la intemperie en condiciones moderadas. No es resistente a álcalis en solución, acetona, amoníaco, hidrocarburos aromáticos, benceno, amidas ni a la exposición de radiación UV intensa, [Arco Bacca, Ramírez Lasso, Serrano Díaz, 2009].

El agua o vapor de agua provoca la degradación química a temperaturas mayores a 60°C, ya que los grupos carbonatos son extremadamente sensibles a la hidrólisis y como están en la cadena principal, pueden afectar directamente las propiedades del termoplástico. Debido a esto, el policarbonato debe estar seco antes de ser procesado, de otra forma el material pierde drásticamente su peso molecular y, por tanto, sus propiedades. Además su apariencia se deteriora, [Sánchez Mora, 2003].

Tabla 2. Propiedades químicas del policarbonato

Propiedades químicas	Observaciones
Resistencia a hidrocarburos	Deficiente
Resistencia a ácidos débiles a temperatura ambiente	Muy buena
Resistencia a álcalis débiles a temperatura ambiente	Regular
Resistencia a productos químicos definidos	Consultar
Efecto de los rayos solares	Lo afectan
Aprobado para contacto con alimentos	Sí
Comportamiento a la combustión	Arde con dificultad
Propagación de llama	Auto Extinguible
Comportamiento al quemarlo	Se descompone
Color de la llama	Anaranjado tizado
Olor al quemarlo	Acre

Propiedades ópticas. Índice de refracción elevado (1.584), transmisión de la luz en la región visible hasta el 89%, [Arco Bacca, *et al.* 2009].

Procesamiento

Actualmente existen numerosos procesos de transformación del policarbonato que dependen del producto a obtener. Los métodos más utilizados para procesar el policarbonato son la inyección, el soplado y la extrusión, [Arco Bacca, *et al.* 2009].

La viscosidad del PC fundido suele ser muy alta y presenta una gran variación con la temperatura. Por eso son requeridas altas temperaturas para su procesamiento (230-300 °C) con la consecuente desventaja de que ocurra una rápida degradación térmica. Además, la poca flexibilidad molecular del PC no favorece la relajación de las tensiones residuales durante el enfriamiento en un moldeo por inyección. Por eso, en la práctica se recomienda emplear altas rapidezces de inyección, [Cornement, 2011].

Aplicaciones del policarbonato

El policarbonato es muy común en los hogares, en los laboratorios y en la industria debido a sus tres principales cualidades: gran resistencia al impacto y a la temperatura, así como sus propiedades ópticas. El policarbonato tiene una gran variedad de aplicaciones. Una de estas aplicaciones es en la informática, que emplea policarbonato para la elaboración de discos DVD y CD.



Figura 7. Disco compacto (CD)

Los discos compactos se componen de una matriz a base de policarbonato (la cual representa el 98% de su peso), además de otros elementos externos como aluminio, lacas o barnices, tintas y en algunos casos etiquetas. Cada elemento cumple una función específica para lograr el almacenaje y lectura de la información, [Arco Bacca, *et al.* 2009].

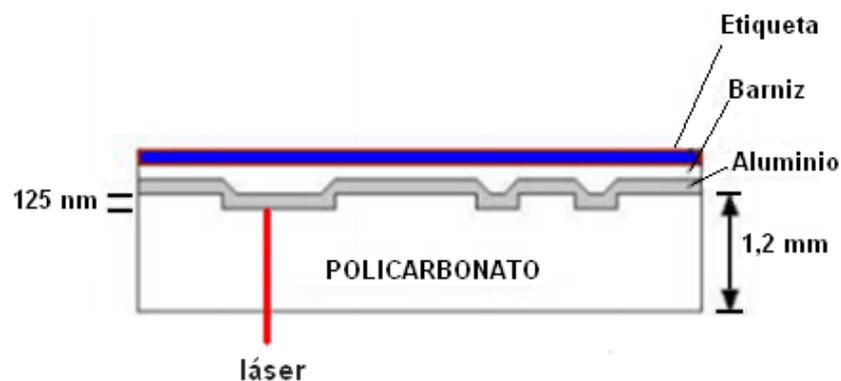


Figura 8. Distribución de los materiales que componen un CD

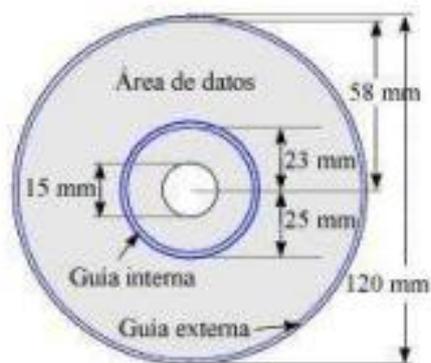


Figura 9. Dimensiones de un CD de acuerdo a la norma internacional ISO 10090 ECMA-130

El policarbonato juega en este caso un papel importante, ya que es necesario un soporte que tenga calidad óptica muy alta, para que el láser pueda leer la información en el CD.

Impacto mundial del consumo de discos CD y DVD

A lo largo del tiempo, la fabricación y consumo de discos CD y DVD a nivel mundial se ha incrementado considerablemente, ya que en 1984 se llegaron a fabricar aproximadamente 20 millones de discos compactos, mientras que en el 2001 esta cifra aumentó a 26.000 millones, lo que corresponde a 430.000 toneladas de PC, [Arco Bacca, *et al.* 2009].

Debido al creciente consumo del termoplástico en este campo, ha habido una importante preocupación por reciclar los DVD y CD que han sido desechados para darle una nueva utilidad al material. De este modo se pueden obtener productos a menor costo, con lo que, al mismo tiempo, se disminuye el impacto ambiental.

2.3.2 Polietileno de baja densidad

El polietileno de baja densidad (PEBD) se hace comúnmente por polimerización del etileno a través de radicales libres, a presión y temperatura elevadas, para formar moléculas de polietileno. El resultado es un polímero

termoplástico de cadena larga altamente ramificado. [Irvin I. Rubin y Robert J. Beam, 2008].

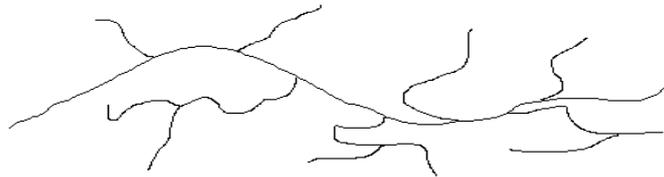


Figura 10. Molécula de polietileno ramificado, o PEBD

Las propiedades térmicas del PEBD incluyen un intervalo de temperatura de fusión máxima de 223-234°F (106 a 112°C). La temperatura de transición vítrea T_g del PEBD está muy por debajo de la temperatura ambiente, lo que explica la naturaleza flexible y blanda del polímero. La combinación de fases cristalinas y amorfas en el PEBD hace difícil la determinación de la T_g . Sin embargo, la literatura reporta una T_g aproximada de -110°C.

Ventajas y desventajas

El PEBD tiene un buen balance de propiedades mecánicas y ópticas, con fácil procesabilidad y bajo costo. Puede fabricarse mediante muchos métodos diferentes para una amplia gama de aplicaciones, lo cual lo convierte en uno de los polímeros de mayor producción en el mundo. El PEBD puede no ser adecuado en aplicaciones que requieran una rigidez extrema a alta temperatura, pero tiene buenas propiedades aislantes, [Irvin I. Rubin y Robert J. Beam, 2008].

Aplicaciones

Las aplicaciones del PEBD incluyen el plástico estirable para envolturas, las bolsas para emparedados y bolsas para prendas de vestir. Los sustratos recubiertos por extrusión con PEBD se usan en cartones para leche y muchas aplicaciones en el empaque de alimentos. Los recipientes moldeados por

soplado se emplean para envasar leche y productos químicos, para el forrado de cables y alambres, etc.

2.3.3 Polietileno de alta densidad

El proceso de polimerización del polietileno de alta densidad (PEAD) se lleva a cabo a baja presión y con catalizadores en suspensión. Se obtiene así un polímero de cadena lineal poco ramificada, la ausencia de la ramificación produce una estructura compacta con una densidad más alta y una resistencia química un poco mayor que el PEBD.

La presión en la fabricación del PEAD está por debajo de 14 MPa, en muchos casos, hasta por debajo de 7 MPa. Hay tres procesos comerciales importantes usados en la polimerización del PEAD: los procesos en disolución, en suspensión y en masa. Los catalizadores usados en la fabricación del PEAD, por lo general del tipo Ziegler–Natta, [Irvin I. Rubin y Douglas V. Bibee, 2008].

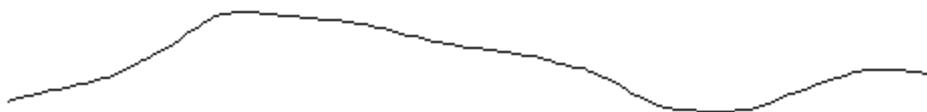
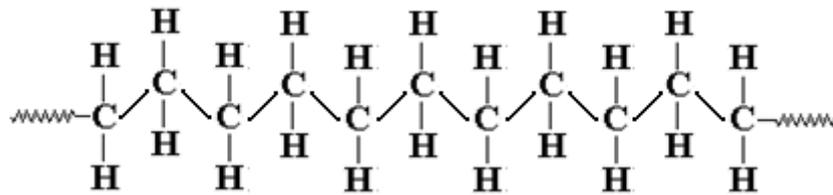


Figura 11. Molécula del polietileno lineal, o PEAD

El PEAD es un material termoplástico parcialmente amorfo y parcialmente cristalino, el grado de cristalinidad depende del peso molecular y del tratamiento térmico aplicado (las tasas de enfriamiento más lentas favorecen el crecimiento cristalino), [Irvin I. Rubin y Douglas V. Bibee, 2008].

La Tg del polietileno está muy por debajo de la temperatura ambiente. Esto proporciona al polietileno una naturaleza más elástica, lo que también limita su

temperatura de servicio en comparación con la de un polímero con una Tg por arriba de la temperatura ambiente. La transición vítrea de polietileno de alta densidad es de -90 °C aproximadamente.

Aplicaciones.

El PEAD tiene muchas aplicaciones en la industria actual. Más de la mitad de su uso es para la fabricación de recipientes, tapas y cierres; otro gran volumen se moldea para utensilios domésticos y juguetes; un uso también importante que tiene es para tuberías y conductos. No obstante, el PEAD, al igual que todos los polietilenos, está limitado a aquellas aplicaciones en el empaqueo de alimentos que no requieren de una barrera contra el oxígeno. En forma de película, el PEAD se usa en empaques para bocado y en recubrimientos de cajas para cereales; en forma de botella moldeada por soplado, para contener leche y algunas bebidas no carbonatadas, [Irvin I. Rubin y Douglas V. Bibee, 2008].

Debido a que el PEAD tiene buena resistencia química, se emplea en el empaquetamiento de muchos productos químicos caseros e industriales. Ejemplos de tales aplicaciones del PEAD moldeado por inyección son cubetas para líquidos de limpieza para pisos, cubetas para pintura y contenedores de pasta resonadora para construcción.

Desventajas

Las temperaturas elevadas pueden provocar la degradación del polímero.

Presentación de la resina

EL PEAD se encuentra en el mercado en forma de comprimido, gránulos o polvo.

Los artículos de PEAD pueden pulverizarse y reciclarse.

2.4 RECICLADO DE MATERIALES

La mayoría de los materiales poliméricos son difíciles de asimilar por la naturaleza, ya que estos tardan aproximadamente unos 180 años en

degradarse y, en contraste, la fabricación de nuevos productos es increíblemente rápida, por lo que la acumulación de desperdicios aumenta drásticamente, [J. E. Carbajal Ojeda y P. Quintana, 2012]. Por lo tanto, esta situación no sólo representa un problema ecológico, sino también un enorme desperdicio de materiales con gran potencial de reuso, [R. Caudillo Mora, I. Espinoza López, E. Jiménez Presa y A. Hernández García, 2005].

Hasta ahora, el reciclado de tales productos plásticos ha consistido básicamente en recolectarlos, limpiarlos, seleccionarlos por tipo de material y fundirlos de nuevo para usarlos como materia prima, [A. Arrollo Flores, 2011].

La idea de que un polímero pueda ser reciclado, después de haber cumplido sus funciones, es importante no sólo desde el punto de vista ambiental sino también económico.

Durante el proceso de reciclado el material plástico experimenta varias acciones que ocasionan modificaciones en su estructura. De hecho, las propiedades físicas del producto reciclado son más bajas, comparadas con las del material virgen. Por tal motivo, la reutilización directa de los materiales plásticos está limitada actualmente al 2%, debido a los crecientes requerimientos de calidad de los productos. Por dichas razones se han investigado técnicas que ayuden a darles nuevas aplicaciones a estos materiales y de esta forma su aprovechamiento pueda ser mayor, [C. Córdoba, J. Mera, D. Martínez, y J. Rodríguez, 2010].

2.4.1 Recuperación y reciclaje del policarbonato

El policarbonato tiene una amplia gama de aplicaciones en el mercado, y una muy importante es la fabricación de discos CD (disco compacto) y DVD (Disco versátil digital).

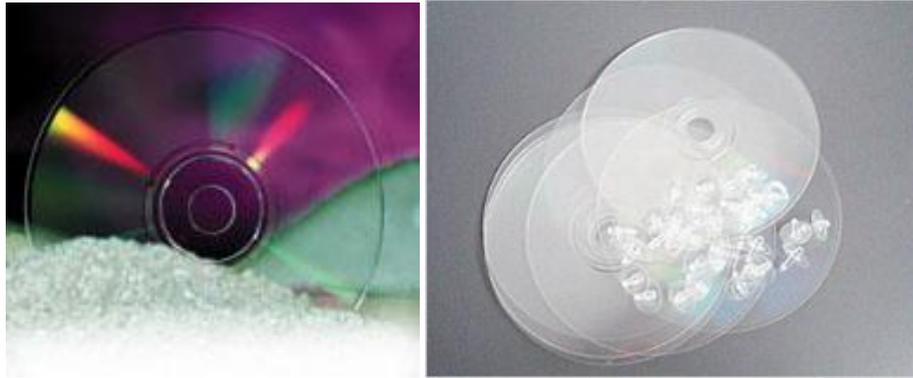


Figura 12. Discos compactos de policarbonato

El disco óptico en cualquiera de sus formatos, CD o DVD, es uno de los objetos que mejor identifican la era digital. La versatilidad y capacidad de estos soportes ha generalizado su uso en nuestra vida cotidiana, tanto doméstica como profesional. Cada día se fabrican millones de CD y DVD, que al final quedan obsoletos, lo que da lugar a un residuo creciente.

El principal componente de estos soportes ópticos es policarbonato. La recuperación del policarbonato supone el aprovechamiento de una materia prima de elevado valor técnico en la industria y una apuesta por una vía más correcta de gestión consecuente con la iniciativa del reciclaje, [L. F. Martínez, J. L. Álvarez y A.D. Quiñones, 2012].

El proceso de reciclaje de discos CD y DVD es el siguiente:

-Selección: Se separan los discos de CD y DVD de los distintos estuches que los contienen. Por lo tanto se dejan fuera otros soportes como disquetes, casetes, cintas de vídeo, etc., que tienen otro tratamiento de reciclado totalmente diferente.

-Tratamiento: Los CD y los DVD son llevados a un molino para ser triturados en pequeños trozos. A continuación el material es lavado para así separar el componente de interés en este caso el policarbonato del residuo (restos de tintas, etiquetas y metales, el 2% del peso total). Posteriormente es introducido en unos silos para su secado. Esta operación es favorecida mediante un continuo volteo del material.

-Terminación: El policarbonato limpio y triturado está listo nuevamente para ser utilizado como materia prima, [C. Argumedo, 2012].

2.4.2 Recuperación y reciclaje del polietileno de alta densidad

En las últimas décadas ha aumentado considerablemente el consumo de productos envasados, debido a numerosos cambios económicos, sociales y culturales que han determinado la aparición de nuevas pautas de consumo.

El polietileno de alta densidad está presente en envases opacos como productos del hogar y trabajo. También se puede ver en botellas, bolsas de basura, juguetes, etc. Se recicla de muy diversas formas, como en tubos, botellas de detergentes y limpiadores, muebles de jardín, botes de aceite, etc. Está considerado como uno de los polímeros menos nocivos de todos con los que entramos en contacto.

El reciclaje del polietileno de alta densidad consiste en la recepción y almacenaje de los materiales, selección e identificación del plástico (en este caso botellas). Se eliminan etiquetas o cualquier otro tipo de material diferente a PEAD, de esta forma se procede con el triturado del mismo, a modo de que el producto quede en forma de granza. Posteriormente se realiza un lavado del material, con el objeto de eliminar impurezas que puedan afectar de sobremanera las propiedades del polietileno de alta densidad reciclado, finalmente se seca y se almacena para reutilizarlo como materia prima y de esta forma pueda ser incorporado nuevamente a la cadena productiva, [J.E. Roca Girón, 2005].

2.5 EXTRUSIÓN

La operación de extrusión es la acción de forzar el paso de un material fundido a través de un dado o boquilla, por medio del empuje generado por un husillo (tornillo de Arquímedes), que gira concéntricamente en una cámara de temperaturas controladas llamada cañón. El material polimérico es alimentado por medio de una tolva, la cual se encuentra en un extremo de la máquina. El polímero fundido fluye y se mezcla en el cañón, para salir por el otro extremo

de la máquina con un perfil geométrico preestablecido, [J. J. Gómez Gómez y J.E. Gutiérrez Bedoya, 2007].

La máquina de extrusión está constituida principalmente por un husillo que se ajusta con precisión dentro de la camisa cilíndrica, apenas con el espacio suficiente para rotar, [A. Aguilar Azpilcueta y M. I. Reséndiz Rodríguez, 1998].

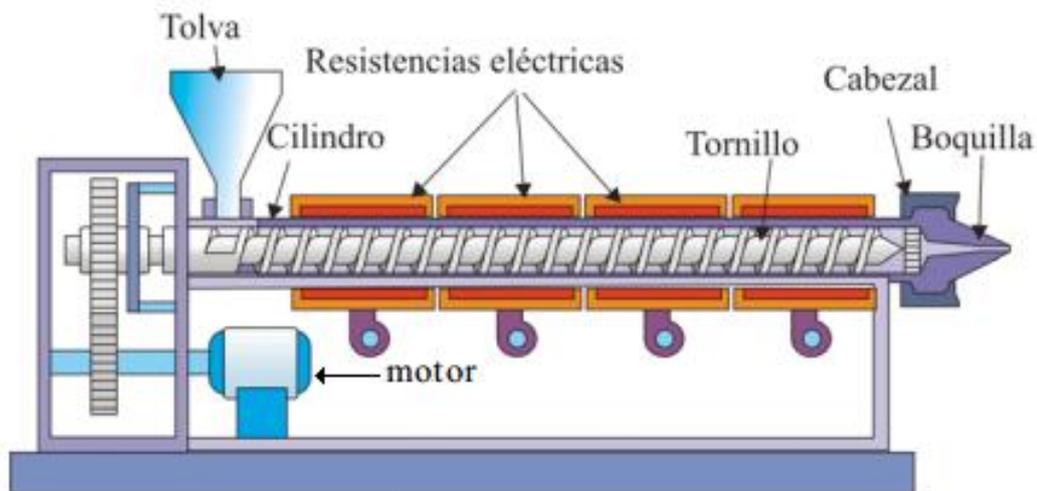


Figura 13. Esquema de una extrusora de husillo simple.

Descripción del equipo

Tolva: La tolva es el depósito de materia prima en donde se colocan los gránulos de material polimérico, para la alimentación continua del extrusor.

Barril o Cañón: Es un cilindro de calefacción metálico que aloja al husillo y constituye el cuerpo principal de la máquina de extrusión, conforma junto con el tornillo de extrusión, la cámara de fusión y bombeo de la extrusora.

El cañón cuenta con resistencias eléctricas que proporcionan una parte de la energía térmica que el material requiere para ser fundido.

Husillo: El husillo o tornillo es una de las partes más importantes ya que funde, mezcla y transporta a velocidad constante el material polimérico desde la tolva

de alimentación hacia la boquilla. El material se va presurizando a medida que avanza por el tornillo.

El husillo se divide en tres zonas, cada una con función específica.

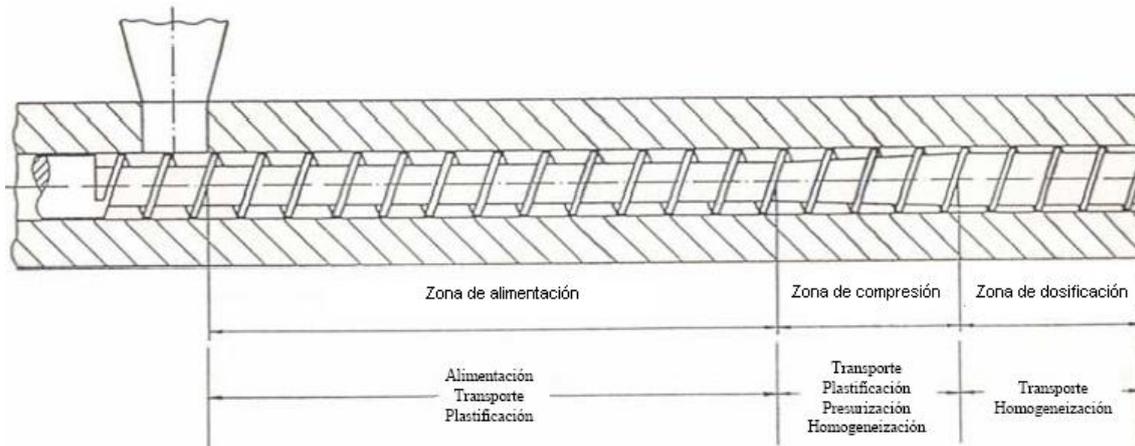


Figura 14. Zonas características para extrusoras de un sólo husillo.

Zona de alimentación: En esta zona se transporta el material sólido, que entra en el cilindro de la máquina de extrusión a través de la tolva de alimentación, generalmente en forma de pequeños gránulos o como polvos de moldeo. El material cae en el tornillo y éste gira con el material para comenzar a elevar su temperatura.

Zona de compresión: La zona de compresión está situada a continuación de la zona de alimentación. En esta zona los gránulos de polímero son comprimidos y eventualmente fundidos en una masa que presenta algún grado de adherencia a las superficies del tornillo y del cilindro.

Zona de distribución y dosificación: Aquí el material fundido se homogeneiza, y posteriormente es dosificado hacia el dado donde es perfilado, [J. J. Gómez y J.E. Gutiérrez Bedoya, 2007].

Motor: el motor de la extrusora es el componente del equipo responsable de suministrar la energía necesaria para que el husillo pueda girar.

Variador de rapidez de giro: como su nombre lo indica permite variar la rapidez de giro del husillo.

Dado o boquilla: La boquilla de extrusión es la pieza encargada de moldear el material extrudido al finalizar el proceso.

2.5.1 Extrusión reactiva

Se habla de extrusión reactiva cuando la extrusora se convierte en sede de reacciones químicas, ya que se utiliza como reactor químico continuo.

Una de las ventajas de la extrusión reactiva reside en la ausencia de disolvente como medio para la reacción, ya que el producto no necesita ser extraído o recuperado, por lo se evita la contaminación con impurezas del disolvente.

La extrusión reactiva es una metodología que permite compatibilizar mezclas de polímeros inmiscibles, mediante el injerto de grupos funcionales en las cadenas de los componentes de la mezcla, [C. Marco, M. A. Gómez, G. Ellis, I. Campoy, V. Ruiz y L. M. Fraga, 2007].

2.6 INYECCIÓN

El moldeo por inyección es uno de los métodos más característicos de la industria de los plásticos, ya que es ideal para la producción masiva de piezas.

Este método de moldeo consiste en fundir y mezclar un material polimérico, el cual fluye a través de conductos, posteriormente se introduce a presión en un molde metálico, en cuyas cavidades se encuentra la forma de la pieza deseada, una vez que enfría la resina fundida, la pieza sólida es expulsada, [M. Beltrán Rico y A. Marcilla Gomis, 2012].

Las inyectoras de husillo, proporcionan un calentamiento uniforme del material, así como un mezclado homogéneo.

Los principales elementos que componen una unidad inyectora son similares a los de la extrusora: la tolva de alimentación, el sistema de dosificación, plastificación e inyección y la unidad de moldeo, [C. I. Burbano Daquilema, 2010].

A continuación se muestra un esquema de los principales componentes de una inyectora.

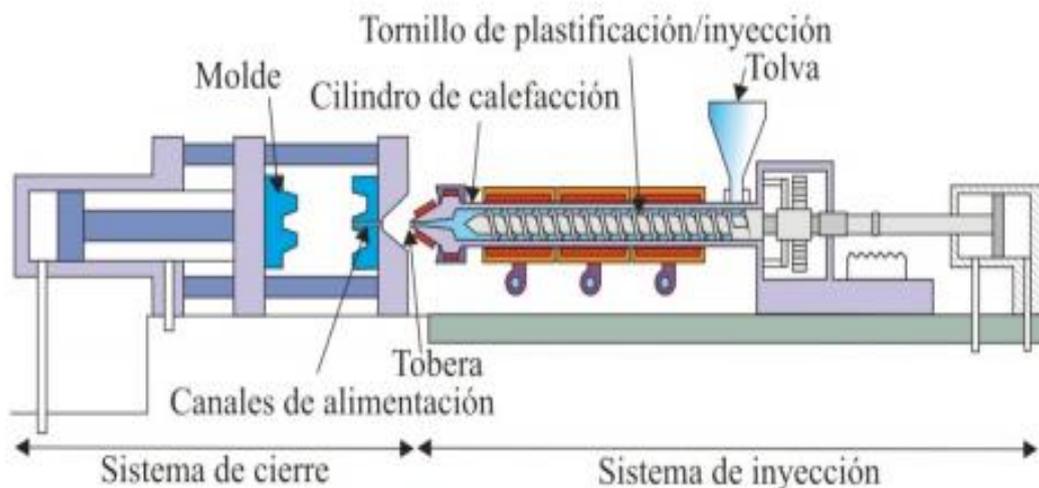


Figura 15. Inyectora de husillo recíprocante, [M. Beltrán Rico y A. Marcilla Gomis, 2012].

2.7 INJERTO DE ANHÍDRIDO MALEICO EN POLIETILENO

La funcionalización del polietileno puede llevarse a cabo por medio de un injerto con anhídrido maleico (AHM). Las propiedades del polietileno no se ven afectadas al ser injertado con AHM. Sin embargo, sus propiedades químicas presentan una diferencia considerable.

Para que el anhídrido maleico pueda ser injertado en polietileno se requiere de un iniciador tal como el peróxido de benzoilo (BPO), el cual propicia la formación de radicales libres. Posteriormente, los materiales deberán ser introducidos a un extrusor, donde se llevará a cabo la homogeneización de los materiales y, por consecuencia, el injerto de AHM en polietileno (PE-g-AHM), [J. A. Esquivel Guzmán, 2009].

La homólisis del peróxido de benzoilo, en este caso, genera radicales aciloxi que sirven como iniciadores. Dichos radicales aciloxi sufren una escisión para dar lugar a radicales arilo.

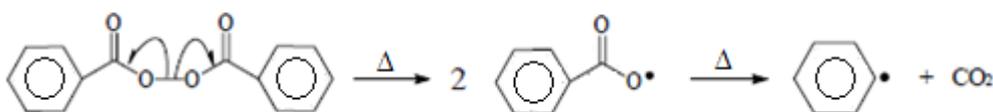


Figura 16. Generación de radicales a partir del peróxido de benzoilo.

Posteriormente los radicales arilo reaccionarán con un enlace insaturado del AHM, para formar un radical secundario en la molécula a injertar que sustraerá un hidrogeno del polietileno más cercano.

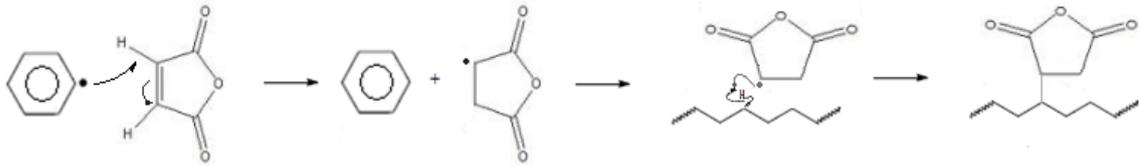


Figura 17. Reacción de injerto del AHM en PEBD

De esta manera el AHM es injertado en la cadena de polietileno.

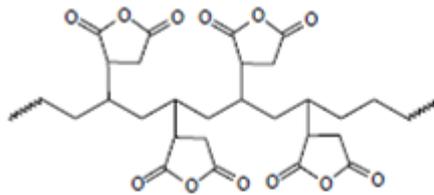


Figura 18. Injerto de AHM en la cadena de PEBD

Otro método es que una vez formados los radicales de tipo arilo estos sustraerán un hidrógeno de la cadena de polietileno, para dar lugar a un oligoradical.

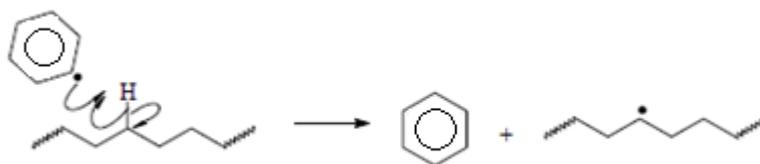


Figura 19. Oligoradical.

El oligoradical formado reaccionará con el doble enlace del AHM, que formará un radical secundario, el cual sustraerá un hidrógeno de la cadena más cercana de polietileno, [J. A. Esquivel Guzmán, 2009].

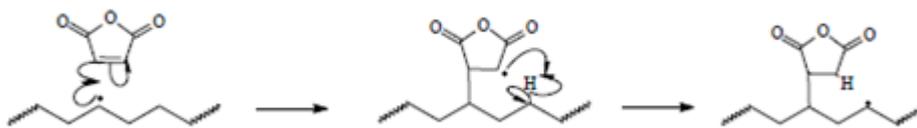


Figura 20. Formación de injerto de AHM en PEBD.

El radical que se forma en la cadena de PEBD, reaccionará con otra molécula de AHM y de esta manera se dará una reacción sucesiva.

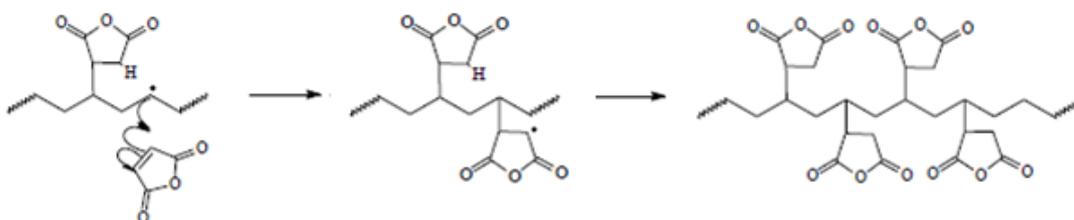


Figura 21. Reacción sucesiva de injerto

Cabe mencionar que el oligoradical que se forma por la primera sustracción de hidrogeno puede darse a partir de diferentes mecanismos de reacción, para dar lugar a la obtención de productos secundarios, tales como: Entrecruzamiento o el injertado de oligómeros de AHM, [J. A. Esquivel Guzmán, 2009].

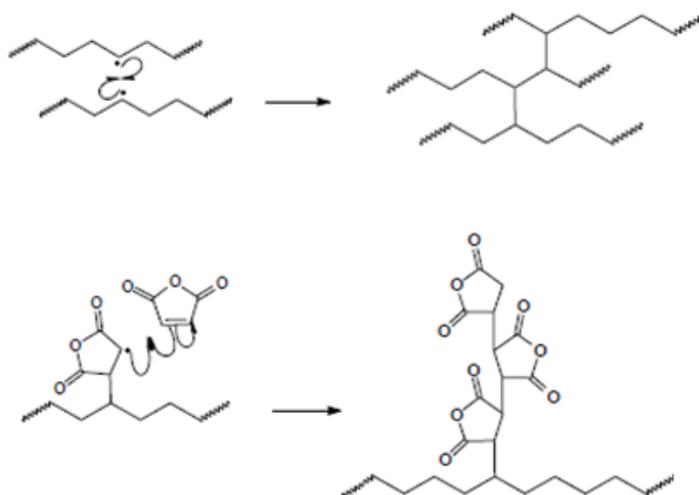


Figura 22. Entrecruzamiento e injerto de oligómeros de AHM.

3. CARACTERIZACIÓN

3.1 PROPIEDADES MECÁNICAS

Las características más importantes de un material son aquellas que se relacionan con su aplicación final. Por tal motivo, el estudio de las propiedades mecánicas es de gran interés, ya que suministra información sobre la resistencia de algunos materiales y restringe su uso. De los diferentes ensayos existentes, el más empleado es el ensayo de tracción en una dimensión, del cual se obtienen la mayoría de los datos relevantes para un primer estudio mecánico, [Plaza Cordero].

La tracción de un material es un comportamiento mecánico que relaciona el nivel de tensiones que soporta el material y su respuesta ante tal suceso, la cual se ve reflejada a través de la deformación. En este ensayo una probeta de forma estandarizada se sujeta por ambos extremos con unas mordazas que se separan a velocidad constante, de este modo el espécimen es sometido a un esfuerzo axial, lo cual provoca que se alargue en dirección de su longitud y se encoja en sentido perpendicular, hasta la fractura, [Mikell P. Groover y Grossmann F, 2011].

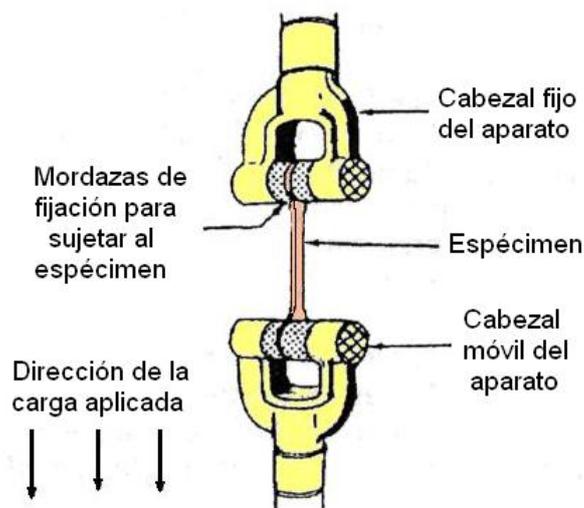


Figura 23. Esquema representativo de un ensayo de tracción.

El ensayo de tracción permite obtener un diagrama de tensión-deformación. A partir de este diagrama se pueden obtener datos de tensión de ruptura, módulo elástico, y porcentaje de deformación en el punto de ruptura, [Plaza Cordero].

La tensión o carga (σ) se define como la fuerza aplicada (F) dividida por el área transversal a la deformación (A):

$$\sigma = \frac{F}{A(t)}$$

El Módulo Elástico o de Young (E) relaciona la tensión y la deformación de forma lineal, dentro del límite reversible y está relacionada por la siguiente ecuación:

$$\sigma_{xx} = E \cdot \varepsilon_{xx}$$

Donde los subíndices indican la dirección del ensayo, σ es el esfuerzo o tensión, ε es la deformación y E corresponde a la constante del Módulo de Elasticidad o de Young.

La deformación es el desplazamiento relativo a L_f donde se alcanzó la ruptura y se calcula a partir de la siguiente fórmula:

$$\varepsilon = \frac{L_f - L_0}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0}$$

Donde L_0 se refiere al largo inicial de la muestra, L_f la longitud alcanzada al finalizar el ensayo y ε es la deformación, [H. Castañeda, Reyes Hernández, G. Gómez, R. Zitzumbo, Jöns Sánchez y S. Alonso, 2010].

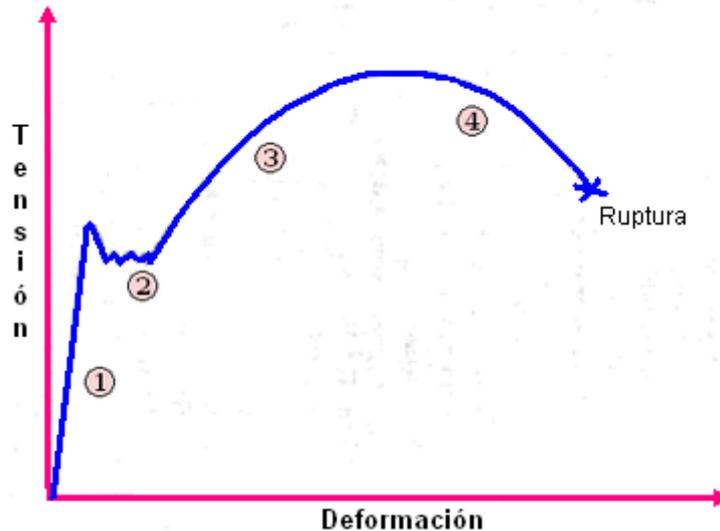


Figura 24. Diagrama tensión-deformación de un material dúctil, [D. J. Chacón, J. E. Huerfano y M. C. Escalante., 2009].

1. Deformación elástica: en esta zona las deformaciones se reparten a lo largo de la probeta, las cuales son de magnitud pequeña y, si se retira la carga aplicada, la probeta recuperaría su forma inicial (recuperación elástica).

2. Fluencia o cedencia: Es la deformación brusca de la probeta sin incremento de la carga aplicada.

3. Deformación plástica: si se retira la carga aplicada, la probeta recupera su forma sólo parcialmente, y, queda deformada de manera permanente.

4. Estricción: Es la reducción del área transversal de la muestra, debido a la concentración de la deformación. La estricción es la responsable del descenso de la curva tensión-deformación.

Los materiales frágiles no sufren estricción ni deformaciones plásticas significativas, la probeta se rompe de forma brusca.

El área bajo la curva es útil para estimar la tenacidad de un material, entendida como el trabajo o energía que consume el material en el proceso de deformación y fractura, [D. J. Chacón, *et al.* 2009].

3.2 MICROSCOPIA ÓPTICA

El microscopio óptico es un instrumento que permite amplificar la imagen de un objeto pequeño. Normalmente este tipo de microscopios alcanzan hasta mil aumentos, aunque con oculares más potentes los aumentos pueden llegar a incrementarse a dos mil, por lo que son muy útiles para estudiar la estructura de los materiales, en una primera aproximación, [Ayon Cris, 2009].

Dentro de la microscopía óptica, se pueden distinguir el microscopio simple y el compuesto (según el número y posición de las lentes).

El microscopio óptico cuenta con una parte óptica y otra mecánica.

La parte mecánica es un sistema que mantiene en posición la parte óptica y se compone de los siguientes elementos.

Resorte o eje de inclinación: tornillo fijo que une la columna al brazo, permite inclinar el microscopio para poder observar con facilidad el objetivo.

Base o Pie: es el que sirve de sostén y da estabilidad al instrumento.

Columna: llamada también pilar o brazo, parte del pie y sostiene al tubo y a la platina.

Tubo ocular: sostiene el o los oculares y al objetivo. Éste último está colocado en un tambor giratorio llamado revolver.

Para el desplazamiento del tubo o de la platina y lograr el enfoque correcto, existe un sistema de enfoque, formado por dos Tornillos:

- ◆ Tornillo Macrométrico: permite efectuar movimientos verticales amplios, es decir mueve el tubo de arriba hacia abajo permitiendo un enfoque rápido.

- ◆ Tornillo Micrométrico: permite realizar los movimientos finos, por lo cual sirve para precisar el enfoque.

Revólver: estructura circular giratoria donde van los objetivos. Permite una posición correcta del objetivo que se va a emplear.

Carro: dispositivo colocado sobre la platina que permite deslizar la muestra.

Platina: es el lugar donde se coloca el material a observar, el cual está sustentado en un portaobjetos. La platina presenta una abertura central, a través de la cual se proyecta la luz.

Pinzas del portaobjeto: sirven para sostener la preparación, [A. Rojas, N. Merzon, y Martínez A., 2001].

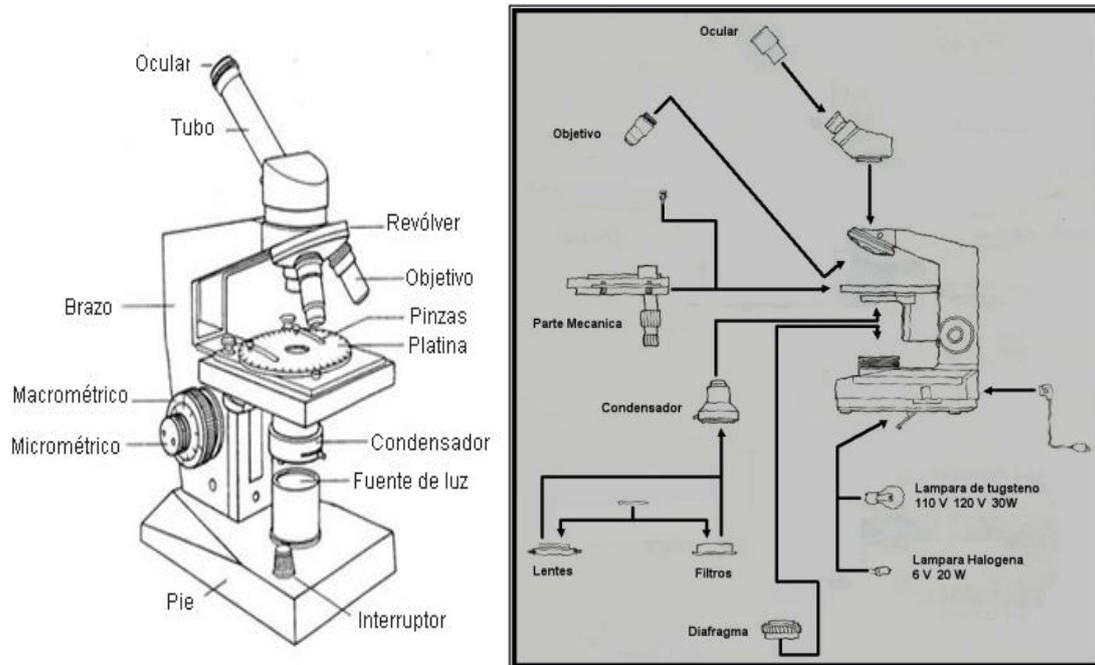


Figura 25. Esquema de microscopio óptico.

La parte óptica se compone de los siguientes elementos:

Objetivo: Se encuentra próximo al objeto a examinar. Es un sistema de lentes ubicadas en la parte inferior del tubo.

Ocular: Es la parte próxima al ojo del observador. Está formado por un sistema de lentes convergentes. Existen dos tipos de oculares: monocular o binoculares.

Condensador: Es una lente o sistema de lentes situadas debajo de la platina, el condensador recibe la luz y la hace más intensa, de esta forma la luz se concentra en la muestra, lo cual permite una mayor claridad de la imagen, [Silva R., 2011].

Diafragma: Se sitúa debajo de la platina y del condensador, su función es la de regular la cantidad de luz que recibe el objeto.

Fuente de luz: Se puede obtener a través de un espejo situado debajo de la platina, que refleja tanto la luz natural como la eléctrica, también se puede

obtener por medio de una lámpara incorporada al pie del microscopio, [Arraiza N., *et al*, 2012].

Portafiltro: Como su nombre lo indica, es el lugar donde se coloca el filtro, generalmente de color azul, para obtener una luz homogénea y parecida a la luz natural. En algunos modelos de microscopio el filtro se encuentra incorporado a la lámpara.

3.3 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)

La microscopía electrónica de barrido proporciona información morfológica y topográfica de una muestra, ya que puede generar imágenes de gran aumento (hasta 20.000X), también puede ofrecer un microanálisis con rayos X, que aporta información cualitativa y cuantitativa sobre la composición elemental de diversas áreas externas en una muestra, [Douglas A. Skoog, Stanley R. Crouch y F. James Holler, 2007].

La técnica consiste en hacer incidir un haz de electrones contra la muestra o espécimen. Este bombardeo de electrones provoca la aparición de diferentes señales que, captadas con detectores adecuados, nos proporcionan información acerca de la naturaleza de la muestra, [Ruiz Mérida, 2009].

Los elementos principales que componen la columna de electrones del MEB se muestran en la siguiente figura:

MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO

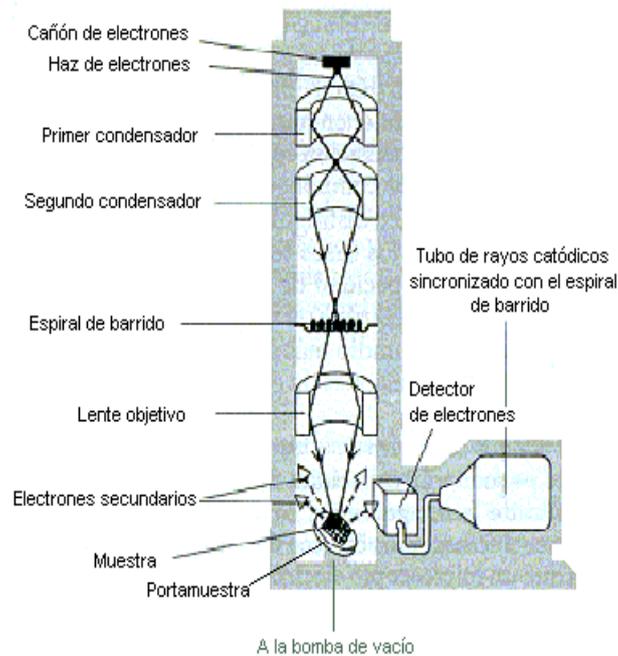


Figura 26. Esquema de un microscopio electrónico de barrido.

El microscopio electrónico de barrido puede estar equipado con diversos detectores, entre los que se pueden mencionar: un detector de electrones secundarios para obtener imágenes de alta resolución SEI (*Secondary Electron Image*), un detector de electrones retrodispersados que permite la obtención de imágenes de composición y topografía de la superficie BEI (*Back Scattered Electron Image*), y un detector de energía dispersiva EDS (*Energy Dispersive Spectrometer*) permite coleccionar los rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis e imágenes de distribución de elementos en superficies pulidas, [Ibarra Fernández, Muñoz Ortúzar y Ramírez Salgado, 2001].

El electrón retrodispersado es aquel que cambia su trayectoria al atravesar un átomo, mientras que el electrón secundario es aquel que surge del átomo al colisionar con él un electrón primario, que a su vez es retrodispersado, [Ubero Pascal, 2008].

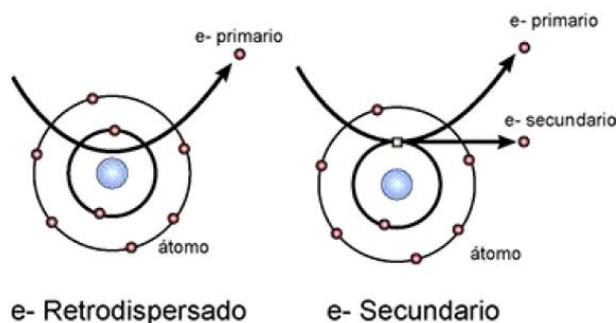


Figura 27. Comportamiento de electrones al chocar con la materia, [Ubero Pascal, 2008].

Técnica de recubrimiento con oro

Cuando el propósito del análisis de una muestra no incluye la obtención de un espectro de RX y el material en estudio es no conductor, frecuentemente se recubren de oro. El equipo que se emplea para esta técnica se conoce como "sputtering", el cual consiste en una fuente de alimentación de corriente continua regulable de 1 a 3 KV en contacto con una lamina de oro u oro-paladio. El conjunto va acoplado a una bomba de vacío. En la cámara de vacío, los átomos de aire (N_2 y O_2) se impactan en la lámina de oro, debido a la diferencia de potencial aplicada, lo que ocasiona que se desprendan partículas de dicha lámina que se adhieren a la muestra, en la cual quedan depositadas, para proporcionar un espesor de recubrimiento que depende del tiempo de exposición.

Técnica de recubrimiento con carbono

En el caso de precisarse un análisis elemental en una muestra no conductora, es necesario recubrir la superficie con carbono. El equipo consiste en dos electrodos conectados a una fuente de corriente alterna de bajo voltaje y alta intensidad entre los que se intercala una barra de carbono terminada en una punta afilada. Al pasar la corriente, la punta de la barra se va evaporando, de forma que cubre la muestra con una fina capa de carbono. La punta va acoplada a un muelle que la mantiene en todo momento en contacto con el otro electrodo. Este proceso se lleva a cabo al vacío con el fin de facilitar la deposición de la película de carbono sobre la muestra, [Gonzales Lorenzo, 2009].

3.4 CALORIMETRÍA DE BARRIDO DIFERENCIAL (DSC)

La calorimetría de barrido diferencial (DSC) es empleada para medir temperaturas de transición vítrea (T_g), puntos de fusión (T_m), grado de cristalinidad, calores de fusión o cristalización y temperaturas de descomposición, [Chiang y Hwung, 1987].

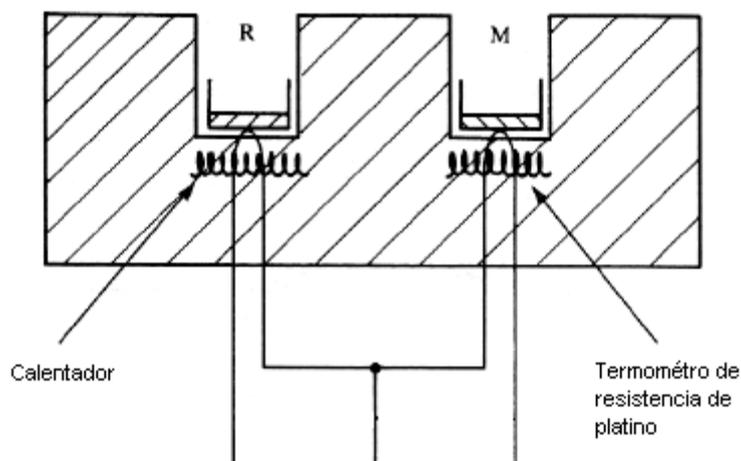


Figura 28. Esquema de un aparato de DSC, [Albella, J.M. *et al*, 1993].

La muestra y el material de referencia se colocan en crisoles cerrados herméticamente, lo que impide que se produzcan cambios de humedad, ambos crisoles son calentados de manera independiente con un flujo de calor, a velocidad constante. Lo que se registra es la diferencia en el flujo de calor que hay que suministrar a la muestra y a la referencia para mantenerlas a la misma temperatura, [Albella, J.M. *et al*, 1993].

Esta técnica detecta cambios endotérmicos o exotérmicos que ocurren durante una medida dinámica en función de la temperatura. Las transiciones de primer orden producen picos y las de segundo orden saltos en el flujo de calor. La integración de los picos, corregida teniendo en cuenta la velocidad de calentamiento y la cantidad de muestra analizada, proporciona el calor latente de la transición, y la temperatura a la que ésta ocurre puede determinarse como se muestra en la figura 29.

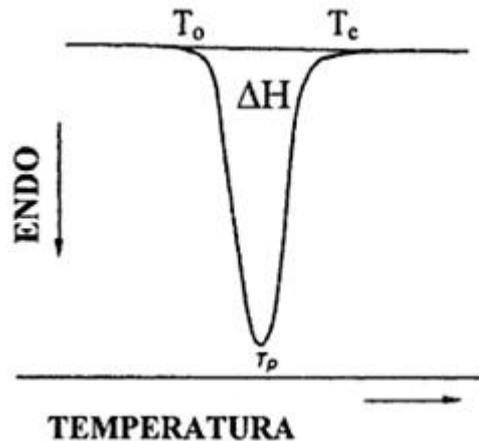


Figura 29. Representación esquemática de un termograma obtenido por DSC, el cual muestra una endoterma correspondiente a una transición de primer orden como la fusión (T_o = temperatura de inicio de transición; T_p = temperatura en el pico; T_c = temperatura final de la transición), [Martínez N., A. Grau, Chiralt B., y Fito M., 1998].

La figura 30 muestra la forma de obtener la temperatura de transición vítrea y el cambio en la capacidad calorífica. Si como referencia se ha utilizado un crisol vacío, la pendiente de la recta obtenida en el termograma, y se considera de nuevo la velocidad de calentamiento y la cantidad de muestra analizada, es la capacidad calorífica de la muestra ($C_p = dH/dT$). Normalmente, la temperatura a la que empieza la transición o la temperatura en el punto medio son las que se utilizan para cuantificar la T_g , [Martínez N. *et al*, 1998].

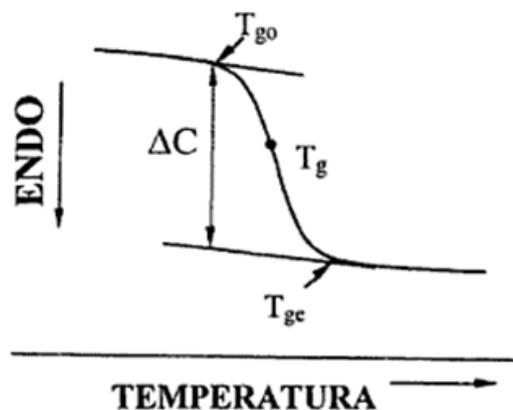


Figura 30. Representación esquemática de un termograma obtenido por DSC correspondiente a una transición de segundo orden como la transición vítrea (T_{go} = temperatura de inicio de la transición vítrea; T_g = temperatura del punto medio; T_{gc} = temperatura final de la transición), [Martínez N. *et al*, 1998].

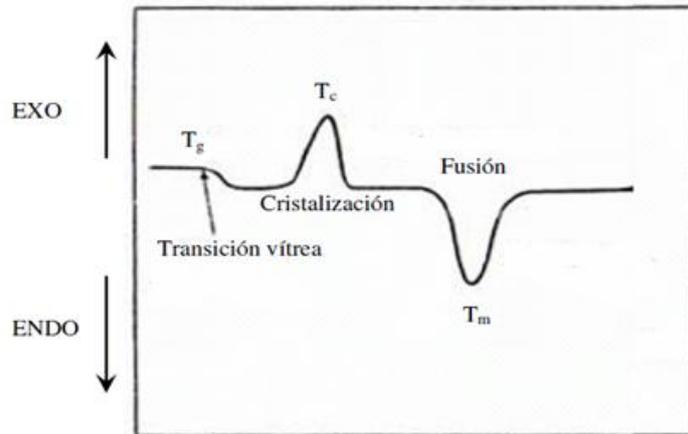


Figura 31. Termograma obtenido con DSC de un polímero semicristalino, [Cornement, 2011].

Por otro lado, en los últimos años se han obtenido nuevos materiales a partir de la mezcla de polímeros ya existentes en el mercado y la calorimetría diferencial de barrido, DSC, es el método más utilizado para determinar experimentalmente si una mezcla de polímeros es miscible o inmisible. En este estudio, la obtención de una única transición vítrea, intermedia entre los valores de los componentes iniciales, es tomada como criterio de miscibilidad. Si al determinar la T_g de la mezcla, se encuentran dos valores intermedios o que coinciden con los de los polímeros individuales, el sistema se considera parcialmente miscible o inmisible. Para poder obtener resultados con ciertas garantías de fiabilidad, se requiere que las T_g de los polímeros componentes de la mezcla binaria difieran al menos en $20\text{ }^\circ\text{C}$, [Cornement, 2011].

3.5 INFRARROJO (IR)

Los equipos de infrarrojo (IR) se clasifican, de acuerdo con la técnica de medición utilizada, en dispersivos y transformada de Fourier (FT-IR). Los equipos IR dispersivos funcionan sobre la base de irradiación secuencial de la muestra con radiaciones IR de diferentes frecuencias. Los equipos FT-IR someten a la muestra a irradiación simultánea proveniente de la fuente IR policromática. Un espectrómetro por transformada de Fourier consta de tres elementos básicos: una fuente luminosa, un interferómetro de Michelson y un detector.

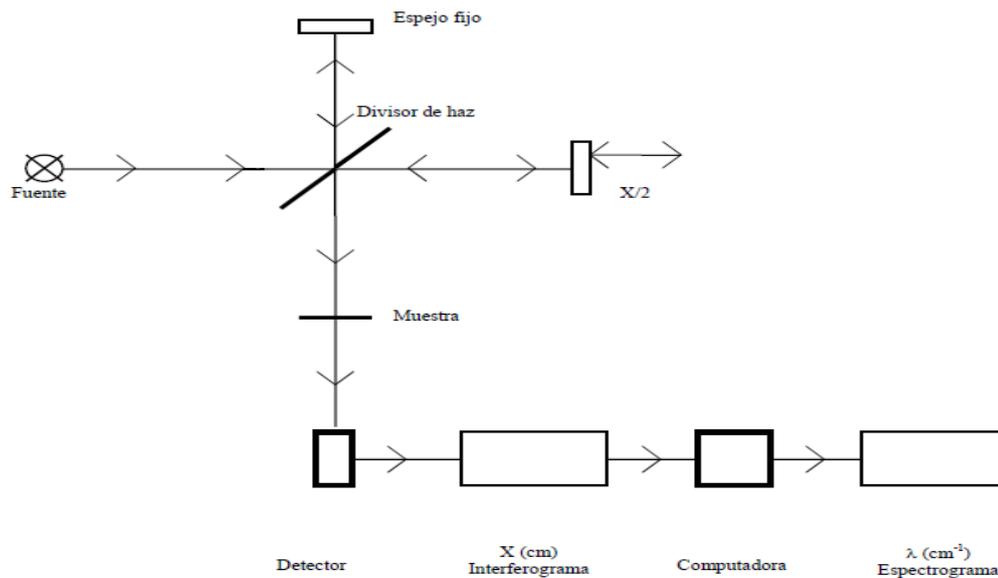


Figura 32. Diagrama simplificado de un espectrómetro por transformada de Fourier, [Gómez y Murillo, 2011].

Su funcionamiento es el siguiente: La muestra se sitúa entre el interferómetro y el detector. Un haz colimado, proveniente de una fuente que emite en toda la región infrarroja, incide sobre un divisor de haz. El haz incidente se divide en dos haces perpendiculares de igual energía, uno de los cuales incide sobre el espejo móvil y el otro sobre el espejo fijo. Los haces son reflejados por ambos espejos y se recombinan al llegar al divisor de haz. Esto da lugar a una interferencia, la cual puede ser constructiva o destructiva, dependiendo de la posición relativa del espejo móvil con respecto del espejo fijo. El haz resultante pasa a través de la muestra, en donde sucede una absorción selectiva de longitudes de onda y, finalmente, llega al detector, [Gómez y Murillo, 2011].

A continuación se describen algunas de las técnicas de reflexión en el infrarrojo.

3.5.1 Reflexión total atenuada

La técnica de reflexión o reflectancia total atenuada (Attenuated Total Reflectance: ATR) La radiación electromagnética que se propaga a través de un medio ópticamente denso llega a una interfase (con un menor índice de refracción), a un ángulo de incidencia mayor que el ángulo crítico, la radiación

no escapa del medio denso sino que es totalmente reflejada internamente. Sin embargo, debido a la naturaleza ondulatoria de la radiación electromagnética, la reflexión no ocurre directamente en la interfase de los dos medios; la radiación realmente sale del medio más denso y se extiende a una distancia corta del otro lado de la interfase antes de retornar, [Martínez Casanova, 2012].

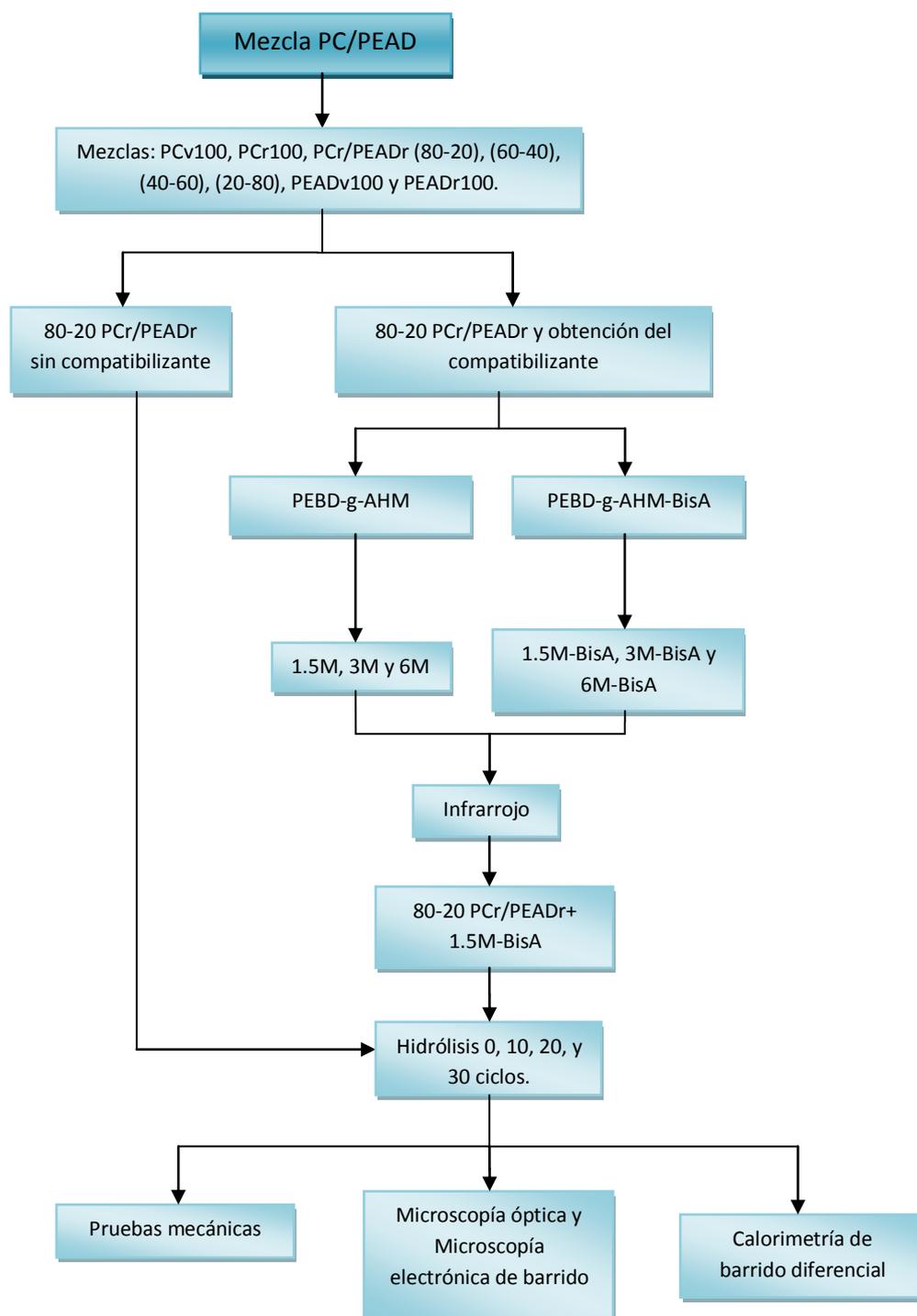
3.5.2 Reflexión especular

La reflexión especular es la más simple de las técnicas basadas en la reflexión. En este caso se produce una reflexión directa de la radiación de la fuente que incide sobre la superficie de la muestra. Dado que en esta técnica la radiación pasa a través de dos capas de muestra, un ancho de capa de ésta de alrededor de 10 micrómetros es suficiente para obtener un espectro de buena calidad, [Ventura Gayete, 2007].

3.5.3 Reflexión difusa

Cuando la radiación electromagnética incide sobre la superficie de un material, puede ser absorbida, reflejada directamente por la vía de la reflexión especular o dispersada difusamente sobre un área amplia. Ésta última es la que se detecta y es medida en la espectroscopia de reflexión difusa. Si el medio dispersante absorbe selectivamente a algunas frecuencias de la radiación incidente, éstas estarán atenuadas o no se encontrarán en la radiación dispersada, [Martínez Casanova, 2012].

4. DESARROLLO EXPERIMENTAL



4.1 MATERIALES EMPLEADOS

Polycarbonato virgen grado SC-1220R00, Pureza 95%, marca INFINO Samsung Green Technology

Tabla 3. Especificaciones del polycarbonato virgen

SC-1220R00			
Propiedades	Condiciones	Unidad	Valor
Densidad	----	g/cm ³	1.2
Tg	----	°C	150
Absorción de agua	23 °C	%	0,2
Índice de fluidez	250 °C, 1.2 kg	g/10 min	22
Contracción de moldeo	----	%	0,5-0,7
Resistencia a la tracción	50 mm/min	MPa	55
Resistencia a la flexión	2 mm/min	MPa	92
Módulo de flexión	2 mm/min	MPa	23

Polietileno de alta densidad virgen PEMEX 56035

Tabla 4. Especificaciones para el polietileno de alta densidad

PEADv 56035			
Propiedades	Método de prueba	Unidad	Valor
Densidad	ASTM-D-1505	g/cm ³	0,956
Índice de fluidez	ASTM-D-1238	g/10 min	0,35
Temperatura de fusión	ASTM-E-794	°C	132
Temperatura de cristalización	-----	°C	119
Resistencia a la tracción	ASTM-D-638	MPa	27
Elongación al rompimiento	ASTM-D-638	%	>500
Módulo elástico	ASTM-D-790	MPa	760
Temperatura de procesado	-----	°C	160-195

Polietileno de baja densidad virgen DOW CHEMICAL. Densidad: 0.924 g/cm³, (anexo II).

Polycarbonato reciclado (PCr) de discos CD y DVD triturados. Temperatura de transición vítrea 149 °C, (anexo II).

Polietileno de alta densidad reciclado (PEADr) de envases triturados, (anexo II).

Tabla 5. Especificaciones del polietileno de alta densidad reciclado.

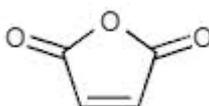
PEADr		
Propiedades	Unidad	Valor
Temperatura de fusión	°C	129
Temperatura de cristalización	°C	121

4.2 REACTIVOS

Anhídrido Maleico (AHM) FLUKA Analytical, pureza: 99%

Tabla 6. Especificaciones del anhídrido maleico

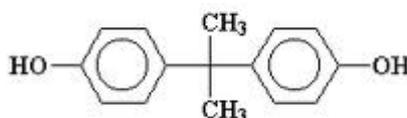
Anhídrido Maléico		
Peso molecular	g/mol	98,1
Densidad relativa	g/cm ³	1,48
Punto de fusión	°C	53
Punto de ebullición	°C	202
Formula molecular		C ₄ H ₂ O ₃



Bisfenol A (Bis A) SIGMA-ALDRICH pureza: 98%

Tabla 7. Especificaciones del bisfenol A

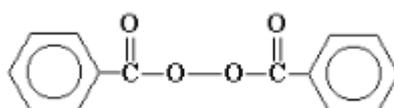
Bisfenol A		
Peso molecular	g/mol	228,28
Densidad relativa	g/cm ³	1,2
Punto de fusión	°C	150-155
Punto de ebullición	°C	250-252
Formula molecular		C ₁₅ H ₁₆ O ₂



Peróxido de benzoilo (BPO) SIGMA-ALDRICH pureza: 98%

Tabla 8. Especificaciones del peróxido de benzoilo

Peróxido de benzoilo		
Peso molecular	g/mol	242,2
Densidad relativa	g/cm ³	1,3
Punto de fusión	°C	103
Formula molecular		C ₁₄ H ₁₀ O ₄



Acetona anhidra J.T. Baker pureza: 99%

Tabla 9. Especificaciones de acetona anhidra

Acetona anhidra		
Peso molecular	g/mol	58,08
Densidad relativa	g/cm ³	0,79
Punto de fusión	°C	-95,4
Punto de ebullición	°C	56,2
Formula molecular		C ₃ H ₆ O



4.3 EQUIPO

- ❖ Horno marca RIOSSA modelo H-41.
- ❖ Extrusor de tornillo simple marca Nieto (anexo I), cuyas dimensiones del tornillo son de 51 mm de diámetro y 1067 mm de longitud, con una relación longitud a diámetro (L/D) de 21:1.
- ❖ Máquina de inyección marca *DEMAG ergo tech pro 50-20*. Con husillo de 35 mm de diámetro.
- ❖ Molde de acuerdo a la norma ASTM-D638.

- ❖ Parrilla de calentamiento con agitador integrado marca CIMAREC Thermo Scientific, modelo SP131325 de 120 volts.
- ❖ Máquina de pruebas mecánicas universal marca Instron modelo 5500R.
- ❖ Infrarrojo FT-IR, marca THERMO SCIENTIFIC modelo NICOLET 6700 de reflectancia total atenuada.
- ❖ Analizador térmico marca TA INSTRUMENTS modelo SDT Q100, con una resolución de 0.001°C.
- ❖ Microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-7600F.
- ❖ Ion-sputter JEOL modelo JFC-1100E.
- ❖ Microscopio óptico marca OLYMPUS modelo VANOX AHMT3.

4.4 MEZCLAS PCr/PEADr

Para este primer estudio se realizaron ocho muestras con diferentes porcentajes de PCr y PEADr.

En la tabla 10 se encuentran los distintos porcentajes con su respectivo peso en gramos para cada muestra.

Tabla 10. Proporciones de muestras

Mezcla	% PC	% PEAD	PC (g)	PEAD (g)
PC virgen	100	0	1,500	0
PC reciclado	100	0	1,500	0
PCr/PEADr	80	20	1,200	300
PCr/PEADr	60	40	900	600
PCr/PEADr	40	60	600	900
PCr/PEADr	20	80	300	1,200
PEAD reciclado	100	0	0	1,500
PEAD virgen	100	0	0	1,500

4.4.1 Secado de materiales

El policarbonato fue secado a 115°C durante 4 horas, esto con el fin de evitar la degradación del material por hidrólisis, al momento de ser procesado, [Fred Hochgraf, 2001; Sánchez Mora, 2003].

El polietileno de alta densidad se seco a 95°C durante 2 horas, para eliminar trazas de humedad que pudieran dañar al policarbonato durante el proceso de extrusión.

4.4.2 Extrusión para mezclas PCr/PEADr

Una vez que las muestras fueron pesadas y secadas se llevó a cabo el proceso de extrusión, con el propósito de obtener mezclas homogéneas de PCr y PEADr.



Figura 33. Extrusor de tornillo simple marca Nieto

Se obtuvo un material de forma tubular con diámetro interno de 5.5 mm y diámetro externo de 6.5 mm, de acuerdo a la forma del dado empleado.

El material fundido se hizo pasar por un canal con agua a temperatura ambiente, para solidificarlo.

Se manejaron dos perfiles de temperatura a lo largo del husillo, debido a que el polietileno se degrada a menor temperatura y, por ende, al aumentar la cantidad de PEAD se tuvo que disminuir dicha variable.

En las tablas 11 y 12 es posible observar las diferentes temperaturas manejadas en el husillo durante la extrusión, y las muestras que corresponden a cada perfil de temperaturas.

Tabla 11. Temperaturas de procesamiento para las mezclas con mayor porcentaje de PC.

Temperatura extrusión (°C)			
Zona de alimentación	Zona de compresión	Zona de dosificación	Dado
205	210	215	220

Mezcla	% PC	% PEAD	PC (g)	PEAD (g)
<i>PC virgen</i>	100	0	1,500	0
<i>PC reciclado</i>	100	0	1,500	0
<i>PCr/PEADr</i>	80	20	1,200	300
<i>PCr/PEADr</i>	60	40	900	600

Tabla 12. Temperaturas de procesamiento para las mezclas con mayor porcentaje de PEAD.

Temperatura extrusión (°C)			
Zona de alimentación	Zona de compresión	Zona de dosificación	Dado
160	165	175	180

Mezcla	% PC	% PEAD	PC (g)	PEAD (g)
<i>PCr/PEADr</i>	40	60	600	900
<i>PCr/PEADr</i>	20	80	300	1,200
<i>PEAD reciclado</i>	0	100	0	1,500
<i>PEAD virgen</i>	0	100	0	1,500

Una vez obtenidas las muestras se trituraron en un molino de cuchillas. Los materiales fueron secados nuevamente (a 115°C durante 4 horas), para el proceso de inyección.

4.4.3 Inyección de mezclas PCr/PEADr sin compatibilizante

Cada muestra fue inyectada con el fin de obtener las probetas para los ensayos de tracción.



Figura 34. Molde normalizado ASTM-D638

Se utilizó *lubrisil de polisil* (lubricante de silicón) como desmoldante antes de cada inyección.

En la siguiente tabla se indican las especificaciones para cada muestra inyectada.

Tabla 13. Especificaciones de la inyectora para cada muestra

<i>PCv/PEADv (100/0)</i>			<i>PCr/PEADr (100/0)</i>		
Velocidad de inyección	40	m/s	Velocidad de inyección	40	m/s
Presión de Inyección	1178	bares	Presión de Inyección	1178	bares
Presión posterior	500	bares	Presión posterior	500	bares
Tiempo de Presión Post.	2	s	Tiempo de Presión Post.	2	s
Tiempo de enfriamiento	35	s	Tiempo de enfriamiento	35	s
Revoluciones	100	RPM	Revoluciones	100	RPM

<i>PCr/PEADr (80/20)</i>			<i>PCr/PEADr (60/40)</i>		
Velocidad de inyección	20	m/s	Velocidad de inyección	20	m/s
Presión de Inyección	720	bares	Presión de Inyección	720	bares
Presión posterior	500	bares	Presión posterior	500	bares
Tiempo de Presión Post.	2.5	s	Tiempo de Presión Post.	2.5	s
Tiempo de enfriamiento	25	s	Tiempo de enfriamiento	25	s
Revoluciones	100	RPM	Revoluciones	150	RPM

<i>PCr/PEADr (40/60)</i>			<i>PCr/PEADr (20/80)</i>		
Velocidad de inyección	20	m/s	Velocidad de inyección	25	m/s
Presión de Inyección	702	bares	Presión de Inyección	1892	bares
Presión posterior	500	bares	Presión posterior	450	bares
Tiempo de Presión Post.	2	s	Tiempo de Presión Post.	9	s
Tiempo de enfriamiento	35	s	Tiempo de enfriamiento	40	s
Revoluciones	150	RPM	Revoluciones	120	RPM

<i>PCv/PEADv (0/100)</i>			<i>PCr/PEADr (0/100)</i>		
Velocidad de inyección	25	m/s	Velocidad de inyección	25	m/s
Presión de Inyección	714	bares	Presión de Inyección	714	bares
Presión posterior	445	bares	Presión posterior	445	bares
Tiempo de Presión Post.	9	s	Tiempo de Presión Post.	9	s
Tiempo de enfriamiento	40	s	Tiempo de enfriamiento	40	s
Revoluciones	120	RPM	Revoluciones	120	RPM

Las muestras fueron alimentadas a la tolva de la inyectora, las especificaciones fueron modificadas hasta lograr que el molde fuera llenado con el material.

Todas las muestras fueron inyectadas con el siguiente perfil de temperaturas:

Tabla 14. Perfil de temperaturas para las muestras PCv, PCr, PCr/PEADr, PEADv y PEADr.

Temperaturas de inyección (°C)			
Zona de Alimentación	Zona de Compresión	Zona de Homogeneización	Zona de dosificación
220	230	240	250

4.4.4 Hidrólisis de las muestras

Para las pruebas de hidrólisis, se utilizó una parrilla de calentamiento con agitador integrado, sobre la cual se colocó un recipiente cerrado para evitar que el agua se evaporara, los especímenes inyectados fueron colocados en su interior y se cubrieron en su totalidad con agua desionizada durante ciclos de 24h. Estos ciclos consistían en alternar cada 12h la temperatura de exposición de las probetas, es decir 12h a 80-85°C y 12h a 25°C. Las muestras fueron expuestas a 10, 20 y 30 ciclos.

4.4.5 Pruebas de tracción

Las probetas según la norma ASTM-D638 tienen las siguientes medidas:

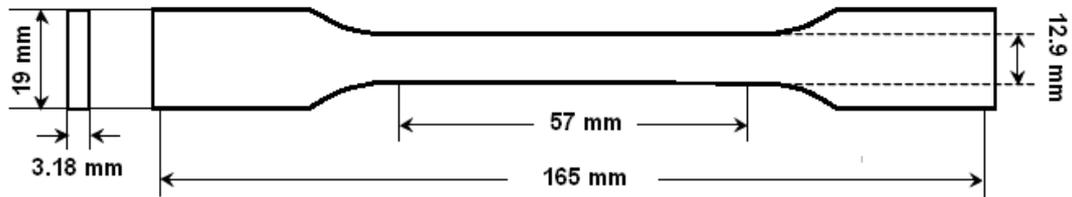


Figura 35. Dimensiones de una probeta tipo halterio empleada en ensayos de tracción, [Sánchez Mora, 2003].

Los ensayos de tracción se hicieron de acuerdo a la norma ASTM-D638, a una velocidad de cabezal de 5 mm/min.



Figura 36. Ensayo de tensión.

4.5 MECANISMO DE REACCIÓN PARA EL INJERTO DE ANHÍDRIDO MALEICO EN PEBD.

El injerto del PEBD se realizó con el fin de compatibilizar la mezcla PCr/PEADr.

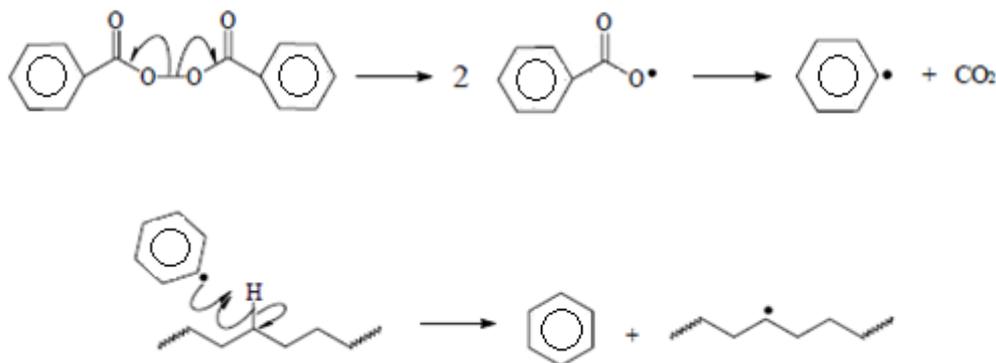


Figura 37. Formación de radicales libres

Posteriormente el polietileno de baja densidad se injerto con anhídrido maleico.

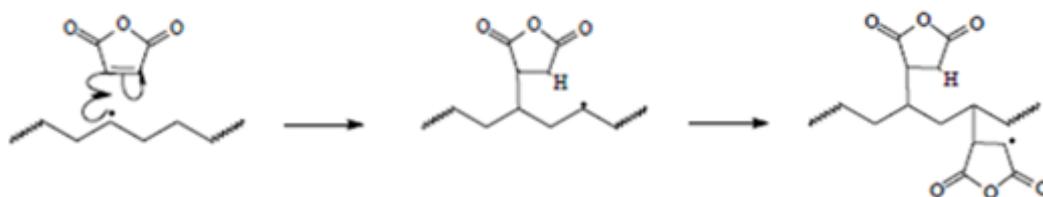


Figura 38. Injerto de AHM en PEBD

Otro compatibilizante se obtuvo a partir del injerto de anhídrido maleico y bisfenol A en PEBD.

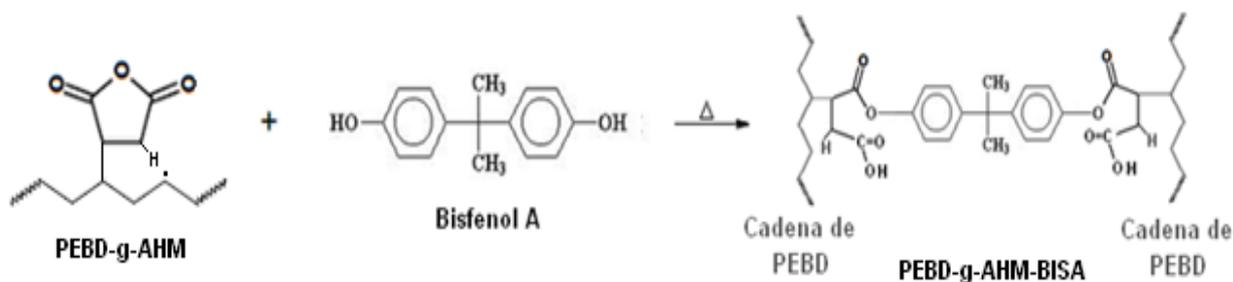


Figura 39. Reacción de injerto del Bis A en PEBD-g-AHM

Los compatibilizantes se prepararon de la siguiente manera:

- Se disolvió anhídrido maleico (AHM) en la mínima cantidad necesaria de acetona anhídrida para cubrir uniformemente al PEBD. A continuación se muestran las diferentes proporciones de AHM por cada 100 gramos de PEBD:

Tabla 15. Gramos de AHM por cada 100 gramos de PEBD

Clave	AHM (g)	PEBD (g)
1.5M	1.5	100
3M	3	100
6M	6	100

- Estas disoluciones se mezclaron perfectamente con el PEBD, posteriormente la acetona se dejó evaporar para que el AHM quedara adherido a los gránulos del polímero.
- A continuación se le agregó peróxido de benzoilo (BPO) a cada mezcla, el cual sirvió como iniciador para la formación de radicales libres.

Tabla 16. Gramos calculados de BPO de acuerdo a los gramos de AHM empleados.

Clave	AHM (g)	BPO (g)	PEBD (g)
1.5M	1.5	0,1	100
3M	3	0,2	100
6M	6	0,5	100

Tabla 17. Proporciones de AHM y BPO para 700 gramos de PEBD

Clave	AHM (g)	BPO (g)	PEBD (g)
1.5M	10,5	0,7	700
3M	21	1,4	700
6M	42	3,5	700

- Posteriormente las mezclas físicas se introdujeron en un extrusor de husillo simple (descrito en el anexo I), para un mezclado homogéneo y para, finalmente, obtener el injerto de AHM en PEBD. Cabe mencionar que se ha elegido el injerto de PEBD con AHM porque es un procedimiento sencillo y económicamente viable.

Todos los compatibilizantes fueron extrudidos con las temperaturas de la siguiente tabla:

Tabla 18. Perfil de temperaturas para la extrusión de compatibilizantes

Temperaturas de extrusión (°C)			
Zona de alimentación	Zona de compresión	Zona de dosificación	Dado
160	190	200	210

La velocidad de giro del husillo fue de 50 rpm. Una vez que se obtuvieron los extrudidos, estos fueron molidos, secados y pesados.

Durante la extrusión hubo pérdidas de la mezcla de PEBD y AHM, por lo que se recalculó la cantidad de AHM presente en el producto obtenido después de la extrusión. Es decir, los 700 gramos de mezcla inicial se redujeron entre un 15-20%, por lo que las mezclas después de la extrusión pesaron entre 630 y 660 gramos.

Tabla 19. Cantidades obtenidas después de la extrusión de PEBD-g-AHM.

Clave	AHM (g) agregado a 700 g de PEBD	PEBD-g-AHM (g)	AHM (g) calculado después de extrudir
1.5M	10,5	639	9,58
3M	21,0	654	19,62
6M	42,0	631	37,86

Una vez que se calcularon los nuevos valores se procedió a obtener las cantidades requeridas de bisfenol A, para que reaccionara con el AHM. Los valores de los pesos del bisfenol A se presentan en la tabla 20. Para llevar a cabo esta reacción, se tomó 50 % de cada muestra extrudida anteriormente.

El bisfenol A se pesó en una proporción molar 2:1 de AHM y Bis A.

A continuación se muestra un ejemplo de los cálculos realizados para obtener los gramos requeridos de bisfenol A.

$$319.5 \text{ PEBD-g-AHM} \longrightarrow 4.79 \text{ g de AHM}$$

$$4.79 \text{ g de AHM} \times \frac{1 \text{ mol de AHM}}{98.1 \text{ g de AHM}} = 0.049 \text{ mol de AHM}$$

$$\frac{228.28 \text{ g de Bis A}}{1 \text{ mol de Bis A}} \times \frac{1 \text{ mol de Bis A}}{2 \text{ mol de AHM}} \times 0.049 \text{ mol de AHM} = 5.59 \text{ g de Bis A}$$

Tabla 20. Proporción en gramos y moles de bisfenol A con respecto a la cantidad de AHM en el compatibilizante.

Clave	PEBD-g-AHM(g)	AHM (g) calculado después de extrudir	AHM (moles)	Bis A (g)	Bis A (moles)
1.5M	319,5	4,79	0,049	5,59	0.024
3M	327	9,81	0,100	11,41	0.050
6M	315,5	18,93	0,193	22,03	0.096

Los nuevos compatibilizantes fueron extrudidos, para poder homogeneizar el bisfenol A.

Tabla 21. Temperaturas de extrusión para los compatibilizantes PEBD-g-AHM-Bis A

Temperaturas de extrusión (°C)			
Zona de alimentación	Zona de compresión	Zona de dosificación	Dado
170	180	190	200

Posteriormente los extrudidos fueron triturados y pesados. Los datos se muestran en la siguiente tabla.

Tabla 22. Claves y cantidades de los compatibilizantes PEBD-g-AHM-Bis A

Clave	PEBD-g-AHM-BisA (g)
1.5M-BisA	288,0
3M-BisA	249,5
6M-BisA	276,0

4.6 INFRARROJO

Los seis compatibilizantes (1.5M, 3M, 6M, 1.5M-BisA, 3M-BisA y 6M-BisA) fueron analizados por infrarrojo para saber si se llevó a cabo el injerto de los reactivos.

Las dimensiones de las muestras fueron de 0.4 x 0.4 cm.

4.7 MEZCLAS 80-20 PCr/PEADr CON COMPATIBILIZANTE

Una vez obtenidos los resultados de infrarrojo, a la mezcla 80-20 PCr/PEADr se le agregó el compatibilizante 1.5M-BisA en dos proporciones distintas.

En la tabla 23 se indican las cantidades.

Tabla 23. Cantidad en gramos del compatibilizante 1,5M-BisA para la mezcla 80-20 PCr/PEADr.

PCr (g)	PEADr (g)	PCr/PEADr (g)	1,5M-BisA (g)
1200	300	1500	75
1200	300	1500	150

Las mezclas fueron secadas a 115°C durante 4 horas. Posteriormente ambas muestras se extrudieron con el siguiente perfil de temperaturas.

Tabla 24. Temperaturas de extrusión para las mezclas 80-20 PCr/PEADr con compatibilizante.

Temperaturas de extrusión (°C)			
Zona de alimentación	Zona de compresión	Zona de dosificación	Dado
180	190	200	210

Los extrudidos se trituraron y se secaron nuevamente a 115°C durante 4 horas, para el proceso de inyección.

Las muestras fueron inyectadas, con el fin de obtener las probetas para los ensayos de tracción.

Tabla 25. Temperaturas de inyección para las mezclas 80-20 PCr/PEADr con compatibilizante.

Temperaturas de inyección (°C)			
Zona de Alimentación	Zona de Compresión	Zona de Homogeneización	Zona de dosificación
215	220	230	240

Las muestras fueron expuestas a 10, 20 y 30 ciclos de hidrólisis.

Los ensayos de tracción se hicieron de acuerdo a la norma ASTM-D638, a una velocidad de cabezal de 5 mm/min.

4.8 CALORIMETRÍA DE BARRIDO DIFERENCIAL (DSC)

El intervalo de temperaturas fue de -30°C a 260°C, con una velocidad de 10°C/min en atmosfera de N₂. Las muestras tenían una medida aproximada de 0.5 x 0.5 cm. El análisis para determinar la T_g se llevó a cabo para las muestras sin hidrólisis de PCv, PCr, PEADv, PEADr, 80-20 PCr/PEADr sin compatibilizante y para las muestras con compatibilizante 80-20 PCr/PEADr + 1.5M-BisA (75g) y 80-20 PCr/PEADr + 1.5M-BisA (150g).

4.9 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)

Esta técnica se utilizó con el propósito de obtener la morfología y el efecto del compatibilizante en las muestras. Para analizar la superficie fracturada de dichas muestras, se cortó el área transversal de los especímenes previamente empleados en el ensayo de tensión. Las dimensiones aproximadas de cada muestra fueron de 0.4 x 0.4 cm. Las imágenes se obtuvieron con aumentos de

1,000X y 5,000X, con electrones retrodispersados; que permiten la obtención de imágenes claras de la superficie, [Ibarra Fernández. *et al*, 2001].



Figura 40. Microscopio electrónico de barrido marca JEOL.

4.9.1 Preparación de las muestras para el MEB

Para que los materiales pudieran ser analizados en el microscopio electrónico de barrido MEB, éstas necesitaban ser conductoras de corriente eléctrica. Para lograr esto, las muestras fueron cubiertas con una capa de oro; el cual es conductor, [Gonzales Lorenzo, 2009].

El equipo empleado, para el recubrimiento de oro, fue un ion-sputter, tal como el que se muestra en la siguiente figura.



Figura 41. Ion-sputter JEOL modelo JFC-1100E.

4.10 MICROSCOPIA ÓPTICA

Las imágenes fueron tomadas con una magnificación total de 50X, por transmisión de luz.

Solo se obtuvieron imágenes de las muestras de policarbonato virgen sin hidrólisis y con treinta ciclos de hidrólisis, ya que dichas muestras fueron las únicas transparentes.

La diferencia entre las dos muestras observadas, que se esperaba encontrar con microscopía óptica, era que el material expuesto a treinta ciclos de hidrólisis presentara algún daño o deterioro causado por la hidrólisis, mientras que la muestra sin hidrólisis se mantuviera intacta.

5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

5.1 MEZCLAS PCr/PEADr

5.1.1 Propiedades mecánicas a la tensión de PCr, PEADr y sus mezclas, sin hidrólisis.

Los resultados de las pruebas mecánicas para la mezcla de PCr/PEADr, sin hidrólisis fueron los siguientes:

A continuación se muestran las gráficas obtenidas, en las cuales se pueden observar variaciones en la resistencia a la tensión, el módulo elástico y el porcentaje de deformación, para cada una de las muestras analizadas en la primera etapa del estudio.

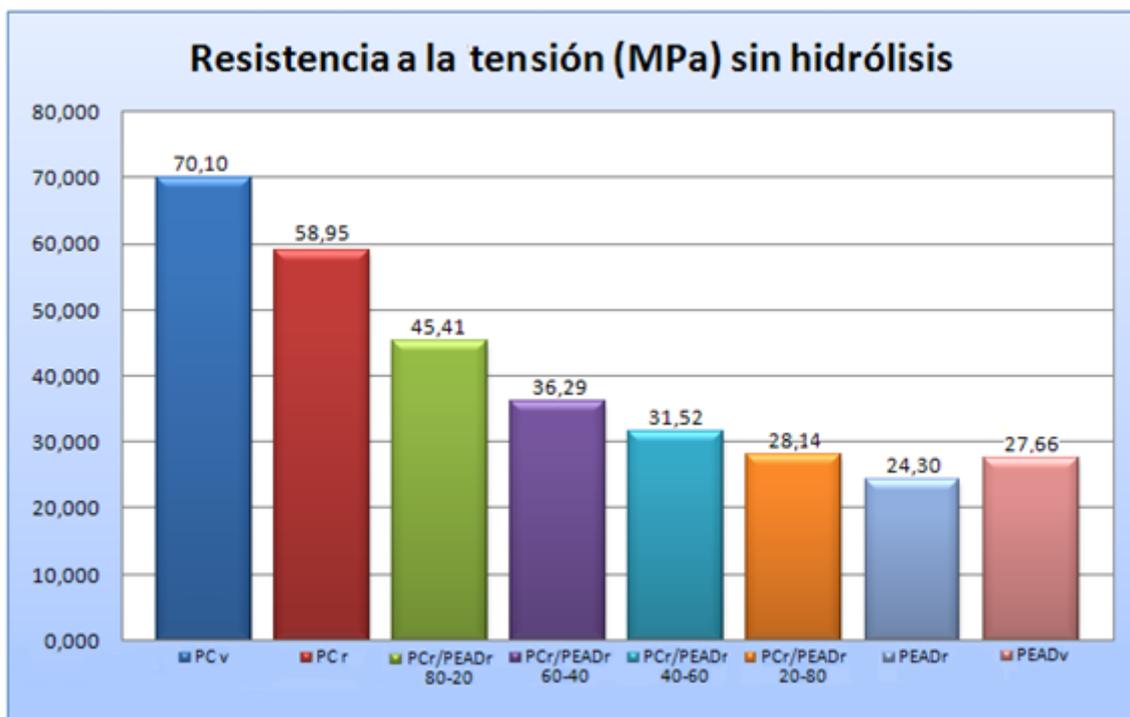


Figura 42. Gráfica de resistencia a la tensión (MPa) del PCr, PEADr y sus mezclas sin hidrólisis.

En la gráfica de la figura 42 se puede observar que las muestras de polímeros reciclados tienen menor resistencia a la tensión, comparada con el valor de los materiales vírgenes. Esto se debe a que el polímero reciclado ha sido

procesado varias veces y, por lo tanto, pierde muchas de sus propiedades, como en este caso la resistencia a la tensión. Por otro lado, también es posible notar que las muestras de PC que no contienen PEAD poseen mayor resistencia a la tensión, mientras que las muestras que sólo contienen PEAD tienen valores menores. De esta forma, cuando se incrementa la cantidad de PEADr a la mezcla la resistencia a la tensión tiende a disminuir.

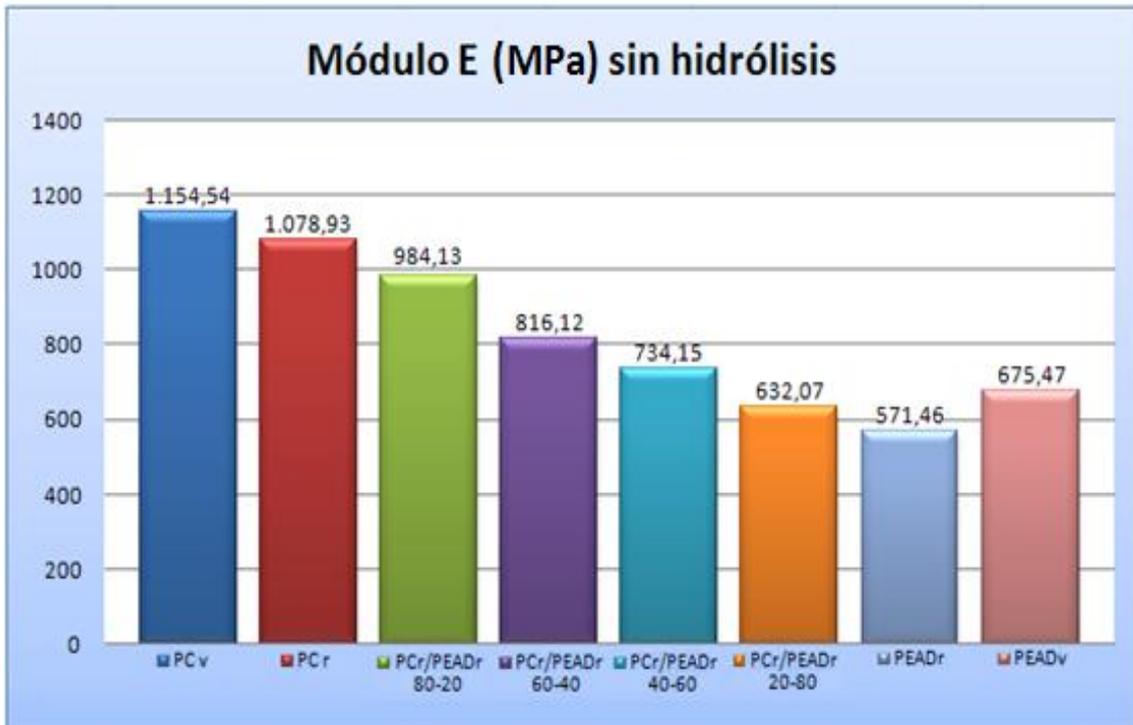


Figura 43. Variación del módulo elástico del PCr, PEADr y sus mezclas sin hidrólisis.

En la gráfica de módulo elástico para PCr, PEADr y sus mezclas sin hidrólisis, se observa la misma tendencia que en la gráfica de resistencia a la tensión, ya que los materiales reciclados se ven afectados también en esta propiedad, cuando se han reprocesado más de una vez y es posible apreciarlo en la gráfica de la figura 43 al comparar los valores de PCr y PCv así como los de PEADr y PEADv. Por otro lado, cuanto más PEADr haya en la mezcla, el módulo elástico tenderá a disminuir, debido a que el del PEADr es aproximadamente 50% menor que el valor del módulo elástico del PCr.

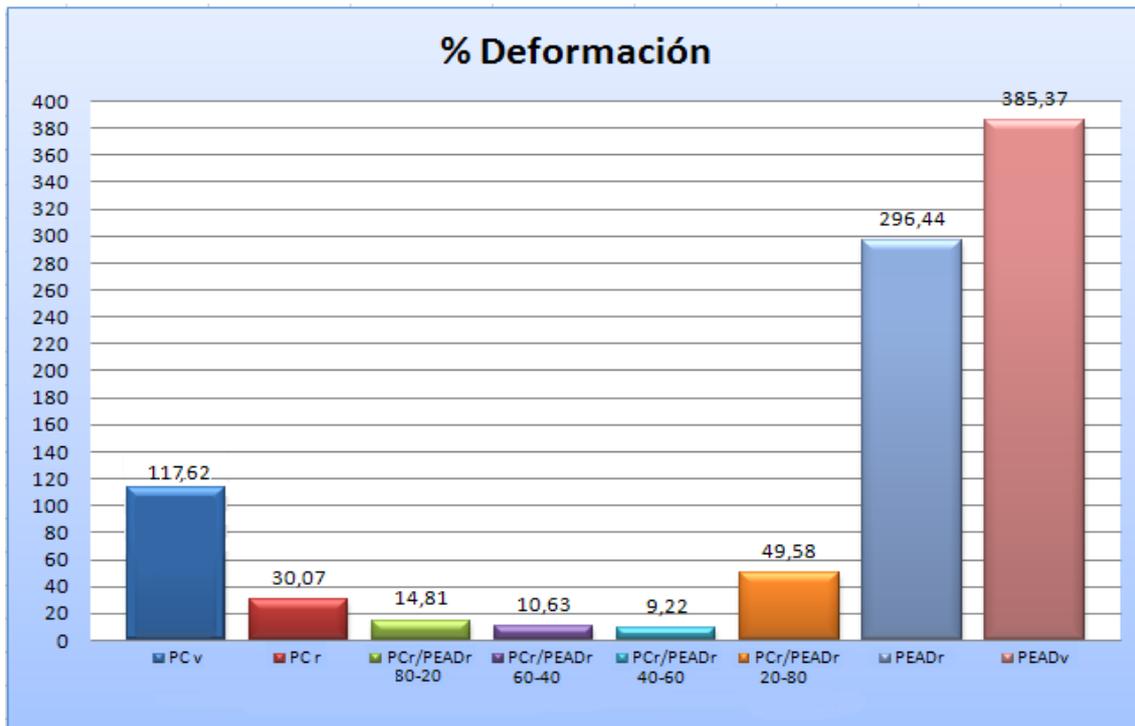


Figura 44. Variación del % de deformación en función del PCr, PEADr y sus mezclas.

Respecto a la deformación en tensión, es posible observar en la figura 44 que el polietileno de alta densidad sin mezclar tiene mayor porcentaje de deformación y cuando se mezcla, esta propiedad se reduce drásticamente, de la misma manera ocurre con el policarbonato virgen: antes de ser mezclado posee un mayor porcentaje de deformación, pero disminuye cuando se mezcla con el PEADr.

Con las gráficas anteriores se obtiene una visión amplia sobre el comportamiento de cada muestra antes de someterlas a hidrólisis.

También es posible deducir cual mezcla de PCr/PEADr es la mejor, ya que, según las gráficas de resistencia a la tensión y módulo elástico, sus propiedades son las que se ven menos afectadas. Dicha muestra es la que contiene únicamente 20% en peso de PEADr. Sin embargo, su porcentaje de deformación es muy bajo comparado con los valores de los polímeros vírgenes.

5.1.2 Propiedades mecánicas a la tensión, después de la hidrólisis.

La siguiente gráfica presenta los datos de resistencia a la tensión que se obtuvieron para las muestras sin hidrólisis y con 10, 20 y 30 ciclos de hidrólisis.

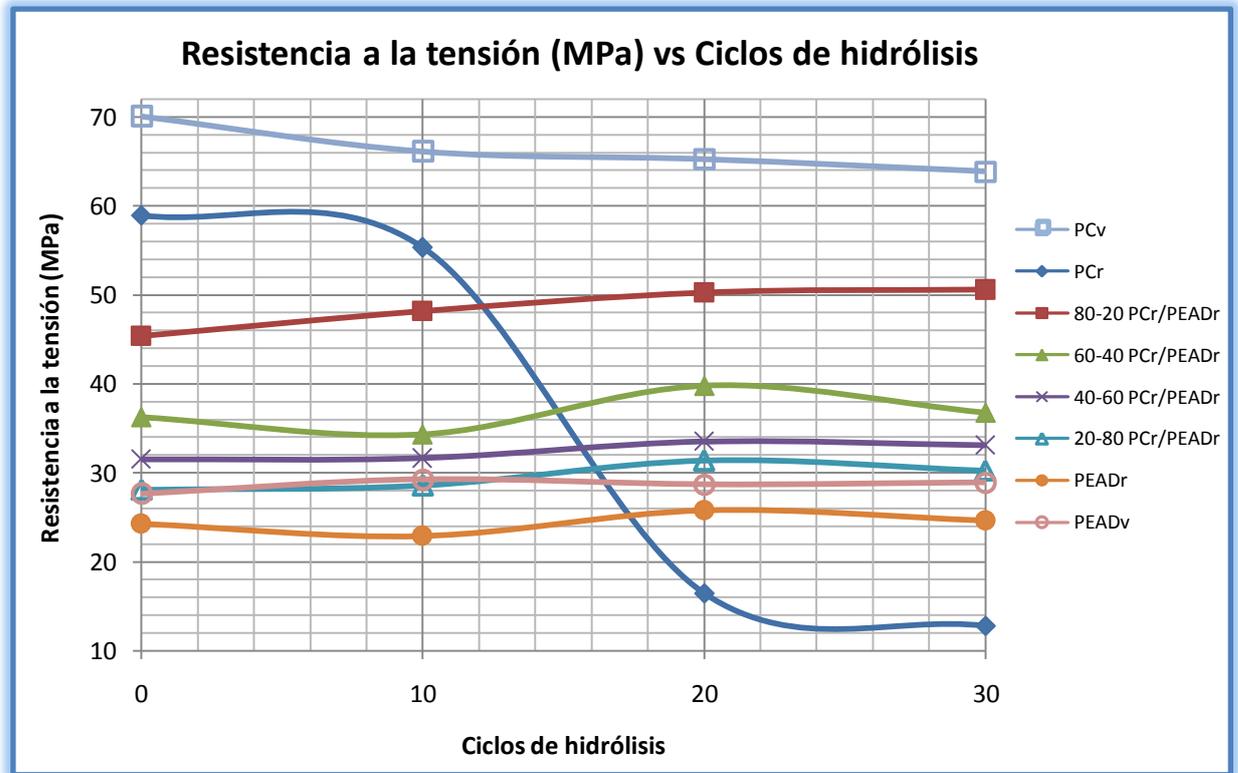


Figura 45. Variación de la resistencia a la tensión en función de las mezclas PCr/PEADr, de acuerdo a los ciclos de hidrólisis.

Se observa que, al aumentar los ciclos de hidrólisis, las muestras que contienen únicamente policarbonato muestran un claro descenso de resistencia a la tensión, principalmente el policarbonato reciclado, cuya propiedad disminuye significativamente. Por otro lado, es posible notar que la resistencia a la tensión de las muestras que contienen polietileno de alta densidad, en mezcla o sólo, no revela cambios significativos, ninguno de los especímenes parece afectado cuando se le somete a hidrólisis.

Por otra parte, los valores de resistencia a la tensión de las muestras que contienen más PEADr son inferiores, comparados con las que poseen mayor porcentaje de PCr. Es decir, el valor de la resistencia a la tensión disminuye en dependencia de la cantidad de PEADr que se le añade a la mezcla.

A continuación en la figura 46, se han trazado los valores de módulo elástico obtenidos para cada muestra con respecto a los ciclos de hidrólisis.

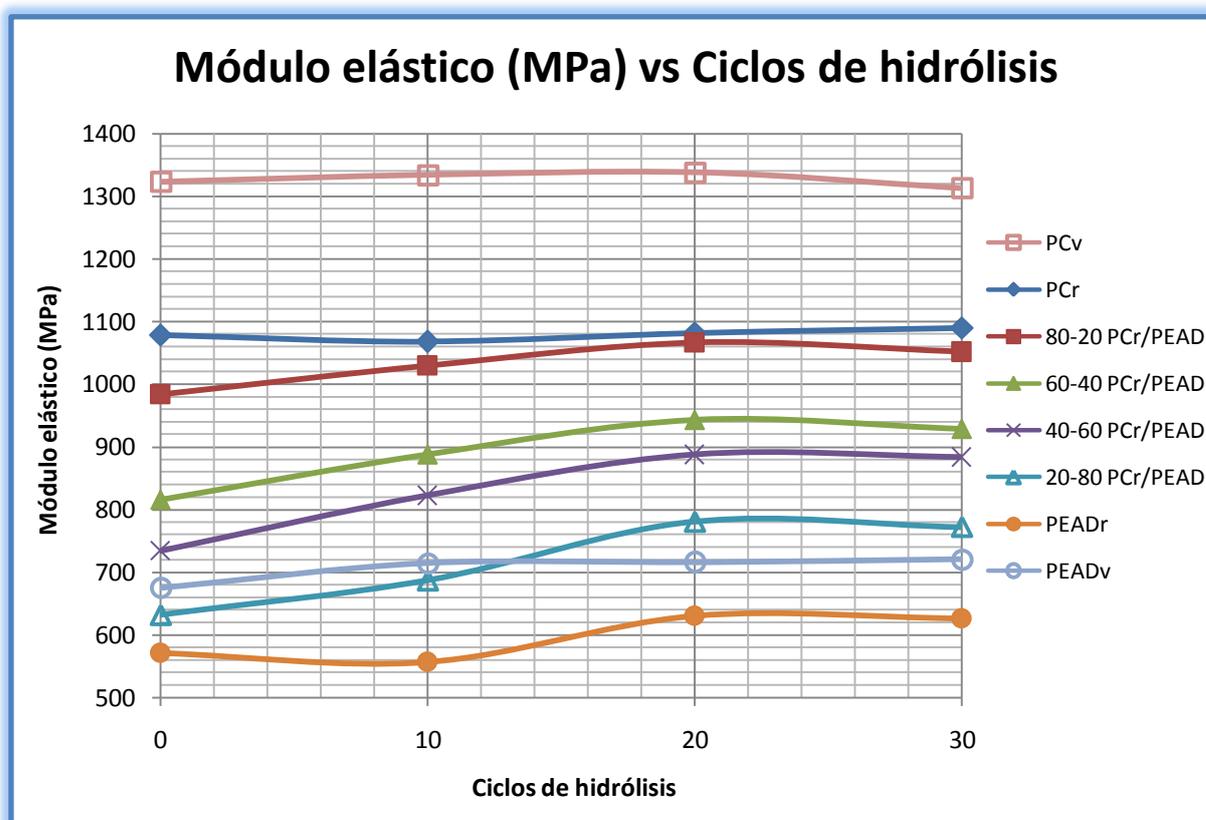


Figura 46. Variación del módulo en función de la mezcla PCr/PEADr, de acuerdo a los ciclos de hidrólisis.

En la gráfica de módulo elástico de la figura 46 no se observan cambios significativos para ninguna de las ocho muestras. Sin embargo, la muestra de PCv tiene una ligera tendencia a disminuir mientras que el PCr, el PEADr, el PEADv y sus mezclas tienen una ligera tendencia a aumentar, cuando se incrementan los ciclos de hidrólisis. Por otro lado, al igual que en la gráfica de resistencia a la tensión de la figura 45, se observa que a menor cantidad de PC en la mezcla, el valor del módulo elástico disminuye y, por lo tanto, ésta propiedad dependerá de cuanto PEAD se le añada a dicha mezcla.

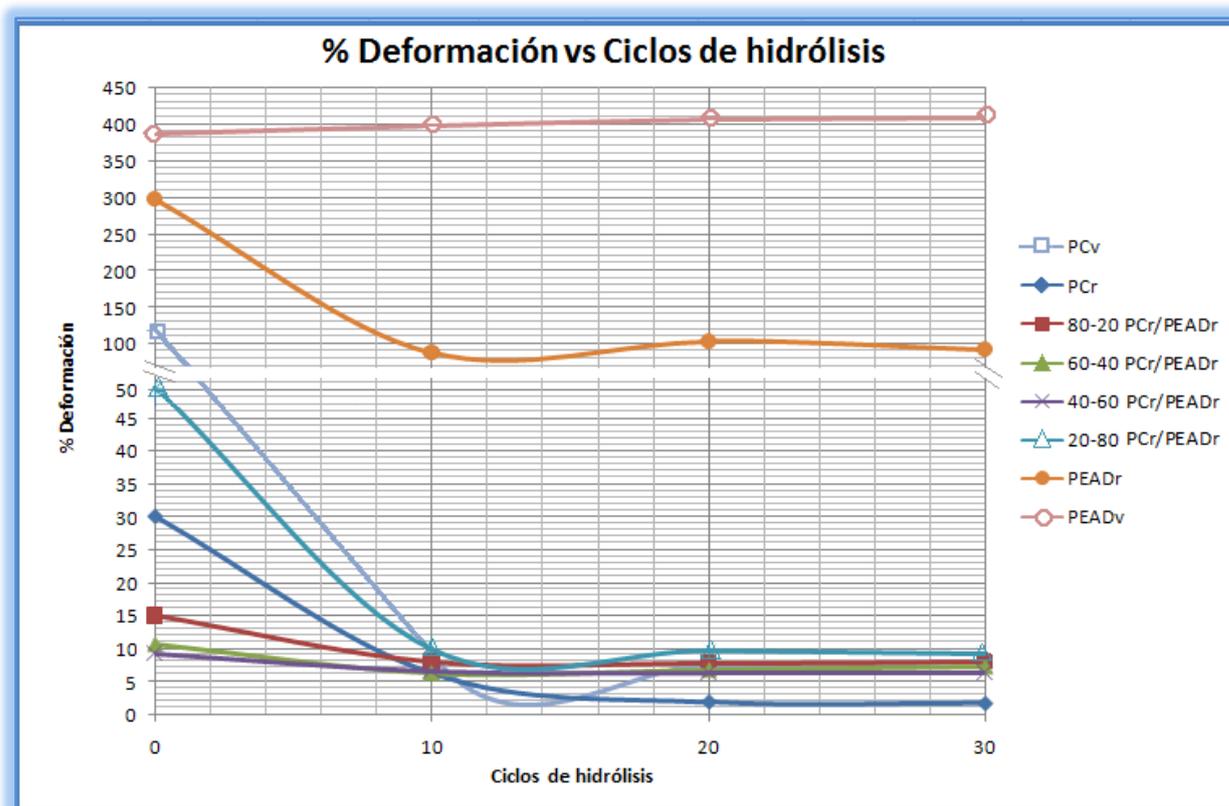


Figura 47. Deformación (%) de las muestras PCv, PCr, PEADv, PEADr y sus mezclas en función de los ciclos de hidrólisis.

El porcentaje de deformación para las muestras PCv, PCr, PEADv, PEADr y sus mezclas se muestra en la figura 47, la cual proporciona información acerca de lo que sucede al aumentar los ciclos de hidrólisis. Entonces, se puede ver que la deformación de las mezclas de polietileno con policarbonato, tienen un porcentaje de deformación bastante bajo. Sin embargo, se mantiene sin cambios importantes después de la hidrólisis, a diferencia de las muestras que son únicamente de policarbonato, las cuales pierden sustancialmente dicha propiedad, al incrementar el tiempo de exposición hidrolítica. Por otro lado, la muestra de PEADr disminuye su deformación considerablemente durante los primeros 10 ciclos de hidrólisis, para después mantenerse constante, mientras que el PEADv no se ve afectado al incrementar el tiempo de hidrólisis.

Entonces, al observar la deformación del PEADv en la gráfica de la figura 47, se deduce que si en lugar de polietileno de alta densidad reciclado se hubiera empleado polietileno virgen, es posible que al agregar el PCr, la deformación de la mezcla no se hubiese visto afectada tan drásticamente.

De acuerdo a los resultados anteriores, se ha elegido, para ser compatibilizada, la mezcla que contiene 80-20 PCr/PEADr, ya que presenta mayor resistencia a la tensión y módulo elástico, comparada con las mezclas que contienen mayor porcentaje de PEADr.

A pesar de que la mezcla 80-20 PCr/PEADr tiene valores inferiores de porcentaje de deformación a los del policarbonato virgen y el reciclado, cabe recordar que dicha mezcla, al ser sometida a hidrólisis, no muestra cambios significativos en la resistencia a la tensión ni en el módulo elástico, lo que sí sucede con el PCr y el PCv, que pierden sus propiedades de resistencia a la tensión, de módulo elástico y porcentaje de deformación al aumentar los ciclos de hidrólisis.

5.2 CARACTERIZACIÓN DEL COMPATIBILIZANTE POR INFRARROJO.

Los compatibilizantes obtenidos se analizaron por espectroscopia de infrarrojo, para saber si el AHM se logró injertar en el PEBD. A continuación se muestra el espectro del compatibilizante 1.5M-BisA obtenido con este procedimiento.

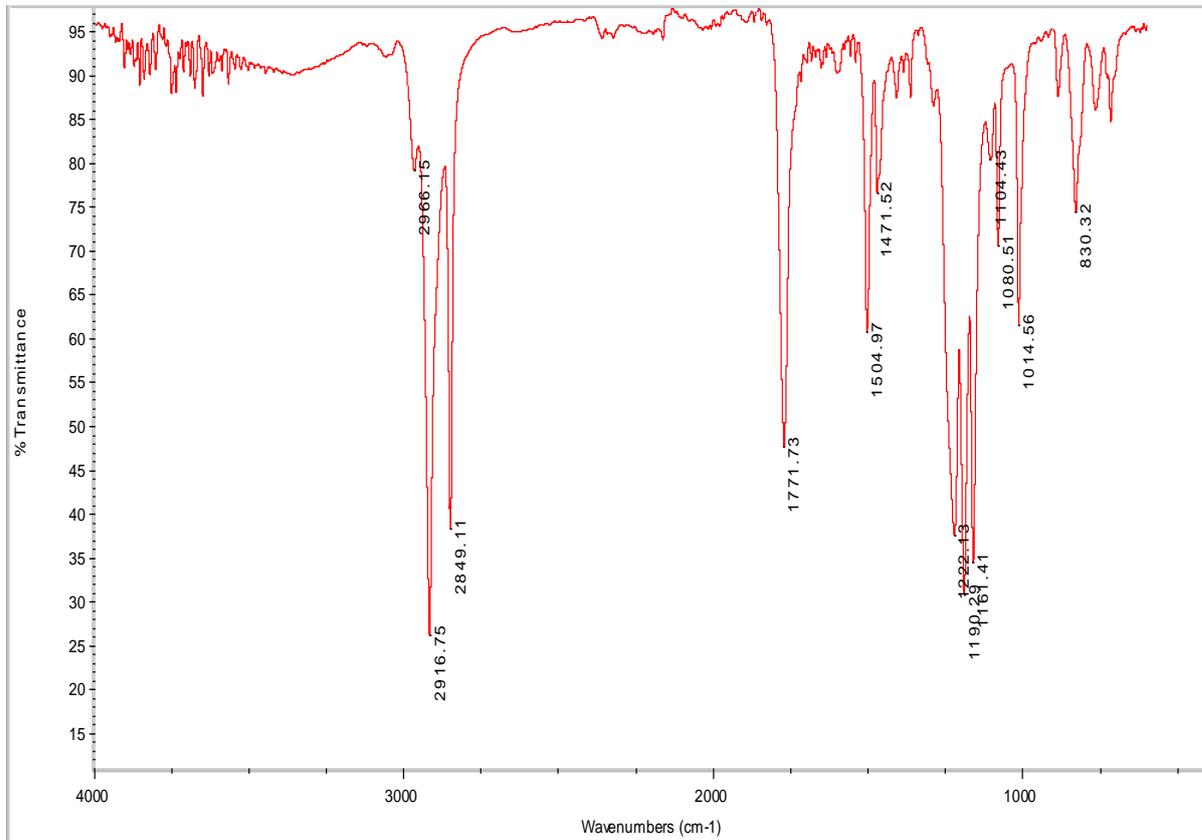


Figura 48. Espectro del compatibilizante 1.5M-BisA

La literatura reporta que la ubicación de las bandas para los ésteres fenólicos se encuentran entre 1770 y 1760 cm^{-1} . Dicho lo anterior, se puede observar que en el espectro de la figura 48 hay una banda en 1771.73 cm^{-1} , la cual representa la existencia en la muestra de este tipo de enlace éster, producto de la interacción del bisfenol A y el AHM. Con base a dicho enlace, es posible hablar de que el AHM, junto con el bisfenol A, fueron injertados con éxito en el polietileno de baja densidad. Sin embargo, solo se logró injertar uno de los seis compatibilizantes, ya que probablemente los otros cinco necesitaron mayor cantidad de peróxido de benzoilo o un mejor mezclado durante el proceso de extrusión.

Además, al comparar el espectro de la figura 48 con los espectros de las figuras 75, 76, 77 y 78 correspondientes a los reactivos puros, es posible observar un cambio en la ubicación de las bandas. Por lo tanto, se encontraron enlaces que no corresponden a los reactivos: en 1771.73 cm^{-1} que pertenece a C=O, en 1222.13 cm^{-1} característico de un enlace fenólico C-O y en 1191.29 cm^{-1} que corresponde a un enlace C-O. Estas dos últimas bandas pertenecen al grupo carboxilo del anhídrido maleico y también al nuevo acetato formado entre el anhídrido maleico y el bisfenol A.

Por otro lado, las bandas en 2916.75 cm^{-1} (CH_3), 2849.11 cm^{-1} (CH_2) y 1471.52 cm^{-1} (C=C) son características del polietileno de baja densidad. Los enlaces 1504.97 cm^{-1} (patrón de fenilo), 1104.43 cm^{-1} , 1080.51 cm^{-1} (C-O) y 1014.56 cm^{-1} (C=C) pertenecen al bisfenol A. Finalmente, la banda que se encuentra en 830.32 cm^{-1} (C-O) corresponde al anhídrido maleico.

La presencia de reacciones colaterales durante el proceso de funcionalización, cuando se utiliza AHM como agente, ha sido reportada mediante el uso de espectroscopia infrarroja. Esto origina el postulado de que el producto principal, cuando se funcionaliza PE con AHM son oligómeros de AHM y de anhídrido succínico injertados en la cadena de polietileno, así como la formación de cadenas entrecruzadas. Cabe mencionar que gran parte de las unidades de anhídrido maleico que se logran injertar se hidrolizan durante el proceso de precipitación y purificación del producto, por tal motivo en este estudio la purificación fue omitida, [B. Rojas de Gáscue, J. López, J. L. Prin, G.

Hernández, Y. Reyes, L. M. Marcano, F. López Carrasquero, C. Puig, A.J. Müller, 2005].

5.3 PROPIEDADES MECÁNICAS A LA TENSIÓN DEL PCv, PCr, PEADv, PEADr Y SUS MEZCLAS COMPATIBILIZADAS Y SOMETIDAS A HIDRÓLISIS.

En la gráfica de la figura 49 se muestran los resultados obtenidos de resistencia a la tensión, de acuerdo a los ciclos de hidrólisis a los que se sometió la mezcla 80-20 PCr/PEADr con el compatibilizante 1.5M-BisA. También se hace una comparación con los datos obtenidos de la mezcla sin compatibilizante, así como de las muestras vírgenes y recicladas.

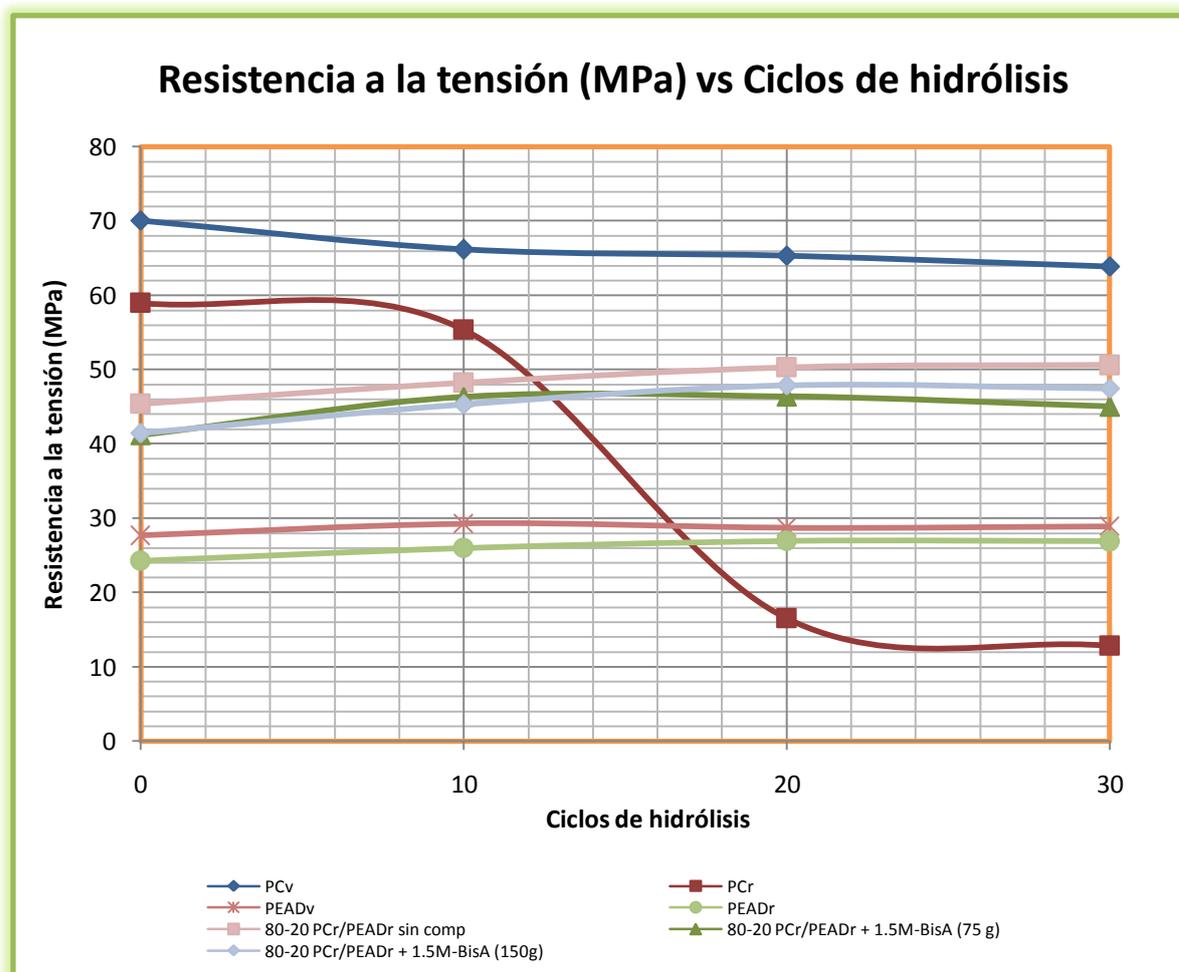


Figura 49. Resistencia a la tensión (MPa) vs ciclos de hidrólisis.

Se puede apreciar que las muestras que solo contienen policarbonato virgen disminuyen ligeramente su resistencia a la tensión al incrementar los ciclos de hidrólisis, mientras que la resistencia del policarbonato reciclado disminuye drásticamente. Esto probablemente sea debido a que el peso molecular del policarbonato reciclado ha disminuido durante su reprocesamiento. Por otro lado, las muestras que contienen polietileno, con y en ausencia de policarbonato, no manifiestan cambios significativos al ir aumentando los ciclos de hidrólisis. Esto quiere decir que como el PEADr que no se ve afectado por la hidrólisis le confiere un grado de resistencia al PCr cuando se encuentran mezclados, ya que la resistencia a la tensión del PCr comparada con la resistencia a la tensión de la mezcla 80-20 PCr/PEADr sin compatibilizante, ambas con 30 ciclos de hidrólisis, disminuye hasta un 74.66%.

Por otra parte, es posible apreciar que la resistencia a la tensión del policarbonato reciclado está por debajo de la resistencia del material virgen. Esto mismo se observa entre el PEADr y el PEADv.

También se puede observar que las líneas que representan la mezcla 80-20 PCr/PEADr + 1.5M-BisA y 80-20 PCr/PEADr sin compatibilizante están trazadas prácticamente entre las líneas de PEAD y las líneas de PC, lo que representa propiedades muy cercanas al promedio de los dos polímeros sin mezclar.

Así pues, es clara una diferencia entre la mezcla PCr/PEADr que contiene compatibilizante y la que no contiene. Es posible que el polietileno de baja densidad que hace la función de compatibilizante, disminuya la resistencia a la tensión de las mezclas.

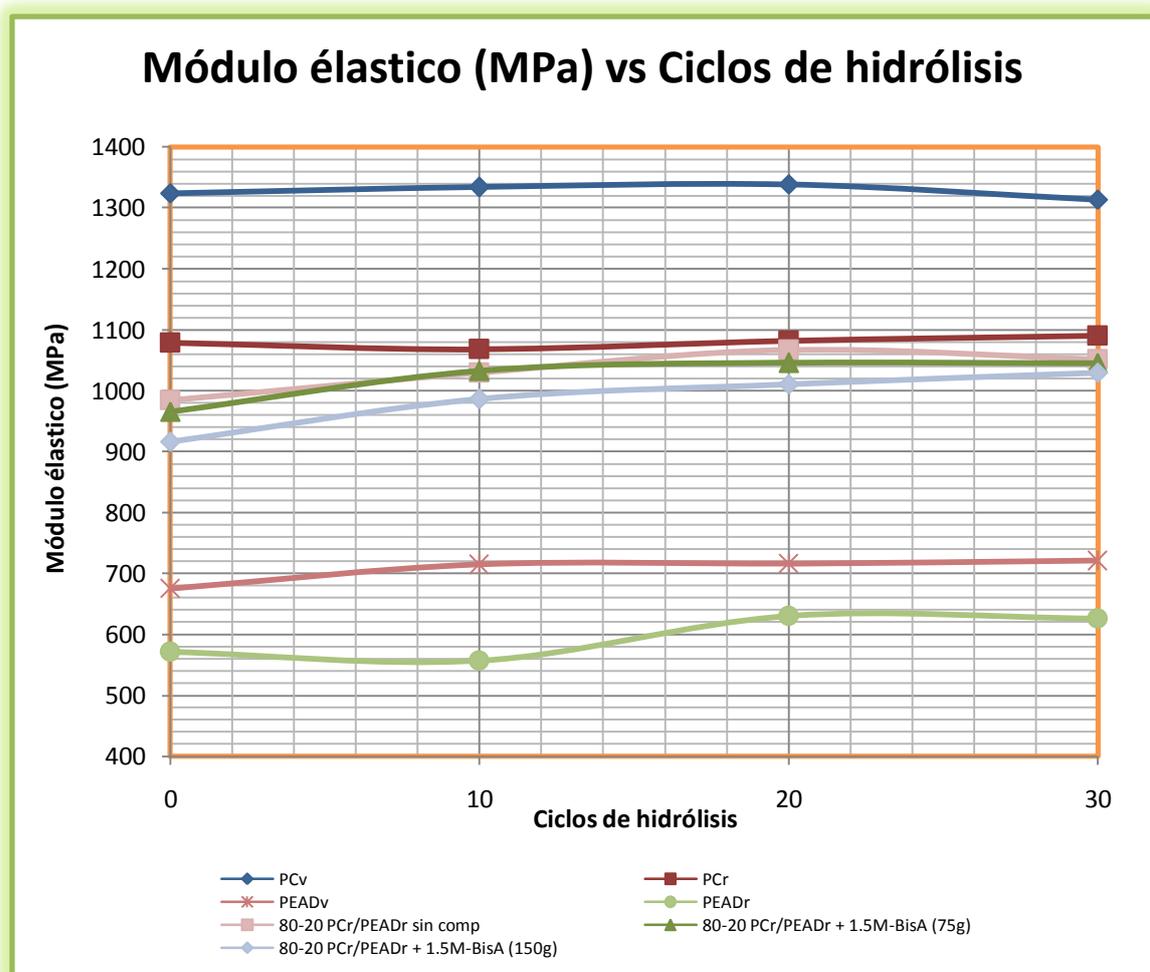


Figura 50. Módulo elástico vs ciclos de hidrólisis

En la gráfica de la figura 50 es posible apreciar una variación en los valores de módulo elástico de todas las muestras. En ella se observa que los valores de las mezclas 80-20 PCr/PEADr con y sin comptibilizante se acercan un poco más al comportamiento del PC; tanto virgen como reciclado. Esto probablemente sea debido a que dicha mezcla posee mayor cantidad de PCr que de PEADr, por lo que los valores tienden a parecerse a los del material que se encuentra en mayor cantidad. Por otra parte, el PCv tiende a disminuir ligeramente su módulo elástico al incrementar los ciclos de hidrólisis, mientras que con el resto de las muestras sucede lo contrario, ya que se puede observar una ligera tendencia a aumentar su módulo elástico cuando son sometidas a hidrólisis.

Así pues, como en la gráfica de resistencia a la tensión de la figura 49, se aprecia una diferencia de módulo elástico entre la mezcla que contiene el

compatibilizante y la que no lo contiene; ya que el módulo de ésta última es ligeramente mayor. Dicha diferencia probablemente se deba a lo mencionado en el análisis de la gráfica de tensión: la presencia del polietileno de baja densidad en el compatibilizante tiende a disminuir ligeramente las propiedades de la mezcla, ya que el polietileno de baja densidad tiene menores propiedades elásticas que el PEAD.

Como se dijo, en este estudio la resistencia a la tensión y el módulo elástico de las mezclas de PCr con PEADr no se ven afectadas por la hidrólisis. A diferencia del estudio que realizó Arce en el 2010, donde intercaló montmorillonita, arena de río y nanopartículas de ZnO. En dicho estudio, las propiedades de resistencia a la tensión y módulo elástico descendieron drásticamente cuando el material contenía arena, aún sin previo tratamiento hidrolítico, ya que la arena promueve los puntos de iniciación de ruptura, lo que hace que el material se vuelva más frágil.

Por otro lado, Casillas Hernández, en el 2010, mezcló PCv con Hytrel y encontró que la mezcla perdía de manera importante su resistencia a la tensión, únicamente cuando el material era expuesto a hidrólisis.

A continuación se muestra la gráfica de porcentaje de deformación para las muestras de polímeros vírgenes, reciclados y sus mezclas compatibilizadas y sin compatibilizar, en función de los ciclos de hidrólisis en las figuras 51 y 52.

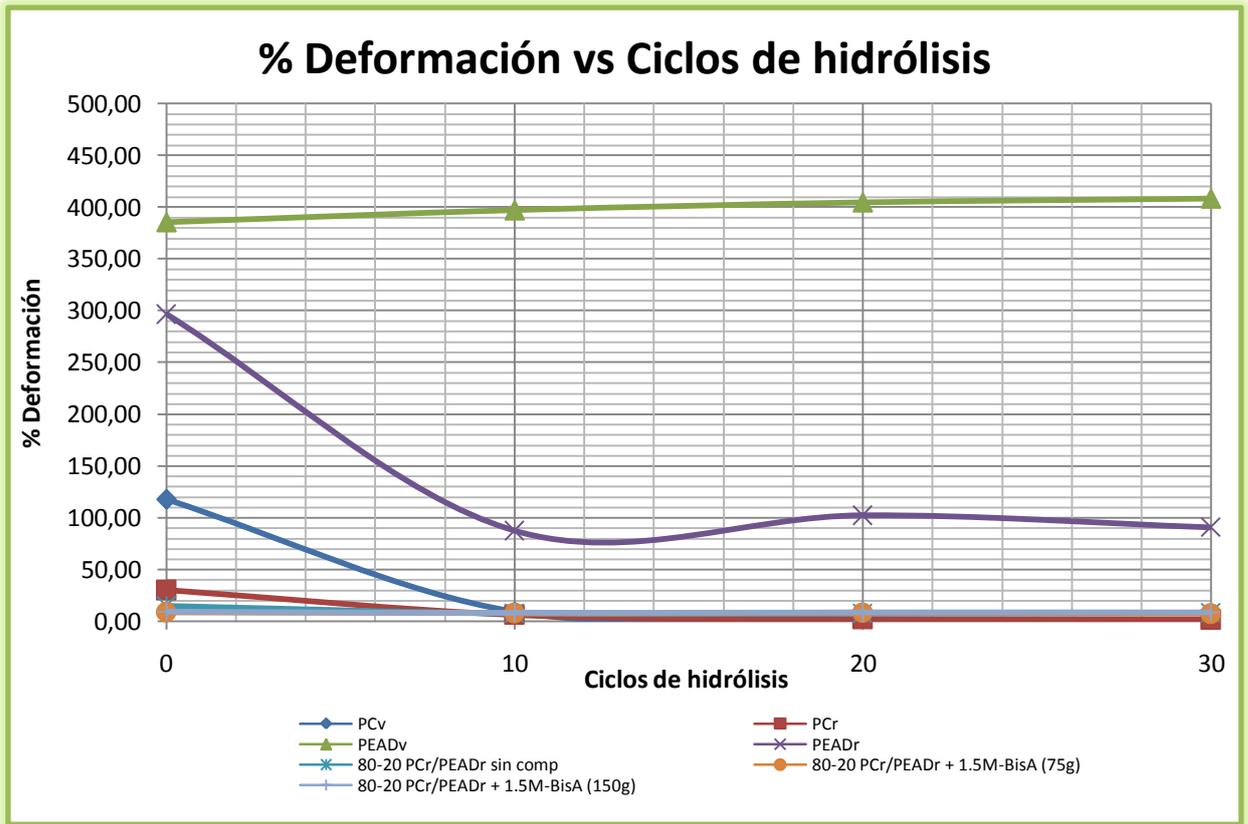


Figura 51. % Deformación vs ciclos de hidrólisis

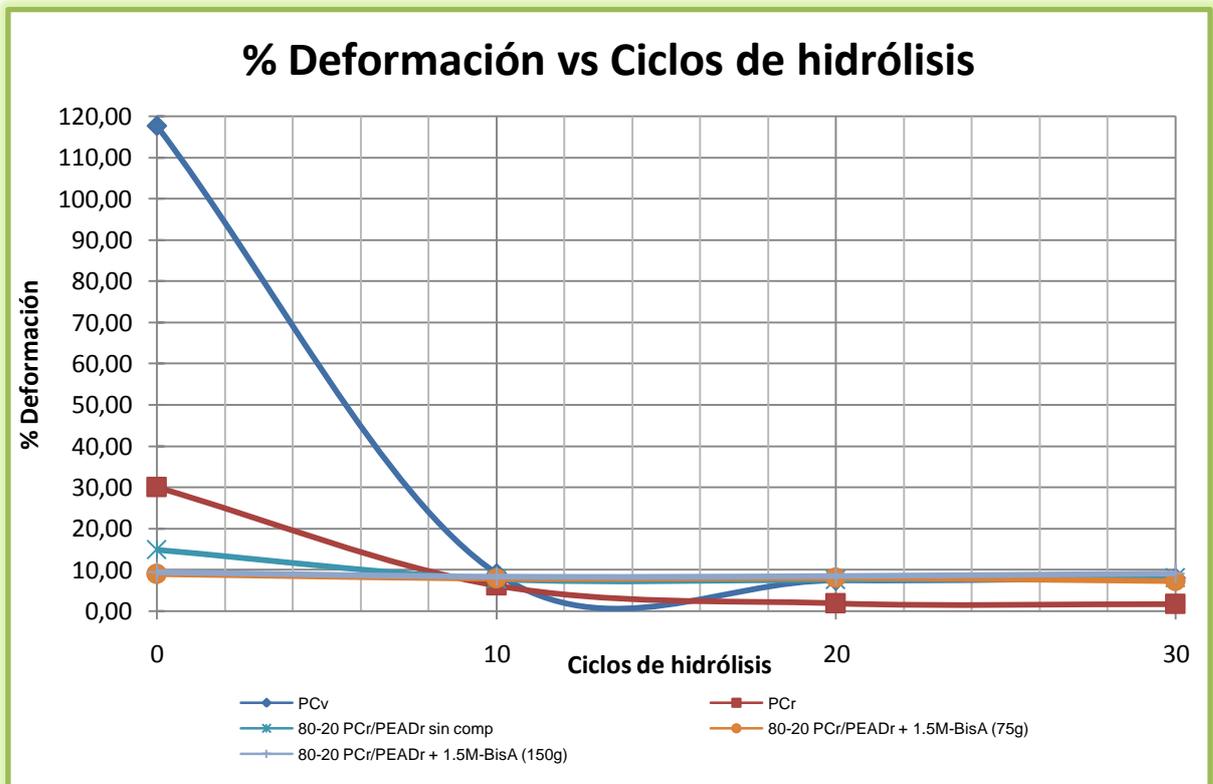


Figura 52. Ampliación de la escala en Y de 0 a 120 % de deformación de la figura 51.

Tanto en la figura 51 como en la 52 se puede ver que el porcentaje de deformación del polietileno disminuye de manera apreciable cuando este se encuentra mezclado con policarbonato, sin importar que tenga compatibilizante o no, sin embargo esta propiedad se mantiene constante, al aumentar los ciclos de hidrólisis. Por otro lado, tanto el PC virgen como el reciclado disminuyen en el % de deformación drásticamente al incrementar los ciclos de hidrólisis, mientras que el PEADr (figura 51) tuvo un decremento al inicio y después no tuvo más variaciones en la deformación, finalmente el PEADv mostró un ligero aumento en el % de deformación al incrementar los ciclos de hidrólisis, como se puede observar en la figura 51.

5.4 CARACTERIZACIÓN DEL PCv, PCr, PEADv, PEADr Y SUS MEZCLAS COMPATIBILIZADAS.

5.4.1 Calorimetría de Barrido Diferencial (DSC)

Para mezclas de polímeros, la obtención de una sola transición vítrea, intermedia entre los valores de los componentes iniciales, es tomada como criterio de miscibilidad. Si al determinar la Tg de la mezcla se encuentran dos o más valores intermedios o que coinciden con la Tg de alguno de los polímeros individuales, el sistema se considera parcialmente miscible, [A. Valea A, I. Mondragón, P. F. Salas y M. González, 2006], [Cornement, 2011].

El policarbonato tiene una temperatura de transición vítrea de 145°C, mientras que el polietileno de alta densidad muestra una Tg aproximada de -90°C. Finalmente, la Tg del polietileno de baja densidad es de -110°C. Por lo tanto, en el caso de que la mezcla entre PCr y PEADr fuese miscible se esperaría una Tg de 92 °C, aproximadamente.

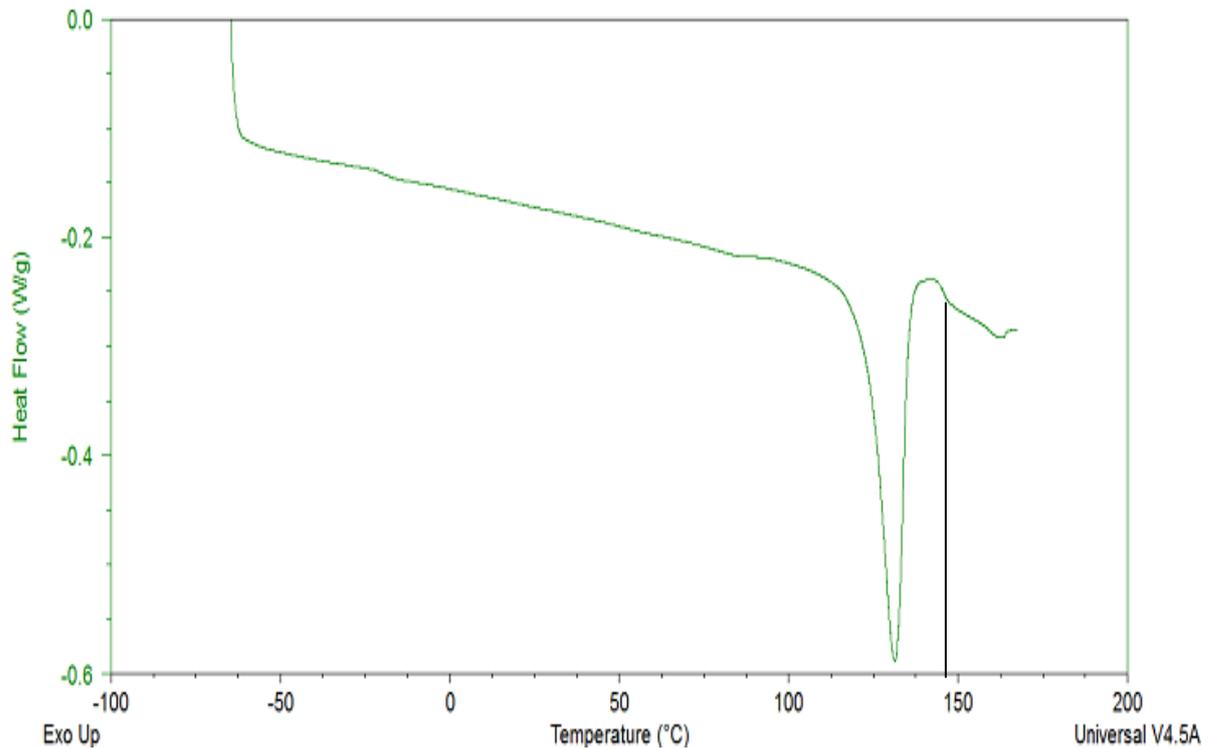


Figura 53. Termograma de una mezcla inmiscible de (80-20) PCr/PEADr en ausencia de compatibilizante.

La figura 53 muestra un termograma de la mezcla (80-20) PCr/PEADr sin compatibilizante. Se puede apreciar una transición vítrea en 147 °C que corresponde al policarbonato, lo cual indica que el sistema es inmiscible. Por otro lado, se esperaría que la Tg del PEADr apareciera cercana a los -90°C, sin embargo, este valor no se pudo medir con el DSC empleado para la caracterización de los materiales.

Así pues, un comportamiento similar se puede observar en los termogramas de las figuras 102 y 103 del anexo V, dichas muestras contienen 75 g y 150 g de compatibilizante, por cada 1500 g de la mezcla PCr/PEADr (1200 g de PCr y 300 g de PEADr), respectivamente. Sin embargo, al igual que el termograma de la figura 53 solo presentan una Tg en 149 °C. Por lo tanto, estas mezclas tampoco se consideran miscibles, debido a que la Tg no se encuentra entre los valores de las Tg del PCr y PEADr.

5.4.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Con el fin de obtener una mayor apreciación de las mezclas, estas fueron analizadas por microscopía electrónica de barrido. Cabe recordar que las

muestras empleadas para este estudio se obtuvieron de la nueva superficie transversal de la probeta fracturada en el ensayo de tracción.

A continuación, en la figura 54 se presenta una micrografía, tomada por microscopía electrónica de barrido, de una muestra de policarbonato reciclado con 30 ciclos de hidrólisis, en la cual se puede observar que se tiene un material con varios planos, también se pueden notar pequeñas impurezas, esto se debe a que es un material reciclado.

Policarbonato reciclado con 30 ciclos de hidrólisis

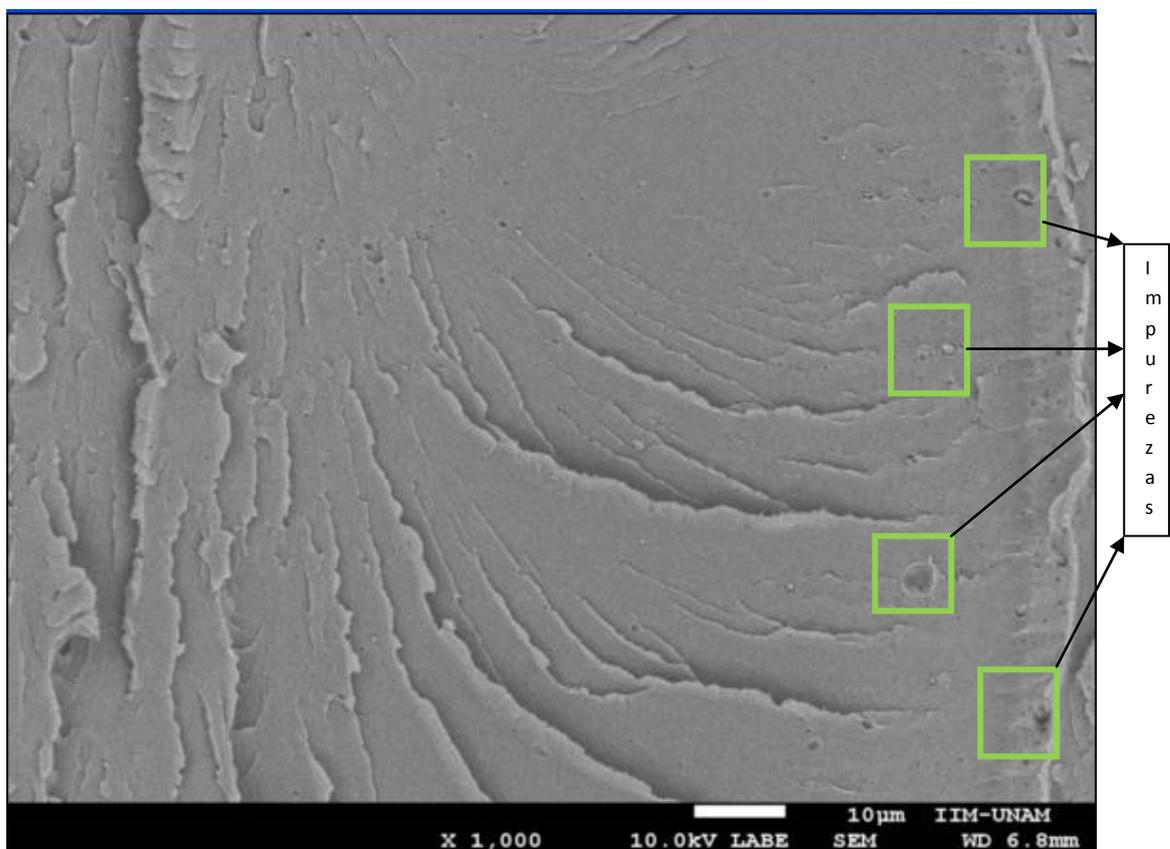
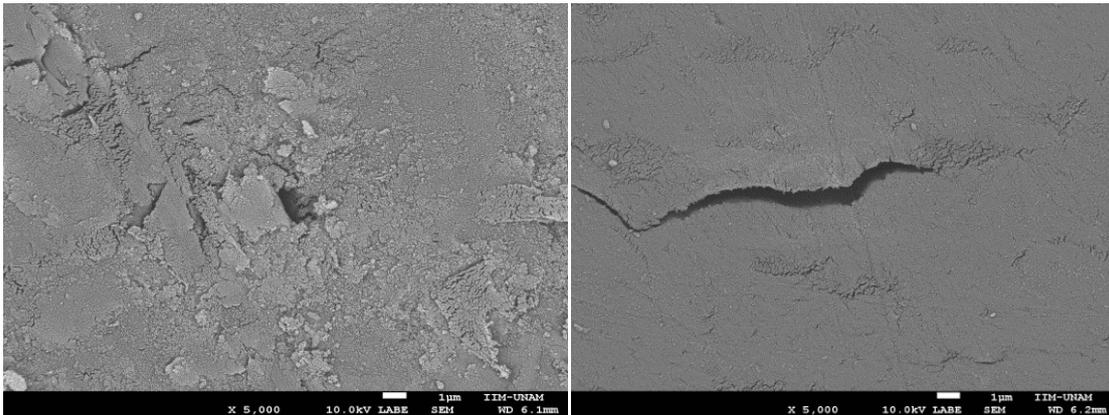


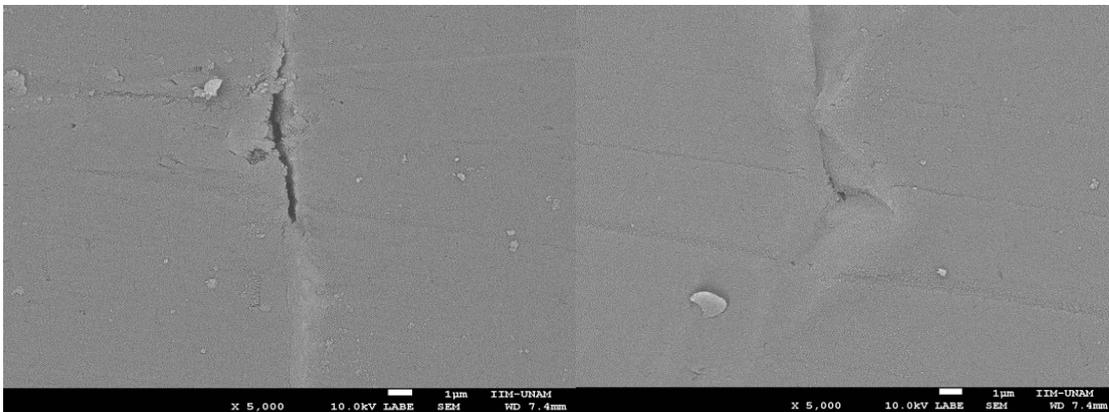
Figura 54. Muestra de policarbonato reciclado con treinta ciclos de hidrólisis, en esta micrografía se puede observar una superficie de fractura en varios planos.

Grietas en la superficie del policarbonato reciclado y virgen



a) PCr sin hidrólisis

b) PCv sin hidrólisis



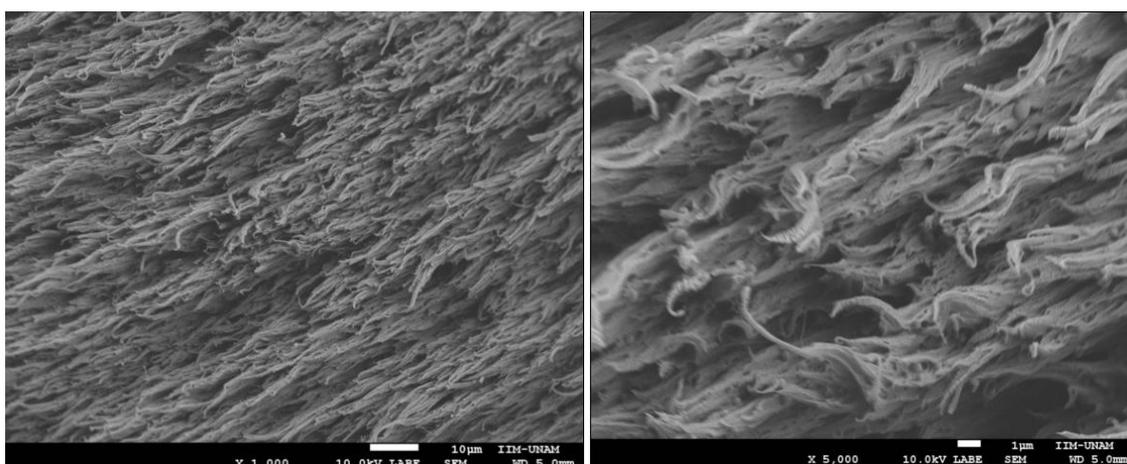
c) PCr con 30 ciclos de hidrólisis

d) PCv con 30 ciclos de hidrólisis

Figura 55. Micrografías tomadas a 5,000 aumentos, (a) PCr sin hidrólisis, (b) PCv sin hidrólisis, (c) PCr con 30 ciclos de hidrólisis y (d) PCv con 30 ciclos de hidrólisis.

Durante la observación por MEB de las muestras PCr y PCv sin hidrólisis y con 30 ciclos de hidrólisis, fue posible encontrar algunas grietas, las cuales se pueden ver claramente en la figura 55, por lo tanto, se descarta que dicho daño haya sido causado por la hidrólisis. Con base en estos resultados, se considera que dicho daño probablemente haya sido causado durante el proceso de inyección o por las herramientas empleadas para la preparación de las muestras.

Polietileno de alta densidad reciclado con 30 ciclos de hidrólisis



a) Micrografía de PEADr a 1,000 aumentos b) Micrografía de PEADr tomada a 5,000 aumentos

Figura 56. Micrografías de PEADr con 30 ciclos de hidrólisis

Las micrografías a y b de la figura 56 se obtuvieron del polietileno de alta densidad reciclado. En estas imágenes es posible notar que es un polímero dúctil, ya que se pueden observar hilos en la superficie, a diferencia del policarbonato que presenta una superficie de fractura plana (figuras 54 y 55).

80-20 PCr/PEADr sin compatibilizante

En las micrografías de las figuras 57 y 58 de la mezcla 80-20 PCr/PEADr sin compatibilizante se aprecian claramente dos fases; el PEADr es la fase dispersa y el PCr es la fase continua. En ambas figuras, el PEADr presenta una forma esferoidal y las microcavidades en la fase continua son debidas a huecos que se forman cuando los microdominios de PEADr son extraídos de dicha fase por esfuerzo mecánico, durante la prueba de tensión. La separación que se observa entre los dominios de PEADr que no se desprendieron de la matriz después del ensayo de tensión, indica una mala adhesión entre las fases.

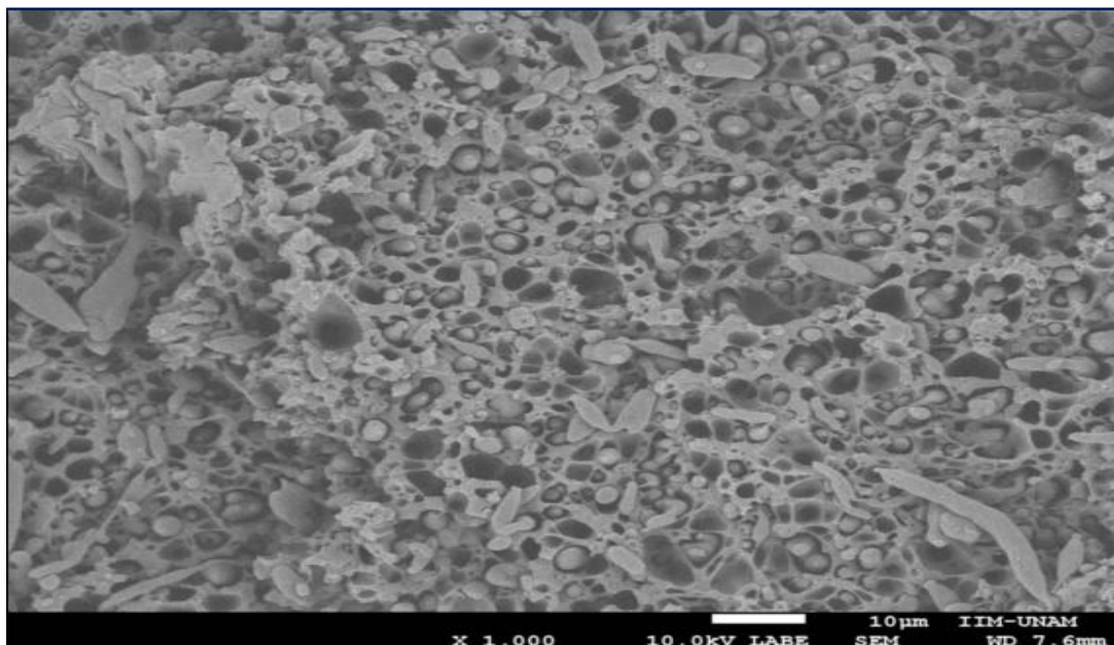


Figura 57. Micrografía de la mezcla (80-20) PCr/PEADr sin compatibilizante a 1,000X.

En la figura 58 se observa una sección aumentada de la figura 57, donde se puede observar con más claridad la distribución de las partículas y la mala adhesión entre la fase dispersa y la matriz. Esta forma que toma el PEADr es de tipo binodal (Figura 3) y representa una mezcla totalmente inmiscible; por lo cual se procedió a agregar un agente compatibilizante, para aumentar la interacción interfacial y mejorar la adhesión entre las fases.

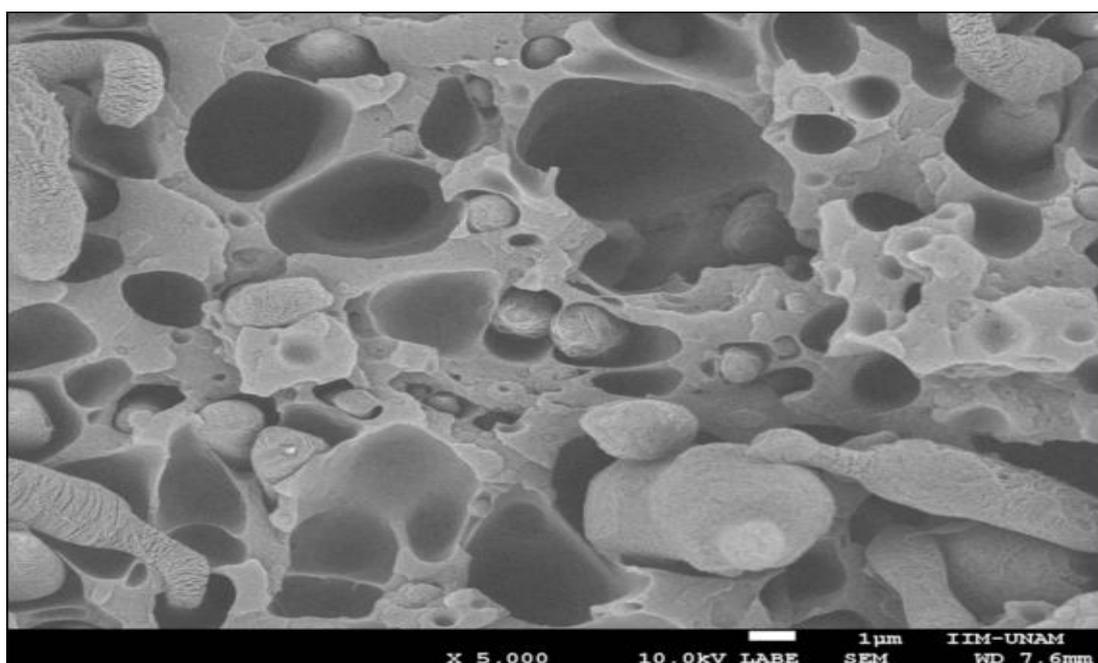


Figura 58. Micrografía de la mezcla (80-20) PCr/PEADr sin compatibilizante a 5,000X.

El tamaño de partícula que se obtuvo en la muestra 80-20 PCr/PEADr sin compatibilizante de la figura 57, tiene un intervalo de 0.13 a 8.24 micras.

80-20 PCr/PEADr con compatibilizante 1.5M-BisA (75g)

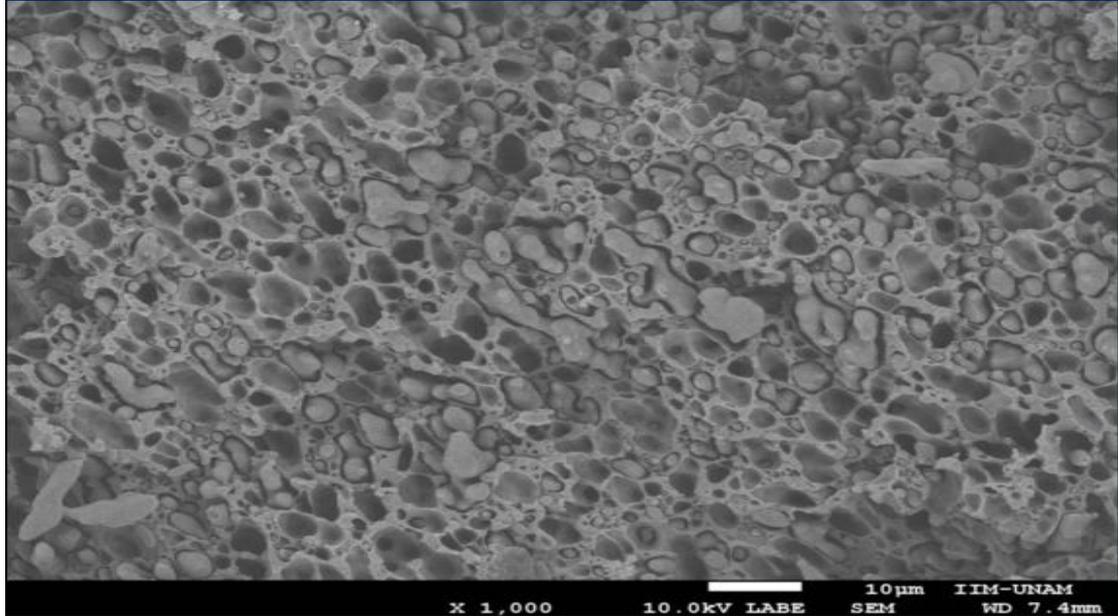


Figura 59. Micrografía de la mezcla (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (75g) a 1,000X.

Es posible notar, en la figura 59, que la mezcla (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (75g) contiene microdominios en forma de esferas y microdominios alargados de PEADr. Por otro lado, al igual que en la muestra de las figuras 57 y 58 se puede observar una mala adhesión entre las fases.

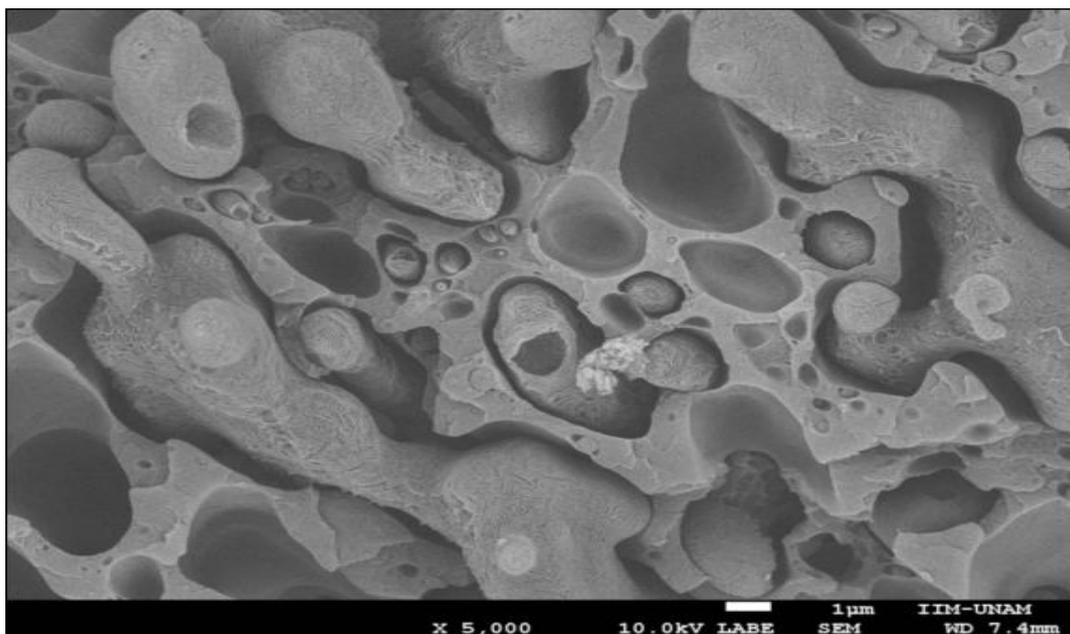


Figura 60. Micrografía de la mezcla (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (75g) a 5,000X.

En la mezcla (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (75g) se obtuvieron partículas entre 0.075-7.28 micras, mientras que en la mezcla sin compatibilizante se encontraron partículas de 0.13-8.24 micras. Por lo que se logró una reducción del 42.3% de las partículas pequeñas, y una reducción del 11.65% de las de mayor tamaño.

Por otra parte, se encontró coalescencia de dos o más microdominios, lo que dio lugar a microdominios de una longitud de hasta 18.18 micras de largo por aproximadamente 4 micras de ancho.

80-20 PCr/PEADr con compatibilizante 1.5M-BisA (150g)

La superficie de fractura de la mezcla 80-20 PCr/PEADr + 1.5M-BisA (150g) obtenida por el ensayo de tracción se puede observar en la figura 61. Dicha mezcla contiene el doble de compatibilizante que la muestra de las figuras 59 y 60, por lo que es posible apreciar que la cantidad de las microcavidades debidas a la fase dispersa han disminuido considerablemente, y también es posible ver algunas secciones planas en la matriz.

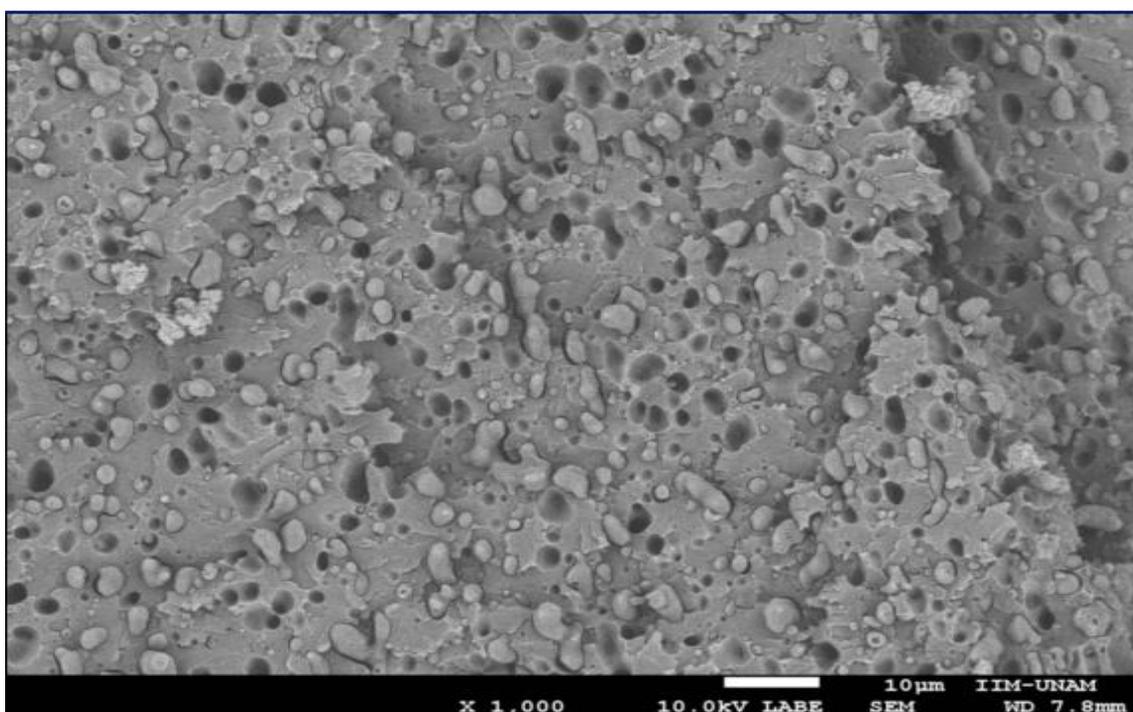


Figura 61. Micrografía de la mezcla (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (150g) a 1,000X.

Una micrografía tomada a 5,000 aumentos se muestra en la figura 62, en la que se observa con mayor claridad la mezcla 80-20 PCr/PEADr + 1.5M-BisA (150g). Aquí la fase dispersa se adhiere mejor a la fase continua, comparada con las figuras 57 y 58, que muestran la superficie de la mezcla de polímeros en ausencia de compatibilizante.

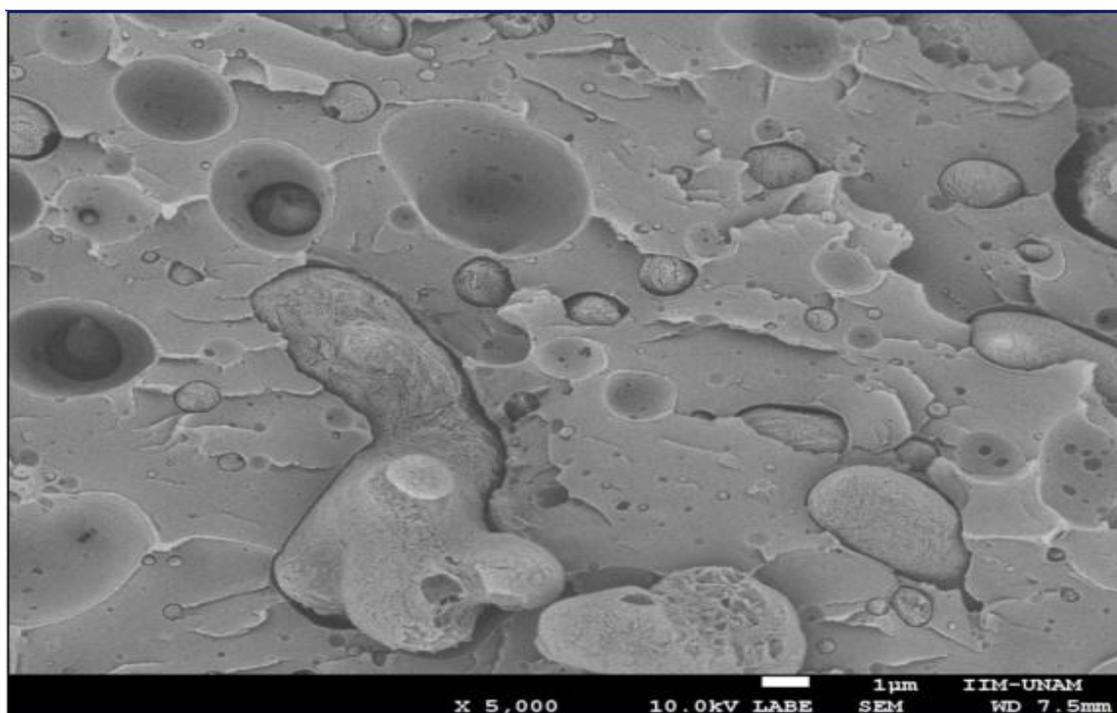


Figura 62. Micrografía de la mezcla (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (150g) a 5,000X.

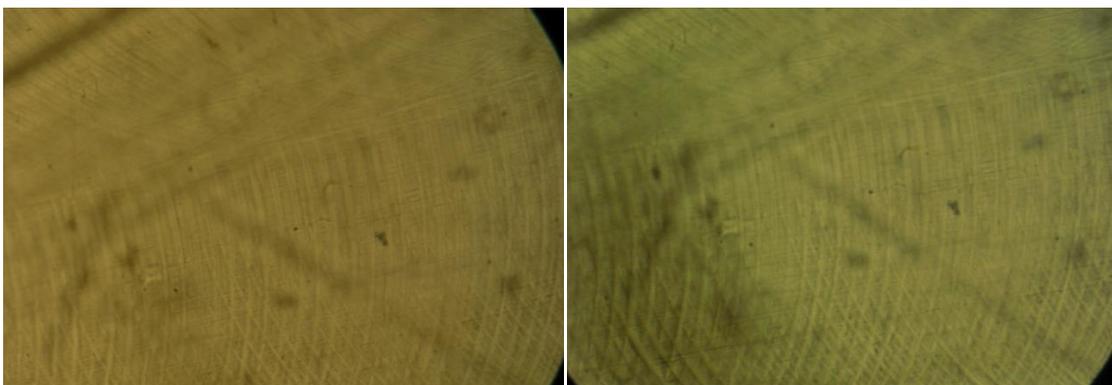
En la muestra (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (150g) se encontró que el tamaño de los microdominios tenía un intervalo de 0.069-4.17 micras. Por lo que hubo una reducción de partícula de 46.9% a 49.4% con respecto a la mezcla (80-20) PCr/PEADr sin compatibilizante. Por otro lado, los microdominios de forma alargada, ocasionados por coalescencia, midieron 8.84 micras de largo por aproximadamente 3 micras de ancho, así que hubo una reducción de tamaño de estas partículas de 51.4% de largo y 25% de ancho con respecto a las partículas con coalescencia de la muestra (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (75 g).

Numerosos estudios, entre ellos los de A. Valea, *et al.* 2006, Mascia, L. y Valenza, A. 1995, acerca de la compatibilización de las mezclas, revelan que la disminución del tamaño de las partículas, que componen la fase dispersa, es señal de que la inmiscibilidad entre las fases disminuye, ya que la fase continua y la fase dispersa se encuentran en mayor contacto.

5.4.3 Microscopía Óptica

La microscopía óptica se utilizó para observar el efecto de la hidrólisis en las muestras de policarbonato virgen por ser transparente, ya que las muestras que contenían polietileno, e incluso las muestras que eran sólo de policarbonato reciclado, eran bastante opacas y no permitían el paso de la luz, por lo que era imposible observar cualquier cambio en la matriz del material.

A continuación, en las micrografías a y b de la figura 63, se puede observar la superficie del policarbonato virgen antes del tratamiento hidrolítico, donde se puede ver que no existe la presencia de microcavidades. Sin embargo, es posible divisar pequeñas líneas propias del molde que se empleó para inyectar las muestras estudiadas.



a) PCv sin hidrólisis a 50x

b) PCv sin hidrólisis a 50x

Figura 63. Micrografías con luz transmitida de una probeta de policarbonato no sometida a hidrólisis.



Figura 64. Probeta de policarbonato virgen sin hidrólisis.

Posteriormente, los especímenes de policarbonato virgen fueron inmersos en agua a 85°C durante 12h. A esta temperatura, el agua logra penetrar en la matriz del policarbonato con más facilidad. De esta forma, las moléculas de agua atacan al enlace éster, que es responsable de unir las moléculas de

bisfenol A que forman al policarbonato, lo que provoca una degradación hidrolítica e hinchamiento en el polímero, [Wade V. Welshons, 2006].

Al disminuir la temperatura del agua a 25°C, las moléculas de policarbonato reducen su hinchamiento y regresan a su posición original, debido a que gran parte del agua en la matriz del PC logra salir. Sin embargo, pequeñas cantidades de agua quedan atrapadas en la matriz, las cuales aumentan la presión interna del material y, junto con la hidrólisis del PC, generan microfisuras que crecen hasta reducir la presión en el material, [H. E. Bair, G. E. Johnson, y R. Merriweather, 1978] [Cortez Arce, 2010].

A continuación en la figura 65 se presenta una probeta de policarbonato virgen con 10 ciclos de hidrólisis, en la cual es posible observar pequeñas grietas. De esta manera, es posible decir que fueron suficientes 10 ciclos de hidrólisis para dar origen a dichas cavidades.



Figura 65. Probeta de policarbonato virgen expuesta a 10 ciclos de hidrólisis.

Una probeta de policarbonato virgen expuesta a 30 ciclos de hidrólisis se muestra en la figura 66, en la que es posible observar a simple vista pequeñas fisuras, características de degradación por hidrólisis.



Figura 66. Probeta de policarbonato virgen sometida a 30 ciclos de hidrólisis.

Se puede tener una mejor apreciación de las microcavidades formadas dentro de la matriz del material en la figura 67.

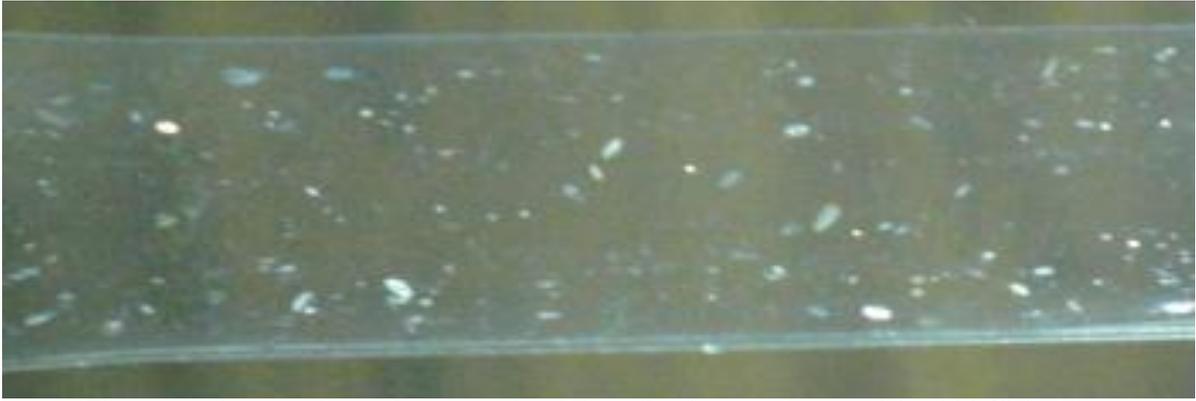


Figura 67. Acercamiento de una probeta de policarbonato con 30 ciclos hidrólisis.

Las micrografías a y b de la figura 68 se tomaron de la parte interna de las probetas de policarbonato virgen expuestas a 30 ciclos de hidrólisis, en las cuales es posible visualizar con mayor detalle las microcavidades ocasionadas por la hidrólisis.

Para ello se empleó un objetivo de 5x con un ocular de 10x, lo cual dio una magnificación total de 50x. El tamaño de las fisuras se encontraba entre 0.19 mm y 2.24 mm.



a) Micrografía de PCv con 30 c a 50x

b) Micrografía de PCv con 30 c a 50x

Figura 68. Micrografías con luz transmitida de una probeta de policarbonato expuesta a 30 ciclos de hidrólisis.

Una vez formadas las microcavidades, el agua con los especímenes se calentó nuevamente a 85°C durante 12h, lo que probablemente aumentó la difusión de agua en el material, al ocupar los sitios de las cavidades ya existentes, lo que provocó que dichas cavidades crecieran aún más, [Cortés Arce, 2010]. De esta forma, si se observa la figura 69 con detenimiento, es posible ver los anillos concéntricos que dieron lugar al crecimiento de las cavidades. Dichas

microcavidades constituyen puntos de iniciación de fractura, lo cual provoca debilitamiento en el material. Esto significa que sus propiedades mecánicas serán considerablemente inferiores, comparadas con las del policarbonato que no fue sometido a hidrólisis, [L. M. Robeson y S.T. Crisafulli, 1983].

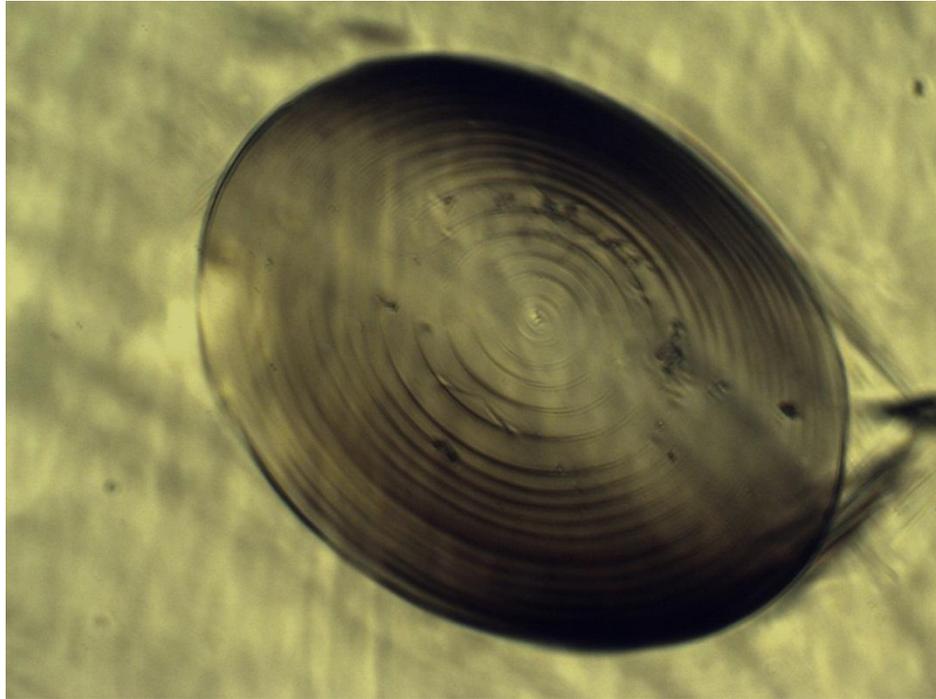


Figura 69. Micrografía de una fisura con anillos concéntricos.

6. CONCLUSIONES

- ✓ La adición de polietileno de alta densidad al policarbonato incrementó la resistencia a la hidrólisis, ya que la resistencia a la tensión y el módulo elástico se mantuvieron constantes, aún después del total de ciclos de hidrólisis al que fueron sometidos los materiales.
- ✓ De las muestras 80/20, 60/40, 40/60 y 20/80 sin hidrólisis, la mezcla 80/20 PCr/PEADr sin compatibilizante presentó las mejores propiedades de tensión y módulo elástico.
- ✓ Después de la hidrólisis, la mezcla 80-20 PCr/PEADr con y sin compatibilizante tuvo mejores propiedades mecánicas, comparadas con las del PC solo.
- ✓ Los termogramas, obtenidos por la técnica de DSC, revelan la existencia de una sola Tg en 149°C, la cual corresponde al policarbonato reciclado. Por lo tanto, como dicha transición vítrea no se encuentra entre los valores de los polímeros principales, se considera una mezcla inmiscible.
- ✓ En las micrografías obtenidas por MEB se observa que, la muestra con mayor cantidad de compatibilizante logra mejorar la adhesión entre las fases. Sin embargo, aun se pueden apreciar dos fases definidas, por lo tanto, no se logró una mezcla miscible.
- ✓ Al agregar el compatibilizante 1.5M-BisA (150 g) a la mezcla (80-20) PCr/PEADr, el intervalo de tamaño de los microdominios se redujo un 48%, con respecto a las partículas de la mezcla (80-20) PCr/PEADr sin compatibilizante. Por lo tanto, se logró una mayor dispersión del PEADr en el PCr.
- ✓ Por otro lado, la mezcla 80/20, sin compatibilizante, presenta mejores propiedades mecánicas que las que contienen compatibilizante. Esto se

debe a que el polietileno de baja densidad, usado para preparar el compatibilizante, tiene bajas propiedades mecánicas.

7. RECOMENDACIONES

- ✓ Se recomienda emplear un extrusor de doble husillo ya que aportan un mejor mezclado.
- ✓ También se recomienda incrementar las revoluciones por minuto al momento de extrudir, para obtener un material más homogéneo.
- ✓ Variar la cantidad de peróxido de benzoilo.
- ✓ Utilizar otros iniciadores como el peróxido de cumilo.

8. GLOSARIO

Binodal: Separación de fases gobernado por nucleación y crecimiento.

Espinodal: Es un mecanismo por el cual una mezcla de dos o más componentes pueden separarse en fases diferenciadas. La separación de fases tiene lugar de manera homogénea en todo el material, sin barrera de nucleación.

Metaestabilidad: Es la propiedad que exhibe un sistema con varios estados de equilibrio, durante un considerable espacio de tiempo. Es un estado de equilibrio débilmente estable. Sin embargo, bajo la acción de perturbaciones externas, dichos sistemas exhiben una evolución hacia un estado de equilibrio fuertemente estable.

Oligoradical: Número de unidades de monómero hidrófobo e hidrófilo.

9. BIBLIOGRAFÍA

Aguilar Azpilcueta A. y Reséndiz Rodríguez M. I., Tesis de licenciatura: *Síntesis, moldeo y caracterización de placas de copolímero con superficie óptica*. Universidad Popular Autónoma del Estado de Puebla, 1998, pp. 2-11

Albella, J.M.; Cintas, A.M.; Miranda, T. y Serratos, J.M., *Introducción a la ciencia de materiales: Técnicas de preparación y caracterización. Análisis Térmico*. Rojas R. Instituto de Ciencia de Materiales. Ed. CSIC, Madrid- España, 1993, pp. 639-677.

Arco Bacca A., Ramírez Lasso E., Serrano Díaz R. F., *Caracterización de las propiedades mecánicas según la influencia de los elementos externos al policarbonato en discos compactos recuperados*, Universidad Autónoma de occidente. Santiago de Cali, 2009, pp. 41-62.

Argumedo C., Martínez L. F., Álvarez J. L. y Quiñones A. D., *Basura tecnológica: Reciclaje de CD's*, Tecnología e Informática. Colombia, 2012. pp. 3-8.

Arraiza N., Viguria P.M., Navarro J. y Ainciburu A., *Manual de microscopía: Historia, descripción y uso del microscopio óptico*. Madrid-España, 2012, pp. 5-9, 12-16.

Arrollo Flores A., *Eco-tecnología Ambiental*, Dirección de proyectos de agua, suelo y residuos, México, DF., 2011.

ASTM.D638-99. Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics.

Ayon Cris, *Microscopía*. Guayaquil-Ecuador, 2009, pp. 3-8, 15-19, 22-17.

Bair H. E., Johnson G. E, y Merriweather R., *Water sorption of polycarbonate and its effect on the polymer's dielectric behavior* , Journal of Applied Physics, New Jersey, 1978, vol.49, pp.4976

Beltrán Rico M. y Marcilla Gomis A. *Tecnología de polímeros; procesado y propiedades*. Grupo de Procesado y Pirolysis de Polímeros de la Universidad de Alicante, 2012, pp. 86-88, 177-183.

Bula García C., Universitat Politècnica de Catalunya, Departamento de Ingeniería Química, 2009 pp. 16-20.

Burbano Daquilema C. I., Tesis de licenciatura: *Diseño de Molde de 4 Cavidades para la Producción de Rejilla*. Escuela Superior Politécnica del Litoral, Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción. Guayaquil- Ecuador, 2010, pp.3-13, 22-35, 96-110.

Carbajal Ojeda J. E. y Quintana P. *Recuperación de los materiales de desecho y su impacto ambiental*, 2012.

Casillas Hernández J.L. Tesis de licenciatura: *Preparación de mezclas policarbonato-elastómero con alta resistencia a la degradación por hidrólisis*, Facultad de Química, UNAM, 2010.

Castañeda H., Reyes Hernández, Gómez G., Zitzumbo R., Jöns Sánchez y Alonso S. *Análisis del Módulo Elástico y Resistencia a la Ruptura en Mezclas*. Instituto Tecnológico de Aguascalientes, 2010, pp. 6y7.

Castillo Ocampo P., *Apuntes de microscopía electrónica*, Laboratorio Central de Microscopía Electrónica, UAM unidad Iztapalapa, México-D. F., 2008.

- Caudillo Mora R., Espinoza López I., Hernández García A., y Jiménez Presa E., *Recuperación de PET*, Laboratorio de procesos y diseño III, UAM, 2005, pp. 3-12, 15 y 16.
- Chacón D. J, Huerfano J. E. y Escalante M. C., *Resistencia de materiales: Comportamiento elástico y plástico de los materiales límite elástico*. 2009
- Charsley E. L. y Warrington S.B., *Thermal analysis-Techniques and Applications*. The Royal Society of Chemistry, 1992.
- Chiang, W. Y., y Hwung, D. S., *Properties of Polycarbonate/Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Blends*. Polymer Engineering and Science, 27, 632 – 639, 1987.
- Chow J. T., *Environmental assessment for bisphenol-A and polycarbonate*, Kansas, 2007, pp 9-31.
- Córdoba C., Mera J., Martínez D., y Rodríguez J. *Aprovechamiento de polipropileno y polietileno de alta densidad reciclado*, Materiales reforzados. Revista Iberoamericana de Polímeros, 2010.
- Cornement F. *Comportamiento térmico y mecánico de mezclas de PC/PET con altos contenidos de PC*. Barcelona, 2011
- Cortés Arce A. H. Tesis de licenciatura: *Estudio de la degradación por hidrólisis de nanocompuestos de policarbonato reciclado*, Facultad de Química, UNAM, 2010.
- Coulier L., Kaal E. R., Hankemeier T., *Polymer Degradation and Stability*, ELSEVIER, 2006, Vol. 91, pp 271–279.
- Días A., Rojas N., Merzon G. y Martínez A. *Biología: El microscopio*, McGraw Hill Interamericana de Venezuela, 2001.
- Douglas A. Skoog, Stanley R. Crouch y James Holler F., *Principles of Instrumental Analysis*, Sexta edición. Ed. Brooks/Cole, 2007, pp. 607-613.
- Esquivel Guzmán J. A., Tesis de licenciatura: *Estudio de la mezcla de politereftalato de etileno y polietileno de alta densidad compatibilizada por medio de grupos funcionales anhídridos*. Facultad de Química, UNAM, 2009.
- Fan P., Xu W., Lu C. Zou H. y Wang B., *Improving the compatibility of polycarbonate/UHMWPE blends through gamma-ray irradiation* (2006) International Journal of Polymer Analysis and Characterization, 11 (6), pp. 429-440.
- Fayt, R., Hadjiandreou, P. y Teyssie, P., J. *Polym. Ciencia. Polym. Chem.* 1985, pp. 23,337.
- Fred W. Billmeyer, *Textbook of polymer science*. Ed Reverté, 2004. pp 113-116 y 385-392.
- García Loera A., *Fabricación de mezclas reactivas mediante la estrategia de separación de fase inducida por una reacción (RIPS)*, Vol. VI., 2003.
- García Otiniano C. *Resistencia de materiales*. Universidad Nacional de Trujillo, 2009, pp. 2-21.
- Gómez R. y Murillo R., *Espectroscopia infrarroja*, 2011.
- Gómez Gómez J. J. y Gutiérrez Bedoya J. E., Tesis de licenciatura: *Diseño de una extrusora para plásticos*, Universidad Tecnológica de Pereira, 2007.

Gonzales Lorenzo C. D., *Preparación de muestras para un microscopio electrónico de barrido; Introducción a la microscopía electrónica*. Universidad Nacional de Ingeniería Facultad de Ciencias Escuela Profesional de Física. Lima-Perú, 2009.

González Lezcano M. E., *Compatibilidad de mezclas de polímeros*, Madrid 1993, pp. 1-26

Grágeda Zegarra M. y Montesinos S., *Aplicaciones de microscopía electrónica de barrido (SEM)*. Facultad de ciencias físicas y matemáticas, Universidad de Chile.

Hochgraf F., *Polycarbonate: High-Performance Engineering Thermoplastic*, 2001, vol. 15.

Horta Zubiaga A., *Revista Iberoamericana de Polímeros, Parámetros de interacción en polímeros*, Madrid, 2002. Vol. III.

Ibarra Fernández C., Muñoz Ortúzar R. y Ramírez Salgado M., *Microscopía electrónica de barrido*. Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, IDIEM, 2001, pp. 5-18.

Irvin I. Rubin, *Materiales plásticos: propiedades y aplicaciones*, Editor Robinson Plastics Corporation, Ed. Limusa, 2008, pp. 38-93.

Jeziórska R., Klepka T. y Paukzta D., *Polycarbonate/maleic anhydride grafted polyethylene/graphite composites* (2007) *Polymer/Polymers*, 52 (4), pp. 294-298.

Li C., Zhang Y., Zhang Y., Zhang C., *Rheological and mechanical properties of PC/HDPE/glass fiber composites* (2002) *Polymers and Polymer Composites*, 10 (8), pp. 619-626.

Li Z.-M, Fu X.-R., Yang M.-B., Feng J.-M y Huang R., *Influence of a novel compatibilizer with diallyl bisphenol A ether on morphology and some properties of polyethylene/polycarbonate alloy* (2002) *Journal of Polymer Materials*, 19 (2), pp. 195-200.

Liu, S. y Peng, K., *Rotational molding of polycarbonate reinforced polyethylene composites: Processing parameters and properties* (2010) *Polymer Engineering and Science*, 50 (7), pp. 1457-1465.

López Sosa L., *Polímeros; Tg y Tm*. Universidad Autónoma de Baja California, Facultad de Ciencias Químicas e Ingeniería, 2011.

Luengo Rico G., *Mezclas de polímeros: estudio de su compatibilidad*, Universidad Complutense de Madrid; Facultad de Ciencias Químicas. Madrid, España, 1993.

Macknight, W. J., Lenz, R. W., Musto, P.V., Somani, R. J., *Polym. Eng. Sci.* 25, 1124, 1985.

Marco C., Gómez M. A., Ellis G., Campoy I., Ruiz V. y Fraga L. M., *Cristalización y Morfología de Mezclas*, Revista Iberoamericana de Polímeros, Vol. 8(3), Instituto de Ciencia y Tecnología de Polímeros. Madrid, España, 2007.

Martín Gago J. A., *La microscopía para el estudio de materiales y láminas delgadas*, 2009. Capítulo 19 pp. 520-530.

Martínez N., Grau A., Chiralt B. y Fito M., *Termodinámica y cinética de sistemas*. Universidad Politécnica de Valencia, 1998, pp. 229-231.

Mascia, L. y Valenza, A., *Reactive dual-component compatibilizers for polycarbonate/high-density polyethylene blends* (1995) *Advances in Polymer technology*, 14 (4), pp. 327-335.

Méndez Liñán Laura. Tesis doctoral: *Policarbonato de bisfenol A como precursor de absorbentes carbonosos*. Universidad de Granada, 2010

Mikell P. Groover y Grossmann F., *Propiedades Mecánicas de los Materiales*. Facultad de Ingeniería, Universidad del BíoBío, 2011.

Olabisi O., Robeson L.M. y Shaw M. T., *Polymer-Polymer Miscibility*, Academic Press, New York, NY, 1979.

Paul D. R. y Barlow J. W. *Polymer Compatibility and Incompatibility*, Harwood Academic Publishers, New York, 1979.

Plaza Cordero H. *Introducción a las Propiedades Mecánicas de Polímeros*. Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Universidad de Chile.

Ram, A., Zilber, O., Kenig, S., *Life expectation of polycarbonate*, *Polymer Engineering and Science*, 1985, pp. 25, 535–540.

Robeson L. M., Crisafulli S. T., *Microcavity Formation in Engineering Polymers Exposed to Hot Water*, *Journal of Applied Polymer Science*, 1983, Vol. 28, 2925-2936.

Roca Girón J. E., Tesis de licenciatura: *Estudio de las propiedades y aplicaciones industriales del polietileno de alta densidad (PEAD)*, Universidad de San Carlos de Guatemala, 2005.

Rojas de Gáscue Blanca, López Juan, Prin José Luis, Hernández Gilma, Reyes Yaruma, Marcano Luz Marina, López Carrasquero Francisco, Puig Cristian, J. Müller Alejandro. *Síntesis y caracterización de agentes compatibilizantes obtenidos a partir de polietilenos y diferentes monómeros polares*. *Interciencia*, julio, año/vol. 30, número 007. Asociación Interciencia. Caracas, Venezuela, 2005, pp. 388-394.

Sánchez Mora J. J., *Comportamiento Térmico y Mecánico del Poli(EtilénTereftalato) (PET) Modificado con Resinas Poliméricas Basadas en Bisfenol-A*, Universitat Politècnica de Catalunya. Barcelona, 2003.

Silva Martínez R., *Método de reflectancia difusa en espectroscopia de infrarrojo*. Universidad Carlos III de Madrid, 2012, pp. 8-26, 34-37.

Thompson, T., Klemchuk, P.P., *Light stabilization of bisphenol A polycarbonate. In: Polymer durability: degradation, stabilization, and lifetime prediction*, American Chemical Society, Washington, DC., 1996, pp. 303–317.

Ubero Pascal N., *Fundamentos de microscopía electrónica*. Universidad de Murcia. España, 2008, pp. 1-7.

Utracki L. A. *Polymer Blends Handbook*, Ed. Kluwer Academic Publishers, U.S.A., 2002, pp. 1082-1096.

Valea A., Mondragón I., González M.L., *Propiedades mecánicas y térmicas de las aleaciones PC/ABS*, Escuela Universitaria de Ingeniería Técnica Industrial de Bilbao- EUITI. España, 2009.

Valea A., Mondragón I., Salas P.F., González M.L., *Influencia de la formulación sobre la conducta mecánica y térmica de una aleación poliamida/polipropileno*. Bilbao, España, 2006. Vol. II.

Valea A., Salas P.F., Mondragón I., Juanes F.J. y González M. L., *Influencia del compatibilizante sobre las propiedades mecánicas en aleaciones de PA/PP*, Escuela Universitaria de Ingeniería Técnica Industrial de Bilbao- EUITI. España. 2005.

Wade V. Welshons, Susan C. Nagely Frederick S., *Endocrine Mechanisms Mediating Effects of Bisphenol A at Levels of Human Exposure*, University of Missouri-Columbia, 2006, Vol. 147, pp. S56-S69.

Wu,S. *Polym. Eng. Sci.*, 27, 335. 1987.

Xu H.-S., Li Z.-M., Pan J.-L., Yang M.B., y Huang R., *Morphology and rheological behaviors of polycarbonate/high density polyethylene in situ microfibrillar blends* (2004) *Macromolecular Materials and Engineering*, 289 (12), pp. 1087-1095.

Yang, W., Zhongming L.I. y Feng J. *Studies on high density polyethylene/polycarbonate blend system compatibilized with low density polyethylene grafted diallyl bisphenol A ether* (1998) *Polymer Engineering and Science*, 38 (6), pp. 879-883.

Yin B., Lan J., Li L.-P. y Yang M.-B., *Morphology evolution in PC/PE blends with and without compatibilization during twin-screw extrusion* (2010) *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 49 (5), pp. 503-509.

Yin B., Zhao Y., Pan M.-M., Yang M.-B., *Morphology and thermal properties of PC/PE blend with reactive compatibilization* (2007) *Polymers for Advanced Technologies*, 18 (6), pp. 439-445.

Yin B., Zhao Y., Yu R.-Z., An H.-N. y Yang M.-B., *Morphology development of PC/PE blends during compounding in a twin-screw extruder* (2007) *Polymer Engineering and Science*, 47 (1), 14-25.

Zhang J., Li T., Liu X. y Cong P., *Tribological properties of polycarbonate blended with high-density polyethylene and high-density polyethylene grafted with maleic anhydride* (2007) *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, 46 B (2), pp. 373-385.

Referencias electrónicas

<http://www.larutadelaenergia.org/pdfvvs/GFVSplasticos.pdf>

http://www.cederika.com/index.php?option=com_content&task=view&id=179&Itemid=301

<http://www.terra.org/categorias/articulos/reciclaje-de-cds-y-dvds>

http://www.clextral.com/reactive-extrusion-50.sel_langue-3.html

<http://tecnologiadelosplasticos.mx/2011/06/propiedades-mecanicas.html>

10. ANEXO I

Extrusor simple marca Nieto

Flujo Volumétrico máximo: 6700 cm³/min

Flujo promedio del dado para perfil tubular: 500 cm³/min, 30 Kg/h

Rapideces reales del husillo: 38, 48, 59 rpm

Motor

- ❖ Potencia: 10 HP
- ❖ Frecuencia: 60 Hz
- ❖ Rapidez máxima: 1735 rpm
- ❖ Aislamiento de clase B
- ❖ Voltaje de operación: 220/440 V

Transmisión

- ❖ Reductor de rapidez CEA tipo 2520D de engranes helicoidales.
- ❖ Entrada máxima 1750 rpm
- ❖ Relación 14-1
- ❖ Potencia máxima a la entrada: 24 HP
- ❖ Transmisión de poleas de reducción de rapidez para doble banda.
- ❖ Relaciones de diámetros: 400 x 170 mm, 400 x 140 mm, 400 x 110 mm

Cañón

- ❖ Diámetro interno: 51 mm
- ❖ Diámetro externo: 90 mm
- ❖ Longitud: 1071 mm
- ❖ Relación (L/D): 21

Husillo

- ❖ Husillo universal (para polietileno) con ángulo de 17°
- ❖ Longitud: 1067 mm
- ❖ Diámetro: 49.7 mm
- ❖ Profundidad de canal: 7.85 mm

- ❖ Ancho de filete: 7.5 mm
- ❖ Paso variable: 34.15 –43.95 mm

Dado de tipo anular

- ❖ Radio anular interior: 2.75 mm
- ❖ Radio anular exterior: 3.25 mm
- ❖ Longitud de la boquilla: 4.18 mm

Control de presión

- ❖ Medidor de presión Dynisco PG441R-5M-6"/0-u
- ❖ Intervalo de operación: 0-500 psi

Inyectora marca DEMAG *ergo tech pro* 50-20

Maquina de inyección de 50 toneladas de fuerza de cierre.

Capacidad de plastificación: 128 gr de PS (poliestireno)

El husillo se puede desplazar 150 mm.

Velocidad de inyección máxima: 119 mm/s.

11. ANEXO II

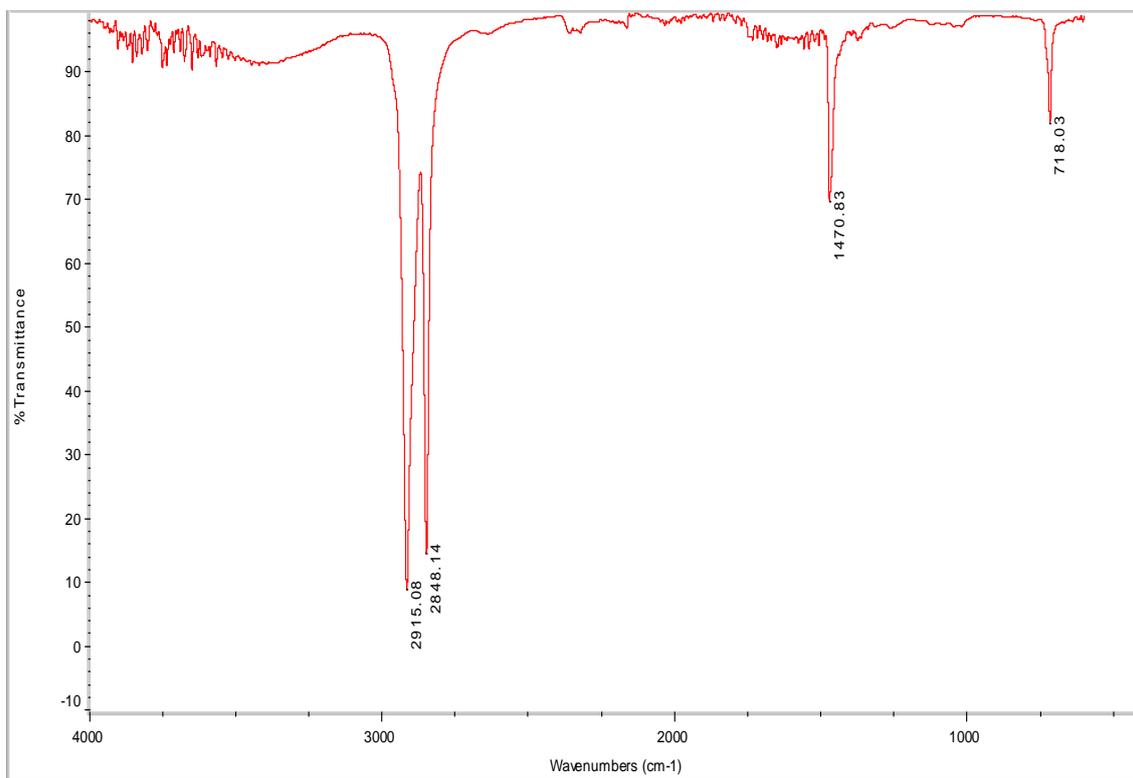


Figura 70. Espectro infrarrojo del compatibilizante 1.5M

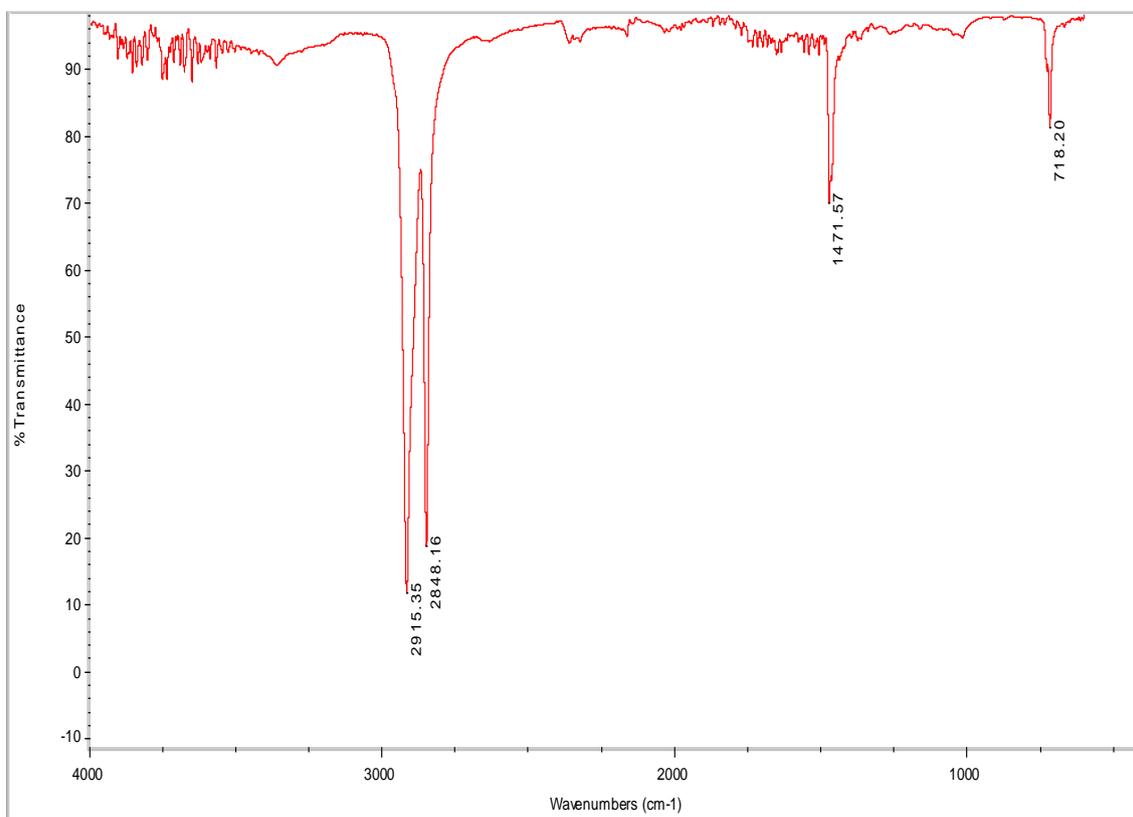


Figura 71. Espectro infrarrojo del compatibilizante 3M

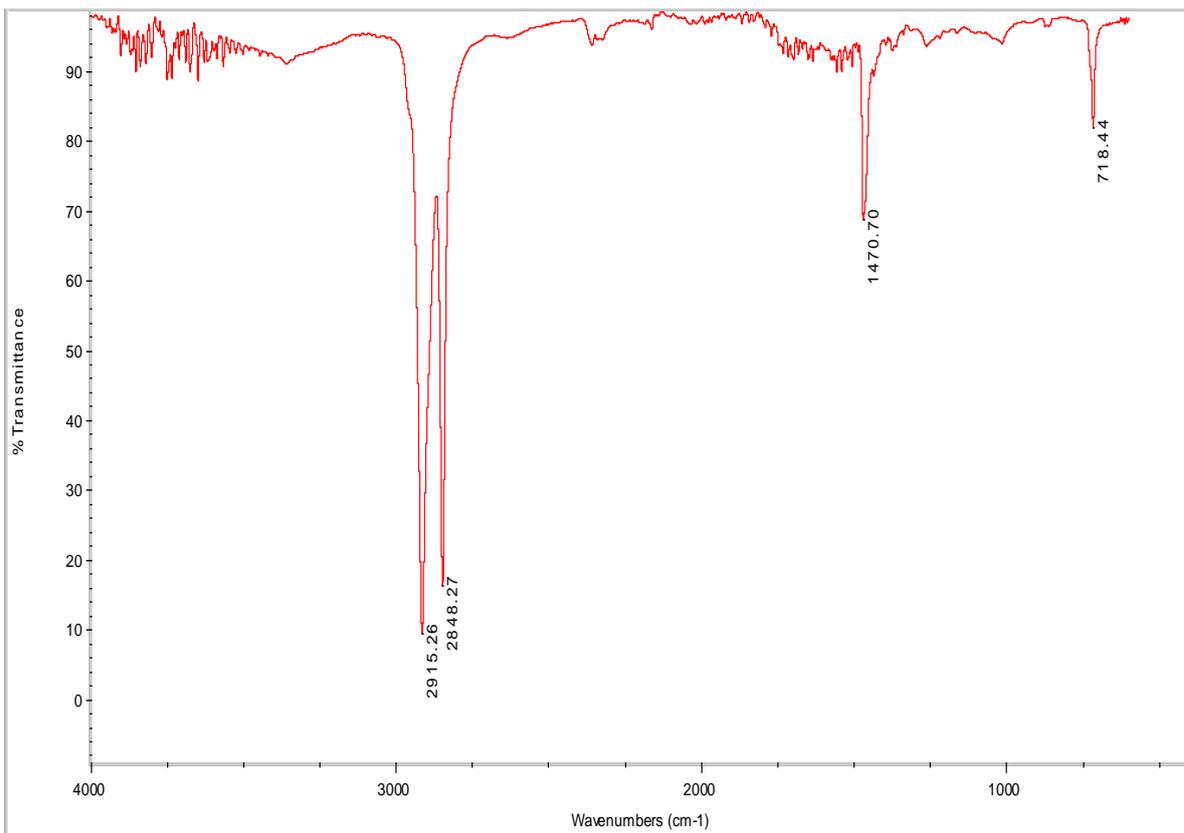


Figura 72. Espectro infrarrojo del compatibilizante 3M-Bis A

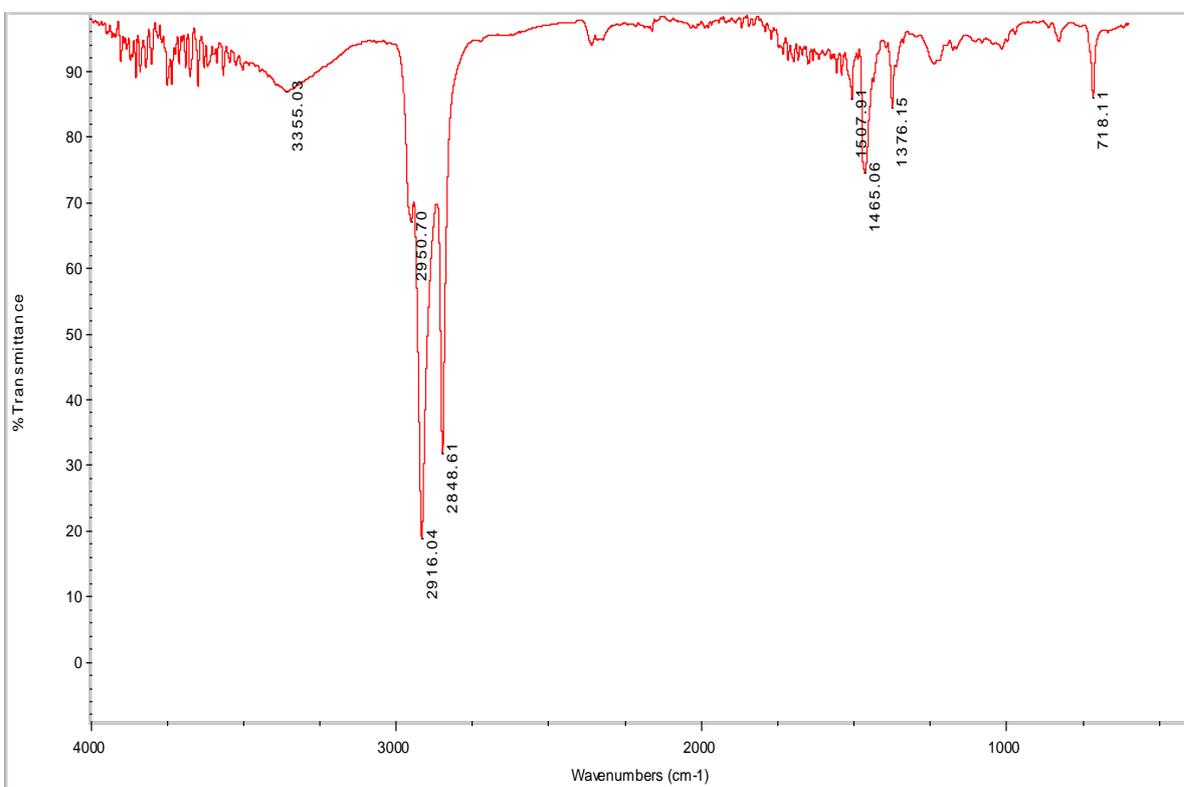


Figura 73. Espectro infrarrojo del compatibilizante 6M.

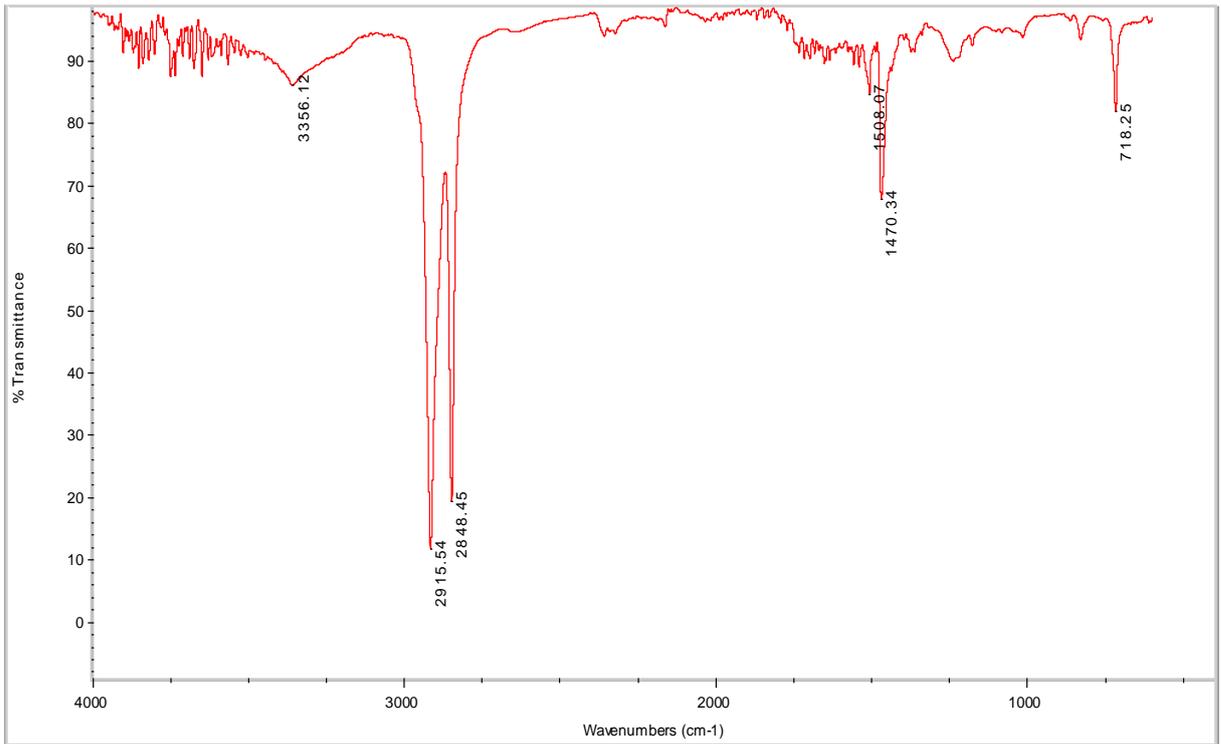


Figura 74. Espectro infrarrojo del compatibilizante 6M-Bis A

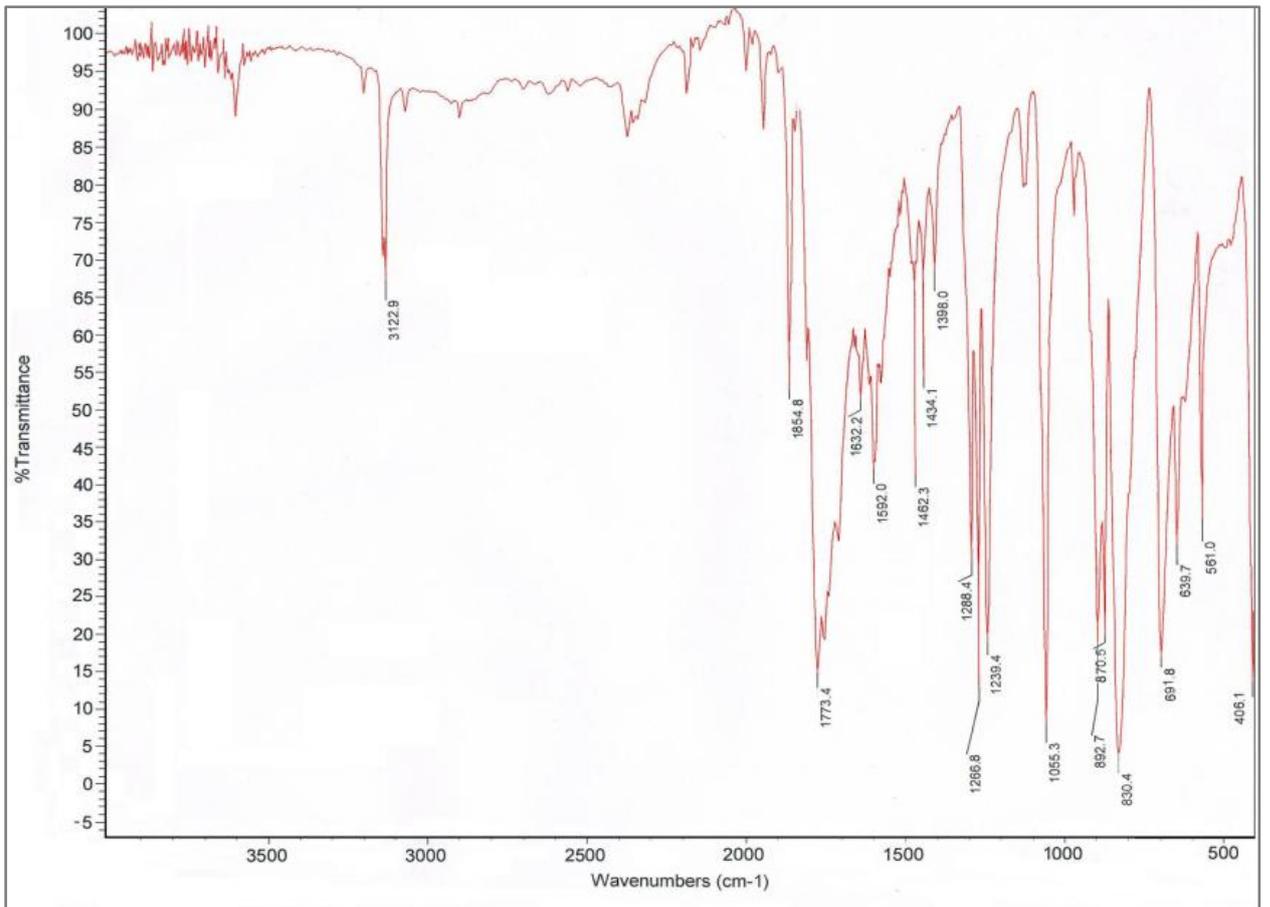


Figura 75. Espectro infrarrojo del anhídrido maleico

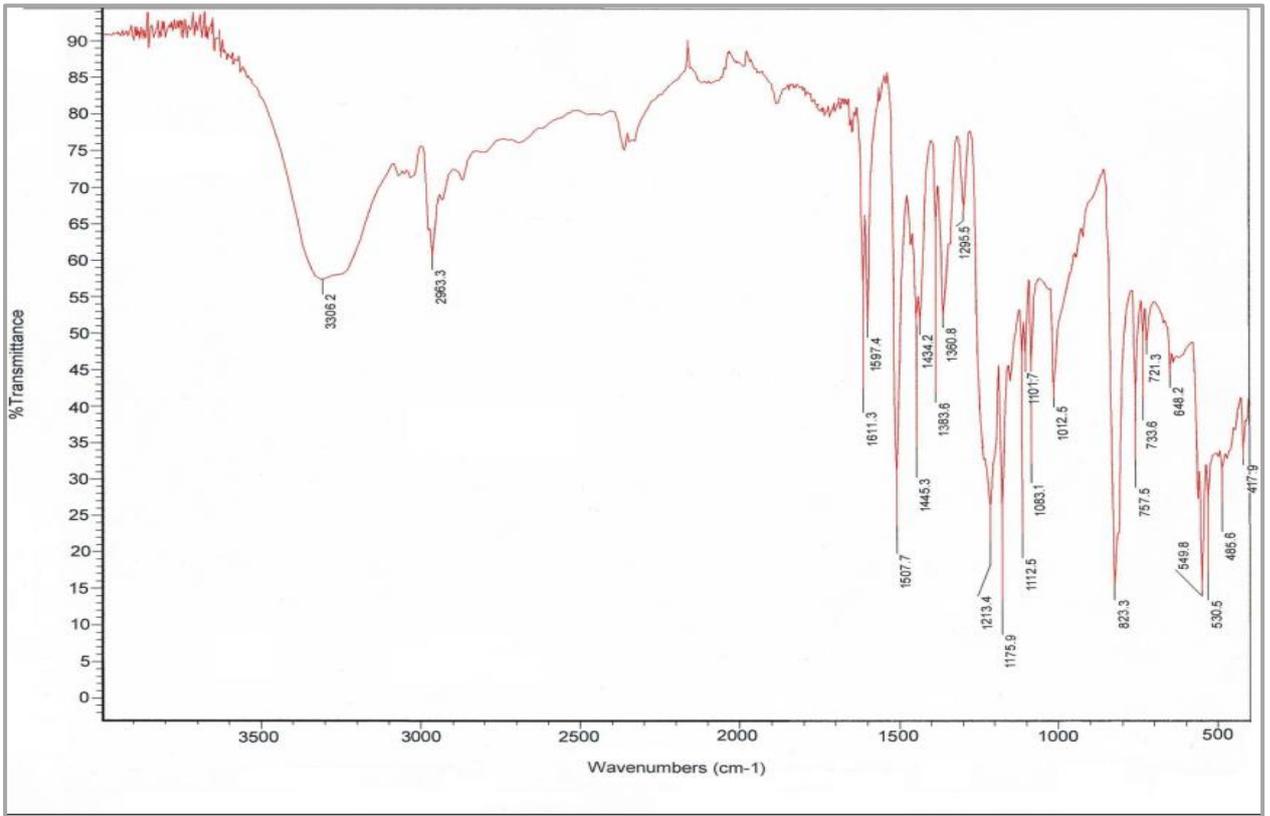


Figura 76. Espectro infrarrojo del bisfenol A

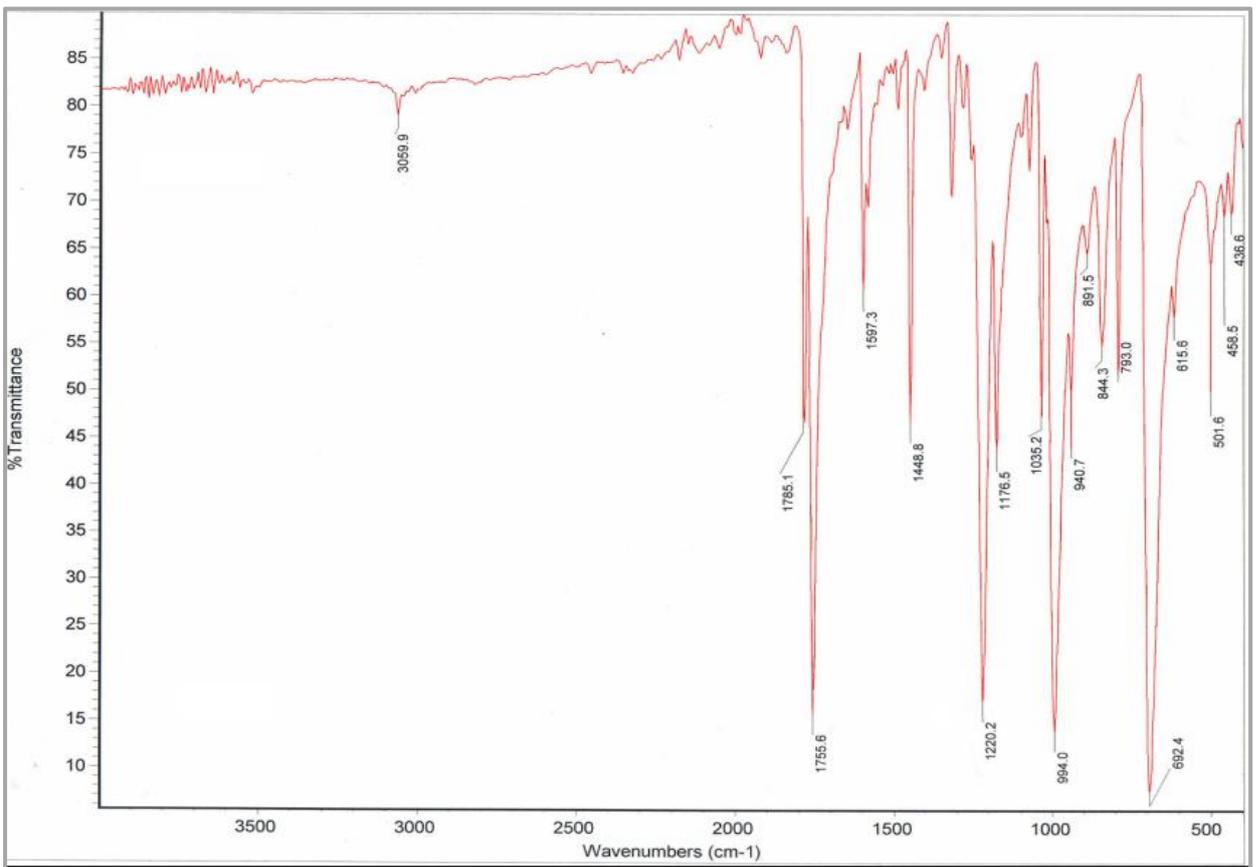


Figura 77. Espectro infrarrojo del peróxido de benzoilo

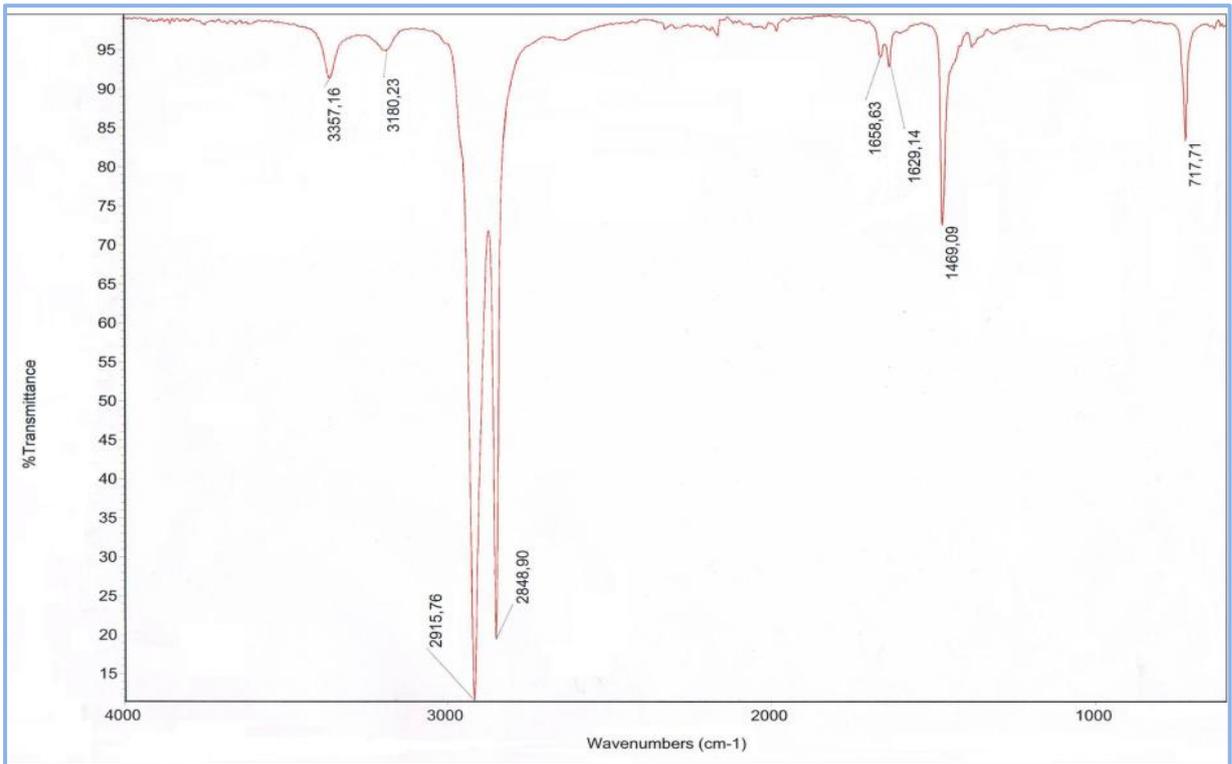


Figura 78. Espectro infrarrojo de polietileno de baja densidad

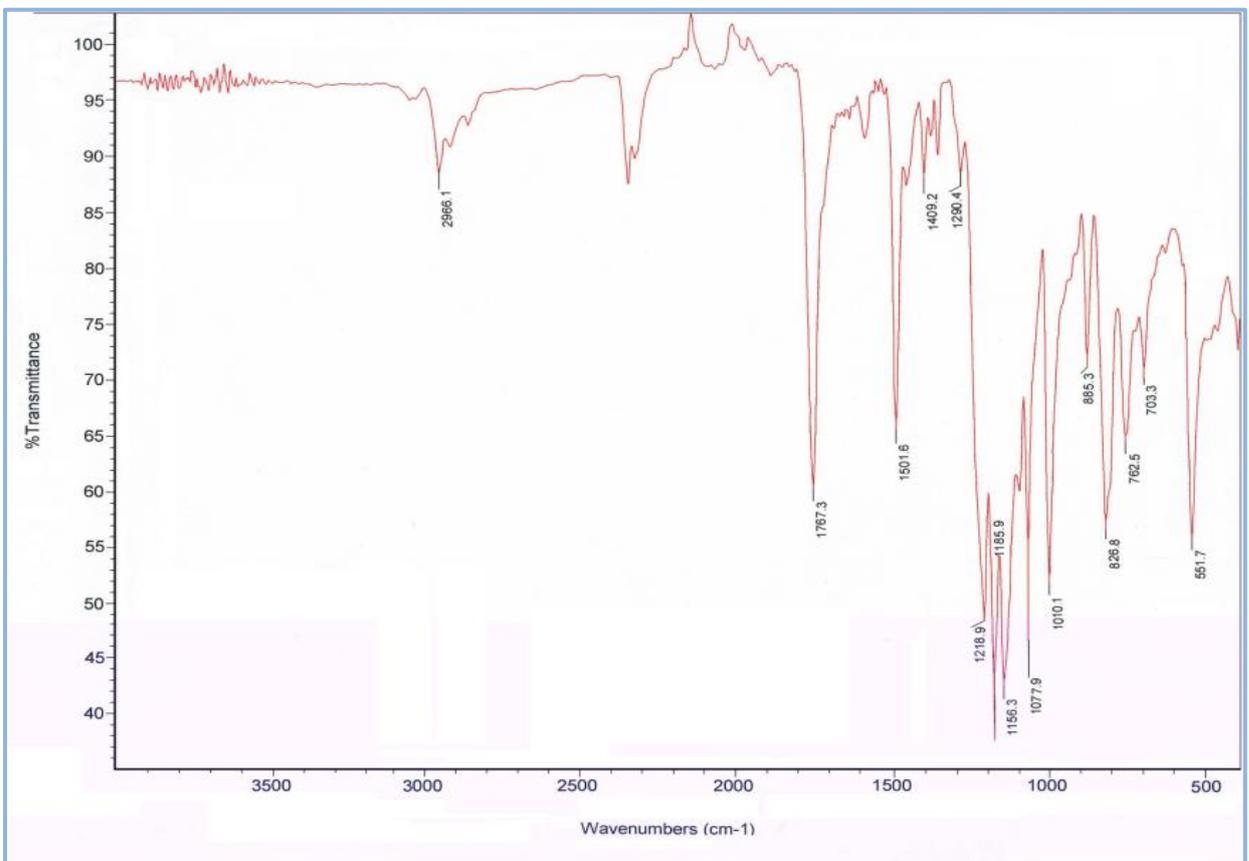


Figura 79. Espectro infrarrojo del policarbonato reciclado

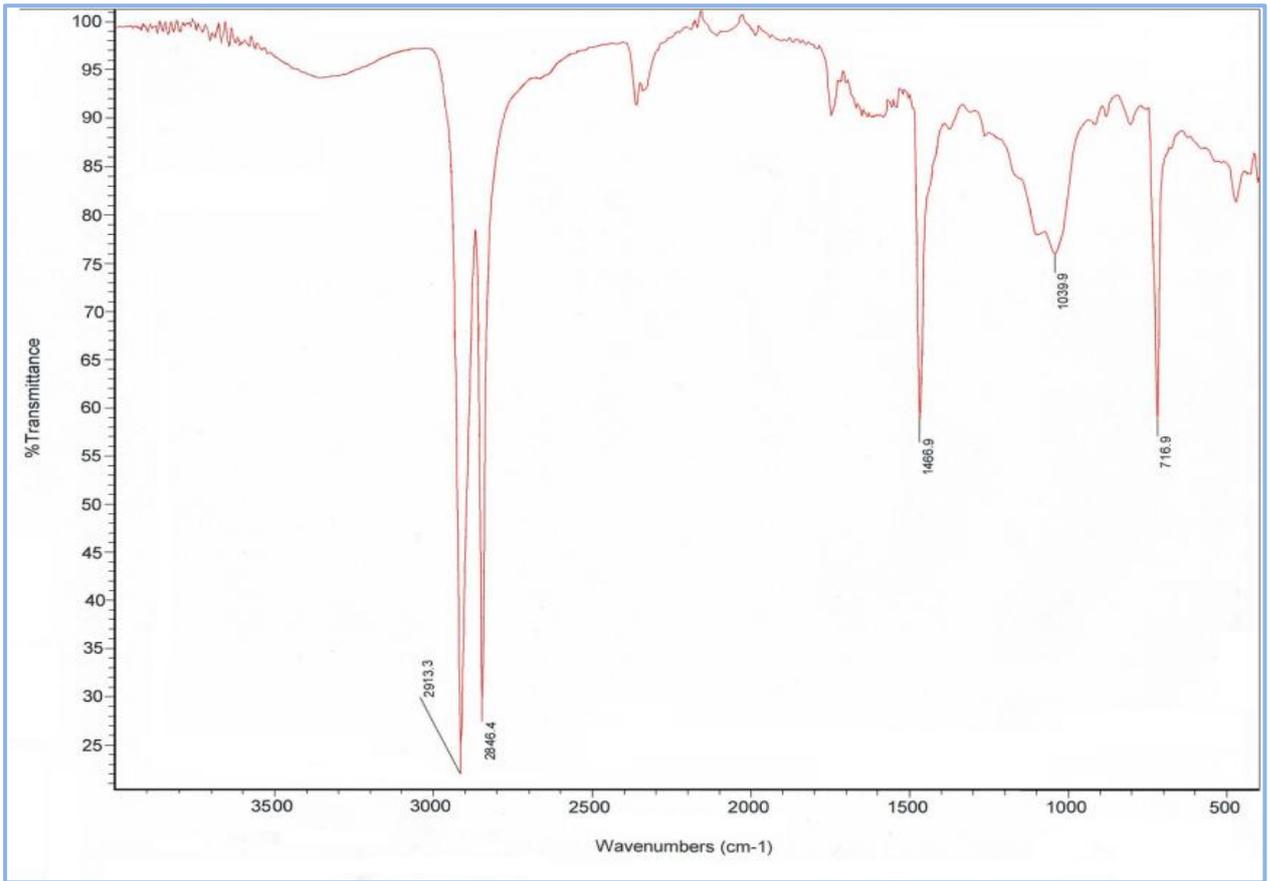


Figura 80. Espectro infrarrojo del polietileno de alta densidad reciclado

12. ANEXO III

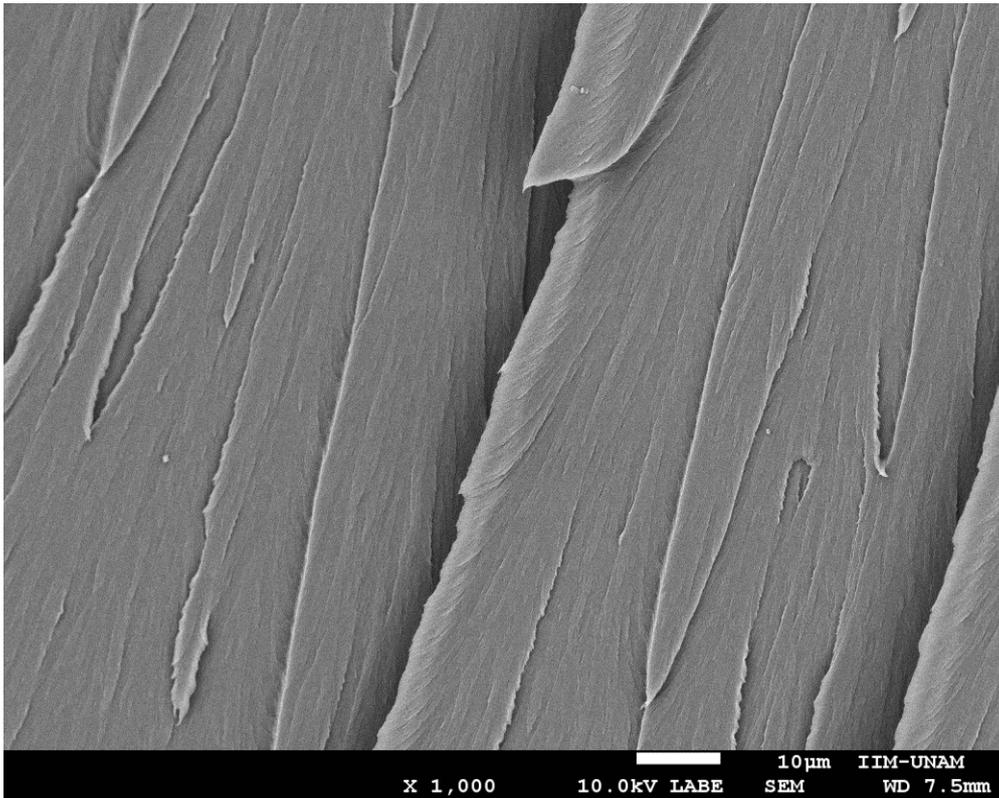


Figura 81. Micrografía de policarbonato virgen sin hidrólisis a 1,000 aumentos.

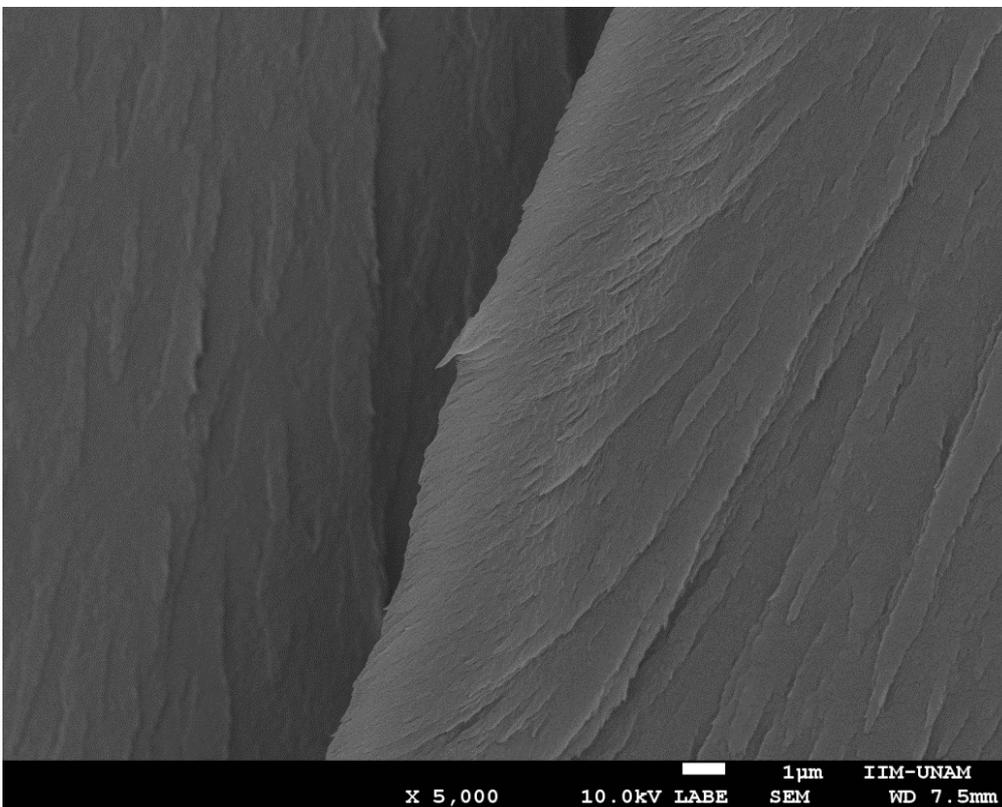


Figura 82. Micrografía de policarbonato virgen sin hidrólisis a 5,000 aumentos.

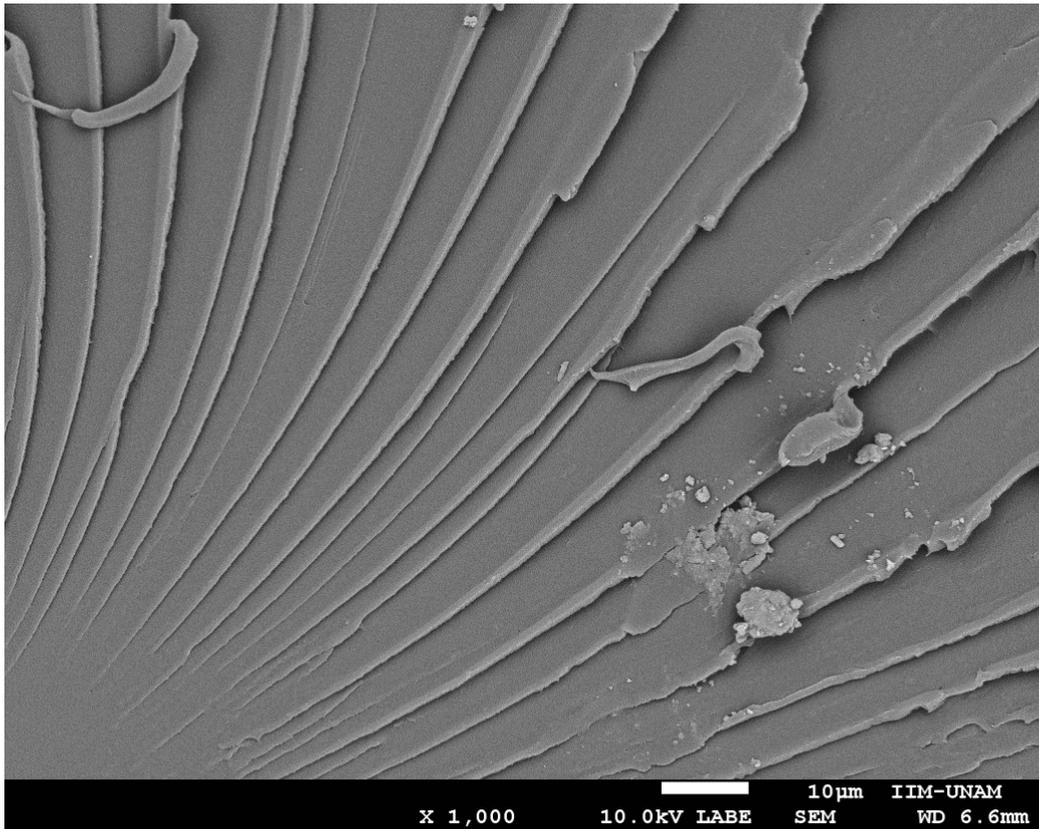


Figura 83. Micrografía de policarbonato virgen con 30 ciclos de hidrólisis a 1,000 aumentos.

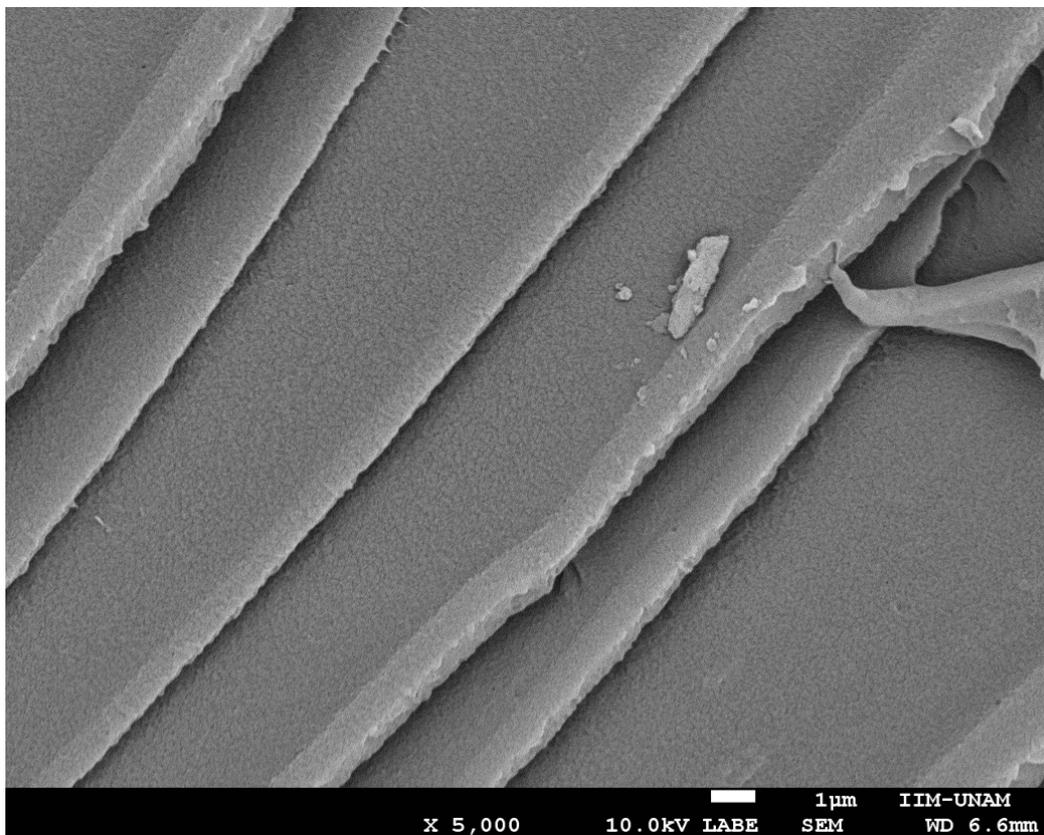


Figura 84. Micrografía de policarbonato virgen con 30 ciclos de hidrólisis a 5,000 aumentos.

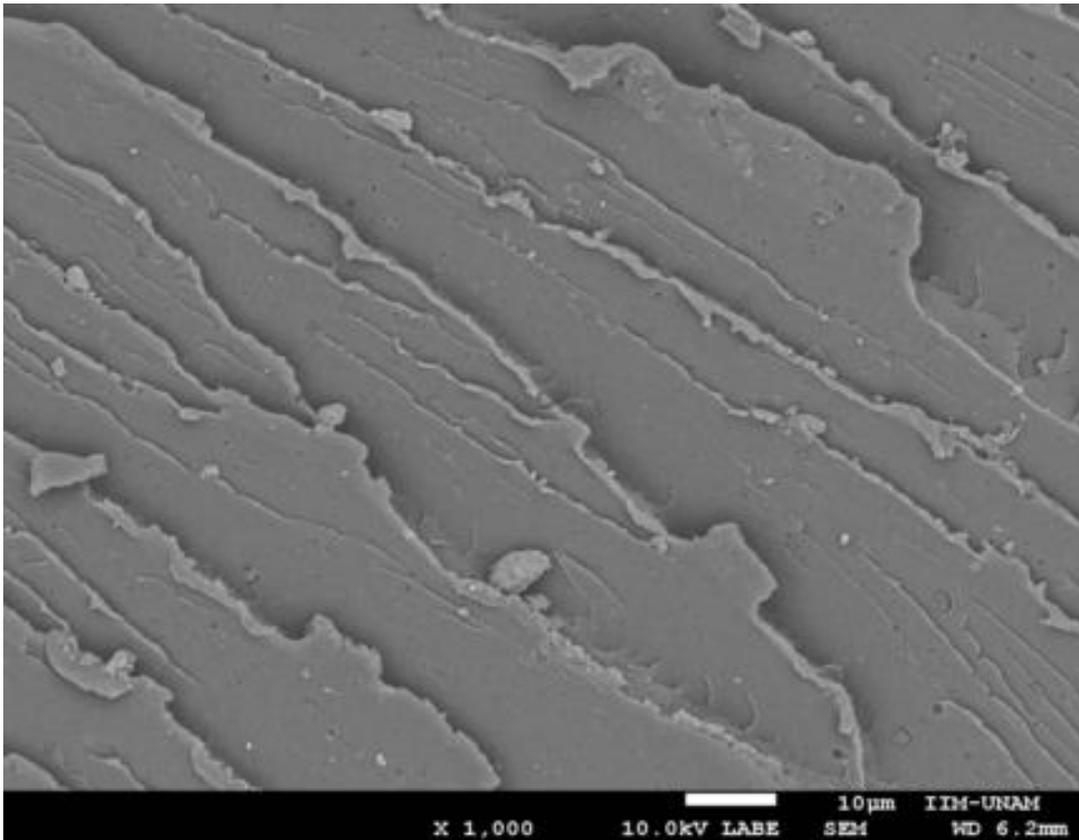


Figura 85. Micrografía de policarbonato reciclado sin hidrólisis a 1,000 aumentos.

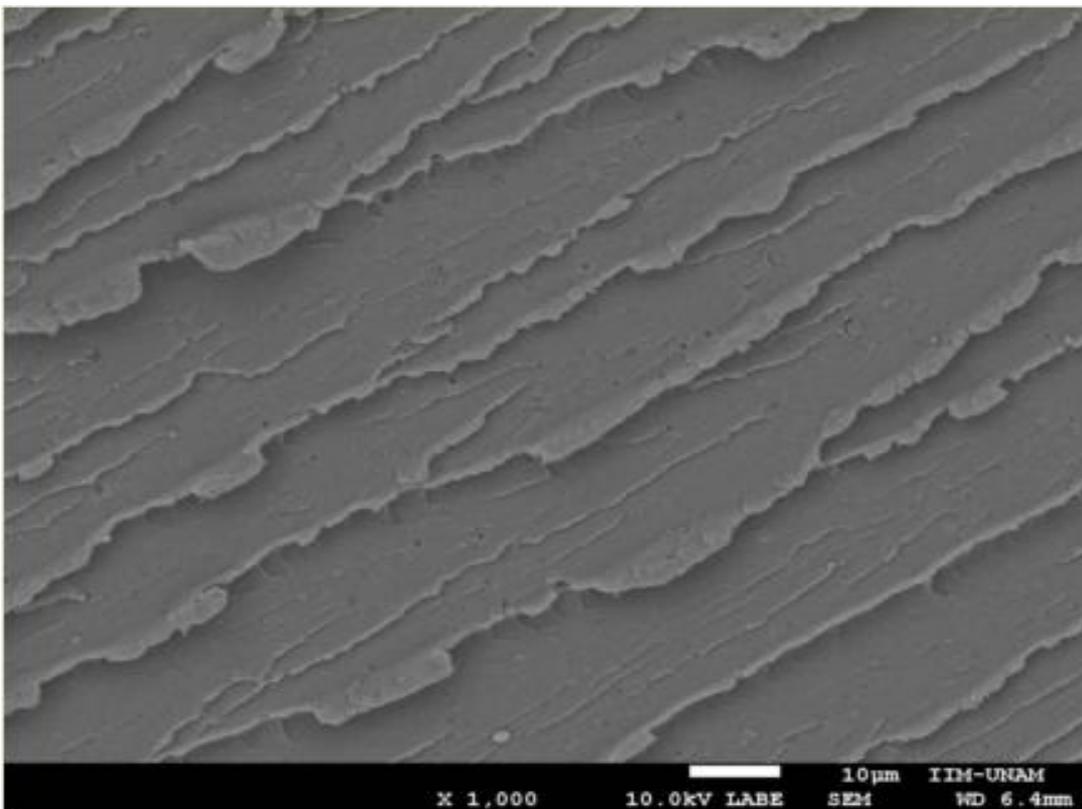


Figura 86. Micrografía de policarbonato reciclado sin hidrólisis a 1,000 aumentos.

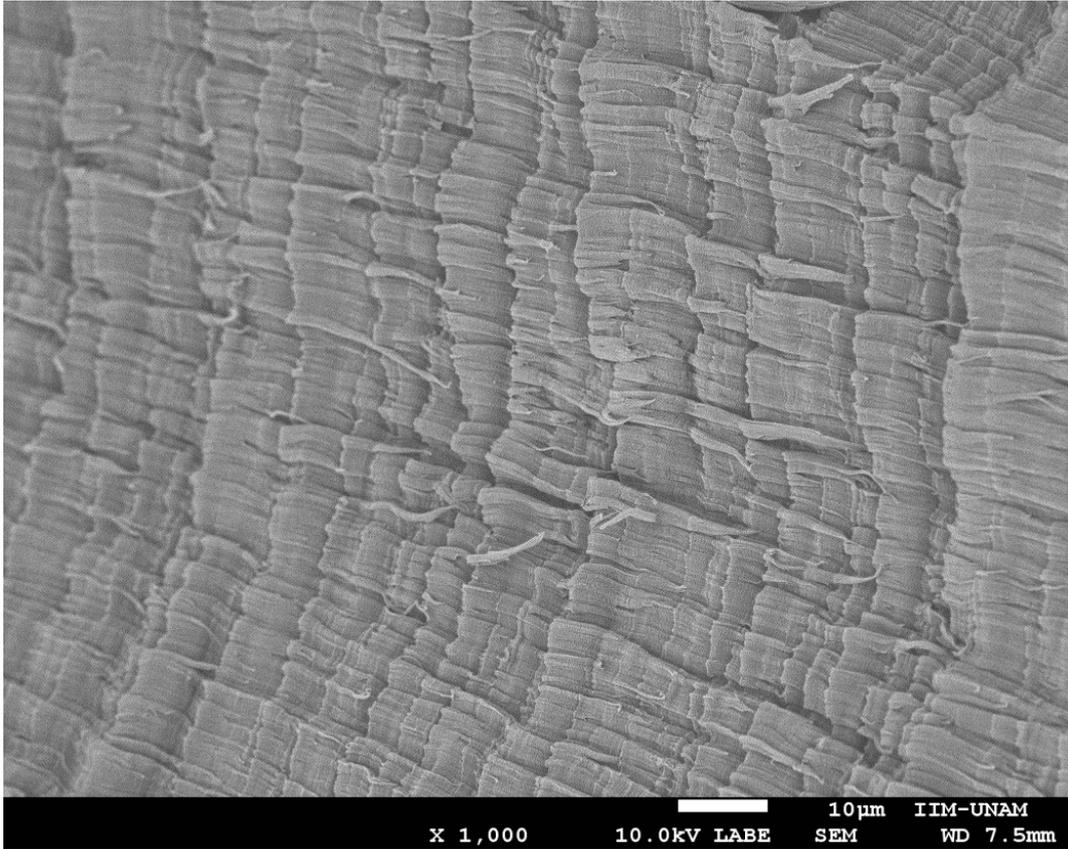


Figura 87. Micrografía de polietileno de alta densidad virgen sin hidrólisis a 1,000 aumentos.

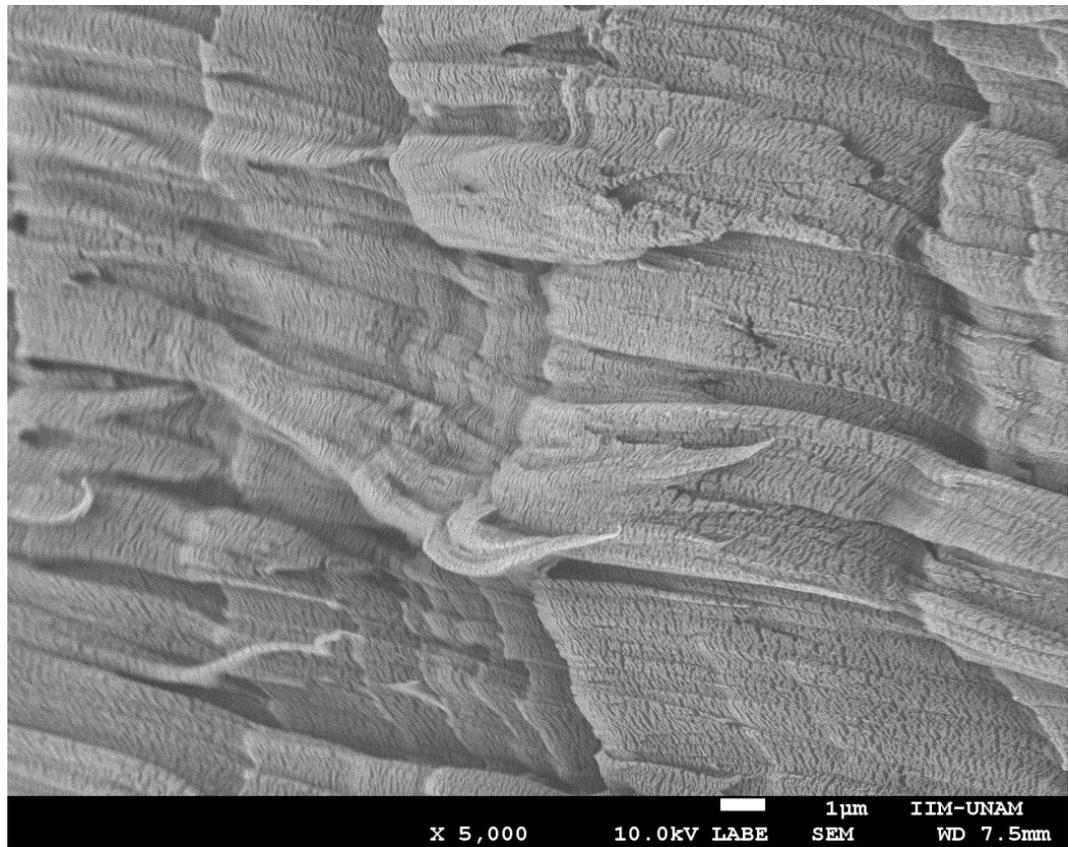


Figura 88. Micrografía de polietileno de alta densidad virgen sin hidrólisis a 5,000 aumentos.

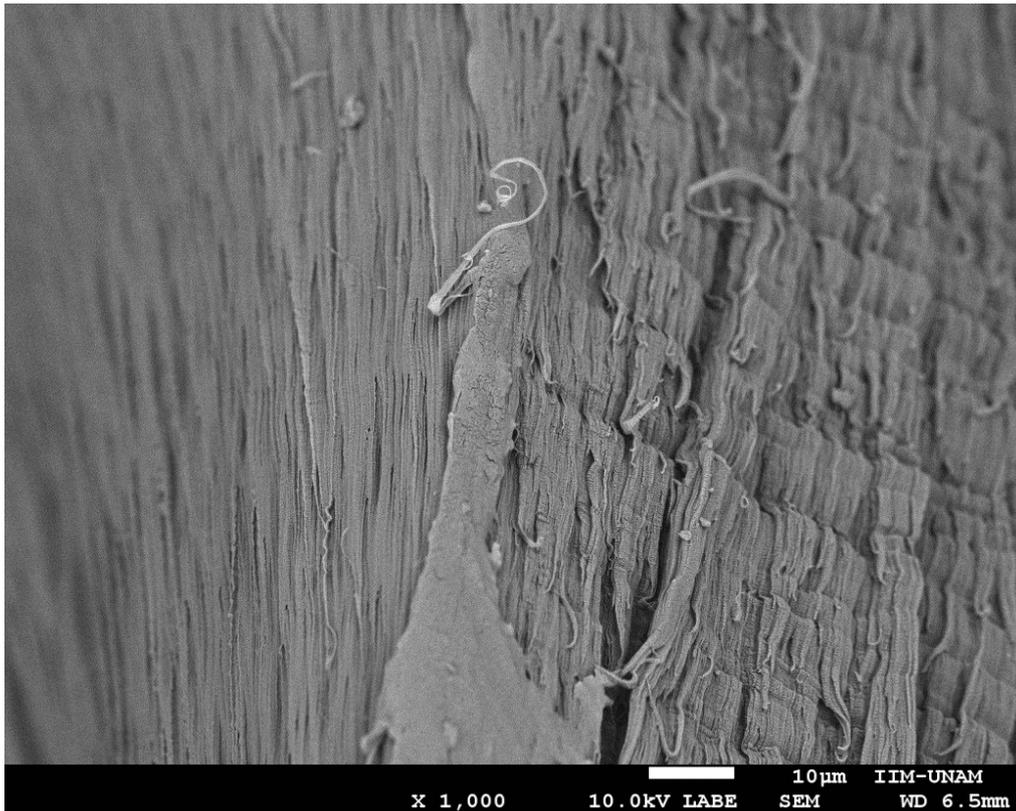


Figura 89. Micrografía de polietileno de alta densidad virgen con 30 ciclos de hidrólisis a 1,000 aumentos.

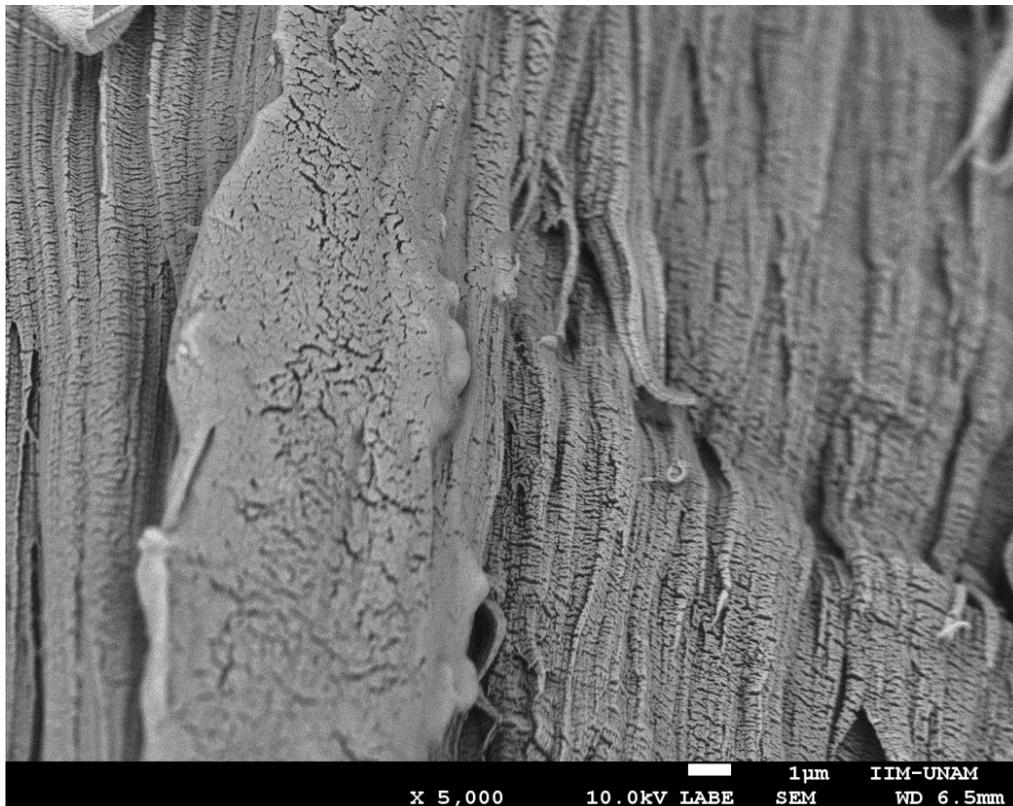


Figura 90. Micrografía de polietileno de alta densidad virgen con 30 ciclos de hidrólisis a 5,000 aumentos.

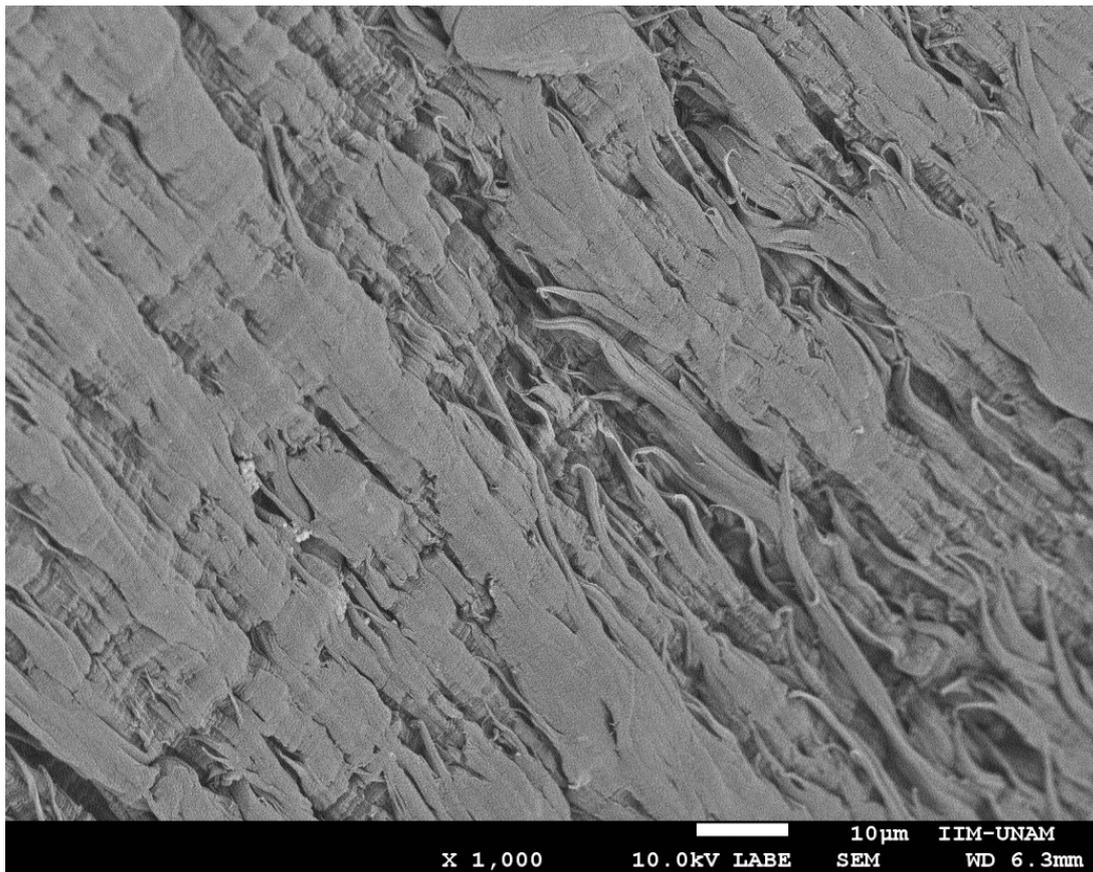


Figura 91. Micrografía de polietileno de alta densidad reciclado sin hidrólisis a 1,000 aumentos



Figura 92. Micrografía de polietileno de alta densidad reciclado sin hidrólisis a 5,000 aumentos

13. ANEXO IV



Figura 93. Probeta de policarbonato virgen con 20 ciclos de hidrólisis

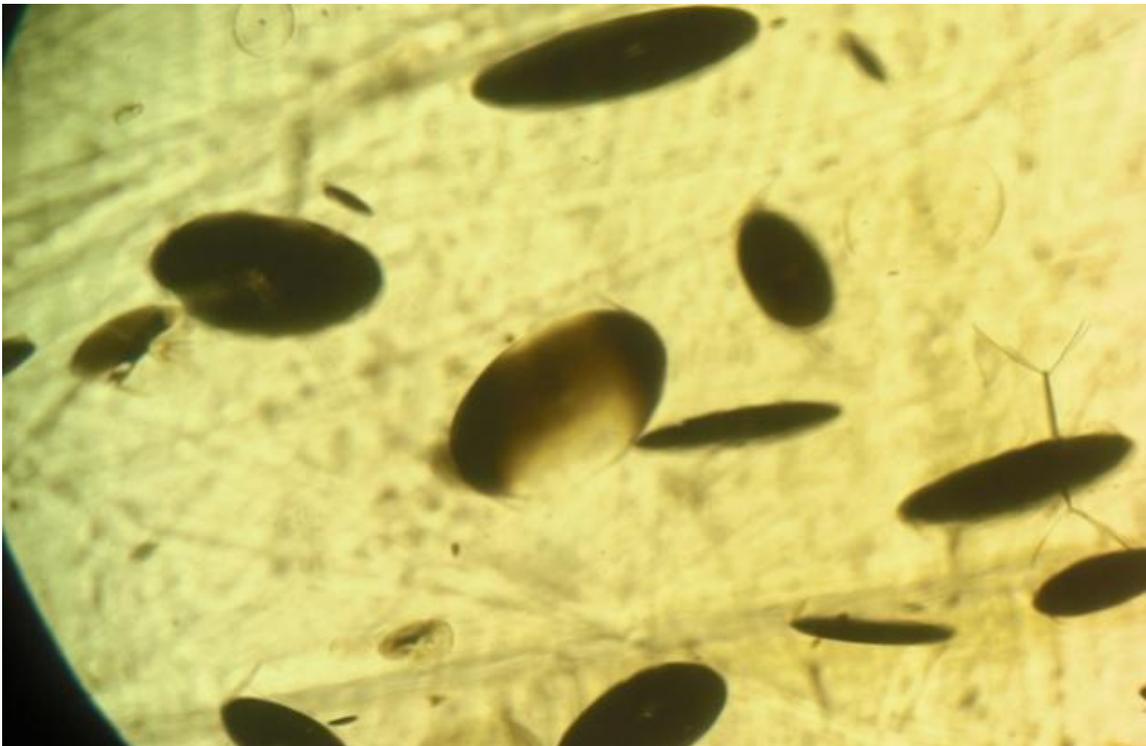


Figura 94. Micrografía de una muestra de policarbonato virgen sometida a hidrólisis.

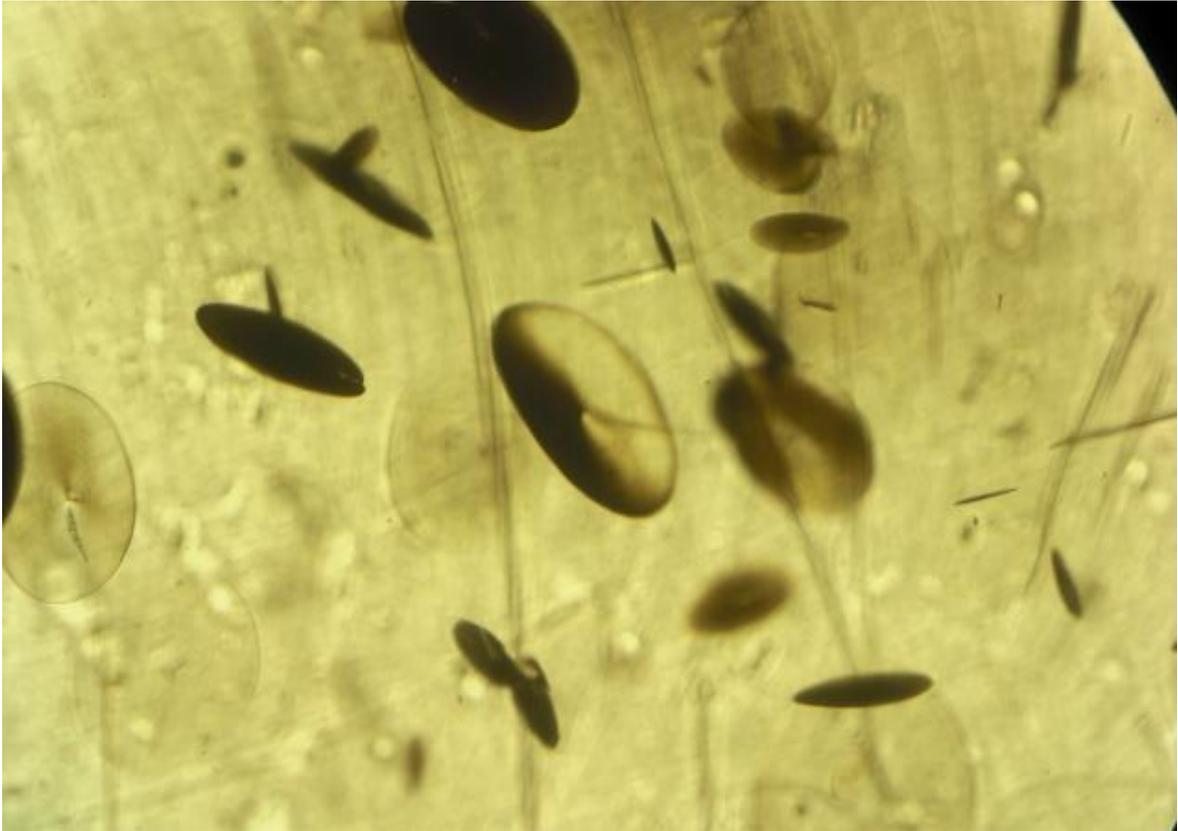


Figura 95. Micrografía de una muestra de policarbonato virgen sometida a hidrólisis.

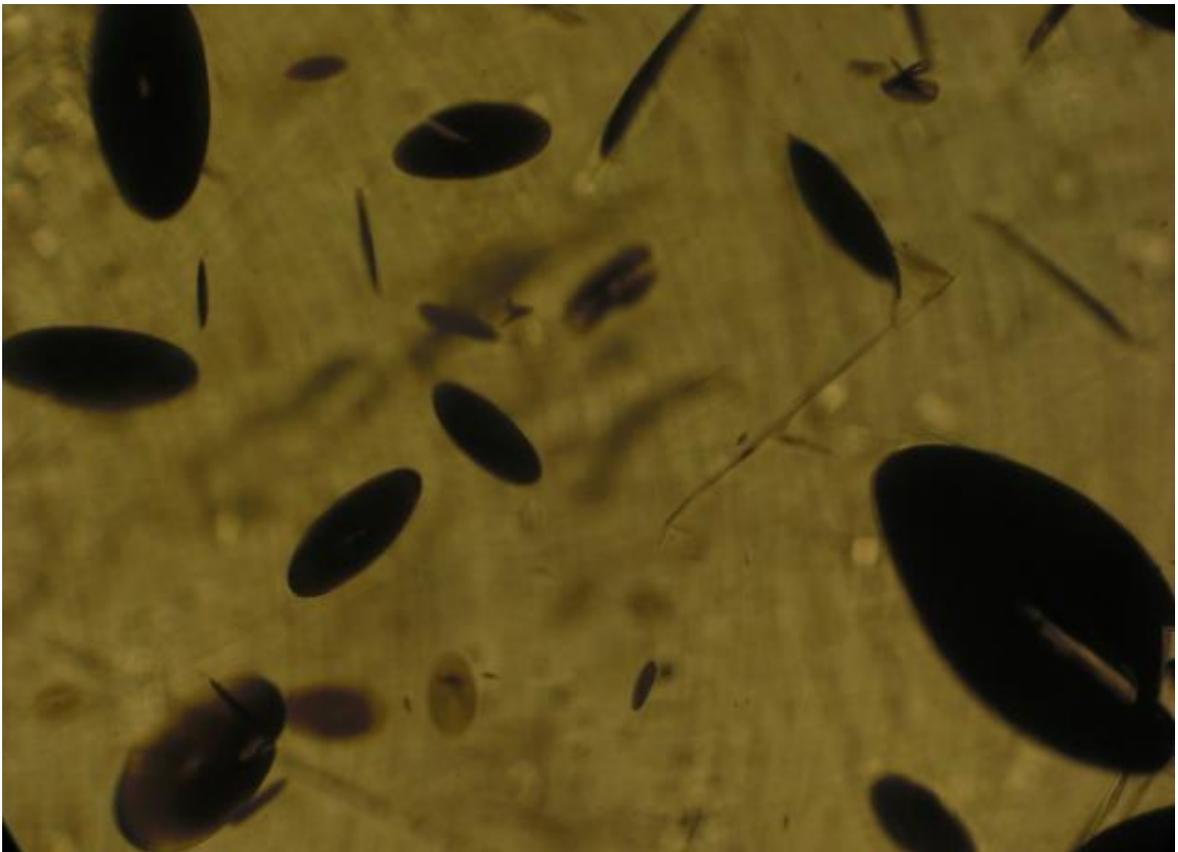


Figura 96. Microcavidades en una muestra de policarbonato virgen sometida a hidrólisis.



Figura 97. Apreciación de anillos concéntricos que dan lugar a la microcavidad.

14. ANEXO V

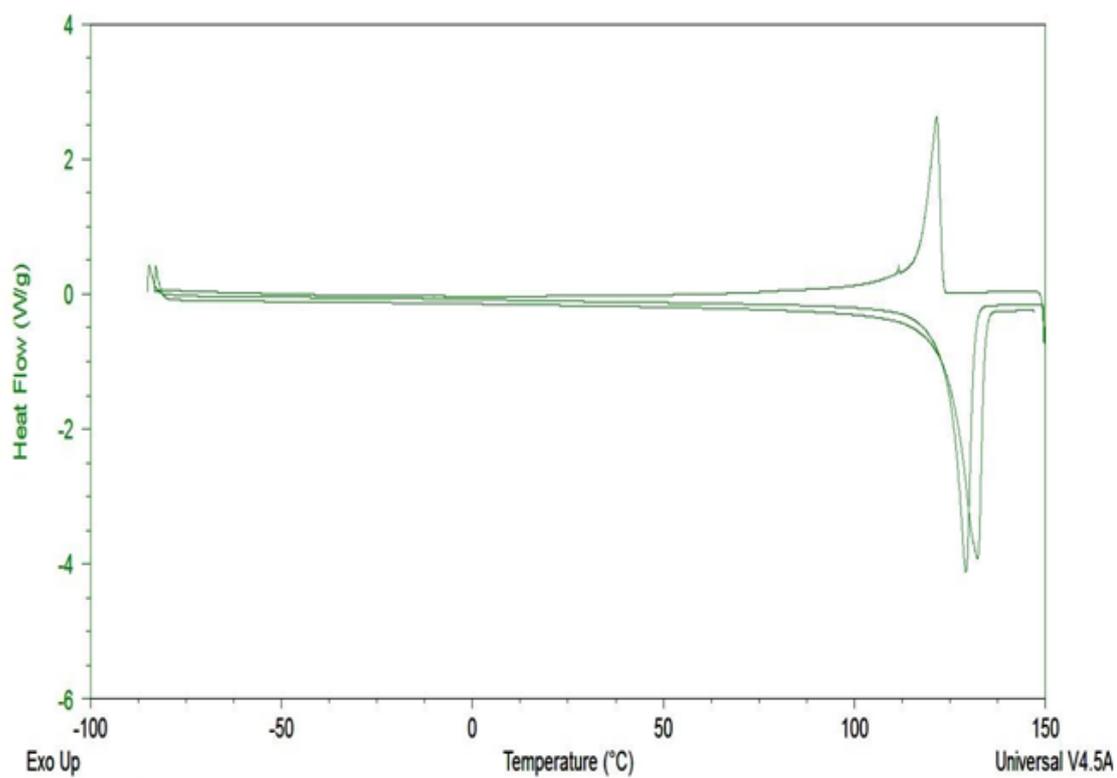


Figura 98. Termograma de polietileno de alta densidad reciclado (PEADr).

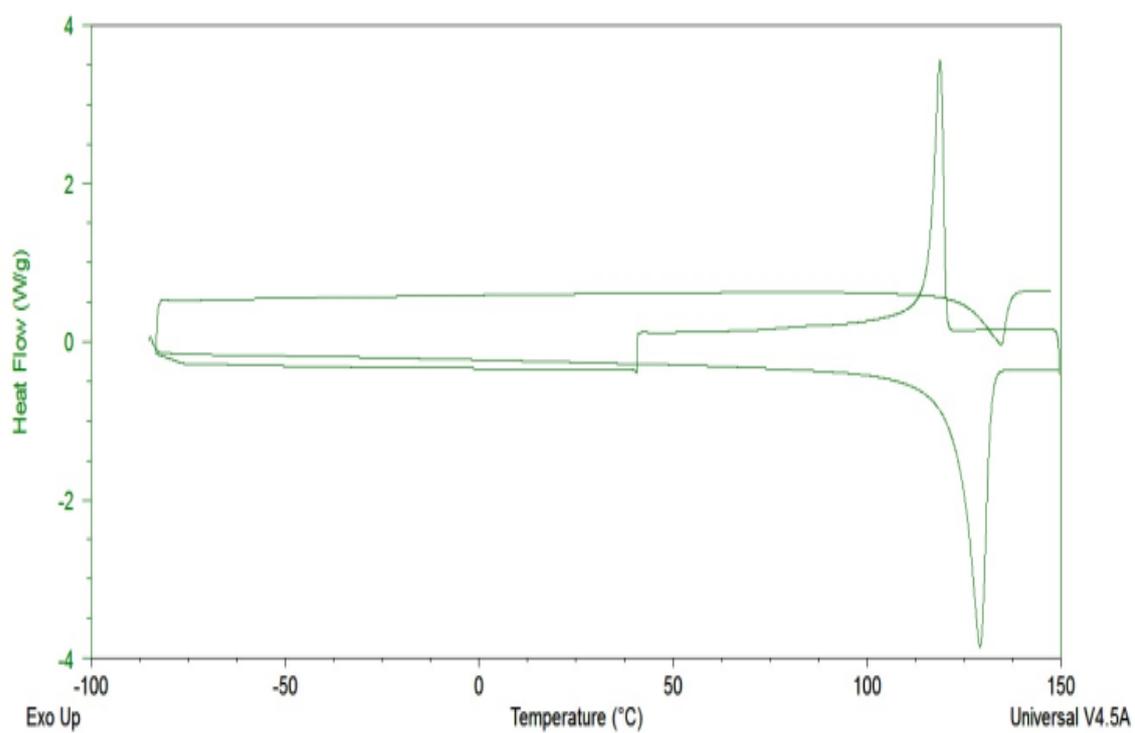


Figura 99. Termograma de polietileno de alta densidad virgen (PEADv).

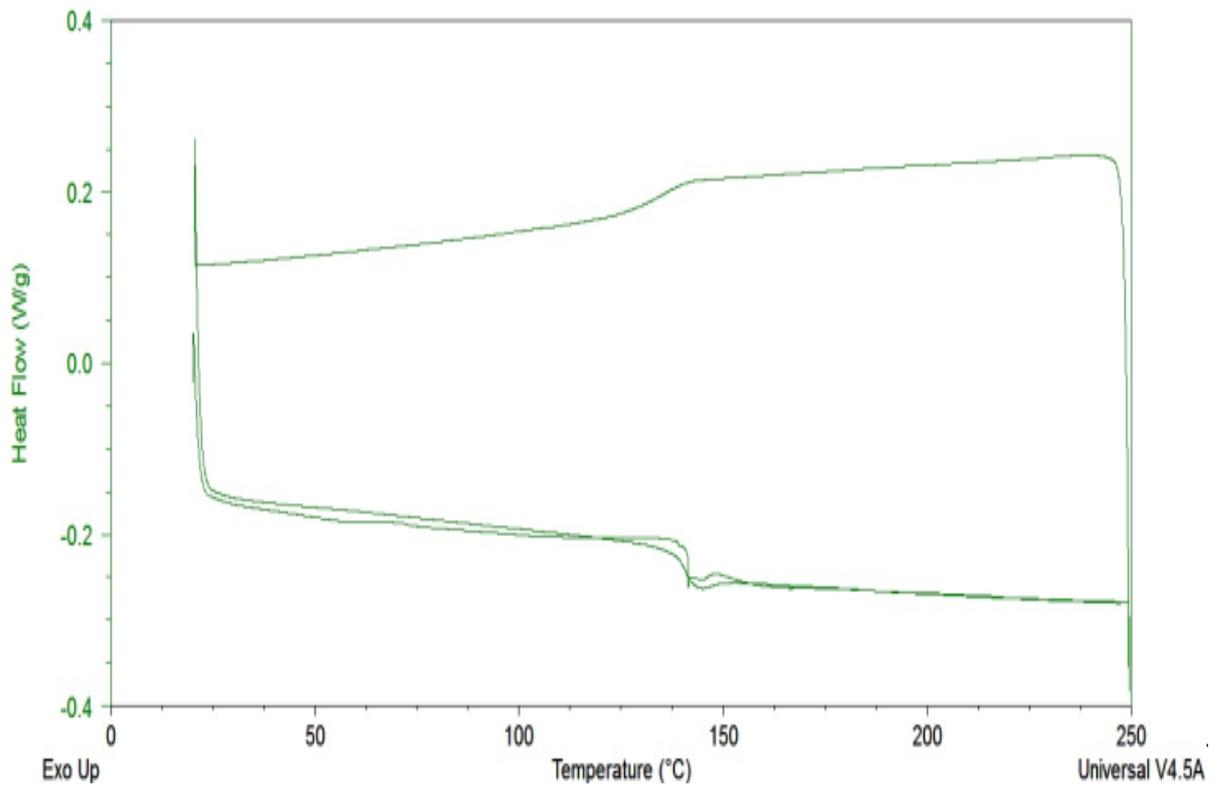


Figura 100. Termograma de policarbonato reciclado (PCr).

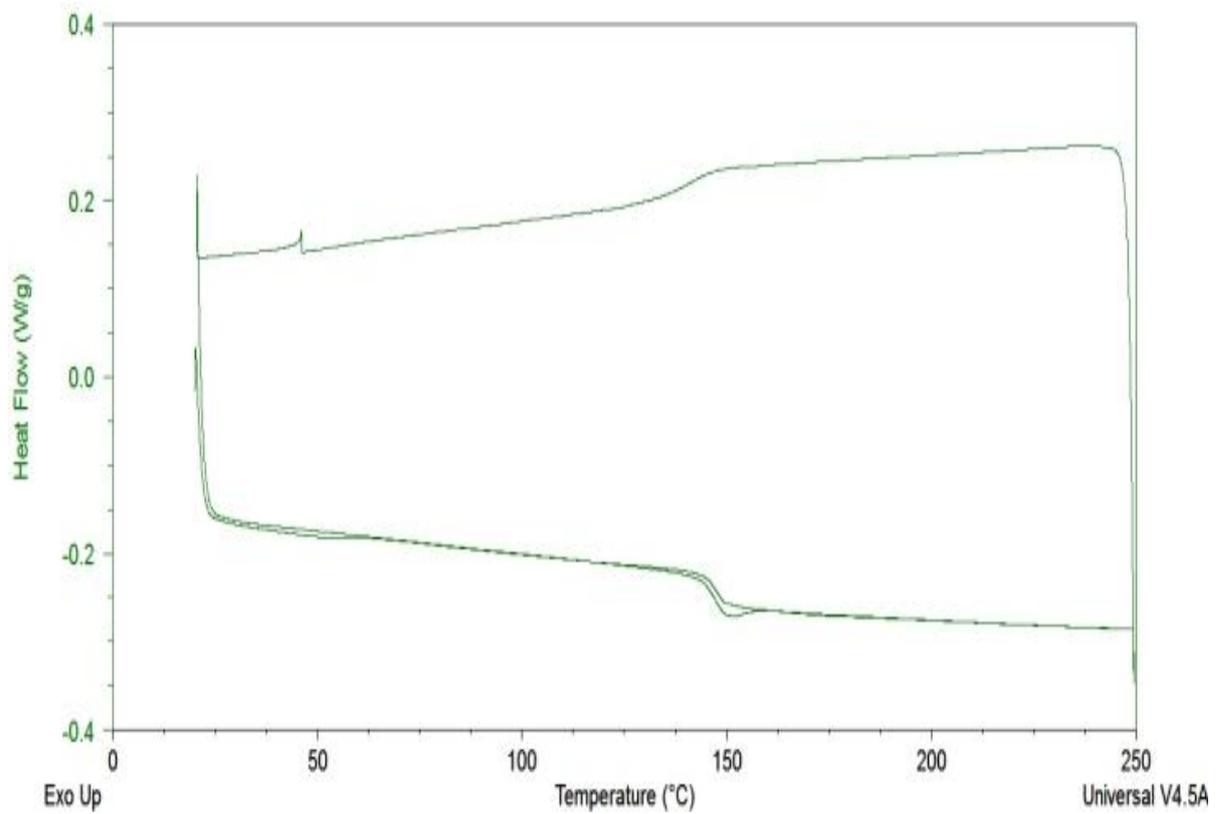


Figura 101. Termograma de policarbonato virgen (PCv).

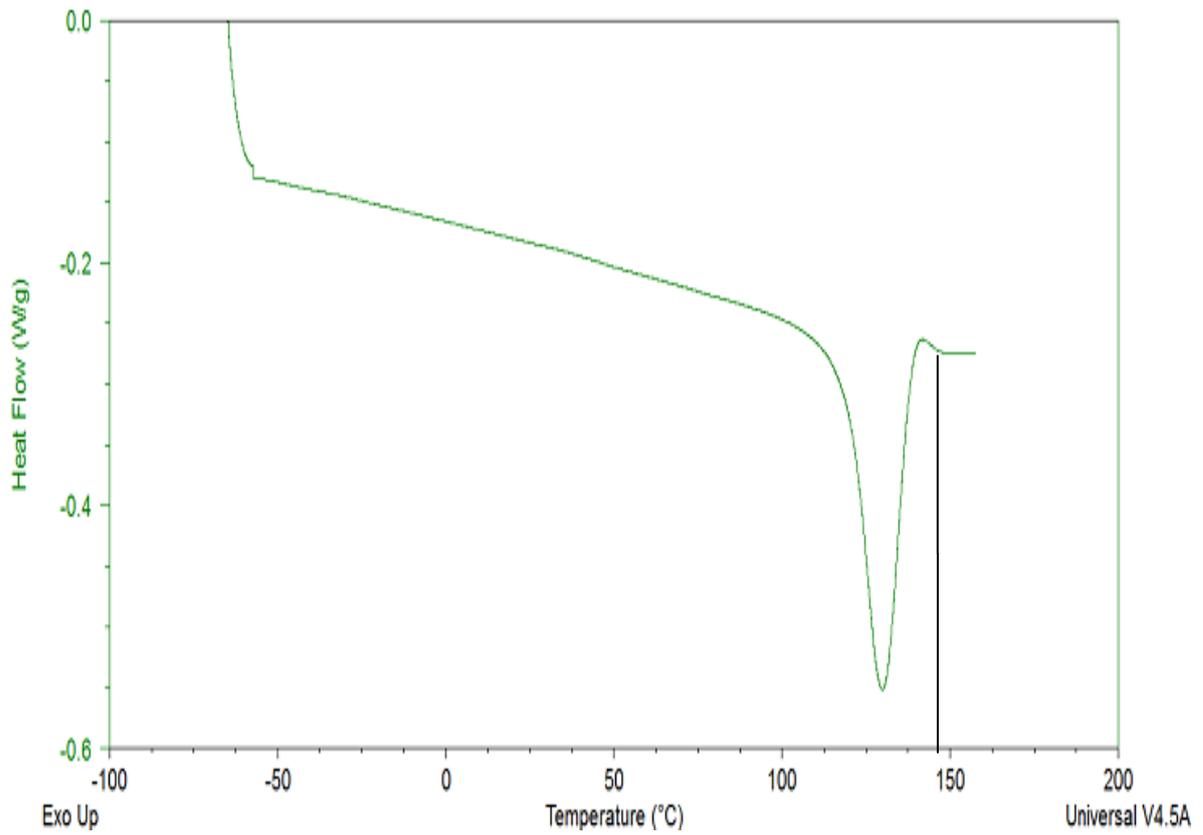


Figura 102. Termograma de una mezcla inmiscible de (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (75g).

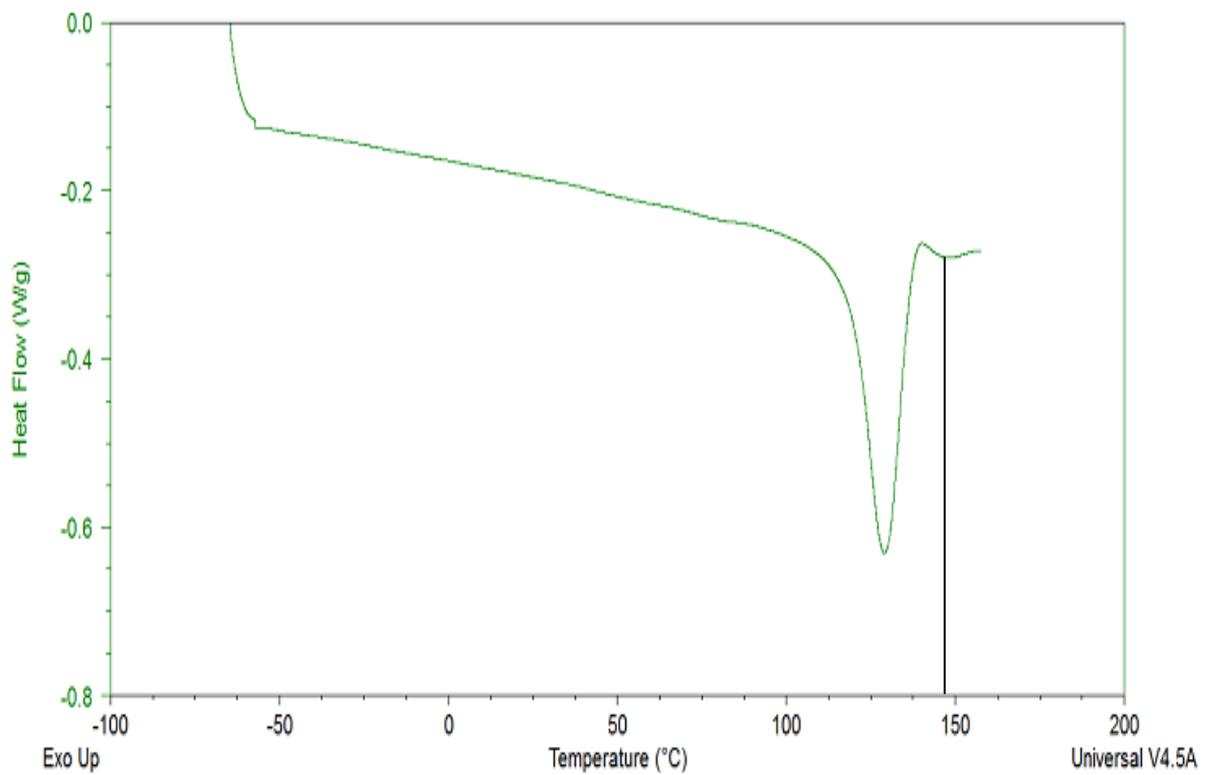


Figura 103. Termograma de una mezcla inmiscible de (80-20) PCr/PEADr + 1.5M-BisA (150g).

15. ANEXO VI

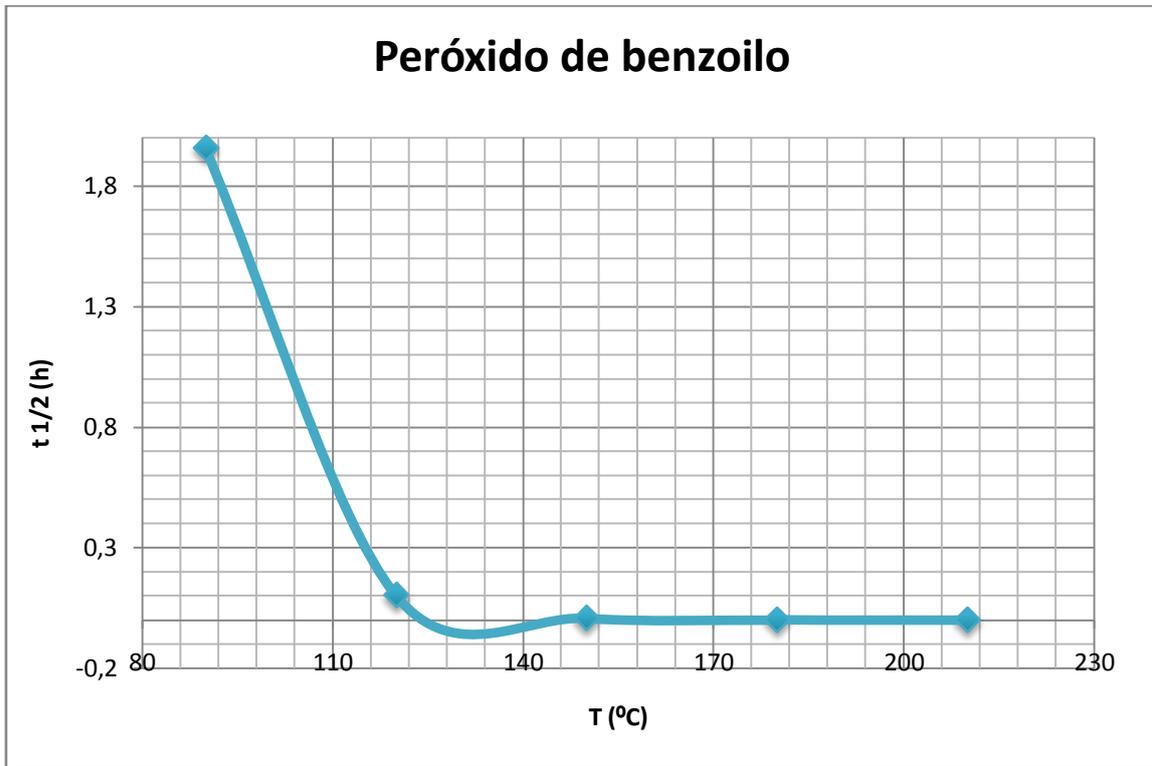


Figura 104. Gráfica de tiempo de vida media del peróxido de benzoilo con respecto a la temperatura.

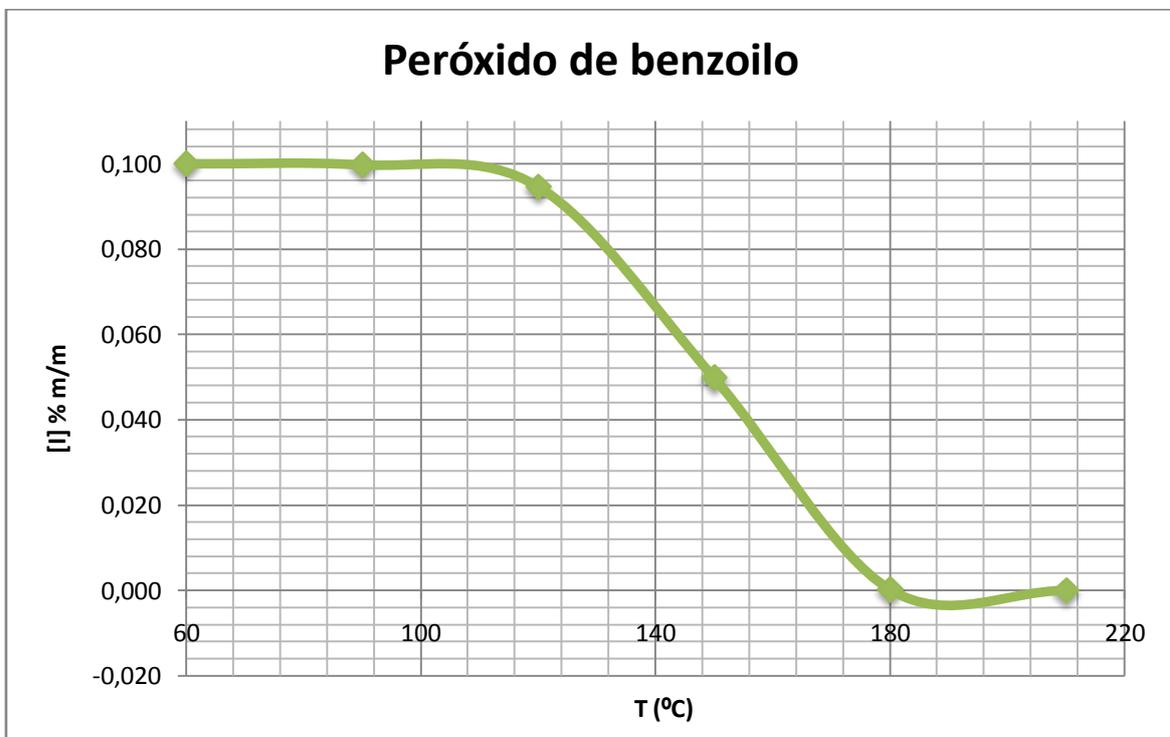


Figura 105. Gráfica de concentración de peróxido de benzoilo con respecto a la temperatura.

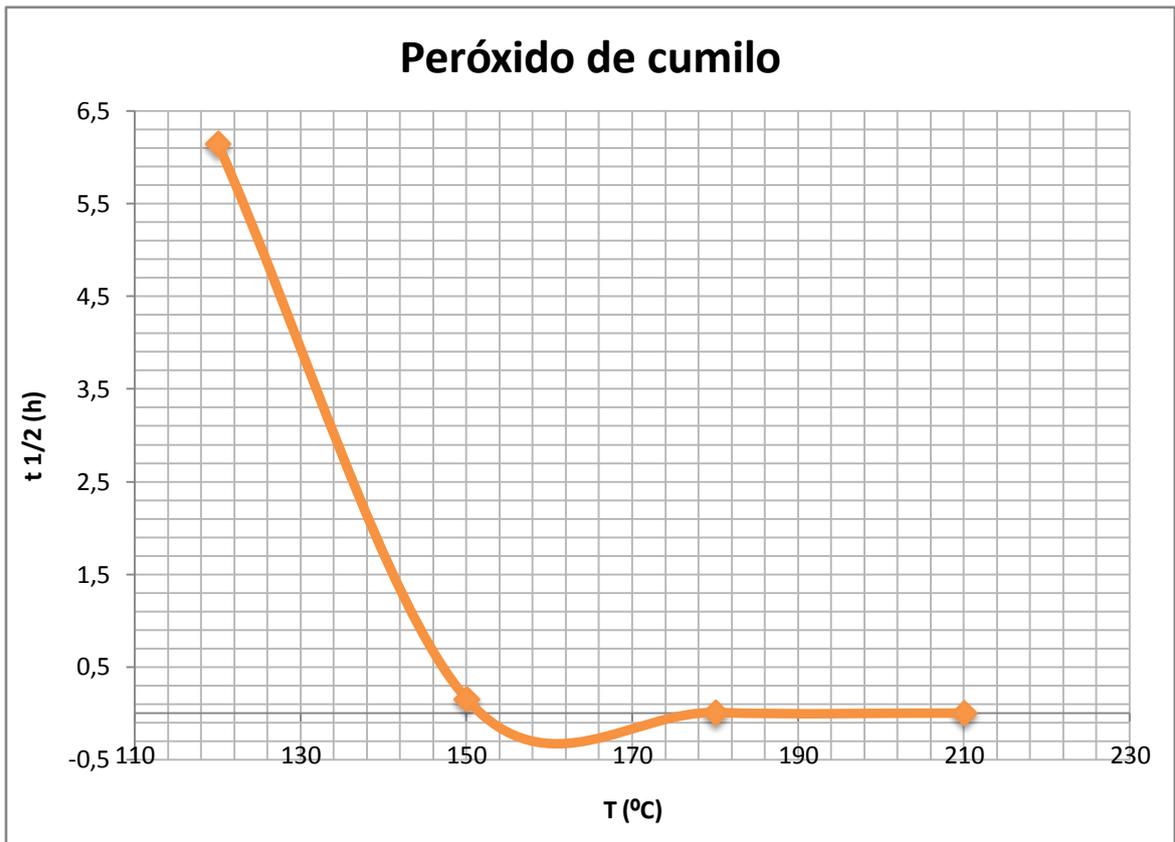


Figura 106. Gráfica de tiempo de vida media del peróxido de cumilo con respecto a la temperatura.