



**Efecto de la temperatura de procesamiento y la proporción de polipropileno virgen-reciclado sobre las propiedades mecánicas de probetas moldeadas por inyección.**

Daniel Pérez García

Trabajo de grado presentado para optar al título de Ingeniero de Materiales

Asesor

Juan Marcelo Rojas Arango, Doctor (PhD) en Ingeniería Metalúrgica

Coasesor

Fabian Andrés Giraldo Agudelo, Ingeniero de Materiales, estudiante de Maestría en Ingeniería de Materiales

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería

Ingeniería de Materiales

Medellín, Antioquia, Colombia

2023

---

**Cita** Pérez García [1]

---

**Referencia** [1] D. Pérez García, “Efecto de la temperatura de procesamiento y la proporción de polipropileno virgen-reciclado sobre las propiedades mecánicas de probetas moldeadas por inyección.”, Trabajo de grado profesional, Ingeniería de Materiales, Estilo IEEE (2020) Universidad de Antioquia, Medellín, Antioquia, Colombia, 2023.

---



Centro de Documentación Ingeniería (CENDOI)

**Repositorio Institucional:** <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia - [www.udea.edu.co](http://www.udea.edu.co)

**Rector:** John Jairo Arboleda Céspedes.

**Decano:** Jesús Francisco Vargas Bonilla.

**Jefe departamento:** Francisco Javier Herrera Builes.

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

### **Dedicatoria**

Este trabajo se lo dedico al espectador silencioso que con ansias anhelaba este triunfo más que nadie, mi papá.

A mi mamá, mi amiga, mi consejera de vida, que siempre me ha apoyado y ha sido el impulso que me lleva a salir adelante.

A mi hermanita, mi ejemplo de disciplina y dedicación.

### **Agradecimientos**

Quiero dar mi agradecimiento más profundo a mis guías, Marcelo Rojas y Fabian Giraldo por el tiempo que me brindaron, por el apoyo que siempre tuve de parte de ellos, por compartir sus conocimientos conmigo y por impulsarme a realizar este trabajo.

Le agradezco mucho a Valentina Arenas, por brindarme su ayuda incondicional, sus enseñanzas y acompañamiento fueron fundamentales.

Gracias al profesor Luis Fernando Giraldo por abrir las puertas de su laboratorio, poner a disposición su ayuda y conocimiento.

Gracias al profesor Diego Giraldo por sus consejos e ideas.

Le agradezco a todas esas personas que me acompañaron en este camino.

I. TABLA DE CONTENIDO

I.	RESUMEN .....	12
II.	ABSTRACT .....	13
III.	INTRODUCCIÓN .....	14
IV.	PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	16
V.	OBJETIVOS.....	18
VI.	MARCO TEÓRICO.....	19
A.	Generalidades sobre el polipropileno:.....	19
1.	Tipos de polipropileno: .....	19
2.	Propiedades del polipropileno homopolímero .....	20
3.	Degradación del polipropileno .....	20
B.	Generalidades del reciclaje de polímeros .....	22
1.	Cadena de reciclaje.....	22
C.	Caracterización espectroscópica, térmica y reológica del polipropileno .....	22
D.	Moldeo por Inyección .....	25
1.	El ciclo del moldeo.....	26
2.	Puesta a punto del proceso de moldeo .....	26
3.	Perfil de Temperatura.....	28
E.	Propiedades mecánicas.....	29
F.	Análisis Estadístico .....	33
VII.	METODOLOGÍA .....	38
A.	Materiales y mezclas .....	38
B.	Identificación inicial del material.....	40
1.	Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier. ....	40
2.	Análisis termo gravimétrico (TGA) .....	41

3.	Calorimetría diferencial de barrido (DSC).....	41
4.	Índice de fluidez .....	42
C.	Inyección de probetas .....	43
1.	Proceso de inyección de cuerpos de prueba .....	45
D.	Ensayos de flexión .....	48
E.	Ensayos de tensión .....	53
F.	Análisis estadístico .....	58
VIII.	RESULTADOS.....	59
A.	Caracterización en estado de entrega. ....	59
1.	Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier .....	59
2.	Análisis termo gravimétrico (TGA) .....	60
3.	Calorimetría diferencial de barrido (DSC).....	62
4.	Índice de fluidez (MFI) .....	64
B.	Efectos de la Temperatura.....	67
C.	Efecto del contenido de material reciclado .....	74
IX.	CONCLUSIONES .....	82
X.	RECOMENDACIONES .....	84
XI.	REFERENCIAS .....	85
XII.	ANEXOS.....	90

## LISTA DE TABLAS

TABLA I. MATERIALES Y MEZCLAS. ....	40
TABLA II. PARÁMETROS PARA % DE CRISTALINIDAD. ....	42
TABLA III. RAMPAS DE TEMPERATURAS USADAS. LA ZONA 4 ES LA MÁS CERCANA A LA TOLVA, LA BOQUILLA ES LA MÁS PRÓXIMA AL MOLDE. ....	45
TABLA IV. CRITERIOS DE ACEPTACIÓN DE PROBETAS ....	47
TABLA V. PARÁMETROS PARA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN EN FLEXIÓN. ....	50
TABLA VI. PARÁMETROS ESFUERZO Y DEFORMACIÓN EN FLEXIÓN. ....	51
TABLA VII. PARAMETROS PARA LA ECUACION DE MÓDULO DE ELASTICIDAD EN FLEXIÓN O MODULO DE FLEXIÓN (TANGENTE) ....	52
TABLA VIII. PARÁMETROS PARA ESFUERZO EN TENSION ( $\sigma$ ) Y DEFORMACIÓN EN TENSION ( $\varepsilon$ ). ....	56
TABLA IX. MEDIDAS DE ÍNDICE DE FLUIDEZ A 230 °C. ....	64
TABLA X. MEDIDAS DE ÍNDICE DE FLUIDEZ A 220 °C. ....	65
TABLA XI. RESUMEN DE RESULTADOS DE ANÁLISIS ESTADÍSTICO CON LOS VALORES P- VALUE PARA LAS PROPIEDADES MECÁNICAS EVALUADAS. ....	74

## LISTA DE FIGURAS

Fig. 1. Representación esquemática de la polimerización por adición del polipropileno [7].	19
Fig. 2. Ilustración de la reacción que puede ocurrir durante la degradación termo-química del polipropileno [14].	21
Fig. 3. Espectro FTIR de (PP). Movimientos de tensión de los enlaces C-H a 2900 cm <sup>-1</sup> , movimientos de tensión C-C en 1350-1450 cm <sup>-1</sup> y flexión de -CH <sub>3</sub> en 1000-1200 cm <sup>-1</sup> [21].	23
Fig. 4. Lista de picos característicos del PP [20].	23
Fig. 5. Curva TGA de polipropileno, en atmósfera inerte [23].	24
Fig. 6. Curva DSC enfriamiento calentamiento de polipropileno [24].	25
Fig. 7. Esquema de la secuencia de un ciclo durante el proceso de inyección de termoplásticos, (A) cierre del molde, (B) inyección de material, (C) sostenimiento y enfriado, (D) expulsión [25].	26
Fig. 8. Diagrama de moldeo, muestra una región de moldeo sin defectos dependiendo de la temperatura de inyección y la presión de sostenimiento [25].	27
Fig. 9. Esquema de la unidad de plastificación, de derecha a izquierda se encuentran la tolva, la zona de calentamiento 2, la zona de calentamiento 1 y la boquilla. Rampas de calentamiento para un material cristalino y uno amorfo [26].	29
Fig. 10. Montaje de flexión con tres puntos de apoyo.	30
Fig. 11. curvas típicas de esfuerzo vs deformación para un ensayo de flexión. (a) plástico rígido, (b) plástico flexible (c) elastómero [28].	31
Fig. 12. Medidas de la probeta para ensayo de tracción tipo 1 según la norma ASTM-D638 [25].	32
Fig. 13. Montaje típico para un ensayo de tensión en la maquina universal.	32
Fig. 14. Gráfica de esfuerzo en tracción versus deformación unitaria típica de un polímero semicristalino [30].	33
Fig. 15. Ejemplo de análisis de varianza de módulo de elasticidad con resultado de valor <i>p-value</i> .	35
Fig. 16. Diagrama de intervalos de confianza para comparar el módulo elástico de 5 muestras.	36
Fig. 17. Diagrama de cajas y bigotes para los resultados de la medición del módulo elástico de una muestra.	36

Fig. 18. Gráfico de probabilidad normal para un análisis de ANOVA de un propiedad evaluada para 5 muestras diferentes. ....	37
Fig. 19. Diagrama de flujo de la metodología usada para realizar el trabajo. ....	38
Fig. 20. (a) polipropileno virgen(PPV), (b) polipropileno reciclado(PPR). ....	39
Fig. 21. Proceso de tamizado del PPR. ....	43
Fig. 22. Inyectora Welltec TTI-90SEII. ....	44
Fig. 23. Preparación de la carga de cada una de las formulaciones de PP para inyectar. ....	45
Fig. 24. Diagrama de Proceso de Inyección de cuerpos de prueba. ....	47
Fig. 25. Montaje de la máquina para ensayos de flexión. ....	48
Fig. 26. Probetas para flexión. Medición de ancho y espesor. ....	49
Fig. 27. Gráfica de Fuerza vs. desplazamiento PPV180 probeta 1. ....	52
Fig. 28. Curva de esfuerzo en flexión con respecto al porcentaje de deformación de la probeta 1 de PPV180.....	53
Fig. 29. Montaje de la máquina universal con probeta de prueba. ....	54
Fig. 30. Probeta para flexión con marcas a 25mm de sus extremos para los ajustes de las mordazas y región calibrada de 50mm. ....	55
Fig. 31. Gráfica de esfuerzo en tensión vs % deformación para las 5 probetas de PPV180. ....	57
Fig. 32. Gráfica esfuerzo vs deformación para hallar el límite elástico al 2%. ....	57
Fig. 33. Espectro infrarrojo del PPV. ....	59
Fig. 34. Espectro infrarrojo del PPR. ....	59
Fig. 35. Curva TGA con inicio de pérdida de peso aprox. a 346,9 °C. Curva DTG con un máximo en 414,85 °C. para el PPV.....	61
Fig. 36. Curva TGA con inicio de pérdida de peso aprox. a 349,95 °C. Curva DTG con un máximo en 414,62 °C. para el PPR. ....	61
Fig. 37. Gráfica de DSC para el PPV. ....	63
Fig. 38. Gráfica de DSC para el PPR. ....	63
Fig. 39. Gráfico de barras con error estándar para los resultados de MFI en ambas condiciones de temperatura para todos los materiales trabajados.....	66
Fig. 40. Efecto de la temperatura de proceso sobre las propiedades mecánicas para la muestra PPV. ....	67

Fig. 41. Efecto de la temperatura de proceso sobre las propiedades mecánicas para la muestra P3R.  
 .....68

Fig. 42. Efecto de la temperatura de proceso sobre las propiedades mecánicas para la muestra P5R.  
 .....69

Fig. 43. Efecto de la temperatura de proceso sobre las propiedades mecánicas para la muestra P7R.  
 .....70

Fig. 44. Efecto de la temperatura de proceso sobre las propiedades mecánicas para la muestra PPR.  
 .....71

Fig. 45. Efecto de la temperatura de procesamiento sobre las propiedades mecánicas evaluadas para la muestra PPR. ....72

Fig. 46. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del módulo de flexión para PPV180; P3R180; P5R180; P7R180; PPR180. ....75

Fig. 47. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del módulo de flexión para PPV200; P3R200; P5R200; P7R200; PPR200. ....75

Fig. 48. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del esfuerzo a 5% de deformación en flexión para PPV180; P3R180; P5R180; P7R180; PPR180.  
 .....76

Fig. 49. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del esfuerzo a 5% de deformación en flexión para PPV200; P3R200; P5R200; P7R200; PPR200.  
 .....76

Fig. 50. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del módulo de tensión para PPV180; P3R180; P5R180; P7R180; PPR180. ....77

Fig. 51. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del módulo de tensión para PPV200; P3R200; P5R200; P7R200; PPR200. ....78

Fig. 52. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) resistencia a la tensión para PPV180; P3R180; P5R180; P7R180; PPR180. ....79

Fig. 53. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) resistencia a la tensión para PPV200; P3R200; P5R200; P7R200; PPR200. ....79

Fig. 54. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del límite elástico en tensión al 2% para PPV180; P3R180; P5R180; P7R180; PPR180. ....80

Fig. 55. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del límite elástico en tensión al 2% para PPV200; P3R200; P5R200; P7R200; PPR200. ....80

## SIGLAS, ACRÓNIMOS Y ABREVIATURAS

<b>PP</b>	Polipropileno
<b>PPV</b>	Formulación de polipropileno virgen
<b>P3R</b>	Formulación de mezcla de polipropileno con 30% de reciclado
<b>P5R</b>	Formulación de mezcla de polipropileno con 50% de reciclado
<b>P7R</b>	Formulación de mezcla de polipropileno con 70% de reciclado
<b>PPR</b>	Formulación de mezcla de polipropileno 100% reciclado
<b>180</b>	Rampa de temperatura número 1
<b>200</b>	Rampa de temperatura número 2

## I. RESUMEN

Uno de los problemas en la actualidad, es el de control de residuos de materiales poliméricos. El polipropileno es uno de estos, es ampliamente utilizado para la fabricación de piezas obtenidas mediante moldeo por inyección, por lo que se pretende promover la inclusión de material reciclado en las formulaciones que usa la industria local para ayudar a resolver la problemática, con un aporte de información que ayude a comprender su uso y procesamiento. Mediante la elaboración de cuerpos de prueba de polipropileno virgen PPV, reciclado PPR y mezclas de virgen con 30, 50 y 70 % de reciclado. Mediante moldeo por inyección, utilizando 2 temperaturas de procesamiento. Y así, con uso técnicas de caracterización térmicas como lo son el análisis termo gravimétrico, calorimetría diferencial de barrido, medida del índice de fluidez. Ensayos mecánicos como pruebas de flexión y tracción. Además, usando herramientas estadísticas. Se pudo determinar que la temperatura de procesamiento tiene un efecto de aumento en las propiedades mecánicas del polipropileno virgen, sin embargo, no fue significativamente influyente con los materiales que contenían 30, 50 y 70 % de reciclado, aunque si generó un efecto de disminución con el de 100% reciclado. Por otra parte, el contenido de material reciclado no mostró influencia en las propiedades mecánicas cuando se procesó a baja temperatura. Mientras que, procesado a una temperatura elevada, el material 100 % reciclado mostró una disminución significativa en sus propiedades.

***Palabras clave* — Polipropileno, reciclaje de polímeros, moldeo por inyección, temperatura de procesamiento, propiedades mecánicas.**

## II. ABSTRACT

One of the current problems of these days is the control of polymeric materials residues. Polypropylene is one of these, it is widely used in the manufacture of parts obtained by injection molding. Therefore, it is pretended to promote the inclusion of recycled material in the formulations used by the local industry to help solve the problem. Contributing with information that helps to understand its processing and use. Through, the elaboration of test tubes of virgin polypropylene PPV, recycled PPR and mixtures of virgin with 30, 50 and 70 % recycled material. By injection molding, using 2 processing temperatures.

And so, through thermal characterization techniques such as the thermogravimetric analysis, differential scanning calorimetry, flow index measurement. Mechanical tests such as flexural tests and tensile tests. Also, using statistical tools. It was possible to determine that the processing temperature has a positive effect on the mechanical properties of virgin polypropylene, however, it was not influent with the materials that contained 30, 50 and 70 % recycled, although, it did generate a negative effect with the 100 % recycled. Also, the content of recycled material did not show influence on the mechanical properties when it was processed at low temperature. But, processed at a high temperature, the 100 % recycled material showed a significant decrease in its properties.

**Keywords — Polypropylene, polymers recycling, injection molding, processing temperature, mechanical properties.**

### III. INTRODUCCIÓN

En los últimos años, los sectores productivos han tenido como propósito mejorar la calidad, aumentar la productividad y minimizar los tiempos de entrega, por lo que el mejoramiento en los procesos, maquinaria, materia prima y calidad, son objetivos a los que siempre están direccionados. Por estas razones, muchos productos que eran elaborados con materias primas metálicas y cerámicas, en este momento son fabricados con productos poliméricos, debido a su mejor comportamiento y costo [1].

En la actualidad, el uso de productos poliméricos, es algo cotidiano y conveniente, pero éstos, así como los residuos que generan su elaboración y distribución, los hacen una gran amenaza para el medio ambiente [2]. Adicionalmente, se ha tratado de sustituir los materiales con los que se fabrican estos productos por otros más amigables con el entorno, sin embargo, el problema está en la manera como se disponen y se gestionan los residuos posconsumo y posindustrial generados [2]. Debido a esto, aumentar las tasas de aprovechamiento de residuos poliméricos en la actualidad, constituye un objetivo muy importante a nivel mundial para mitigar la acumulación de dichos residuos en el medio ambiente y los efectos que producen en los ecosistemas. Colombia no es ajena a esa problemática, por lo que recientemente se ha elaborado un proyecto de ley en el que se le propone a la industria adoptar un comportamiento de reciclaje, reúso y reducción de desechos, siguiendo un modelo de economía circular, el cual busca mantener productos y materiales durante el mayor tiempo posible en ciclo productivo [3], [4], [5].

El polipropileno (PP) es un polímero termoplástico, ampliamente usado en la industria, debido a su versatilidad y diferentes propiedades, como la rigidez, la resistencia a la fatiga y la estabilidad frente a las temperaturas [6], [7], [8]. Generalmente, el procesamiento de este material se hace mediante la extrusión y el moldeo por inyección. Esta última técnica es una de las más utilizadas para el procesamiento de materiales poliméricos, popularizada debido a su fácil adaptación y rapidez con la que se pueden fabricar piezas. A su vez se puede obtener un proceso con bajos costos, productividad alta y un gran potencial para ser automatizado [6], [9]. Según la revista Plásticos en Colombia, en el periodo 2018-2020 el 29 % del tonelaje de materias poliméricas fue

procesado por inyección, haciéndolo el segundo método más utilizado en Colombia para el procesamiento de este tipo de materiales [10].

La cantidad de defectos y las propiedades mecánicas de los productos fabricados por inyección, están estrechamente ligadas a los parámetros utilizados durante el procedimiento, siendo la temperatura de procesamiento uno de los parámetros más importantes del proceso. Por tal motivo, una adecuada combinación de los parámetros, pueden disminuir la cantidad de defectos y contribuir con la consecución de las mejores propiedades mecánicas posibles en el producto [6].

Por otra parte, el uso de material reciclado, puede afectar tanto las propiedades mecánicas, como la procesabilidad del material al que se le adicione [11].

Teniendo en cuenta todo lo anterior, el propósito de este proyecto es estudiar el efecto de la temperatura de procesamiento y la proporción de mezclas de material polipropileno homopolímero virgen -reciclado, sobre algunas propiedades mecánicas de probetas normalizadas obtenidas mediante moldeo por inyección, usando materias primas disponibles y obtenidas en la industria local, específicamente en una empresa que utiliza este material para la fabricación de accesorios médicos. De esta manera se pretende obtener información técnica que permita promover el uso de material reprocesado, realizando un aporte al fortalecimiento de la economía circular en la industria local, para ayudar con el cuidado ambiental y el desarrollo sostenible, lo cual, coincide con las nuevas políticas de responsabilidad extendida hacia los productores [5], [12], [13].

#### IV. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La alta demanda y producción de artículos de polipropileno propicia una generación continua y progresiva de residuos posindustriales y posconsumo, de los cuales, a causa de falencias en los sistemas de gestión y transformación, un gran porcentaje va a parar a ecosistemas terrestres y marinos, donde causan distintos efectos negativos en el equilibrio natural por su acumulación. Por esta razón, se debe promover la utilización de material reciclado de polipropileno o bien sea en mezclas con su homónimo virgen, para la fabricación de artículos que permitan mantener este material en ciclo productivo y así lograr disminuir su desecho.

Por otra parte, el moldeo por inyección es una de las técnicas de procesamiento más utilizadas para la obtención de piezas de polipropileno, gracias a que ofrece ventajas como: alto volumen de producción, buena calidad de las piezas obtenidas y facilidad para ser automatizado. Al ser una técnica tan difundida a nivel mundial, existen numerosos estudios a cerca de la inyección de polipropileno, en los cuales se ha reportado información sobre el efecto de la temperatura de procesamiento sobre las propiedades mecánicas del material inyectado, y del mismo modo, se ha reportado información sobre el efecto de la proporción de polipropileno reciclado agregado en mezclas con material virgen, sobre las propiedades mecánicas. Sin embargo, durante la búsqueda bibliográfica realizada no se encontró mucha información sobre el efecto combinado de la temperatura de procesamiento y la proporción de material reciclado, sobre las propiedades mecánicas de las piezas de polipropileno obtenidas mediante moldeo por inyección. Por lo anterior, con este trabajo se pretende obtener información validada experimentalmente para facilitar la comprensión del uso y procesamiento de mezclas polipropileno virgen - reciclado, contribuyendo así con el mejoramiento de las tasas de aprovechamiento de residuos.

Mediante el acercamiento que se tuvo con el gremio industrial se evidenció un conocimiento empírico aplicado durante la puesta a punto del proceso de inyección, así como desconocimiento y temores con respecto al uso de material reciclado posindustrial. Con este trabajo también se busca mejorar y fortalecer la interacción entre la academia y la industria local, de tal manera que se compartan los conocimientos adquiridos experimentalmente, mediante una metodología técnica que permita a las personas del gremio entender y evaluar qué tan significativa es la influencia del uso de material reciclado posindustrial y la temperatura de procesamiento, sobre las propiedades

mecánicas de las piezas inyectadas. Se espera motivar positivamente la práctica de la economía circular con la reincorporación de residuos posindustriales a las cadenas productivas.

## V. OBJETIVOS

### A. *Objetivo general*

Estudiar el efecto de la temperatura de procesamiento y la proporción de polipropileno virgen-reciclado sobre las propiedades mecánicas de probetas estandarizadas sometidas a ensayos de tensión uniaxial y flexión en tres puntos.

### B. *Objetivos específicos*

- Evaluar la influencia de la temperatura de procesamiento en la obtención de probetas de tensión y flexión conforme a la normativa ASTM D638 y ASTM D790 para polipropileno virgen, reciclado y mezclas.
- Evaluar el efecto de la proporción de las mezclas de polipropileno virgen y reciclado sobre la obtención de probetas para tensión y flexión conforme a la normativa ASTM D638 y ASTM D790, comparando con los resultados del objetivo específico anterior.
- Establecer el efecto de la temperatura de procesamiento y las proporciones de las mezclas sobre las propiedades mecánicas en tensión uniaxial y flexión de las probetas obtenidas.

## VI. MARCO TEÓRICO

En esta sección, se mencionarán los conceptos básicos más relevantes para el desarrollo de este proyecto, los cuales están enfocados principalmente en la caracterización química y térmica de los materiales utilizados en estado de entrega. También, de su procesamiento y conformado mediante la técnica de moldeo por inyección. De igual forma, la evaluación de las propiedades mecánicas más representativas para el polipropileno virgen, reciclado y mezclas, a través de ensayos estandarizados de flexión en tres puntos y tensión uniaxial. Por último, se mencionan conceptos para el análisis estadístico de los resultados obtenidos en las pruebas realizadas.

### A. Generalidades sobre el polipropileno:

El polipropileno (PP) es el polímero termoplástico, semicristalino, que se obtiene de la polimerización del propileno (o propeno) como se observa en la **Fig. 1**. Pertenece al grupo de las poliolefinas. El polipropileno fue presentado en el mercado, en 1957 por la firma Hoechst AG [8]. El polipropileno es uno de los materiales termoplásticos más utilizados como materia prima para la fabricación de artículos moldeados por inyección [7].

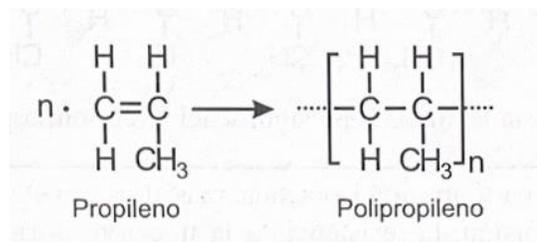


Fig. 1. Representación esquemática de la polimerización por adición del polipropileno [7].

### 1. Tipos de polipropileno:

En el mercado existen muchos tipos de polipropilenos pero en general se habla de 2 grupos principales, el PP homopolímero y el PP copolímero [7], [8].

Se denomina PP homopolímero al obtenido de la polimerización de propileno puro. Según su tacticidad, se distinguen tres tipos:

- PP isotáctico: la distribución regular de los grupos metilo le otorga una alta cristalinidad, gran resistencia mecánica y gran tenacidad. Es el tipo más utilizado hoy día en inyección de piezas.
- PP atáctico: tipo de propileno que polimeriza dejando los metilos laterales espacialmente en desorden. Este polímero se utiliza como una goma en papeles adherentes, o como base para los adhesivos en caliente.
- PP sindiotáctico: muy poco cristalino, teniendo los grupos metilos acomodados en forma alterna, lo cual lo hace más elástico que el PP isotáctico, pero también menos resistente a la tensión.

El PP copolímero se obtiene generalmente al añadir entre 5 y 30 % de etileno en la polimerización, dando como resultado un copolímero de polipropileno y polietileno, el cual posee mayor resistencia al impacto que el PP homopolímero. [8]

## 2. *Propiedades del polipropileno homopolímero*

- Baja densidad
- Alta rigidez, dureza y resistencia mecánica.
- Temperatura de trabajo hasta los 100 grados centígrados.
- Fragilidad a bajas temperaturas, a partir de 0 grados centígrados.
- Opaco, incoloro.
- Resistente a ácidos y álcalis inorgánicos débiles, alcoholes, algunos aceites y legías.

## 3. *Degradación del polipropileno*

Todos los materiales poliméricos experimentan distintos procesos de deterioro, pueden ocurrir durante su procesamiento o en las condiciones del entorno donde se encuentren prestando un

servicio. Esto, conlleva a la alteración de sus propiedades físicas, químicas y mecánicas, dando fin a la vida útil del material en determinada aplicación. Del mismo modo, estos procesos de degradación causan variaciones sensibles en la procesabilidad y estabilidad estructural del material. Por lo anterior, cuando se desea reprocesar este tipo de materiales, en este caso el polipropileno, es importante tener en cuenta todos estos conceptos.

Este fenómeno se evidencia en el polipropileno mediante la disminución de la longitud de sus cadenas y por consiguiente la reducción de su peso molecular. Para que esto ocurra, existen varios mecanismos. Entre ellos se encuentran la degradación mecánica, la degradación térmica y la degradación oxidativa. Todos estos mecanismos son bastante influyentes para este material. Por una parte, el movimiento del husillo de la inyectora en la etapa de plastificación genera un rompimiento mecánico de las cadenas, causado por el efecto de cizallamiento. El aumento de la temperatura genera la aparición de radicales libres lo cual favorece el rompimiento de enlaces como se muestra en la **Fig. 2**. Al haber presencia de oxígeno, junto con el aumento de temperatura y la aparición de esos radicales libres, se promueve la formación de peróxidos inestables como también hidroperóxidos, estos se transformarán en compuestos más estables y por último en volátiles. [14]

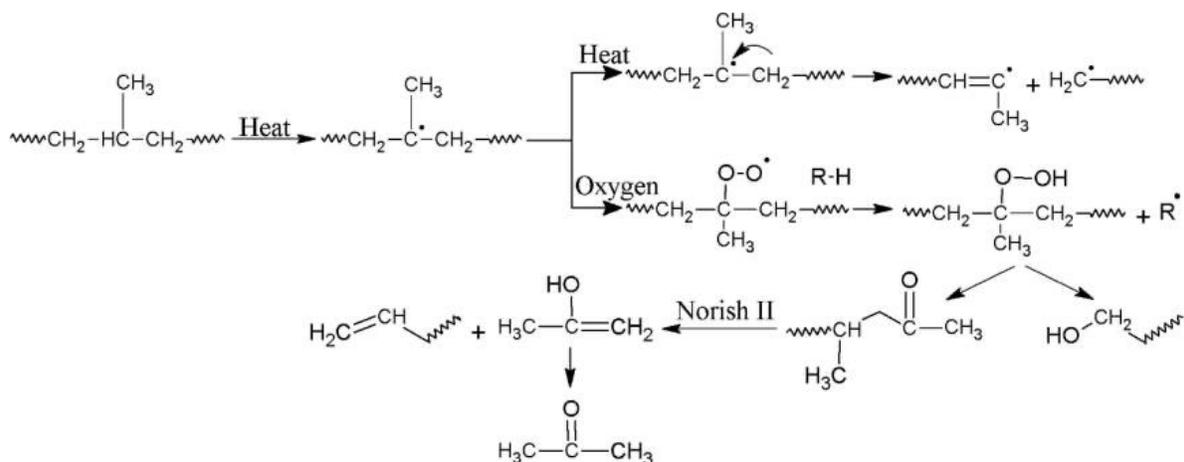


Fig. 2. Ilustración de la reacción que puede ocurrir durante la degradación termo-química del polipropileno [14].

## *B. Generalidades del reciclaje de polímeros*

El reciclaje es un proceso cuyo objetivo es convertir materiales clasificados como desechos en productos útiles, procurando mantener su valor durante mayor tiempo en las cadenas productivas, reduciendo la contaminación por acumulación y el consumo de materia prima virgen [15], [16].

### *1. Cadena de reciclaje*

Generalmente para llevar a cabo el proceso de reciclaje se tienen los siguientes pasos:

- Origen: identificar de dónde proviene el residuo, puede ser doméstico o industrial.
- Recuperación: Puede ser realizada por empresas públicas o privadas. Incluye recolección y transporte.
- Plantas de transferencia: Se clasifican los residuos y se separan los componentes.
- Reciclador final: Es donde finalmente se realiza el proceso de reintegración de estos materiales a las cadenas productivas [16].

## *C. Caracterización espectroscópica, térmica y reológica del polipropileno*

Para realizar un análisis químico del polipropileno virgen y reciclado, se suele utilizar la técnica de análisis infrarrojo con transformada de Fourier por sus siglas en inglés (FTIR), esta técnica espectroscópica se basa en el análisis de movimientos moleculares y en la dispersión de energía ocasionada por dichos movimientos [17]. Al hacer pasar un haz de luz en el rango del infrarrojo a través de la muestra, se obtienen señales de diferentes intensidades; estas señales suelen llamarse picos y se producen cuando la longitud de la onda de la luz incidente coincide con la frecuencia vibratoria de un enlace, generándose un fenómeno de absorción de luz [18]. De forma general, en un espectro infrarrojo se presentan 2 regiones principales. La primera, entre  $4000$  y  $1500\text{ cm}^{-1}$ , la cual se conoce como la región de grupos funcionales. En esta región los picos provienen de la absorción de radiación de determinados enlaces en un rango específico de frecuencia, independientemente a qué estén unidos en la molécula. [19]. Luego, los picos de absorción que aparecen en la región comprendida entre  $1500$  y  $500\text{ cm}^{-1}$ , llamada región de huella digital, son

generados por varias vibraciones de enlaces presentes en la estructura única de cada molécula; de esa exclusividad proviene su nombre [20], [21]. El espectro infrarrojo de una muestra de PP se puede observar en la **Fig. 3**, del mismo modo, en la **Fig. 4** se muestra una lista con los picos característicos del mismo. Esta técnica permite identificar cualitativamente los grupos funcionales que tiene el material, así como posibles cambios de estos, debidos a la degradación, sobre todo del material reciclado [22].

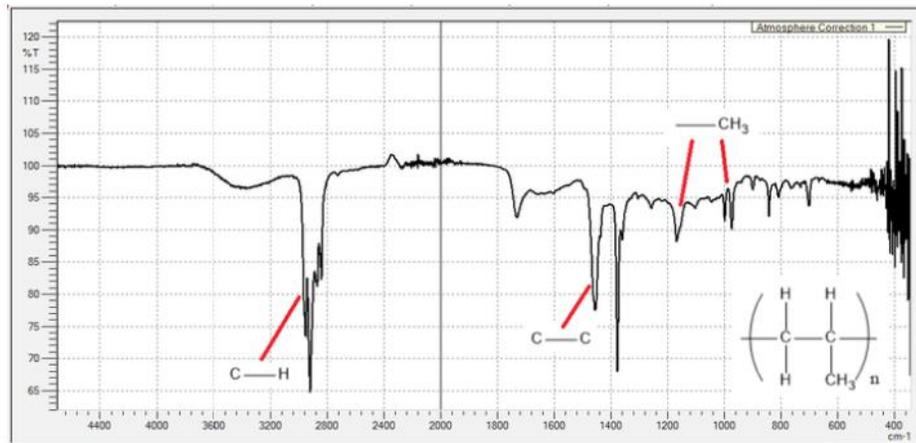


Fig. 3. Espectro FTIR de (PP). Movimientos de tensión de los enlaces C-H a 2900  $\text{cm}^{-1}$ , movimientos de tensión C-C en 1350-1450  $\text{cm}^{-1}$  y flexión de -CH<sub>3</sub> en 1000-1200  $\text{cm}^{-1}$  [21].

Wave number ( $\text{cm}^{-1}$ )	Vibration type	Assignment
808	Stretching	C-C
840	Rocking	C-H
973	Rocking	CH <sub>3</sub>
	Stretching	C-C
996	Rocking	CH <sub>3</sub>
	Stretching	C-C
1166	Wagging	C-H
	Rocking	CH <sub>3</sub>
1376	Symmetrical bending	CH <sub>3</sub>
1456	Symmetrical bending	CH <sub>3</sub>
2870	Stretching	CH <sub>3</sub>
2920	Asymmetrical stretching	CH <sub>2</sub>
2950	Asymmetrical stretching	CH <sub>3</sub>

Fig. 4. Lista de picos característicos del PP [20].

Por otro lado, para realizar análisis del comportamiento térmico de los termoplásticos, se utiliza de forma complementaria el análisis termogravimétrico por sus siglas en inglés (TGA) y la calorimetría diferencial de barrido por sus siglas en inglés (DSC). En un TGA se realiza el seguimiento de las pérdidas de peso que tienen lugar en una muestra sometida a un calentamiento progresivo en el tiempo. El resultado de un análisis por TGA es una curva que relaciona el porcentaje de masa de la muestra en función de la temperatura y permite obtener información sobre el contenido de humedad, solventes orgánicos y la temperatura a la que el material se degrada. Adicionalmente, si se derivan los datos del porcentaje de masa con respecto a la temperatura, se puede obtener una curva DTG en la cual, el valor máximo de la derivada representará la temperatura en la que se presenta una mayor pérdida de masa. En la **Fig. 5** se presenta la curva típica de TGA para un polipropileno [13], [22], [23]. El análisis DSC es una técnica usada para determinar transiciones térmicas en los polímeros. Estudia el flujo de calor en función de la temperatura y el tiempo, con el fin de determinar qué fenómenos endotérmicos y/o exotérmicos suceden en el material al ser calentado y enfriado en un rango definido de temperatura. El resultado de esta técnica permite obtener gráficos como el de la **Fig. 6** [24], donde se relaciona el flujo de calor en función de la temperatura, de manera que los picos endotérmicos corresponden a la fusión de cristales en el material y los picos exotérmicos corresponden a procesos de cristalización. Mediante el análisis de los resultados de DCS y TGA se pueden llegar a elegir las temperaturas de procesamiento para la inyección, teniendo en cuenta los rangos donde el material es estable térmicamente [22].

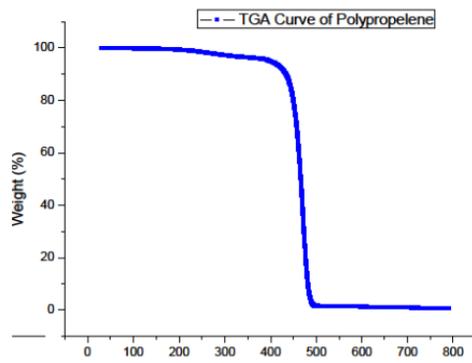


Fig. 5. Curva TGA de polipropileno, en atmósfera inerte [23].

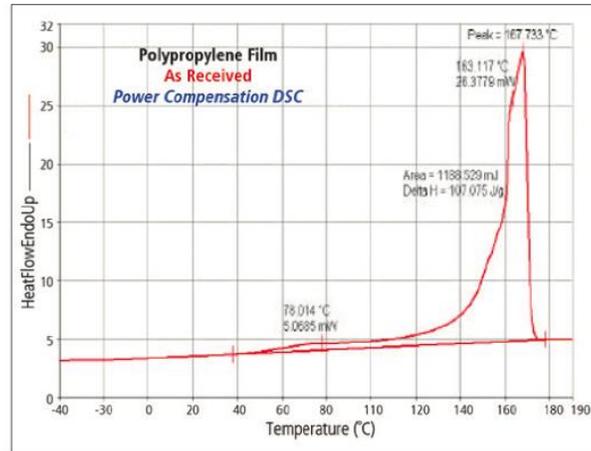


Figure 1. DSC results on as received polypropylene film sample showing multiple melting peaks.

Fig. 6. Curva DSC enfriamiento calentamiento de polipropileno [24].

Una de las técnicas utilizadas para conocer el comportamiento reológico de los materiales termoplásticos que se desean inyectar, es la medición del índice de fluidez por sus siglas en inglés (MFI). Este es un método estándar utilizado para una rápida determinación de la fluidez de los termoplásticos bajo condiciones específicas de temperatura y carga, en estado de fluidez [11]. El índice de fluidez indica la masa en gramos de un termoplástico que se hace pasar a través de una boquilla normalizada, usando una fuerza y temperatura estandarizadas, su magnitud está relacionada con el peso molecular del polímero. Cuando menor sea su peso, mayor será el índice de fluidez [8]. En los materiales termoplásticos el MFI suele tener variaciones medibles al comparar un material virgen con su homólogo reciclado; para el caso del polipropileno, es de esperar un incremento del MFI con respecto a la cantidad de ciclos térmicos a los que ha sido sometido [11].

#### D. Moldeo por Inyección

El moldeo por inyección, es el método de procesamiento más importante usado en la manufactura de productos poliméricos, ideal para procesos de producción en serie de piezas que requieran dimensiones precisas o geometría compleja. Este proceso data del año 1872 cuando los hermanos Hyatt patentaron una máquina en donde inyectaban celulosa en moldes [24].

### 1. *El ciclo del moldeo*

La secuencia de pasos durante el moldeo por inyección de una pieza de material polimérico, es llamada ciclo de moldeo por inyección, y presenta 4 etapas tal y como se ilustra en la **Fig. 7**, donde están referenciadas por las letras A, B, C y D. El ciclo comienza cuando el molde se cierra (**A**), seguido por la inyección del polímero en la cavidad del molde (**B**). Una vez la cavidad es llenada, se aplica una presión de sostenimiento con el fin de compensar la contracción del material (**C**). En el siguiente paso, el husillo gira alimentando la próxima carga de polímero y esta queda al frente del mismo. Además, el husillo se desplaza hacia atrás alistando la siguiente inyección. Una vez la pieza está lo suficientemente fría, el molde abre y la expulsa (**D**) [25].

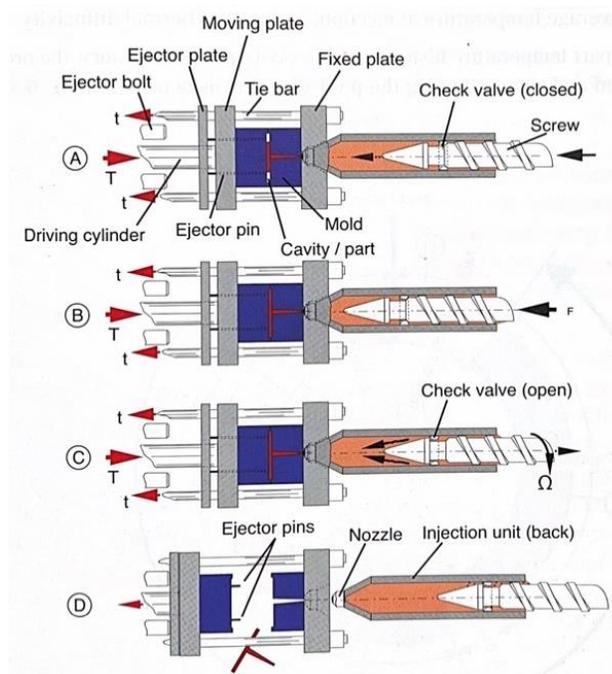


Fig. 7. Esquema de la secuencia de un ciclo durante el proceso de inyección de termoplásticos, (A) cierre del molde, (B) inyección de material, (C) sostenimiento y enfriado, (D) expulsión [25].

### 2. *Puesta a punto del proceso de moldeo*

La puesta a punto del proceso de inyección es el paso más influyente y complejo del proceso, ya que de éste, depende tener éxito tanto en la productividad como en las propiedades mecánicas del

producto que se desea obtener. Se encuentran varios parámetros importantes a tener en cuenta como lo son el tiempo, la temperatura y la presión. [25].

Existen muchas posibles combinaciones de parámetros cuyo resultado permite obtener una pieza aceptable, éstas se encuentran delimitadas por un máximo y un mínimo de temperaturas y presiones. **La Fig. 8** representa un diagrama de moldeo que expone todas las condiciones delimitantes. La temperatura de procesamiento está limitada por un valor mínimo, el cual resulta en una inyección corta con posibilidades de llenado incompleto del molde, y un valor máximo que al ser sobrepasado, causará la degradación del material. La presión de sostenimiento está limitada por un valor mínimo, el cual lleva a un exceso de contracción del material y llenado incompleto, por otro lado, una elevada presión de sostenimiento causará la aparición de rebabas en la pieza [25].

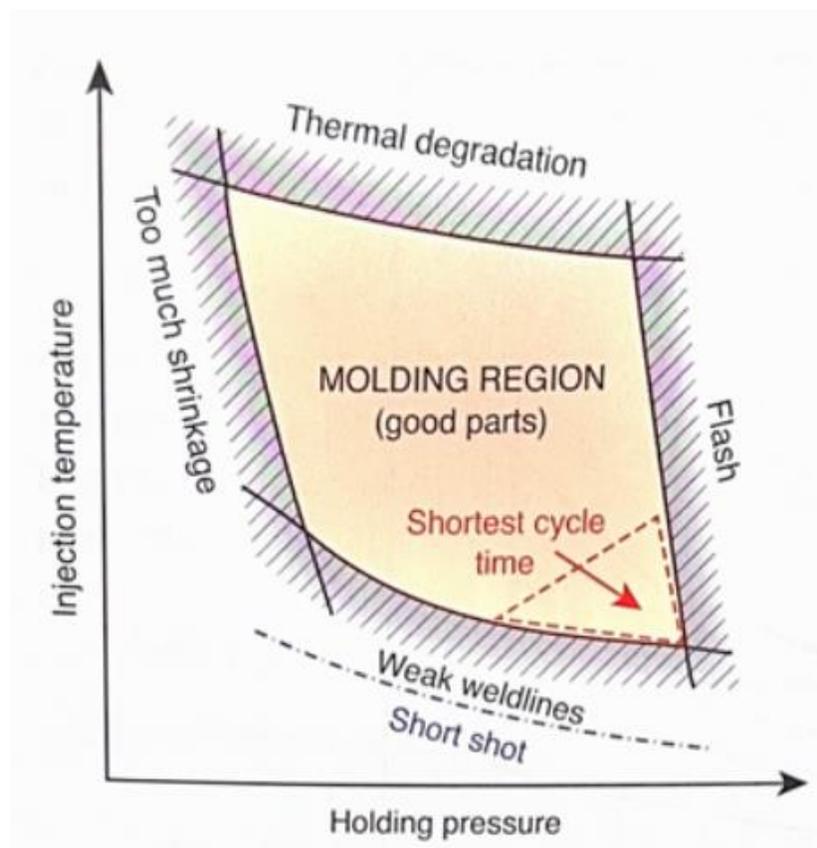


Fig. 8. Diagrama de moldeo, muestra una región de moldeo sin defectos dependiendo de la temperatura de inyección y la presión de sostenimiento [25].

### 3. *Perfil de Temperatura*

En la máquina para moldeo por inyección, existe una pieza principal que se denomina la unidad plastificadora, la cual consta de los siguientes componentes: un barril o cilindro, el husillo, la tolva y el control hidráulico. El cilindro tiene a su alrededor unos elementos calefactores encargados de generar el aumento de temperatura necesario para el procesamiento de los polímeros, en general, esos elementos son separados en secciones o zonas como se muestra en la **Fig. 9**. El husillo, está ubicado dentro del barril o cilindro y tiene la función de transportar y darle la fluidez al polímero como se muestra en las **Fig. 8 y 9**. La tolva, es la parte por donde se alimenta todo el material que se desea procesar. En la base del husillo, la zona más cerca de la tolva es por donde los pellets del material entran en contacto por primera vez con este. Esta sección está diseñada para transportar y plastificar los pellets. En el caso de un polímero altamente cristalino, debido a su estructura, se necesita una gran cantidad de energía para fundir los cristales, por eso, esta sección es programada a una temperatura más alta que las demás, con el fin de iniciar la plastificación del material. Algunos materiales semicristalinos pueden llegar a ser sensibles a degradación por efecto de la exposición prolongada a las temperaturas altas utilizadas en la etapa de plastificación y por ello no pueden estar sometidos a esas condiciones por largos periodos de tiempo, es así como, la siguiente zona de calentamiento tendrá una temperatura más baja y lo mismo sucederá con la temperatura en la boquilla. A esta distribución de temperaturas se le llama perfil de temperatura, el cual será objeto de estudio de este trabajo. En el caso de tener un material amorfo, por lo general, se utiliza un perfil ascendente, ya que no necesitan tanta energía para ser plastificados y son más resistentes a la degradación térmica. [26]

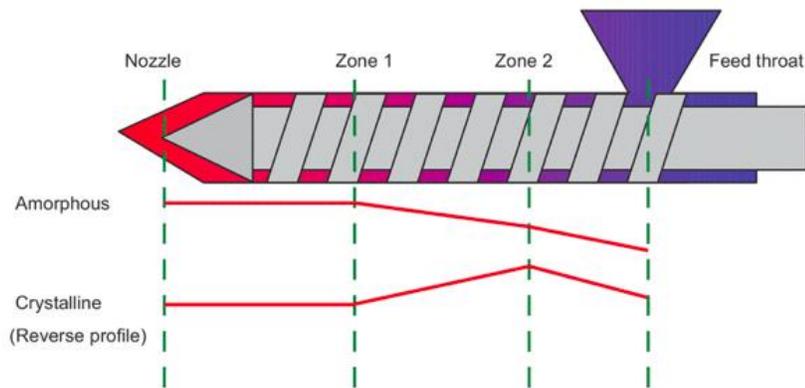


Fig. 9. Esquema de la unidad de plastificación, de derecha a izquierda se encuentran la tolva, la zona de calentamiento 2, la zona de calentamiento 1 y la boquilla. Rampas de calentamiento para un material cristalino y uno amorfo [26].

Es importante adicionar, que una incorrecta puesta a punto del proceso puede ocasionar otro tipo de defectos como rechupes y esfuerzos residuales en las piezas a temperatura ambiente. Adicionalmente, la deformación es otro defecto causado por las condiciones del procesamiento [6].

### *E. Propiedades mecánicas*

Son características propias de cada material y están relacionadas con su desempeño ante la aplicación de cargas y/o deformaciones. Estas propiedades pueden ser medidas ya sea cuantitativa o cualitativamente. Existen diferentes propiedades mecánicas de interés dependiendo del tipo de material, del nivel de esfuerzos y deformaciones al que vaya a estar sometido y sobre todo de las exigencias de una determinada aplicación. Para el polipropileno, se ha reportado el estudio de sus propiedades mecánicas bajo flexión en tres puntos siguiendo la norma ASTM D790 y bajo tensión uniaxial utilizando la norma ASTM D638, también se han reportado estudios donde se analizan los defectos en las probetas inyectadas [26], [11]. En este trabajo se medirán las propiedades mecánicas en tensión y flexión, con el objetivo de poder comparar los diferentes tipos de comportamientos cuando este es inyectado, usando diferentes temperaturas de procesamiento y diferentes contenidos de material reciclado.

La medición de las propiedades mecánicas bajo flexión en materiales termoplásticos se realiza siguiendo la metodología descrita en la norma ASTM D790. Consiste en utilizar un equipo con control de desplazamiento y carga, para someter una muestra de dimensiones estandarizadas a un esfuerzo de flexión ascendente y un desplazamiento constante. La muestra se coloca sobre dos puntos de apoyo, estos se ubican en la parte inferior de la máquina a una distancia fija que depende de las dimensiones de la probeta, típicamente estos apoyos en el montaje, son inmóviles. Por otra parte, se encuentra el punzón de ensayo, este es acoplado al mecanismo móvil de la máquina y será el punto en donde se aplique la carga, se ubica justo en el centro de la parte superior de la probeta y además equidistante de cada uno de los apoyos inferiores. En la **Fig. 10** se ilustra un ensayo típico de flexión en tres puntos. Por último, se recolectan datos de fuerza, desplazamiento y tiempo para la construcción de gráficos de esfuerzo vs deformación a partir de los cuales se pueden conocer la principales propiedades mecánicas en flexión para el material y posteriormente su análisis [27].



Fig. 10. Montaje de flexión con tres puntos de apoyo.

Una curva típica de esfuerzo vs deformación, obtenida para un ensayo de flexión, puede observarse tal y como se ilustra en la **Fig. 11**, allí se presentan los resultados del ensayo de flexión para tres tipos de polímeros, donde el material (a) corresponde a un polímero rígido con alta resistencia a la flexión, seguido por el material (b) que representa un polímero flexible con menor resistencia a la flexión, y por último el material (c) con un comportamiento típico para un elastómero, caracterizado por una alta flexibilidad y baja resistencia a la flexión respecto a los anteriores. [28]

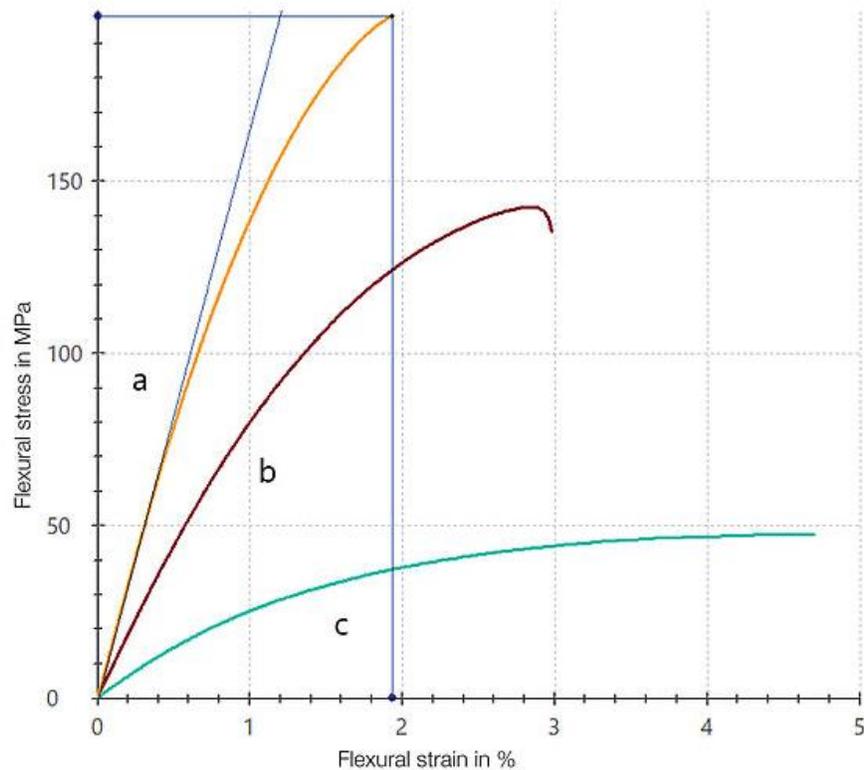


Fig. 11. curvas típicas de esfuerzo vs deformación para un ensayo de flexión. (a) plástico rígido, (b) plástico flexible (c) elastómero [28].

Una prueba de tensión uniaxial para polímeros termoplásticos según la norma ASTM D638 consiste en someter una probeta de dimensiones estandarizadas tal y como se observa en la **Fig. 12**, a una carga de tensión progresiva aplicada a una tasa de desplazamiento constante, lo cual produce un alargamiento en el cuerpo de prueba. Generalmente se utiliza una máquina universal de ensayos, en la cual se hace un arreglo tal que se sujeta la probeta en sus dos extremos con la acción de dos mordazas, la mordaza inferior se ubica en una superficie inmóvil o fija y la mordaza superior esta acoplada al mecanismo móvil de la máquina. En la **Fig. 13**, se ilustra el montaje típico para la realización de un ensayo de tensión. Durante el transcurso del ensayo el sistema de adquisición de datos del equipo recolecta la variación de la fuerza, el desplazamiento y el tiempo, datos con los cuales se realizará el posterior análisis de acuerdo a la metodología estipulada en la norma para la construcción de gráficos de esfuerzo vs deformación, a través de los cuales se pueden

conocer las principales propiedades mecánicas del material. En la **Fig. 14** se ilustra una curva típica para el ensayo de tensión de un material termoplástico [8].

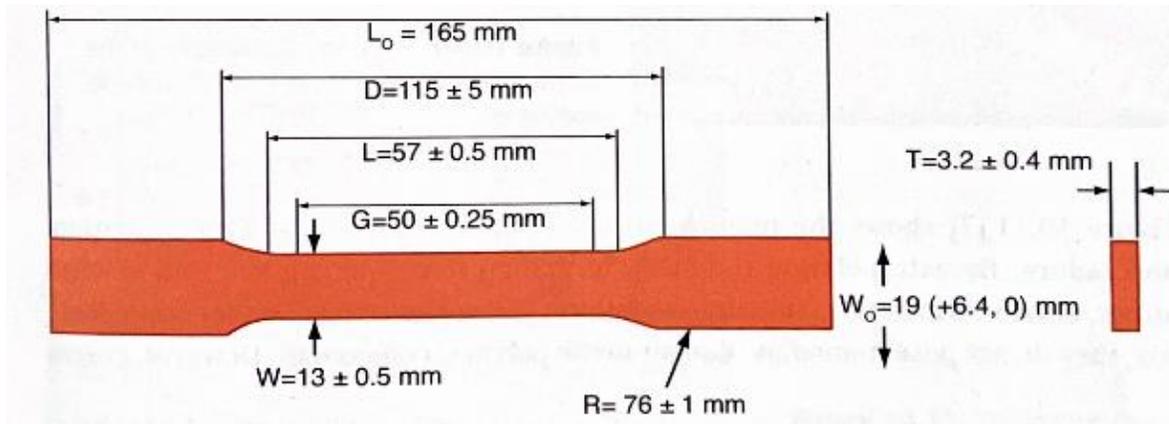


Fig. 12. Medidas de la probeta para ensayo de tracción tipo 1 según la norma ASTM-D638 [25].



Fig. 13. Montaje típico para un ensayo de tensión en la máquina universal.

En un gráfico obtenido para un ensayo de tensión se pueden encontrar dos regiones principales, una zona con un comportamiento de línea recta al inicio del gráfico, señalado en la **Fig.14** con un recuadro de color negro, esta corresponde a un comportamiento elástico donde el material sufrirá una deformación que al momento de retirar la carga recuperará su forma original. Mientras que la segunda zona, señalada en la **Fig.14** con un recuadro de color azul, donde se observa una curva con una forma poco definida que representa la deformación plástica, es decir, la deformación causada por una magnitud mayor al límite elástico, esta será una deformación permanente [29]. Además, se pueden obtener datos como la resistencia o esfuerzo máximo, límite elástico, módulo de elasticidad, entre otros. Hay que resaltar, que todos los tipos de materiales van a presentar curvas diferentes, por lo que las zonas mencionadas puede que no sean claras o no aparezcan. Sabiendo esto, dependiendo de la forma de la gráfica y de las zonas que se logren observar, se podrán identificar características como la fragilidad y la ductilidad, y así, determinar el comportamiento mecánico del material [29].

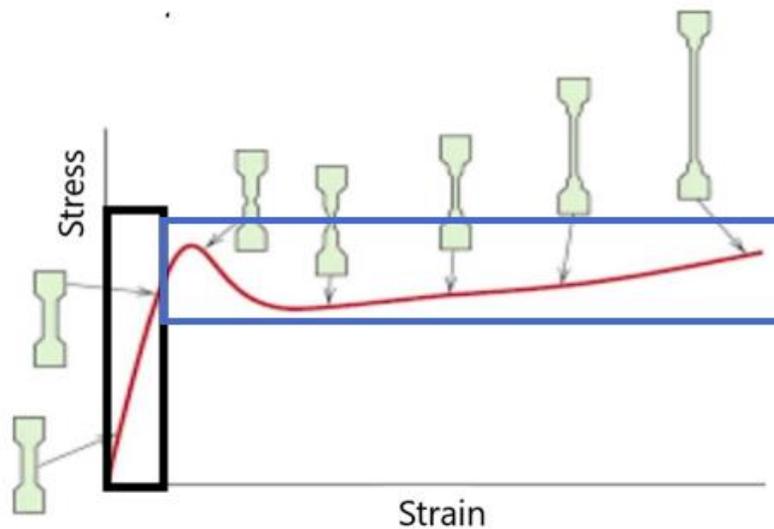


Fig. 14. Gráfica de esfuerzo en tracción versus deformación unitaria típica de un polímero semicristalino [30].

#### F. Análisis Estadístico

El análisis estadístico es una herramienta que se utiliza para interpretar y comprender resultados obtenidos a través de estudios o diseños experimentales. Se suele realizar empleando técnicas y métodos que permiten organizar, describir e interpretar los datos, y así, obtener información

significativa y útil [31]. Si bien es un tipo de análisis de datos, éste, se aborda desde una perspectiva interpretativa que resulta útil para tomar decisiones concretas, sustentadas en criterios objetivos.

Una de las técnicas para realizar este tipo de evaluación es el análisis de varianzas o ANOVA (por sus siglas en inglés), se trata de una colección de modelos estadísticos en el cual se prueba la hipótesis de que las medias de dos o más poblaciones son iguales. Los ANOVA evalúan la importancia de uno o más factores al comparar las medias de la variable de respuesta con los diferentes niveles de factores. Junto con el ANOVA se utiliza un test de Tukey, éste es un método para crear intervalos de confianza de todas las diferencias entre parejas de medias de los niveles de los factores, mientras se controla la tasa de error por familia en un nivel especificado. La técnica, ajusta el nivel de confianza de cada intervalo individual para que el nivel de confianza simultáneo resultante sea igual al valor que se especifique [32], [33].

Los ANOVA requieren que los datos de las poblaciones sigan una distribución aproximadamente normal con varianzas iguales entre los niveles de factores. Sin embargo, los ANOVA pueden funcionar bastante bien incluso si no se sigue el supuesto de normalidad, a menos que una o más distribuciones sea muy asimétrica o las varianzas sean bastante diferentes [32].

Es posible realizar el análisis de los resultados claves de un ANOVA de varias formas. Primero, se puede determinar si las diferencias entre las medias de los grupos son estadísticamente significativas, este método, utiliza la desviación absoluta de las observaciones en cada mediana del tratamiento. Luego evalúa si la media de estas desviaciones son o no son iguales para todos los tratamientos [34]. El resultado relevante de esta prueba, es el valor “p” o “p-value”. Este valor será la probabilidad de que un valor estadístico calculado sea posible dada una hipótesis nula cierta. De forma que, para revisar si cualquiera de las diferencias entre las medias es estadísticamente significativa, se debe comparar el valor “p” con el nivel de confianza que se utilice para evaluar la hipótesis nula, para este caso un 95 %, por lo que un nivel de significancia de 0,05 indica un riesgo de 5%. Sabiendo eso, un valor  $p \leq 0,05$ , indicará que, las diferencias entre algunas de las medias son estadísticamente significativas. De lo contrario, las diferencias entre las medias no son estadísticamente significativas [35]. A continuación, se presenta un ejemplo de análisis de varianzas en la **Fig.15**.

### Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Factor	4	15028	3757	1,88	0,154
Error	20	40040	2002		
Total	24	55067			

Fig. 15. Ejemplo de análisis de varianza de módulo de elasticidad con resultado de valor *p-value*.

En los resultados de la **Fig. 15**, la hipótesis nula establece que los valores de módulo de elasticidad media de 5 muestras diferentes son iguales. Puesto que el valor “p” es mayor que el nivel de significancia de 0,05, no se puede rechazar la hipótesis nula y concluir que el módulo de elasticidad de las muestras no es significativamente diferente.

Adicionalmente, se pueden comparar las medias de los grupos. En el ANOVA, si el valor “p” es menor que el valor de significancia, se puede decir que algunas de las medidas de los grupos estudiados son diferentes, pero este análisis no permite saber cuáles pares de grupos son diferentes. Razón por la cual, se utiliza el método de Tukey para la evaluación de cada pareja de datos y así poder determinar cuáles son significativamente diferentes. Una forma de mostrar los resultados del test de Tukey es mediante la construcción de un diagrama de intervalos de confianza para las diferencias de las medias. Este, contiene la información para cada pareja de datos evaluado, con un punto central que muestra la diferencia o resta entre las medias y un intervalo, que con un 95 % de confianza contendrá el valor verdadero de esta diferencia [35], [33]. A continuación se muestra un diagrama de intervalos de confianza para la medición de modulo elástico de 5 muestras en la **Fig. 16**.

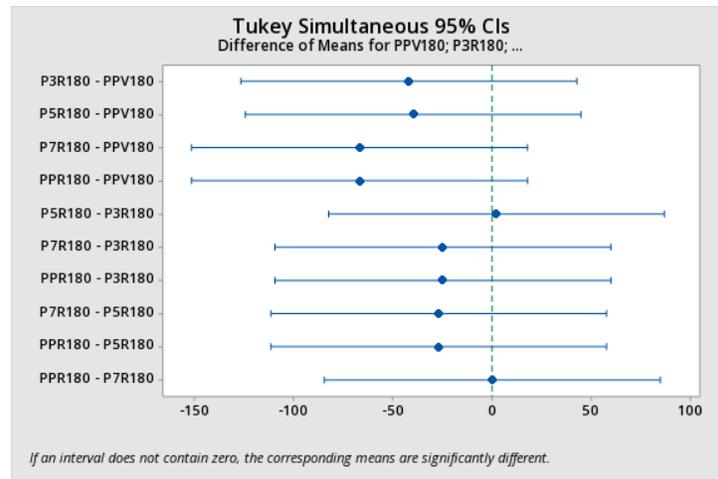


Fig. 16. Diagrama de intervalos de confianza para comparar el módulo elástico de 5 muestras.

El diagrama de la **Fig. 16** muestra las comparaciones de las diferencias de las medias de cada pareja evaluada, y se interpreta, revisando que el rango del intervalo contenga el cero (marcado con una línea punteada verde). Como todos los intervalos contiene el valor cero, entonces las medias correspondientes no son significativamente diferentes. En caso de que el rango de un intervalo no contenga el cero, sus medias serán significativamente diferentes.

Una forma de presentar los datos de los resultados de la evaluación de alguna propiedad, puede ser por medio de un gráfico de cajas y bigotes, como se muestra en la **Fig. 17**.

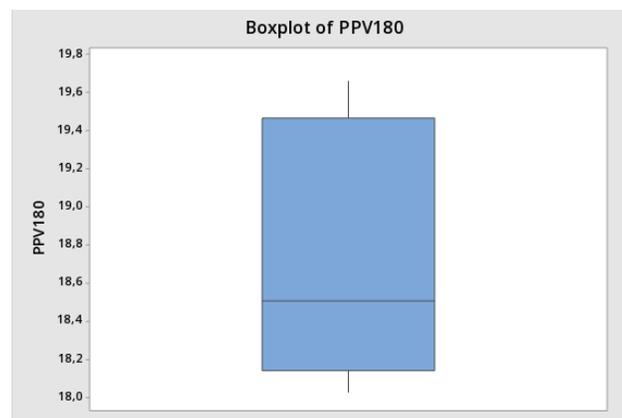


Fig. 17. Diagrama de cajas y bigotes para los resultados de la medición del módulo elástico de una muestra.

El tipo de grafico de la **Fig. 17** muestra la mediana , representada por la línea en la caja. La mediana es una medida común del centro de sus datos. La mitad de las observaciones es menor que o igual

al valor y la mitad es mayor que o igual al valor. La caja de rango intercuartil representa el 50 % intermedio de los datos. Muestra la distancia entre el primer cuartil y el tercer cuartil (Q3-Q1). Los bigotes se extienden de cualquier lado de la caja, representan los rangos del 25 % de valores de datos de la parte inferior y el 25 % de la parte superior, excluyendo los valores atípicos [36].

Para finalizar, se determina si el modelo cumple con el supuesto de distribución normal, uno de los métodos para verificar si una distribución es aproximadamente normal es por medio del uso de un gráfico de probabilidades normales para los residuos, como se muestra en la **Fig.18**. Los residuos son las distancias que hay entre cada dato individual y la recta que mejor se le acomoda a la distribución de toda la muestra, es decir, un residuo será la resta entre el valor observado y el valor previsto, usando una línea de regresión lineal de mínimos cuadrados. Entonces, una gráfica de probabilidad normal muestra los residuos vs. sus valores esperados. Luego, para decir que los datos siguen una distribución normal los residuos deben seguir aproximadamente una línea recta [37], [38], [35].

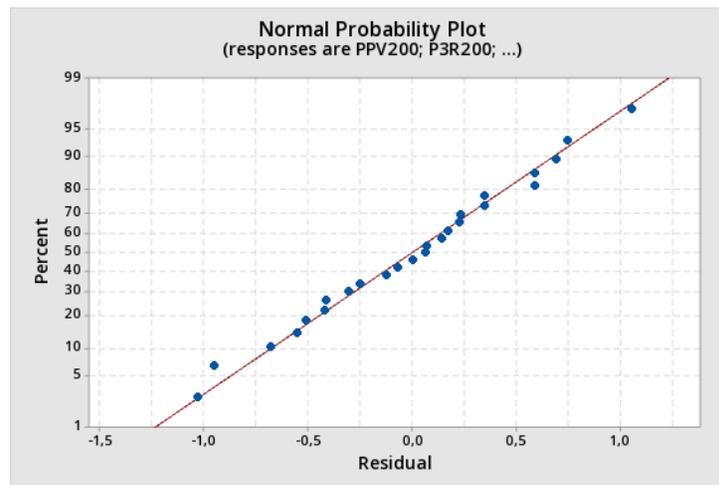


Fig. 18. Gráfico de probabilidad normal para un análisis de ANOVA de un propiedad evaluada para 5 muestras diferentes.

En este grafico **Fig. 18**. todos los puntos parecen seguir una línea recta, por lo que se puede decir que el supuesto de distribución normal para este grupo de datos es válido.

## VII. METODOLOGÍA

En la **Fig.19** se presenta un diagrama de flujo que describe la metodología seguida para el desarrollo del presente trabajo.

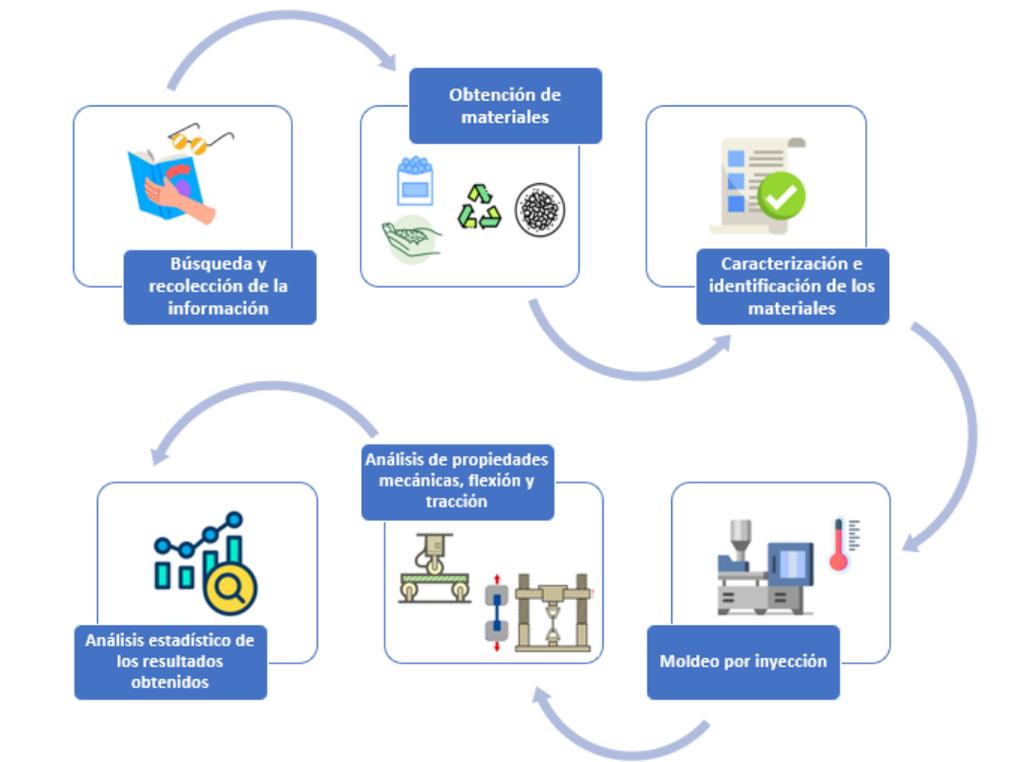


Fig. 19. Diagrama de flujo de la metodología usada para realizar el trabajo.

### A. *Materiales y mezclas*

Los materiales que son objeto de estudio, se adquirieron en una empresa local de la ciudad de Medellín que produce piezas inyectadas para uso médico. Para empezar, se tiene un polipropileno virgen de grado inyección de la marca Braskem, línea Maxio y referencia FT120WV como se muestra en la **Fig. 20(a)**, su presentación es en pellets, incoloro y se cuenta con la ficha técnica. En el caso del material reciclado, se tiene un triturado de polipropileno incoloro como se muestra en la **Fig. 20(b)**. La información acerca de este material, la proporciona el proveedor, asegura que es un polipropileno que proviene de los canales de alimentación de sus moldes y piezas no conformes,

también manifiesta que utiliza diferentes marcas de polipropileno en su producción y el reciclado es una mezcla de ellas, por último, afirma que estos sobrantes solo han pasado por uno ciclo de procesamiento.

Se seleccionaron estos materiales siguiendo varios criterios. Primero, para ser consecuente con la idea de aportar información a la industria local, se buscó que el proveedor perteneciera al gremio y que utilizara el polipropileno en su producción. Con el fin de disminuir la influencia de agentes externos que pueden ser controlados mediante otros procesos como la limpieza, procedencia, selección y el tipo de material, se escogió esta empresa que produce elementos plásticos de uso médico pues los requisitos que deben cumplir en el procesamiento son muy controlados. Además, al ser un material que solo ha sufrido un ciclo de procesamiento, se considera que aún tiene bastante potencial. Por último, el color, ambos incoloros con el fin de poder observar con mayor facilidad los defectos en el interior de las piezas inyectadas.

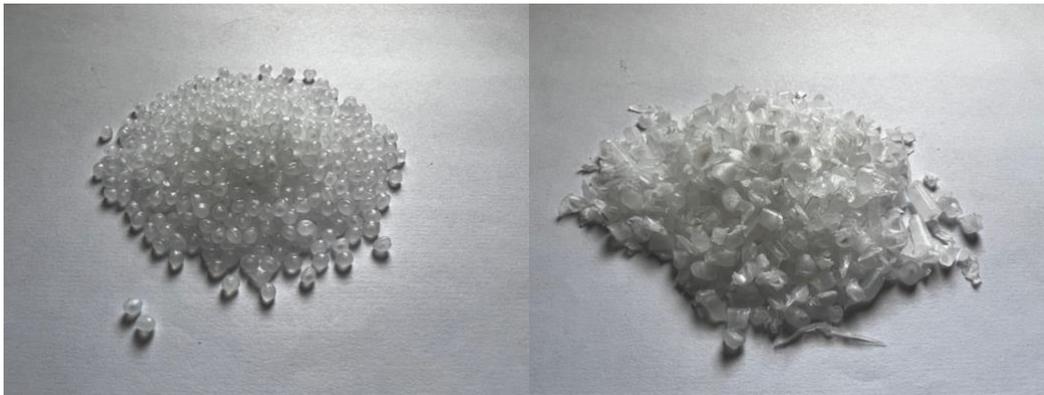


Fig. 20. (a) polipropileno virgen(PPV), (b) polipropileno reciclado(PPR).

Para el diseño experimental se definieron cinco formulaciones diferentes. El polipropileno virgen (PPV), el polipropileno 100 % reciclado (PPR), una mezcla de polipropileno virgen con 30 % en peso de reciclado (P3R), una mezcla de polipropileno virgen con 50 % en peso de reciclado (P5R) y una mezcla de polipropileno virgen con 70 % en peso de reciclado (P7R), como se muestra en la **Tabla I**. El polipropileno virgen se utilizó como referencia. Aunque en la literatura, en su mayoría se trabaja hasta con un 50 % de material reciclado con el fin de minimizar el efecto de disminución de propiedades mecánicas que genera la adición de este material en la formulación [39] . Pero, como en este caso se trata de un material limpio, homogéneo y con un solo ciclo de procesamiento,

se decidió trabajar con grandes proporciones de reciclado como lo es para la mezcla P7R e incluso el 100 % reciclado PPR. Según la literatura, un reciclado de estas características, aún conserva unas buenas propiedades mecánicas [40].

TABLA I. MATERIALES Y MEZCLAS.

Nombre	Porcentaje en peso de polipropileno virgen (%)	Porcentaje en peso de polipropileno reciclado (%)
<b>PPV</b>	100	--
<b>P3R</b>	70	30
<b>P5R</b>	50	50
<b>P7R</b>	30	70
<b>PPR</b>	--	100

### *B. Identificación inicial del material*

Para conocer los materiales constituyentes y verificar la información que ya se tenía por parte de la ficha técnica del polipropileno virgen y la información entregada por el proveedor con referencia al polipropileno reciclado, se decidió realizar una serie de pruebas de caracterización físico-químicas, las cuales se describen a continuación.

#### *1. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier.*

Los análisis se realizaron para el PPV y el PPR utilizando un espectrómetro Perkin Elmer Spectrum Two, perteneciente al Laboratorio de Química de Polímeros de la Facultad de Ingeniería de Universidad de la Antioquia. Se hizo un barrido desde  $450\text{ cm}^{-1}$  hasta  $4000\text{ cm}^{-1}$ . Los espectros de infrarrojo fueron comparados e identificados usando muestras halladas en la literatura.

Para el PPR se realizó el ensayo a 2 muestras diferentes con el fin de aumentar la confianza en los resultados, puesto que este análisis se hace con una muestra muy pequeña del material.

## 2. *Análisis termo gravimétrico (TGA)*

El ensayo de TGA se llevó a cabo por intermedio del Laboratorio de Investigación de Polímeros del Instituto de química de la Universidad de Antioquia en un calorímetro Q500 V20.8 marca TA Instruments. En los ensayos se utilizaron crisoles de platino en una atmósfera de nitrógeno. Se realizó un barrido desde los 25 °C hasta 900 °C, con una tasa de calentamiento de 20 °C/min. Los resultados obtenidos fueron analizados mediante el software TA Universal Analysis.

## 3. *Calorimetría diferencial de barrido (DSC)*

El ensayo de DSC se llevó a cabo por intermedio del Laboratorio de Investigación de Polímeros del Instituto de química de la Universidad de Antioquia, utilizando un calorímetro DSC Q5100 V9 de la marca TA Instruments. La prueba se realizó haciendo un calentamiento desde los 25 °C a razón de 20 °C/min hasta los 285 °C. Los resultados obtenidos fueron analizados mediante el software TA Universal Analysis.

Los porcentajes de cristalinidad de las muestras fueron halladas usando la *Ecuación (1)*. En donde se relaciona el cambio de la entalpía de fusión que se obtuvo en el ensayo, con el cambio de entalpía de fusión para un polipropileno con un porcentaje de cristalinidad del 100 % [24].

$$\% \text{ Cristalinidad} = (DH_m/DH_m^\circ) \cdot 100\%. \quad (1)$$

TABLA II. PARÁMETROS PARA % DE CRISTALINIDAD.

Parámetro	Descripción y Valor comentarios
$DH_m$	Cambio de la entalpia de fusión Obtenida para cada probeta mediante el uso de una regresión lineal.
$DH_m^\circ$	Cambio de la entalpia de fusión de cristales hallado en la literatura. 54,847

#### 4. Índice de fluidez

Este ensayo se llevó a cabo en el Laboratorio de Química de Polímeros de la Universidad de Antioquia en un equipo de la marca Atlas y referencia MFI2. Con base a los resultados obtenidos en las técnicas anteriormente descritas, se identificó que el polipropileno reciclado es una versión reprocesada del polipropileno virgen y no contiene polietileno, como sería el caso de un polipropileno copolímero. Teniendo en cuenta lo anterior, se procedió a realizar los ensayos de MFI siguiendo la norma ASTM D1238, usando las condiciones recomendadas para un polipropileno, que son, una carga de 2,16 KgF, una temperatura de 230 °C, haciendo 5 cortes del fluido cada 30 segundos.

Debido a la presentación del material reciclado y con el fin de asegurar una buena distribución de las mezclas, lo primero que se realizó, fue clasificar una porción del material reciclado mediante un tamizado mecánico como se observa en la **Fig. 21**, esto se realizó con el fin de tener una muestra con un tamaño promedio similar al de los pellets del material virgen. Luego se prepararon muestras de aproximadamente 7 gramos de las 5 formulaciones objeto de estudio.



Fig. 21. Proceso de tamizado del PPR.

Posteriormente, se repitió el mismo ensayo utilizando una menor temperatura por motivo de sospecha de una posible degradación del material reciclado, decisión que fue tomada con base en información encontrada en la literatura. De tal forma, utilizando la misma preparación y seleccionando en el equipo una carga de 2,16 KgF, una temperatura de 220 °C y 5 cortes del fluido cada 30 segundos. Se realizó nuevamente la medición del índice de fluidez para los 5 materiales objetos de estudio.

### *C. Inyección de probetas*

Este proceso se realizó en la máquina inyectora marca Welltec modelo TTI-90SEII **Fig. 22**. Perteneciente al laboratorio de pruebas a calzado y polímeros avanzados, ubicado en el Sena de Itagüí, Antioquia.



Fig. 22. Inyectora Welltec TTI-90SEII.

Las rampas de temperatura fueron seleccionadas haciendo uso de los resultados del TGA y el DSC de tal forma que ambas sobrepasaran la temperatura de fusión de cristales de los 2 materiales, pero que no sobrepasaran una temperatura que propiciara la degradación del material.

NOTA: Es importante señalar que, como se presenta en la **TABLA III**, en este trabajo se utiliza el nombre de “180” para la rampa de temperatura 1 y el de “200” para la rampa de temperatura 2. Por lo que, en adelante, al encontrar una denotación “PPV180”, deberá entenderse como, el material polipropileno virgen (PPV), fue procesado con la rampa de temperatura 1 (180). De igual forma, con las demás combinaciones entre formulaciones y rampas de temperatura.

TABLA III. RAMPAS DE TEMPERATURAS USADAS. LA ZONA 4 ES LA MÁS CERCANA A LA TOLVA, LA BOQUILLA ES LA MÁS PRÓXIMA AL MOLDE.

Temperatura En Zona	Boquilla °C	Zona 2 °C	Zona 3 °C	Zona 4 °C
Rampa de temperatura 1 (180)	180	190	195	200
Rampa de temperatura 2 (200)	200	210	220	230



Fig. 23. Preparación de la carga de cada una de las formulaciones de PP para inyectar.

### 1. *Proceso de inyección de cuerpos de prueba*

Para empezar, se pesó un kilogramo de cada una de las 5 mezclas objeto de estudio como se muestra en la **Fig. 23**. Luego, se encendió la máquina inyectora y se revisó que todo estuviera funcionando de forma adecuada. El personal encargado del funcionamiento del equipo conocía una parametrización con la cual se alcanzaba llenado completo del molde para el polipropileno, estos parámetros fueron tomados como punto de partida para la puesta a punto de la inyección con el

material objeto de estudio. Se programó la rampa de temperatura 1 siguiendo la recomendación de la literatura [26], para procesamiento de materiales semicristalinos, como es el caso. Seguido de esto, se realizó una purga con polipropileno virgen PPV para limpiar y asegurar que todo el material fuera homogéneo y estuviera libre de residuos de algún otro material. Se realizó un moldeo de prueba y se terminó de poner a punto la máquina, obteniendo piezas con llenado completo y mínima cantidad de defectos. A continuación, se procedió con la inyección de las probetas bajo las condiciones de presión, tiempo, velocidad y temperaturas, mostradas en el *Anexo A*. Se hizo la observación, que el molde no contaba con un control de temperatura, por lo que durante todo el proceso se registró su valor con un termómetro infrarrojo para un promedio de 32 °C. Continuando con el proceso, se cargó la maquina con 500 g de PPV, se inyectaron las probetas con este material, cada cuerpo de prueba fue marcado por orden de salida. Justo cuando se estaba terminado la carga en la inyectora, se añadió un grano de colorante, inmediatamente, se agregó una carga de 500 g de la mezcla P3R. Enseguida, se realizó un proceso de purga, que consistía en plastificar material hasta que saliera por la boquilla con el color del pigmento; se continuó con este procedimiento hasta que se terminó de observar coloración en el fluido, de esta forma se aseguró que toda la carga antigua ha salido del barril de la inyectora. Terminado este paso, se dispuso a inyectar las probetas de la mezcla P3R. De igual forma que con el PPV se rotularon las probetas en orden de salida, repitiendo los pasos para las mezclas P5R y P7R como se muestra la **Fig. 24**. Para el PPR se utilizó el mismo procedimiento mencionado, pero con la diferencia de que se cargó 1 Kg de material, ya que, luego de haber obtenido las probetas necesarias de este material haciendo uso de la rampa de temperatura 1, se cambió la configuración de la máquina por la rampa de temperatura 2 como se muestra en la **Fig. 24** paso 5, dejando el resto de parámetros igual como se muestra en el *Anexo B*. Así, se procedió con la inyección de probetas de PPR con la segunda rampa de temperatura, objeto de estudio. Seguido de esto, similar a lo que se hizo anteriormente se trabajó con una secuencia entre la purga e inyección de cada una de las probetas de las mezclas P7R, P5R, P3R, terminando con el PPV.

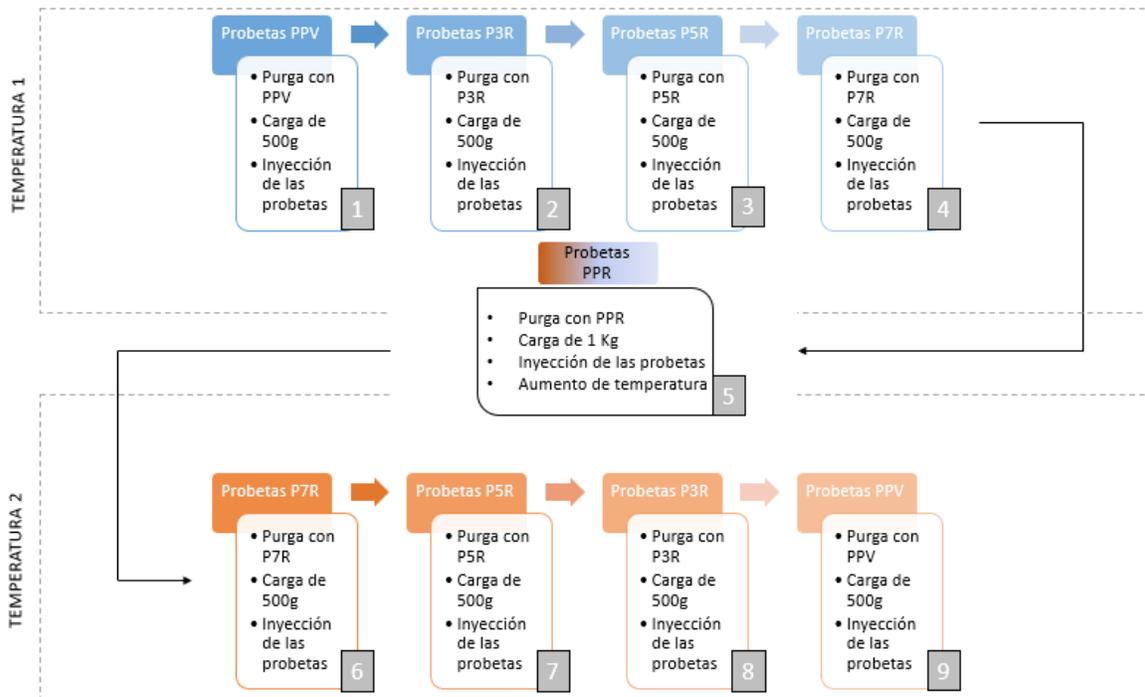


Fig. 24. Diagrama de Proceso de Inyección de cuerpos de prueba.

Teniendo en cuenta que en el procesamiento por inyección siempre van a existir defectos en las piezas fabricadas y que en la metodología de las normas utilizadas se menciona de forma muy general que las probetas a ensayar deben estar libres de defectos, rayones e imperfecciones, se proponen los criterios en la **TABLA IV** con los que debe cumplir una probeta apta para el proceso de evaluación.

TABLA IV. CRITERIOS DE ACEPTACIÓN DE PROBETAS

<b>Criterios para la aceptación de un probeta</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• No presentar falta de llenado, huecos, aire y burbujas</li> <li>• En caso de presentar rebabas, deben ser removidas</li> <li>• Las dimensiones deben ser acordes con la norma</li> <li>• La probeta no debe evidenciar rechupes ni grietas</li> <li>• No se debe evidenciar cambios de coloración ni manchas negras</li> </ul>

#### *D. Ensayos de flexión*

Los ensayos de flexión se realizaron en la máquina universal de doble columna marca Shimadzu agx con capacidad para 50 kN perteneciente al Laboratorio de Polímeros de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Antioquia, siguiendo la norma ASTM D970 procedimiento B, para materiales que no ceden o fracturan dentro del límite de 5 % de deformación. Se muestra en la **Fig. 25** una de las probetas ensayadas.

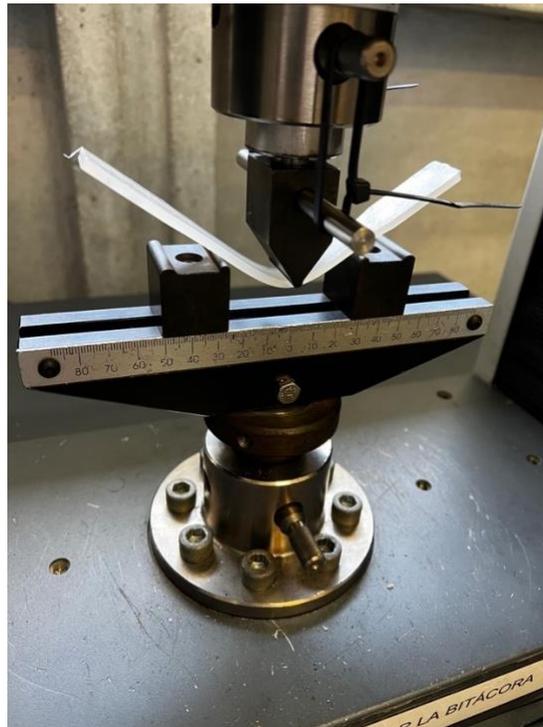


Fig. 25. Montaje de la máquina para ensayos de flexión.

Para los ensayos de flexión, se utilizaron probetas para ensayo de tensión según la norma ASTM D638, teniendo en cuenta que la región central de dicha geometría cumple con las medidas sugeridas en la norma ASTM D790, luego, con la finalidad de obtener una cantidad de datos significativos como lo sugiere la norma, se ensayaron 5 probetas de cada formulación como se muestra en la **Fig. 26**. Utilizando un calibrador digital de la marca Sata, conocido como pie de rey, se tomaron 3 medidas del ancho y de espesor de cada muestra, una medida en el centro de la probeta y las dos restantes fueron tomadas una a cada lado del centro con una separación de un centímetro. A partir de estas medidas, se calcularon los promedios y desviaciones estándar con los cuales se

realizarían los cálculos posteriores para la construcción de los gráficos y cálculo de propiedades, de acuerdo al procedimiento descrito por la norma de referencia.



Fig. 26. Probetas para flexión. Medición de ancho y espesor.

La distancia entre apoyos fue seleccionada como 16 veces la magnitud del espesor normalizado de las probetas, es decir 54,847 mm, adicionalmente, se aseguró que el diámetro de los 3 puntos de apoyo fueran el mismo. La velocidad de deformación se calculó mediante el uso de la *Ecuación (2)*, utilizando las medidas de ancho y espesor normalizadas, con el fin de hallar un solo valor de velocidad para todas las muestras y poder comparar los resultados, se halló una velocidad de 14,625 mm/min. La información descrita anteriormente se presenta en la **TABLA V**.

$$R = ZL^2/6d \quad (2)$$

TABLA V. PARÁMETROS PARA VELOCIDAD DE DEFORMACIÓN EN FLEXIÓN

Parámetro	Descripción y comentarios	Valor
<i>R</i>	Velocidad de deformación, mm/min	14,625
<i>Z</i>	Velocidad de deformación de la primera fibra, mm/mm, procedimiento B	0,100
<i>L</i>	Distancia entre apoyos, mm	54,847
<i>d</i>	Espesor de la probeta, mm	3,427

Debido a que el software de la máquina universal entrega datos de fuerza y desplazamiento, se realizó el tratamiento de datos a cada una de las probetas para obtener la información en términos de esfuerzo y deformación, así construir los respectivos gráficos, utilizando las *Ecuaciones (3) y (4)* con los parámetros de la **TABLA VI**. De cada una de estas gráficas, se reporta el valor del módulo de elasticidad en flexión o módulo de flexión y el esfuerzo que soporta cada probeta hasta un 5% de deformación, ya que, según la norma, para un ensayo de flexión, los datos obtenidos después de este valor de esa deformación no son representativos para describir el material.

$$\sigma_f = 3PL/2bd^2 \quad (3)$$

$$E_f = 6Dd/L^2 \quad (4)$$

TABLA VI. PARÁMETROS ESFUERZO Y DEFORMACIÓN EN FLEXIÓN

Parámetro	Descripción y comentarios	Valor
<i>R</i>	Velocidad de deformación, mm/min	14,625
<i>Z</i>	Velocidad de deformación de la primera fibra, mm/mm, procedimiento B	0,100
<i>P</i>	Carga en deflexión, N	Puntos de la gráfica carga vs desplazamiento
<i>D</i>	Desplazamiento de deflexión, mm/mm	Puntos de la gráfica carga vs desplazamiento
<i>L</i>	Distancia entre apoyos, mm	54,847
<i>d</i>	Espesor de la probeta, mm	3,427

Una vez obtenidos los resultados para los ensayos de flexión, se construyeron curvas de carga (N) con respecto al desplazamiento (mm). Para el caso de la probeta número 1 del PPV180, se obtuvo la gráfica que se presenta en la **Fig. 27**. De la gráfica de carga vs desplazamiento, se halló la pendiente de la zona elástica, mediante una regresión lineal, obteniendo así la pendiente de la recta que mejor se le ajusta a los puntos de esta región. Finalmente, el valor de la pendiente obtenida se utilizó en la *Ecuación (5)* para obtener el valor del módulo de flexión.

$$E_B = L^3 m / 4bd^3 \quad (5)$$

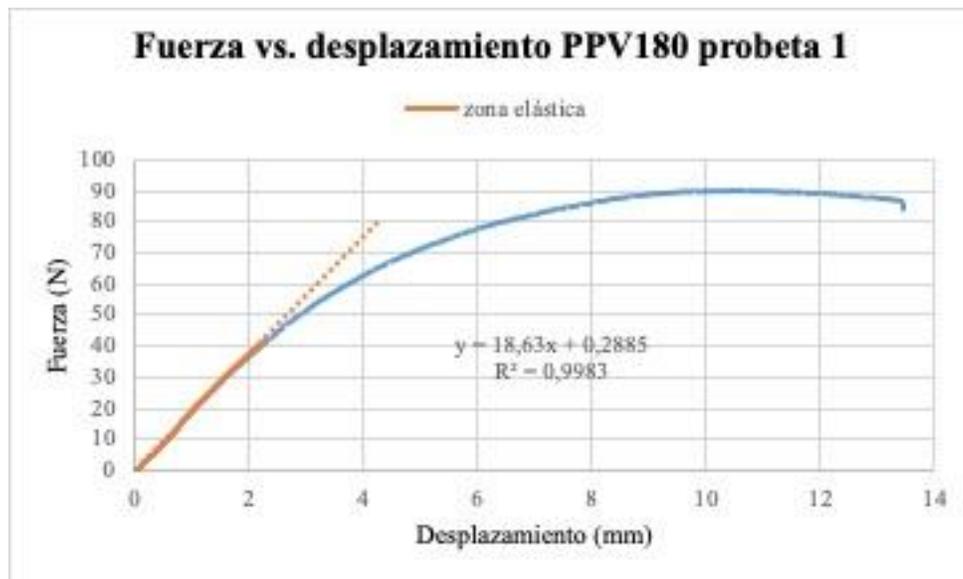


Fig. 27. Gráfica de Fuerza vs. desplazamiento PPV180 probeta 1.

TABLA VII. PARAMETROS PARA LA ECUACION DE MÓDULO DE ELASTICIDAD EN FLEXIÓN O MODULO DE FLEXIÓN (TANGENTE)

Parámetro	Descripción y comentarios	Valor
$m$	Pendiente de la curva Carga vs Desplazamiento en la zona lineal, N/mm	Obtenida para cada probeta mediante el uso de una regresión lineal.
$L$	Distancia entre apoyos, mm	54,847
$d$	Espesor de la probeta, mm	Promedio de espesor para cada probeta
$b$	Ancho de la probeta, mm	Promedio del ancho para cada probeta

Para finalizar, se construyeron gráficos de esfuerzo en flexión vs deformación utilizando las Ecuaciones (3) y (4). En la **Fig. 28**, se presenta dicho grafico para la referencia PPV180 llegando hasta una deformación del 5 % como lo sugiere la norma.

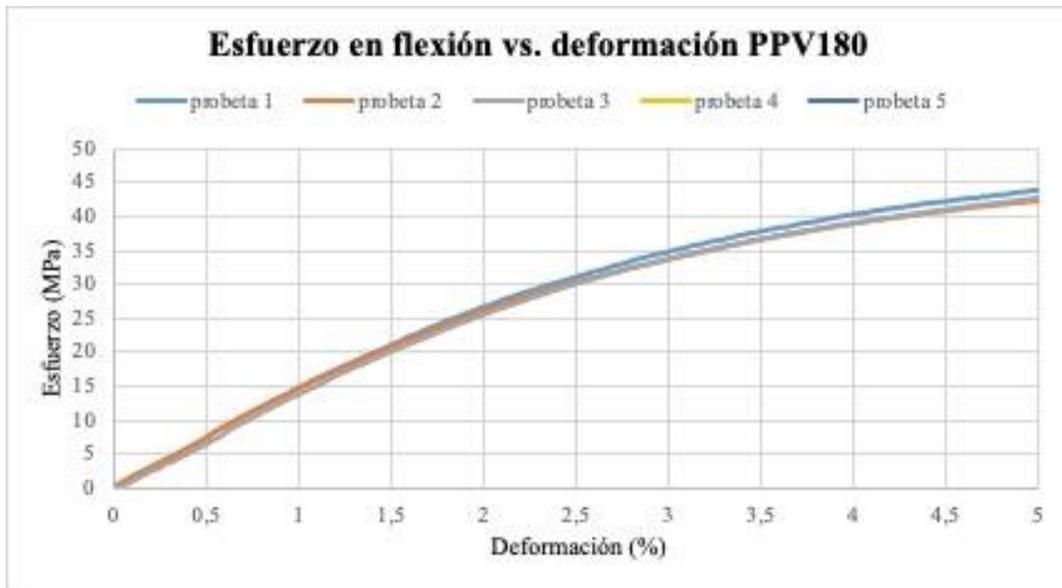


Fig. 28. Curva de esfuerzo en flexión con respecto al porcentaje de deformación de la probeta 1 de PPV180.

### E. Ensayos de tensión

Como recomendación de la norma ASTM D970, y complemento para la caracterización de los materiales evaluados, se realizaron ensayos de tensión siguiendo la norma ASTM D638. Estos, se efectuaron en la máquina universal de doble columna marca Shimadzu agx con capacidad para 50 kN perteneciente al Laboratorio de Polímeros de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Antioquia.



Fig. 29. Montaje de la máquina universal con probeta de prueba.

Se realizaron 5 réplicas del ensayo para cada formulación, con el fin de obtener una cantidad de datos significativos como lo sugiere la norma. Utilizando un calibrador digital de la marca Sata, se tomaron 3 medidas del ancho y del espesor, una medida en el centro de la probeta y las dos restantes fueron tomadas una cada lado del centro con una separación de un centímetro. A partir de estas medidas, se calcularon los promedios y desviaciones estándar con los cuales se realizarían los cálculos posteriores para la construcción de los gráficos y cálculo de propiedades de acuerdo al procedimiento descrito por la norma de referencia.

A las probetas de tracción se les marcaron las distancias a las que iban a ser sujetadas las mordazas de la máquina universal, unos 25 mm del borde externo de la probeta y en el medio se marcó la zona calibrada de unos 50 mm, región de aceptación del ensayo según la norma ASTM D636. Como se ilustra en la **Fig. 30**.

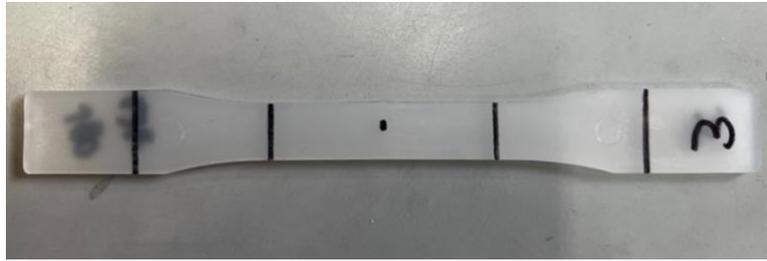


Fig. 30. Probeta para flexión con marcas a 25mm de sus extremos para los ajustes de las mordazas y región calibrada de 50mm.

La velocidad de deformación del ensayo fue determinada con el criterio que propone la norma, donde el tiempo de duración del ensayo deber estar entre 0,5 y 5 minutos, usando probetas de prueba de cada una de las referencias que se iban a ensayar, obteniendo una razón de 15 mm/min. Debido a que el software de la máquina universal entrega datos de fuerza vs. Desplazamiento, se hizo el tratamiento de datos a cada una de las probetas, para obtener las gráficas de esfuerzo en tensión vs deformación, utilizando las *Ecuaciones (6) y (7)* con los parámetros que sugiere la norma que se encuentran en la **TABLA VIII**. Además de esto, se realizó una curva de calibración para encontrar una relación entre la deformación total aplicada a la probeta en toda su longitud y la deformación efectiva que se acumulaba en la zona calibrada de 50 mm para la geometría objeto de estudio. Se reportaron los valores para el módulo de elasticidad en tensión, resistencia a la tensión y el límite elástico al 2 %.

$$\sigma = P/db. \quad (6)$$

$$\varepsilon = DF/L \quad (7)$$

TABLA VIII. PARÁMETROS PARA ESFUERZO EN TENSIÓN ( $\sigma$ ) Y DEFORMACIÓN EN TENSIÓN ( $\epsilon$ )

Parámetro	Descripción y comentarios	Valor
$P$	Carga en tracción, N	Puntos de la gráfica carga vs desplazamiento
$D$	Desplazamiento en tracción, mm/mm	Puntos de la gráfica carga vs desplazamiento
$L$	Longitud inicial, mm	50
$F$	Factor de corrección	Pendiente de la curva de calibración
$d$	Espesor de la probeta, mm	Promedio de espesor para cada probeta
$b$	Ancho de la probeta, mm	Promedio del ancho para cada probeta

Se obtuvieron los resultados de los ensayos de tensión para todas las probetas de cada una de las formulaciones, para construir las curvas de esfuerzo en tensión con respecto al porcentaje de deformación como se muestra en la **Fig. 31**. Como ejemplo se toma el caso de la probeta número 1 del PPV180, con la ayuda de la gráfica **Fig. 32** de esfuerzo versus deformación, de esta, se obtuvo la siguiente información: de la zona elástica, para hallar el límite elástico, se trazó una línea paralela y desplazada un 2 % a la zona elástica de la curva esfuerzo vs deformación. El límite elástico corresponde al valor leído en la zona de intersección de las curvas tal y como se muestra en la **Fig. 32**.

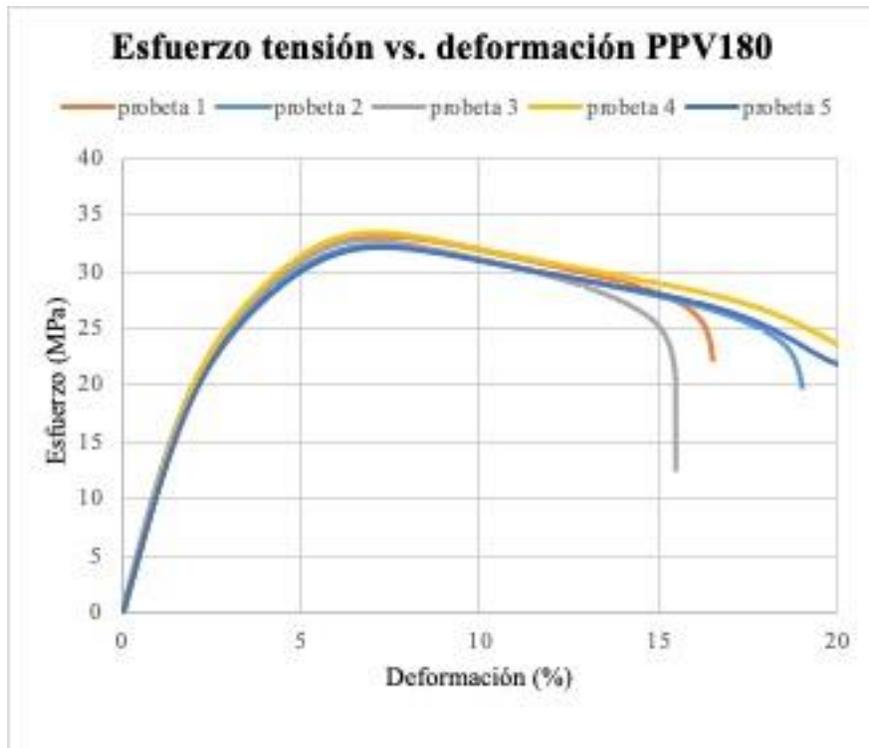


Fig. 31. Gráfica de esfuerzo en tensión vs % deformación para las 5 probetas de PPV180.

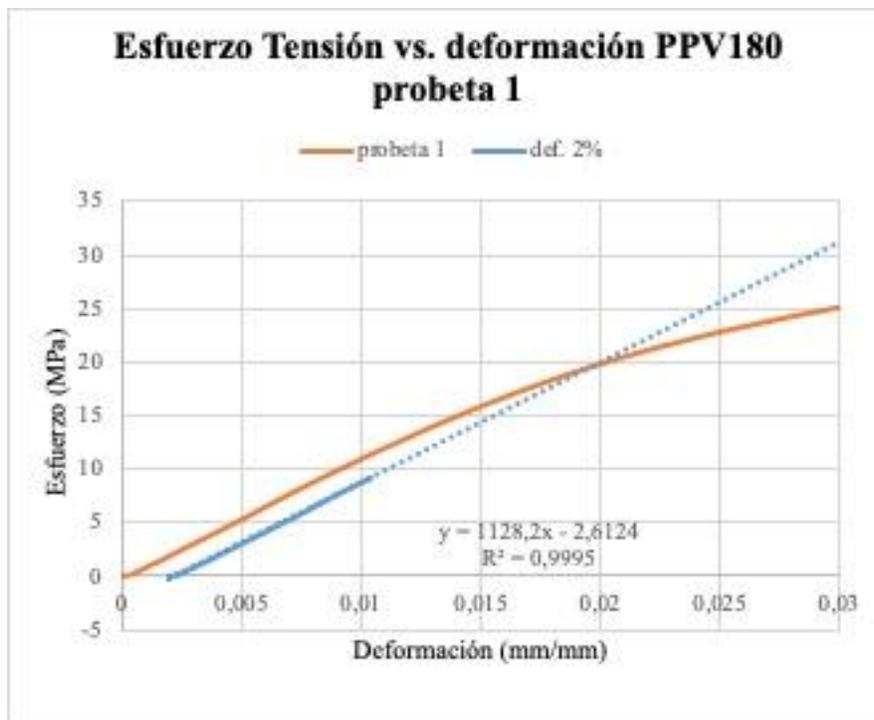


Fig. 32. Gráfica esfuerzo vs deformación para hallar el límite elástico al 2%.

### F. *Análisis estadístico*

El tratamiento estadístico de todos los resultados obtenidos en las pruebas de flexión y tensión se realizaron por medio del software Minitab 2019. Y así, obtener criterios objetivos para poder analizar el efecto que tiene la temperatura de procesamiento y el contenido de material reciclado sobre las propiedades mecánicas estudiadas.

Para análisis del efecto de la temperatura de procesamiento, se realizó un ANOVA, en donde se compararon los valores de las propiedades estudiadas con cada una de las formulaciones procesadas y las 2 rampas de temperatura utilizadas. Se hizo un análisis de la varianza de las medias evaluando el valor del *p-value* con un nivel de confianza del 95 %, para la determinación de la posible existencia de una diferencia significativa entre las muestras evaluadas, verificando con diagramas de probabilidad normal de residuos el supuesto de normalidad de los datos. Adicionalmente, se analizaron diagramas de cajas y bigotes para determinar tendencias y observar dispersión en los datos.

Luego, con el fin de estudiar el efecto del contenido de material reciclado sobre las propiedades mecánicas de los materiales estudiados, se realizó un ANOVA junto con el test de Tukey, para determinar si existía o no, alguna diferencia significativa de las propiedades mecánicas con respecto a la adición de reciclado. Se analizaron diagramas de diferencias de medias para los diferentes grupos de formulaciones evaluadas, procesadas con las 2 rampas de temperaturas diferentes. Se analizaron graficas de cajas y bigotes con los resultados obtenidos, con la finalidad de observar tendencias y dispersión en los datos. Por último, se revisó el supuesto de normalidad, verificándolo con un diagrama de probabilidad normal de residuos.

## VIII. RESULTADOS

## A. Caracterización en estado de entrega.

## 1. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier

En la **Fig. 33** se presenta el espectro de absorción infrarrojo obtenido para la muestra de material de polipropileno virgen, mientras que en la **Fig. 34** se presenta el espectro obtenido para la muestra de polipropileno reciclado.

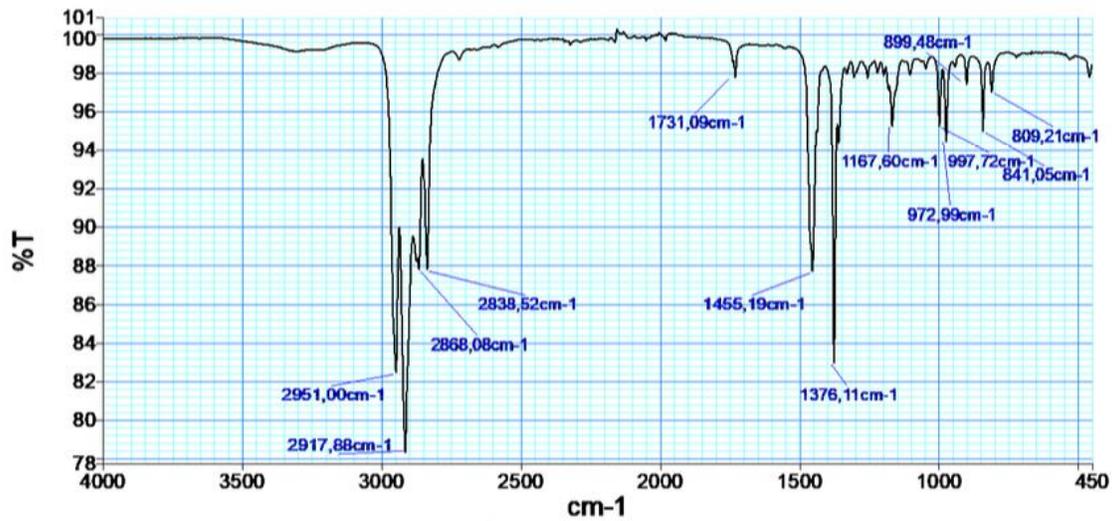


Fig. 33. Espectro infrarrojo del PPV.

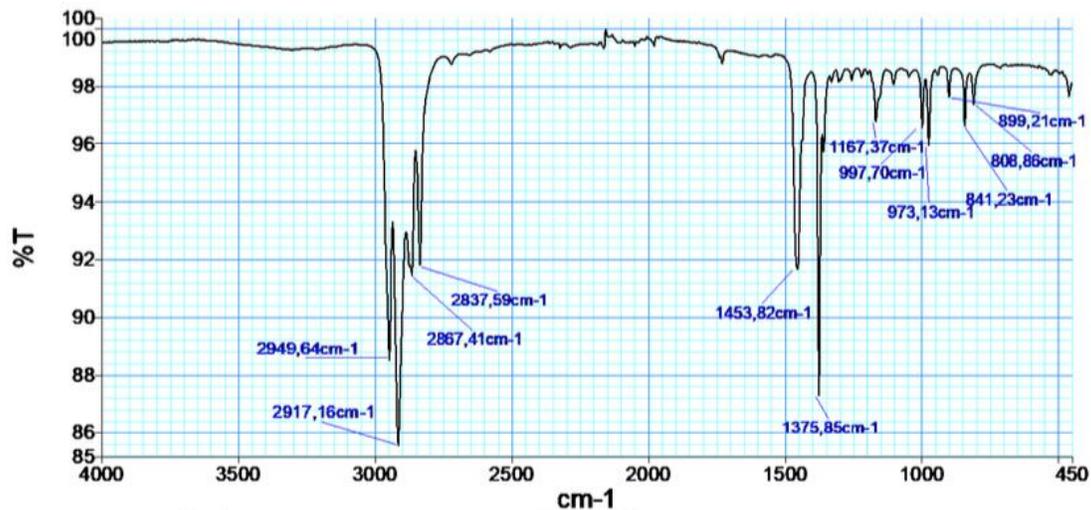


Fig. 34. Espectro infrarrojo del PPR.

Los resultados obtenidos para ambas muestras confirman la presencia de polipropileno. Ambos espectros presentan alta similitud respecto a las señales obtenidas en los mismos rangos de número de onda. Se evidenciaron los principales picos de absorción característicos para el polipropileno como lo son, señales correspondientes a los movimientos de tensión de los enlaces C-H a  $2900\text{ cm}^{-1}$ , movimientos de tensión C-C en  $1350\text{-}1450\text{ cm}^{-1}$  y flexión de  $-\text{CH}_3$  en  $1000\text{-}1200\text{ cm}^{-1}$ . Al comparar ambos espectros, para el polipropileno reciclado se observan leves disminuciones en la intensidad de las señales obtenidas respecto al espectro del polipropileno virgen. En la espectroscopía infrarroja esto se debe a la disminución de la cantidad de enlaces, por lo que se logra identificar que efectivamente el material recuperado ya ha sufrido algún tipo de degradación. Finalmente, se descartó la existencia de polietileno en la muestra de material reciclado puesto que no se logró observar ningún pico entre  $720$  y  $730\text{ cm}^{-1}$ , región en la cual se obtiene la absorción infrarroja característica de la flexión de  $-\text{CH}_2$  presente en el polietileno, confirmando de esta manera que se no se trataba de un copolímero de polipropileno.

## 2. *Análisis termo gravimétrico (TGA)*

En las **Fig. 35 y 36** se presentan respectivamente las curvas termogravimétricas para la muestra de polipropileno virgen y la muestra de polipropileno reciclado. En ambos casos, los resultados mostraron una única pérdida de peso que tuvo lugar en un rango de temperaturas desde los  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  aproximadamente hasta los  $430\text{ }^{\circ}\text{C}$ , con una máxima intensidad de pérdida de peso a los  $414\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Para ninguna de las dos muestras se observaron residuos al final del ensayo, lo cual indica que el material no presenta adición de cargas minerales.

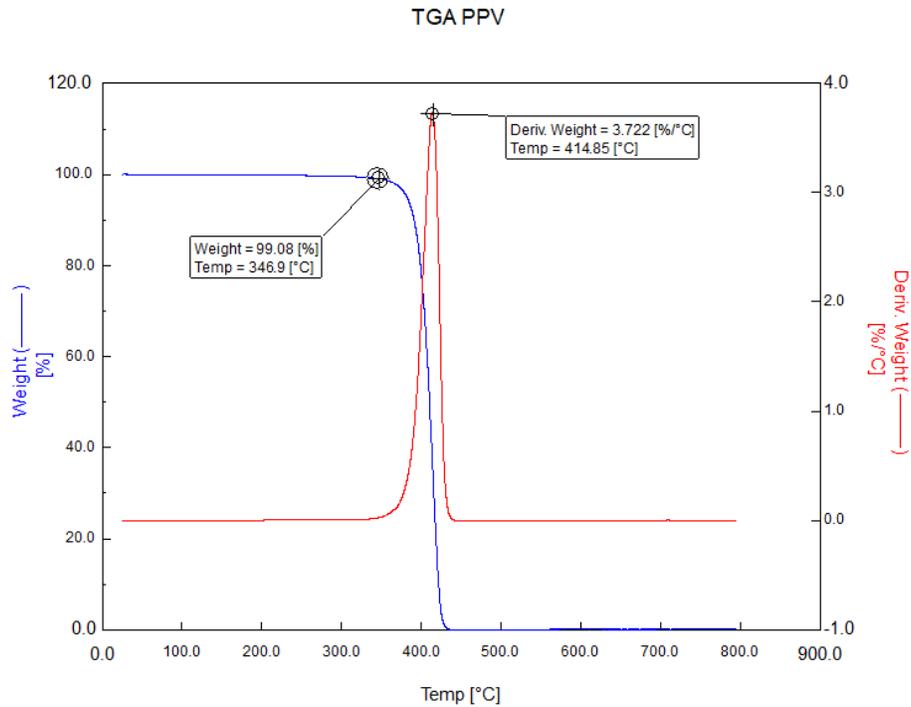


Fig. 35. Curva TGA con inicio de pérdida de peso aprox. a 346,9 °C. Curva DTG con un máximo en 414,85 °C. para el PPV.

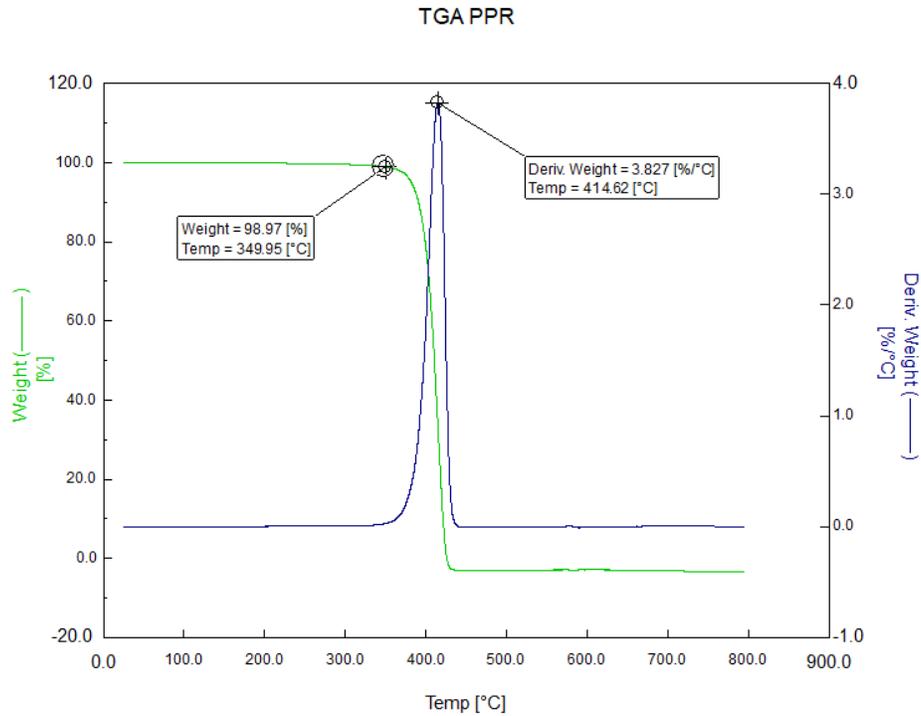


Fig. 36. Curva TGA con inicio de pérdida de peso aprox. a 349,95 °C. Curva DTG con un máximo en 414,62 °C. para el PPR.

Haciendo una búsqueda en la literatura, los autores reportan que para las condiciones a las cuales se realizaron las pruebas, no es posible encontrar diferencias medibles en la tasas de pérdida de masa de un polipropileno virgen y un polipropileno reciclado después de un solo ciclo de procesamiento. También indican que es posible observar diferencias si se utiliza una tasa de calentamiento mucho más baja. Sin embargo, estas diferencias en caso de presentarse no serían relevantes para el caso práctico de la puesta a punto de inyección del polipropileno. Por otra parte, reportan que, al realizar los mismos ensayos, pero utilizando una atmósfera oxidativa, la temperatura en la cual el polipropileno se empieza a degradar es de aproximadamente 250 °C, siguiendo con la tendencia mencionada, a velocidades de calentamiento elevadas, el cambio en las razones de pérdida de masa no es muy apreciable. Es importante mencionar que los autores realizaron sus estudios, utilizando muestras de polipropileno homopolímero isotáctico [14].

### 3. *Calorimetría diferencial de barrido (DSC)*

Las curvas calorimétricas correspondientes al calentamiento del polipropileno virgen y el polipropileno reciclado se presentan respectivamente en las **Fig. 37 y 38**. Para el polipropileno virgen, ocurrió la fusión de cristales a una temperatura promedio de 172,96 °C, mientras para el polipropileno reciclado esta temperatura fue de 170,22 °C. En la literatura se reporta que la entalpía de fusión de cristales para un polipropileno con el 100% de cristales es de **198 J/g**. [41], [42]. Con ese valor, junto con los 2 valores obtenidos, **15,97 J/g** para el PPV y **14,70 J/g** del PPR, se hallaron los valores de porcentaje de cristalinidad utilizando la *Ecuación (1)*. El resultado obtenido fue de **8,06 %** y **7,42 %** de cristalinidad para el PPV y PPR respectivamente.

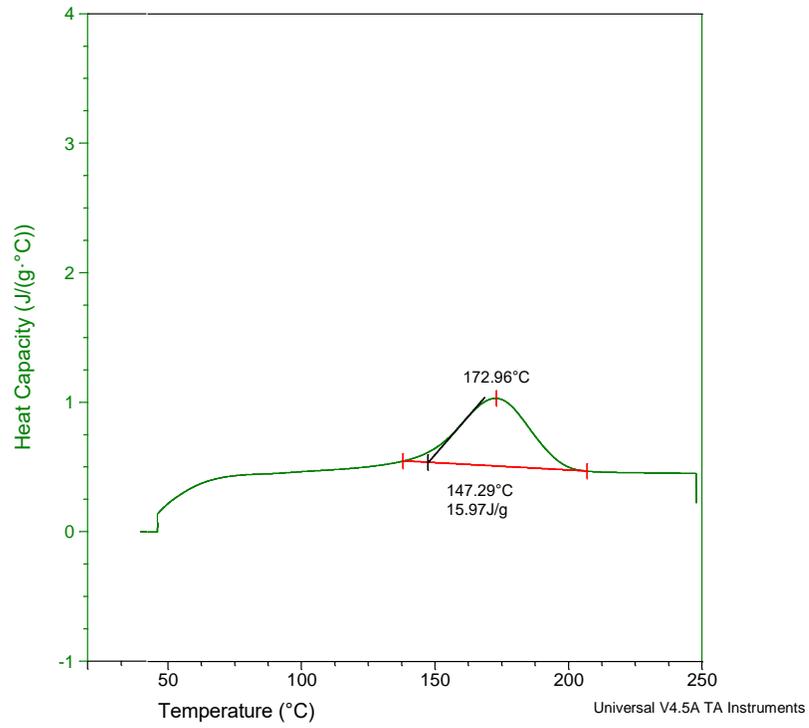


Fig. 37. Gráfica de DSC para el PPV.

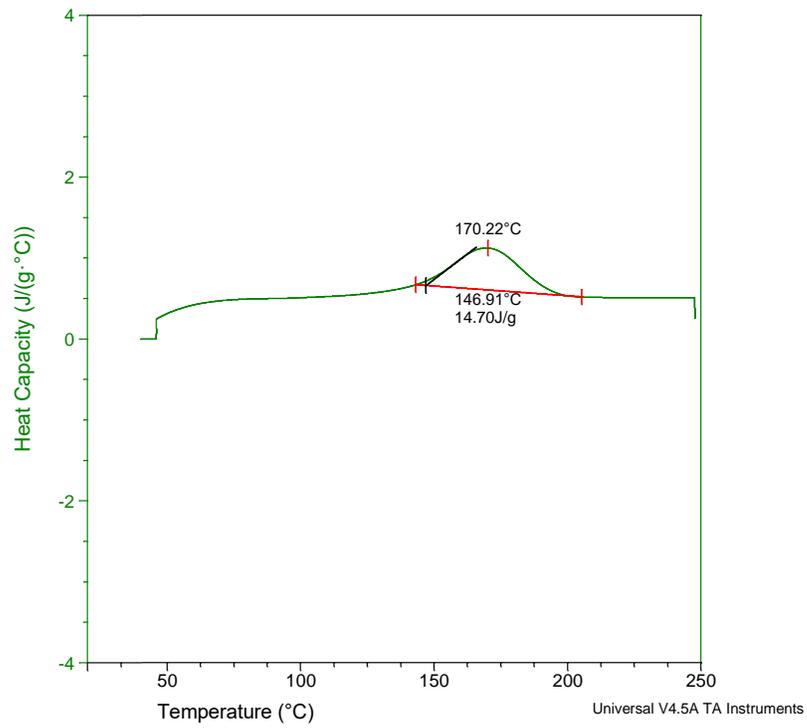


Fig. 38. Grafica de DSC para el PPR.

Teniendo en cuenta toda la información adquirida, se puede evidenciar que para el PPR hay una reducción en la entalpía de fusión de cristales respecto a su homónimo virgen, consecuencia del proceso de manufactura al que fue sometido. También, se observa que ambos materiales poseen un porcentaje de cristalinidad relativamente bajo, menor del 10 %. Gracias a este valor se puede tener idea de las características mecánicas de los materiales, esta cantidad de cristalinidad describe un material con poca rigidez y bastante flexible, comportamiento que va a ser más evidente en el PPR puesto que su nivel de cristalinidad es menor. Así mismo, visualmente ambos materiales exhiben la capacidad de dejar pasar la luz, cualidad que tienen los materiales amorfos. Por último, gracias a estos ensayos se determina que la temperatura mínima para el procesamiento en la inyectora, es de 180 °C, valor que supera la temperatura donde mayor cantidad de cristales se funden, pero que no es tan baja para generar defectos de llenado incompleto por solidificación prematura.

#### 4. *Índice de fluidez (MFI)*

En la **TABLA IX**, se presentan los resultados para los ensayos de MFI. Se puede observar que todos los resultados se encuentran dentro del rango >10 hasta 25 (g/10min), por lo que se puede decir los parámetros elegidos para la medición fueron adecuados y los resultados están bajo norma.

TABLA IX. MEDIDAS DE ÍNDICE DE FLUIDEZ A 230 °C

<b>Material</b>	<b>Promedio de MFI(10g/min)</b>	<b>Desviación estándar</b>	<b>Densidad del fluido (g/cm<sup>3</sup>)</b>
PPV	10,348	0,187	0,7446
P3R	13,072	0,124	0,7420
P5R	11,710	0,120	0,7433
P7R	12,308	0,293	0,7421
PPR	12,190	0,207	0,7440

Analizando los resultados de los valores de índice de fluidez a 230 °C, se obtiene un dato de interés para polipropileno virgen (PPV) puesto que, a pesar de ser evaluado con las mismas condiciones

indicadas por el fabricante en su ficha técnica, se obtiene un valor de MFI menor al reportado de 12 g/10min.

Luego, al analizar los resultados de MFI para las mezclas objeto de estudio y como era de esperarse, se pudo observar un aumento en el índice de fluidez con la adicción de material reciclado, pero el comportamiento no es ascendente como se reporta en la literatura. Para las mezclas P5R, P7R y para el PPR se ve una disminución del MFI, con respecto al valor obtenido en la mezcla P3R. Inicialmente se sospecha de una posible degradación en el material [43]. Aunque los ensayos se realizaron por debajo de la temperatura de degradación, se puede tomar en consideración un fenómeno de deterioro relacionado con el alto tiempo de permanencia del polímero dentro del equipo. Así, los materiales P5R, P7R y PPR al tener la mayor proporción de reciclado, sería posible que presentaran este fenómeno durante el ensayo con mayor facilidad, dado que sus cadenas ya sufrieron previamente una degradación. Por tal motivo se repitió el ensayo a 220 °C obteniendo los resultados que se muestran a continuación en la **TABLA X**.

TABLA X. MEDIDAS DE ÍNDICE DE FLUIDEZ A 220 °C.

<b>Material</b>	<b>Promedio de MFI(10g/min)</b>	<b>Desviación estándar</b>	<b>Densidad del fluido (g/cm<sup>3</sup>)</b>
PPV	10,304	0,206	0,7675
P3R	12,204	0,181	0,7639
P5R	11,548	0,267	0,7645
P7R	11,782	0,086	0,7421
PPR	11,192	0,038	0,7440

Los resultados para el MFI a 220 °C mostraron el mismo tipo de comportamiento que los obtenidos con la temperatura de 230 °C, lo cual quiere decir que se presentó un aumento del índice de fluidez en general, debido a la adición de material reciclado, un incremento mayor en la mezcla P3R, pero un valor menor en las mezclas P5R, P7R y el PPR. Por lo que se descarta la idea de una posible degradación del material.

En la **Fig. 39** se presenta la comparación del resultado de MFI para las muestras objeto de estudio con las dos temperaturas evaluadas. Agrupando toda esta información, se llega a la conclusión que debido a que el PPR tiene un valor de MFI muy cercano al PPV el comportamiento entonces no va a ser ascendente como se evidencia en los trabajos de diferentes autores, en donde utilizan materiales reciclados con una mayor cantidad de degradación y valores de MFI mayores a 20 g/10min [43]. Por otra parte, la mezcla P3R en ambas condiciones de medición presentó un valor de MFI mayor que las demás combinaciones, lo cual indica que en una baja proporción, el material reciclado (30 %) tiene un efecto plastificante [39], siguiendo la definición de la IUPAC “un plastificante es una sustancia que se incorpora a un material plástico o elastómero para aumentar su flexibilidad y facilitar su transformación. Un plastificante puede reducir la viscosidad del fundido, rebajar la temperatura de transición vítrea o disminuir el módulo elástico del fundido” [44]. Finalmente, se pudo observar que, para todos los casos, el MFI medido a 230 °C fue mayor respecto al obtenido a 220 °C, indicando que una mayor temperatura favorece el movimiento de cadenas y genera una mayor tendencia a fluir.

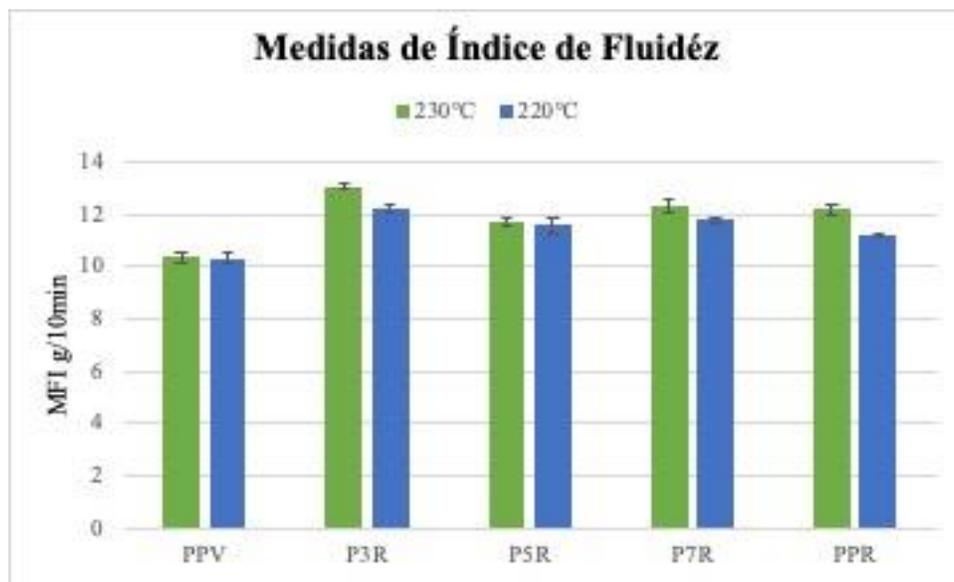


Fig. 39. Gráfico de barras con error estándar para los resultados de MFI en ambas condiciones de temperatura para todos los materiales trabajados.

### B. Efectos de la Temperatura

Para poder analizar los efectos de la temperatura de procesamiento sobre las propiedades mecánicas, se construyeron gráficos radiales en los que se compararon las diferentes propiedades mecánicas calculadas a tensión y flexión, para una misma formulación procesada con las dos rampas de temperatura diferentes denominadas rampa de temperatura 1 y rampa de temperatura 2. Además, para complementar y entender la relación de los resultados se realizaron pruebas estadísticas, como análisis de varianzas y gráficos de cajas y bigotes, para determinar si existía diferencia significativa entre la misma muestra procesada con diferente rampa de temperatura. El resumen de los resultados del análisis estadístico se presentan en la **TABLA XI**.

A continuación, desde la **Fig. 40** hasta la **Fig. 44** se presentan los respectivos gráficos radiales para las mezclas objeto de estudio.

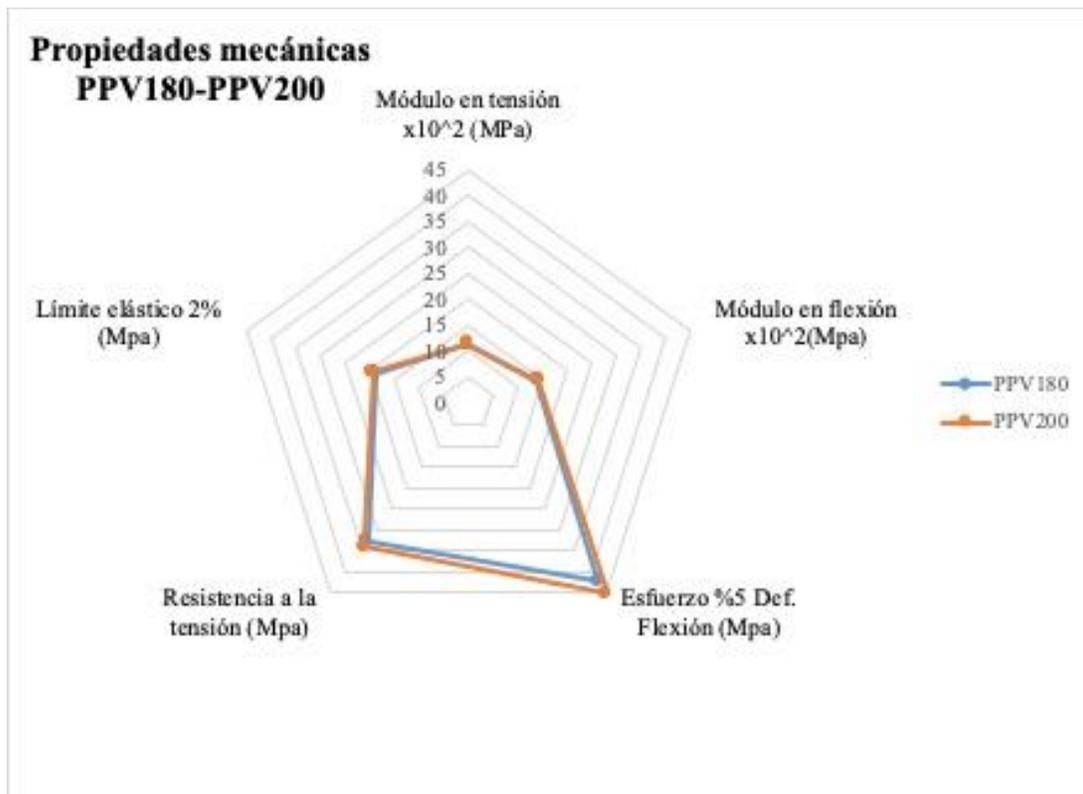


Fig. 40. Efecto de la temperatura de proceso sobre las propiedades mecánicas para la muestra PPV.

En la **Fig. 40**, se observa que en general el incremento de la temperatura de procesamiento tiene un aumento en las propiedades mecánicas del material. Según los resultados del test de análisis de varianzas, presentado en la **TABLA XI**, resistencia a la tensión, el módulo en flexión y el esfuerzo en flexión a un 5 % de deformación son estadísticamente superiores al elevar la temperatura de procesamiento. Por otra parte, el límite elástico y el módulo en tensión, aunque presentan un leve aumento, no es estadísticamente significativo.

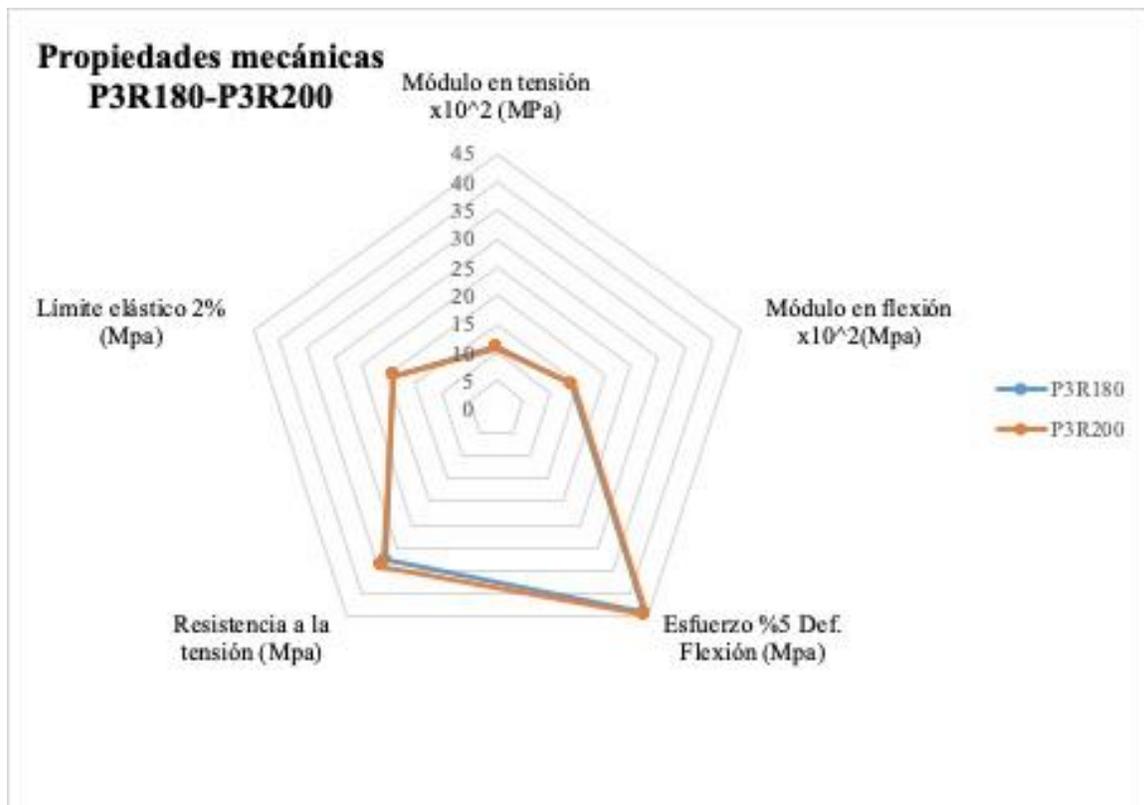


Fig. 41. Efecto de la temperatura de proceso sobre las propiedades mecánicas para la muestra P3R.

En la **Fig. 41**, no se evidencia un cambio en el valor promedio de ninguna de las propiedades mecánicas de las formulaciones de la muestra P3R. El análisis estadístico presentado en la **TABLA XI**, refleja que solo para la resistencia a la tensión se experimenta un incremento significativo, al aumentar la temperatura.

De forma similar, ocurre para la mezcla P5R cuyos resultados se pueden observar respectivamente en la **Fig. 42**. Para ninguna de estas muestras se pudieron observar cambios en las propiedades mecánicas comparadas, lo cual concuerda con los resultados del análisis estadístico.

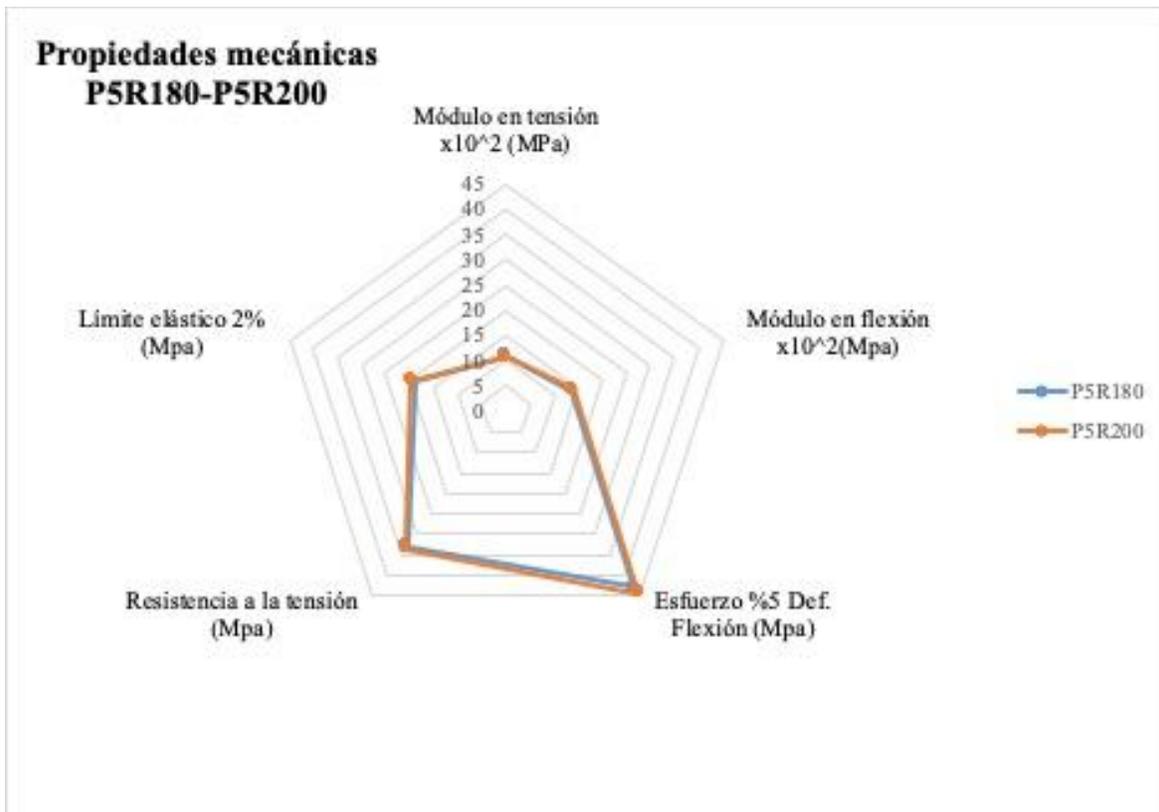


Fig. 42. Efecto de la temperatura de proceso sobre las propiedades mecánicas para la muestra P5R.

Comparando las propiedades mecánicas obtenidas por la mezcla P7R180 con las de la mezcla P7R200 cuyos resultados se presentan en la **Fig. 43**, se observan 2 casos de interés, en primer lugar, el esfuerzo en flexión para una deformación del 5 % tuvo un aumento estadísticamente significativo al incrementar la temperatura. Mientras que en promedio del límite elástico en tensión, disminuyó con el aumento de la temperatura. Las demás propiedades no presentaron variaciones estadísticamente significativas.

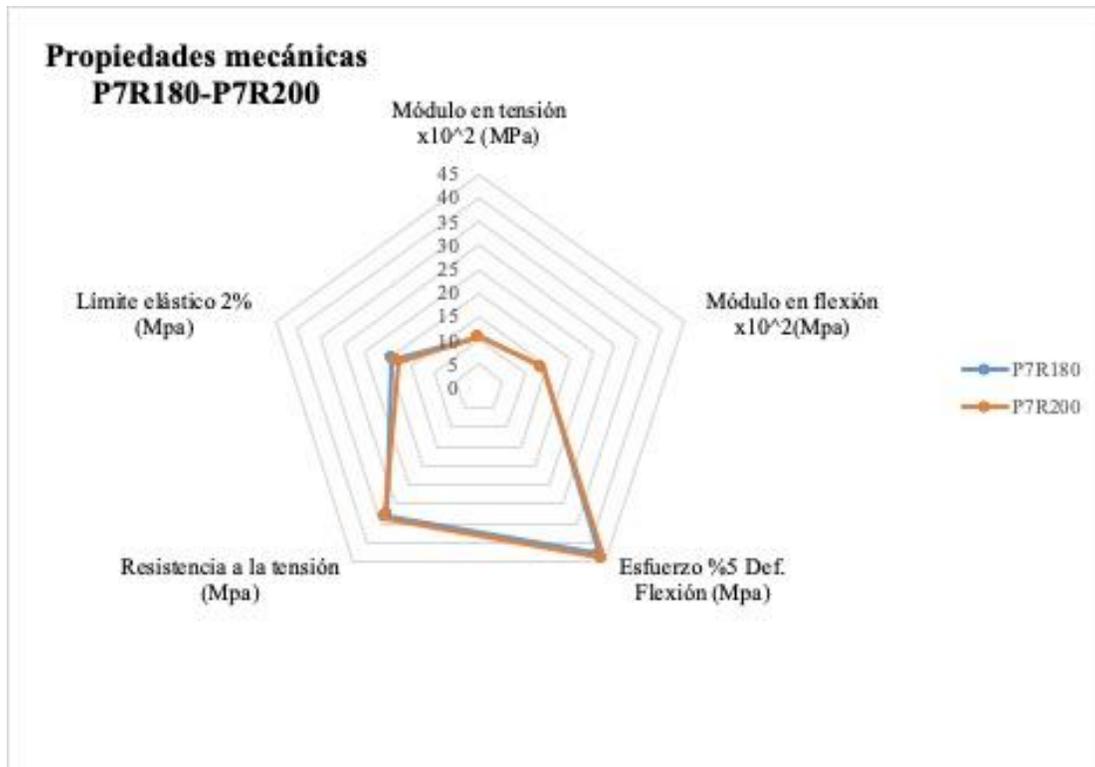


Fig. 43. Efecto de la temperatura de proceso sobre las propiedades mecánicas para la muestra P7R.

Finalmente, en la **Fig. 44** se presentan los resultados para la pareja PPR180 y el PPR200. El análisis estadístico permite concluir que no existe un cambio significativo en ninguna de sus propiedades mecánicas como efecto de aumento de la temperatura. Sin embargo, para esta muestra se presentó la siguiente particularidad: los datos obtenidos para los valores de las propiedades mecánicas del PPR180, son mucho más homogéneos y cercanos entre sí, tienen una varianza más pequeña, lo cual se puede observar en los gráficos de cajas y bigotes presentados en la **Fig. 45**. De lo anterior, se puede decir que, las condiciones de procesamiento de PPR180 favorecieron que el material tuviera una mejor distribución y una menor cantidad de defectos en su microestructura, puesto que estos son los que provocan fallas e irregularidades en las propiedades mecánicas.

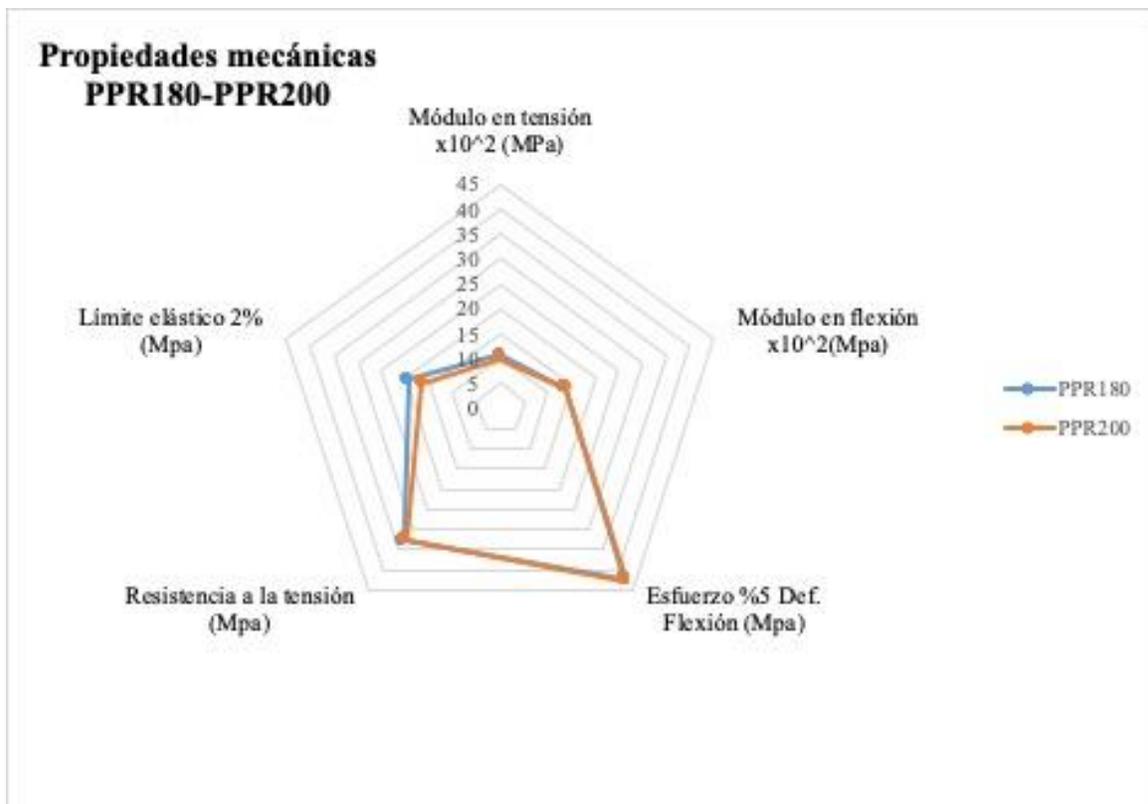


Fig. 44. Efecto de la temperatura de proceso sobre las propiedades mecánicas para la muestra PPR.

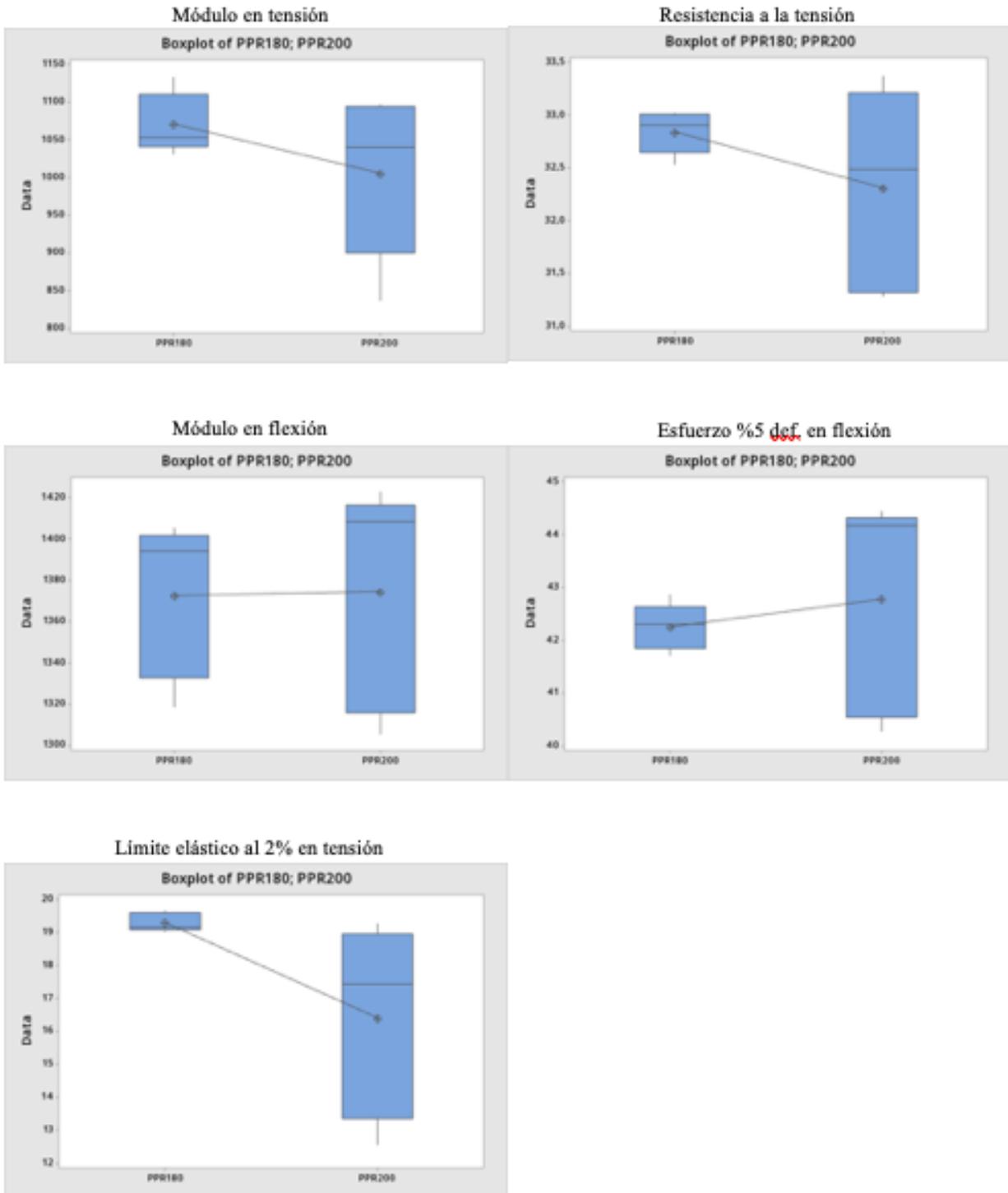


Fig. 45. Efecto de la temperatura de procesamiento sobre las propiedades mecánicas evaluadas para la muestra PPR.

A pesar que, en la mayoría de los resultados obtenidos, la variación de la temperatura no generó cambios estadísticamente significativos en las propiedades mecánicas, la información adquirida

permitió identificar los siguientes comportamientos a resaltar: en primer lugar, se pudo evidenciar que para el material virgen (PPV) el aumento de la temperatura tiene un efecto favorecedor en cuanto a la mejora de las propiedades mecánicas. Esto puede ser atribuido a que la rampa de temperatura 1 es muy baja y aunque todas las piezas llenaron por completo, se puede presentar el caso de que no exista una buena homogenización del polímero; además, la baja temperatura del molde, 32 °C para este caso, provoca un enfriamiento rápido del fluido, aumentando la probabilidad de aparición de defectos internos, debido a la rápida cinética de solidificación. Según la literatura estas poliolefinas se deberían procesar con una temperatura de molde alrededor de 60 °C [6]. En segundo lugar, para el polipropileno con 30 % y 50 % de reciclado, el aumento de temperatura no tuvo un efecto significativo sobre las propiedades mecánicas. La adición de 30% de reciclado aumenta el índice de fluidez y tiene un efecto de plastificante, lo que implica que, a una baja temperatura de procesamiento, el material va a tener una fluidez suficiente para tener una buena homogenización y cohesión en su estructura. Como tercer hallazgo relevante, se encontró que el aumento de la temperatura de procesamiento en el polipropileno con 70 % de reciclado empieza a mostrar un comportamiento irregular en donde se generan efectos negativos o pérdidas significativas en la magnitud de las propiedades mecánicas. Finalmente, al observar los gráficos de cajas y bigotes para la muestra de material 100 % reciclado, se evidenció una mayor dispersión en los datos de las propiedades mecánicas, obtenidos para las probetas procesadas mediante la rampa de temperaturas 2, mientras que las propiedades de las probetas procesadas mediante la rampa de temperatura 1 fueron menos dispersas y más ajustados. Lo cual, indica que el uso de una temperatura menor durante el procesamiento de los materiales con alto contenido de reciclado, proporciona la obtención de propiedades más homogéneas, lo que se puede atribuir a una menor probabilidad de degradación térmica.

Consecuentemente, se destaca que el efecto de la temperatura sobre las propiedades mecánicas evaluadas, tendrá una repercusión positiva, negativa o insignificante, dependiendo del contenido de material reciclado que se utilice en la mezcla. Por lo que el efecto de este parámetro de procesamiento, siempre deberá ser evaluado para el tipo de material que se utilice. Así mismo, aunque se usaran 2 temperaturas de procesamiento diferentes, las cuales, sin modificar los demás parámetros de inyección, permitieran obtener probetas con llenado completo y con mínima

cantidad de defectos. Se demuestra que estos criterios visuales no siempre aseguran una pieza exitosa.

TABLA XI. RESUMEN DE RESULTADOS DE ANÁLISIS ESTADÍSTICO CON LOS VALORES P- VALUE PARA LAS PROPIEDADES MECÁNICAS EVALUADAS.

Pareja de datos evaluados	Módulo en tensión	Módulo en flexión	Esfuerzo %5 Def. Flexión	Resistencia a la tensión	Límite elástico tracción 2%
PPV180-PPV200	0,357	0,047	0,001	0,002	0,110
P3R180-P3R200	0,218	0,402	0,389	0,000	0,882
P5R180-P5R200	0,419	0,414	0,051	0,138	0,152
P7R180-P7R200	0,759	0,174	0,003	0,004	0,443
PPR180-PPR200	0,759	0,948	0,591	0,260	0,059
Valor de P-value < 0,05 los datos son estadísticamente diferentes (###)					

### C. Efecto del contenido de material reciclado

A partir de los resultados de los ensayos de flexión y tensión, se hizo un análisis estadístico usando ANOVA con test de Tukey para tener un criterio objetivo sobre si existe o no influencia del contenido de material reciclado sobre las propiedades mecánicas de las muestras estudiadas. Este análisis se realizó de manera independiente entre las muestras procesadas con la rampa de temperaturas 1 y la rampa de temperaturas 2, teniendo en cuenta que en los resultados de la sesión anterior se evidenció que existe una influencia combinada entre la temperatura de procesamiento y el contenido de material reciclado.

A continuación, desde la **Fig.46** hasta la **Fig. 55** se presentan de forma simultánea diagramas de intervalos de confianza y gráficos de cajas y bigotes en los cuales se analiza cómo varía una misma propiedad mecánica para cada una de las 5 formulaciones procesadas a la misma temperatura.

En la **Fig. 46** y la **Fig. 47**, se presenta la variación en el módulo de flexión para las formulaciones estudiadas procesadas respectivamente bajo las rampas de temperatura 1 y 2.

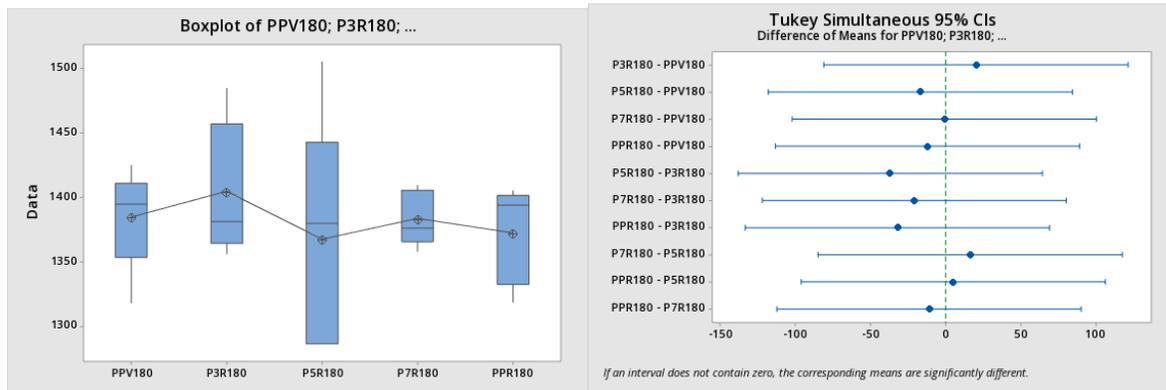


Fig. 46. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del módulo de flexión para PPV180; P3R180; P5R180; P7R180; PPR180.

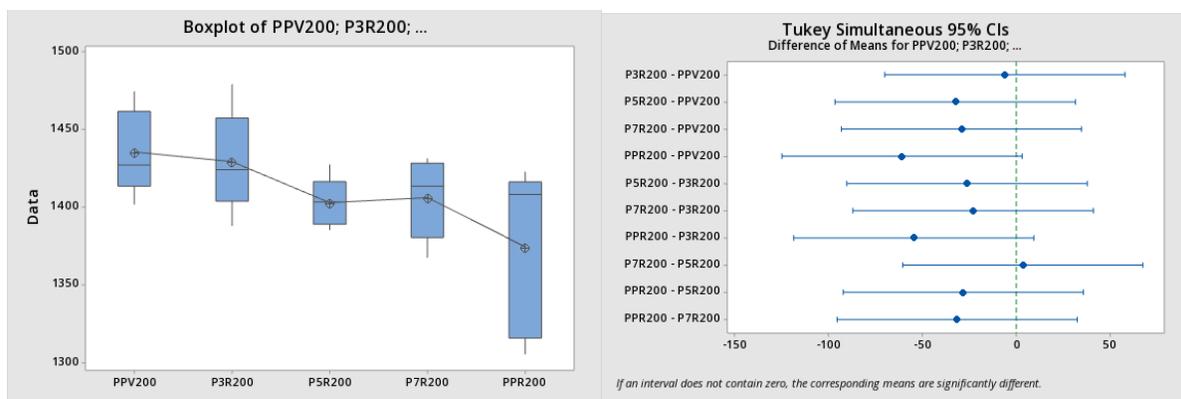


Fig. 47. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del módulo de flexión para PPV200; P3R200; P5R200; P7R200; PPR200.

Al observar el gráfico de cajas y bigotes de la **Fig. 46** no se puede identificar una tendencia marcada de incremento o disminución en el módulo de flexión con respecto al aumento del contenido de material reciclado, mientras que para el gráfico correspondiente de la **Fig. 47**, si observa una leve tendencia de disminución de la propiedad. Sin embargo, mediante los gráficos de intervalos de confianza, se confirma que para ninguna de las dos rampas de procesamiento existieron cambios significativos en el módulo de flexión al variar el contenido de material reciclado. Lo anterior, se concluye, teniendo en cuenta que todos los intervalos contienen el cero. Esto indica que el material reciclado presenta un módulo de flexión similar al del material virgen, por lo tanto su adición en

diferentes proporciones no alteró significativamente el módulo de flexión de las mezclas resultantes, independiente de la rampa de temperatura utilizada.

En las **Fig. 48 y 49** se presenta la variación del esfuerzo en flexión obtenido al 5 % de deformación para las formulaciones estudiadas procesadas respectivamente bajo las rampas de temperatura 1 y 2.

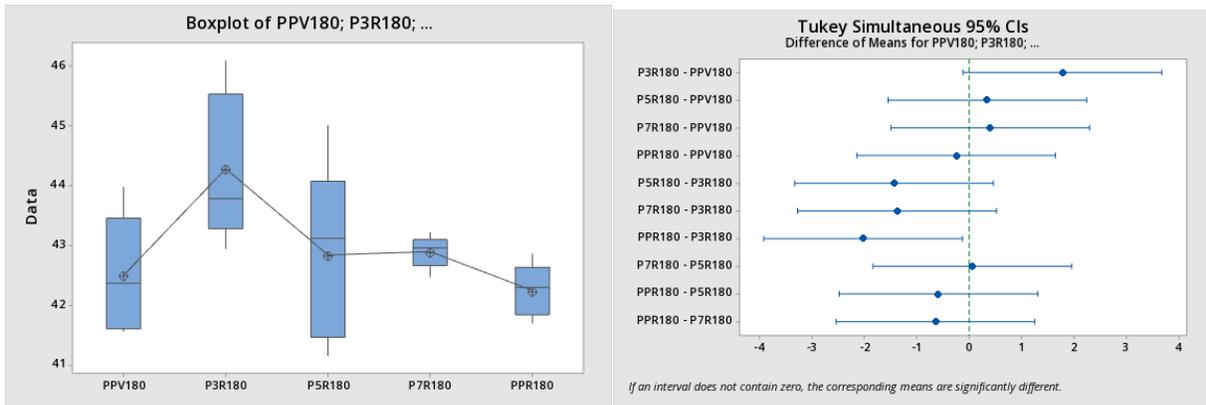


Fig. 48. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del esfuerzo a 5% de deformación en flexión para PPV180; P3R180; P5R180; P7R180; PPR180.

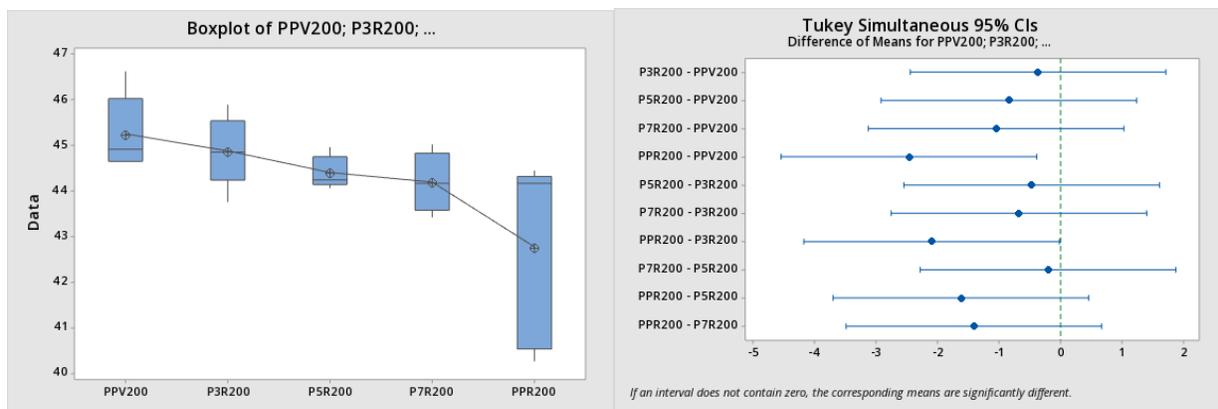


Fig. 49. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del esfuerzo a 5% de deformación en flexión para PPV200; P3R200; P5R200; P7R200; PPR200.

En el gráfico de cajas y bigotes de la **Fig.48**, se observa que la muestra P3R presenta un incremento de la resistencia en flexión obtenida al 5 % de deformación, respecto a las demás formulaciones estudiadas. No obstante, al observar el correspondiente diagrama de intervalos de confianza, solo se confirma la existencia de diferencias significativas al comparar los valores obtenidos para las muestras P3R y PPR. Este resultado, tiene sentido puesto que la muestra P3R presentó un mayor MFI respecto a todas las formulaciones, lo cual facilita el llenado del molde y una menor probabilidad de defectos en las piezas inyectadas.

En la **Fig.49**, el gráfico de cajas y bigotes presenta una leve tendencia de disminución de la resistencia a la flexión obtenida al aplicar un 5 % de deformación respecto al aumento del contenido de material reciclado, donde el PPV presentó el mejor desempeño. Pero, al revisar el correspondiente diagrama de intervalos de confianza, solo se encontraron diferencias estadísticamente significativas al comparar los valores obtenidos para las muestras PPV-PPR y PPR-P3R. En este caso, ocurrió lo esperado, la muestra PPV presentó un mejor desempeño respecto a las demás formulaciones, teniendo en cuenta que la rampa de temperatura 2, aporta la energía suficiente para generar una mejor fluidez del material virgen, haciendo que disminuya la probabilidad de obtener defectos que ocasionan la reducción de la resistencia a la flexión.

En la **Fig.50** y la **Fig. 51**, se presenta la variación en el módulo de tensión para las formulaciones estudiadas procesadas respectivamente bajo las rampas de temperatura 1 y 2.

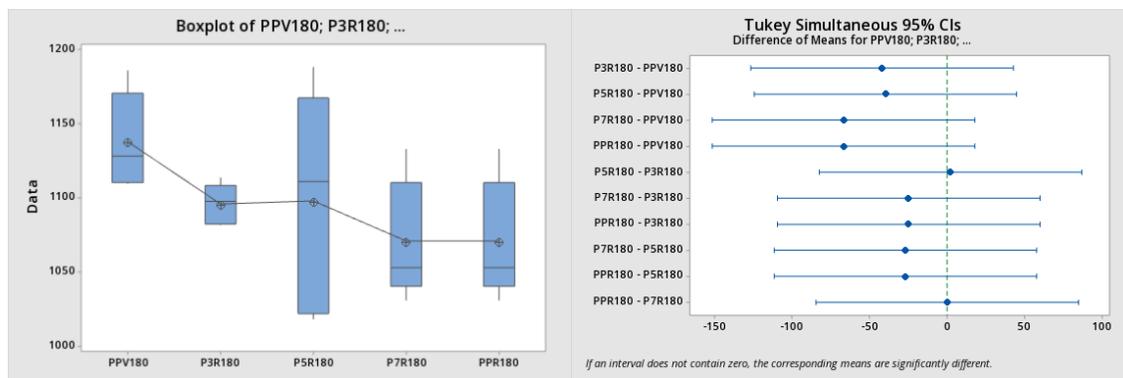


Fig. 50. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del módulo de tensión para PPV180; P3R180; P5R180; P7R180; PPR180.

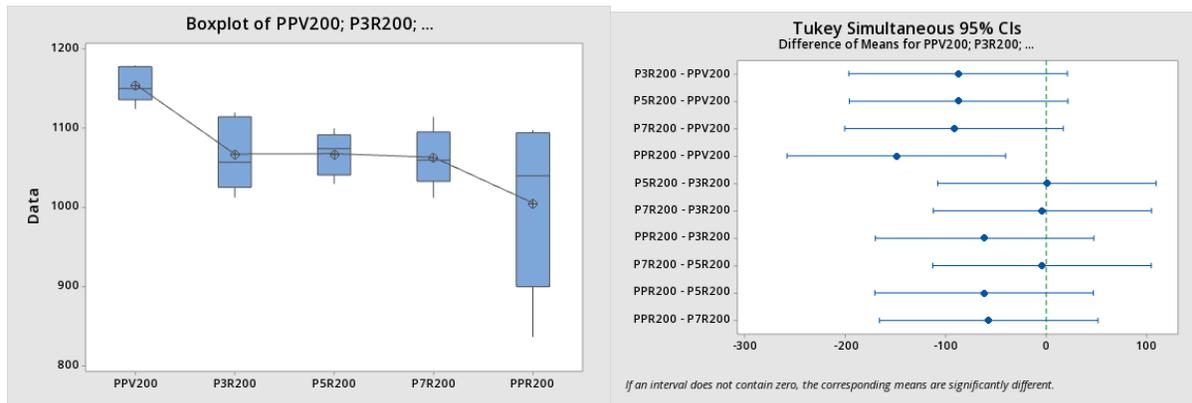


Fig. 51. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del módulo de tensión para PPV200; P3R200; P5R200; P7R200; PPR200.

Observando el gráfico de cajas y bigotes de la **Fig. 50**, se puede identificar una leve tendencia a la disminución en el módulo de tensión con respecto al aumento del contenido de material reciclado, de igual manera, para el gráfico correspondiente de la **Fig. 51**, también se observa una leve tendencia de disminución de la propiedad. Luego, al revisar el diagrama de intervalos de confianza correspondiente a la **Fig. 50**, las variaciones no son significativamente diferentes. Lo que quiere decir que, el contenido de material reciclado procesado bajo la rampa de temperatura 1, no afectó de forma considerable el valor del módulo elástico. Por otra parte, evaluando los resultados de la medición de la misma propiedad en las diferentes formulaciones procesadas con la rampa de temperatura 2, se logra identificar que según el diagrama de intervalos de confianza **Fig. 51**, es significativamente mayor módulo de tensión del PPV con respecto al PPR.

En las **Fig. 52 y 53** se presenta la variación de la resistencia a la tensión para las formulaciones estudiadas procesadas respectivamente bajo las rampas de temperatura 1 y 2.

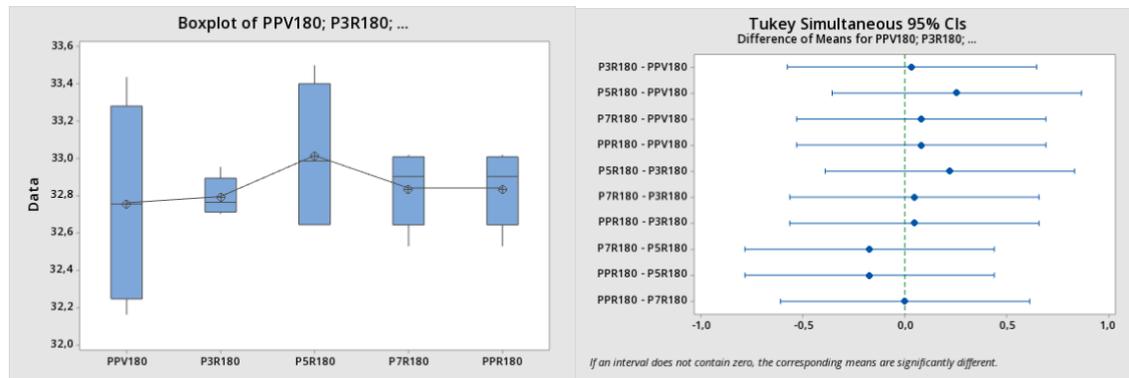


Fig. 52. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) resistencia a la tensión para PPV180; P3R180; P5R180; P7R180; PPR180.

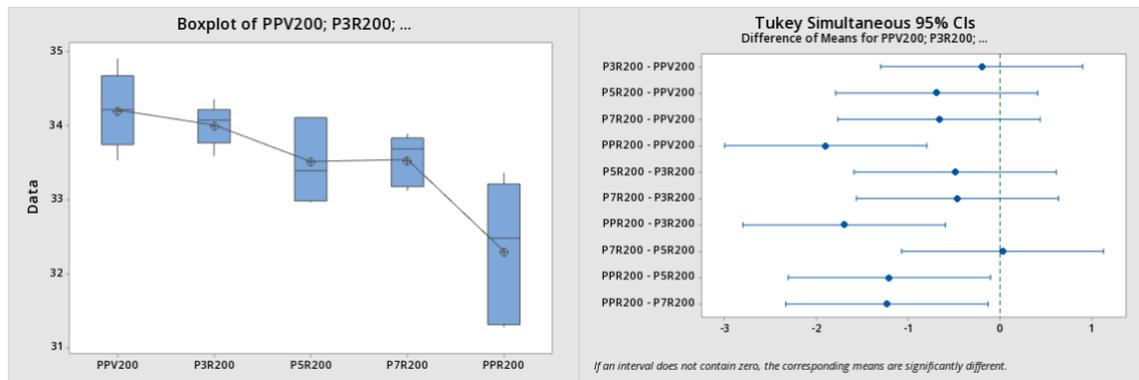


Fig. 53. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) resistencia a la tensión para PPV200; P3R200; P5R200; P7R200; PPR200.

De forma similar a lo anterior, se observa el gráfico de cajas y bigotes de la **Fig. 52** no se puede identificar una tendencia a la disminución o el aumento en la resistencia a la tensión con respecto al aumento del contenido de material reciclado, mientras que en el gráfico de la propiedad correspondiente de la **Fig. 53**, se puede observar una ligera disminución de la resistencia a la tensión con respecto al aumento del material reciclado. Posteriormente, realizando el análisis de los diagramas de confianza respectivos, se muestra que la resistencia a la tensión de las probetas procesadas con la rampa de temperatura 1, no tiene un cambio significativo con respecto a la adición de material reciclado a la mezcla, como se evidencia en la **Fig. 52**. Un comportamiento

diferente ocurre cuando se procesan estos mismos materiales con la rampa de temperaturas 2. Según el análisis estadístico realizado, la resistencia a la tensión no se ve afectada cuando se le mezcla hasta un 70 % de material reciclado al polipropileno virgen, mientras que el material 100% reutilizado muestra una disminución significativa en esta propiedad mecánica, como se logra observar en el gráfico de cajas y bigotes de la **Fig. 53**.

En las Fig. **54** y **55** se presenta la variación del límite elástico en tensión obtenido al 2% para las formulaciones estudiadas procesadas respectivamente bajo las rampas de temperatura 1 y 2.

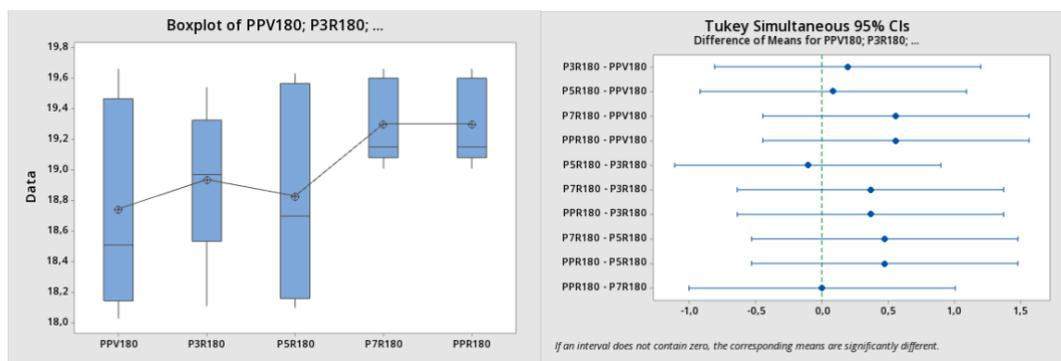


Fig. 54. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del límite elástico en tensión al 2% para PPV180; P3R180; P5R180; P7R180; PPR180.

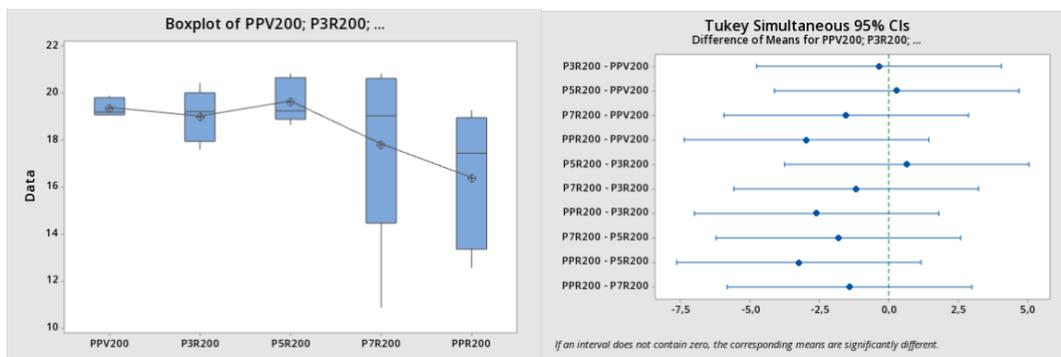


Fig. 55. Diagrama de cajas y bigotes (izquierda) Diagrama de Intervalos de confianza (derecha) del límite elástico en tensión al 2% para PPV200; P3R200; P5R200; P7R200; PPR200.

Por ultimo, al observar el gráfico de cajas y bigotes de la **Fig. 54** no se puede identificar una tendencia marcada de incremento o disminución en el límite elástico en tensión obtenido al 2% con respecto al aumento del contenido de material reciclado, al igual que para el gráfico

correspondiente de la **Fig. 55**, tampoco se observa una tendencia de aumento o reducción de la propiedad. Resultados que se corroboran, mediante los gráficos de intervalos de confianza, donde se confirma que para ninguna de las dos rampas de procesamiento existieron cambios significativos en el límite elástico en tensión obtenido al 2 % al variar el contenido de material reciclado.

Teniendo en cuenta todo lo anterior, es importante resaltar que aunque según el análisis estadístico, se pudo demostrar que en general, hasta con un 100 % de material recuperado de residuos post-proceso con un solo ciclo de procesamiento como el que se utilizó en este trabajo, se pueden obtener piezas con propiedades mecánicas muy similares a las del polipropileno virgen. Solo se podrá hacer esa afirmación si el material ha sido procesado con una baja temperatura. Puesto que, al procesarlo con mayor temperatura, solo hasta con un 70 % de material reciclado se podrán obtener propiedades mecánicas similares.

## IX. CONCLUSIONES

- Mediante los resultados del IR se puede concluir que ambas muestras (PPV y PPR) correspondían a polipropileno homopolímero. Para el polipropileno reciclado se observaron leves disminuciones en la intensidad de las señales obtenidas respecto al espectro del polipropileno virgen, indicando que el PPR ya había sufrido algún tipo de degradación ocasionada por el procesamiento anterior.
- Mediante los ensayos de TGA y DSC, se pudo confirmar una alta pureza en los materiales evaluados. En el TGA, no se obtuvo residuo medible para ninguno de los materiales al final del ensayo, indicando que ninguno contenía cargas minerales. Por otra parte, el DSC mostró una cristalinidad del mismo orden aunque un poco mayor para el PPV, lo cual indica que el material reciclado a pesar de tener un ciclo de procesamiento no presenta una degradación muy considerable respecto su homólogo virgen.
- Mediante MFI se obtuvo un valor de fluidez mayor en la muestra P3R respecto a las demás formulaciones estudiadas, tanto para los ensayos realizados a 220 °C como a 230 °C. Con este resultado se pudo concluir que el material reciclado agregado a bajas proporciones (30 %) presentó un efecto de plastificante en la mezcla con material PPV. Por otro lado, se pudo observar que, para todos los casos, el MFI medido a 230 °C fue mayor respecto al obtenido a 220 °C, indicando que una mayor temperatura favorece una mayor fluidez.
- Se logró evidenciar que la temperatura de procesamiento en el moldeo por inyección es un parámetro muy importante en la técnica y el efecto que esta causa en las propiedades mecánicas del polipropileno, está ligado al contenido de material reciclado de la formulación. También, se encontró una mejoría de las propiedades del polímero virgen cuando se procesó a mayor temperatura, mientras que, para las mezclas con 30 y 50 % de reciclado, no causó un cambio significativo de las propiedades. En la mezcla con un 70 % de reciclado, el aumento de la temperatura de procesamiento tampoco fue muy influyente, pero se identificó un comportamiento irregular, en donde el límite elástico en tensión disminuyó significativamente con el incremento del parámetro de procesamiento. Para el material 100 % reciclado, el aumento de la temperatura de procesamiento mostró un efecto negativo en las propiedades mecánicas de este material. El uso de una temperatura menor durante el procesamiento de los materiales con alto contenido de reciclado proporciona la

obtención de propiedades más homogéneas, lo que se puede atribuir a una menor probabilidad de degradación térmica.

- En general, con el aumento de la proporción de material reciclado no se evidencia una disminución de las propiedades mecánicas de las mezclas respecto al material virgen, incluso, en el caso de la mezcla P3R, la resistencia a la flexión al 5 % de la deformación exhibió una leve mejoría respecto al PPV, aunque este comportamiento estuvo ligado solo a la rampa de temperatura 1. Por lo anterior, se puede decir que en el caso de fabricar una pieza usando como materia prima los materiales del presente trabajo, podrían agregarse altos contenidos de material reciclado, sin correr el riesgo de perder una cantidad significativamente importante de propiedades mecánicas, pero se debe tener en cuenta la elección adecuada de la temperatura de procesamiento.

## X. RECOMENDACIONES

A partir de los datos obtenidos, se recomienda repetir la metodología usada en este trabajo, pero utilizando un material reciclado con mayor cantidad de ciclos de procesamiento, con el fin de revisar la influencia del comportamiento de un material con esas características.

Para algunos casos, el polipropileno virgen procesado mediante la rampa de temperatura 1, mostró valores de propiedades mecánicas menores a su homónimo procesado a mayor temperatura. Por lo que se sugeriría revisar la integridad de las probetas procesadas con ambas temperaturas. Usando la ayuda de microscopia SEM, y así observar internamente cuál fue el causante del comportamiento.

## XI. REFERENCIAS

- [1] A. Guarín y G. J. Páramo, «Estudio del Estado del Arte de Moldes de Inyección en Colombia,» *Universidad EAFIT*, n° 128, Octubre 2002.
- [2] UNEP, «Cómo reducir el impacto de los plásticos de un solo uso,» Septiembre 2022. [En línea]. Available: <https://www.unep.org/es/noticias-y-reportajes/reportajes/como-reducir-el-impacto-de-los-plasticos-de-un-solo-uso>.
- [3] Acoplásticos, «ABC: Ley de Plásticos de un Solo Uso,» 2021-2022. [En línea]. Available: [https://acoplásticos.org/boletines/2022/ABC%20LEY%20DE%20PLÁSTICOS%20\(VD\).pdf](https://acoplásticos.org/boletines/2022/ABC%20LEY%20DE%20PLÁSTICOS%20(VD).pdf).
- [4] Universidad de Antioquia, *Generación de capacidades técnicas y herramientas tecnológicas para facilitar la adopción de estrategias de economía circular para empaques y envases en Colombia*, Medellín, Antioquia, 2019.
- [5] Resolución 1407 de 2018, «Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible,» 2022. [En línea]. Available: <https://www.minambiente.gov.co/documento-normativa/resolucion-1407-de-2018/>.
- [6] E. Farotti y M. Natalini, «Injection molding. Influence of process parameters on mechanical properties of polypropylene polymer. A first study,» *Procedia Structural Integrity* 8, pp. 256-264, 2018.
- [7] F. Billmeyer Jr., *Ciencia de los Polímeros*, Troy, Nueva York: Reverté, 1975.
- [8] O. Schwarz, *Ciencia de los Plásticos*, Montevideo: Costal Nogal S.A, 2002.
- [9] J. Jurado, J. Arredondo, H. Mora y E. Aguilera, «Análisis de un proceso de inyección de plástico por interacción fluido estructural y cambio de estado,» *Acta Universitaria Multidisciplinary Scientific Journal*, vol. 29, 2019.
- [10] Acoplásticos, *Plásticos en Colombia*, Bogotá D.C., 2022, pp. 71-134.
- [11] C. Caicedo, L. Crespo y H. De La Cruz, «Propiedades termo-mecánicas del Polipropileno: Efectos durante el reprocesamiento,» *Ingeniería Investigación y tecnología* #3, pp. 245-252, 2017.

- [12] Documento CONPES 3934, «Departamento Nacional de Planeación,» 2022. [En línea]. Available: <https://www.dnp.gov.co/Crecimiento-Verde/Documents/Pol%C3%ADtica%20CONPES%203934/CONPES%203934%20-%20Pol%C3%ADtica%20de%20Crecimiento%20Verde.pdf>.
- [13] Resolución 1342 de 2020, «Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible,» [En línea]. Available: <https://www.minambiente.gov.co/documento-normativa/resolucion-1342-de-2020/>.
- [14] E. Elnaz, C. Tzoganakis y M. Tizazu, «Degradation Behavior of Polypropylene during Reprocessing and its Biocomposites: Thermal and Oxidative Degradation Kinetics,» *Polymers (Basel)*, 2020.
- [15] N. Galvis, *Caracterización del Polipropileno Reciclado Disponible a Partir de Tapas, Para Reincorporarlo en Procesos Productivos, Mezclado con Polipropileno Virgen*, Medellín: Universidad EAFIT, 2014.
- [16] J. Sánchez, *Aprovechamiento del Polipropileno Reciclado en la fabricación de Tejas para el Sector Construcción*, México D.F.: Instituto Politécnico Nacional, 2014.
- [17] J. Velandia, «Identificación de polímeros por espectroscopía infrarroja,» *ONTARE- Facultad de Ingeniería- Universidad EAN*, 2017.
- [18] D. Skoog, *Análisis Instrumental*, Madrid: McGraw-Hill, 2001.
- [19] B. Stuart, *Infrared spectroscopy: Fundamentals and applications.*, Chichester: John Wiley and Sons Ltd, 2004.
- [20] J. Fang, L. Zhang, D. Sutton, X. Wang y T. Lin, «Needleless Melt-Electrospinning of Polypropylene Nanofibres,» *Journal of Nanomaterials*, vol. 2012, pp. 1-9, 2012.
- [21] C. Berthomieu y R. Hienerwadel, «Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy,» *Photosynthesis Research*, n° 101, pp. 157-170, 2009.
- [22] R. Campoman, *Material de Apoyo à Disciplina de Análise Instrumental Aplicada a Polímeros*, UFRGS EAD, 2009.
- [23] A. Deepa, P. Kuppan y K. Padmanabhan, «A Comparative Study of Structural Changes in Conventional and Unconventional Machining and Mechanical Properties Evaluation of

- Polypropylene Based Self Reinforced Composites,» *Sci Eng Compos Mater* , pp. 108-118, 2020.
- [24] PerkinElmer, «Measurement of Tg of Polypropylene Using the Double-Furnace DSC,» 2023. [En línea]. Available: [https://resources.perkinelmer.com/corporate/cmsresources/images/46-141235app\\_010032\\_01\\_measurement\\_of\\_tg\\_of\\_polypropylene\\_using\\_the\\_double\\_furnace\\_dsc.pdf](https://resources.perkinelmer.com/corporate/cmsresources/images/46-141235app_010032_01_measurement_of_tg_of_polypropylene_using_the_double_furnace_dsc.pdf).
- [25] T. A. Osswald y G. Menges, *Materials Science of Polymers for Engineers*, Madison: Hanser Publications, 2012.
- [26] S. Kulkarni, *Robust Process Development and Scientific Molding - Theory and Practice*, vol. 2, Hanser Publishers, 2017.
- [27] A. D. Loaeza, «Obtención de curvas esfuerzo-deformación verdaderas del PP y copolímeros en bloque a velocidad de deformación constante aplicando correlación de imágenes digitales,» Barcelona, 2014.
- [28] Zwickroell, «Y eso es lo que importa en los ensayos de flexión,» 2023. [En línea]. Available: <https://www.zwickroell.com/es/noticias-y-eventos/noticias/y-eso-es-lo-que-importa-en-los-ensayos-de-flexion/>.
- [29] University of Cambridge, «Dissemination of IT for the Promotion of Materials Science,» 2022. [En línea]. Available: <http://www.doitpoms.ac.uk>.
- [30] Florida International University, «Chapter 15: Characteristics, Applications & Processing of Polymers,» [En línea]. Available: [https://ac.fiu.edu/wp-content/uploads/2017/11/Callister\\_ch15-1\\_ZC.pdf](https://ac.fiu.edu/wp-content/uploads/2017/11/Callister_ch15-1_ZC.pdf).
- [31] C. Ortega, «Análisis estadístico: Qué es, usos y cómo realizarlo,» [En línea]. Available: <https://www.questionpro.com/blog/es/analisis-estadistico/#:~:text=Qué%20es%20un%20análisis%20estad%C3%ADstico,obtener%20información%20significativa%20y%20útil..> [Último acceso: 2023].
- [32] Minitab Inc, «Qué es ANOVA?,» [En línea]. Available: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/21/help-and-how-to/statistical-modeling/anova/supporting-topics/basics/what-is-anova/>. [Último acceso: 2023].

- [33] Minitab Inc., «¿Qué es el método de Tukey para comparaciones múltiples?,» [En línea]. Available: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/21/help-and-how-to/statistical-modeling/anova/supporting-topics/multiple-comparisons/what-is-tukey-s-method/>. [Último acceso: 2023].
- [34] Minitab Inc., «Calcular prueba Levene Minitab,» [En línea]. Available: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/20/help-and-how-to/statistical-modeling/anova/supporting-topics/anova-calculations/calculate-levene-s-test/>. [Último acceso: 2023].
- [35] Minitab Inc., «Interpretar los resultados clave para la ANOVA de un solo factor,» 2023. [En línea]. Available: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/21/help-and-how-to/statistical-modeling/anova/how-to/one-way-anova/interpret-the-results/key-results/>.
- [36] Minitab Inc., «Interpretar los resultados clave para Gráfica de caja,» 2023. [En línea]. Available: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/21/help-and-how-to/graphs/boxplot/interpret-the-results/key-results/>.
- [37] Minitab Inc., «Gráficas de residuos para ajustar modelos de regresión,» [En línea]. Available: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/20/help-and-how-to/statistical-modeling/regression/how-to/fit-regression-model/interpret-the-results/all-statistics-and-graphs/residual-plots/>. [Último acceso: 2023].
- [38] H. Mendoza, «Gráficas de residuos para ajustar modelos de regresión,» Cursos Universidad Nacional de Colombia, [En línea]. Available: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/20/help-and-how-to/statistical-modeling/regression/how-to/fit-regression-model/interpret-the-results/all-statistics-and-graphs/residual-plots/>.
- [39] k. Ballestas, «Estudio de la ventana de operación en la inyección de probetas de tracción de una mezcla de pp virgen y reciclado,» Medellín.
- [40] P.-W. Huang y H.-S. Peng, «Number of Times Recycled and Its Effect on the Recyclability, Fluidity and Tensile Properties of Polypropylene Injection Molded Parts,» *Sustainability*, 2021.
- [41] L. N. Shafigullin, N. V. Romanova, I. F. Gumerov, A. T. Gabrakhmanov y D. R. Sarimov, «Thermal properties of polypropylene and polyethylene blends (PP/LDPE),» *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2018.

- [42] E. Kaisersberger y H. Mohler, «DSC on polymeric materials,» *ETZSCH Annual for Science and Industry*, vol. 1, p. 27, 1991.
- [43] F. Arenas, «Evaluación de la procesabilidad por inyección de mezclas de polipropileno virgen y reciclado postproceso: Una alternativa sostenible para la industria automotriz».
- [44] C. Wilkes, J. Summers y C. Daniels, «Plasticizers,» de *PVC Handbook*, Cincinnati, Hanser, 2005, p. 173.
- [45] M. C. T. S. v. R. o. T. 5, «Plastics Technology,» [En línea]. Available: <https://www.ptonline.com/articles/cycle-time-science-vs-rules-of-thumbpart-5>.
- [46] N. Vidakis, M. Petousis, L. Tzounis, A. Maniadi, E. Velidakis, N. Mountakis, D. Papageorgiou, M. Liebscher y V. Mechtcherine, «Sustainable Additive Manufacturing: Mechanical Response of Polypropylene over Multiple Recycling Processes.,» *Sustainability*, n° 13, p. 159, 2021.
- [47] J. Schultz, *Polymer Materials Science*, Englewood Cliffs: Prentice-Hall, 1974.

## XII. ANEXOS

## Anexo A. Reporte de parámetros de procesamiento con la rampa de temperatura 1

			
<b>SERVICIO NACIONAL DE APRENDIZAJE SENA</b> <b>CENTRO DEL DISEÑO Y MANUFACTURA DEL CUERO</b>			
<b>INFORME DE ENSAYO N° 032 – 2023.V1</b> <b>OFERTA Y CONTRATO No. 049-2023</b>			
<b>Código:</b> LACPA-F-166	<b>Versión:</b> 03	<b>Fecha:</b> 2021-12-09	<b>Página:</b> 3 de 7

<b>RESULTADOS DEL ENSAYO:</b> Muestra de polipropileno. Color blanco. Identificada con el código 032-A-2023. Proceso A
---

Información de la Muestra						
Código de la Muestra	Tipo de Muestra	Procedencia	Tipo de Material	Color	Raf	Cantidad
032-A-2023	Pellets	Virgen	Compuesto	Blanco	PP	2,5
Acondicionamiento de las muestras						
Horas Totales			<input type="text"/>	NO Realizado	<input checked="" type="checkbox"/>	
Resultados						
Fecha de Ensayo	2023-03-30	Hora de inicio	1:30:00 p. m.	Hora de finalización	4:30:00 p. m.	

## CONDICIONES DE ENSAYO

Parámetros de inyección					
Etapa	5	4	3	2	1
Parámetro					
Velocidad (%)				30	60
Presión (bar)				35	50
Tiempo de residencia (s)					15

Presión de bloqueo del molde (bar)	20
Modo del expulsor	Empuje

Parámetros de sostenimiento					
Etapa	5	4	3	2	1
Parámetro					
Velocidad (%)					10.0
Presión (bar)					35
Tiempo de residencia (s)					15.00

Retroceso de la unidad de inyección	Si
Modo de retroceso de la unidad de inyección	apagad

Ajustes de conmutación	
Tiempo de enfriamiento (s)	20
Conmutación: Posición/Volumen (mm)	4.0
Conmutación (tiempo) (s)	8.00
Switchover: Release Stroke/Voume (mm)	0
Control de cojín	0

Perfil de temperatura	
Zona	Temperatura (°C)
Boquilla	180
2	190
3	195
4	200

Parámetros de plastificación					
Etapa	DEC	1	2	3	DEC
Parámetro					
Velocidad de rotación (%)		50.0			
Contrapresión (bar)		18			
Velocidad (%)					100.0
Presión (bar)		40			90
Posición (mm)		32.0			37.5

## Anexo B. Reporte de parámetros de procesamiento con la rampa de temperatura 2

			
<b>SERVICIO NACIONAL DE APRENDIZAJE SENA</b> <b>CENTRO DEL DISEÑO Y MANUFACTURA DEL CUERO</b>			
<b>INFORME DE ENSAYO N° 032 – 2023.V1</b> <b>OFERTA Y CONTRATO No. 049-2023</b>			
<b>Código:</b> LACPA-F-166	<b>Versión:</b> 03	<b>Fecha:</b> 2021-12-09	<b>Página:</b> 5 de 7

<b>RESULTADOS DEL ENSAYO:</b> Muestra de polipropileno. Color blanco. Identificada con el código 032-A-2023. Proceso B
---

Información de la Muestra						
Código de la Muestra	Tipo de Muestra	Procedencia	Tipo de Material	Color	Ref	Cantidad
032-B-2023	Pellets	Virgen	Compuesto	Blanco	PP	2,5

Acondicionamiento de las muestras	
Horas Totales	<input type="text"/> NO Realizado <input checked="" type="checkbox"/>

Resultados					
Fecha de Ensayo	2023-03-31	Hora de inicio	9:00:00 a. m.	Hora de finalización	11:00:00 a. m.

## CONDICIONES DE ENSAYO

## Parámetros de inyección

Etapa	5	4	3	2	1
Parámetro					
Velocidad (%)				30	60
Presión (bar)				35	50
Tiempo de residencia (s)					15

Presión de bloqueo del molde (bar)	20
------------------------------------	----

Modo del expulsor	Empuje
-------------------	--------

## Parámetros de sostenimiento

Etapa	5	4	3	2	1
Parámetro					
Velocidad (%)					10.0
Presión (bar)					35
Tiempo de residencia (s)					15.00

Retroceso de la unidad de inyección	Sí
-------------------------------------	----

Modo de retroceso de la unidad de inyección	Apagado
---	---------

## Ajustes de conmutación

Tiempo de enfriamiento (s)	20
Conmutación: Posición/Volumen (mm)	4.0
Conmutación (tiempo) (s)	8.00
Switchover: Release Stroke/Voume (mm)	0
Control de cojín	0

Perfil de temperatura	
Zona	Temperatura (°C)
Boquilla	200
2	210
3	220
4	230

## Parámetros de plastificación

Etapa	DEC	1	2	3	DEC
Parámetro					
Velocidad de rotación (%)		50.0			
Contrapresión (bar)		18			
Velocidad (%)					100.0
Presión (bar)		40			90
Posición (mm)		32.0			37.5