




Informe Técnico N°2015044_1: “Servicio de caracterización de polímeros reciclados, a través de propiedades térmicas, físicas y reológicas”.

**Mandante:
MARECBOL – RECICLAJE INDUSTRIAL- BOLIVIA**

Concepción-Chile, 21 de Julio de 2015.

	Código informe técnico N° 2015044_1	 CIPA Centro de Investigación de Polímeros Avanzados
Fecha: 21-07-2015	Título: Servicio de caracterización de polímeros reciclados, a través de propiedades térmicas, físicas y reológicas.	Página: 2 de 12

En el presente informe técnico se presentan los resultados del servicio de caracterización de una muestra de poli (etilen tereftalato) reciclado (rPET) a través de propiedades térmicas, físicas y reológicas solicitado por el Sr. Mario Carmona, Gerente General de la empresa Marecbol – Reciclaje Industrial.

1. OBJETIVOS


Se determinaron las propiedades de una muestra de rPET de acuerdo a:

- Caracterización térmica de polímeros: Temperaturas de transición (DSC)
Análisis Termo Gravimétrico (TGA)
- Caracterización física: Densidad Aparente
Absorción de Agua
Índice de fluidez
Medición tamaño-espesor
- Caracterización reológica: Viscosidad Intrínseca


2. METODOLOGÍA

Se recibió en el laboratorio del Centro de Investigación de Polímeros Avanzados CIPA, en el Área de Adhesivos y Reciclaje de Polímeros, una muestra de rPET, de acuerdo al siguiente detalle:

Tabla I. Identificación de las muestras.

Muestras	Estado	Código de identificación para análisis	Imagen
1. rPET	Sólido (Pellet)	1	
2. rPET Probeta	Sólido (Probeta)	2	
3. rPET Botella	Sólido (Prototipo)	3	

Cabe destacar que la caracterización del polímero se basó en la muestra de pellet reciclado de Polietilentereftalato (rPET).

	Código informe técnico N° 2015044_1	
Fecha: 21-07-2015	Título: Servicio de caracterización de polímeros reciclados, a través de propiedades térmicas, físicas y reológicas.	Página: 3 de 12

PROCEDIMIENTOS Y RESULTADOS

3.1 Caracterización Térmica de polímeros:

3.1.1 Análisis Termo Gravimétrico (TGA)


Las muestras fueron caracterizadas en un analizador Termo Gravimétrico TGA, marca TA Instruments (del Inglés: Thermal Gravymetric Analysis TGA), modelo Q50. El ensayo consistió en observar el comportamiento y estabilidad térmica de las muestras, con el fin de determinar a través del software Universal Analysis 2000 las temperaturas de descomposición.



Figura 1. Analizador Termo Gravimétrico (TGA)

El comportamiento y estabilidad térmica de la muestra se evaluó en el intervalo de 25 °C a 600°C, empleando una velocidad de calentamiento de 10 °C/min. El tiempo de duración de cada ensayo fue aproximadamente 60 minutos. A partir de este análisis, se obtuvieron las temperaturas de degradación y velocidad máxima de degradación para cada una de las muestra.

En la Figura 1a, se muestra el perfil de pérdida de masa (curva verde) y la respectiva primera derivada (curva azul) para la muestra 1. Adicionalmente, en la Tabla I se resumen las temperaturas de degradación y velocidad máxima de degradación.

	Código informe técnico N° 2015044_1	 Centro de Investigación de Polímeros Avanzados
Fecha: 21-07-2015	Título: Servicio de caracterización de polímeros reciclados, a través de propiedades térmicas, físicas y reológicas.	Página: 4 de 12

Sample: Muestra 1
Size: 7.0290 mg
Method: Ramp

TGA

File: C:\TA\Data\TGA\Marebol PET.001
Operator: Layla Torres
Run Date: 23-Jun-2015 16:40
Instrument: TGA Q50 V20.10 Build 36

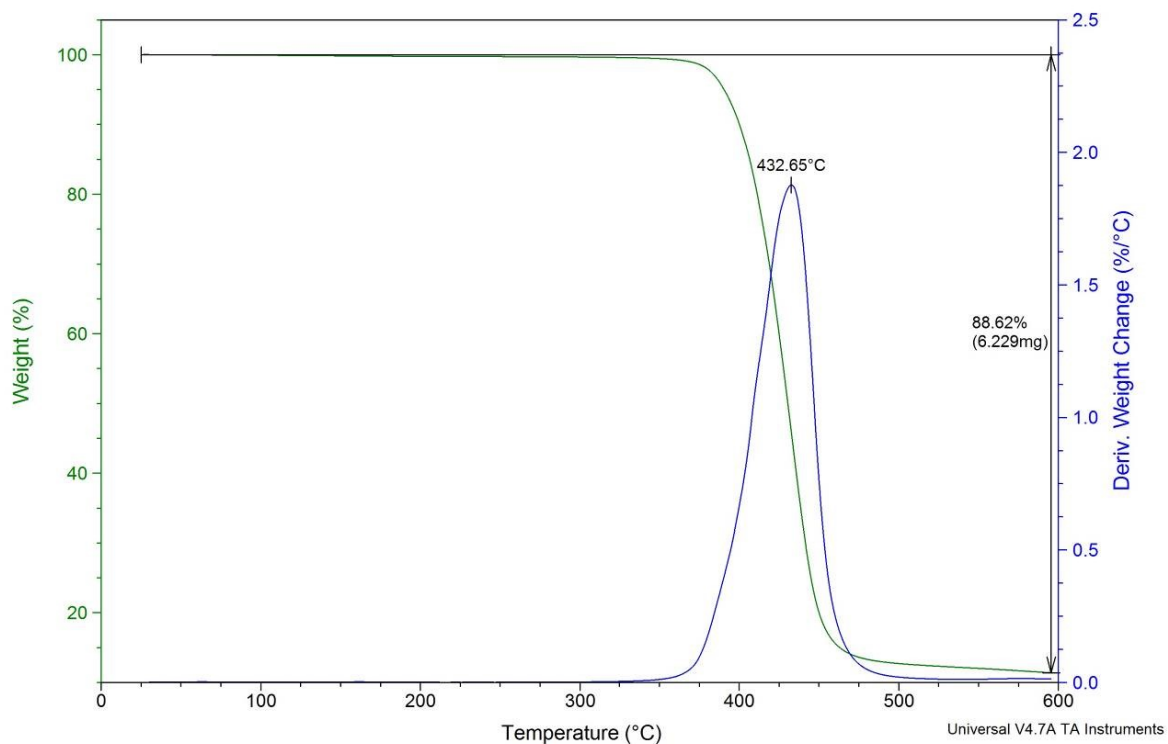



Figura 1a. Curvas de pérdida de masa (verde) y la primera derivada (azul) para la muestra, obtenido a través de análisis Termogravimétrico.

Tabla I. Pesos y temperaturas de inicio y de máxima velocidad de degradación para la muestra analizada (*).

Muestra	Peso muestra (mg)	Temperatura de inicio de degradación (T ₁₀)	Temperatura de máxima velocidad de degradación (T ₅₀)	Porcentaje de pérdida de peso (%)
Pellet rPET	7,0290	370°C	432,65 °C	88,62 % (6,229mg)

(*) La estabilidad térmica de la muestra se midió en el intervalo de 25 °C a 600 °C, con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min.

	Código informe técnico N° 2015044_1	 Centro de Investigación de Polímeros Avanzados
Fecha: 21-07-2015	Título: Servicio de caracterización de polímeros reciclados, a través de propiedades térmicas, físicas y reológicas.	Página: 5 de 12

3.1.2 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).


La caracterización térmica se realizó con la ayuda de un analizador de calorimetría diferencial de barrido (del inglés: Differential Scanning Calorimetry DSC), Mettler Toledo 822e, equipado con cápsulas de aluminio.



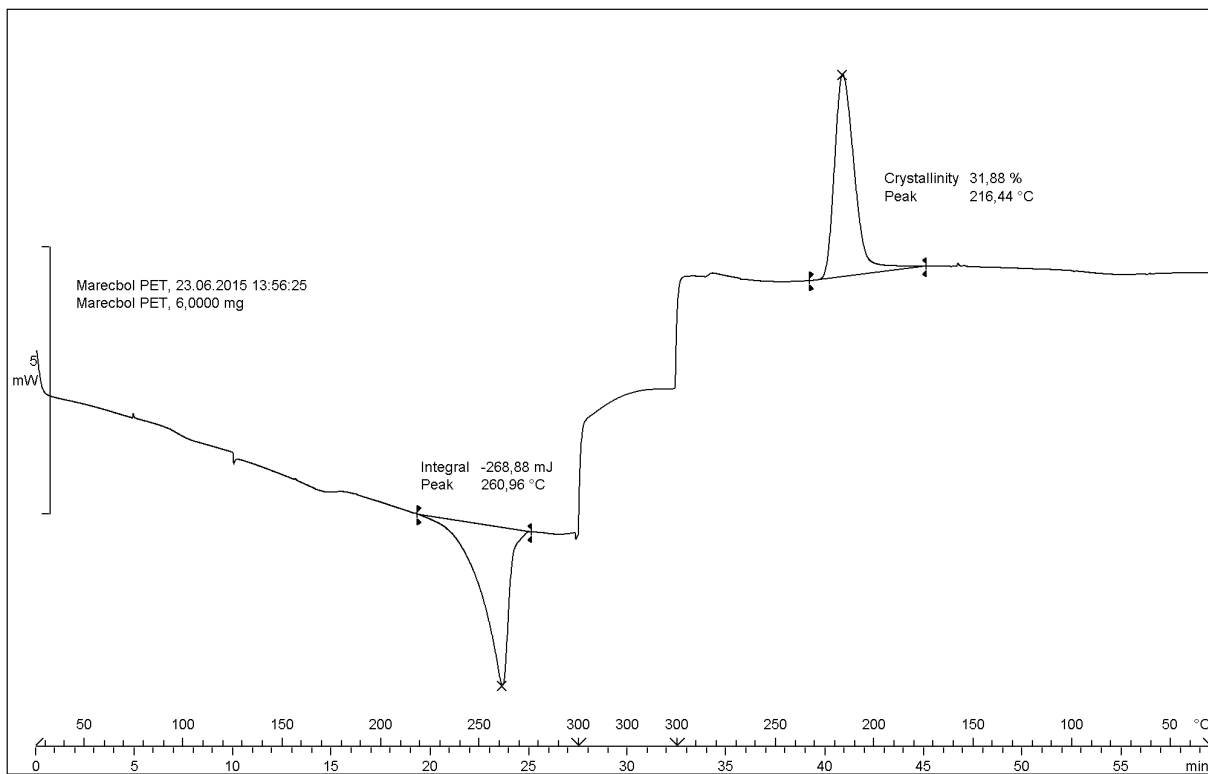
Figura 2. Analizador de Calorimetría de Barrido (DSC)

Para el ensayo de DSC, la determinación de las temperaturas de transición y/o cambios de fase se realizó a través de la norma ASTM D3418. El procedimiento de análisis para cada muestra consistió en una etapa de barrido, la que se detalla a continuación:

- I. Dinámico desde 25°C hasta 300 °C a una velocidad de barrido de 10 °C/min.
- II. Isotérmico a 300°C durante 5 minutos.
- III. Dinámico desde 300°C hasta 30°C a una velocidad de barrido de 10°C/min.

	Código informe técnico N° 2015044_1	 CIPA Centro de Investigación de Polímeros Avanzados
Fecha: 21-07-2015	Título: Servicio de caracterización de polímeros reciclados, a través de propiedades térmicas, físicas y reológicas.	Página: 6 de 12

^exo



Lab: METTLER

STAR® SW 8.10


Figura 2a. Análisis DSC de la muestra.

En la Figura 2a, se muestra el termograma para la muestra 1 obtenida a partir de las mediciones realizadas por DSC. A continuación se presenta el comportamiento térmico de la muestra:

Muestra 1: Se identificaron principalmente dos procesos en la muestra: temperatura de fusión (peak 260,96°C) y temperatura de cristalización (peak: 216,44°C)

Tabla 2. Resumen de Temperaturas de fusión y cristalización obtenidas mediante de DSC.

Muestra	Temperatura de fusión Tm peak (°C)	Temperatura de cristalización peak (°C)	% de Cristalinidad
Pellet rPET	260,96°C	216,44°C	31,88%

	Código informe técnico N° 2015044_1	 Centro de Investigación de Polímeros Avanzados
Fecha: 21-07-2015	Título: Servicio de caracterización de polímeros reciclados, a través de propiedades térmicas, físicas y reológicas.	Página: 7 de 12

3.2.- Caracterización física:

3.2.1 Densidad Aparente


La determinación de la densidad aparente para plásticos, consistió en medir la masa por unidad de volumen a través de la norma ASTM D792. El ensayo consistió en la inmersión de la muestra en un recipiente con agua destilada a una temperatura de $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ y se registró su peso.



Figura 3. Balanza y equipo de medición.

Tabla 3. Tabla resultados de medición de densidad

N° ensayo	Densidad (g/cc)
1	1,312
2	1,337
3	1,350
4	1,357
5	1,359
Promedio	1,343
Desv. Estándar	0,019

	Código informe técnico N° 2015044_1	
Fecha: 21-07-2015	Título: Servicio de caracterización de polímeros reciclados, a través de propiedades térmicas, físicas y reológicas.	Página: 8 de 12

3.2.2 Absorción de agua

La medición de la absorción de agua se realizó bajo la norma ASTM D-570, el cual consistió en determinar la absorción de agua en todo tipo de plásticos por el método de inmersión en agua destilada. Consistió en determinar la masa de las probetas secas y húmedas a un tiempo de medición de 2 y 24 horas de inmersión bajo las condiciones determinadas por la normativa y luego realizar el cálculo de incremento de peso.

Tabla 4. Valores de absorción de agua en % de las muestras

Probeta	Absorción % 2 horas	Absorción % 24 horas	Incremento en Absorción (%) 2-24hr.
1	0,099	0,248	0,149
2	0,101	0,252	0,151
3	0,094	0,141	0,047
Promedio	0,098 %	0,214 %	0,116 %
Desv. Estándar	0,003	0,063	0,059



Figura 4. Imagen de medición ensayo absorción de agua.

3.2.3 Índice de fluidez (MFI).


Para la determinación del MFI se utilizó la norma ASTM D1238/ISO 1133, se trabajó a una temperatura de 285°C con una carga de 1,2 kg, utilizando el método A (Operación Manual). Se utilizaron muestras de 7 g de polímero para cada ensayo.



Figura 5. Medidor Índice de Fluidez

Tabla 5. Índice de Fluidez del polímero.

Muestra	MFI (285°C/1,2Kg) (g/10 min)
1	47,88
2	47,65
3	42,02
4	42,57
5	42,17
6	41,58
Promedio	43,98
Desv. Estándar	2,95

	Código informe técnico N° 2015044_1	 CIPA Centro de Investigación de Polímeros Avanzados
Fecha: 21-07-2015	Título: Servicio de caracterización de polímeros reciclados, a través de propiedades térmicas, físicas y reológicas.	Página: 9 de 12

3.2.4 Viscosidad Intrínseca (I.V.) (ASTM D1238 /ISO 1133)

En la determinación de la viscosidad Intrínseca (I. V) se utilizó un equipo de Medición de índice de fluidez marca Dynisco modelo 4004. La medición consistió en tomar una muestra de 7 gramos de pellet y secarlos previamente por un periodo de 5 horas a una temperatura de 150°C, y luego se hace la lectura en el equipo a una temperatura de 285°C.

Tabla 6. Tabla de resultados de la viscosidad intrínseca en rPET

Muestra	Viscosidad Intrínseca (I.V.) (dl/g)
Pellet rPET	0,705 dl/g

Los valores obtenidos para el PET reciclado, el cual es utilizado en la fabricación de botellas, corresponde a los obtenidos por literatura, lo cual se ve reflejado en la tabla adjunta.

		Intrinsic viscosity (dl/g)
Fibre grade	Textile	0,40 – 0,70
	Technical, tire cord	0,72 – 0,98
Film grade	BoPET (biaxially oriented PET film)	0,60 – 0,70
	Sheet for thermoforming	0,70 – 1,00
Bottle grade	Still water bottles	0,70 – 0,78
	Carbonated soft drink bottles	0,78 – 0,85
Monofilament, engineering plastic		1,00 – 2,00

Fuente: *Intrinsic viscosity range of PET (Wikipedia 2013a)*

Para PET, hay ciertas demandas de la viscosidad intrínseca dependiendo del área de trabajo y producto en el cual se usa el material. La tabla anterior, contiene los rangos de las viscosidades intrínsecas utilizados.

3.2.5 Medición de tamaño-espesor.

En la medición del tamaño y espesor del pellet de Pet reciclado, se tomaron 25 muestras de los 2 kilos de pellet recibidos.

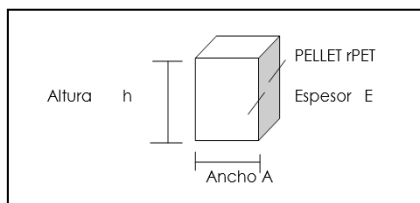



Figura 6. Medición del tamaño-espesor de Pellet de rPET.

Tabla 7. Tabla de valor Promedio Tamaño-espesor.

Muestra	Altura x Ancho x Espesor (mm ³)
1	3,23 x 2,43 x 1,92


	Código informe técnico N° 2015044_1	 Centro de Investigación de Polímeros Avanzados
Fecha: 21-07-2015	Título: Servicio de caracterización de polímeros reciclados, a través de propiedades térmicas, físicas y reológicas.	Página: 10 de 12

5. CONCLUSION

Basado en los resultados obtenidos a partir de la caracterización física, térmica, mecánica y reológica de la muestra Pellet rPET suministrado por la empresa Marecbol, se obtiene una ficha técnica del comportamiento de sus propiedades.




M.Sc. Ximena Bustos Palacios
Jefe Área
Área Adhesivos y Reciclaje
CIPA-CHILE

	Código informe técnico N° 2015044_1	 CIPA Centro de Investigación de Polímeros Avanzados
Fecha: 21-07-2015	Título: Servicio de caracterización de polímeros reciclados, a través de propiedades térmicas, físicas y reológicas.	Página: 11 de 12

FICHA TÉCNICA DEL PRODUCTO: PELLET rPET

	NORMA	UNIDAD DE MEDIDA	VALOR
PROPIEDADES FÍSICAS			
DENSIDAD APARENTE	ASTM D 792	g/cc	1,343
ABSORCION DE AGUA	ASTM D 570	%	0,214
INDICE DE FLUIDEZ (285°C/1,2kg)	ISO 1133/ ASTM D1238	g/10 min	43,98
VISCOSIDAD INTRÍNSECA (I.V)	ASTM D1238	dl/g	0,705
PROPIEDADES TÉRMICAS			
TEMPERATURA DE FUSION	ASTM D 3418	°C	260,96
TEMPERATURA DE TRANSICION	ASTM D 3418	°C	92
TEMPERATURA DE CRISTALIZACION	ASTM D 3418	°C	216,44
TEMPERATURA DE DEGRADACIÓN	ASTM E 1641	°C	432,65
TAMAÑO ESPESOR PELLET rPET			
Altura x Ancho x Espesor		mm	3,23 x 2,43 x 1,92

	Código informe técnico N° 2015044_1	 CIPA Centro de Investigación de Polímeros Avanzados
Fecha: 21-07-2015	Título: Servicio de caracterización de polímeros reciclados, a través de propiedades térmicas, físicas y reológicas.	Página: 12 de 12

Anexo:

Tablas de medición:

Tabla 8. Tabla de mediciones unitarias del tamaño-espesor del pellet.

Medición Tamaño-Espesor			
N° mediciones	Altura (mm)	Ancho (mm)	Espesor (mm)
1	3,28	2,17	3,50
2	3,24	2,47	1,83
3	3,50	2,45	2,06
4	3,09	2,38	1,90
5	3,05	2,30	1,70
6	3,39	2,93	1,91
7	3,16	2,31	1,76
8	3,25	2,36	2,06
9	3,26	2,42	1,77
10	3,13	2,35	1,78
11	3,24	2,45	1,90
12	3,27	2,54	1,80
13	3,11	2,31	1,80
14	3,06	3,02	1,86
15	3,22	2,38	1,80
16	3,20	2,56	1,82
17	3,20	2,41	1,93
18	3,22	2,29	1,95
19	3,39	2,54	1,84
20	3,16	2,28	1,79
21	3,19	2,41	1,82
22	3,42	2,39	1,84
23	3,28	2,31	1,85
24	3,23	2,34	1,89
25	3,18	2,40	1,81
PROM	3,23	2,43	1,92
DESVEST	0,11	0,19	0,34