



Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C.

Posgrado en Materiales Poliméricos

**Estudio del efecto de un agente compatibilizante
lignocelulósico de fibra de coco en mezclas microfibrilares
de rPP/ rPET en compuestos de madera-plástica**

Tesis que presenta

Johanna Zuguey Hernández Olguín

En opción al título de

**MAESTRÍA EN CIENCIAS DE MATERIALES
POLIMÉRICOS**

Mérida, Yucatán, México

Agosto del 2024

DECLARACIÓN DE PROPIEDAD

Declaro que la información contenida en las secciones de: Materiales y Métodos, Resultados y Discusión de este documento, proviene de las actividades de investigación realizadas durante el período que se me asignó para desarrollar mi trabajo de tesis, en las Unidades y Laboratorios del Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C., y que, a razón de lo anterior, y en contraprestación de los servicios educativos o de apoyo que me fueron brindados, dicha información, en términos de la Ley Federal del Derecho de Autor y la Ley Federal de Protección a la Propiedad Industrial, le pertenece patrimonialmente a dicho Centro de Investigación. Por otra parte, en virtud de lo ya manifestado, reconozco que de igual manera los productos intelectuales o desarrollos tecnológicos que deriven o pudieran derivar de lo correspondiente a dicha información, le pertenecen patrimonialmente al Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C., y se registrarán, en todo caso, por lo dispuesto por la Ley Federal del Derecho de Autor y la Ley Federal de Protección a la Propiedad Industrial, en el tenor de lo expuesto en la presente Declaración.



Johanna Zugey Hernández Olguín

CENTRO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA DE YUCATÁN, A. C.
POSGRADO EN MATERIALES POLIMÉRICOS



RECONOCIMIENTO

Por medio de la presente, hago constar que el trabajo de tesis de Johanna Zugey Hernández Olgúin titulado **Estudio del efecto de un agente compatibilizante lignocelulósico de fibra de coco en mezclas microfibrilares de rPP/ rPET en compuestos de madera-plástica**, fue realizado en la Unidad de Materiales, en la línea de investigación de Reciclado y Procesamiento de Materiales, en los laboratorios del Centro de Innovación Tecnológica (CIT) del Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. bajo la dirección del Dr. Ricardo Herbé Cruz Estrada y la codirección del Dr. Javier Guillén Mallette, perteneciente al Programa de Posgrado en Materiales Poliméricos de este Centro.

Atentamente



Dr. José Luis Hernández Stefanoni
Director de Docencia

Mérida, Yucatán, México, a 06 de agosto de 2024

AGRADECIMIENTOS

- Al consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la Beca No. 813173, otorgada para la realización de mis estudios de posgrado.
- Al Dr. Ricardo Herbé Cruz Estrada y el Dr. Javier Guillén Mallette por su dirección y apoyo a lo largo de la realización del presente trabajo de investigación. Así mismo, por sus comentarios y observaciones en la mejora del trabajo de tesis.
- Al comité tutorial conformado por el Dr. Alex Valdez González y el Dr. Edgar José López Naranjo por los comentarios y observaciones realizados al presente trabajo.
- Al personal técnico de la Unidad de Materiales del Centro de Investigación Científica de Yucatán por el apoyo brindado en capacitación de equipos para el desarrollo del presente trabajo.
- M.C Carlos Cupul Manzano en la capacitación del uso de molinos, extrusores, máquina de prensado y medidor de índice de fluidez.
- Q.I. Santiago Duarte Aranda por su valiosa orientación y apoyo en la obtención del reactivo *p*-xileno y en la realización de pruebas morfológicas en el Microscopio Electrónico de Barrido.
- I.Q Silvia Andrade Canto por su apoyo en la realización de pruebas morfológicas mediante el Microscopio Electrónico de Barrido.
- Q.I. Rossana Vargas Coronado por las facilidades de realizar las pruebas con *p*- xileno en el Laboratorio de Química Macromolecular y su apoyo en las caracterizaciones de FTIR-ATR.
- M.C José de Ángeles Rodríguez Laviada por su apoyo en la caracterización de FTIR-ATR y DSC.
- Dr. Wilberth Antonio Herrera Kao por su apoyo en las caracterizaciones de DSC.
- M.C Javier Iván Cauich Cupul por su apoyo en la capacitación del uso de equipos de pruebas mecánicas.
- Al M.C César Martín Barrera por su valiosa orientación, mentoría y apoyo en el uso de equipos de Microscopia óptica y CNC Supra.
- A Álvaro Saad Hadad Herrera, por su valioso apoyo durante su servicio social.
- Al Dr. Ángel de Jesús Montes Luna, M.C César Martín Barrera, Dr. Aarón Rivas Menchi, Christian Gallardo, y personal del CIT por su apoyo, consejos y enseñanzas.

DEDICATORIA

Quiero expresar mi gratitud a la vida y a todas las personas especiales en ella que me acompañaron en esta etapa, aportando a mi formación tanto profesional y como ser humano.

A mis dos pilares mis padres Estela Olguín y Julio Hernández gracias por todo su amor, comprensión, y apoyo, pero sobre todo por la paciencia que me han tenido y por haberme dado la oportunidad de creer en mí para seguir mis metas fuera de casa y haber sido mi contrafuerte durante todo este tiempo.

A mi familia paterna, mis hermanos Yazmín Olguín y Eduardo Olguín por su apoyo y trabajo en equipo en afrontar los diversos retos en familia que nos ha puesto la vida y hemos ido superando juntos.

A la familia Vázquez por su valioso recibimiento, apoyo y atención durante esta etapa de mi vida, los aprecio mucho.

Con especial cariño a Roberto Vázquez, gracias por acompañarme en este largo camino, por creer en mí, cuando yo misma dudaba, por alentarme a seguir en los momentos difíciles, has sido una parte fundamental de este proceso. Eres un hombre especial y maravilloso. Gracias por todo tu amor y apoyo.

A mí misma, con todo mi amor y cariño, por haber demostrado resiliencia durante la realización de esta meta. Este logro es testimonio de mi perseverancia y fuerza, y estoy orgullosa del camino recorrido. ¡Hecho está!

PRODUCTOS ACADÉMICOS

- Capítulo de Libro. Johanna Zugey Hernández Olgúin, Ricardo Herbé Cruz Estrada, Javier Guillén Mallette, Carlos Vidal Cupul Manzano, “Efecto de un Agente Compatibilizante MAPP en Mezclas Microfibrilares *in situ* de rPP/rPET Mediante Extrusión”. Capítulo de libro en Libro electrónico “La ingeniería, las matemáticas y las ciencias en la era de la industria 4.0 - Tláhuac 2023”, ISBN online 979-8-89020-022-8. pp. 46-51, 13 y 14 de septiembre de 2023.
- Nota periodística. Ricardo Herbé Cruz, Carlos Vidal Cupul, Javier Guillén y Johanna Zugey Hernández, “La utilidad y el manejo responsable de los materiales y los residuos”, El Sol de México (publicación en línea en <https://www.elsoldemexico.com.mx/analisis/la-utilidad-y-el-manejo-responsable-de-los-materiales-y-los-residuos-10373776.html/amp>, 14 de julio de 2023.
- Capítulo de Libro. Hernández Olgúin, J.Z., Cupul Manzano, C.V., Guillén Mallette, J., Cruz Estrada, R.H. (2023). Descubre los materiales, comprende su utilidad y manejo responsable. En F. M. De Gante Ayora, & M. A. Herrera Alamillo (Comps.), Descubriendo mi Talento 2022 (1era. Ed., pp. 12-31). Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. publicado 3 mayo de 2023. ISBN: 978-607-7823-52-0. Primera edición: abril del 2023. Coordinador editorial: Julio César Domínguez Orta. Editor: Miguel Gibrán Román Canto. Diseño editorial: Norma Marmolejo Quintero. D.R. 2023. Descubriendo mi Talento 2022. Fanny Margarita de Gante Ayora, Miguel Ángel Herrera Alamillo, Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. (CICY). Para alumnos de preparatoria.
- https://www.cicy.mx/Documentos/CICY/Ligas_Interes/2023/Descubriedo-mi-Talento.pdf

INDICE

1. CAPITULO I: INTRODUCCIÓN.....	1
1.1. Antecedentes	2
1.2. Justificación	5
1.3. Planteamiento del problema a resolver	6
1.4. Hipótesis	6
1.5. Objetivos	6
2. Capítulo II: MARCO TEÓRICO.....	8
2.1. Materiales compuestos	8
2.1.1. Microfibras	8
2.1.2. Compuestos de madera y plástico	9
2.1.3. Refuerzo.	9
2.1.4. Relleno.....	10
2.2. Extrusores empleados en la producción de materiales compuestos de madera-plástica (WPC).....	10
2.3. Generalidades de los materiales	11
2.3.1. Polipropileno	11
2.3.2. Poli (tereftalato de etileno)	12
2.3.3. Agente de acoplamiento	14
2.3.4. Fibra de coco pulverizada.....	16
2.3.5. Harina de madera pulverizada	18
3. CAPITULO III: METODOLOGÍA Y TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN	21
3.1. Materiales y reactivos.....	21

3.2.	Diagrama de metodología experimental.....	22
3.2.1.	Proceso de extrusión etapa I y II	22
3.3.	Diseño experimental.....	24
3.3.1.	Método Taguchi	24
3.3.2.	Matriz ortogonal.....	24
3.4.	Índice de fluidez	26
3.5.	Etapa I. Mezclas de polímeros rPP/rPET/MAPP	27
3.5.1.	Reducción del tamaño de partícula.....	27
3.5.2.	Secado	27
3.5.3.	Preparación de mezclas de polímeros rPP/rPET/MAPP.....	28
3.5.4.	Condiciones de extrusión de proceso de extrusión de la mezcla rPP/rPET/MAPP.....	29
3.6.	Experimento selectivo con p-xileno	29
3.7.	Preparación de mezclas de polímeros rPP/rPET/3 MAPP.....	30
3.8.	Etapa II. Mezclas de polímeros rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP	32
3.8.1.	Reducción del tamaño de partícula.....	32
3.8.2.	Secado	32
3.8.3.	Premezclado de mezclas de los polímeros y compuestos lignocelulósicos rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP.....	33
3.8.4.	Preparación de mezclas de polímeros rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP.....	33
3.8.5.	Obtención de pellets de rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP	34
3.8.6.	Condiciones de extrusión.	35
3.8.7.	Moldeo por compresión.....	35
3.9.	Técnicas de caracterización.....	38
3.9.1.	Medición del índice de fluidez.....	38

3.9.2.	Espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier	39
3.9.3.	Calorimetría diferencial de barrido	39
3.9.4.	Microscopia óptica de mezclas microfibrilares de rPP/rPET.....	40
3.9.5.	Microscopia Electrónica de Barrido.	41
4.	CAPITULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIONES.....	42
4.1.	Diseño experimental.....	42
4.2.	Caracterización fisicoquímica del compuesto madera-plástica.....	43
4.2.1.	Índice de fluidez	43
4.2.2.	Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).....	43
4.2.3.	Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).....	48
4.3.	Experimento selectivo con p-xileno	50
4.4.	Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier de experimento selectivo con p-xileno	52
4.5.	Microscopia óptica de mezclas microfibrilares de rPP/rPET	54
4.6.	Microscopía electrónica de barrido de las mezclas microfibrilares de rPP/rPET.....	55
4.7.	Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier de mezclas microfibrilares de rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP	57
4.7.1.	Análisis de extruidos y placas de rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP con base al arreglo ortogonal L9.	59
4.8.	Análisis estadístico de pruebas mecánicas	61
4.8.1.	Resistencia mecánica a tensión.....	62
4.8.2.	Elongación a rompimiento.	65
4.8.3.	Módulo de Young	67
4.8.4.	Resistencia a la flexión	69

4.8.5. Deformación a la flexión	72
4.8.6. Módulo de flexión	74
4.9. Microscopía electrónica de barrido de las muestras de rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP con base al arreglo ortogonal L9.....	76
4.10. Mecanismo propuesto para explicar interacciones y efectos en mezclas rPP/rPET 3 MAPP/HM/FC/MAPP.....	81
Conclusiones.....	84
Trabajo a futuro.....	86
5. Referencias	87

LISTADO DE FIGURAS

Figura 2.1. Monómero de polipropileno.	11
Figura 2.2. Monómero de poli(tereftalato de etileno).....	13
Figura 2.3. Mecanismo de reacción entre fibra natural y MAPP [25].....	15
Figura 2.4. Estructura Química de fibra de coco [26].	17
Figura 2.5. Estructura química de la harina de madera.....	19
Figura 3.1. Representación de secuencia de la metodología experimental.....	23
Figura 3.2. Equipo medidor de índice de fluidez.	26
Figura 3.3. a) Molino Pagani mediano, modelo 1620 ST b) Ro-tap modelo R-30050.....	27
Figura 3.4. Estufa marca Felisa modelo FE-291AD.	28
Figura 3.5. Obtención de extruidos rPP/rPET/MAPP a) Extrusor monohusillo de 3 zonas acoplado a un Plastic-corder PLE 330. b) Estiramiento del extruido por banda transportadora c) Extruido sobre la banda transportadora.....	29
Figura 3.6. Procesamiento por extrusión de etapa I.....	31
Figura 3.7. Obtención de extruidos de rPP/rPET/3MAPP a) Extrusor monohusillo de 3 zonas acoplado a un Plastic-corder PLE 330. b) Estiramiento de extruido por banda transportadora c) Peletizadora.	31
Figura 3.8. a) Pulverizador Veycon M-250 b) Ro-tap modelo Rx-30.	32
Figura 3.9. Mezclado de polímeros rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP.....	33
Figura 3.10. Procesamiento por extrusión de etapa II.....	34
Figura 3.11. Obtención de extruidos de mezclas rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP a) Extrusor de doble husillo de 6 zonas acoplado a un Intelli-torque marca Brabender TSE 20/40. b) Estiramiento del extruido por una banda transportadora c) Peletizadora.....	34

Figura 3.12. Cavidades del molde con papel tipo PET.....	36
Figura 3.13. Obtención de probetas por control numérico computarizado: a) Maquina CNC Supra Vertical Knee tipo Milling Machine b) Obtención de probetas de tensión tipo IV c) Obtención de probetas de flexión.	36
Figura 3.14. Probetas de tensión y flexión-rPP/rPET/3 MAPP/FC/HM/MAPP con base al arreglo ortogonal L9.	37
Figura 3.15. Prueba de tensión de rPP/rPET/3 MAPP/FC/HM/MAPP con base al arreglo ortogonal L9.	37
Figura 3.16. Prueba de flexión de rPP/rPET/3 MAPP/FC/HM/MAPP con base al arreglo ortogonal L9.	38
Figura 4.1. Espectro FTIR de fibra de coco	44
Figura 4.2. Espectro FTIR de harina de madera.	45
Figura 4.3. Espectro FTIR de poli(tereftalato de etileno) reciclado.....	46
Figura 4.4. Espectro FTIR de polipropileno reciclado.....	47
Figura 4.5. Espectro FTIR de polipropileno injertado con anhídrido maleico.....	48
Figura 4.6. Termograma DSC de los materiales a) polipropileno reciclado b) polipropileno injertado con anhídrido maleico.....	49
Figura 4.7. Termograma DSC de los materiales a) poli(tereftalato de etileno) PET.	50
Figura 4.8. Muestras de: a) PP b) MAPP c) rPET d) rPP/rPET e) rPP/rPET/3 MAPPf) rPP/rPET/6 MAPP a temperatura ambiente 30 °C, sumergida en p-xileno.	51
Figura 4.9. Muestras de: rPP, MAPP, rPET, rPP/rPET, rPP/rPET/3 MAPP, rPP/rPET/6 MAPP a temperatura 110 °C.	51
Figura 4.10. Muestras de: rPP, MAPP, rPET, rPP/rPET, rPP/rPET/3 MAPP, rPP/rPET/6 MAPP después de 3 horas a temperatura 110 °C, sumergida en p-xileno.....	52
Figura 4.11. Espectros FTIR de muestras de rPET y rPET-MAPP con 3 y 6 pcr de MAPP.....	53

Figura 4.12. Reacción química entre rPET y MAPP [7].....	54
Figura 4.13. Micrografías ópticas 50 X de a) rPET b) rPET 3 MAPP c) rPET 6 MAPP.....	54
Figura 4.14. Micrografías de rPET: a) 2500 X; b) 1000 X; y, c) 500 X.....	55
Figura 4.15. Micrografías de rPET/ 3 MAPP: a) 2500 X; b) 1000 X; y, c) 500 X.....	56
Figura 4.16. Micrografías de rPET/6 MAPP; a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.....	56
Figura 4.17. Espectros FTIR de muestras de rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/ MAPP con base al arreglo ortogonal.	57
Figura 4.18. Espectros FTIR de las formulaciones 8 (a) y 9 (b) de rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP con base al arreglo ortogonal L9, con bandas de hidroxilos destacadas.	58
Figura 4.19. Extruidos de rPP/rPET/3 MAPP/FC/HM/MAPP con base al arreglo ortogonal L9. Las formulaciones son: 1) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 12.5 % HM, 2) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 12.5% HM/ 7.5% FC/ 1.25% MAPP 3) rPP/rPET/ 3 MAPP/12.5% HM/ 15% FC/ 2.5% MAPP, 4) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 25% HM/1.25% MAPP, 5) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 25% HM/ 7.5% FC/ 2.5% MAPP, 6) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 25% HM / 15% FC, 7) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 50% HM/ 2.5% MAPP 8) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 50% HM/ 7.5% FC, 9) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 50% HM / 15% FC/ 1.25% MAPP.....	60
Figura 4.20. Placas de rPP/rPET/3 MAPP/FC/HM/MAPP con base al arreglo ortogonal L9. Las formulaciones son: 1) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 12.5 % HM, 2) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 12.5% HM/ 7.5% FC/ 1.25% MAPP 3) rPP/rPET/ 3 MAPP/12.5% HM/ 15% FC/ 2.5% MAPP, 4) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 25% HM/1.25% MAPP, 5) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 25% HM/ 7.5% FC/ 2.5% MAPP, 6) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 25% HM / 15% FC, 7) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 50% HM/ 2.5% MAPP 8) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 50% HM/ 7.5% FC, 9) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 50% HM / 15% FC/ 1.25% MAPP.....	61
Figura 4.21. Resultados promedio obtenidos de la prueba de resistencia mecánica a tensión (MPa).	63
Figura 4.22. Efecto promedio de los factores individuales sobre la resistencia a tensión en diferentes niveles.	64

Figura 4.23. Análisis de varianza (Anova), dado como la contribución (%) de cada uno de los tres factores estudiados sobre el valor promedio de la resistencia a la tensión. 64

Figura 4.24. Resultados promedio obtenidos de la prueba de tensión..... 65

Figura 4.25. Efecto promedio de los factores individuales sobre la elongación (%) en diferentes niveles. 66

Figura 4.26. Análisis de varianza (Anova), dado como la contribución (%) de cada uno de los tres factores estudiados sobre el valor promedio de la elongación al rompimiento..... 67

Figura 4.27. Resultados promedio obtenidos de Módulo de Young (MPa)..... 67

Figura 4.28. Efecto promedio de los factores individuales sobre el módulo de Young en diferentes niveles. 68

Figura 4.29. Análisis de varianza (Anova), dado como la contribución (%) de cada uno de los tres factores estudiados sobre el valor promedio del Módulo de Young (MPa)..... 69

Figura 4.30. Resultados promedio obtenidos de la prueba de resistencia a la flexión (MPa).... 70

Figura 4.31. Efecto promedio de los factores individuales sobre la resistencia a la flexión a diferentes niveles. 71

Figura 4.32. Análisis de varianza (Anova), dado como la contribución (%) de cada uno de los tres factores estudiados sobre el valor promedio de la resistencia a la flexión (MPa)..... 71

Figura 4.33. Resultados promedio obtenidos de la prueba de deformación a la flexión (mm/mm)..... 72

Figura 4.34. Efecto promedio de los factores individuales sobre la deformación a la flexión a diferentes niveles. 73

Figura 4.35. Análisis de varianza (Anova), dado como la contribución (%) de cada uno de los tres factores estudiados sobre el valor promedio de la deformación a la flexión..... 73

Figura 4.36. Resultados promedio obtenidos de la prueba de flexión-módulo de flexión (MPa).
..... 74

Figura 4.37. Efecto promedio de los factores individuales sobre el módulo de flexión a diferentes niveles.	75
Figura 4.38. Análisis de varianza (Anova), dado como la contribución (%) de cada uno de los tres factores estudiados sobre el valor promedio del módulo de flexión.	75
Figura 4.39. Micrografías de formulación 1; a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.	76
Figura 4.40. Micrografías de formulación 2; a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.	77
Figura 4.41. Micrografías de formulación 3, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.	77
Figura 4.42. Micrografías de formulación 4, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.	78
Figura 4.43. Micrografías de formulación 5, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.	79
Figura 4.44. Micrografías de formulación 6, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.	79
Figura 4.45. Micrografías de formulación 7, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.	80
Figura 4.46. Micrografías de formulación 8, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.	80
Figura 4.47. Micrografías de formulación 9, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.	81
Figura 4.48. Mecanismo de reacción de PET con un grupo hidroxilo de superficie lignocelulósica .Imagen modificada a partir de [44]	82

LISTADO DE TABLAS

Tabla 2.1. Propiedades físicas, térmicas y mecánicas del polipropileno [20].....	12
Tabla 2.2. Propiedades físicas, térmicas y mecánicas del poli(tereftalato de etileno) [20]......	13
Tabla 2.3. Categorías taxonómicas de la fibra de coco.	16
Tabla 2.4. Composición química de la fibra de coco [26].	17
Tabla 2.5. Propiedades físicas y mecánicas de la fibra de coco [26].....	18
Tabla 2.6. Propiedades físicas y mecánicas de la harina de madera [27].	20
Tabla 3.1. Materiales requeridos para el desarrollo de compuestos de madera-plástica.....	21
Tabla 3.2. Contenido de MAPP respecto a contenido de PET.	25
Tabla 3.3. Formulación de los experimentos en la etapa I.	25
Tabla 3.4. Factores y niveles del diseño experimental con base a literatura en % peso.....	25
Tabla 3.5. Disposición experimental L ₉	26
Tabla 3.6. Temperaturas de secado.....	28
Tabla 3.7. Parámetros del equipo de extrusión utilizado.	29
Tabla 3.8. Parámetros del equipo de extrusión de rPP/rPET/3 MAPP.	31
Tabla 3.9. Temperaturas de secado.....	33
Tabla 3.10. Parámetros del equipo de extrusión de la mezcla rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP	35

RESUMEN

El procesamiento de mezclas de polímeros reciclados inmiscibles mediante extrusión ofrece la posibilidad de crear materiales con propiedades mejoradas. Este estudio se realizó por medio de dos etapas. La etapa I involucró la extrusión de una mezcla 70/30 de polipropileno y poli(tereftalao de etileno) reciclados (rPP/rPET), junto con un agente de acoplamiento de polipropileno injertado con anhídrido maleico (MAPP), utilizando un dado capilar para producir un material reforzado con macro y microfibras de rPET. El proceso de extrusión se llevó a cabo mediante un diseño experimental considerando varios factores clave: 1) la cantidad en porcentaje en peso de MAPP 2) la cantidad de rPET en la matriz del rPP, y 3) el procesamiento del rPET, utilizando extrusión por fusión con estiramiento y un perfil de temperatura de procesamiento del rPET mayor que el del rPP.

Estas condiciones permitieron la microfibrilación de la fase del rPET en la matriz de rPP, tanto con y sin la presencia de MAPP. El uso de MAPP mejoró la compatibilidad de la mezcla microfibrilar de rPP/rPET, y afectó el tamaño y la morfología de las microfibras, con diámetros que oscilan entre $7.74 \pm 6.26 \mu\text{m}$ para las mezclas rPP/rPET, $4.85 \pm 1.27 \mu\text{m}$ para rPP/rPET/3 MAPP y $7.87 \pm 2.43 \mu\text{m}$ para rPP/rPET/6 MAPP. La mezcla rPP/rPET/3MAPP mostró una buena interacción química, evidenciada por la reducción significativa del diámetro hasta un 62.53% en comparación con la ausencia de MAPP, gracias a los enlaces éster generados entre el anhídrido maleico y los grupos hidroxilo presentes en el rPET.

Tras seleccionar la mezcla óptima de rPP/rPET/3MAPP, se procedió a realizar la Etapa II, en la que se incorporó harina de madera como relleno y fibra de coco como un potencial agente de acoplamiento adicional. El proceso de extrusión se llevó a cabo siguiendo un diseño experimental planificado mediante una matriz ortogonal y optimizando las condiciones a través del análisis de los efectos principales. En esta Etapa, se llevaron a cabo evaluaciones de las propiedades mecánicas, destacando que la harina de madera resultó ser el factor más influyente en múltiples aspectos mecánicos. Se observó una mejora notable en la resistencia a la tensión, especialmente con una concentración óptima del 25%. Aunque la fibra de coco también puede contribuir, gracias a los grupos funcionales presentes en su superficie, su impacto es menos notable, y se observa una disminución en la resistencia a la tensión al superar el 5% en peso. Respecto al MAPP, a pesar de su función como agente compatibilizante, su efecto es limitado, posiblemente debido a una concentración insuficiente y/o una interacción química limitada con otros componentes.

Además, la adición de microfibras de rPP/rPET/MAPP mejora la resistencia mecánica al proporcionar un refuerzo tridimensional en la matriz polimérica.

ABSTRACT

The processing of immiscible blends of recycled polymers through extrusion offers the possibility of creating materials with improved properties. This study involved the extrusion of a 70/30 blend of recycled polypropylene and polyethylene terephthalate (rPP/rPET), along with a maleic anhydride-grafted polypropylene coupling agent (MAPP), using a capillary die to produce a material reinforced with macro and microfibers of rPET. This process was carried out through experimental design considering several key factors: 1) the amount of MAPP in the composite in weight percentage, 2) the amount of rPET in the rPP matrix, and 3) the processing of rPET, using melt extrusion with stretching and a processing temperature profile of rPET higher than that of rPP.

These conditions allowed for the microfibrillation of the rPET phase in the rPP matrix, both with and without the presence of MAPP. The use of MAPP improved the compatibility of the microfibrillar blend of rPP/rPET, and affected the size and morphology of the microfibers, with diameters ranging from $7.74 \pm 6.26 \mu\text{m}$ for rPP/rPET blends, $4.85 \pm 1.27 \mu\text{m}$ for rPP/rPET/3 MAPP, and $7.87 \pm 2.43 \mu\text{m}$ for rPP/rPET/6 MAPP. The rPP/rPET/3MAPP blend showed good chemical interaction, evidenced by a significant reduction in diameter up to 62.53% compared to the absence of MAPP, thanks to the ester bonds generated between maleic anhydride and the hydroxyl groups present in rPET.

After selecting the optimal rPP/rPET/3MAPP blend, Stage II was carried out, in which wood flour was incorporated as a filler and coconut fiber as a potential additional coupling agent. The extrusion process was performed following a planned experimental design using an orthogonal matrix and optimizing the conditions through the analysis of the main effects. In this stage, mechanical properties were evaluated, highlighting that wood flour proved to be the most influential factor in multiple mechanical aspects. A notable improvement in tensile strength was observed, especially with an optimal concentration of 25%. Although coconut fiber can also contribute due to the functional groups present on its surface, its impact is less significant, and a decrease in tensile strength is observed when exceeding 5% by weight. Regarding MAPP, despite its role as a compatibilizing agent, its effect is limited, possibly due to insufficient concentration and/or limited chemical interaction with other components. Additionally, the addition of rPP/rPET/MAPP microfibers enhances mechanical strength by providing three-dimensional reinforcement in the polymer matrix.

CAPITULO I: INTRODUCCIÓN

Los plásticos, por su facilidad de producción y aplicación en diferentes sectores industriales, han generado una gran cantidad de desechos postindustriales y postconsumo. Esto produce una problemática ambiental muy compleja de controlar debido a la falta de estrategias para su valorización, sobre todo cuando se tienen mezclas de polímeros, y cuando la mayoría de ellas son inmiscibles [1].

Para reforzar una matriz polimérica se pueden emplear fibras de refuerzo, donde la relación de aspecto (l/d) y la adhesión fibra-matriz polimérica, son dos de los parámetros de diseño que hay que considerar. De esta forma, surgen mezclas microfibrilares de polímeros inmiscibles, donde fibras poliméricas son generadas *in situ* en una matriz de polímeros inmiscibles[2], probando diferentes tipos y cantidades de agentes de acoplamiento para alcanzar una mayor fibrilación.

La fase dispersa en mezclas de polímeros inmiscibles durante su procesamiento suele presentar una variedad de formas como esferas, elipsoides y fibras, que afectan las propiedades del material según sea el grado de interacción [3]. Los plásticos de ingeniería, como el Poli (tereftalato de etileno) (PET), el Policarbonato y las Poliamidas, tienen excelentes propiedades mecánicas y resistencia al calor que los hacen adecuados para la generación de microfibras. El procesamiento de la mezcla de polímeros fundidos puede ser realizado por extrusión para producir un filamento que sale del dado formador. Posteriormente es estirado en caliente para alcanzar la microfibrilación del componente disperso con la menor fluidez. La relación de aspecto de las fibras obtenidas *in situ* dependerá del grado de interacción entre las fases poliméricas y las condiciones del estirado [1].

En este estudio se muestra el efecto de un agente compatibilizante en la formación de microfibras de PET reciclado (rPET) formadas *in situ* en el seno de una matriz del PP reciclado (rPP) durante la extrusión de la mezcla rPP/rPET. Se presenta también el aspecto y la relación de diámetros de las microfibras de rPET formadas mediante microscopía óptica de luz transmitida y microscopía electrónica de barrido (SEM).

Por otro lado, se muestra el efecto significativo de las microfibras de rPP/rPET/MAPP dentro de un material compuesto de madera-plástica. Las microfibras de rPET funcionalizadas con 3

partes por cien de resina (pcr) de MAPP desempeñan un papel importante al conservar sitios activos, es decir, grupos carboxilo (-COOH) y doble enlace (C=C) que facilitan la interacción química con los grupos hidroxilo (O-H) de la fibra de coco y la harina de madera. La fibra de coco y la harina de madera, al contener una variedad de compuestos químicos naturales, como lignina, celulosa y hemicelulosa, pueden interactuar químicamente con las superficies de las microfibras rPP/rPET. Esta interacción química promueve una mejor adhesión entre los materiales, lo que se traduce en mejoras significativas en las propiedades mecánicas del material compuesto de madera-plástica.

La presencia de estos sitios activos en las microfibras funcionalizadas con MAPP facilita la formación de enlaces químicos con los componentes de la fibra de coco y la harina de madera, creando una red interconectada que refuerza la matriz del material compuesto. Este refuerzo adicional mejora la resistencia a la tensión y flexión del material, así como su estabilidad dimensional. Además, las microfibras de rPP/rPET/MAPP contribuyen a una distribución más uniforme de la carga dentro del material compuesto, lo que resulta en una resistencia general mejorada.

1.1. Antecedentes

De acuerdo con la Organización de las Naciones Unidas (ONU) [4] se estima que solo el 9 % de todos los residuos plásticos que se han producido se han reciclado. Cerca del 12% se ha incinerado, mientras que el resto, el 79% se ha acumulado en vertederos, o en el medio natural. La producción de plásticos a nivel mundial que se tiene registrado es de un valor estimado de 370 millones de toneladas en el año 2019, esto sin tomar en cuenta el probable incremento en las cifras post-pandemia. En México se consumieron 7.7 millones de toneladas de plástico durante 2019, en sus diferentes vertientes. Para el cierre de 2020, derivado de la contingencia sanitaria, se estimó que el consumo habría alcanzado los 8 millones de toneladas gracias al crecimiento en su demanda.

Los plásticos, por su facilidad de producción y aplicación en diferentes sectores industriales han generado una gran cantidad de desechos postindustriales y postconsumo, que dan origen a una problemática ambiental muy compleja de controlar debido a la falta de estrategias para su disposición final.

Las investigaciones han mostrado que una de las alternativas para disminuir este problema es el uso de materiales compuestos de madera-plástica como materia prima, en el diseño de

nuevos productos como mobiliario urbano, mobiliario exterior, paneles interiores, componentes de aislamiento acústico, entre otros y el estudio del comportamiento físico y/o químico de mezclas de polímeros naturales y sintéticos (termoplásticos) reciclados. De esta forma distintos autores han realizado las siguientes aportaciones.

Róbert Vardai y cols. [5] reportan la obtención de materiales compuestos a partir de un homopolímero de polipropileno con diferentes tipos de fibras naturales (madera y lino) y fibras sintéticas de poli(tereftalato de etileno) (PET) y poli(vinil acetato) (PVA). Los resultados mostraron que la resistencia a la fractura se puede mejorar significativamente mediante la generación de fibras de PET y PVA obteniéndose un valor de 30 kJ/m², dado que las fibras naturales tan solo aportan hasta un valor de 5 kJ/m².

Róbert Vardai y cols. [6] estudiaron materiales compuestos híbridos de polipropileno (PP) mediante la combinación de refuerzos de PET y fibras de madera, lino y palma de azúcar (*Arenga pinnata*); además de utilizar polipropileno injertado con anhídrido maleico (MAPP) como agente de acoplamiento. Los resultados mostraron que la resistencia al impacto se incrementa con la incorporación de fibras de madera y PET actuando como refuerzos. Asimismo, se observó un incremento en la adhesión interfacial mediante el uso de MAPP entre las fibras de madera y PET.

Badrina Dairi y cols. [7] desarrollaron materiales compuestos con rellenos de harina de madera a base de mezclas PP/PET reciclado (rPET), en el que se añadió MAPP para mejorar la compatibilidad entre matrices poliméricas y la harina de madera. Los resultados mostraron que la adición de MAPP mejoró significativamente las propiedades mecánicas como la resistencia a la tracción, resistencia a la flexión, módulo de tracción y módulo de flexión. Incluso se evidenció una mejor interacción interfacial entre la harina de madera y el PP, indicando que el uso del MAPP actúa como un compatibilizador eficaz para este tipo de mezclas.

G. N. Onyeagoro y cols. [8] estudiaron el efecto de MAPP y resina epóxica como compatibilizador reactivo, en mezclas del PP reciclado (rPP) /PET y relleno en polvo de cáscara de nuez (Dika). Los resultados mostraron que al usar únicamente MAPP las propiedades no fueron las más óptimas, debido a la baja reactividad entre el MAPP y PET; en cambio el uso de la resina epóxica mejoró las propiedades de resistencia a la tracción y al impacto al aumentar las cantidades de resina epóxica y relleno de cáscara de nuez.

Amir Ershad-Langroudi y cols. [9] estudiaron mezclas de rPET en el PP, relleno con 40 % en peso de cascarilla de arroz picada (DNS) y MAPP. Los resultados mostraron que la adición de rPET mejoró el módulo de tracción, flexión y resistencia al impacto. Sin embargo, se redujo su resistencia a la tracción y resistencia a la flexión. Por otro lado, concluyen que el MAPP por sí solo no cumple la función de compatibilizante en mezclas PP/rPET/DNS debido a la baja reactividad entre el MAPP y el rPET. En consecuencia, la mejora de las propiedades del material compuesto que se presenta no se considera sustancial.

Pavola Santos y cols. [10] presentaron un estudio de mezclas con 3, 5 y 7 % en peso del PP de fibras de rPETF, demostrando que se puede incrementar significativamente las propiedades mecánicas de impacto del PP. Por otro lado, para el aumento en la afinidad y refuerzo entre PP y rPETF, sugieren el uso de MAPP y el uso de una extrusora de doble husillo con alimentación de fibra y de polímero en fusión para la obtención de una fase homogénea y la mejora en la distribución de fibras dentro de la matriz polimérica.

Gulitah Verra y cols. [11] desarrollaron materiales compuestos de madera-plástica (WPC por sus siglas en inglés) a partir de mezclas de diferentes polímeros reciclados, como (HDPE), (PP), (LDPE), con diferentes proporciones de fibras de madera (WF por sus siglas en inglés). Las propiedades mecánicas del material compuesto PP:WF a (50:50) % en peso tuvieron los valores más altos en resistencia a la tracción (7.87 MPa), módulo de ruptura (5.55 MPa) y de elasticidad (520.81 MPa) en comparación con los materiales compuestos HDPE-WF y LDPE - WF con la misma composición.

Kajaks J y cols. [12] han investigado las propiedades térmicas y mecánicas de los WPC producidos a partir de rPP y el residuo de polvo de abedul (PSD). Los resultados indicaron que la resistencia a la tracción del material compuesto aumentó en un 25-30%, mientras que el módulo elástico aumentó en 4.0-4.5 veces con el aumento del contenido de PSD

Dashan Mí y cols. [13] presentaron un estudio acerca de la relación de la microestructura y las propiedades mecánicas de un material compuesto PP/PET. Los resultados indicaron que el utilizar un 20% (p/p) de PET puede jugar un papel importante en términos de pruebas de impacto y deformación a la rotura.

Por otra parte, únicamente se tiene referencia por parte de Dzul Ariana y cols [14] el estudio acerca del efecto de la adición de lignina de la fibra de coco, como posible agente de acoplamiento sobre las propiedades mecánicas de un material compuesto PP/fibra de

henequén. Los resultados indicaron que el tipo y la concentración de agentes de acoplamiento (fibras de coco y MAPP) tuvieron un efecto positivo sobre la resistencia de los materiales compuestos debido a la transmisión de esfuerzos a través de la interfase entre la fibra y la matriz; cuya existencia (interfase) se debe a las interacciones físicas y químicas que se establecieron entre la fibra de Henequén y la matriz de PP, además de la interacción física de la parte no polar de la lignina con el polipropileno, al mismo tiempo que la interacción de la parte polar por parte de la celulosa de las superficies de las fibras de Henequén. Por lo que se indica que promueven una mayor resistencia a la tensión, flexión e impacto Izod de los materiales compuestos.

La literatura demuestra que el uso de agentes de acoplamiento como MAPP y diversas fibras mejoran las propiedades mecánicas de los materiales compuestos. Róbert Vardai y cols. [5] encontraron que la resistencia a la fractura aumenta significativamente con fibras de PET. Badrina Dairi y cols. [7] mostraron que el uso de MAPP mejora la resistencia y el módulo de tensión y flexión en mezclas de PP/PET reciclado con harina de madera. Este estudio investigará el potencial de la fibra de coco pulverizada como agente compatibilizante lignocelulósico en mezclas microfibrilares de rPP/rPET en compuestos de madera-plástica. Se explora su función como compatibilizante entre rPP/rPET y harina de madera junto con MAPP.

1.2. Justificación

Los materiales compuestos generados a partir de mezclas de polipropileno y poli(tereftalato de etileno) con harina de madera han sido estudiados, analizando sus propiedades mecánicas, tales como resistencia a la tracción, módulo de elasticidad, resistencia a la flexión, entre otros. Sin embargo, no existen estudios referentes a las interacciones físicas y/o químicas que expliquen el comportamiento presente en la interfase que se tiene entre ellos al incorporar un agente lignocelulósico (fibras de coco pulverizada), puesto que la interfase tiene un rol primordial en la obtención de las propiedades del material compuesto. La relación entre el efecto de las microfibras de rPET, la fibra de coco pulverizada y harina de madera dentro de una matriz polimérica del rPP, y su influencia en la microestructura y el comportamiento mecánico del material compuesto, ha sido poco estudiada. En particular, no se dispone de información contundente en la generación de mezclas microfibrilares de rPP y rPET con un agente lignocelulósico de fibra de coco en compuestos madera-plástica.

1.3. Planteamiento del problema a resolver

Se plantea estudiar el potencial de la fibra de coco pulverizada como un agente compatibilizante lignocelulósico en mezclas microfibrilares de rPP/rPET en compuestos de madera-plástica. Puesto que se desconoce su función como posible compatibilizante entre la mezcla microfibrilar rPP/rPET y harina de madera (*Pinus sp*), junto con un agente de acoplamiento (MAPP). Por otra parte, se plantea estudiar la transmisión de esfuerzos que generaría la matriz de rPP sobre las microfibras de rPET y el efecto sobre las propiedades mecánicas del material compuesto (resistencia y módulo de tensión, flexión). Asimismo, se analizará la adherencia que podría darse entre las microfibras de rPET, la matriz polimérica de rPP y la harina de madera.

1.4. Hipótesis

El uso de fibras de coco pulverizadas como compatibilizante en compuestos madera-plástica, basados en mezclas microfibrilares rPP/rPET, tiene potencial de permitir la interacción entre la harina de madera y la mezcla microfibrilar rPP/rPET, influyendo directamente en las propiedades mecánicas del material compuesto y en la adherencia que podría presentarse. Lo anterior debido a las siguientes interacciones físicas: 1) la parte de grupos metoxi no polares (O-CH₃) por parte de la lignina, con la parte no polar (C-C, C-H) del polipropileno (PP) matriz y el PP del agente de acoplamiento MAPP; 2) la interacción de la parte polar del grupo éster de las superficies de las microfibras de rPET con la parte polar, grupos hidroxilo (O-H) de la lignina y la celulosa de harina de madera y del MAPP.

1.5. Objetivos

1.5.1 Objetivo general

Estudiar el efecto de las fibras de coco pulverizadas como posible agente compatibilizante en materiales compuestos de mezclas microfibrilares rPP/rPET y harina de madera, en sus propiedades mecánicas.

1.5.2 - Objetivos específicos

1. Generar microfibras de poli(tereftalato de etileno) reciclado (rPET) dentro de una matriz de polipropileno reciclado (rPP).

2. Evaluar el efecto de las fibras de coco pulverizadas, el MAPP y la harina de madera en la resistencia a la tensión y a la flexión del compuesto madera-plástica obtenido.
3. Analizar la morfología de los materiales compuestos resultantes de cada una de las etapas en las que se dividió este estudio.
4. Proponer posibles mecanismos de interacción entre los componentes de los compuestos obtenidos.

CAPITULO II: MARCO TEÓRICO

2.1. Materiales compuestos

Un material compuesto puede definirse como la combinación a nivel macroscópico de dos o más componentes inmiscibles entre ellos, que se unen sinérgicamente, dando como resultado un material con una mayor capacidad estructural que la de sus componentes cuando actúan por separado. La fase se denomina discontinua debido a la presencia de partículas y/o fibras, ya sean continuas o discontinuas, de longitud larga o corta, distribuidas de manera uniforme o aleatoria, consideradas refuerzos, se encuentra embebida en un material continuo denominado matriz, que actúa como aglutinante, protector y se encarga de repartir y transmitir las cargas al refuerzo, por consiguiente, las propiedades mecánicas del material compuesto dependerán esencialmente de las propiedades de los materiales que la componen, de su geometría, distribución y fracción volumétrica [15].

2.1.1. Microfibras

Las microfibras son generadas al realizarse el estirado de fibras con orientación en dirección de la fuerza dentro de las regiones cristalinas y amorfas del polímero, en las que pasan de ser esferulitas a microfibrillas. Estas estructuras microfibrilares suelen ser altamente anisotrópicas. No se produce rotura de la estructura si la extensión es inferior al 0.5% y la deformación de la esferulita es elástica. La fase dispersa en mezclas de polímeros inmiscibles durante su procesamiento suele presentar una variedad de formas como esferas, elipsoides y fibras, que afectan las propiedades del material según sea el grado de interacción [3]. Los plásticos de ingeniería, como el poli(tereftalato de etileno) (PET), el policarbonato y las poliamidas, tienen excelentes propiedades mecánicas y resistencia al calor y son adecuados para la generación de microfibras. El procesamiento de la mezcla de polímeros fundidos puede ser realizado por extrusión para producir un filamento que sale del dado formador. Posteriormente es estirado en caliente para alcanzar la microfibrilación del componente disperso con la menor fluidez. La relación de aspecto de las fibras obtenidas in situ dependerá del grado de interacción entre las fases poliméricas y las condiciones del estirado [1].

2.1.2. *Compuestos de madera y plástico*

Los materiales compuestos de madera y plástico (WPC) son materiales formados básicamente en dos fases, una plástica que puede ser termoestable o termoplástica continua, denominada matriz y otra de refuerzo o relleno constituida de un componente de madera en cualquiera de sus formas (polvo de madera, aserrín, fibras vegetales, etc.) [16]

2.1.3. *Refuerzo.*

Los compuestos con fibra reforzada se componen de fibra embebidas en un matriz y se clasifican según la longitud de las fibras. Los compuestos con refuerzo de fibras largas se denominan compuestos de fibra continua, mientras que aquellos que emplean fibras cortas se conocen como compuestos de fibra discontinua. Las fibras pueden ser dispuestas unidireccional o bidireccionalmente en la estructura de la matriz de los compuestos de fibra continua, facilitando así una transferencia eficiente de cargas desde la matriz hacia la fibra. Para las fibras discontinuas, es crucial que tengan una longitud adecuada para garantizar una transferencia efectiva de carga y para mitigar el crecimiento de grietas, especialmente en matrices frágiles, lo cual ayuda a prevenir posibles fallos del material. La disposición y el comportamiento estructural del material compuestos [17].

Las fibras, filamentos de refuerzo dentro de un material, generalmente con una sección transversal circular, constituyen el componente principal de las estructuras compuestas al soportar la mayor parte de la carga y mejorar la resistencia del material. El diámetro de las fibras influye directamente en la resistencia a tensión. Cuando las fibras están alineadas según el eje principal, se reduce significativamente la probabilidad de defectos estructurales.

En cuanto las partículas, se distribuyen aleatoriamente en la matriz del material compuesto lo que resulta en propiedades isotrópicas como la resistencia. El mecanismo de reforzamiento depende del tamaño de las partículas.

Por ultimo las hojuelas son partículas bidimensionales pequeñas utilizadas comúnmente como refuerzos en plásticos. Estas hojuelas son económicas y aumentan tanto la rigidez como la resistencia del material compuesto [18] .

2.1.4. *Relleno*

Entre los diversos materiales utilizados como rellenos en compuestos poliméricos, la harina de madera destaca como una opción versátil debido a su costo relativamente bajo y su capacidad para mejorar diversas propiedades físicas y mecánicas de los materiales. Este material se produce mediante la reducción de residuos de madera en partículas finas que se asemejan en tamaño y textura a la harina de cereales. A diferencia de las fibras individuales de madera, la harina de madera está compuesta principalmente por haces de fibras, lo que resulta una relación de aspecto más baja. Esta característica limita su capacidad de refuerzo estructural directo, pero facilita su incorporación y dispersión homogénea en matrices poliméricas durante el procesamiento. La harina de madera se clasifica según su tamaño de partícula, generalmente en el rango de 180 a 840 μm , y su producción involucra procesos de reducción de tamaño y clasificación por tamizado. Diversas especies son utilizadas en su fabricación, seleccionadas por sus propiedades físicas y químicas que pueden influir en el rendimiento y la estabilidad del producto final. Ejemplos comunes incluyen pinos, arces y robles, entre otros [19].

La madera es considerada como un compuesto natural abundante, cuya resistencia se debe a la celulosa, una cadena polimérica rígida y lineal que está compuesta de unidades de D-glucosa que contienen tres hidroxilos alcohólicos, los cuales forman puentes de hidrógeno entre macromoléculas (intramoleculares) e hidroxilos del medio ambiente (aire), determinando la naturaleza hidrofílica del material [20]. Otro de los compuestos de la madera es la lignina (25%), un polímero altamente entrecruzado, constituido por unidades sustituidas de fenil propano. También contiene hemicelulosa (32%) formada por polímeros ramificados de galactosa, glucosa, manosa y xilosa. Se ha sugerido que la hemicelulosa actúa acoplando los refuerzos de la celulosa (40%) con la lignina, formando un compuesto natural.

2.2. *Extrusores empleados en la producción de materiales compuestos de madera-plástica (WPC).*

Actualmente se utilizan varios sistemas para la obtención de WPC y el proceso de extrusión es una de las herramientas más importante en la producción de materiales compuestos. Generalmente los equipos más utilizados se encuentran: extrusoras de un solo tornillo, co-amasadores, extrusoras de laminado, extrusores de doble tornillo contra rotatorios o corrotatorios. Cada sistema tiene ventajas y desventajas. El tornillo simple y el tornillo doble contrarrotatorio tienen una excelente funcionalidad de acumulación de presión, por lo que se utilizan principalmente para la extrusión de perfiles; a menudo utilizan un mezclador frío-calor

para la aglomeración del polímero y la madera [20]. El doble husillo corrotatorio tiene la mejor funcionalidad de mezcla, desgasificación y la mayor flexibilidad. El tornillo simple y las extrusoras de doble husillo que giran en sentido contrario [21].

La extrusora monohusillo es la más utilizada para todos los tipos de extrusión de perfiles y láminas, así como la fusión de plásticos en las máquinas de moldeo por inyección. La entrada de producto es directa desde la tolva, por lo que no se requieren alimentadores. La tasa de producción está directamente relacionada con la velocidad del tornillo: cualquier aumento de la velocidad de los tornillos conduce a un mayor rendimiento. La fusión se realiza mediante una sección de compresión en el tornillo. La relación de compresión es una característica típica del diseño del tornillo [20].

2.3. Generalidades de los materiales

2.3.1. Polipropileno

El Polipropileno es un polímero termoplástico, semicristalino, rígido y resistente con gran variedad de aplicaciones. Es obtenido mediante la polimerización monomérica de propileno, subproducto gaseoso obtenido del petróleo, en presencia de un catalizador bajo condiciones controladas de temperatura y presión. La cadena polimérica muestra ser una molécula sencilla, no polar, constituida por monómeros (unidades repetitivas) de propileno como se muestra en la *Figura 2.1*, con la presencia de un grupo metilo, cuya posición indica la orientación del monómero al tratarse de posiciones de cabeza-cola, y de la configuración estereoquímica (a tático, isotático y sindiotático) de la cadena polimérica principal. Las tres clasificaciones de estereoespecificidad en el polipropileno. En el polímero isotático (iPP) todos los grupos metilos tienen la misma configuración. En el polímero sindiotático (SPP) los grupos metilos se encuentran en una configuración alterna y el polímero atático cuenta con una configuración al azar. El iPP es la forma comercial con mayor aplicación [21], [22].

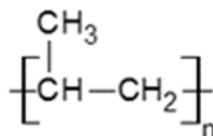


Figura 2.1. Monómero de polipropileno.

Por otra parte, sus interacciones químicas principales son por fuerzas intermoleculares débiles de tipo London (dipolo inducido- dipolo inducido), en consecuencia, son blandos y muestran temperaturas de fusión baja [22]. En la *Tabla 2.1.* son destacadas sus principales propiedades.

Tabla 2.1. Propiedades físicas, térmicas y mecánicas del polipropileno [22]

PROPIEDADES FÍSICAS	
Cristalinidad (%)	i-PP 70-80 a-PP 50-60
Densidad (g/cm ³)	Cristalina 0.95 Amorfa 0.85 Típica 0.905
PROPIEDADES TÉRMICAS	
Punto de fusión (°C)	160-165 °C
Coefficiente de expansión térmica x 10 ⁻⁵ (cm/cm °C)	8.0-10
Temperatura de degradación (°C)	286
Temperatura de transición vítrea (°C)	-20/5
HDT (1.8 MPa) (°C)	57 (50-85)
PROPIEDADES MECÁNICAS (a 23 °C)	
Resistencia a la tensión (MPa)	35 (31-43)
Elongación al rompimiento (%)	40 (20-900)
Módulo de Young (MPa)	1950
Módulo de flexión (MPa)	48 (40-50)
Resistencia a la flexión (MPa)	48 (40-50)

Nota: *HDT (Heat Deflexion Temperature, por sus siglas en inglés) se refiere a la temperatura de deflexión por calor.

Entre sus aplicaciones se encuentran las siguientes: autopartes, recipientes, botellas, juguetes, películas para envases de alimentos, fibras y filamentos, pañales, toallas higiénicas, ropa etc.

2.3.2. Poli (tereftalato de etileno)

El poli(tereftalato de etileno) (PET) es un poliéster termoplástico semicristalino obtenido a partir de una reacción de policondensación entre el ácido tereftálico (TA) y el etilenglicol.[23] La cadena polimérica muestra ser una molécula de carácter anfifílico, constituida por monómeros (unidades repetitivas) de poli(tereftalato de etileno) que contienen grupos aromáticos voluminosos y polarizables. Estos aumentan la rigidez del material, además de grupos carbonilo

que dan como consecuencia resistencia a la tracción dado al comportamiento polar como se muestra en la *Figura 2.2*.

Las propiedades deseables del PET (ligero, transparente, alta resistencia química, rigidez, propiedades de barrera, fluencia, baja absorción de sabores, bajo costo) lo convierten en el material mayormente utilizado para envases de bebidas carbonatadas, fibras y películas [24].

Por otro lado, el grado de cristalización del PET influye en su comportamiento durante el procesamiento debido a que posee una estructura parcialmente cristalina inducida generalmente por una temperatura mayor a su T_g (temperatura de transición vítrea). Es decir, puede aumentarse el grado de cristalización debido a su estereoespecificidad que permiten que se encuentren en un estado semi-cristalino y amorfo. Polímeros con un alto grado de cristalinidad y una alta temperatura de transición vítrea poseen excelentes propiedades mecánicas, entre ellas mayor tenacidad, dureza, resistencia a la tracción y resistencia a disolventes [24]. En la *Tabla 2.2* son destacadas sus principales propiedades.

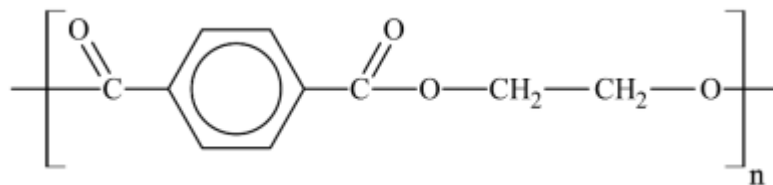


Figura 2.2. Monómero de poli(tereftalato de etileno).

Tabla 2.2. Propiedades físicas, térmicas y mecánicas del poli(tereftalato de etileno) [22]

PROPIEDADES FÍSICAS	
Cristalinidad (%)	30-40
Densidad (g/cm ³)	Cristalina 1.5 Amorfa 1.33 Típica 1.38
PROPIEDADES TÉRMICAS	
Punto de fusión (°C)	240-260
Coefficiente de expansión térmica x 10 ⁻⁵ (°C)	6-7
Conductividad térmica (W/mK)	0.15-0.24
Temperatura de degradación (°C)	130

Temperatura de transición vítrea (°C)	68/80
HDT (1.8 MPa) (°C)	80 (21-80)
PROPIEDADES MECÁNICAS A 23° C	
Resistencia a la tensión (MPa)	54 (47-72)
Elongación al rompimiento (%)	275 (30-300)
Módulo de Young (MPa)	3000 (2250-4140)
Módulo de flexión (MPa)	2300 (2300-2800)
Resistencia a la flexión (MPa)	80-114
Módulo de flexión (MPa)	2300 (2300-2800)

Nota: *HDT (Heat Deflexion Temperature, por sus siglas en inglés) se refiere a la temperatura de deflexión por calor.

Entre sus aplicaciones se encuentran los siguientes: envases, empaques, películas, fibras, engranajes, cojinetes, pistones entre otros.

2.3.3. *Agente de acoplamiento*

El uso de agentes de acoplamiento mejora la adhesión y la afinidad entre estructuras poliméricas, dado que aportan propiedades adicionales a la mezcla. Estos compuestos químicos orgánicos actúan como puentes de anclaje entre la matriz y el refuerzo. A continuación, se describe el proceso de funcionalización para la obtención del agente de acoplamiento MAPP [25].

2.3.3.1. *Incorporación del grupo anhídrido maleico*

El proceso de funcionalización como se muestra en la Figura 2.3, ocurre al injertar anhídrido maleico en polipropileno fundido en presencia de un peróxido orgánico. La reacción se lleva a cabo por la generación de radicales libres en el que el peróxido proporciona radicales. Posteriormente se extrae un hidrógeno del carbono terciario del PP para la formación de macroradicales del PP y de esta forma reaccionar con el anhídrido maleico [26]. Asimismo, la molécula contiene grupos funcionales tipo carbonilo C=O que pueden reaccionar con grupos hidroxilo presente en los compuestos lignocelulósicos formando enlaces tipo éster, lo cual resulta de utilidad en polímeros de carácter no polar, tal es el caso de polipropileno [25].

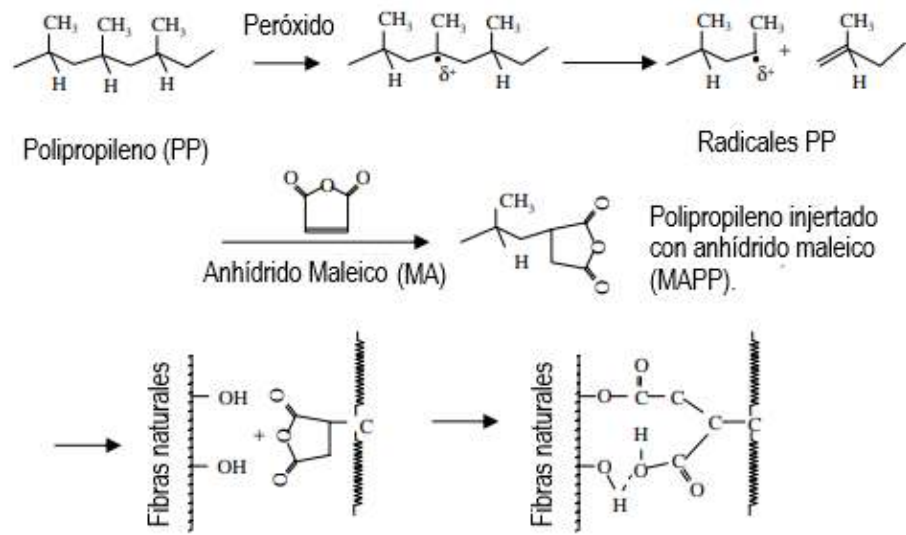


Figura 2.3. Mecanismo de reacción entre fibra natural y MAPP [27].

2.3.4. Fibra de coco pulverizada

El coco (*Cocos nucifera*), es una palmera perenne monoica de aproximadamente 45 cm de diámetro y 30 metros de altura. Es una especie monotípica del género *cocos* y se ubica en la familia *Arecaceae* (anteriormente *Palmaceae*) y la subfamilia *Arecoidea*. La información taxonómica de la palma de coco se numera a continuación en la *Tabla 2.3* [28].

Tabla 2.3. Categorías taxonómicas de la fibra de coco.

Reino:	plantae
Subreino	Traqueobionta
Súper división	Espermatofitas
División	Magnoliophyta
Clase	Liliopsida
Subclase	Arecidae
Familia	Arecaceae
Género	Cocos
Especie	C. nucifera L

La palma puede genera racimos de 10 a 20 unidades, dependiendo de la época. Su aspecto es de forma ovoidal, de unos 30-45 cm de longitud y 15-20 cm de diámetro con un peso de hasta 2,5 kg. Se encuentra cubierto de una cáscara fibrosa (exocarpo) de aproximadamente 4 ó 5 centímetros de espesor que envuelve una cáscara dura (endocarpo) de 5 mm, una capa intermedia fina de aspecto liso (mesocarpo) de casi un milímetro de espesor, y a una pulpa blanca con un líquido dulce conocido como agua de coco de aproximadamente 300 gramos [28]. La fibra de coco es diferente al polvo de coco, pero con frecuencia se le confunde dado a que la fibra de coco se obtiene de la parte del mesocarpio del fruto del cocotero, en tanto que el polvo de coco proviene de los residuos que quedan después de la extracción de la fibra.

El cocotero se encuentra distribuido en todas las regiones tropicales. Es una de las plantas que proporciona una mayor diversidad de productos, y puede ser una de las más aprovechadas por el hombre [28].

Por otro lado, la fibra de coco es un componente lignocelulósico en el que su estructura química (*Figura 2.4*) se encuentra conformada por unidades de celulosa 35-43%, hemicelulosa 0.15-

24% y principalmente de lignina de 40-45%, como se muestra en la *Tabla 2.4* [28]. La estructura química de cada uno de estos componentes presenta abundantes grupos funcionales con la presencia de oxígeno, entre ellos, grupos hidroxilo (O-H) que genera un comportamiento hidrofílico, añadiendo polaridad al sitio con el que interactúa y, por tanto, aumentando la afinidad con otros grupos polares.

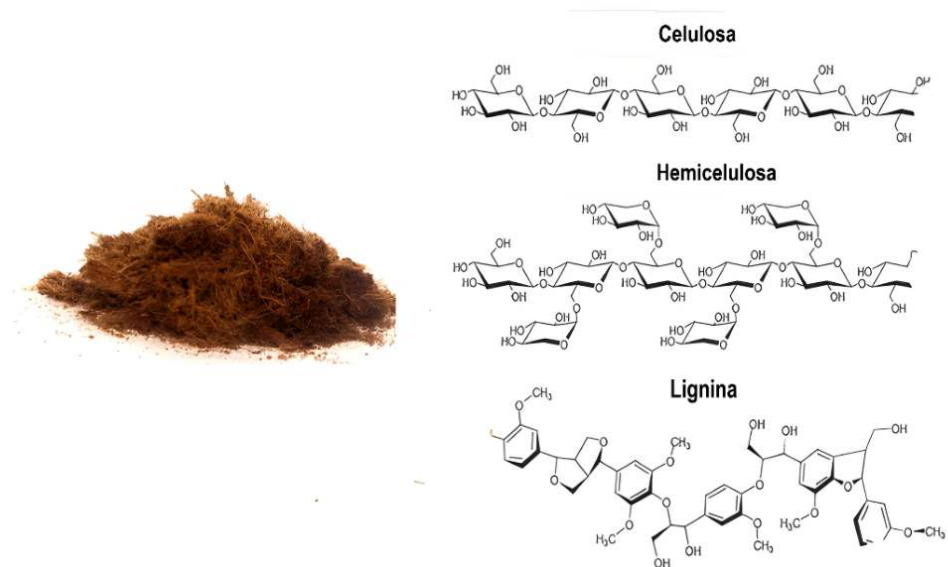


Figura 2.4. Estructura Química de fibra de coco [28].

Tabla 2.4. Composición química de la fibra de coco [28].

FIBRA DE COCO	
Componente	Contenido (%)
Celulosa	35-43
Lignina	40-45
Hemicelulosas	0.15-24
Solubles en agua	5.25
Pectina	3.3-4
Cristalinidad	25-33

En la *Tabla 2.5* se presenta las propiedades físicas y mecánicas de la fibra de coco.

Tabla 2.5. Propiedades físicas y mecánicas de la fibra de coco [28]

DIMENSIÓN DE FIBRA	
Longitud (mm)	8-337
Finura de fibra	25-50
Diametro de fibra (μm)	69-870
DENSIDAD g/cm³	
Densidad verdadera (g/cm ³)	1.40
Densidad aparente (g/cm ³)	1.15-1.32
PROPIEDADES MECÁNICAS A 23° C	
Módulo de flexión (MPa)	150- 250
Módulo de Young (MPa)	4,000-6,000

2.3.5. Harina de madera pulverizada

La madera es un compuesto complejo que es poroso, fibroso y anisotrópico. Se suele dividir en dos amplias clases: maderas blandas y maderas duras. Las maderas blandas (gimnospermas) incluye especies como pinos, abetos, cedros y piceas: maderas duras (angiospermas) incluyen especies como los robles, arces y fresnos. La longitud de fibras de madera es muy variable, pero tiene un promedio de aproximadamente de 1 mm para maderas duras y 3- 8 mm para maderas blandas y fibras con diámetros de 15 - 45 μm [19].

Por otro lado, la madera es un compuesto polimérico tridimensional también complejo compuesto principalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina (*Figura 2.5*). Estos tres compuestos contienen hidroxilos que se encuentran distribuidos por toda la pared celular [19]. La celulosa es la que menos varía en estructura química de los tres componentes principales. Es un polímero lineal altamente cristalino de unidades de anhidroglucosa con un grado de polimerización de 10,000 proporcionando fuerza y estabilidad estructural. La celulosa es típicamente $60 \pm 90\%$ cristalina con una estructura de celdas monoclinicas y triclinicas. Por su parte las hemicelulosas son polímeros ramificados compuestos de varios azúcares de 5 y 6 carbonos cuyos pesos moleculares están muy por debajo de los de la celulosa pero que todavía contribuyen como componente estructural de la madera. Finalmente, la lignina es una red

polimérica reticulada amorfa que consta de un conjunto irregular de unidades de fenil propano sustituidas con unidades hidroxilo y metoxi de forma diversa. La lignina es menos polar que la celulosa y actúa como un adhesivo químico dentro y entre las fibras de celulosa [19].

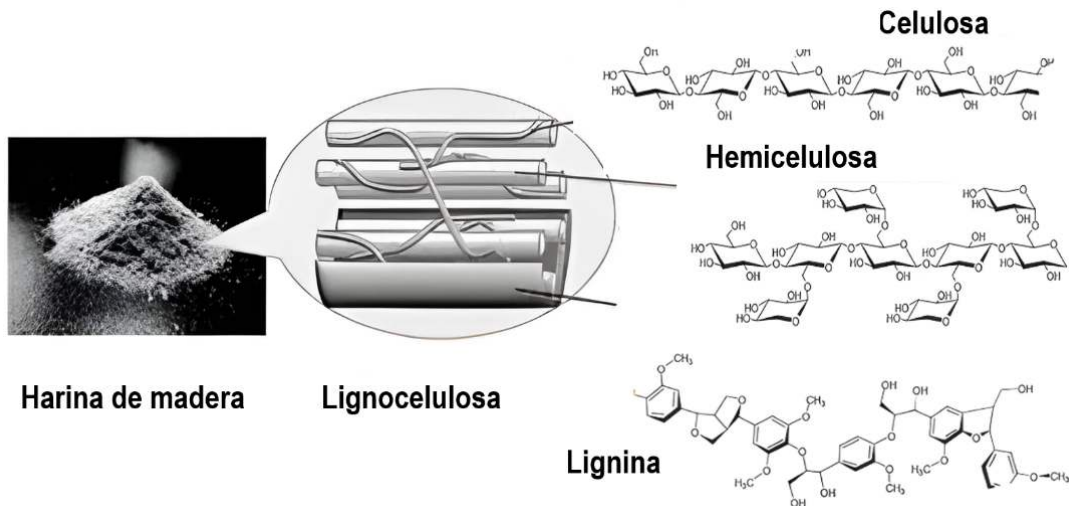


Figura 2.5. Estructura química de la harina de madera.

La harina de madera se compone de haces de fibra, en lugar de fibras de madera individuales, con proporciones de aspecto típicamente de 1 ± 5 . Aunque la baja relación de aspecto limita la capacidad de refuerzo, el desempeño mecánico del compuesto es suficiente para muchas aplicaciones. La harina de madera también es menos costosa y es más fácil de alimentar y dosificar en equipos de procesamiento de plásticos convencionales que las fibras derivadas de la madera, debido al tamaño de las partículas de harina de madera que a menudo se clasifican por medio de mallas de tamices de tela metálica.

Otro punto, es acerca de las propiedades de las especies de madera comunes, que suelen ser más accesibles, en comparación con las fibras y partículas derivadas de la madera que puede ser significativamente diferente de la madera de la que se deriva. Es decir, en la producción de rellenos se consideran parámetros de temperatura y presión durante el procesamiento de materiales compuestos, lo que influye en la química superficial del compuesto, así densidad y contenido de madera. Un ejemplo es el uso de fibras de madera producido por medios termo mecánicos que conducen a superficies ricas en lignina, efecto que afecta en la adhesión con polímeros, propiedades que se mencionan a continuación en la Tabla 2.6.

Tabla 2.6. Propiedades físicas y mecánicas de la madera [19]

PROPIEDADES FÍSICAS	
Densidad (reellenos, fibras) (g/m ³)	0.19 ± 0.22
Absorción de humedad (%)	30
PROPIEDADES TÉRMICAS	
Temperatura de degradación (°C)	200
PROPIEDADES MECÁNICAS [19]	
Módulo de tensión (MPa)	12-27 (II), 0.7-1.4 (⊥)
Resistencia a la tensión (MPa)	100-200 (II), 3-5 (⊥)

Nota: *Las propiedades son para madera sin comprimir con un contenido de humedad del 4% y densidades entre 0,4 y 0,7 g/cm³. (II) y (⊥).se refieren a las propiedades paralelas y perpendiculares a la partícula.

CAPITULO III: METODOLOGÍA Y TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

Dentro de este capítulo se describe la metodología y técnicas de caracterización que son empleadas para la generación de compuestos de madera-plástica. Así mismo, se incluye una descripción breve de los fundamentos de dichas técnicas de caracterización utilizadas.

3.1. *Materiales y reactivos*

A continuación, en la *Tabla 3.1.* se muestran los materiales a empleados para la realización de este trabajo.

Tabla 3.1. Materiales requeridos para el desarrollo de compuestos de madera-plástica.

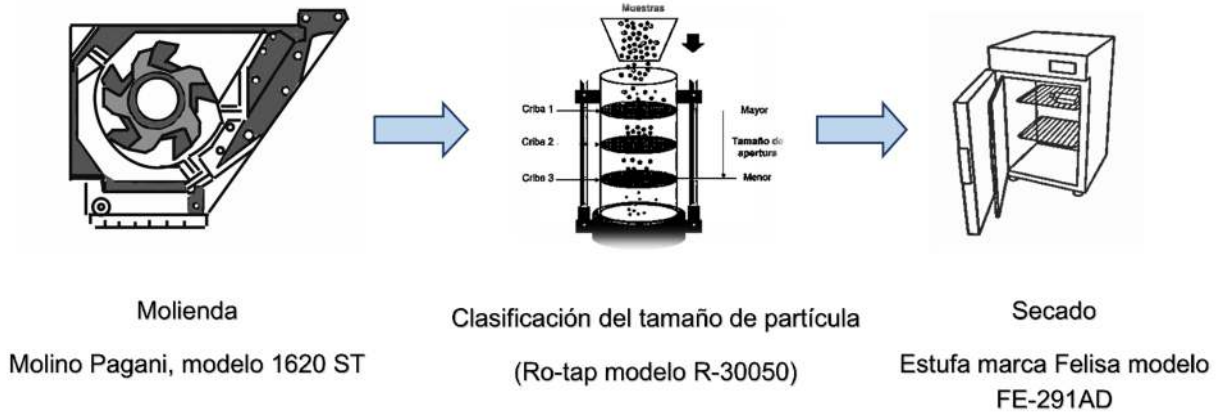
MATERIAL	ACRÓNIMO	DESCRIPCIÓN	ORIGEN
Polipropileno reciclado	rPP	Envases obtenidos por extrusión.	Colecta de envases, sede CICY Mérida y Mega punto verde C. las Américas, Mérida, Yucatán.
Poli (tereftalato de etileno) reciclado.	rPET	Envases transparentes obtenidos por extrusión.	Colecta de envases, sede CICY Mérida y Mega punto verde C. las Américas, Mérida, Yucatán.
Polipropileno injertado con anhídrido maleico	MAPP	Nombre comercial Polybond 3200, MFI: 115 g/10 min. Con contenido de anhídrido maleico de 0.8%-1.2 % Punto de fusión 157 ° C	Addivant, USA
Fibra de coco pulverizada	FCP	Fibra natural extraída de la cscara del coco (mesocarpio)	Coirtech S.A de C.V Colima, Colima
Harina de madera	HM	Género: Pinus sp Tipo: Masisa	Bajce S.A de C.V., Mérida, Yucatán

3.2. Diagrama de metodología experimental

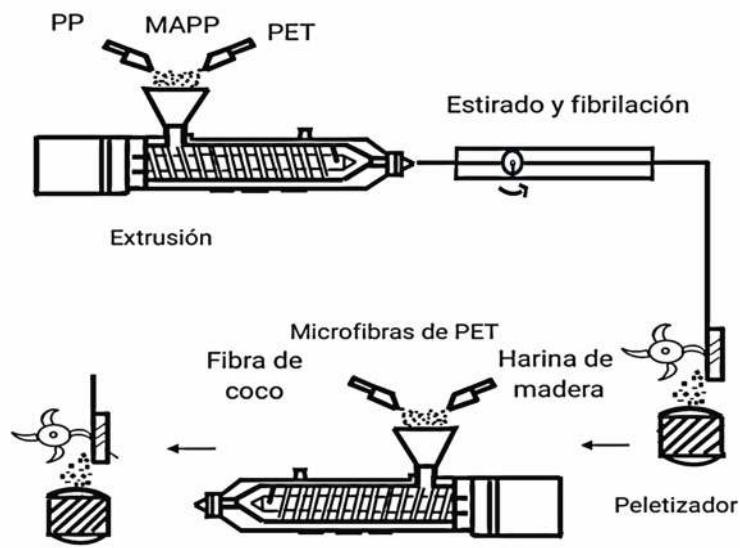
La Figura 3.1 presenta la secuencia experimental para la generación de materiales compuestos de madera-plástica. En primer lugar, se realizó la molienda de cada uno de los materiales utilizando un molino Pagani (modelo 1620ST). Luego, se procedió al tamizado de los materiales, mediante un Ro-tap (modelo R-30050) y se secaron en una estufa Felisa (modelo FE-291AD). En la sección 3.5 se explica con más detalle este procedimiento. Posteriormente se llevaron a cabo la Etapa I y II en este proceso.

3.2.1. Proceso de extrusión etapa I y II

El proceso de extrusión de cordones a partir de mezclas de compuestos de rPP/rPET/MAPP/FC/HM se dividió en dos etapas. La Etapa I consistió en la generación de microfibras rPET en una matriz continua de rPP en forma de cordón, utilizando un extrusor modular monohusillo de 3 zonas de calentamiento (C.W. Brabender, NJ 07606, EE.UU, tipo:2503), conectado a un Plastic-corder PLE 330 (C.W. Brabender, South Hackensack, NJ, EE.UU). Posteriormente, en la Etapa II, estos cordones cortados en forma de pellets se incorporaron junto con diferentes concentraciones de harina de madera y fibra de coco (pulverizada), empleando un extrusor doble husillo de 6 zonas de calentamiento modular corrotativo acoplado a un Intelli-torque marca Brabender TSE 20/40. En las secciones 3.5 y 3.8 se explica con más detalle este proceso.



Etapa I



Etapa II

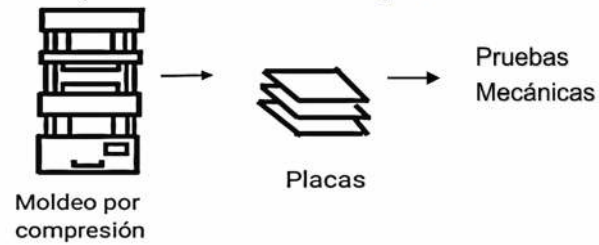


Figura 3.1. Representación de secuencia de la metodología experimental.

3.3. *Diseño experimental*

3.3.1. *Método Taguchi*

El método Taguchi es utilizado para la planificación de experimentos de acuerdo con una matriz ortogonal y la optimización de condiciones analizando los efectos principales de los factores de estudio. La planificación de acuerdo con la matriz ortogonal es capaz de estudiar al mismo tiempo el efecto de varios factores de control respecto a los promedios de las características de calidad y de forma eficiente económicamente. Por lo tanto, se pueden encontrar las condiciones óptimas del efecto de las variables independientes a estudiar: 1) contenido de MAPP en % en peso; 2) contenido de fibra de coco pulverizada % en peso; y, 3) contenido de harina de madera en % en peso.

3.3.2. *Matriz ortogonal*

La matriz ortogonal proporciona información estadística y un efecto confiable del uso menor de experimentos en comparación a métodos que usan factores completos o parciales. La matriz ortogonal que se utilizó en esta investigación es de L_9 (9 experimentos) es decir, (3^3) tres factores con tres niveles cada uno (Etapa II). Al organizar los experimentos con base al diseño según el arreglo ortogonal permitió obtener los datos de respuesta, mediante los valores promedio de respuesta de nivel de cada factor, por lo que el valor del efecto principal de cada factor se calculó y obtuvo por medio de gráficas de respuesta que permitieron analizar los datos obtenidos.

En la *Tabla 3.2* se presentan los factores y número de niveles elegidos para la etapa I, que se realizó como prueba preliminar. Es importante mencionar que fue necesario realizar la etapa I descrita para realizar el diseño experimental de la etapa II. En la prueba preliminar, se hace referencia al uso de MAPP, en concentraciones del 0%, 10% y 20% en el material compuesto, debido a su capacidad para generar interacciones químicas favorables entre los componentes y la formación de copolímeros de injerto. Este aspecto se realizó con base a los hallazgos morfológicos presentados por Várdai, Lummerstorfer y colaboradores (2021), quienes observaron un aumento en la adhesión interfacial. De esta forma se encontró la concentración óptima.

Tabla 3.2. Contenido de MAPP respecto a contenido de PET.

Etapa I					
	Factores	Niveles			Unidad de medida
		Nivel 1	Nivel 2	Nivel 3	
Contenido de MAPP	A	0	10	20	% peso respecto a contenido de PET

En la *Tabla 3.3*. Se muestra la formulación de cada uno de los experimentos en su equivalente en partes por cien de resina (pcr) de la *Tabla 3.2* para una mayor comprensión, considerando como base en 70/30 rPP y rPET respectivamente.

Tabla 3.3. Formulación de los experimentos en la etapa I.

N.º de experimento	rPP (%)	rPET	MAPP (pcr)
1	70	30	0
2	70	30	3
3	70	30	6

Por otro lado, en la *Tabla 3.4* se presenta los factores y niveles del diseño experimental generado exclusivamente para la etapa II, con base a la literatura en % peso.

Tabla 3.4. Factores y niveles del diseño experimental con base a literatura en % peso.

Etapa II					
	Factores	Niveles			Unidad de medida
		Nivel 1	Nivel 2	Nivel 3	
Contenido de harina de madera	C	12.5	25	50	% peso total de la mezcla
Contenido de fibra de coco pulverizada	B	0	7.5	15	% peso respecto a contenido de HM
Contenido de MAPP	A	0	1.25	2.5	% peso respecto a contenido de HM

En la *Tabla 3.5* se presenta las variables experimentales con base a la literatura y al arreglo ortogonal L_9 (Qualitek-4), representadas en 3 factores con 3 niveles cada uno.

Tabla 3.5. Disposición experimental L_9 .

No codificado				A	B	C
Experimento	A	B	C	Harina de madera	Fibra de coco %	MAPP %
1 (Control)	1	1	1	12.5	0	0
2	1	2	2	12.5	7.5	1.25
3	1	3	3	12.5	15	2.5
4	2	1	2	25	0	1.25
5	2	2	3	25	7.5	2.5
6	2	3	1	25	15	0
7	3	1	3	50	0	2.5
8	3	2	1	50	7.5	0
9	3	3	2	50	15	1.25

3.4. Índice de fluidez

Se determinó el índice de fluidez de los plásticos reciclados, rPP y rPET siguiendo la norma ASTM D1238. Se colocaron 5 g de material plástico reciclado homogéneo para plastificarlo a una temperatura de 260 °C con un peso total de pistón y pesa de 2.16 Kg, obligándolo a pasar a presión a través de un canal. Al salir por el orificio, se dejó fluir el material plastificado por un minuto y se pesó la cantidad obtenida. El peso del material que se obtuvo se multiplicó por 10 y de esta forma se registró el índice de fluidez, que se reporta en g/10 min. En la Figura 3.2 se presentan el equipo utilizado, un medidor de índice de fluidez Kayness, modelo Galaxy D7053, de la compañía Dynisco.



Figura 3.2. Equipo medidor de índice de fluidez.

3.5. Etapa I. Mezclas de polímeros rPP/rPET/MAPP

3.5.1. Reducción del tamaño de partícula

Se realizó una reducción de tamaño de partícula de rPET y rPP mediante dos pasos. En primera instancia se redujo el tamaño de partícula en un molino Pagani mediano, modelo 1620 ST de cuchillas escalonadas con criba de 4 mm (*Figura 3.3.a*). Posteriormente se tamizó durante 15 min en un Ro-tap, modelo R-30050, con tipo de enclavamiento acústico Sound Enclosure, serie 4600, fabricado por W.S. Tyler Incorporated. (*Figura 3.3b*), y se utilizó lo retenido en la malla N°10 (abertura de 2.0 mm), con el fin de obtener una muestra libre de partículas con diferentes tamaños y distribución homogénea de partícula.



Figura 3.3. a) Molino Pagani mediano, modelo 1620 ST b) Ro-tap modelo R-30050.

3.5.2. Secado

Se llevó a cabo la eliminación de exceso de humedad que contenían los materiales mediante una estufa marca Felisa, modelo FE-291AD (*Figura 3.4*), esto debido a que son materiales higroscópicos,. De esta manera se evita la hidrólisis del rPET que se puede generar durante el proceso, además de prevenir defectos como la formación de burbujas o huecos en el material compuesto a la hora del prensado. Los materiales de rPET y rPP requieren temperaturas clave específicas durante el proceso de secado. En la *Tabla 3.6* se presentan las temperaturas de secado de cada una de las muestras.



Figura 3.4. Estufa marca Felisa modelo FE-291AD.

Tabla 3.6. Temperaturas de secado.

Polímero	Temperatura	Tiempo
Polipropileno	80°C	4 h
Poli (tereftalato de etileno)	80 °C	4 h
Polipropileno injertado con anhídrido maleico	90 °C	4 h

3.5.3. Preparación de mezclas de polímeros rPP/rPET/MAPP.

Se obtuvieron cordones de mezclas rPP/rPET con proporción en peso de 70/30, con 0, 3 y 6 (pcr) de MAPP. Este proceso se llevó cabo en un extrusor monohusillo (C.W. Brabender, NJ 07606, EE.UU, tipo:2503) de 3 zonas acoplado a un Plasticorder PLE 330 (C.W. Brabender, South Hackensack, NJ, EE.UU)., con un husillo de extrusión de 10 mm de diámetro, 25 L/D y una relación de compresión de 1.6/1. Se empleó un perfil de temperatura en el barril del extrusor de 250-270-290 °C. Se utilizó un dado capilar de 4 mm de diámetro a 280 °C. La velocidad de rotación del husillo fue de 30 rpm. La mezcla de polímeros se hizo a una dosificación de 5 g/min. El extrudido fundido en forma de cordón que sale del dado capilar fue estirado para inducir la microfibrilación de la fase de rPET en la matriz de rPP, a una tasa de estiramiento de 5.05 m/min, dada por la velocidad de una banda que lo transportaba sólido y estirado y un peletizador (C.W Brabender South Hackensack, NJ 07606, EE.UU, tipo:12-74-000, modelo: BT25-1316) *Figura 3.5.*

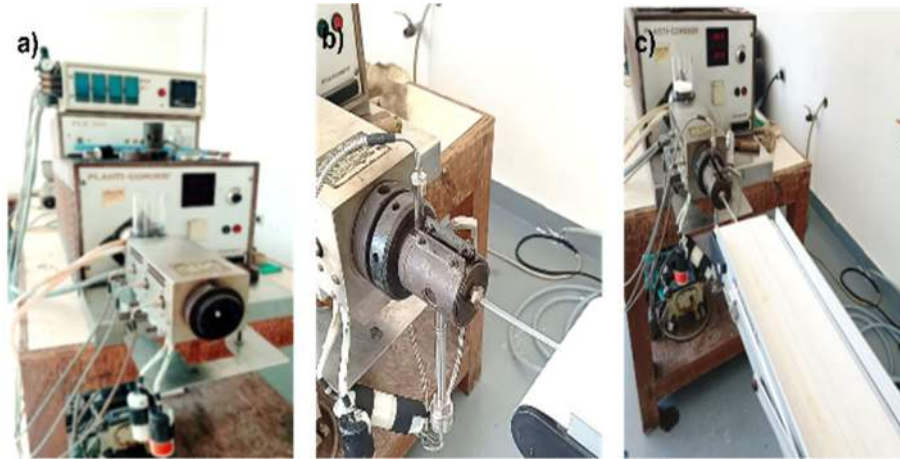


Figura 3.5. Obtención de extruidos rPP/rPET/MAPP a) Extrusor monohusillo de 3 zonas acoplado a un Plasticorder PLE 330. b) Estiramiento del extruido por banda transportadora c) Extruido sobre la banda transportadora.

3.5.4. Condiciones de extrusión de proceso de extrusión de la mezcla rPP/rPET/MAPP

Se obtuvieron los parámetros del equipo utilizado en el proceso de extrusión de rPET/rPP/MAPP como se muestra en la *Tabla 3.7*.

Tabla 3.7. Parámetros del equipo de extrusión utilizado.

Material/hora	5 g/min
Diametro del husillo	10 mm
Relación L/D	25:1
Longitud total	250 mm
Diametro exterior	10 mm
Relación de compresión	1.6

Se determinó la relación de compresión con la ecuación 1. Este valor se calcula de la división de la profundidad del canal de alimentación entre la profundidad del canal de dosificación y se encuentra dentro del estándar para husillos de procesamiento [19].

$$Rc = \frac{h1}{h2} \quad \text{ecuación (1)}$$

3.6. Experimento selectivo con *p*-xileno

Se realizó un experimento selectivo utilizando *p*-xileno caliente a 110 °C en muestras de rPP/rPET y rPP/rPET/MAPP. Este procedimiento consiste en utilizar el *p*-xileno como solvente

para disolver la fase de polipropileno y dejar libre la fase de rPET. Se empleó *p*-xileno con una pureza del 99%, suministrado por la empresa Sigma Aldrich, para llevar a cabo este experimento se utilizó la siguiente metodología.

Se procedió a la preparación de muestras de rPP/rPET y rPP/rPET/MAPP de acuerdo con el siguiente protocolo experimental:

Se obtuvo un gramo de cada muestra y se depositó en vasos de precipitado de alta resistencia térmica, ubicados sobre una placa de calentamiento. El *p*-xileno se calentó cuidadosamente hasta alcanzar una temperatura precisa de 110 °C, garantizando un control riguroso de las condiciones térmicas con un termómetro de mercurio. Con precaución, se procedió a verter 40 mL de *p*-xileno caliente sobre las muestras, asegurándose de que estas quedaran completamente sumergidas en el solvente. Se permitió un tiempo de contacto de 3 horas para promover la disolución de los componentes. Transcurrido el período de disolución, se procedió a retirar la fracción no disuelta, que se presume corresponder a las microfibras de rPET, del *p*-xileno empleando una jeringa de vidrio de 3 mL. Posteriormente, la solución resultante fue colocada en un portaobjeto con el propósito de aislar exclusivamente la fracción correspondiente a la fase rPET.

De este modo, se logró separar la fase de polipropileno de la mezcla rPP/rPET, obteniendo así únicamente la fase de rPET en las muestras investigadas.

3.7. Preparación de mezclas de polímeros rPP/rPET/3 MAPP

Con base al experimento selectivo con *p*-xileno realizado se eligió la formulación con 3 partes por cien de resina (rPP/rPET) como la óptima, dado a que presenta una posible incorporación de un agente de acoplamiento MAPP que crea una nueva fase de rPET/MAPP. Es por ello por lo que se realizó la obtención de pellets de rPP/rPET con proporción en peso de 70/30, con 3 (por) de MAPP en un extrusor monohusillo de 3 zonas acoplado a un Plasti-corder PLE 330, marca Brabender, mediante (una banda transportadora marca C.W Brabender instrument, Inc. tipo 05 89 000), como se muestra en la *Figura 3.6 y 3.7*. Por otro lado, se obtuvieron parámetros de operación dentro del proceso de extrusión de rPET/rPP/3 MAPP como se muestra en la *Tabla 3.8*

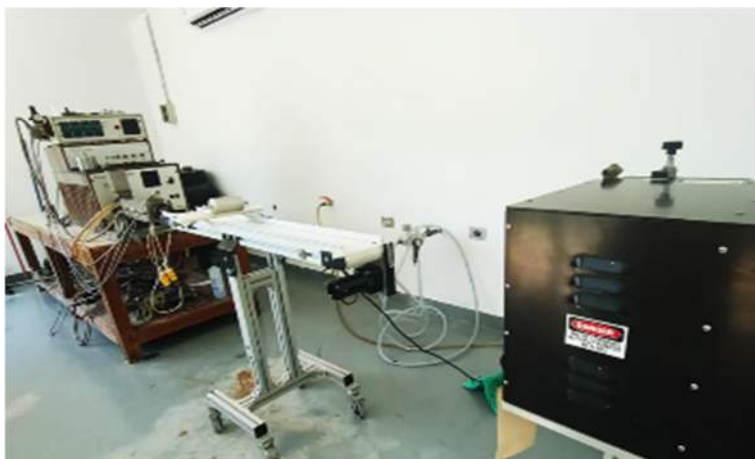


Figura 3.6. Procesamiento por extrusión de etapa I.

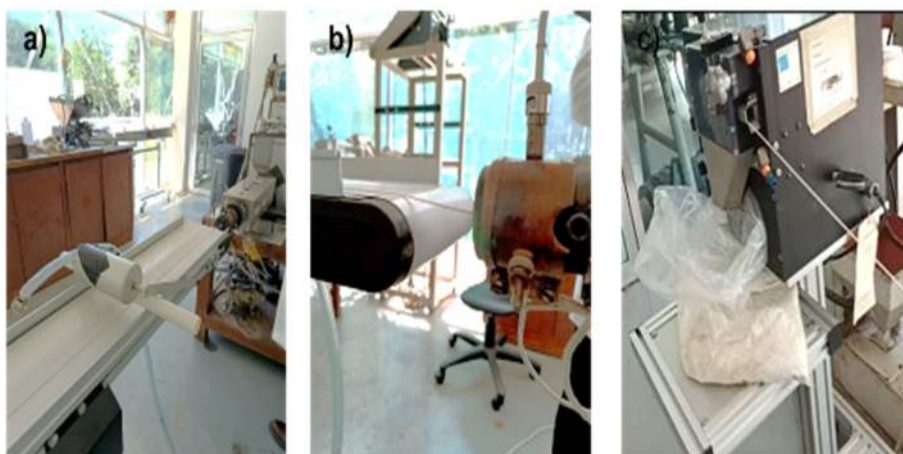


Figura 3.7. Obtención de extruidos de rPP/rPET/3MAPP a) Extrusor monohusillo de 3 zonas acoplado a un Plasticorder PLE 330. b) Estiramiento de extruido por banda transportadora c) Peletizadora.

Tabla 3.8. Parámetros del equipo de extrusión de rPP/rPET/3 MAPP.

Material/hora (Kg/h)	0.75
Tiempo de residencia (min)	3.20
Diametro del husillo (mm)	19
Relación L/D	25:1
Longitud total (mm)	500
Diametro exterior (mm)	10
Relación de compresión	2:1

3.8. Etapa II. Mezclas de polímeros rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP

3.8.1. Reducción del tamaño de partícula

Se realizó una reducción de tamaño de partícula de harina de madera y fibra de coco pulverizada mediante dos pasos y un paso respectivamente. En primera instancia se redujo el tamaño de partícula de virutas de madera *Pinus sp* en un molino Pagani mediano, (modelo 1620 ST) de cuchillas escalonadas con criba de 4 mm. Posteriormente se pulverizó durante 15-30 min en un pulverizador (Veycon M-250) con criba de 2 mm (*Figura 3.8 a*). Para la reducción de tamaño de partícula de fibra de coco pulverizada solo se tamizó durante 15 min en un (Ro-tap modelo Rx-30) (*Figura 3.8, b*), y se utilizaron los finos de la malla que pasaron a través de la malla 20 y 50 (abertura de 0.850 y 0.3 mm respetivamente), con el fin de obtener una muestra con tamaños de partícula homogéneos.

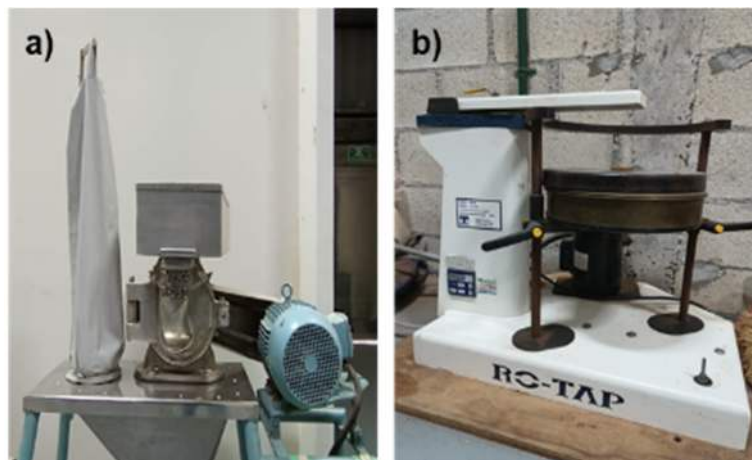


Figura 3.8. a) Pulverizador Veycon M-250 b) Ro-tap modelo Rx-30.

3.8.2. Secado

Los materiales compuestos con fibras lignocelulósicas deben ser previamente secados debido a que puede afectar al procesamiento por el exceso de humedad que pueden presentar, ocasionando un empastamiento del material. Por ello se eliminó el exceso de humedad que contienen los materiales mediante una estufa (marca Felisa modelo FE-291AD). En la *Tabla 3.9* se presentan las temperaturas de secado de cada una de las muestras.

Tabla 3.9. Temperaturas de secado.

Polímero	Temperatura	Tiempo
Harina de Madera	80°C	24 h
Fibra de coco pulverizada	80 °C	24 h

3.8.3. *Premezclado de mezclas de los polímeros y compuestos lignocelulósicos rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP*

Se realizó el premezclado de las materias primas antes de ser extruidas usando un mezclador de cintas (intertécnica Co., modelo ML5) con capacidad de 5 L (*Figura 3.9*), empleándose ciclos de 15 min por materia prima adicionada en la mezcla.



Figura 3.9. Mezclado de polímeros rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP.

3.8.4. *Preparación de mezclas de polímeros rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP*

Se añadieron pellets de mezclas rPP/rPET con proporción en peso de 70/30, con 3 (pcr) de MAPP obtenidas de la etapa I (como la óptima) con la incorporación de harina de madera, MAPP y fibras de coco (pulverizada). Este proceso se llevó cabo en un extrusor de doble husillo modular de 6 zonas conectado a un (Intelli-Torque marca Brabender TSE 20/40) (*Figura 3.10*), con doble husillo de extrusión de 4D de = 800 mm, 795 mm/20 mm L/D y una relación de compresión de 1:1, corrotativo hacía la izquierda de cada husillo. Se empleó un perfil de temperatura en el barril del extrusor de 170, 180, 190, 190, 180 °C (es decir, el perfil de temperatura generalmente para el PP) con la finalidad de obtener cordones que durante su proceso no sobrepasen la temperatura de degradación de los materiales lignocelulósicos. Se

utilizó un dado capilar de 4 mm de diámetro a 170 °C. La velocidad de rotación de los husillos fue de 15 rpm. El extrudido fundido en forma de que sale del dado capilar fue de 50 cm/min, dada por la velocidad de una banda que lo transportaba y estiraba. Se peletizaron conforme fueron transportados por la banda hacia un peletizador (C.W Brabender South Hackensack, NJ 07606, EE.UU, tipo:12-74-000, modelo: BT25-1316).



Figura 3.10. *Procesamiento por extrusión de etapa II.*

3.8.5. Obtención de pellets de rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP

Como se mencionó en la sección 3.8.4 se utilizó un extrusor de doble husillo de 6 zonas acoplado a un Intelli-Torque marca Brabender TSE 20/40 como se muestra en la *Figura 3.11* donde se obtuvieron cordones de mezclas de materiales compuestos de rPP/rPET con proporción en peso de 70/30, con 3 (pcr) de MAPP, fibra de coco y harina de madera en diferentes proporciones con base al diseño experimental antes mencionado.

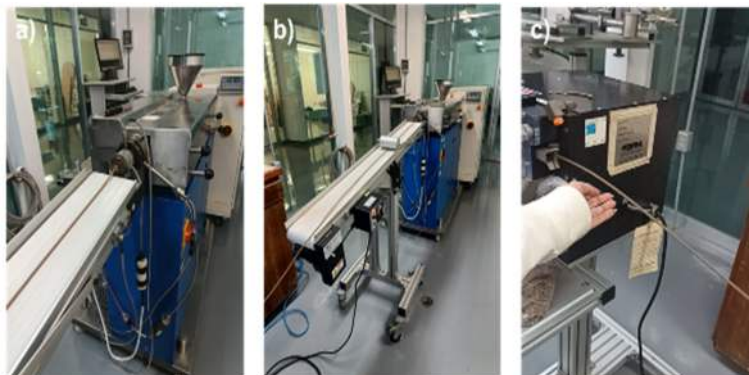


Figura 3.11. *Obtención de extruidos de mezclas rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP a) Extrusor de doble husillo de 6 zonas acoplado a un Intelli-torque marca Brabender TSE 20/40. b) Estiramiento del extruido por una banda transportadora c) Peletizadora.*

3.8.6. Condiciones de extrusión.

En esta sección se obtuvieron parámetros de operación dentro del proceso de extrusión de rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP perteneciente a las formulaciones del diseño experimental como se muestra en la *Tabla 3.10*.

Tabla 3.10. Parámetros del equipo de extrusión de la mezcla rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP

Material/hora (kg/h)	0.161-0.20
Tiempo de residencia (min)	6-8
Flujo masico por 36 segundos (g)	8.08
Diametro del husillo (mm)	20
Relación L/D	40
Longitud total (mm)	800

3.8.7. Moldeo por compresión

3.8.7.1. Elaboración de placas

Las placas fueron elaboradas con el material peletizado, correspondiente a cada mezcla extrudida. El método empleado fue por moldeo por compresión. Para la generación de placas se empleó un molde con dimensiones de 15 cm x 15 cm para probetas de tensión tipo IV de acuerdo con la norma ASTM-D638 y flexión de acuerdo con la norma ASTM D790. El moldeo se realizó en una prensa manual (Cordemex). Antes de cada moldeo se colocó entre las cavidades del molde papel tipo PET, (marca Subli-toks, modelo DFT A3), como se observa en la *Figura 3.12* y se aplicó una capa de silicón desmoldante para despegar las placas fácilmente al final del moldeo. Se utilizó alrededor de 96 g de material para cada placa. Se llevó la temperatura de ambos platos de la prensa a 190°C, posteriormente se introdujo el molde con el material entre los platos de la prensa, permaneciendo así 6 minutos con una fuerza de compresión de 300 lbf/in², seguido de 9 minutos a 1500 lbf/in². Al finalizar este tiempo se cambió el molde a otra prensa (Montequipo" Mod 300), donde se enfrió el molde a temperatura ambiente manteniendo la fuerza de compresión de 1500 lbf/in². Se hicieron 6 placas por cada formula.

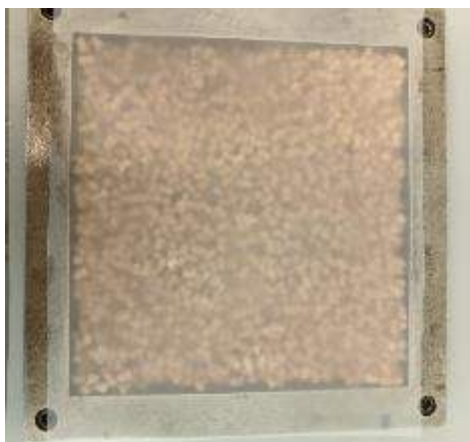


Figura 3.12. Cavidades del molde con papel tipo PET.

3.8.7.2. Obtención de probetas para tensión tipo IV y flexión.

Para la obtención de probetas de tensión tipo IV de acuerdo con la norma ASTM-D638 y probetas de flexión de acuerdo con la norma ASTM-D790 se empleó el maquinado por control numérico computarizado (CNC) en las placas obtenidas por moldeo por compresión. Para esto se empleó un equipo CNC (Supra Vertical Knee tipo Milling Machine) con una fresa de diámetro de 5 mm con 4 gavilanes, marca genérica, tal como se muestra en la *Figura 3.13* y *3.14*.

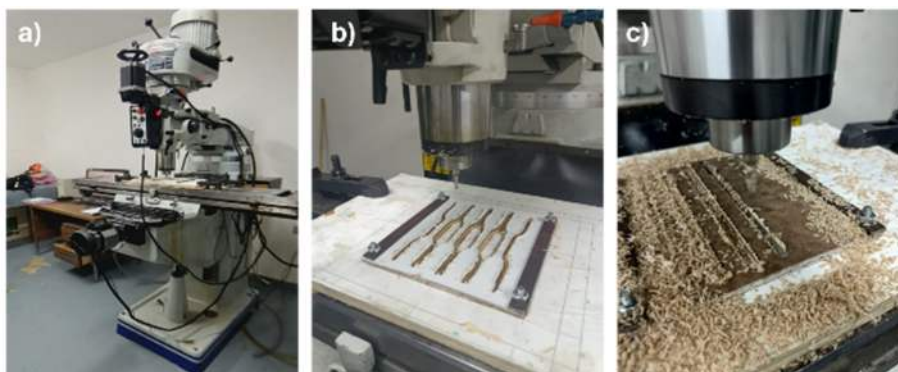


Figura 3.13. Obtención de probetas por control numérico computarizado: a) Máquina CNC Supra Vertical Knee tipo Milling Machine b) Obtención de probetas de tensión tipo IV c) Obtención de probetas de flexión.



Figura 3.14. Probetas de tensión y flexión-rPP/rPET/3 MAPP/FC/HM/MAPP con base al arreglo ortogonal L9.

Se llevó a cabo ensayos de tensión de acuerdo con la norma ASTM D638, utilizando una máquina universal de pruebas mecánicas Instron 5500 R modelo 1125, con una celda de carga de 500 kg a una velocidad de cabezal de 1 mm/min, y probetas obtenidas de las placas generadas por moldeo por compresión. Las probetas tuvieron una longitud de 115 mm, un ancho de 19 mm y un espesor de 3.2 mm tal como se muestra en la *Figura 3.15*.

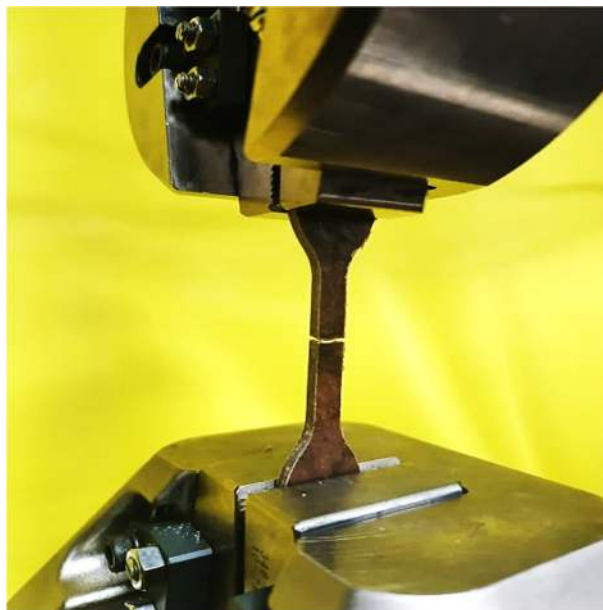


Figura 3.15. Prueba de tensión de rPP/rPET/3 MAPP/FC/HM/MAPP con base al arreglo ortogonal L9.

Asimismo, se realizaron ensayos de flexión a tres puntos de acuerdo con la norma ASTM D790, utilizando una máquina universal de pruebas mecánicas (Instron 5500 R modelo 1125) de 3 puntos, con una celda de carga de 500 kg a una velocidad de cabezal de 10 mm/min. Las probetas para estos ensayos tuvieron una longitud de 127 mm, un ancho de 12.7 mm y un espesor de 3.2 mm como se muestra en la *Figura 3.16*.

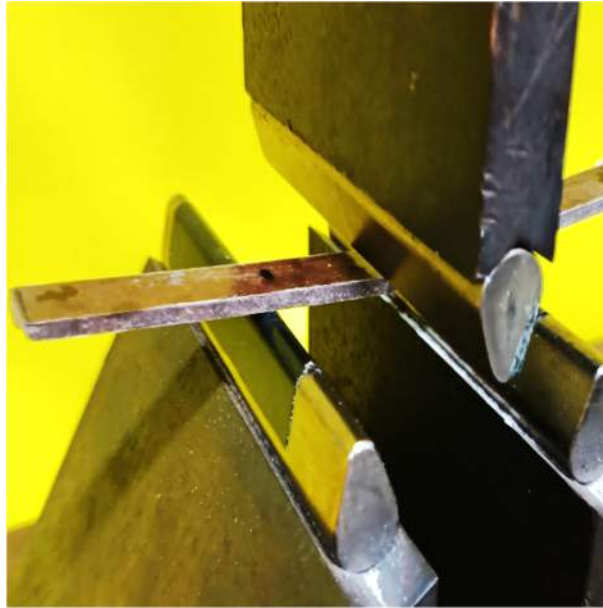


Figura 3.16. Prueba de flexión de rPP/rPET/3 MAPP/FC/HM/MAPP con base al arreglo ortogonal L9.

3.9. Técnicas de caracterización

En la siguiente sección se describen los principios y las condiciones experimentales correspondientes a las técnicas de caracterización utilizadas para la evaluación química, mecánica y morfológica de los materiales de rPP/rPET/HM/FC/MAPP en esta tesis.

3.9.1. Medición del índice de fluidez

Es un método en el que se coloca una cantidad de material plástico homogéneo para plastificarlo por medio de calor, obligándolo a pasar a presión a través de un canal. Al salir por el orificio, el material plastificado se deja fluir por un minuto y se pesa la cantidad obtenida. El material en peso se reporta en g/10 min [19].

Se determinó el índice de fluidez de los plásticos reciclados, rPP y rPET a la temperatura de

rPET, bajo la norma ASTM D1238, en un equipo Kayness, modelo Galaxy D7053, de Dynisco Company.

3.9.2. *Espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier*

Es una técnica espectroscópica de análisis químico cualitativo y cuantitativo que, principalmente, da información a partir de las vibraciones de los enlaces y proporciona evidencia de los grupos funcionales presentes. Esto debido a que la energía infrarroja es absorbida parcialmente por los grupos superficiales del material provocando que las moléculas vibren de diferentes maneras tales como: vibraciones por tensión que son estiramientos asimétricos y simétricos, vibraciones por flexión las cuales se conforman por movimientos en forma de tijera, balanceo, aleteo y torsión dentro de un intervalo de número de onda de los 400 a 4000 cm^{-1} [19].

Se emplea esta técnica con el fin de obtener información de las vibraciones de los enlaces de los grupos funcionales presentes en cada muestra y de esta forma validar la presencia de microfibras de rPET en el rPP, la incorporación de los compuestos lignocelulósicos (harina de madera y fibra de coco (pulverizada) y el agente de acoplamiento MAPP como parte de una sola matriz polimérica, a través de la generación de nuevos enlaces de tipo puente de hidrógeno o interacciones de Van Der Waals.

Se realizó el análisis de cada una de las muestras pertenecientes a la etapa I y II por medio de un equipo Thermo Scientific Nicolet 8700 (FTIR) y se prepararon sobre pastillas de 100 mg de KBr por cada miligramo de muestra y mediante la técnica de reflexión total atenuada (ATR), se estabilizaron a una humedad relativa controlada. Finalmente fueron evaluadas con resolución de 4 cm^{-1} con 200 barridos por muestra en un intervalo de 650 a 4000 cm^{-1} .

3.9.3. *Calorimetría diferencial de barrido*

La calorimetría diferencial de barrido (DSC por sus siglas en inglés) es una técnica que mide la diferencia entre la cantidad de calor absorbido o liberado de una muestra con respecto a una referencia cuando ambas son sometidas a un programa de temperatura controlada en un determinado intervalo de temperatura.

La energía absorbida o liberada por la muestra es el producto de las transiciones térmicas que sufre la muestra (fusión, cristalización, transición vítrea etc.) durante el proceso del barrido

térmico. La temperatura de fusión (T_f) de un polímero es la temperatura a la cual las regiones cristalinas de una muestra de polímero funden. En la T_f las fuerzas intermoleculares que mantienen el orden estructural de las cadenas son superadas, debido a la energía implicada que logra el movimiento de las cadenas en su totalidad. Por otro lado, la temperatura de cristalización implica un enfriamiento donde el polímero cristaliza formando un conjunto de laminitas que crecen a partir de un centro radial, formando estructuras llamadas esferulitas. Aquí las fuerzas intermoleculares, fuerzas de Van der Waals y puentes de hidrógeno, permiten un arreglo estructural regular. En cambio, al alcanzar la temperatura de transición vítrea (T_g) las moléculas tienden a tener un arreglo desordenado, que dan cierta movilidad a los segmentos de la cadena, pero con suficiente cohesión para impartirles cierta rigidez. Estas variaciones son compensadas por la adición o sustracción de la cantidad de energía eléctrica que abastece a un calentador localizado en el porta muestras y de ahí surge la señal del termograma correspondiente a la diferencia de señal en la platina de la muestra y la platina de la referencia [19].

La temperatura de fusión de rPP, rPET y MAPP se estudiaron por medio de calorimetría diferencial de barrido utilizando un (equipo Perkin-Elmer DSC-) en atmósfera de nitrógeno. Para ello se colocaron 10 mg de muestra, la cual fue sometida a un proceso de enfriamiento y calentamiento de 40 °C a 220 °C con una velocidad de 10 °C/min.

3.9.4. *Microscopía óptica de mezclas microfibrilares de rPP/rPET*

La microscopía óptica es una técnica utilizada para la obtención de imágenes microscópicas, para el estudio morfológico en superficie o en sección transversal, utiliza dos sistemas de lentes, el objetivo y el ocular, para aumentar la imagen del espécimen. El objetivo genera una imagen real y magnificada, mientras que el ocular la magnifica aún más. La microscopía de campo brillante ilumina la muestra de manera paralela al eje óptico principal, mientras que la microscopía de campo oscuro ilumina la muestra con un ángulo muy grande. Ambas técnicas se pueden aplicar en el modo reflejado o en el modo de transmisión [21].

Se realizó la caracterización y evaluación de la morfología de macrofibras presente en las diferentes mezclas de rPP/rPET/MAPP empleando un microscopio óptico (Leica DMLM, modelo DXC-390).

3.9.5. *Microscopía Electrónica de Barrido.*

La microscopía electrónica de barrido es una técnica de caracterización superficial no destructiva que proporciona información acerca de la morfología y la composición química de los materiales, la cual es producida por la interacción de electrones y la superficie del material. Dichos electrones son producidos a través de un cañón de electrones que son acelerados mediante una diferencia de potencial y enfocados mediante unos lentes condensadores hacia la superficie del material, los cuales son barridos sobre toda la superficie con la ayuda de unas bobinas deflectoras, y una vez que el haz incide sobre la muestra, una serie de interacciones entre los electrones del mismo haz y los átomos de la muestra son producidas, las cuales son utilizadas para la generación de imágenes que permitan conocer la morfología y composición de la superficie del material [19].

Se realizó la caracterización y evaluación de la morfología resultante de los cordones obtenidos a partir de mezclas 70/30 rPP/rPET, con y sin MAPP, empleando un (microscopio electrónico de barrido JEOL, modelo JSM-6360LV, a 5 Kv), recubiertas con oro [30].

CAPITULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIONES

4.1. *Diseño experimental*

En un principio, se hace referencia al uso de MAPP en la etapa inicial del proceso, en concentraciones del 0%, 10% y 20% en el material compuesto, debido a su capacidad para generar interacciones y/o reacciones químicas favorables entre los componentes. Este aspecto se respalda con los hallazgos morfológicos presentados por Várdai, Lummerstorfer y cols [29] quienes observaron un aumento en la adhesión interfacial. Además, Dairi y cols [7] señalaron mejoras en propiedades de tracción y flexión, junto con una distribución homogénea y una sólida adherencia entre las mezclas microfibrilares 70/30 de rPP/rPET.

En la segunda etapa, el efecto del contenido de harina de madera (12.5% al 25% y 50%) determinó con base a estudios realizados por autores como Dairi y cols [7] quienes señalaron el impacto de la incorporación de madera en la rigidez de los materiales compuestos como una reducción en la elongación a la fractura y, por ende, un aumento de la rigidez. Por otro lado, Várdai y cols [29] mencionan una mayor resistencia a la tensión y módulo de almacenamiento de las microfibras de rPET, mientras que Lei & Wu [2] observaron un aumento en el grado de cristalinidad y un efecto sinérgico en la matriz PP.

En cuanto al contenido de fibra de coco pulverizada se determinó con base a la alta cantidad de lignina que contiene la fibra de coco de un 20- 48% [30] La lignina, al tener un carácter anfifílico, es decir presentar grupos funcionales polares y no polares [31]. siendo predominantemente no polar, permite que pueda llevarse a cabo interacciones físicas con polímeros. La lignina es un polímero amorfo que se ablanda a temperaturas superiores a la temperatura de transición T_g , que puede ocurrir entre 92 y 150°C y por debajo de la temperatura de degradación T_d . La tensión superficial de la lignina es similar a la de la celulosa, pero con un mayor carácter dispersivo, lo que facilita la dispersión de las fibras de coco pulverizada en matrices poliméricas no polares, como el polipropileno, lo que facilita la formación de la interfase polímero/matriz [32].

Por último, se varió el contenido de MAPP con valores de 0%, 1.25% y 2.5%, con respecto al peso total de la harina de madera, debido a su capacidad para generar interacciones y/o reacciones químicas beneficiosas entre los componentes del compuesto. Es importante destacar que el polipropileno injertado con anhídrido maleico suele utilizarse en un rango de 1% a 5% en peso dentro de la formulación de materiales compuestos de madera-plástica.

4.2. Caracterización fisicoquímica del compuesto madera-plástica.

4.2.1. Índice de fluidez

El índice de fluidez (MFI del inglés *Melt Flow Index*) es un parámetro fundamental en la producción de microfibras de rPET, ya que influye significativamente en la viscosidad del material fundido, así como en su capacidad de fluir a través de la matriz del PP durante la extrusión. Este índice se define como la masa de material fundido que fluye a través de un orificio calibrado en un tiempo determinado y bajo una carga constante, lo que permite evaluar la fluidez del polímero.

En este sentido, un índice de fluidez alto indica que el material fluye fácilmente a través de los espacios vacíos de la matriz, lo que es esencial para la producción de microfibras más finas. Es por ello que se realizaron pruebas de fluidez en cada uno de los materiales utilizando la norma ASTM D1238, obteniendo un MFI de 4.7704 g/10 min para el rPP y de 50.5561 g/10 min para el rPET.

Estos valores indican la capacidad de cada material para fluir durante el proceso de extrusión, siendo el rPET más fluido que el rPP. Esto sugiere que es posible generar microfibras de rPET gracias a su comportamiento reológico y su mayor facilidad para fluir a través de la matriz.

4.2.2. Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).

Los espectros obtenidos a partir de los compuestos de: fibra de coco pulverizada (FC), harina de madera (HM), rPP, rPET, MAPP. Se encontraron los grupos químicos funcionales que caracterizan a cada uno de los materiales, tal y como es reportado en la literatura.

En primera instancia, en la *Figura 4.1* se presenta el espectro FTIR de fibra de coco (pulverizada), donde se indican bandas características de los grupos funcionales que lo conforman, entre ellos señales de bandas de grupos hidroxilo (O-H) presentes como una banda ancha e intensa a una longitud de onda de $3,415\text{ cm}^{-1}$, banda característica de un polisacárido (celulosa, hemicelulosa y lignina) perteneciente a la fibra de coco. Asimismo, la banda característica de alargamiento alifático de C-H, sp^2 ($2,922\text{ cm}^{-1}$) y sp^3 ($2,854\text{ cm}^{-1}$) conectados al anillo aromático, en posición para (*p*) indicado en la banda de 807 cm^{-1} . En $1,629\text{ cm}^{-1}$ se presenta una banda correspondiente a la vibración de alargamiento de enlace C=C perteneciente al anillo aromático, en $1,515\text{ cm}^{-1}$ a la tensión de anillo arilo de lignina y flexión

simétrica C-H en ($1,453\text{ cm}^{-1}$) que confirma la presencia de lignina. Finalmente, el enlace C-O-C en $1,022\text{ cm}^{-1}$ del grupo éter cíclico con alargamiento asimétrico. Resultados similares han sido reportados previamente por N. E. Hernández Vidal y cols [33].

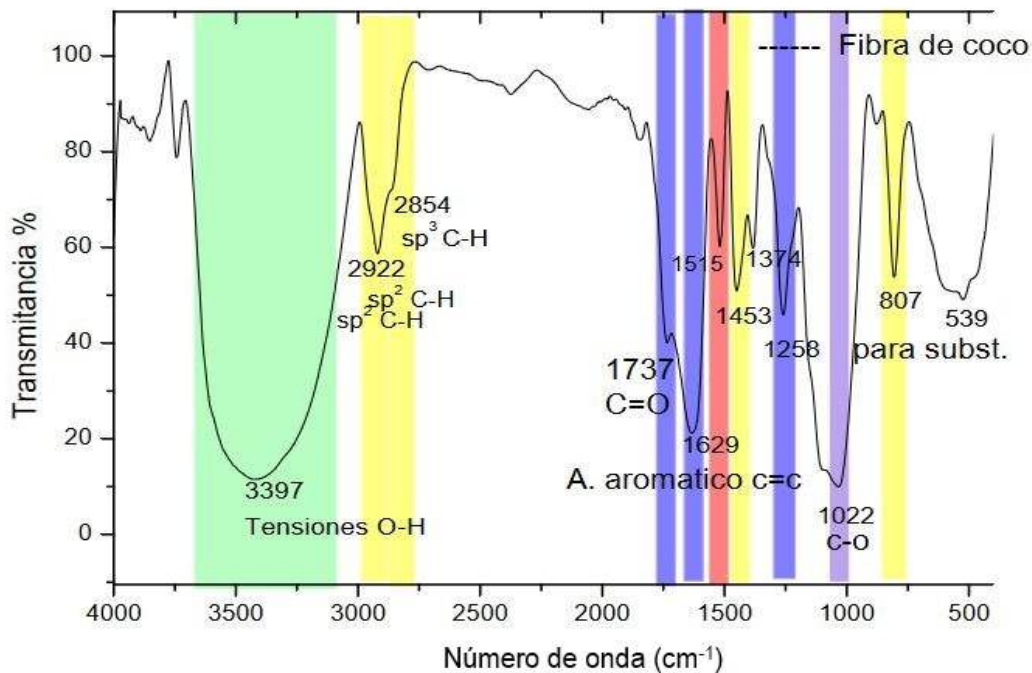


Figura 4.1. Espectro FTIR de fibra de coco

Por otra parte, se presenta en la *Figura 4.2* el espectro de infrarrojo de harina de madera (pulverizada). En él, se puede observar las bandas correspondientes a los compuestos estructurales de la harina de madera como (celulosa, hemicelulosa) y lignina, entre ellas, la señal característica de grupos hidroxilo (O-H) presente como una banda ancha e intensa a $3,397\text{ cm}^{-1}$, la banda de alargamiento alifático de C-H sp^2 ($2,920\text{ cm}^{-1}$) y sp^3 ($2,860\text{ cm}^{-1}$) conectados al anillo aromático, en posición para (*p*) indicado en 806 cm^{-1} . También se visualizan las siguientes bandas de interés como en $1,733\text{ cm}^{-1}$ la que es la banda corresponde a la vibración de tensión de C=O en carbohidratos y lignina; la banda en $1,642\text{ cm}^{-1}$ correspondiente a la vibración de alargamiento de enlace c=c, en $1,513\text{ cm}^{-1}$ a la tensión de anillo arilo de lignina y flexión simétrica C-H ($1,425\text{ cm}^{-1}$), banda confirmativa de tensión C=O en el anillo arilo de lignina corresponde a $1,261\text{ cm}^{-1}$ y finalmente se identifica la banda de tensión C-O-C perteneciente del grupo éter cíclico con alargamiento asimétrico en $1,027\text{ cm}^{-1}$. Resultados similares han sido reportados previamente por Quiñones y cols [34].

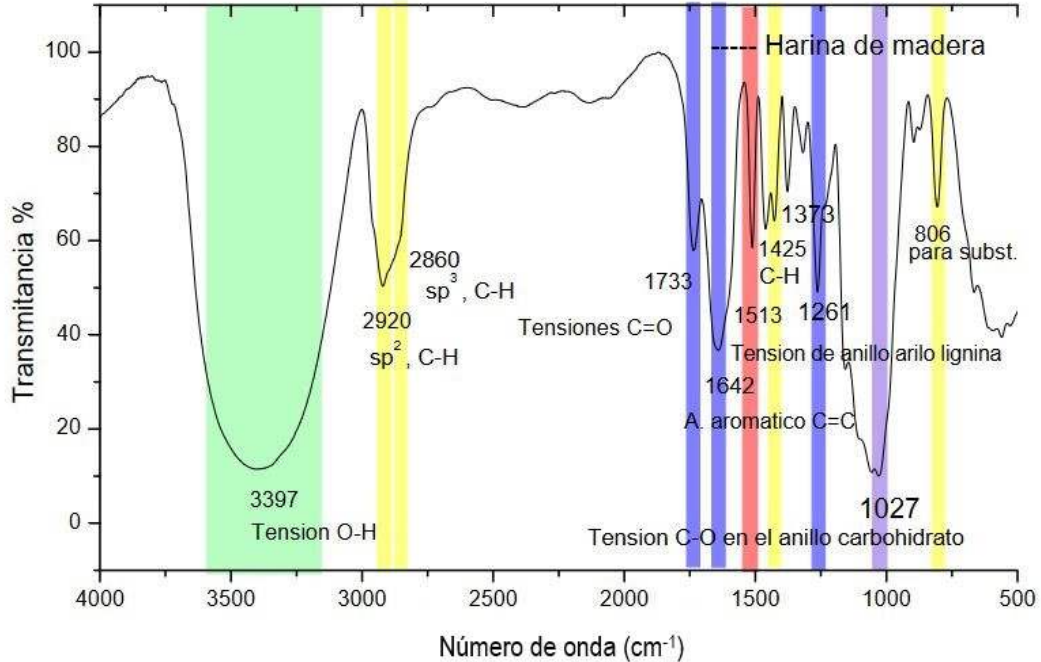


Figura 4.2. Espectro FTIR de harina de madera.

En la *Figura 4.3* se presenta el espectro FTIR de Poli (tereftalato de etileno). En el que se observa bandas características de este compuesto, iniciando en $2,970 \text{ cm}^{-1}$ con estiramiento simétrico C-H perteneciente a la cadena principal, en $1,713 \text{ cm}^{-1}$ el estiramiento del grupo carbonilo (C=O) característico del ácido carboxílico, así como vibraciones del grupo éster C-O en $1,094 \text{ cm}^{-1}$, en $1,504 \text{ cm}^{-1}$ se encuentran las vibraciones de los dobles enlaces C=C pertenecientes al anillo aromático, en $1,245 \text{ cm}^{-1}$ la confirmación del grupo tereftalato y finalmente en 719 cm^{-1} se encuentra la interacción de grupos éster polares y anillos de benceno. Resultados similares han sido reportados previamente por Dos Santos Pereira y cols [35].

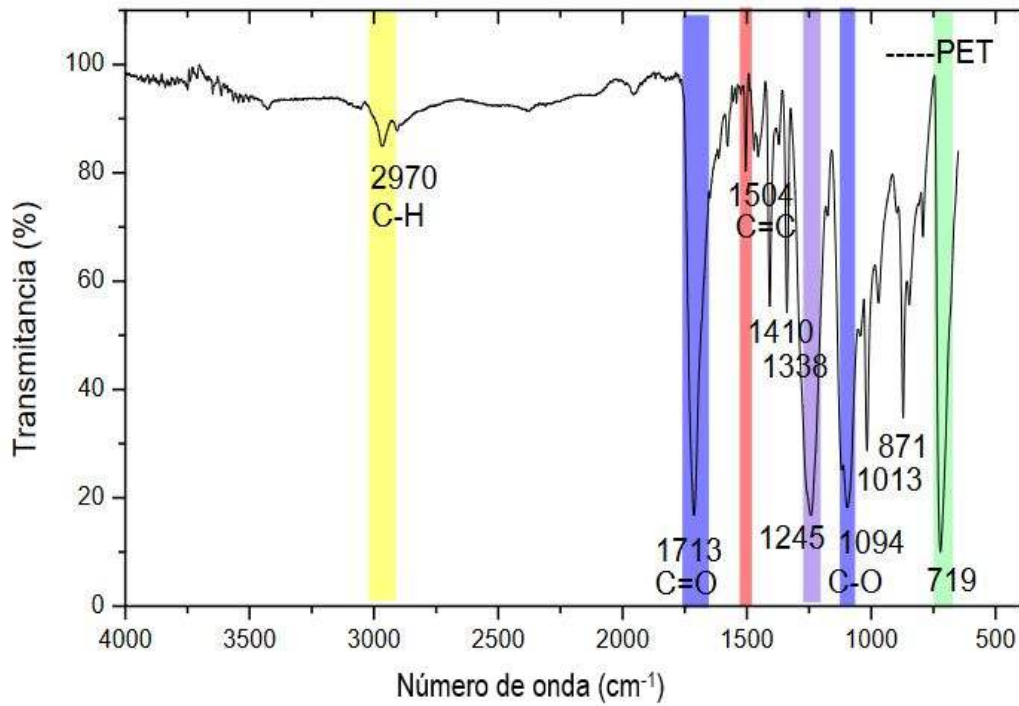


Figura 4.3. Espectro FTIR de poli(tereftalato de etileno) reciclado.

En la *Figura 4.4* se presenta el espectro de FTIR de polipropileno. En él se observan bandas correspondientes a movimientos de tensión de los enlaces de grupo metilo (CH_3) $2,957\text{ cm}^{-1}$, C-H a $2,917\text{ cm}^{-1}$, grupo metileno CH_2 $2,863\text{ cm}^{-1}$, $2,836\text{ cm}^{-1}$. También se identifican movimientos de tensión asimétrico y simétrico en el plano ($-\text{CH}_2$) en $1,450$, y una banda en $1,374\text{ cm}^{-1}$ que confirma que es polipropileno y está asignado al grupo $-\text{CH}_3$. Resultados similares han sido reportados previamente por Barbes y cols y Dos Santos Pereira y cols [35], [36].

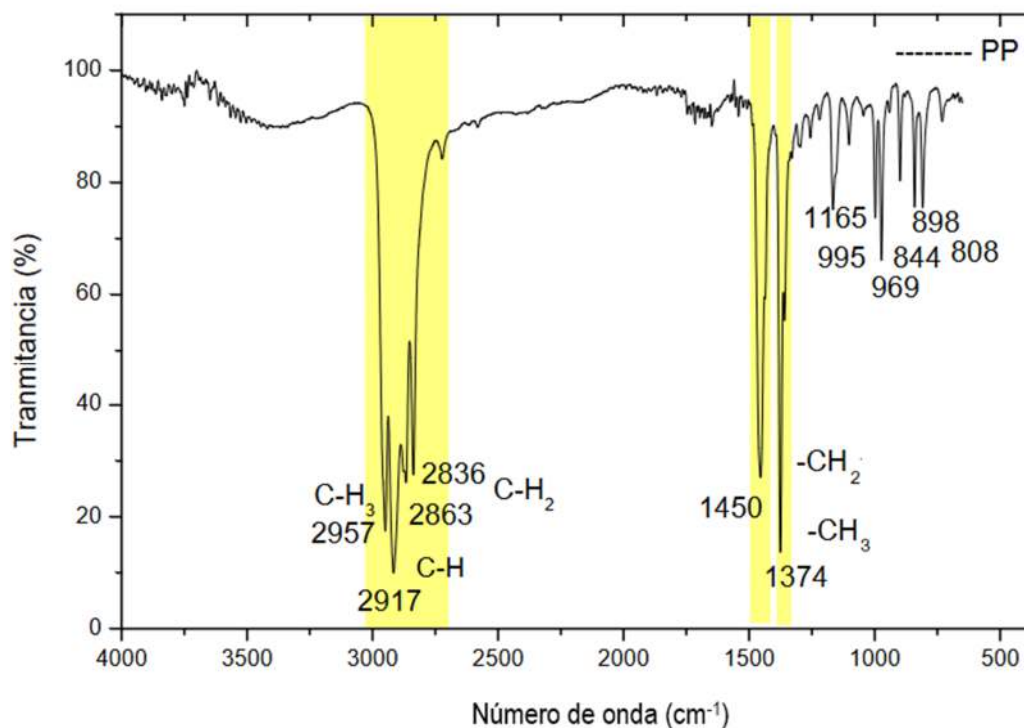


Figura 4.4. Espectro FTIR de polipropileno reciclado.

En la *Figura 4.5* se presenta el espectro FTIR de polipropileno injertado con anhídrido maleico. En él se observan bandas correspondientes a movimientos de tensión de los enlaces de grupo metilo (CH_3) $2,968\text{ cm}^{-1}$, C-H a $2,923\text{ cm}^{-1}$, grupo metileno CH_2 $2,873\text{ cm}^{-1}$ y $2,832\text{ cm}^{-1}$. También se observan movimientos de tensión asimétrico y simétrico en el plano ($-\text{CH}_2$) en $1,460$, y una banda en $1,358\text{ cm}^{-1}$ que confirma que es un polipropileno y está asignado al grupo $-\text{CH}_3$, con estiramiento simétrico de grupo C=O anhídrido en $1,732\text{ cm}^{-1}$, estiramiento asimétrico de grupo anhídrido C=O en $1,869\text{ cm}^{-1}$ para el anhídrido maleico (MA). Este resultado indica que los grupos funcionales de MA del MAPP pueden reaccionar con los grupos hidroxilos (O-H) de la lignina, celulosa, hemicelulosa perteneciente a la fibra de (pulverizada) y harina de madera con sus respectivas proporciones mencionadas en la *Tabla 2.4*. Estos resultados han sido reportados previamente por Kim y cols [37]

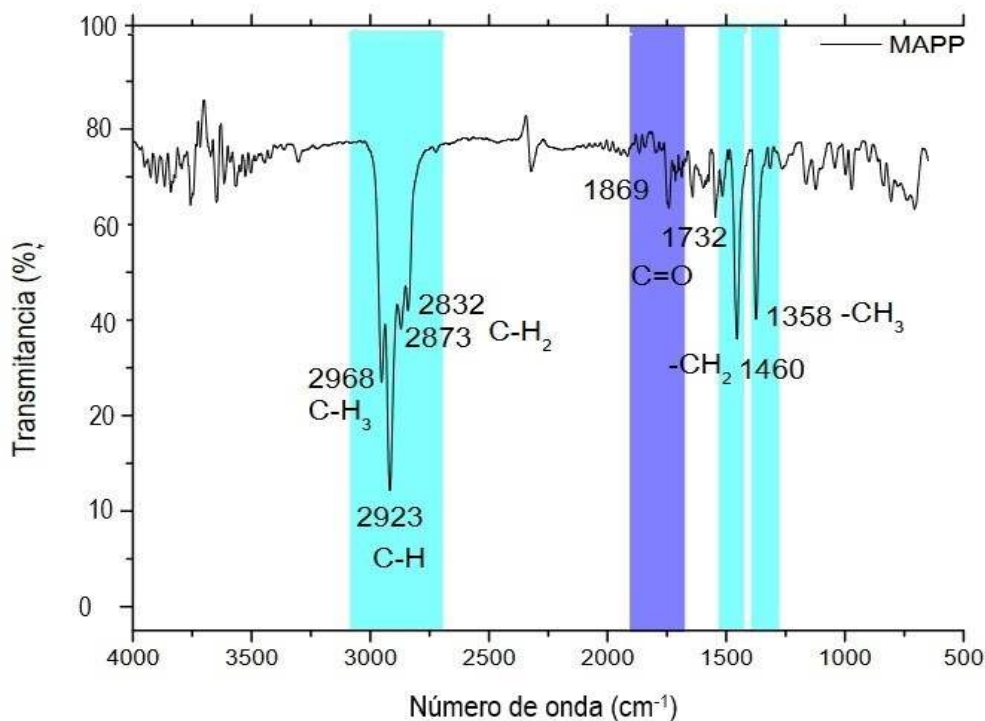


Figura 4.5. Espectro FTIR de polipropileno injertado con anhídrido maleico.

Al analizar los espectros FTIR de los materiales utilizados, se logró identificar las bandas características asociadas con diferentes grupos funcionales, como enlaces C-H, C=O, C-O entre otros. Al comparar los espectros FTIR de los materiales individuales con los de los materiales compuestos, es posible detectar cambios en las intensidades o posición de las bandas lo que podría sugerir la formación de nuevas interacciones químicas que expliquen el comportamiento del material compuesto, que en secciones posteriores se discutirá.

4.2.3. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).

Para conocer los parámetros térmicos de los materiales termoplásticos se obtuvieron los termogramas de DSC, en donde se observan las señales endotérmicas correspondientes a la fusión del material. En la *Figura 4.6* y *4.7* se presenta el análisis calorimétrico diferencial (DSC) del rPP, rPET y MAPP.

Con respecto al termograma del Polipropileno injertado con anhídrido maleico (MAPP), se puede observar en la *Figura 4.6* en el termograma del MAPP (línea de color rojo) dos picos endotérmicos a 151°C y 159 °C asociados a la temperatura de fusión del material. Esto puede indicar la presencia de dos compuestos con distinta longitud de cadena, o bien podría ser

debido a su polimorfismo, lo cual sugiere la existencia de cristales de diferentes tamaños dentro del material. El primer pico corresponde a cadenas moleculares cortas (i.e. menor peso molecular) de polipropileno injertadas con anhídrido maleico, mientras que el segundo pico pertenece a cadenas más largas (i.e mayor peso molecular) de polipropileno injertadas. Por otro lado, se observa en el termograma del PP (línea de color gris) un pico endotérmico a 144 °C asociados de igual manera a la temperatura de fusión del material.

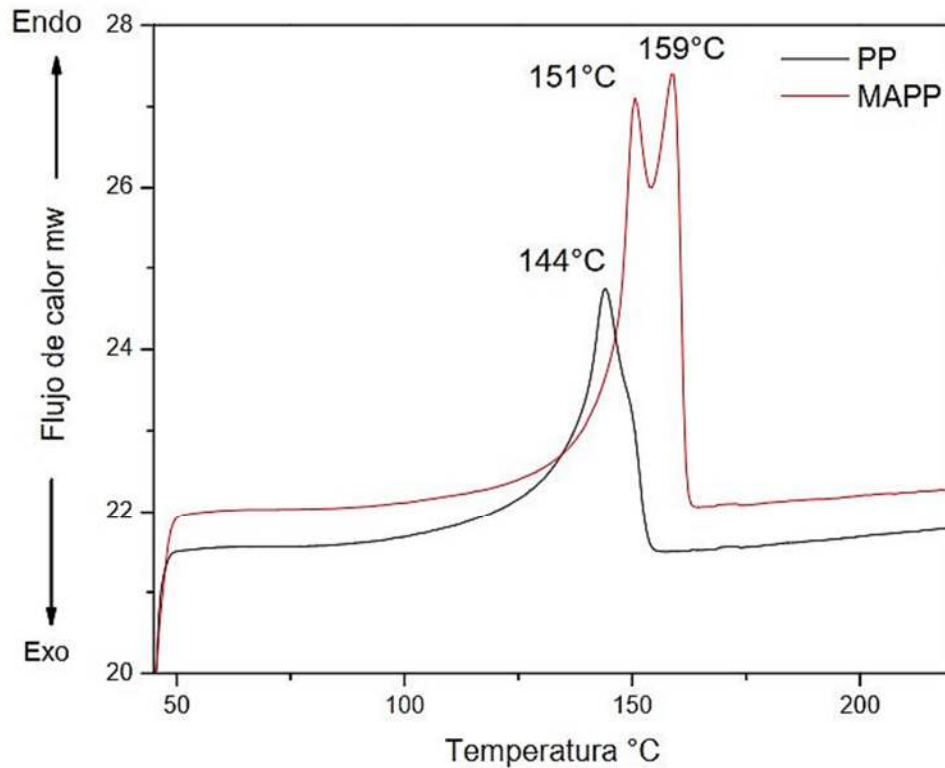


Figura 4.6. Termograma DSC de los materiales a) polipropileno reciclado b) polipropileno injertado con anhídrido maleico.

Con respecto al termograma de Poli (tereftalato de etileno), se puede observar la curva resultante en la Figura 4.7 una importante transición vítrea en torno a los 77 °C, seguida de una cristalización en frío de las partes amorfas que comienzan cerca de los 132 °C, y un pico endotérmico a 242°C asociado a la temperatura de fusión del material.

Es necesario el análisis de cada uno de los materiales dado que es importante conocer la temperatura de procesamiento a la cual se debe de extruir.

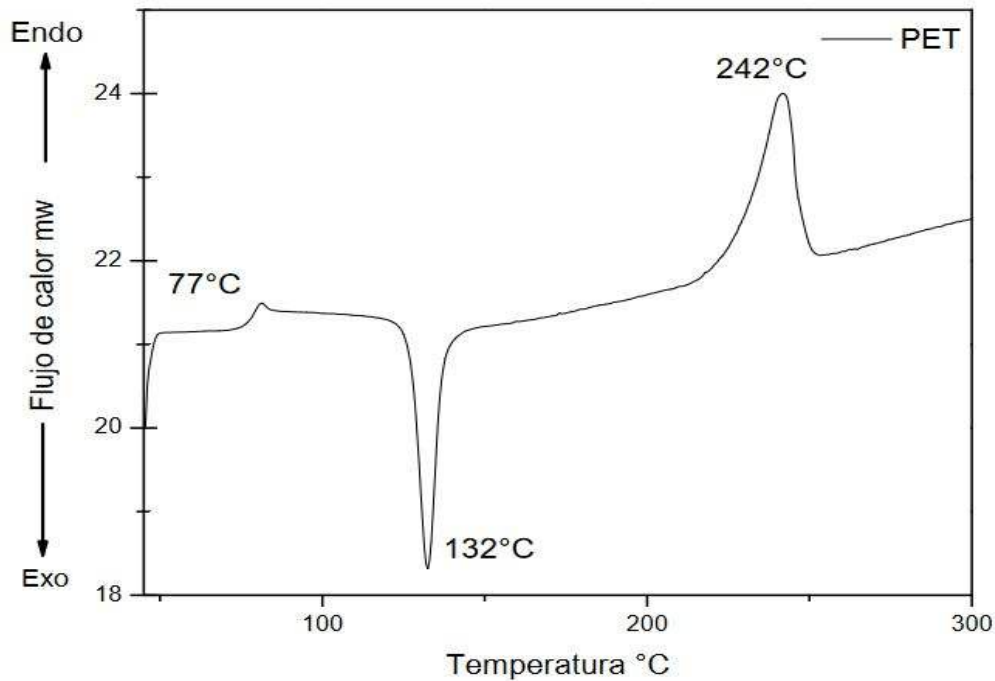


Figura 4.7. Termograma DSC de los materiales a) poli(tereftalato de etileno) PET.

4.3. Experimento selectivo con *p*-xileno

El polipropileno reciclado (rPP) y el polipropileno injertado con anhídrido maleico (MAPP) se disolvieron completamente en el *p*-xileno caliente, mientras que el poli (tereftalato de etileno) reciclado (rPET) no se disolvió (Figura 4.8). La disolución de este polímero se debe a que el *p*-xileno puede interactuar preferentemente en regiones menos compactas y amorfas del polímero, lo que permite su disolución. En el MAPP, los grupos funcionales de anhídrido maleico pueden interactuar con el *p*-xileno a través de fuerzas de Van der Waals, lo que contribuye a romper las interacciones entre sus cadenas poliméricas y permitir su dispersión en el disolvente. En contraste, el rPET no se disolvió en el *p*-xileno a 110 °C debido a que contiene regiones amorfas y regiones cristalinas altamente ordenadas y están unidas por enlaces puente de hidrógeno y fuerzas de Van der Waals, lo que impide que penetre en las regiones cristalinas.

En muestras de rPP/rPET en *p*-xileno a 110 °C después de la disolución, se observó la formación de una estructura aglomerada, lo que sugiere que el rPP se disolvió en el solvente, mientras que la fase de rPET se mantuvo intacta. La adición de 3 pcr MAPP en la mezcla polimérica, indicó una mejora en la interacción entre el rPP y el rPET, dado que se identificó

una mayor formación de fase dispersa de partículas conglomeradas respecto a las muestras que no contenían MAPP (*Figura 4.9*).

La adición de 6 pcr de MAPP en la mezcla polimérica, produjo un aumento significativo de partículas conglomeradas de rPET-MAPP. Esto se debe a la formación de una red tridimensional mediante enlaces covalentes que mejoran la interacción entre el MAPP y el rPET produciendo una fase híbrida rPET-MAPP (*Figura 4.10*). Es decir, el MAPP actuó como un agente de acoplamiento que, a mayor concentración, produce mayores sitios de interacción y de unión. Esto indica que se puede tratar de la interacción entre moléculas de polipropileno injertado con anhídrido maleico y rPET (rPET-MAPP), mediante enlaces éster generados entre la apertura de anillo del anhídrido maleico y los grupos hidroxilo (OH) presentes en el rPET

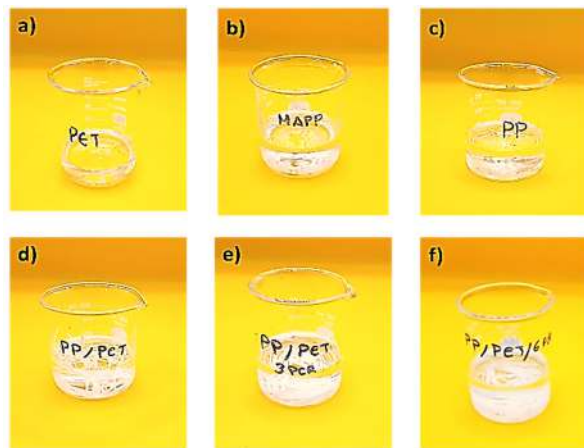


Figura 4.8. Muestras de: a) PP b) MAPP c) rPET d) rPP/rPET e) rPP/rPET/3 MAPP f) rPP/rPET/6 MAPP a temperatura ambiente 30 °C, sumergida en p-xileno.

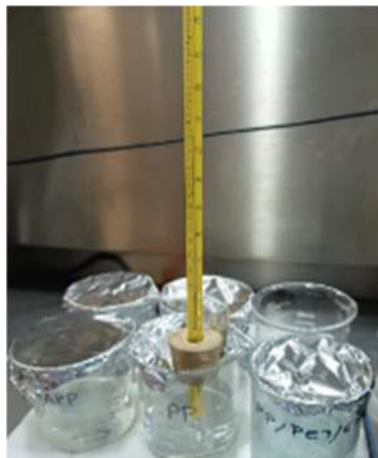


Figura 4.9. Muestras de: rPP, MAPP, rPET, rPP/rPET, rPP/rPET/3 MAPP, rPP/rPET/6 MAPP a temperatura 110 °C.



Figura 4.10. Muestras de: rPP, MAPP, rPET, rPP/rPET, rPP/rPET/3 MAPP, rPP/rPET/6 MAPP después de 3 horas a temperatura 110 °C, sumergida en *p*-xileno.

Estudios previos confirman lo reportado por Dreval y cols [38] que establecieron que el proceso de fibrilación ocurre dentro de un intervalo definido de esfuerzos de corte, dependiendo de la relación de viscosidades. Es decir, dado que la fase dispersa de rPET es más fluida que la matriz continua de rPP es posible entonces la generación de microfibras de rPET por esfuerzos cortantes, especialmente en la sección transversal que se presenta dentro de la sección de compresión (deformación) y dosificación del husillo y en el dado del extrusor. En esta última sección de procesamiento se establece una alineación del rPET. Por otra parte, la incorporación de MAPP permite que se generen interacciones interfaciales entre el anhídrido maleico del MAPP y los grupos hidroxilo del rPET [7]; además se produce un aumento de tenacidad, al pasar por un proceso de enfriamiento en donde se reordenan *per se* los cristales de rPET generando un refuerzo.

4.4. Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier de experimento selectivo con *p*-xileno

La *Figura 4.11* presenta el espectro con bandas características de los grupos funcionales que conforman a las mezclas rPP/rPET con 0, 3 y 6 pcr de MAPP, donde fue extraída la fase de rPP con el disolvente caliente de *p*-xileno. Se observan las siguientes bandas.

El espectro inferior del rPET tiene bandas en las siguientes longitudes de onda que inician en $2,970\text{ cm}^{-1}$ estiramiento simétrico C-H perteneciente a la cadena principal; en $1,713\text{ cm}^{-1}$ el estiramiento del grupo carbonilo (C=O) característico del ácido carboxílico; vibraciones del grupo éster C-O en $1,094\text{ cm}^{-1}$; en $1,504\text{ cm}^{-1}$ las vibraciones de los dobles enlaces C=C pertenecientes al anillo aromático; en $1,245\text{ cm}^{-1}$ se identifica el grupo tereftalato; y finalmente en 719 cm^{-1} se encuentra la interacción de grupos éster polares y los anillos de benceno. Dos Santos Pereira y cols [35]. Los espectros superiores del rPET-MAPP (con 3 y 6 pcr de MAPP) muestran picos con bandas en tensión de los enlaces C-H en $2,923\text{ cm}^{-1}$, tensión asimétrica y simétrica en el plano C-H en $1,460\text{ cm}^{-1}$, grupo metilo $-\text{CH}_3$ en $1,358\text{ cm}^{-1}$ para PP y con estiramiento simétrico de grupo C=O anhídrido en $1,732\text{ cm}^{-1}$, estiramiento asimétrico de grupo anhídrido C=O en $1,869\text{ cm}^{-1}$ para el anhídrido maleico.

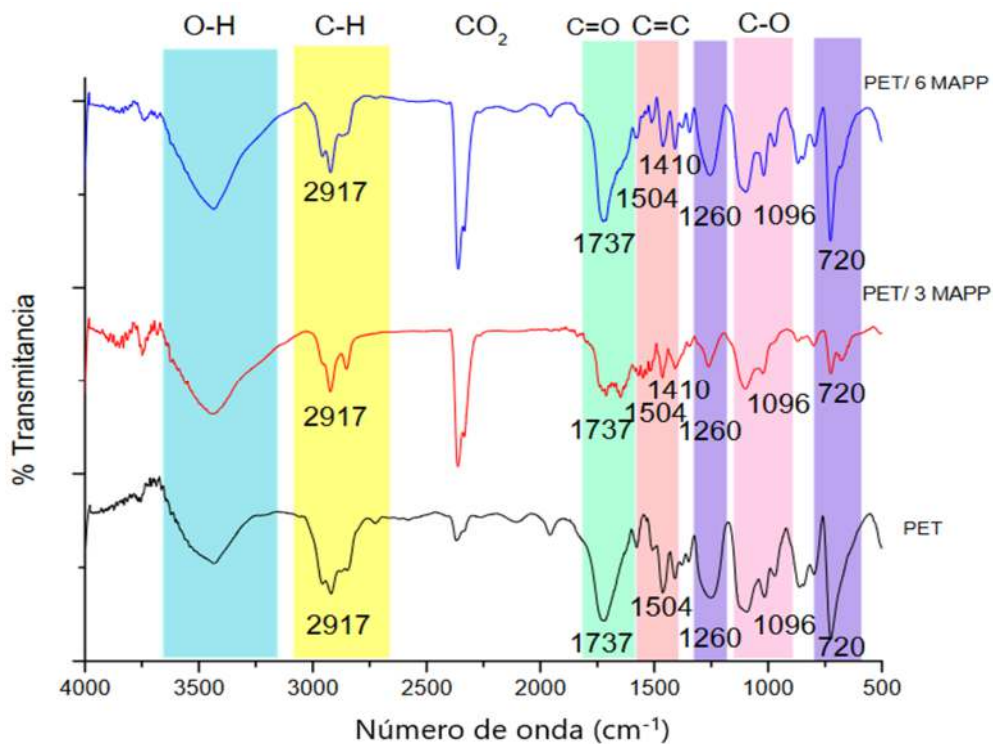


Figura 4.11. Espectros FTIR de muestras de rPET y rPET-MAPP con 3 y 6 pcr de MAPP.

Este resultado nos indica posiblemente la incorporación del agente de acoplamiento MAPP como una nueva fase de rPET/MAPP, debido a las interacciones químicas (Figura 4.12) formadas por enlaces tipo éster entre el anhídrido maleico del MAPP y los grupos hidroxilo del rPET que fueron observadas a través de FTIR.

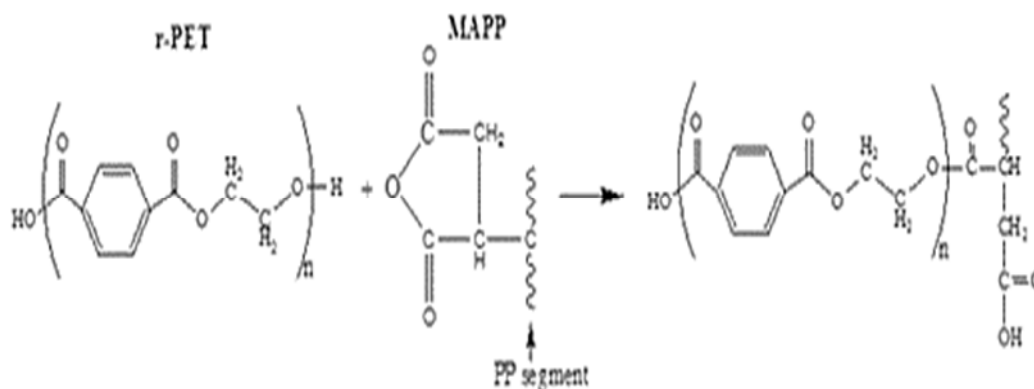


Figura 4.12. Reacción química entre rPET y MAPP [7]

4.5. Microscopia óptica de mezclas microfibrilares de rPP/rPET

La Figura 4.13 permite observar las siguientes estructuras: (a) macrofibras de estructura alargada y superficie lisa con un diámetro promedio de $61.86 \pm 31.42 \mu\text{m}$; (b) macrofibras con una estructura alargada y una superficie rugosa con diámetro de $59.71 \pm 10.87 \mu\text{m}$ aparentemente por la incorporación de injertos de MAPP y canales interconectados; (c) estructura igual a la anterior con la diferencia de un aumento en el diámetro por la incorporación de mayor cantidad de injertos de MAPP (diámetro de $68.51 \pm 14.27 \mu\text{m}$). Se asume entonces que la presencia de MAPP influyó en las dimensiones de las microfibras formadas, y en el número de injertos sobre la superficie de las fibras de rPET, que fue mucho mayor a un contenido de 6 pcr de MAPP, formados por enlaces tipo éster entre el anhídrido maleico del MAPP y los grupos hidroxilo del rPET.

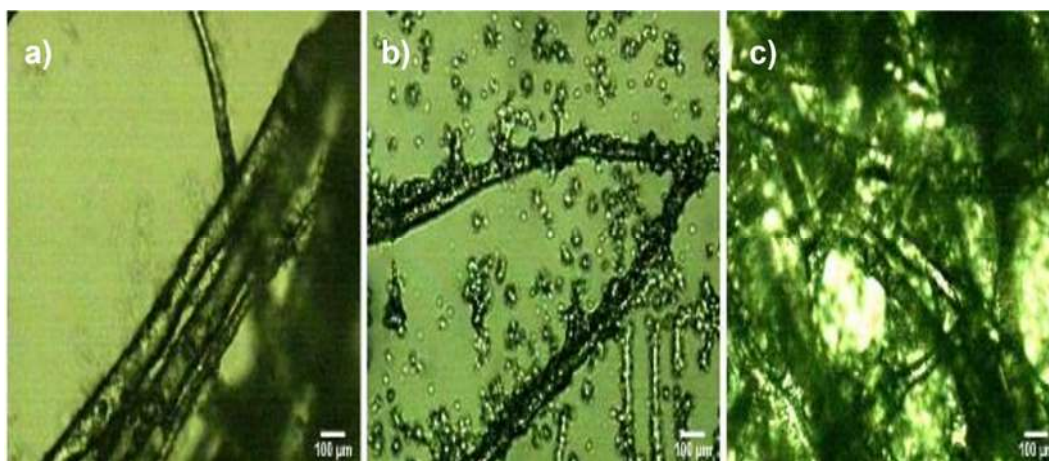


Figura 4.13. Micrografías ópticas 50 X de a) rPET b) rPET 3 MAPP c) rPET 6 MAPP.

La obtención de microfibras de rPET depende principalmente de la relación de estiramiento en caliente, que como partículas dispersas en una matriz de rPP, sufren una gran deformación por elongación debido a los esfuerzos cortantes e interacciones interfaciales durante el procesamiento por extrusión. Recordemos que la fluidez del rPET es mucho mayor que la del rPP, por lo cual es posible que se realice esta deformación. De esta forma, y a medida que sufren mayores deformaciones, la fase dispersa de rPET cambia su morfología de esferas a elipsoides y luego a bastones o cilindros de distintos diámetros. Esto hace evidente que las microfibras se generan *in situ* y están presentes en las macrofibras observadas en el microscopio óptico.

4.6. Microscopía electrónica de barrido de las mezclas microfibrilares de rPP/rPET.

La *Figura 4.14* muestra la morfología de la fase dispersa de microfibras de rPET, esferas y bastones orientados al azar, indicado por círculos rojos y flechas azules respectivamente, donde estas tienen un diámetro promedio de $7.74 \pm 6.26 \mu\text{m}$ con una superficie lisa. Las *Figuras 4.15* y *4.16* muestran la morfología de la fase dispersa rPET-MAPP con 3 y 6 pcr de MAPP respectivamente, donde las microfibras están orientadas al azar, y tienen forma de bastones, indicadas con flechas azules, con un diámetro promedio de $4.85 \pm 1.27 \mu\text{m}$ para 3 pcr de MAPP, y de $7.87 \pm 2.43 \mu\text{m}$ con 6 pcr de MAPP, con una superficie bastante rugosa, indicado en círculos rojos. Estos diámetros de microfibras es la sumatoria del diámetro de la fibra de rPET con los injertos de MAPP, lo cual es mayor para la muestra con 6 pcr de MAPP.

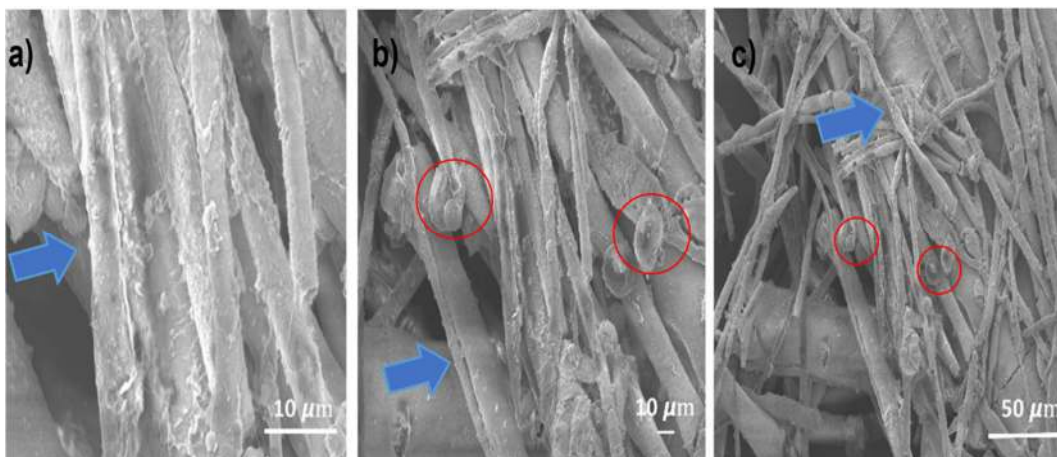


Figura 4.14. Micrografías de rPET: a) 2500 X; b) 1000 X; y, c) 500 X.

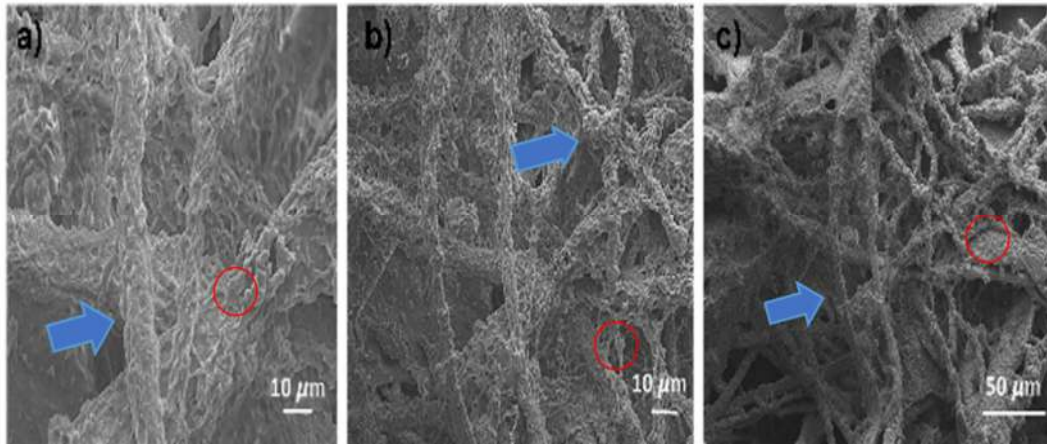


Figura 4.15. Micrografías de rPET/3 MAPP: a) 2500 X; b) 1000 X; y, c) 500 X.

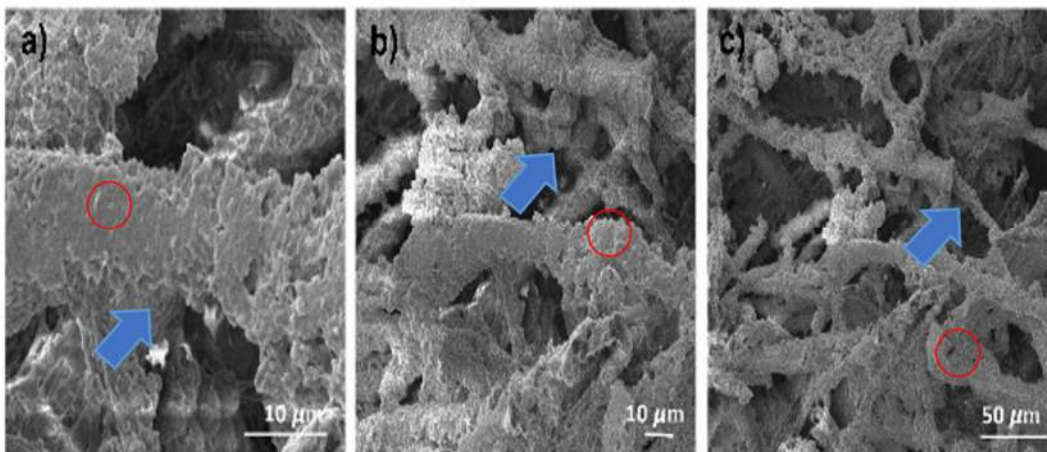


Figura 4.16. Micrografías de rPET/6 MAPP; a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.

Estudios reportados por Chen y cols [3] confirman que la fase dispersa en mezclas de polímeros inmiscibles durante su procesamiento suele presentar una variedad de formas como esferas, elipsoides y fibras, que afectan las propiedades del material según sea el grado de interacción. Esto coincide también con lo observado mediante microscopía óptica. Es decir se confirma la presencia de macro y microfibras de rPET generadas durante el proceso de extrusión al pasar la mezcla en estado reblandecido través del dado capilar. La fase dispersa de rPET inicialmente en forma de esferas es deformada por estiramiento por la matriz de rPP. Es posible que al mismo tiempo las estructuras alargadas de rPET se rompan formando nuevamente esferas que se deforman a elipsoides que eventualmente terminarán deformándose en microfibrillas. Esto quiere decir que se genera una coalescencia de rPET formándose nuevas microfibrillas de rPET que a su vez se encuentran presentes en la

superficie de las macrofibras tal como se observa en la *Figura 4.14*. Por otro lado, la presencia del agente de acoplamiento MAPP crea una nueva fase de rPET/MAPP, debido a las interacciones químicas formadas por enlaces tipo éster entre el anhídrido maleico del MAPP y los grupos hidroxilo del rPET. Esto produce una mayor interacción interfacial con la matriz rPP para provocar un mayor proceso de coalescencia y dar finalmente microfibras de rPET/MAPP de un diámetro menor a las que no contenían MAPP, dando un promedio de $4.85 \pm 1.27 \mu\text{m}$.

4.7. Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier de mezclas microfibrilares de rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP

La *Figura 4.17* presenta el espectro con bandas características de los grupos funcionales que conforman a las mezclas rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP con base al arreglo ortogonal L9 (*Tabla 3.5*).

En primera instancia, se observa la presencia de las bandas características por parte del rPP. En él se observan bandas correspondientes a movimientos de tensión de los enlaces C–H a 2915 cm^{-1} , movimientos de tensión asimétrico y simétrico en el plano C–H (–CH₃) en 1452 , y una banda en 1374 cm^{-1} que confirma que es un polipropileno y está asignado al grupo –CH₃.

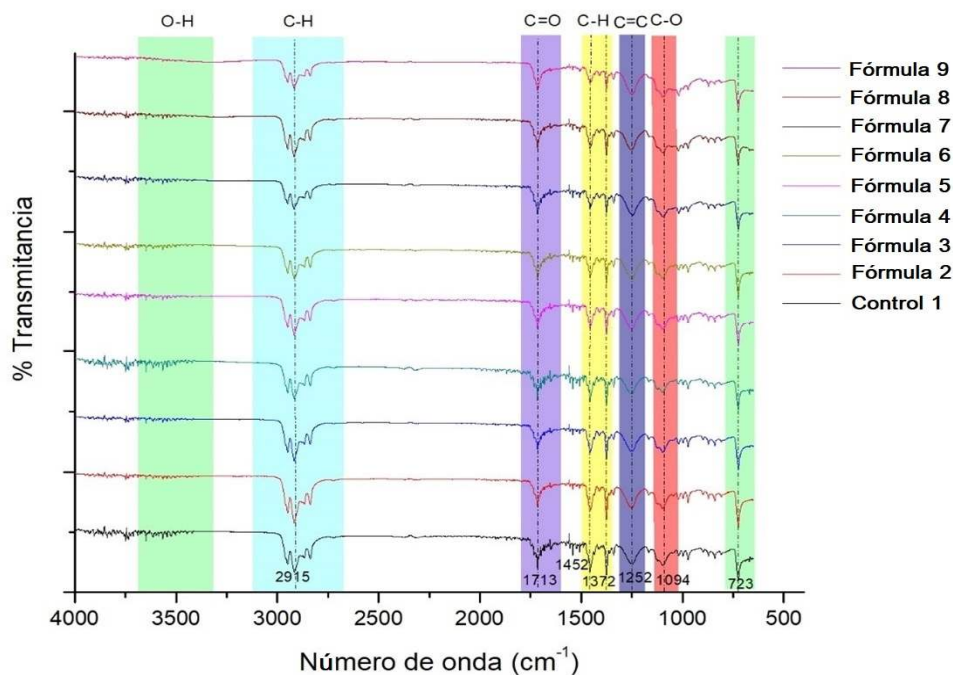


Figura 4.17. Espectros FTIR de muestras de rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/ MAPP con base al arreglo ortogonal.

Por otro lado, se observa bandas características de rPET, iniciando en $1,713\text{ cm}^{-1}$ el estiramiento del grupo carbonilo ($\text{C}=\text{O}$) característico del ácido carboxílico, así como vibraciones del grupo éster $\text{C}-\text{O}$ en $1,094\text{ cm}^{-1}$, en $1,252\text{ cm}^{-1}$ la confirmación del grupo tereftalato y finalmente en 723 cm^{-1} se encuentra la interacción de grupos éster polares y anillos de benceno.[35]

Se observaron las bandas características de los componentes estructurales de la harina de madera, incluyendo celulosa, hemicelulosa y lignina, así como la presencia de grupos hidroxilo ($\text{O}-\text{H}$) en una banda ancha e intensa en torno a $3,397\text{ cm}^{-1}$ en las formulaciones 8 y 9, como se muestra en la *Figura 4.18*

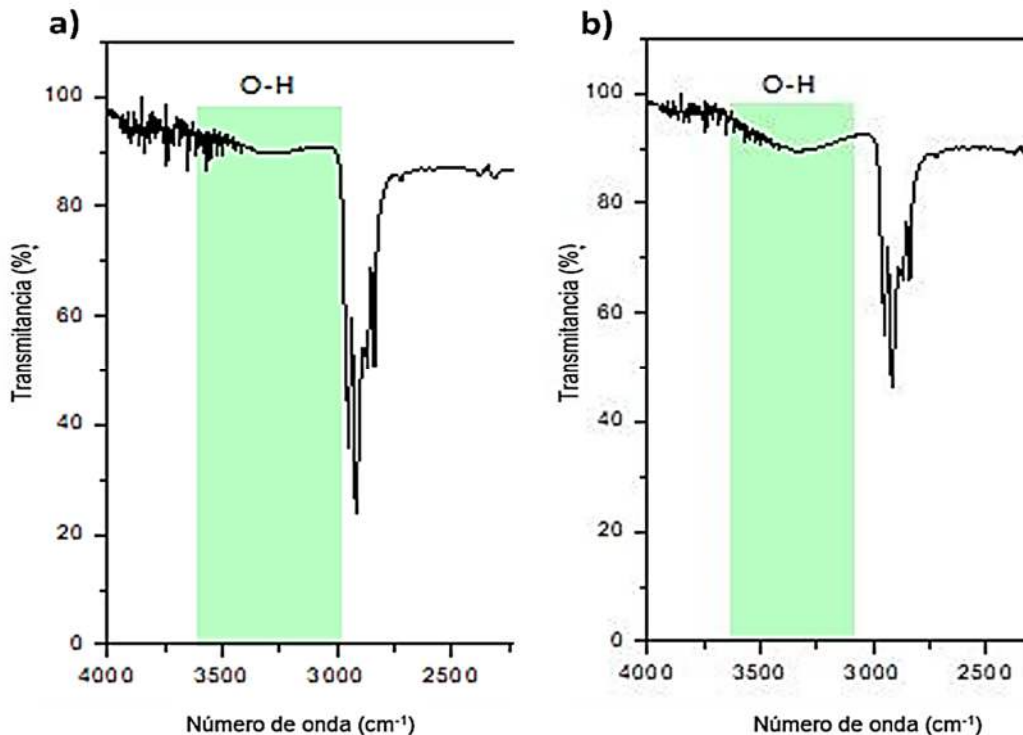


Figura 4.18. Espectros FTIR de las formulaciones 8 (a) y 9 (b) de rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP con base al arreglo ortogonal L9, con bandas de hidroxilos destacadas.

Además, se observó una diferencia en la intensidad de las bandas asociadas al polipropileno entre las formulaciones 8 y 9. La fórmula 8, que contiene un 7.5% de fibra de coco (pulverizada) y carece de MAPP, mostró una intensidad diferente en comparación con la fórmula 9, que contenía un 15% de FC con 1.25% de MAPP. Esto sugiere que la presencia de MAPP podría estar facilitando la formación de puentes de hidrogeno o interacciones dipolo-dipolo con la fibra de coco (pulverizada). Sin embargo, existe saturación en las formulaciones con 50% de

contenido de harina de madera y 15% de fibra de coco en las muestras que obstaculizan la detección precisa y completa de nuevas interacciones, como fuerzas de Van der Waals y la interacción de grupos éster. En estos casos se sugiere el uso de una técnica más sensible, como la espectroscopia de dispersión Raman que puedan confirmar estas interacciones.

4.7.1. Análisis de extruidos y placas de rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP con base al arreglo ortogonal L9.

Durante el proceso de extrusión se observó el comportamiento de flujo masico del compuesto, considerando la influencia significativa que la reología de la masa fundida puede tener en la calidad del extruido.. Estudios reciente realizados por Hristov y cols [19] han encontrado que las formulaciones con altos niveles de carga de madera muestran un comportamiento de un solido, particularmente en concentraciones de 30%-60%. En este estudio se observó este comportamiento en las formulaciones que tienen un 25% y 50 % de harina de madera. Esto se debe a que durante el proceso de extrusión, el deslizamiento de la pared es esencial para garantizar un flujo suave y uniforme del material a través de la matriz. Cuando hay una carga baja del material, como es el caso de las formulaciones que contienen 12.5% de harina de madera, el deslizamiento es más fácil de lograr lo que resulta un extruido liso de forma homogénea.

Además, durante el proceso de extrusión, se llevó a cabo el peletizado de cada extruido, como se muestra en la *Figura 4.19*. En esta imagen, se observan las propiedades físicas de color, donde predomina el tono color café oscuro, cuya intensidad varía según la concentración de fibra de coco (pulverizada) en la mezcla. Asimismo, se aprecia un tono más claro en aquellos que no contienen la fibra de coco (pulverizada), lo que sugiere una distribución homogénea de la harina de madera en la mezcla. Este cambio de color podría tener implicaciones significativas como una posible afectación en su procesamiento, especialmente al considerar que los pellets sin fibra de coco (pulverizada), mantienen su color incluso a temperaturas de hasta 280 °C.

Otro indicador es la presencia de MAPP, la cuál se refleja en la uniformidad de los extruidos en las fomulaciones que lo incluyen. Este fenómeno se atribuye a las interacciones físicas y/o químicas, entre que promueven una estructura homogénea en el material durante el proceso de extrusión.

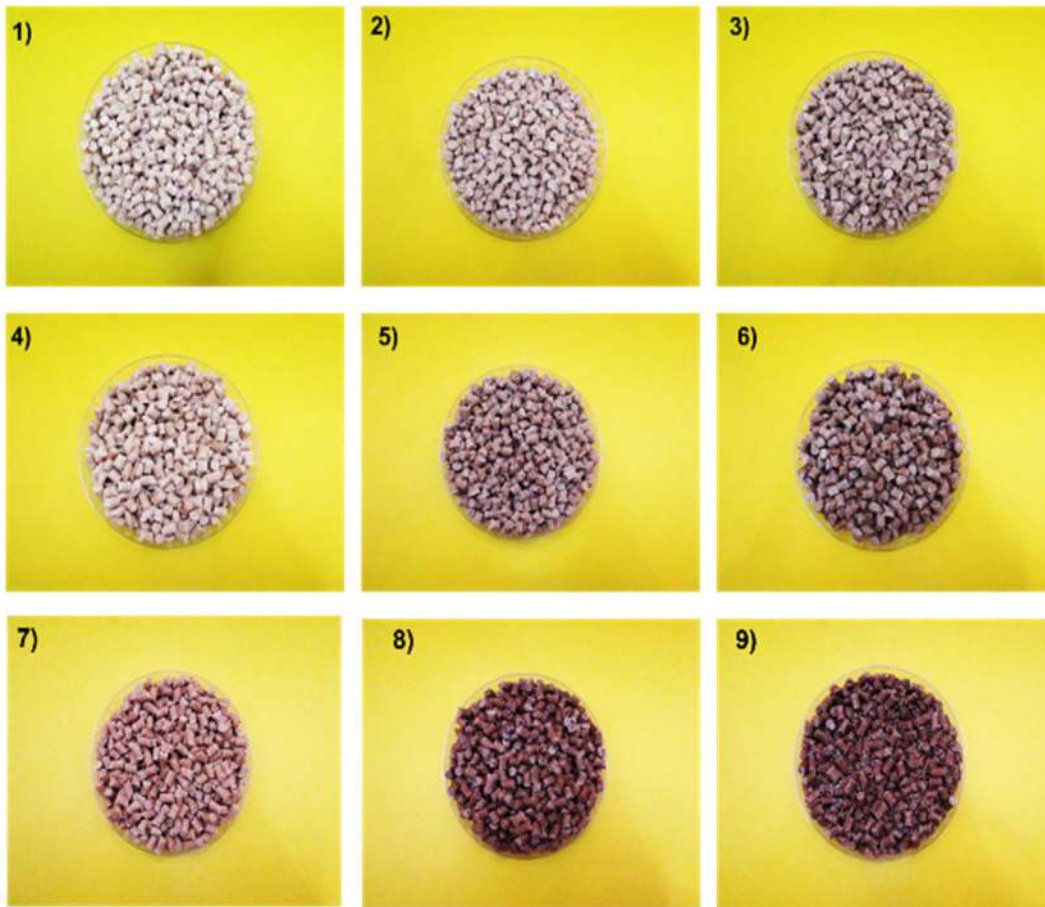


Figura 4.19. Extruidos de rPP/rPET/3 MAPP/FC/HM/MAPP con base al arreglo ortogonal L9. Las formulaciones son:
1) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 12.5 % HM, **2)** rPP/rPET/ 3 MAPP/ 12.5% HM/ 7.5% FC/ 1.25% MAPP **3)** rPP/rPET/ 3 MAPP/12.5% HM/ 15% FC/ 2.5% MAPP, **4)** rPP/rPET/ 3 MAPP/ 25% HM/1.25% MAPP, **5)** rPP/rPET/ 3 MAPP/ 25% HM/ 7.5% FC/ 2.5% MAPP, **6)** rPP/rPET/ 3 MAPP/ 25% HM / 15% FC, **7)** rPP/rPET/ 3 MAPP/ 50% HM/ 2.5% MAPP **8)** rPP/rPET/ 3 MAPP/ 50% HM/ 7.5% FC, **9)** rPP/rPET/ 3 MAPP/ 50% HM / 15% FC/ 1.25% MAPP.

Por otro lado, se realizó el moldeo por compresión de cada uno de los extruidos a una temperatura de 190 °C. Esta temperatura fue seleccionada para evitar cualquier posibilidad de degradación tanto de la harina de madera como de la fibra de coco (pulverizada). Al observar los resultados en la Figura 4.20, se aprecia una variedad de tonalidades y aspectos en las muestras moldeadas. Algunas muestras exhiben áreas más oscuras, especialmente en la formulación 6 donde no se tiene presencia de MAPP. Estas áreas más oscuras pueden ser indicativas de la presencia de concentraciones de esfuerzos que pueden provocar la propagación de la fractura a través del material, esto debido a una pobre interacción mediante enlaces éster generados entre la apertura de anillo del anhídrido maleico y los grupos hidroxilo (OH) presentes en el rPET y/o puentes de hidrogeno, fuerzas de Van de Waals, interacciones

dipolo-dipolo, por parte de los grupos funcionales presentes en la harina de madera y fibra de coco (pulverizada).

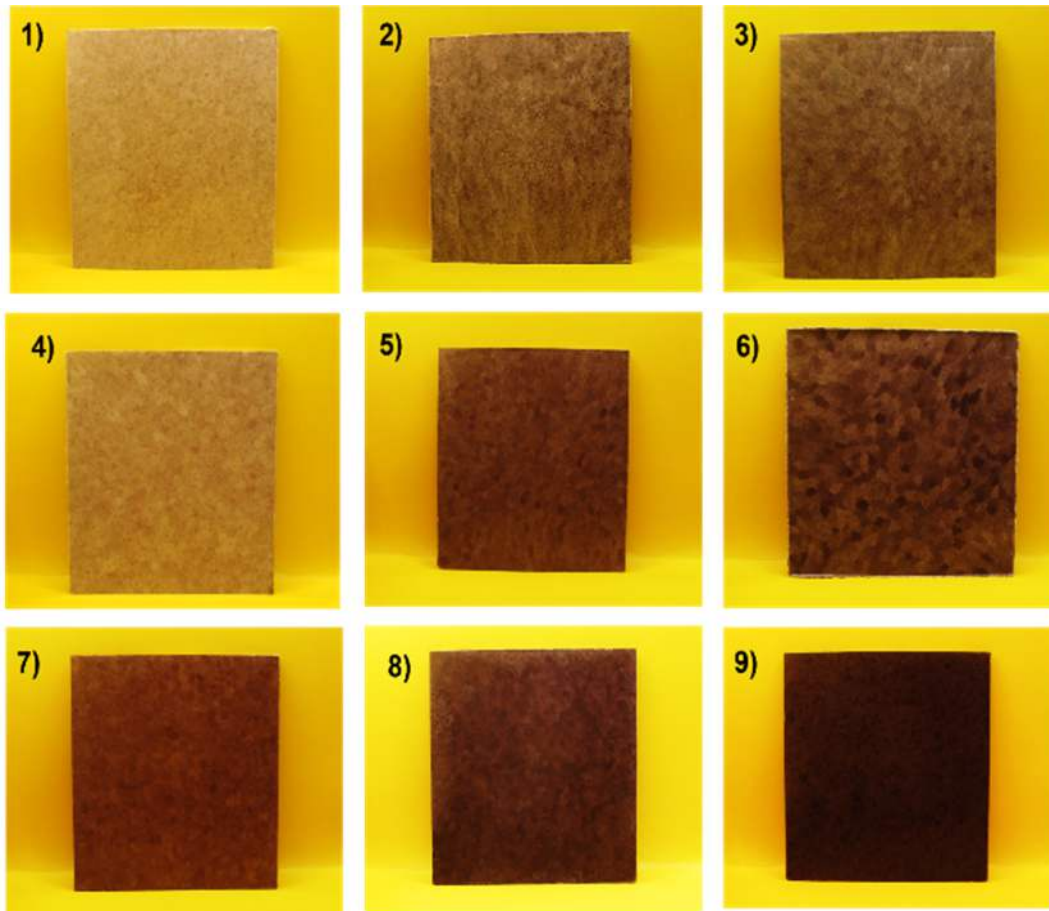


Figura 4.20. Placas de rPP/rPET/3 MAPP/FC/HM/MAPP con base al arreglo ortogonal L9. Las formulaciones son:
1) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 12.5 % HM, 2) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 12.5% HM/ 7.5% FC/ 1.25% MAPP 3) rPP/rPET/ 3 MAPP/12.5% HM/ 15% FC/ 2.5% MAPP, 4) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 25% HM/1.25% MAPP, 5) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 25% HM/ 7.5% FC/ 2.5% MAPP, 6) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 25% HM / 15% FC, 7) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 50% HM/ 2.5% MAPP 8) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 50% HM/ 7.5% FC, 9) rPP/rPET/ 3 MAPP/ 50% HM / 15% FC/ 1.25% MAPP.

4.8. Análisis estadístico de pruebas mecánicas

En el siguiente análisis estadístico se observa el desempeño mecánico de las 9 formulaciones *Tabla 3.5*. Los datos experimentales se procesaron a través del software Qualitek 4 (Método Taguchi) mediante el análisis estándar y bajo el criterio de calidad “mayor es mejor”. El software automatiza la elección de la matriz, asigna factores a las columnas y lleva a cabo el análisis del efecto principal, análisis de la varianza y la determinación de la corrida óptima.

En las tablas de análisis estándar, se detallan los promedios de cada formulación experimental para cada prueba de tensión y flexión. Estos promedios proporcionan una visión general de cómo cada formulación se desempeñó en las pruebas.

Por otro lado, en las figuras se ilustra la influencia de cada factor sobre el rendimiento en tensión y flexión, utilizando los promedios de los datos experimentales. La línea punteada en cada gráfico representa el promedio general obtenido a través del análisis estándar.

Los efectos principales se presentan en las Figuras, donde se representa visualmente el impacto de cada factor y su nivel en la prueba correspondiente. Esto ayuda a identificar cuales factores tienen una influencia significativa en el rendimiento.

Además, el análisis de varianza (Anova) proporciona una medida cuantitativa de la influencia de cada factor individualmente. Este análisis ayuda a entender mejor cómo cada factor contribuye al resultado global y cuantifica su impacto en el rendimiento final [39].

4.8.1. Resistencia mecánica a tensión

La *Figura 4.21* presenta los resultados promedio de la resistencia mecánica a tensión para cada formulación, posteriormente estos valores fueron sometidos a un análisis estándar y bajo el criterio de calidad "mayor es mejor", utilizando la metodología de diseño experimental de método Taguchi, que es ampliamente reconocida en la optimización de procesos industriales. Además, los estándares de la industria, como ASTM D638, también implica que una mayor resistencia a la tensión generalmente se interpreta como una mejor calidad del material para aplicaciones que requiere resistencia mecánica.

De acuerdo con los resultados, se observa que la resistencia mecánica a la tensión por parte de la formulación 1, que es aquella que solo contiene la mezcla 70/30 rPP/rPET y harina de madera, funciona como la formulación de control. Esta formulación tiene un promedio de 15.7 ± 1.43 (MPa). Las formulaciones del desarrollo experimental que presentan valores significativamente más altos que el valor promedio de la formulación control son la número 2 (17.9 ± 0.701 MPa), 4 (18.3 ± 0.316 MP) y 5 (18.3 ± 0.786 MPa). Esto indica una mayor capacidad de soportar las fuerzas a tensión antes de fallar en comparación con las demás.

Estos resultados son similares a los obtenidos por Gozdecki, [40] que reporta un valor de 16.6 MPa para compuestos del PP/Madera considerando el tamaño de partícula de 1.9 mm de

harina de madera con respecto a los 2 mm utilizados en este estudio. Por otro lado, Robert Vardai y cols [29] presentan un valor por encima de los 30 MPa en compuestos del PP/PET/Madera/MAPP haciendo mención que la mayor resistencia se consigue con la combinación de la harina de madera con un agente de acoplamiento, en este caso MAPP.

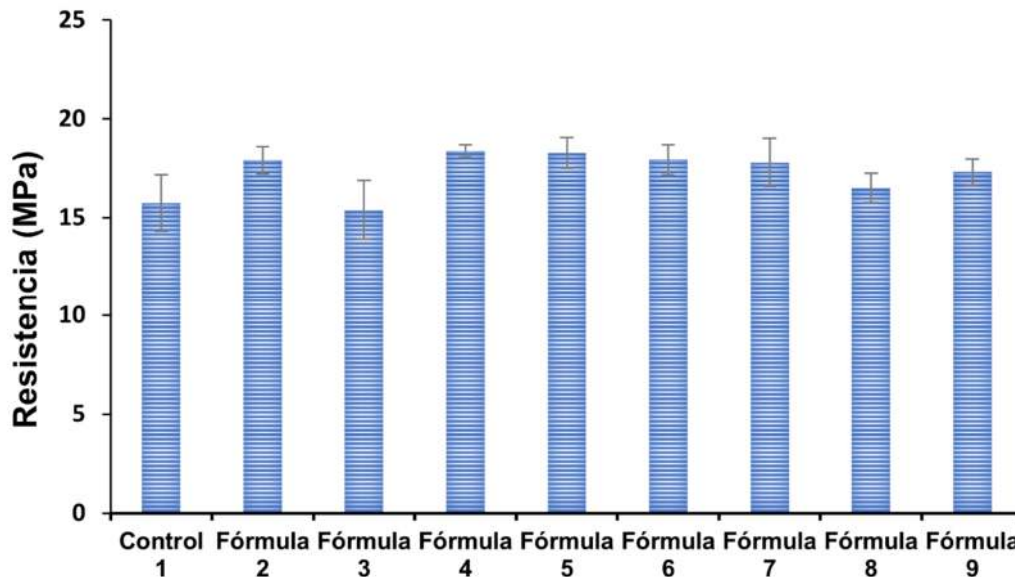


Figura 4.21. Resultados promedio obtenidos de la prueba de resistencia mecánica a tensión (MPa).

La *Figura 4.22* presenta una gráfica que expone los efectos de los factores principales, así como el análisis de varianza. En el análisis anova (*Figura 4.23*) se puede apreciar que el factor que tiene mayor influencia (mayor importancia) en la prueba de tensión es el contenido de harina de madera. La contribución significativa del "error estadístico" sugiere que las variaciones observadas en la resistencia a la tensión no se deben a los factores experimentales controlados (harina de madera, agente de acoplamiento y fibra de coco pulverizada) sino a variaciones inherentes al proceso o a la medición. Esto significa que, desde un punto de vista estadístico, estos factores no influyeron de manera significativa en la resistencia a la tensión del material probado. Esto se debió posiblemente a que durante el procesamiento de las mezclas rPP/rPET con la HM y la FC, los sitios activos libres por parte del MA presente en la superficie de las microfibras de rPET generaron una competencia entre los grupos funcionales presentes en la fibra de coco pulverizada y la harina de madera tal que hubo mayor interacción con la harina de madera. En estudios de rPP con fibras de henequén y FC realizados por Dzul Ariana y cols.[14] se encontró que el porcentaje de fibra de coco de 0- 5% incrementa la resistencia a

la tensión, sin embargo, en este estudio al aumentar por arriba del 7.5% la resistencia decae, efecto muy similar en MAPP a partir de 1.25%.

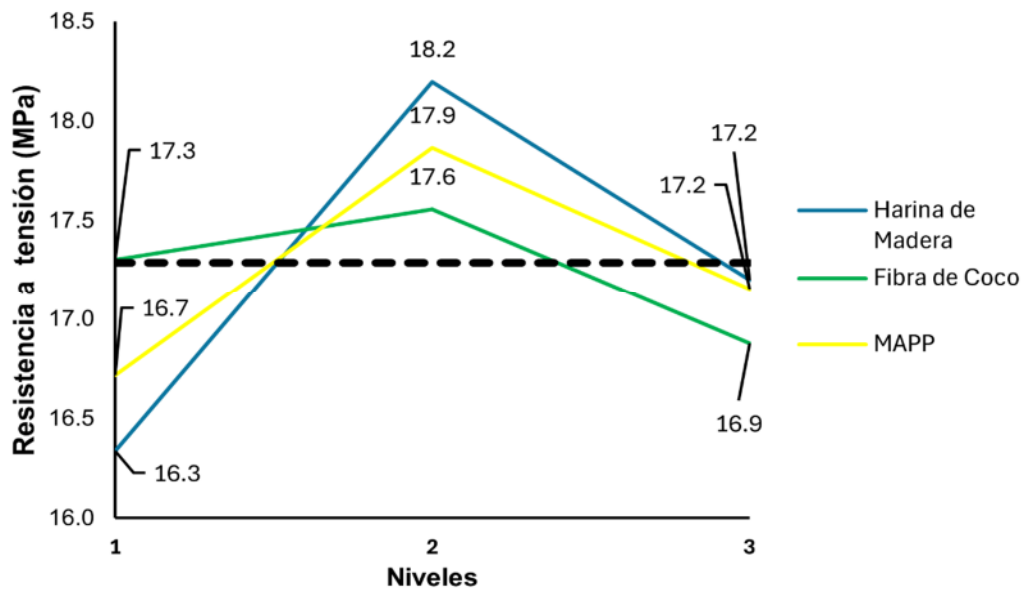


Figura 4.22. Efecto promedio de los factores individuales sobre la resistencia a tensión en diferentes niveles.

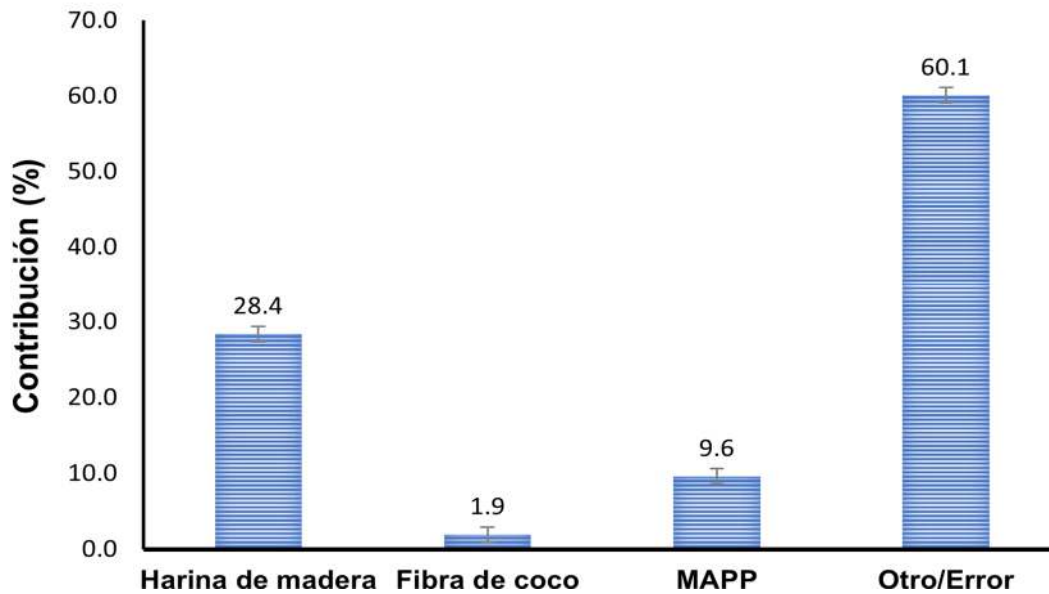


Figura 4.23. Análisis de varianza (Anova), dado como la contribución (%) de cada uno de los tres factores estudiados sobre el valor promedio de la resistencia a la tensión.

4.8.2. Elongación a rompimiento.

En la *Figura 4.24* se presentan los resultados promedio de la elongación al rompimiento para cada formulación. Posteriormente, estos valores fueron sometido a un análisis estándar bajo el criterio de calidad "menor es mejor".

De acuerdo con los resultados, se observa que la elongación por parte la formulación I-control tiene un promedio de 3.01 ± 0.348 (%). Las formulaciones que presentan los valores más bajos que el promedio de la formulación I-control son la formulación número 7 (2.37 ± 0.280 %), 8 (1.95 ± 0.177 %) y 9 (2.18 ± 0.178 %). Esto sugiere que estas formulaciones tienen una mayor capacidad de soportar las fuerzas a tensión antes de fallar en comparación con las demás. Lo que indica una mayor rigidez y resistencia a la deformación.

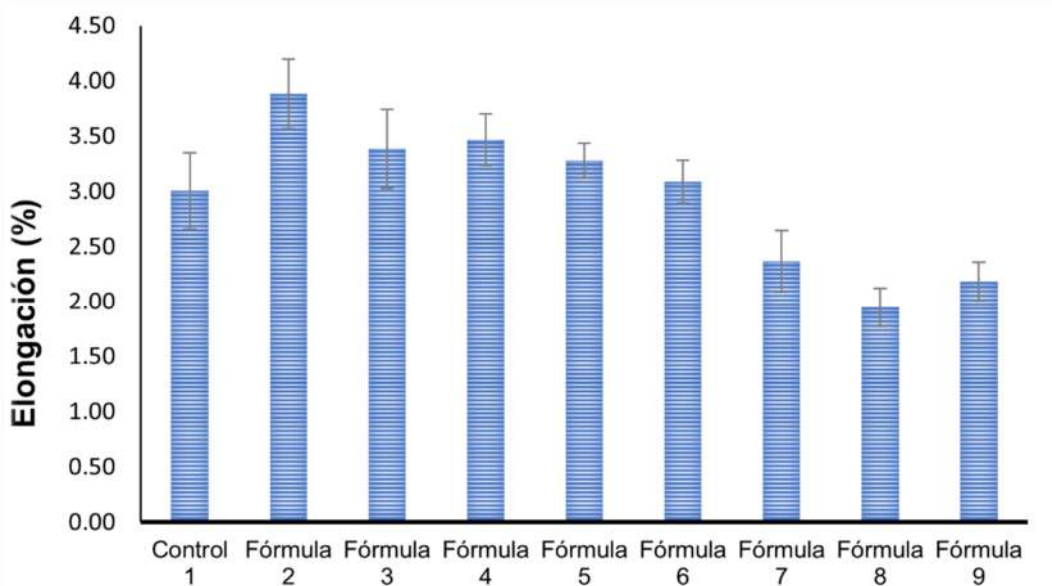


Figura 4.24. Resultados promedio obtenidos de la prueba de tensión.

En la *Figura 4.25*, se observa cómo afecta las variables estudiadas a la deformación. Se observa que, la harina de madera en su nivel 2, con una concentración del 25% en peso produce el mayor valor de elongación, el cual va disminuyendo al aumentar su contenido. Este fenómeno puede atribuirse al comportamiento del material cuando se somete a tensiones, donde la matriz de polipropileno reciclado (rPP) redistribuye la carga hasta su fluencia. En consecuencia, al contener una menor cantidad de matriz y un mayor contenido de harina de madera, esta última comienza a soportar la carga de manera más temprana, provocando una

falla prematura y, por ende, una reducción en el porcentaje de elongación. Resultados similares son reportados por Dairi y cols; Várdai y cols. [7], [29].

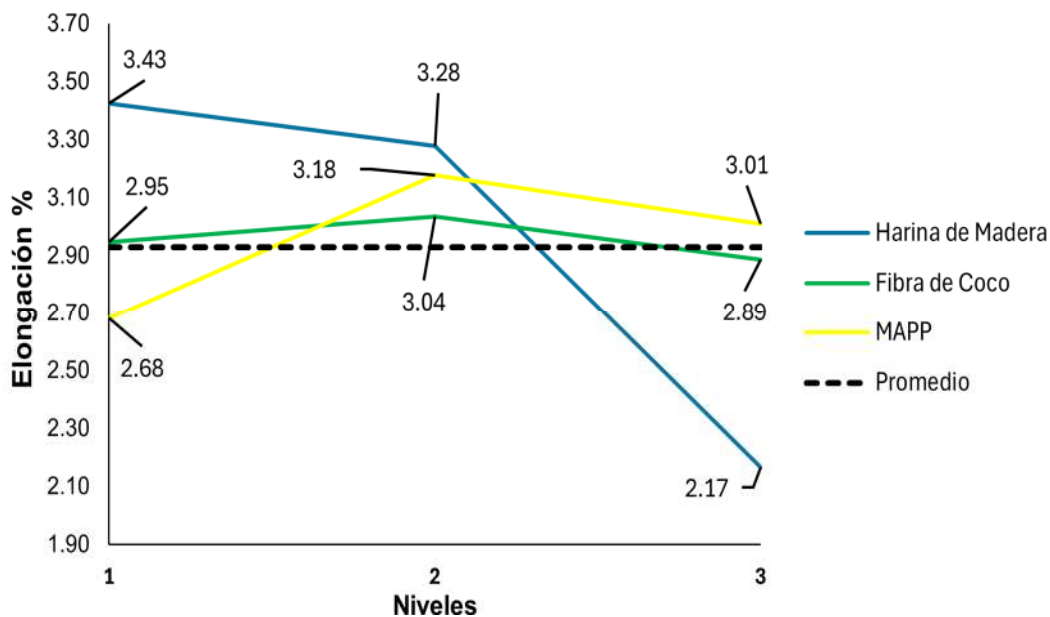


Figura 4.25. Efecto promedio de los factores individuales sobre la elongación (%) en diferentes niveles.

Al observar el factor de la fibra de coco (*Figura 4.25*) se observa que el efecto es despreciable debido a que no existe mayor variación respecto al promedio, en cambio la presencia del agente de acoplamiento MAPP tiene un efecto positivo hasta el nivel 3 dado que permanece por encima del promedio sugiriendo que este es la concentración óptima del MAPP para el sistema analizado.

En el análisis Anova (*Figura 4.26*) se aprecia el factor que tiene mayor influencia en la prueba es la harina de madera con un 72.2 % de contribución, mientras que por parte de FC y el MAPP no son significativas estadísticamente, ya que son menores de la contribución del valor del error experimental. Esto puede deberse a la competencia entre los grupos funcionales presentes en la fibra de coco pulverizada y la harina de madera por la interacción de los grupos funcionales por parte del MA presente en la superficie de las microfibras de rPET.

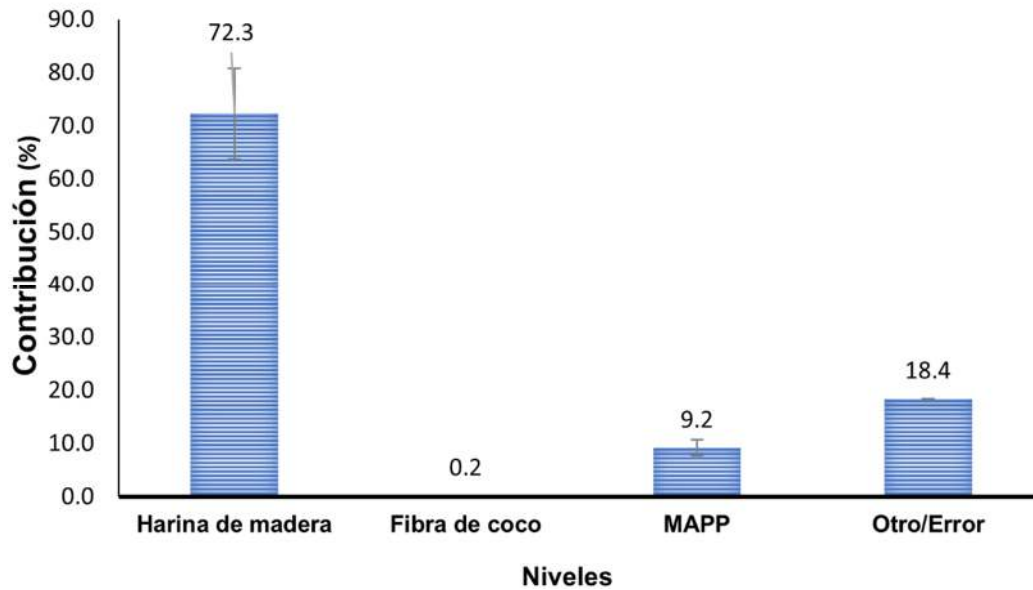


Figura 4.26. Análisis de varianza (Anova), dado como la contribución (%) de cada uno de los tres factores estudiados sobre el valor promedio de la elongación al rompimiento.

4.8.3. Módulo de Young

La *Figura 4.27* se presentan los resultados promedio del módulo de Young para cada formulación. Posteriormente, estos valores fueron sometidos a un análisis estándar y bajo el criterio de calidad "mayor es mejor".

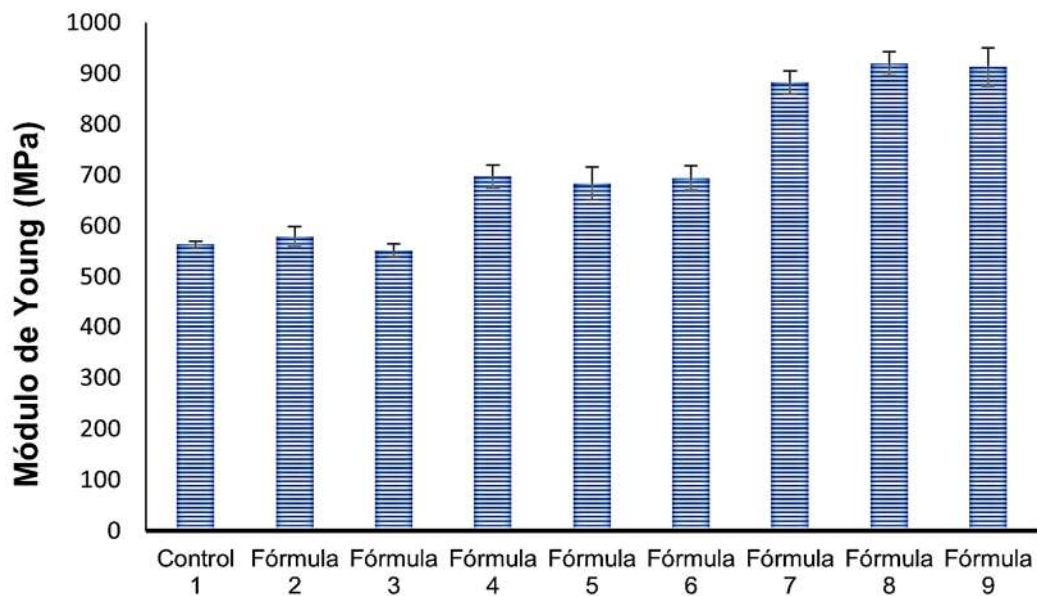


Figura 4.27. Resultados promedio obtenidos de Módulo de Young (MPa).

De acuerdo con los datos la formulación control tiene un módulo de Young promedio de aproximadamente 563 ± 6.64 MPa. A partir de ello, se puede observar que las formulaciones 7,8,9 tienen los módulos más altos en comparación con los demás. Lo que indica mayor rigidez y resistencia a la deformación, mientras que las formulaciones 2 y 3 podrían ser una opción intermedia, y las formulaciones 4, 5 y 6 podrían ofrecer una rigidez moderada. Esto ha sido reportado por Dairi y cols. [7] en donde menciona que la incorporación de harina de madera en la matriz polimérica reduce la movilidad de la matriz, lo que provoca la rigidez del compuesto obteniendo valores de 1,13, 1,35 y 2,03 GPa para los materiales compuestos que contienen respectivamente 10%, 20% y 30% de harina de madera. En consecuencia, el módulo de Young de los materiales compuestos aumenta con el incremento del contenido de relleno.

En la figura 4.28 se presentan como afectan los factores y niveles en el módulo de Young. Se observa que la harina de madera en su nivel 3 (50% en peso) produce el mayor módulo de Young, pudiéndose considerar a este nivel como el óptimo. Por otro lado, la influencia de la fibra de coco y MAPP se consideran no significativos debido a que no existe mayor variación respecto al promedio, es decir su contribución individual es muy baja.

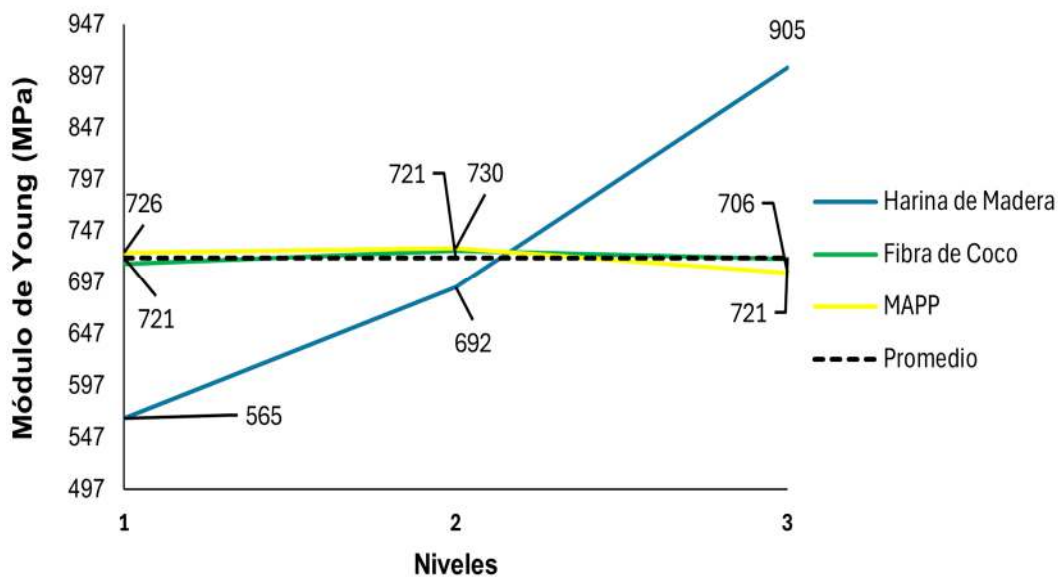


Figura 4.28. Efecto promedio de los factores individuales sobre el módulo de Young en diferentes niveles.

En el análisis Anova (Figura 4.29) se aprecia que el único factor que contribuye estadísticamente al Módulo de Young con un valor de 96.8% es la harina de madera dado las contribuciones de los otros factores fueron menores al valor del error estadístico; donde en la

Figura 4.32 se observó que al aumentar el contenido de harina de madera se incrementa este valor. Esto puede deberse a que la matriz del material compuesto rPP puede interactuar mecánicamente a la harina de madera, lo que mejora la transferencia de carga entre la matriz y el relleno de esta forma fortalecer la unión entre la harina de madera y la matriz rPP, lo que aumenta la rigidez y la resistencia del material eso de acuerdo con lo reportado por Dairi y cols. [7] que hace mención sobre el factor que afecta a las propiedades mecánicas es la adhesión que existe entre la harina de madera y matriz.

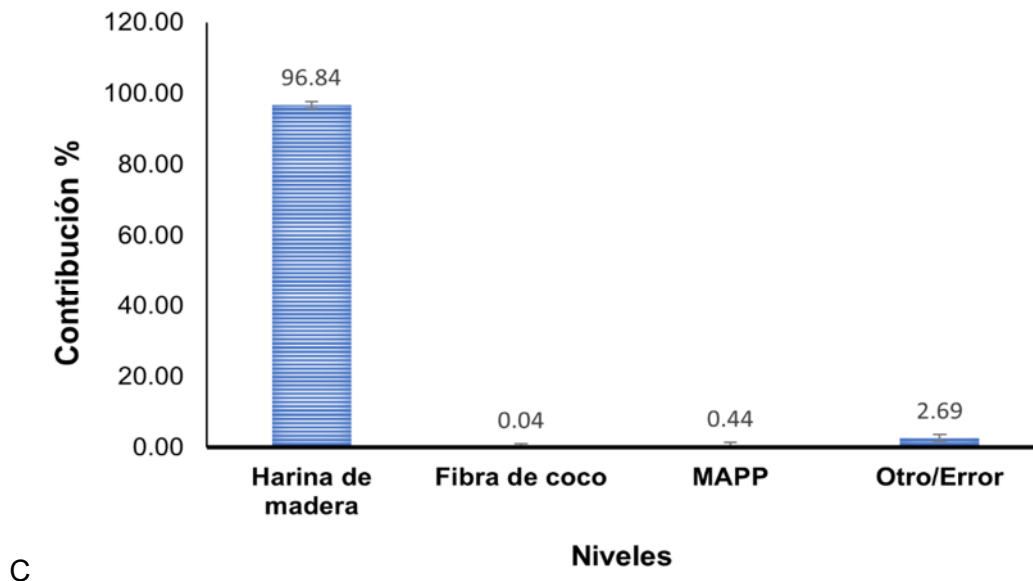


Figura 4.29. Análisis de varianza (Anova), dado como la contribución (%) de cada uno de los tres factores estudiados sobre el valor promedio del Módulo de Young (MPa).

4.8.4. Resistencia a la flexión

En la Figura 4.30 se exponen los promedios obtenidos de la resistencia a flexión para cada corrida experimental, posteriormente estos valores fueron sometidos a un análisis estándar y bajo el criterio de calidad "mayor es mejor".

Los resultados muestran que la fórmula 4 tiene la mayor resistencia a la flexión con un promedio de 42.8 ± 3.79 MPa. Esto indica que esta fórmula soporta las mayores fuerzas antes de fallar, teniendo mayor resistencia a la deformación; la fórmula 7 le sigue con un valor de 38.9 MPa. En comparación con estudios previos de reportados por Gozdecki [40] que muestran una resistencia a la flexión de 36 MPa para compuestos del PP con 30% de contenido de madera, por lo que la adición de rPET y fibra de coco demuestra una mejora significativa de las

propiedades a flexión. Esto se logra mediante la reacción de los grupos anhídrido con los grupos hidroxilo de la fibra de coco y los grupos carboxilo o hidroxilo presentes en la superficie del PET.

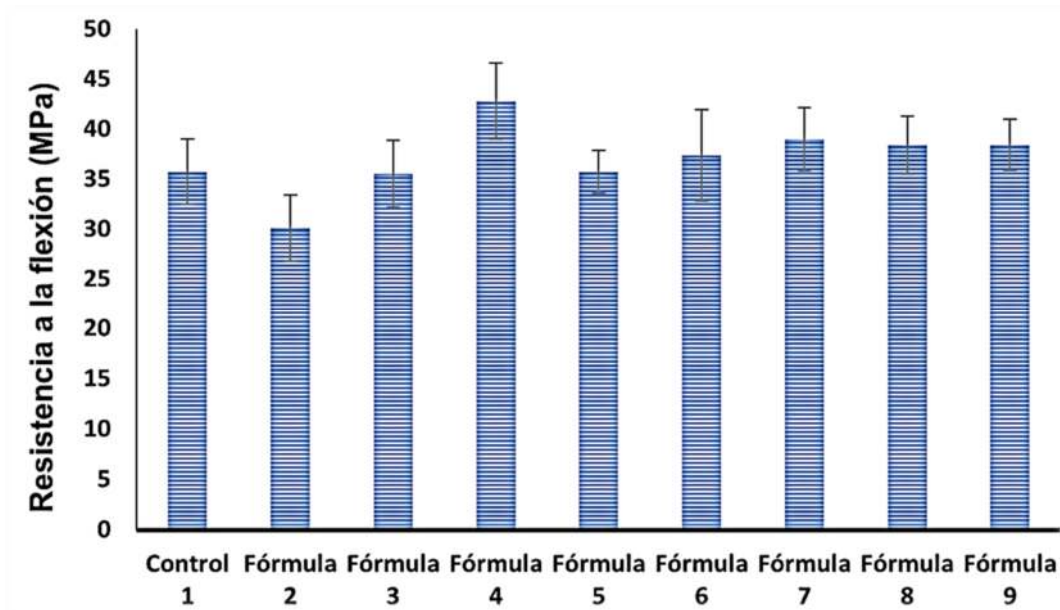


Figura 4.30. Resultados promedio obtenidos de la prueba de resistencia a la flexión (MPa).

En la *Figura 4.31* se observa como los factores afectan y niveles tienen mayor impacto en la resistencia a la flexión. Se observa que la harina de madera en el nivel 2 de un 25% en peso presenta un valor alto de resistencia a la flexión, mientras que la inclusión de fibra de coco (pulverizada) nivel 2 y 3 la reduce. Por otro lado, no existe efecto del MAPP en la flexión en ningún nivel. El análisis ANOVA (*Figura 4.32*) muestra que la harina de madera tiene un mayor impacto que los otros factores, ninguno de ellos tiene un efecto estadístico respecto a la flexión, dado que sus valores fueron menores al error estadístico.

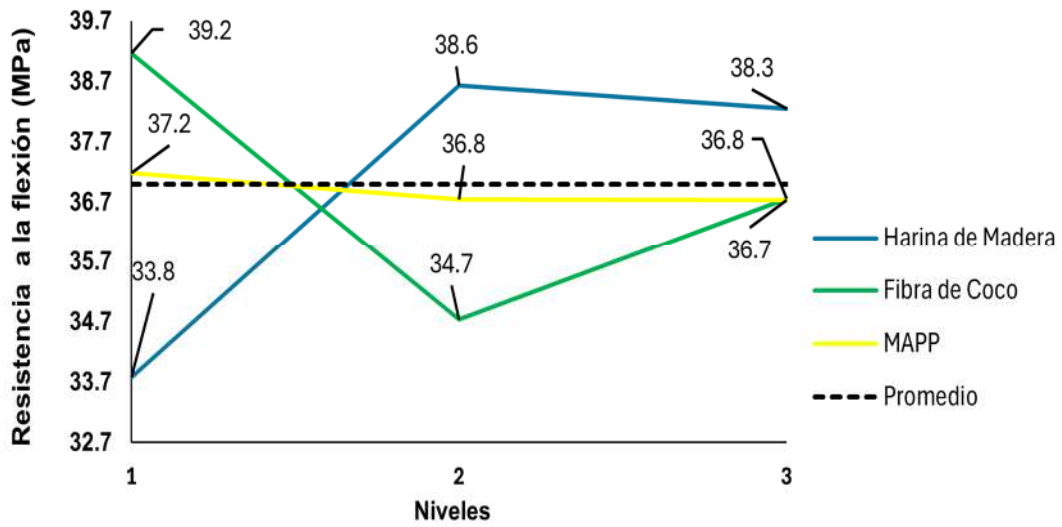


Figura 4.31. Efecto promedio de los factores individuales sobre la resistencia a la flexión a diferentes niveles.

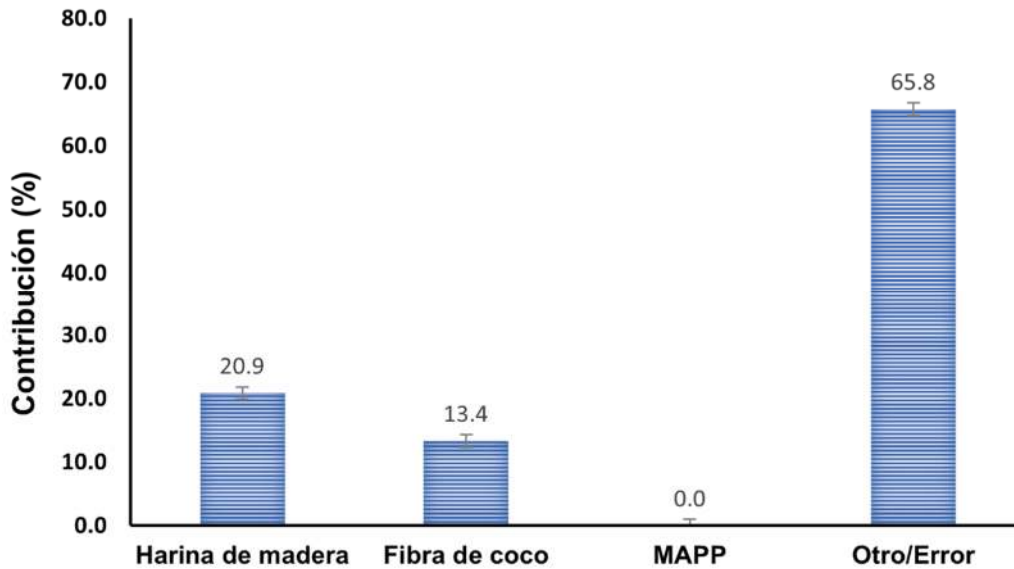


Figura 4.32. Análisis de varianza (Anova), dado como la contribución (%) de cada uno de los tres factores estudiados sobre el valor promedio de la resistencia a la flexión (MPa).

4.8.5. Deformación a la flexión

En la *Figura 4.33* se exponen los promedios obtenidos de la deformación a la flexión para cada corrida experimental. Posteriormente estos valores fueron sometidos a un análisis estándar y bajo el criterio de calidad "menor es mejor".

Los resultados muestran que la formulación el control tiene una deformación promedio de 0.0221 ± 0.00378 mm/mm. A partir de esto, se observa que la fórmula 8 muestra la menor deformación flexión con un promedio de 0.0194 ± 0.00170 mm/mm. Es decir, tiene la mayor capacidad para resistir fuerzas antes de fallar, lo que denota una mayor rigidez, seguida de la fórmula 6 que presenta un valor de 0.0218 ± 0.0231 mm/mm.

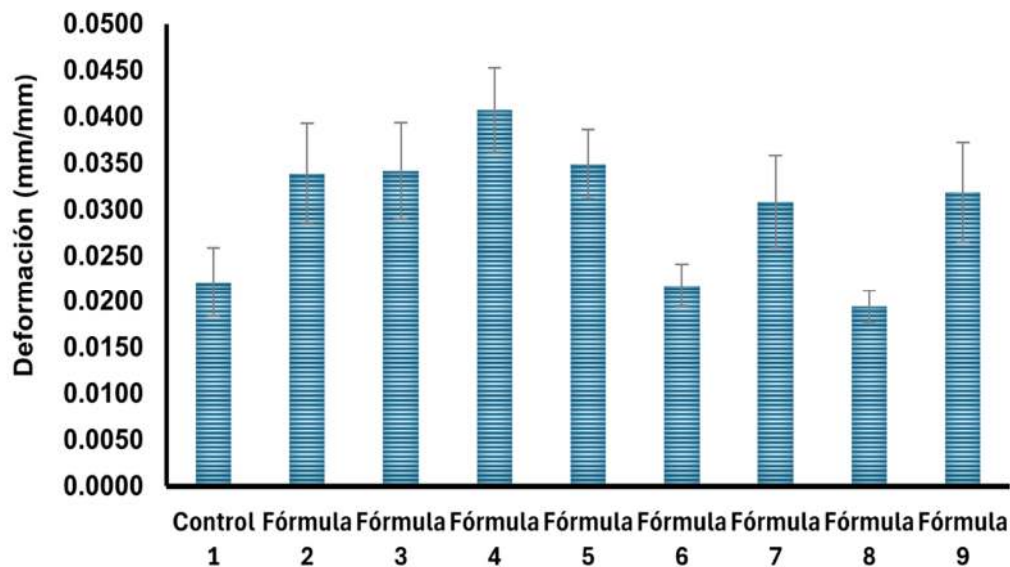


Figura 4.33. Resultados promedio obtenidos de la prueba de deformación a la flexión (mm/mm).

En la *Figura 4.34* se observa cómo afectan los factores y sus niveles la deformación a la flexión. Se observa que la harina de madera en el nivel 3 (50% en peso) presenta el menor valor que el promedio. El análisis Anova (*Figura 4.35*) muestra de igual forma que la harina de madera tiene un mayor impacto en la respuesta que los otros factores, sin embargo, ningún factor tiene contribución estadística sobre la respuesta dado que el valor del error fue mayor.

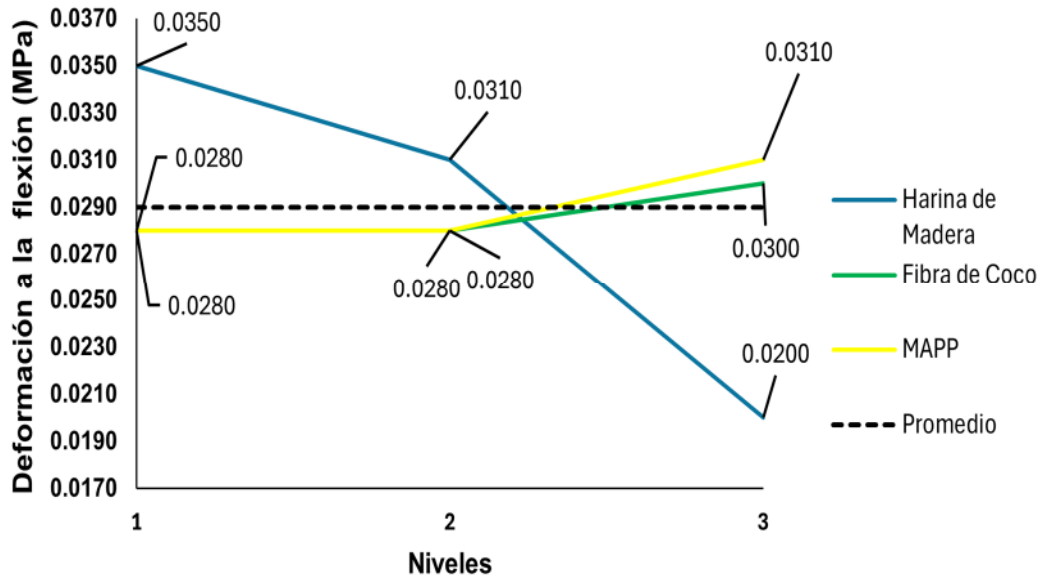


Figura 4.34. Efecto promedio de los factores individuales sobre la deformación a la flexión a diferentes niveles.

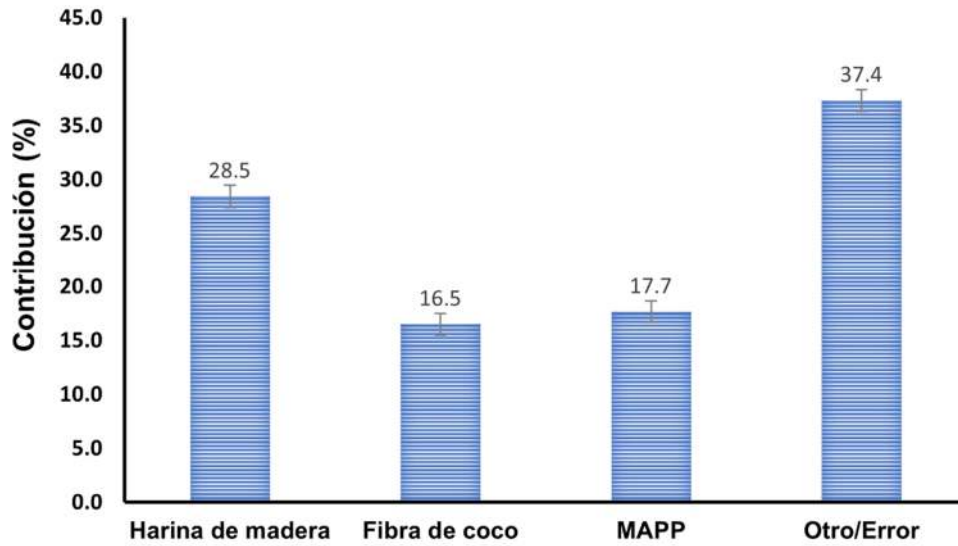


Figura 4.35. Análisis de varianza (Anova), dado como la contribución (%) de cada uno de los tres factores estudiados sobre el valor promedio de la deformación a la flexión.

4.8.6. Módulo de flexión

En la *Figura 4.36* se exponen los promedios obtenidos del módulo de flexión para cada corrida experimental. Posteriormente, estos valores fueron sometidos a un análisis estándar bajo el criterio de calidad "mayor es mejor".

De acuerdo con los resultados se muestra la formulación control presenta un valor de 1418 ± 133 MPa mientras que la fórmula 8 presenta el valor más alto en módulo de flexión con 2792 MPa. Estos resultados son similares a los reportados por Dairi y cols., [7] quien reporta valores de 1250 MPa, 1400 MPa con 20 y 30% de contenido de madera, explicando que se debe a la adición de MAPP con un 10% que mejora la interacción entre el relleno y la matriz.

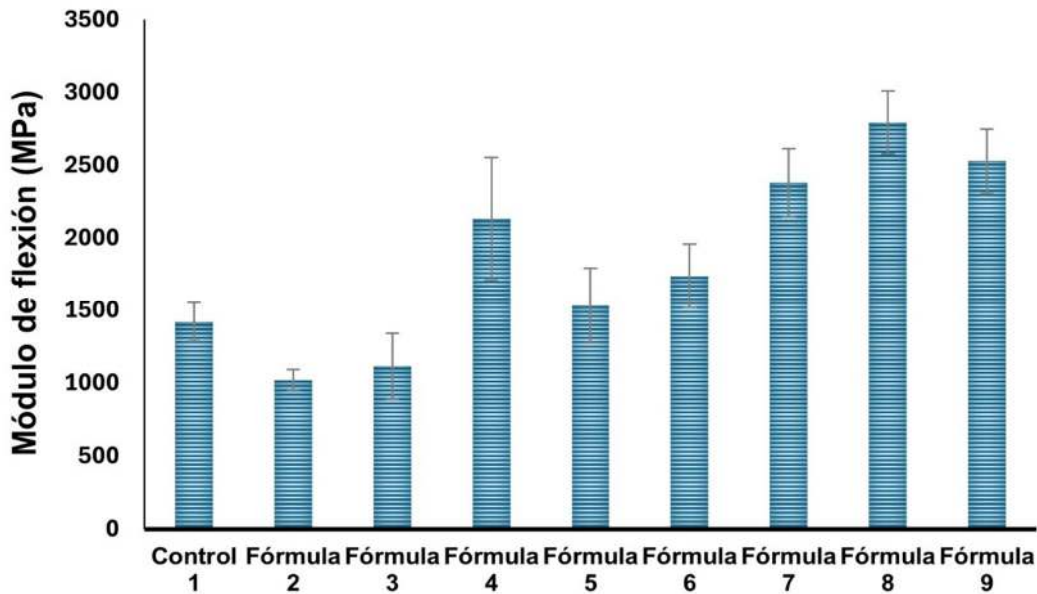


Figura 4.36. Resultados promedio obtenidos de la prueba de flexión-módulo de flexión (MPa).

En la *Figura 4.37* se muestra cómo afectan los factores al módulo de flexión. Se observa que la harina de madera en su nivel 3 genera el valor mayor al promedio estadístico, mientras que la influencia de los otros factores es marginal. En el análisis Anova (*Figura 4.38*) muestra que únicamente la harina de madera contribuye estadísticamente al valor del módulo, que como se observa en la *Figura 4.37* al aumentar el valor de su contenido el módulo de flexión se incrementa.

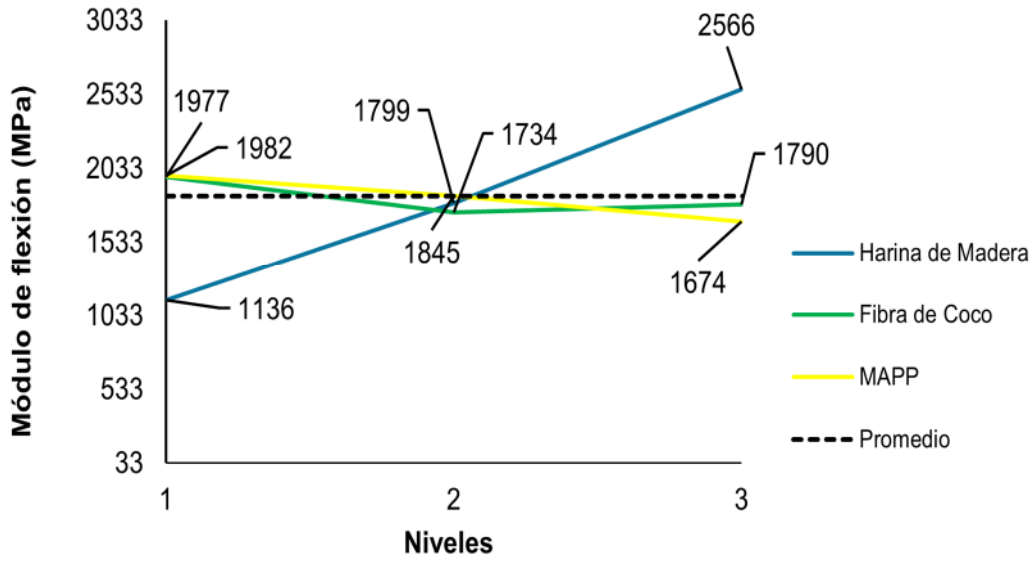


Figura 4.37. Efecto promedio de los factores individuales sobre el módulo de flexión a diferentes niveles.

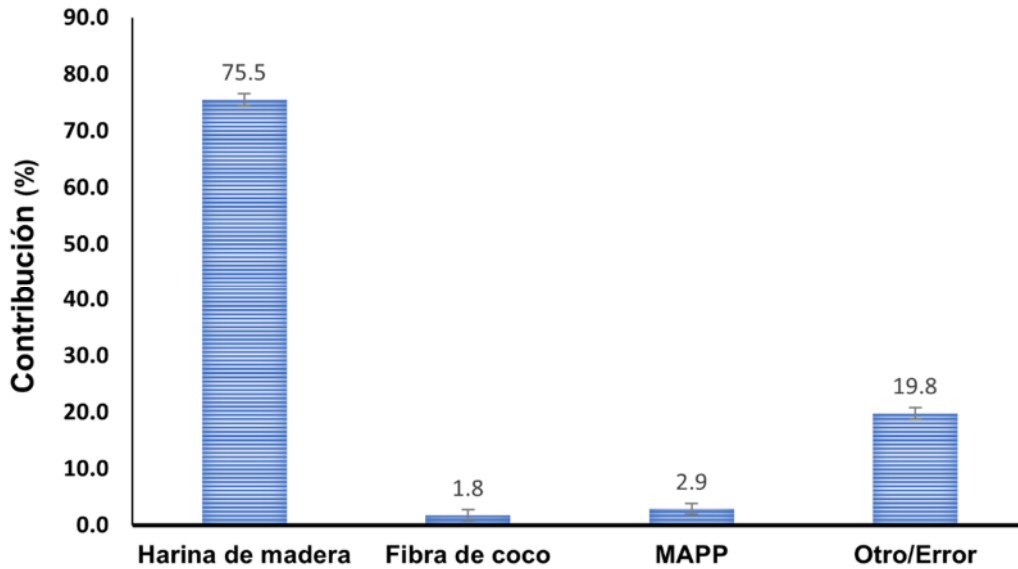


Figura 4.38. Análisis de varianza (Anova), dado como la contribución (%) de cada uno de los tres factores estudiados sobre el valor promedio del módulo de flexión.

4.9. Microscopía electrónica de barrido de las muestras de rPP/rPET/3 MAPP/HM/FC/MAPP con base al arreglo ortogonal L9.

La *Figura 4.39* ilustra la morfología de la formulación control formado por microfibras de 70/30 rPP/rPET con 3 pcr de MAPP y 12.5% en peso de harina de madera. En las imágenes (a) y (b), los vacíos, indicados por círculos rojos, muestran la ausencia de una interfaz clara entre las microfibras de rPP/rPET/3 MAPP y la harina de madera, tal como se describe en el estudio de Dairi, B.[7]. Las flechas azules señalan la presencia de las microfibras, mientras que la harina de madera se destaca dentro de un recuadro rojo. En la imagen (c), también señalada con flechas azules, se puede observar la deformación de la matriz rPP. Estas micrografías fueron tomadas de la zona de falla resultante de las pruebas de tensión.

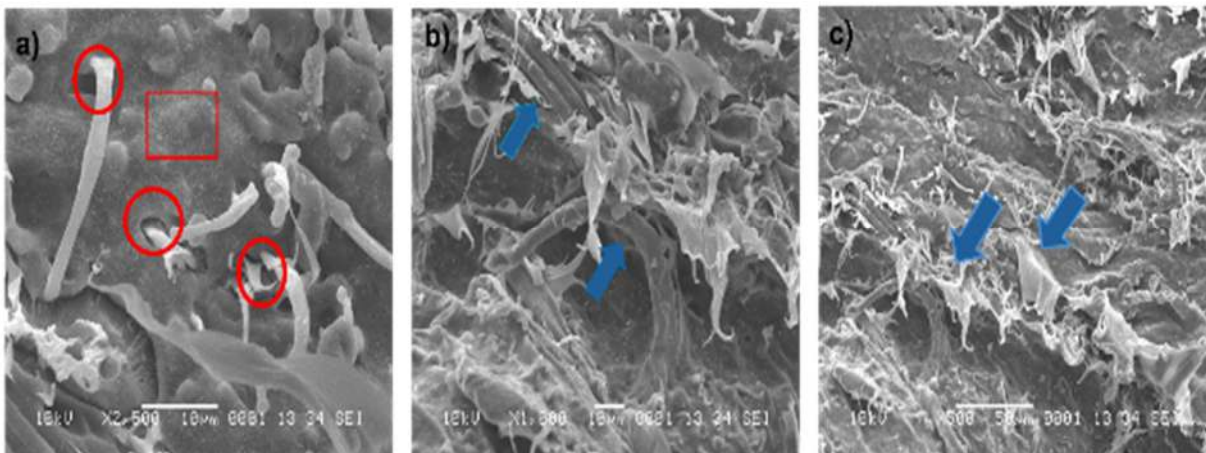


Figura 4.39. Micrografías de formulación 1; a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.

La *Figura 4.40* exhibe la morfología de la formulación 2 que contiene las microfibras de 70/30 rPP/rPET con 3 pcr de MAPP con un 12.5% en peso de harina de madera, 7.5% en peso de fibra de coco y 1.25% en peso de MAPP. Se puede observar en la imagen (a) indicada por las flechas azules una estructura conformada por harina de madera y fibra de coco probablemente embebidas en la matriz polimérica de rPP así como en la imagen (b) la presencia de una microfibra de rPP/rPET/ 3 MAPP. En esta formulación se puede notar que existe una adherencia entre las microfibras y la harina de madera asegurando la transferencia de carga por parte de la matriz de rPP presente como en la imagen (c) por la presencia de los agentes de acoplamiento que reducen la cantidad de fibras extraídas o fracturadas como se observa en la imagen b) por la interacción física de la parte no polar de la lignina con el polipropileno, la

interacción de la parte polar del grupo éster de las superficies de las microfibras de rPET con la parte polar de la lignina, y la parte polar de la celulosa perteneciente a la harina de madera.

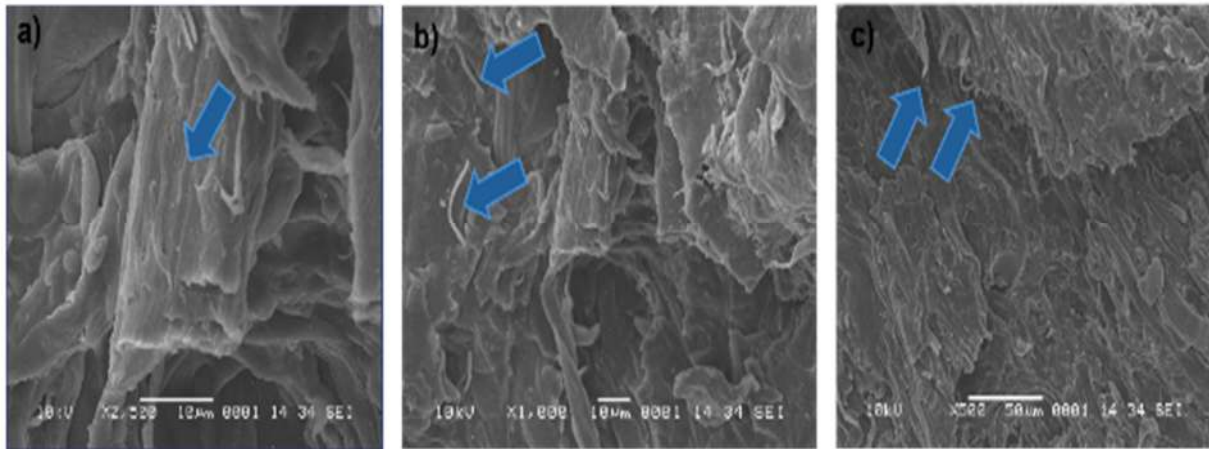


Figura 4.40. Micrografías de formulación 2; a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.

La *Figura 4.41* muestra la morfología de la formulación 3, compuesta por microfibras de 70/30 rPP/rPET con 3 pcr de MAPP, 12.5% en peso de harina de madera, 15% en peso de fibra de coco y 2.5% en peso de MAPP. En esta formulación, se observa una adherencia entre las microfibras y la harina de madera, indicada por flechas azules en la imagen (b) Sin embargo, también se detectan aglomeraciones en ciertos lugares, resaltadas con un recuadro rojo en la imagen (c) que pueden originar puntos de fractura, como se muestra en la imagen (a) también marcada con un recuadro rojo.

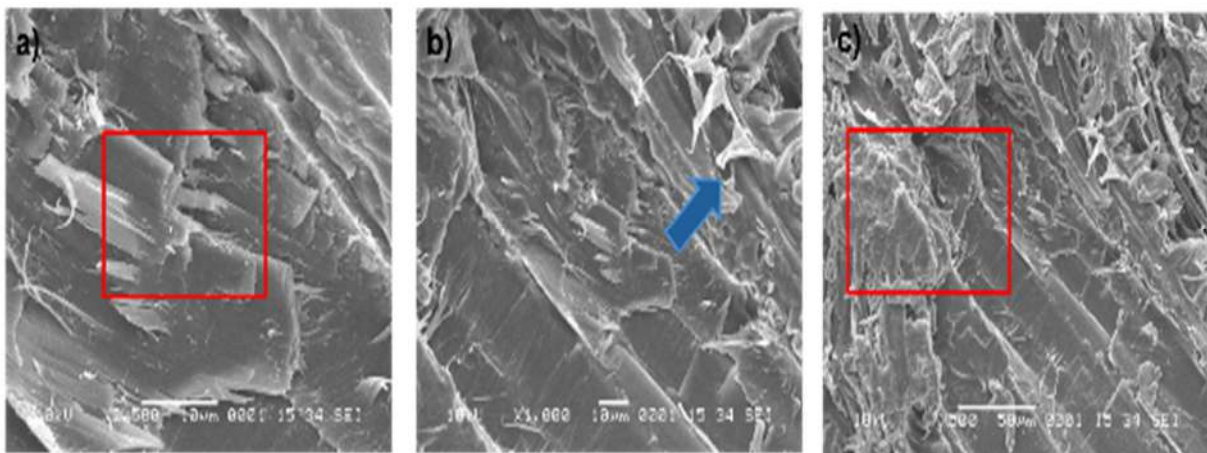


Figura 4.41. Micrografías de formulación 3, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.

La *Figura 4.42* exhibe la morfología de la formulación 4 que contiene las microfibras de 70/30 rPP/rPET con 3 pcr de MAPP con un 25% en peso de harina de madera, 0% en peso de fibra de coco y 1.25% en peso de MAPP. En esta formulación indicado con las flechas azules se puede notar en la imagen (a) que no existe una adherencia entre las microfibras y la harina de madera, por lo que se aprecia únicamente la presencia de microfibras y matriz polimérica de rPP en la imagen (b) y (c) en recuadros rojos. Esto nos habla de una pobre interacción química entre ellos, posiblemente por no contener la fibra de coco (pulverizada).

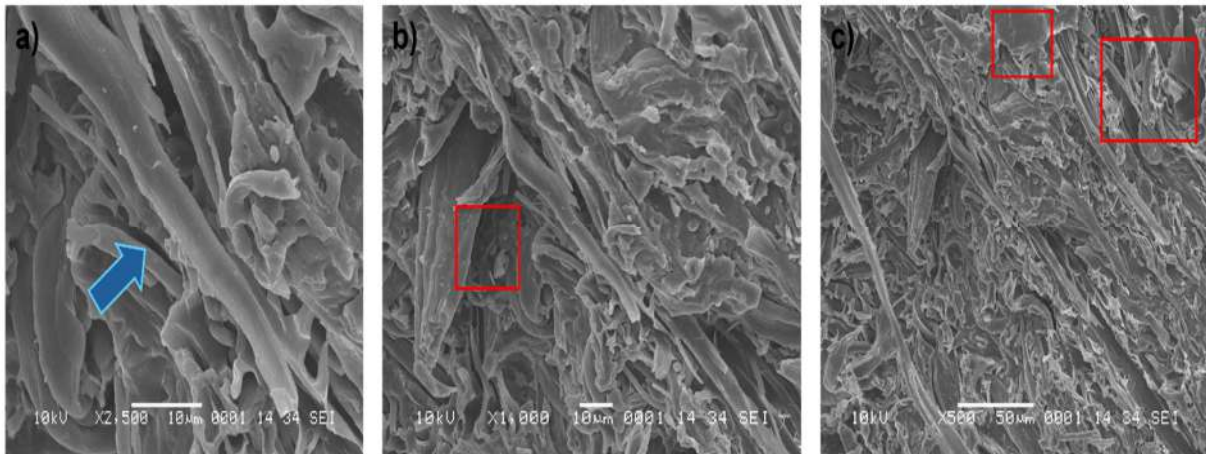


Figura 4.42. Micrografías de formulación 4, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.

La *Figura 4.43* exhibe la morfología de la formulación 5 que contiene las microfibras de 70/30 rPP/rPET con 3 pcr de MAPP con un 25% en peso de harina de madera, 7.5% en peso de fibra de coco y 2.5% en peso de MAPP. En esta formulación se puede notar especies de tabloides sobrepuestos, indicado por recuadros rojos, como se muestra en la imagen (a) es decir, existe una adherencia entre las microfibras y la harina de madera por la presencia de la fibra de coco y MAPP, mejorando la resistencia y la rigidez del compuesto, permitiendo que soporte mejor las tensiones aplicadas.

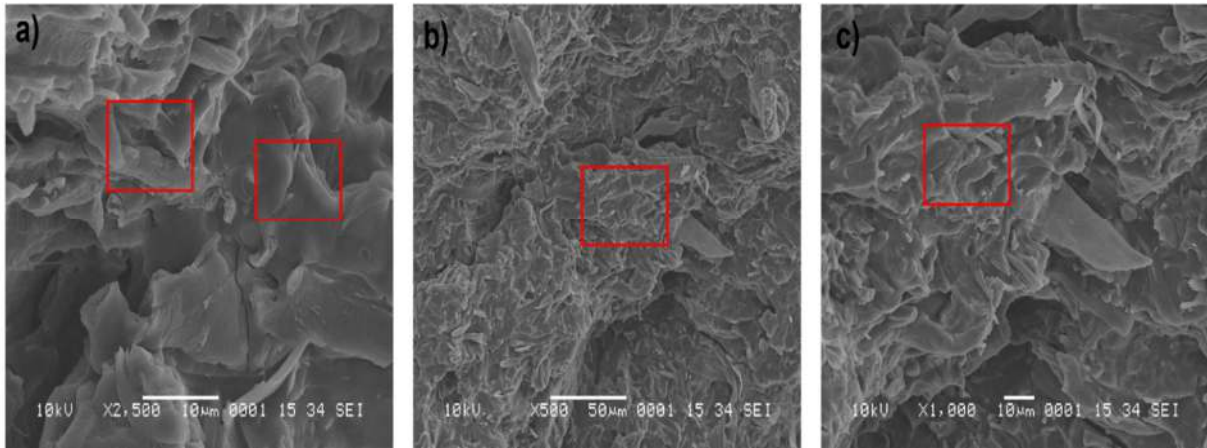


Figura 4.43. Micrografías de formulación 5, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.

La *Figura 4.44* exhibe la morfología de la formulación 6 que contiene las microfibras de 70/30 rPP/rPET con 3 pcr de MAPP con un 25% en peso de harina de madera, 15% en peso de fibra de coco y 0% en peso de MAPP. En esta formulación se puede notar que no existe una adherencia, indicado por flechas azules, como se muestra en la imagen (a) entre las microfibras y la harina de madera, por lo que se aprecia únicamente la presencia de microfibras y matriz polimérica de rPP, indicado por recuadros de color rojo. Lo que indica que la presencia de MAPP es fundamental para que exista una buena adhesión entre los componentes.

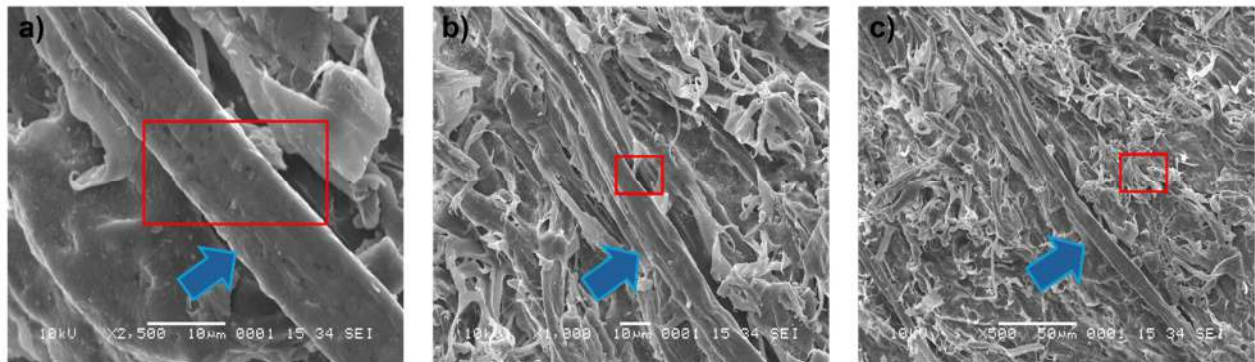


Figura 4.44. Micrografías de formulación 6, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.

La *Figura 4.45* exhibe la morfología de la formulación 7 que contiene las microfibras de 70/30 rPP/rPET con 3 pcr de MAPP con un 50% en peso de harina de madera, 0% en peso de fibra de coco y 2.5 % en peso de MAPP. En esta formulación se puede notar que existe una mejor adherencia entre las microfibras y la harina de madera gracias a la presencia de MAPP, indicado por recuadros color rojo, sin embargo, se logra ver un efecto característico en donde

surge el rompimiento de la matriz polimérica de rPP al realizarse la prueba de tensión es decir se ha deformado el material hasta llegar a la fractura.

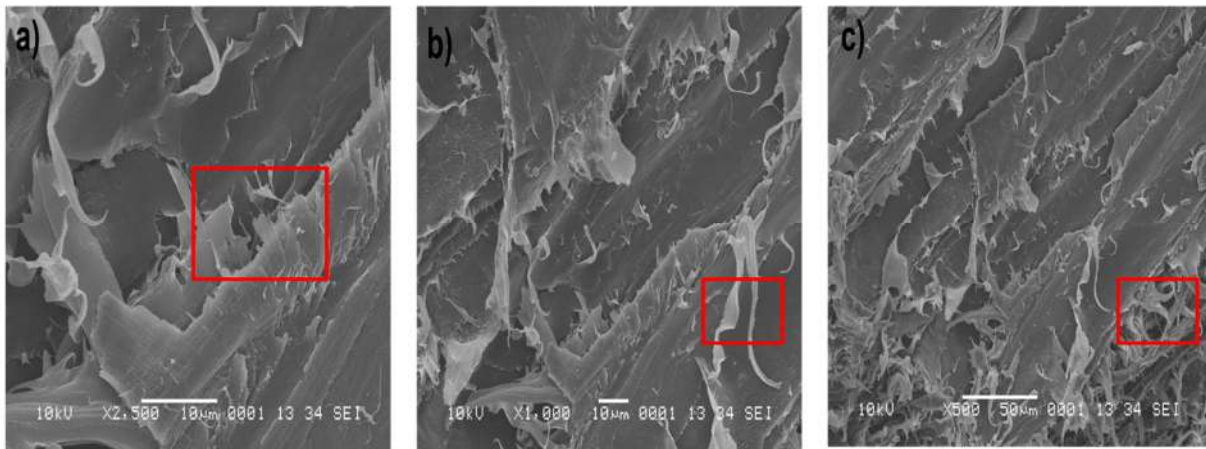


Figura 4.45. Micrografías de formulación 7, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.

La *Figura 4.46* exhibe la morfología de la formulación 8 que contiene las microfibras de 70/30 rPP/rPET con 3 pcr de MAPP con un 50% en peso de harina de madera, 7.5% en peso de fibra de coco y 0% en peso de MAPP. En esta formulación se puede notar que existe una adherencia entre las microfibras y la harina de madera por la presencia de la fibra de coco y a su vez la ausencia de MAPP, indicado por los recuadros de color rojo, que muestra la reducción de la deformación por parte de la matriz polimérica de rPP.

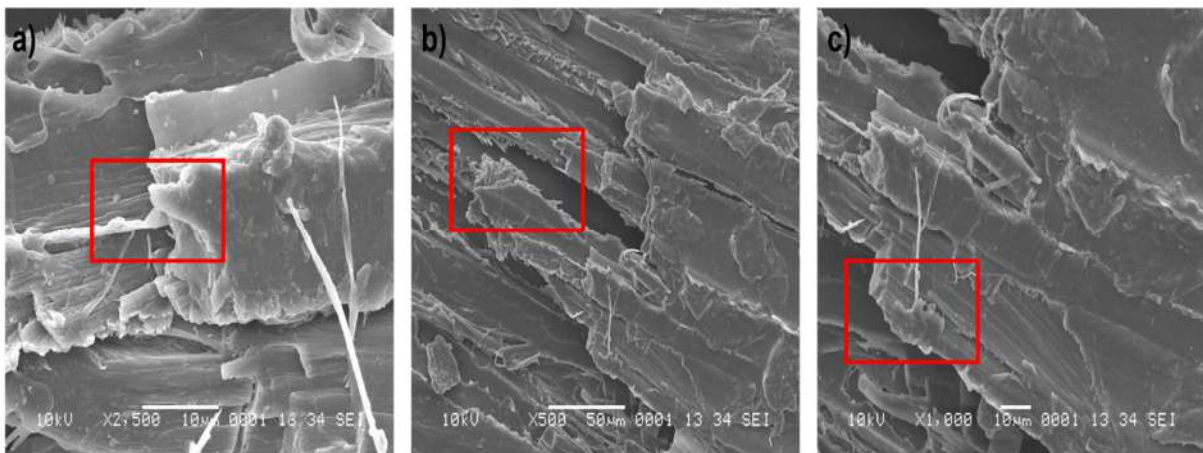


Figura 4.46. Micrografías de formulación 8, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.

La *Figura 4.47* muestra la morfología de la formulación 9, que contiene microfibras en una proporción de 70/30 de rPP/rPET, con 3 pcr de MAPP, 50% en peso de harina de madera, 15%

en peso de fibra de coco y 1.25% en peso de MAPP. En esta formulación, se observa que las microfibras de rPET embebidas en la matriz polimérica de rPP tienen un papel importante durante la prueba de tensión. Estas microfibras contribuyen significativamente a la respuesta mecánica del material, soportando y distribuyendo las cargas aplicadas durante la prueba.

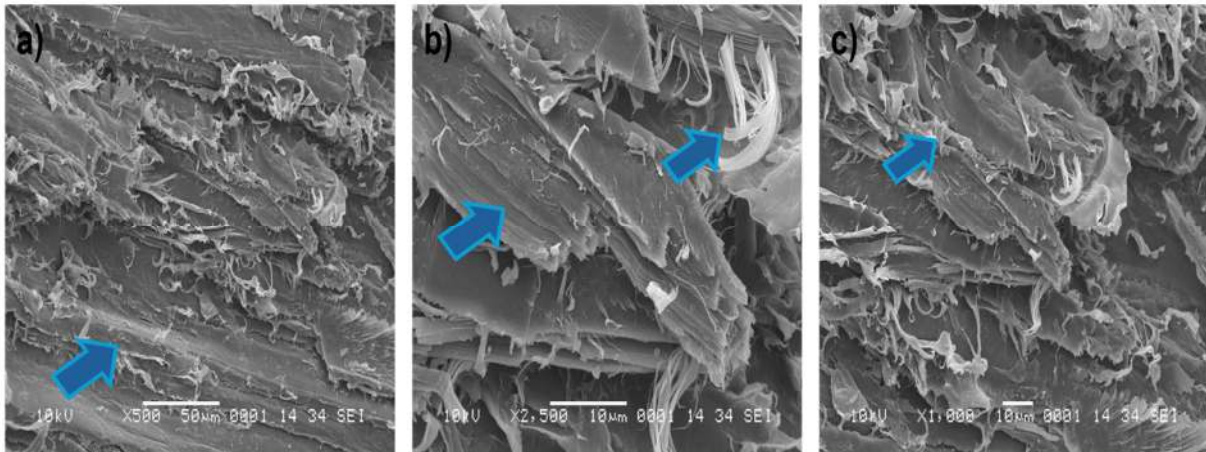


Figura 4.47. Micrografías de formulación 9, a) 2500 X; b) 1000 X; y c) 500 X.

4.10. Mecanismo propuesto para explicar interacciones y efectos en mezclas rPP/rPET 3 MAPP/HM/FC/MAPP.

Los resultados de este estudio muestran que los valores con mayores propiedades de tensión y flexión se consiguen por la combinación del refuerzo de las microfibras de rPET en la matriz de rPP, en la presencia de la harina de madera, siendo fundamental las interacciones que produjo la presencia de MAPP [29]. Mientras que el efecto de la fibra de coco no fue significativo.

En este estudio los resultados obtenidos revelan a la harina de madera como el factor más influyente en varias propiedades mecánicas estudiadas y sugiere que la harina de madera establece una afinidad química específica con la matriz polimérica, posiblemente a través de interacciones fuertes por parte de la formación de enlaces éster entre los grupos funcionales de rPET con el MAPP y la lignina (sitio con círculo amarillo) e interacciones débiles como fuerzas de Van der Waals, puentes de hidrógeno (en sitios con círculos azules), como se muestra en la *Figura 4.48*. Esta interacción fortalece la adhesión entre las fibras de madera y la matriz, mejorando así la transferencia de carga y la resistencia mecánica del material compuesto.

Específicamente, se observa una mejora significativa en la resistencia a la tensión cuando se utiliza una concentración óptima de harina de madera del 25% en peso, y una disminución al

aumentar la concentración, por lo que se infiere que la presencia de los agentes de acoplamiento de fibra de coco y MAPP con los sitios activos de las microfibras de rPP/rPET generan interacciones con la harina de madera de la siguiente forma: un 7.5% de harina de madera con el 30 % de fase PET, un 17.5 % de madera con el 70% de fase PP, que a su vez puede incorporarse al 30% de la fase de PET/3 MAPP.

Por otro lado, el MAPP interactúa con la fase de rPET/ 3 MAPP y la harina de madera, asimismo la lignina por parte de la fibra de coco fluye hacia el polipropileno (con sitios no polares, círculos verdes), lo que hace que quede esta lignina dispersa en la matriz de polipropileno, generando así que pueda interactuar con la harina de madera.

Sin embargo, se identifica una disminución en la resistencia a la tensión al aumentar el contenido de fibra de coco por encima del 7.5% en peso como nos muestra los resultados descritos por Dzul Ariana y cols [14]. Es decir, la resistencia a tensión decae al aumentar la concentración por encima del 25% en harina de madera, 7.5% en fibra de coco y un 1.25 % en MAPP dado a que ocupa mayor espacio disminuyendo la cantidad de matriz polimérica disponible para proporcionar resistencia mecánica.

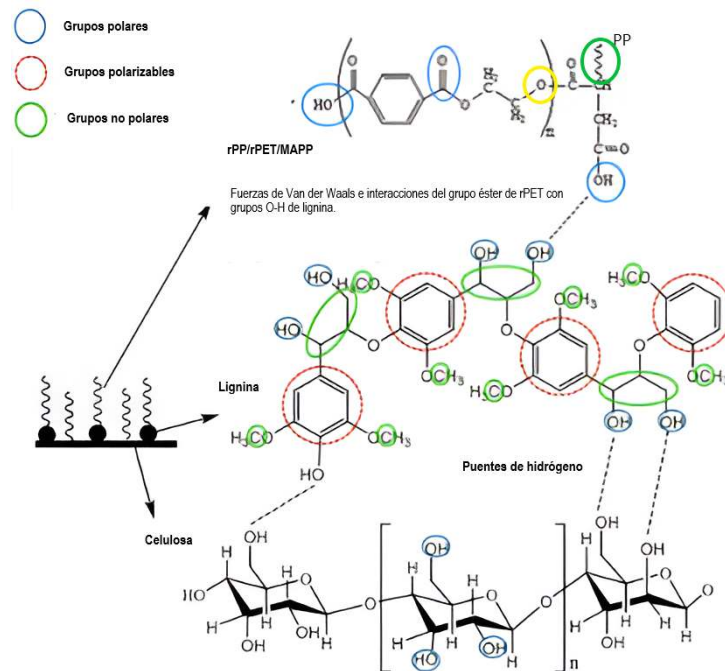


Figura 4.48. Mecanismo de reacción de PET con un grupo hidroxilo de superficie lignocelulósica. Imagen modificada a partir de [41]

Por otro lado, la fibra de coco también puede presentar grupos funcionales en su superficie (círculos azules) que podrían facilitar la adhesión con la matriz polimérica, aunque su contribución a las propiedades mecánicas parece ser menos significativa en comparación con la harina de madera. Esto sugiere que las interacciones químicas entre la fibra de coco y la matriz pueden ser menos pronunciadas en este sistema, debido a que no son interacciones fuertes como un enlace covalente entre la fibra de coco y la matriz.

CONCLUSIONES

En este estudio se obtuvieron mezclas microfibrilares de polipropileno (PP) reciclado con microfibras de poli(tereftalato de etileno) (PET) reciclado formadas *in situ*, utilizando extrusión en fundido con estiramiento en caliente a la salida del dado capilar. Estas macro y microfibras de rPET dentro de la matriz de rPP se obtuvieron tanto con y sin la presencia de un agente de acoplamiento de polipropileno injertado con anhídrido maleico (MAPP).

Las macrofibras rPET tuvieron un diámetro promedio de 64 μm , compuestas a su vez por múltiples microfibras con un diámetro promedio de 8 μm . La presencia de MAPP produjo que los diámetros de las microfibras rPET fueran menores.

La producción del cordón extruido y su estiramiento en caliente a filamento permite la formación de macrofibras de rPET debido a los esfuerzos cortantes inducidos por la matriz polimérica de rPP, con una viscosidad mayor. La continua fibrilación de estas macrofibras ocurre por su estiramiento continuo, hasta formar eventualmente microfibras de rPET. Este fenómeno es influenciado por la coalescencia interfacial de la propia fase dispersa rPET en la matriz de rPP, proceso influido por la presencia o ausencia de MAPP.

La presencia del MAPP en las mezclas de rPP/rPET induce la formación de enlaces tipo éster entre el anhídrido maleico del agente de acoplamiento y los grupos hidroxilo del rPET, dando a lugar a una nueva fase rPET-MAPP sobre la superficie del rPET, insoluble en *p*-xileno, que es la interfase que interactúa con la matriz de rPP.

El incremento en la cantidad de injertos MAPP en la superficie de las fibras de rPET es tan significativo que la nueva superficie híbrida rPET-MAPP resulta rugosa y presenta un diámetro aparentemente mayor que la fibra rPET sin MAPP.

La harina de madera emerge como el factor más influyente en varias propiedades mecánicas estudiadas. Se observa una mejora significativa en la resistencia a la tensión cuando se utiliza una concentración óptima a partir del 25% de contenido de harina de madera y menos del 50% para mejorar propiedades a flexión, independientemente del contenido de fibra de coco pulverizada y de MAPP.

Aunque la fibra de coco también puede contribuir a las propiedades mecánicas al presentar grupos funcionales en su superficie, su impacto parece ser menos significativo en comparación con la harina de madera. Se identifica una disminución en la resistencia a la tensión al

aumentar el contenido de fibra de coco por encima del 5% en peso y un aumento en el comportamiento de resistencia a flexión comparado con el MAPP.

Los análisis estadísticos realizados muestran que la harina de madera es el factor con mayor influencia en las propiedades mecánicas evaluadas, mejorando la rigidez y la resistencia a la tensión y flexión de los compuestos. Sin embargo, la falta de significancia estadística en algunos casos indica que es necesario considerar otros factores y condiciones experimentales que podrían estar afectando los resultados. La optimización de estos compuestos para aplicaciones específicas debería enfocarse en el contenido de harina de madera, mientras que la contribución de la fibra de coco y el MAPP podría requerir un análisis más detallado bajo diferentes condiciones de procesamiento y formulación.

TRABAJO A FUTURO

Los resultados obtenidos en esta tesis han proporcionado una comprensión del efecto de un agente compatibilizante lignocelulósico de fibra de coco en mezclas microfibrilares de rPP/rPET en compuestos de madera-plástica. Sin embargo, este estudio también ha identificado áreas de oportunidad que requieren investigación adicional para confirmar y ampliar los resultados obtenidos.

Se recomienda como una alternativa realizar un tratamiento previo a las fibras de coco pulverizadas que logren funcionalizarse con MAPP, de esta forma pueda llevarse una interacción más específica entre los compuestos y/o realizar una extrusión reactiva con peróxido. Esto último permitiría generar radicales libres que puedan interactuar con la matriz polimérica de polipropileno.

Para una caracterización más detalladas de los materiales compuestos, se recomienda realizar análisis de espectroscopía Raman y/o de Resonancia Magnética Nuclear de protón (H^1 -RMN). Estos métodos analíticos confirmarían la formación de enlaces químicos y las interacciones intermoleculares en el material compuesto.

Además, es importante llevar a cabo pruebas de impacto para evaluar la capacidad del material para absorber energía y resistir a fuerzas de impacto. Este tipo de pruebas es esencial para determinar la tenacidad del material, características fundamentales para aplicaciones prácticas donde el material podría estar sujeto a cargas dinámicas.

También se recomienda realizar un análisis termogravimétrico (TGA) para obtener información detallada sobre los porcentajes de humedad y los parámetros de degradación térmica del compuesto. Este análisis es fundamental para entender la estabilidad térmica y la durabilidad del material en diferentes condiciones ambientales. Estas investigaciones adicionales no solo confirmarían los resultados actuales, sino que también proporcionarían una base para futuras aplicaciones de estos compuestos en diversas industrias.

REFERENCIAS

- [1] J. E. Sundgreen, H. T. G Hentzell, J. Vuc Sci, B. Stoyko Fakirov, y M. Evstatiev, “Microfibrillar reinforced composites—new materials from polymer blends”, *Advanced Materials*, vol. 6, núm. 5, pp. 395–398, may 1994, doi: <https://doi.org/10.1002/adma.19940060513>.
- [2] Y. Lei y Q. Wu, “Wood plastic composites based on microfibrillar blends of high density polyethylene/poly(ethylene terephthalate)”, *Bioresour Technol*, vol. 101, núm. 10, pp. 3665–3671, may 2010, doi: 10.1016/j.biortech.2009.12.069.
- [3] Y. H. Chen, G. J. Zhong, y Z. M. Li, “ Microfibril Reinforced Polymer-Polymer Composites via Hot Stretching: Preparation, Structure and Properties ”, en *Synthetic Polymer-Polymer Composites*, Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2012, pp. 401–435. doi: 10.3139/9781569905258.012.
- [4] PlascticsEurope, “Plásticos – Situación en 2020 Un análisis de los datos sobre producción, demanda y residuos de plásticos en Europa”. Consultado: el 19 de mayo de 2024. [En línea]. Disponible en: https://plasticseurope.org/es/wp-content/uploads/sites/4/2021/11/ES_Plastics_the_facts-WEB-2020_May21_final_updatedJuly2021.pdf
- [5] R. Várdai *et al.*, “Effect of various organic fibers on the stiffness, strength and impact resistance of polypropylene; a comparison”, *Polym Int*, vol. 70, núm. 1, pp. 145–153, ene. 2021, doi: 10.1002/pi.6105.
- [6] R. Várdai *et al.*, “Improvement of the impact resistance of natural fiber–reinforced polypropylene composites through hybridization”, *Polym Adv Technol*, vol. 32, núm. 6, pp. 2499–2507, jun. 2021, doi: 10.1002/pat.5280.
- [7] B. Dairi, H. Djidjelli, A. Boukerrou, S. Migneault, y A. Koubaa, “Morphological, mechanical, and physical properties of composites made with wood flour-reinforced polypropylene/recycled poly(ethylene terephthalate) blends”, *Polym Compos*, vol. 38, núm. 8, pp. 1749–1755, ago. 2017, doi: 10.1002/pc.23745.

- [8] G. N. Onyeagoro, C. M. Ewulonu, y M. D. Ayo, "Properties of Reactive Compatibilized Dika Nutshell Powder", *American Journal of Engineering Research (AJER)*, vol. 2, núm. 4, pp. 1–12, 2013.
- [9] A. Ershad-Langroudi, F. Jafarzadeh-Dogouri, M. Razavi-Nouri, y A. Oromiehie, "Mechanical and thermal properties of polypropylene/recycled polyethylene terephthalate/chopped rice husk composites", *J Appl Polym Sci*, vol. 110, núm. 4, pp. 1979–1985, nov. 2008, doi: 10.1002/app.27729.
- [10] P. Santos y S. H. Pezzin, "Mechanical properties of polypropylene reinforced with recycled-pet fibres", en *Journal of Materials Processing Technology*, dic. 2003, pp. 517–520. doi: 10.1016/S0924-0136(03)00391-1.
- [11] V. Gulitah y K. C. Liew, "Effect of Plastic Content Ratio on the Mechanical Properties of Wood-Plastic Composite (WPC) Made From Three Different Recycled Plastic and Acacia Fibres", *Transactions on Science and Technology*, vol. 5, núm. 2, pp. 184–189, 2018.
- [12] J. Kajaks, K. Kalnins, y J. Matvejs, "Mechanical and rheological properties of wood plastic composites based on polypropylene and birch plywood sanding dust", en *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, Institute of Physics Publishing, abr. 2019. doi: 10.1088/1757-899X/500/1/012001.
- [13] D. Mi *et al.*, "Effects of phase morphology on mechanical properties: Oriented/unoriented PP crystal combination with spherical/microfibrillar PET phase", *Polymers (Basel)*, vol. 11, núm. 2, feb. 2019, doi: 10.3390/polym11020248.
- [14] Dzul Ariana y Guillén Javier, "Efecto de un agente de acoplamiento natural sobre las propiedades mecánicas de un material compuesto polipropileno/henequén", Tesis de maestría, Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C., México, 2015.
- [15] M. A. Pérez Martínez y M. Sánchez Romero, "Fundamentos de la mecánica de los materiales compuestos", en *Aplicaciones avanzadas de los materiales compuestos en la obra civil y la edificación*, OmniaScience, 2014, pp. 19–50.

- [16] A. García-Velázquez, M. G. C. Amado-Moreno, Ramírez H, R. Brito-Páez, y Toscano-Palomar L, “Madera plástica con paja de”, *Tecnología en Marcha*, vol. 26, pp. 26–38, 2013.
- [17] D. K. Rajak, D. D. Pagar, P. L. Menezes, y E. Linul, “Fiber-reinforced polymer composites: Manufacturing, properties, and applications”, *Polymers*, vol. 11, núm. 10. MDPI AG, el 1 de octubre de 2019. doi: 10.3390/polym11101667.
- [18] Cruz-Salgado, “Sociedad y Ambiente”, vol. 1, pp. 98–107, 2015.
- [19] Y. W. Mai, Z.-Zhen. Yu, y M. Institute of Materials, *Polymer nanocomposites*. CRC Press, 2006.
- [20] Marcovich Norma, “Materiales compuestos de matriz polimérica y refuerzos de origen vegetal”, Tesis de Doctorado, Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología en materiales , Mar del plata, Argentina, 1996.
- [21] U. W. Gedde, M. S. Hedenqvist, M. Hakkarainen, F. Nilsson, y O. Das, *Applied Polymer Science*. Switzerland: Springer, 2021.
- [22] Akay Mustafa, *Introduction to Polymer Science and Technology*, 2nd ed. 2012.
- [23] Cobos Rios R., “El polietilén tereftalato (PET) como envase de aguas minerales”, *Boletín Sociedad Española Hidrología Medica*, vol. 31, núm. 2, pp. 179–190, 2016, doi: 10.23853/bsehm.2017.0212.
- [24] B. Demirel, A. Yaraş, y H. Elçiçek, “Crystallization Behavior of PET Materials”, *BAÜ Fen Bil. Enst. Dergisi Cilt*, vol. 13, núm. 1, pp. 26–35, 2011.
- [25] J. G. Caturla, “Desarrollo, compatibilización y caracterización de plásticos que imitan la madera con matriz de biopolietileno y harina de cáscara de argán.”, Tesis de Doctorado, Universitat Politècnica de Valencia , Valencia, España, 2021.
- [26] M. Sclavons, M. Laurent, J. Devaux, y V. Carlier, “Maleic anhydride-grafted polypropylene: FTIR study of a model polymer grafted by ene-reaction”, *Polymer (Guildf)*, vol. 46, núm. 19 SPEC. ISS., pp. 8062–8067, sep. 2005, doi: 10.1016/j.polymer.2005.06.115.

- [27] J. M. Park, S. T. Quang, B. S. Hwang, y K. L. DeVries, "Interfacial evaluation of modified Jute and Hemp fibers/polypropylene (PP)-maleic anhydride polypropylene copolymers (PP-MAPP) composites using micromechanical technique and nondestructive acoustic emission", *Compos Sci Technol*, vol. 66, núm. 15, pp. 2686–2699, dic. 2006, doi: 10.1016/j.compscitech.2006.03.014.
- [28] K. U. K. Nampoothiri, V. Krishnakumar, P. K. Thampan, y M. Achuthan Nair, *The coconut palm (Cocos nucifera L.) Research and development perspectives*. Springer Singapore, 2019. doi: 10.1007/978-981-13-2754-4.
- [29] R. Várdai *et al.*, "Impact modification of PP/wood composites: A new approach using hybrid fibers", *Express Polym Lett*, vol. 13, núm. 3, pp. 223–234, mar. 2019, doi: 10.3144/expresspolymlett.2019.19.
- [30] M. Ali, "Coconut fibre: A versatile material and its applications in engineering #", *Journal of Civil Engineering and Construction Technology*, vol. 2, núm. 9, pp. 189–197, 2011, [En línea]. Disponible en: <http://www.academicjournals.org/jcect>
- [31] C. wei Zhang, S. S. Nair, H. Chen, N. Yan, R. Farnood, y F. yi Li, "Thermally stable, enhanced water barrier, high strength starch bio-composite reinforced with lignin containing cellulose nanofibrils", *Carbohydr Polym*, vol. 230, feb. 2020, doi: 10.1016/j.carbpol.2019.115626.
- [32] J. Guillén-Mallete, A. Valadez-González, y S. I. Rosado-Sánchez, "Recycled thermoplastic polyurethane as a coupling agent in automotive polypropylene compounds with coconut fibers", *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 36, núm. 6. SAGE Publications Ltd, pp. 2674–2697, el 1 de junio de 2023. doi: 10.1177/08927057221083489.
- [33] N. E. Hernández Vidal, V. López Bautista, V. Morales Morales, W. Méndez Ordóñez, y E. S. Calderón Osorio, "Caracterización química de la Fibra de Coco (*Cocos nucifera* L.) de México utilizando Espectroscopía de Infrarrojo (FTIR)", *Ingeniería y Región*, vol. 20, pp. 67–71, dic. 2018, doi: 10.25054/22161325.1914.
- [34] H. J. C. Quiñones, D. A. L. Aguayo, J. A. A. Ortega, C. A. R. Barragán, S. G. D. Ramos, y A. R. Rivas, "Preliminary identification of woods from Mexican pines by

- ATRFTIR spectroscopy”, *Rev Mex Cienc For*, vol. 13, núm. 72, pp. 4–29, jul. 2022, doi: 10.29298/rmcf.v13i72.1186.
- [35] A. P. Dos Santos Pereira, M. H. P. Da Silva, É. P. Lima, A. Dos Santos Paula, y F. J. Tommasini, “Processing and characterization of PET composites reinforced with geopolymers concrete waste”, *Materials Research*, vol. 20, pp. 411–420, 2017, doi: 10.1590/1980-5373-MR-2017-0734.
- [36] L. Barbes, C. Radulescu, C. Stihi, L. Barbeş, C. Rădulescu, y C. Stihi, “ATR-FTIR spectrometry characterisation of polymeric materials”, *Rom Rep Phys*, vol. 66, núm. 3, pp. 765–777, jul. 2014.
- [37] H. S. Kim, B. H. Lee, S. W. Choi, S. Kim, y H. J. Kim, “The effect of types of maleic anhydride-grafted polypropylene (MAPP) on the interfacial adhesion properties of bio-flour-filled polypropylene composites”, *Compos Part A Appl Sci Manuf*, vol. 38, núm. 6, pp. 1473–1482, jun. 2007, doi: 10.1016/j.compositesa.2007.01.004.
- [38] V. E. Dreval *et al.*, “Deformation of melts of mixtures of incompatible polymers in a uniform shear field and the process of their fibrillation”, *Rheologica Acta Rheol. Acta*, vol. 22, pp. 102–107, 1983.
- [39] R. K. Roy, *A primer on the Taguchi method*, 2a ed. U.S: Society of Manufacturing Engineers, 2010.
- [40] C. Gozdecki y A. Wilczyński, “Mechanical properties of wood–polypropylene composites with industrial wood particles of different sizes”, *Wood and Fiber Science*, vol. 44(1), pp. 14–21, jun. 2012.
- [41] X. Wang, Y. Jia, Z. Liu, y J. Miao, “Influence of the lignin content on the properties of poly(lactic acid)/lignin-containing cellulose nanofibrils composite films”, *Polymers (Basel)*, vol. 10, núm. 9, sep. 2018, doi: 10.3390/polym10091013.