



Desarrollo de Fuentes y Proveduría de Material Polimérico Reciclado para Industrias Estra S.A.

Carolina Jiménez Tobón

Informe final de semestre de industria presentado como requisito parcial para optar al título de:

Ingeniera de Materiales

Asesores:

Jairo Augusto Arango Valencia, Coordinador de Materiales, Industrias Estra S.A

Carmiña Gartner Vargas, Profesora del Departamento de Ingeniería de Materiales, Universidad de Antioquia

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería de Materiales

Medellín, Colombia

2023

Cita

(Jimenez Tobón, 2023)

Referencia

Jiménez Tobón, C. (2023). *Desarrollo de Fuentes y Proveduría de Material Polimérico Reciclado para Industrias Estra S.A.*, [Semestre de Industria]. Universidad de Antioquia, Medellín UdeA

Estilo APA 7 (2020)



Centro de Documentación Ingeniería (CENDOI)

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

Universidad de Antioquia - www.udea.edu.co

Rector: John Jairo Arboleda Céspedes.

Decano: Julio César Saldarriaga Molina.

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 proyecto está dedicado principalmente a mi Madre, que ha sido mi pilar, ejemplo, apoyo y motivación constante a lo largo de mi vida, a Dios por guiarme en la espiritualidad y finalmente a mi familia por inculcar en mí los valores y principios que ahora aplico en la cotidianidad.

Agradecimientos

Un agradecimiento especial a mi asesora, Carmiña Gartner Vargas por su apoyo y asesoría durante este proyecto, a Industrias Estra S.A. especialmente a Hugo Ossa, Jairo Arango y Carlos Mario Correa por todos los conocimientos brindados y finalmente al Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho, es especial a Omar Estrada por contribuir al correcto desarrollo de este proyecto.

Tabla de contenido

Resumen	9
Abstract	10
Introducción	11
Planteamiento del Problema	13
Objetivos	15
Objetivo general	15
Objetivos específicos	15
Marco teórico	16
Materias primas recicladas usadas en la fabricación de cajas industriales en Industrias ESTRA S.A.	16
Reciclaje mecánico y regulación actual de materia prima polimérica reciclada actualmente	17
Variables dentro del proceso de inyección e influencia de la materia prima	20
Proceso de homologación	21
Muestreo y selección de muestras	22
Metodología	23
Desarrollo del Procedimiento para la homologación de proveedores y materias primas poliméricas recicladas usadas en Industrias ESTRA S.A.	23
Desarrollo del procedimiento para el control de calidad e inspección de lotes de materias primas poliméricas recicladas usadas en Industrias ESTRA S.A.	31
Caracterización de materia prima polimérica reciclada mediante la implementación del procedimiento de homologación desarrollado para diagnosticar proveedores	31
Resultados y Análisis	41
Caracterización de materia prima polimérica reciclada mediante la implementación del procedimiento de homologación desarrollado para diagnosticar proveedores	41
Etapa 1. Evaluación de materias primas	41
Inspección visual.	41

Índice de fluidez y apariencia del extruido.	43
Determinación de finos y gruesos.	47
Prueba de densidad aparente.	48
Prueba de densidad.	50
Etapa 2. Evaluación de variables en el proceso de inyección.	53
Etapa 3. Evaluación de propiedades en producto	55
Ensayo de caída libre.	55
Ensayo de impacto en puntos de inyección.	56
Ensayo de resistencia a la deflexión.	57
Ensayo de apilamiento	58
Ensayo de tensiones internas y externas.	59
Ensayo de resistencia en la manija.	62
Etapa 4. Elaboración de ficha técnica	64
Resistencia a la tensión.	64
Resistencia al impacto.	68
Conclusiones	71
Referencias	72
Anexos	76

Lista de tablas

Tabla 1. Índice de fluidez para HDPE Original, Reciclado rojo, Reciclado marrón y Reciclado gris.	43
Tabla 2. Datos de densidad aparente para HDPE Original, Reciclado Rojo, Reciclado Marrón y Reciclado Gris.	50
Tabla 3. Datos de densidad para HDPE Original, Reciclado Rojo, Reciclado Marrón y Reciclado Gris.	51
Tabla 4. Valores de módulo de elasticidad, esfuerzo de tensión máxima y porcentaje de elongación para HDPE Original, Reciclado rojo, Reciclado marrón y Reciclado gris.	66
Tabla 5. Valores de resistencia al impacto para HDPE Original, Reciclado rojo, Reciclado marrón y Reciclado gris.	69

Lista de figuras

Figura 1. Comportamiento de polímeros termoplásticos durante ciclos de reproceso.	17
Figura 2. Escisión aleatoria de cadenas en polímeros, a) lineares y b) ramificados.	19
Figura 3. Secuencia prueba de caída libre (NTC 5944).	26
Figura 4. Esquema montaje de prueba de resistencia a la deflexión (NTC 5944).	27
Figura 5. Esquema montaje de prueba de resistencia a la compresión (NTC 5944).	28
Figura 6. Esquema montaje de prueba de resistencia en la manija.	29
Figura 7. Recolección de las muestras de materia prima.	32
Figura 8. Determinación de ferrosos en a) rampa magnética y b) trampa magnética.	32
Figura 9. Prueba de determinación de finos y gruesos, a) montaje de tamices, b) malla número 5 y c) malla número 10.	33
Figura 10. Plástrometro usado en ensayo de MFI.	33
Figura 11. Procedimiento prueba de densidad aparente.	34
Figura 12. Procedimiento prueba de densidad a) peso en seco y b) peso en isopropanol.	35
Figura 13. Control de variables en proceso, a) masa, b) velocidad, presión y temperatura del husillo.	35
Figura 14. Secuencia de impacto en ensayo de caída libre, a) base, b) arista longitudinal inferior, c) arista lateral inferior y d) esquina inferior.	36
Figura 15. Prueba de impacto en puntos de inyección, a) instrumentos y b) montaje.	37
Figura 16. Prueba de resistencia a la deflexión, a) montaje con 100% de carga de ensayo y b) toma de la distancia (d).	37
Figura 17. Prueba de resistencia a la compresión a) montaje con 10 % de carga de ensayo y b) montaje con 100% de carga de ensayo.	38
Figura 18. Prueba de tensiones internas y externas.	38
Figura 19. Prueba de resistencia en la manija con cargas de a) 20 Kg, b) 40Kg y c) 60 Kg.	39
Figura 20. Montajes para pruebas de a) tensión y b) impacto Izod.	40
Figura 21. Defectos de <i>Pelletizados</i> evaluados a) no uniformidad y variación en longitud, b) <i>daisy chains</i> y c) partículas finas.	41
Figura 22. <i>Pelletizados</i> a) HDPE-R rojo, b) HDPE-R marrón y c) HDPE-R gris.	42
Figura 23. Prueba de magnetismo en muestra 10 HDPE-R rojo.	43

Figura 24. Comportamiento del Índice de fluidez para HDPE reciclados y originales.	45
Figura 25. Valores de MFI para HDPE Original, Reciclado rojo, Reciclado marrón y Reciclado gris.	46
Figura 26. Extruido a) HDPE Reciclado rojo, b) Reciclado marrón y c) Reciclado gris.	47
Figura 27. Separación de finos y gruesos para HDPE Reciclado Rojo, a) pasante malla número 5 y b) retenido malla número 10.	48
Figura 28. Geometrías y tamaños de pellets con sus densidades aparentes.	49
Figura 29. HDPE original, a) 1 ciclo de proceso, b) 2 ciclos de reproceso, c) 5 ciclos de reproceso.	54
Figura 30. Caja impactada en ensayo de caída libre, a) base , b) arista longitudinal inferior, c) arista lateral inferior y d) esquina inferior.	55
Figura 31. Caja impactada con 20 y 30 Joules secuencialmente.	56
Figura 32. Deformación de la caja transcurrido el ensayo de resistencia a la deflexión.	57
Figura 33. Deformación de las cajas transcurrido el ensayo de apilamiento.	59
Figura 34. Grietas evidenciadas en la caja luego de someterla al ensayo de tensiones internas y externas.	61
Figura 35. Prueba de resistencia en la manija, a) 60 Kg luego de 24 h, b) sin carga y c) sin carga luego de 24 h.	63
Figura 36. Deformación de cadenas poliméricas en polímeros semi-cristalinos, a) microscópicamente y b) macroscópicamente.	64
Figura 37. Probetas de tensión para HDPE-O a) antes de la prueba, b) después de la prueba y HDPE-R rojo c) antes de la prueba y d) después de la prueba.	65
Figura 38. Módulo de Young en función del número de escisiones para polímeros semi-cristalinos.	67
Figura 39. Curvas de esfuerzo vs deformación para HDPE-O, HDPE-R rojo, HDPE-R marrón y HDPE-R gris.	67
Figura 40. Resistencia al impacto para HDPE Original, Reciclado rojo, Reciclado marrón y Reciclado gris.	70

Resumen

Las materias primas poliméricas recicladas son ampliamente usadas desde décadas pasadas en la industria, por su fácil aplicación y bajo costo; sin embargo, el control de sus propiedades se torna complejo dado que es difícil saber el origen de los *pelletizados* reciclados. Por esta razón en este trabajo se desarrolló un procedimiento de homologación junto con uno de control de calidad e inspección de lotes de materias primas recicladas usadas en Industrias Estra S.A., basados en una serie de ensayos y pruebas como la ASTM D1238-20, la ASTM D1895-17, la NTC 5944, la ASTM D638-14 y la ISO 180: 2020 para determinar las propiedades mecánicas y reológicas de dichas materias primas. Por último se aplicó el procedimiento de homologación para hacer un diagnóstico de proveedores y de una de las materias primas recicladas más usadas en la industria, el polietileno de alta densidad (HDPE); en dicho diagnóstico se compararon 3 HDPE reciclados con un HDPE original, de distintos proveedores y se determinó que propiedades como la rigidez, el módulo de elasticidad, la densidad y el índice de fluidez disminuían para los polietilenos reciclados y la resistencia al impacto se incrementa con el reproceso, dado a la competencia de los dos mecanismos de degradación que presenta el HDPE, la escisión y el entrecruzamiento de cadenas poliméricas.

Palabras clave: homologación, control de calidad, HDPE reciclado, propiedades mecánicas, degradación polimérica.

Abstract

Recycled polymeric raw materials have been widely used for decades in the industry, due to their easy application and low cost; however, the control of their properties becomes complex since it is difficult to know the origin of the recycled pelletized materials. For that reason, in this work a homologation procedure was developed with a quality control and inspection procedure for batches of recycled raw materials used in Industrias Estra S.A., based on a series of tests and examinations such as ASTM D1238-20, ASTM D1895-17, NTC 5944, ASTM D638-14 and ISO 180: 2020 to determine the mechanical and rheological properties of these raw materials. Finally, the homologation procedure was applied to make a diagnostic of suppliers and of one of the most used recycled raw material in the industry, high-density polyethylene (HDPE). In this diagnostic, 3 recycled HDPE were compared with an original HDPE from different suppliers and it was determined that properties such as stiffness, Young modulus, density and melt flow index decreased for recycled polyethylenes and the impact strength increased with reprocessing, due to the competition of the two degradation mechanisms of HDPE, chain scission and crosslinking.

Keywords: homologation, quality control, recycled HDPE, mechanical properties, polymeric degradation.

Introducción

Los polímeros son materiales muy versátiles y apetecidos en la industria por su baja densidad, su alta ductilidad y conformabilidad, además de su resistencia a la corrosión, baja conductividad térmica y eléctrica que hacen que puedan ser usados en infinidad de aplicaciones.

El avance de la industria de los materiales poliméricos a nivel mundial trae consigo un afán de encontrar fuentes de materia prima renovables y contribuir a que el proceso productivo de una empresa sea mucho más sostenible. La industria de la transformación de polímeros produce residuos tanto posconsumo como posindustriales y una de las soluciones más efectivas para disminuir el impacto ambiental que estos residuos causan, es el reciclaje mecánico, en donde se reprocesan los polímeros termoplásticos por medio de tratamientos que incluyen el lavado, secado y molido para obtener escamas, y en ocasiones, una extrusión final para darle forma de pellets (Díaz, 2020).

En busca de implementar la economía circular por medio del upcycling Industrias ESTRA S.A. consume diariamente altos contenidos de materia prima reciclada posconsumo, pero su regulación sigue siendo un problema al cual se le está poniendo cada vez más atención, pues se necesita que, sin importar la historia térmica de dichos materiales, cumplan con las propiedades requeridas para su posterior aplicación y perduren en el tiempo.

En este trabajo se busca desarrollar un procedimiento interno de homologación para los proveedores y materias primas recicladas en Industrias ESTRA S.A. condensando allí las propiedades necesarias para el correcto funcionamiento de cajas plásticas industriales, con la intención de controlar desde el desempeño del producto que la materia prima reciclada que se vaya a utilizar en su producción convenga con dichas propiedades. Junto con lo anterior se quiere

desarrollar una metodología de control de calidad e inspección de lotes de las materias primas recicladas para poder hacer una evaluación en el ciclo final del proyecto, sobre posibles proveedores que puedan cumplir con los estándares internos de homologación desarrollados.

Planteamiento del Problema

La consecución de materia prima reciclada con condiciones óptimas en la obtención de productos que deben satisfacer propiedades definidas de calidad y desempeño, se vuelve un problema desde el punto de vista de la trazabilidad en los procesos de producción, ya que la poca regulación que se tiene en la industria de reciclaje de polímeros acarrea que muchas veces no se consigan los rangos mínimos de desempeño en producto, debido a que estas materias primas carecen de un recorrido exacto de su historia térmica, su origen y naturaleza.

Determinar la historia térmica de un termoplástico reciclado de forma precisa puede ser complejo, ya que a no ser que el origen de éste sea postindustrial y no posconsumo, es difícil determinar cuántas veces ha estado sometido a un proceso térmico como inyección o extrusión; una posible solución a la incertidumbre que genera la materia prima reciclada sería evaluarla desde su desempeño en producto, esto a su vez también ayuda a determinar los rangos de desempeño del producto, y poder así determinar qué materia prima se acomoda a esos rangos, sin limitar el producto a un polímero en específico.

Una de las consecuencias a las que se quiere llegar tras el cumplimiento de los objetivos es la de quitar la limitante de que un producto, en este caso las cajas industriales se tengan que fabricar en un tipo material, y darles a materias primas poliméricas recicladas que cumplan con el desempeño, la posibilidad de ser inyectadas en dichas cajas.

Siendo la sostenibilidad uno de sus cuatro pilares, ESTRA S.A. ha buscado siempre incorporar en cada paso del ciclo de producción estrategias que ayuden al desarrollo de una economía circular. Dentro del proceso de inyección una de las maneras de contribuir con lo anterior es la utilización de un gran porcentaje de materia prima reciclada en sus productos y llegar a

estándares de calidad altos con las mismas; pero no siempre es fácil alcanzarlos, ya que un mínimo cambio en el comportamiento de la materia prima otorga diferentes propiedades a los productos inyectados y al proceso de inyección, por lo que, este trabajo buscará darle una regulación a nivel interno a la materia prima polimérica reciclada que se usa para la fabricación de cajas industriales dentro de Industrias ESTRA S.A. Para alcanzar esta meta, las materias primas deberán cumplir con los rangos y especificaciones desarrollados a lo largo del mismo. Esto permitirá que proveedores y gestores de materia prima reciclada conozcan los rangos mínimos de desempeño de la materia prima requeridos en aplicaciones.

Teniendo claro que la homologación de materias primas y proveedores es parte del proceso que se quiere seguir para dar esos primeros pasos en la regulación de estas dentro de la empresa, se debe tener en cuenta que el muestreo para evaluar la calidad de los lotes es de vital importancia, pues la falta de un correcto procedimiento en la selección de muestras a analizar puede dar fallas en la representatividad de la muestra, dando como resultado una mala evaluación y análisis del lote; al final de este proyecto se busca desarrollar un procedimiento para el muestreo correcto en la evaluación de lotes de materia prima reciclada, para contribuir a la solución de este problema.

Objetivos

Objetivo general

Desarrollar procedimientos internos para tener control de las propiedades y del desempeño de la materia prima polimérica reciclada usada en Industrias ESTRA S.A. en la elaboración de cajas plásticas de embalaje.

Objetivos específicos

- Desarrollar un procedimiento interno de homologación para los proveedores y las materias primas poliméricas recicladas, donde se especifiquen los requisitos mínimos de desempeño y métodos de ensayo utilizados en las cajas plásticas industriales que produce Industrias ESTRA S.A. de manera que sean reproducibles posteriormente.
- Aportar al desarrollo de una metodología de control de calidad e inspección de lotes adecuada de las materias primas poliméricas recicladas adquiridas en Industrias ESTRA S.A.
- Evaluar materias primas recicladas en cuanto a su procesabilidad, propiedades y desempeño como un diagnóstico de proveedores mostrando que puedan dar cumplimiento a los estándares internos de homologación desarrollados.

Marco teórico

A continuación, se presenta un marco teórico que aborda los aspectos más importantes del proyecto a realizar, desde las materias primas poliméricas recicladas usadas en Industrias ESTRA S.A. y las variables que afectan el proceso de inyección de cajas industriales, reciclaje mecánico y regulación de materia prima reciclada polimérica actualmente, y finalmente se hará una breve descripción de los procesos de homologación, muestreo y caracterización de la materia prima reciclada.

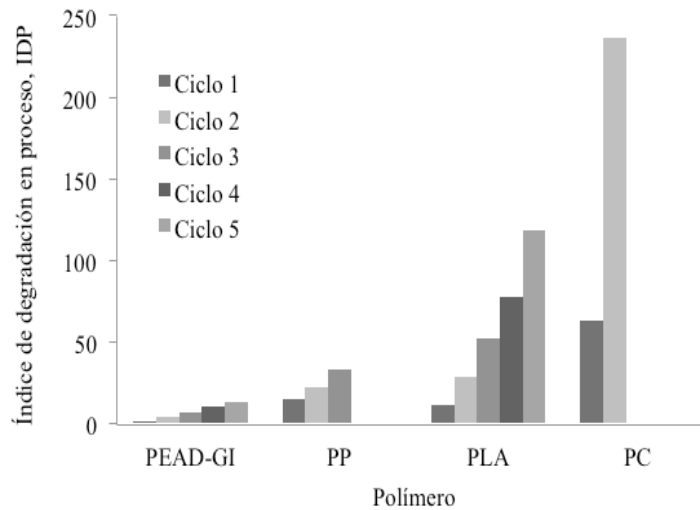
Materias primas recicladas usadas en la fabricación de cajas industriales en Industrias ESTRA S.A.

Alrededor del 70% de las cajas industriales que se fabrican en ESTRA S.A se componen de materias primas recicladas, más precisamente de polietileno de alta densidad (HDPE), un polímero termoplástico que ha sido a lo largo de los años el material seleccionado para la fabricación de las cajas industriales tanto en material original (MO) como en material reciclado (MR), por su resistencia a sustancias como: álcalis, ácidos débiles, ácidos fuertes, alcoholes aunque se afecta levemente con sustancias como disolventes, hidrocarburos y compuestos clorados (Industrias ESTRA S.A, 2022).

El polietileno de alta densidad es un polímero de alto peso molecular y semi-cristalino por lo que sus largas cadenas de moléculas están lo suficientemente juntas y ordenadas para resistir golpes, deformaciones, ataques químicos y filtración de sustancias, lo que provoca que sea un polímero con buenas propiedades físicas, químicas, mecánicas y térmicas (Roca, 2005); además, el polietileno de alta densidad reciclado (HDPE-R) logra conservar muchas de las propiedades mecánicas como la alta resistencia a la tracción y al impacto con leves disminuciones como se muestra en la Figura 1.

Figura 1

Comportamiento de polímeros termoplásticos durante ciclos de reproceso.



Nota. La Figura 1, muestra la comparación entre comportamiento de varios polímeros termoplásticos tras 5 ciclos de reproceso continuos. Tomado de Rojas et al., 2015.

Las cajas plásticas industriales son recipientes que tienen medidas adecuadas al estándar internacional, lo que permite transportar y almacenar en estibas de 1,20 metros de largo por 1 metro de ancho. Esto favorece el adecuado embalaje de los productos. En la industria manufacturera se utilizan para el manejo de materias primas, producto en proceso o producto terminado; en agricultura se utilizan para recolección, transporte y exhibición de frutas, hortalizas y tubérculos frescos; en el sector comercial son comunes en el manejo y optimización de las cadenas logísticas de abastecimiento, almacenamiento y distribución (Industrias ESTRA S.A, 2022).

Reciclaje mecánico y regulación actual de materia prima polimérica reciclada

El proceso de reciclaje mecánico de materiales termoplásticos depende en mayor medida de la previa selección y separación de los materiales cuidando que el material que se vaya a trabajar no muestre una degradación visible ya que éste sería el único indicio de la historia térmica del material a simple vista; este proceso se da en una serie de pasos que se describen a continuación;

primero se somete al material a una limpieza para obtener la materia prima sin suciedad o sustancias, luego se da una clasificación de los plásticos basándose en métodos de diferencia de densidad, con uso de solventes y si se quiere ir más allá se usan métodos espectroscópicos y electromagnéticos (Covernton et al., 2015); cabe aclarar que la mayoría de los proveedores de termoplásticos reciclados no acceden a estas pruebas preliminares y reciclan el material con una simple inspección visual.

Una vez limpio, el material se tritura o muele hasta obtener un tamaño de gránulo adecuado, luego se pasa por un lavado para la eliminación de cualquier tipo de suciedad o impureza, hasta este punto se obtienen escamas de molido, pero si se quiere llegar a un *pelletizado* se procede a extruir el material en forma de filamentos y se corta en trozos pequeños (pellets). Tras la extrusión el plástico pasa a través de un filtro para eliminar los restos de contaminantes distintos a los plásticos, por esta razón entre con los pellets se obtiene una mayor conformidad y control de contaminantes que con las escamas obtenidas del molino directamente (Covernton et al., 2015).

Generalmente la evaluación de propiedades de la materia prima polimérica reciclada se hace mediante pruebas de inspección, donde se establece un comparativo de las propiedades de un lote con las consignadas en una ficha técnica existente, pero actualmente los proveedores de *pelletizados* reciclados no lo hacen a menos que sea requerido por la empresa, debido a que la ficha técnica de materias primas recicladas no es exigida. El estudio de las propiedades se hace por medio de inspección visual sobre alguna novedad que pueda presentar el lote de material que está siendo reciclado, por ejemplo mayor fluidez aparente, mayor humedad, coloreado no uniforme, falta o presencia de brillo, pero esta inspección se vuelve poco precisa y muchas veces, el momento en que se percatan el proveedor y el consumidor de que la materia prima reciclada no cumple con los requerimientos, es en el proceso de inyección porque causa problemas para ser procesada o

transportada por el husillo, o en el producto final cuando se presentan defectos de resistencia o defectos visuales.

Reciclaje del polietileno de alta densidad.

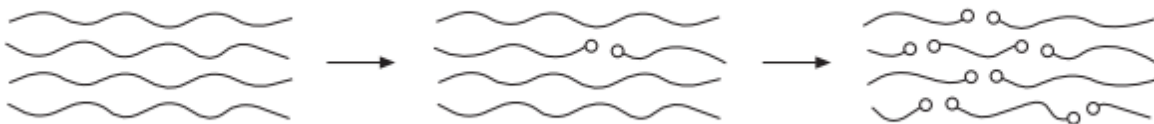
Durante el reciclado, el polietileno se somete a ciclos repetidos de transformación combinados con los períodos de "envejecimiento", en los que el polímero se utiliza como producto final. La combinación de estos procesos influye en las propiedades del material reciclado y para garantizar la calidad de los productos finales fabricados a partir de esta materia prima, es necesario investigar y comprender las propiedades del material procesado repetidamente para predecir su rendimiento durante el procesamiento y el rendimiento del producto durante los ciclos de vida posteriores (Dostál et al., 2008).

La responsable de los principales cambios en las propiedades del polietileno en su reciclaje es la degradación mecano-química, que en general compromete dos mecanismos de degradación, la escisión de cadenas poliméricas, que consiste en la separación de estas en fragmentos más pequeños a causa del rompimiento de enlaces como se ilustra en la Figura 2, y la reticulación de cadenas donde se da la recombinación de estas macromoléculas en redes entrecruzadas.

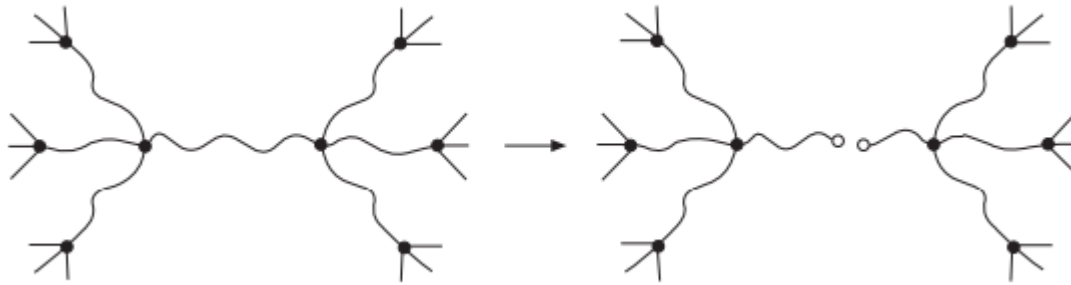
Figura 2

Escisión aleatoria de cadenas en polímeros, a) lineares y b) ramificados.

Random chain scission in a linear polymer



a)

Random chain scission in a network

b)

Nota. Tomado de Benzarti & Colin, 2013.

En un estudio realizado sobre los ciclos sucesivos de reproceso del HDPE se concluyó que el mecanismo predominante en su degradación es la escisión de cadenas (Mendes et al., 2011); aunque esto no se cumple en todos los casos, ya que hay numerosos factores en la vida útil del polietileno y polímeros en general que pueden cambiar esta tendencia además estos dos mecanismos compiten durante los ciclos de reproceso. En ese mismo estudio por ejemplo se demostró que con diferentes clases de polietilenos, el mecanismo de degradación predominante era el entrecruzamiento para los homopolímeros y para los copolímeros era la escisión de cadenas. Lo anterior depende entonces del número de ciclos, factores ambientales y de proceso para que predomine uno u otro mecanismo.

Variables dentro del proceso de inyección e influencia de la materia prima

La inyección de termoplásticos es un proceso en el que se plastifica el material por efecto del calor aportado por bandas de calefacción y calor generado por el flujo del material (fricción). La máquina inyecta el material en estado plastificado dentro de las cavidades de un molde, aplicando presión y desplazando el fluido con una velocidad especificada (Ojeda, M., 2011).

El proceso de inyección se lleva a cabo en una serie de etapas que se desarrollan en las unidades de alimentación, unidad de inyección y unidad de moldeo; en cada etapa se deben controlar variables como velocidad de inyección, perfil de temperaturas, tiempo del ciclo de inyección y presión de inyección. Las propiedades del material influyen de manera directa en el control de las variables de proceso, ya que de acuerdo con ellas se evalúa la correcta procesabilidad del material y como consecuencia la obtención de productos sin defectos.

Proceso de homologación

Según la norma ISO 9001-2015: “La adopción de un sistema de gestión de calidad es una decisión estratégica para una organización que le puede ayudar a mejorar su desempeño global y proporcionar una base sólida para las iniciativas de desarrollo sostenible”. De acuerdo con lo anterior la mejor manera de controlar la calidad de las materias primas poliméricas es implementando un sistema que permita proporcionar una base sólida de los requerimientos de un producto en específico.

El objetivo de una homologación es normalizar las pruebas de manera que sean reproducibles por cualquiera de los interesados, en ese sentido el procedimiento interno de homologación en cualquier caso debe incluir, descripción de las pruebas, los criterios y rangos de homologación y la forma de muestreo (Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho [ICIPC], 2022).

Pruebas de desempeño

Estas pruebas muestran el comportamiento del producto en condiciones más cercanas a la aplicación real, requieren de estandarización y se usan para homologación de productos y/o proveedores (ICIPC, 2022). Estas pruebas se determinan entonces según la necesidad del producto teniendo en cuenta su campo de operación.

Pruebas de inspección

Son llamadas también como pruebas normalizadas de laboratorio y permiten el control de calidad y la certificación de producto, estas pruebas deben correlacionarse con las pruebas de desempeño por lo que se usan para inspección y control de calidad de lotes y no de producto. (ICIPC, 2022); ejemplos de ellas son las pruebas para la determinación de propiedades mecánicas, químicas y térmicas, como resistencia a la compresión, resistencia a la tensión, resistencia a la flexión, resistencia a la corrosión, a la degradación térmica entre otras. Estas pruebas se realizan a condiciones normalizadas y sirven para comprobar si la muestra analizada cumple con los rangos establecidos en fichas técnicas del material.

Muestreo y selección de muestras

Los métodos estadísticos de control de calidad se usan en la industria desde 1940, y se van adaptando a los desarrollos de la estadística, los modelos de negocio y el desarrollo de las tecnologías. El muestreo lote a lote consiste en estimar la calidad de un lote a partir de la inspección de una muestra obtenida de él. El plan se define en función de la magnitud del lote y la calidad considerada. Los factores son el tamaño de la muestra, número de aceptación y rechazo y finalmente el método de muestreo (International Organization for Standardization [ISO], 2015).

Metodología

El presente trabajo se divide en general en tres ejes principales, el desarrollo de los procedimientos de homologación de proveedores y materias primas poliméricas recicladas y del procedimiento para el control de calidad e inspección de lotes de materias primas poliméricas recicladas y por último la caracterización de materia prima polimérica reciclada mediante la implementación del procedimiento de homologación desarrollado para diagnosticar proveedores; estos tres ejes se dividen a su vez en varias etapas y procedimientos explicados a continuación.

Desarrollo del Procedimiento para la homologación de proveedores y materias primas poliméricas recicladas usadas en Industrias ESTRA S.A.

El proceso de homologación se desarrolló mediante la selección de etapas y pruebas de desempeño para determinar los requerimientos que tendrá que cumplir la materia prima polimérica utilizada en su transformación en producto mediante el proceso de inyección. Lo anterior con un estudio previo de las propiedades que se deben considerar para la correcta caracterización tanto del polietileno de alta densidad reciclado (HDPE-R) como materia prima elegida y su aplicación en un producto en específico, las cajas industriales.

Etapas 1

La primera etapa se constituyó con la selección de una serie de pruebas denominadas preliminares para la evaluación de la materia prima *pelletizada* que garantizan su procesabilidad. Esta etapa se considerará exitosa, cuando las muestras evaluadas pasen satisfactoriamente las pruebas preliminares establecidas y se procederá a la segunda etapa de homologación.

Dentro de las pruebas preliminares se eligió hacer una evaluación del aspecto de la materia prima mediante una inspección visual, descartando que las muestras evaluadas estén exentas de defectos como aglomerados, decoloración, cabellos de ángel o colas, *clusters*, porosidad evidente,

y demás defectos descritos en la norma ASTM D7711-11, cuidando el correcto aspecto y uniformidad de los pellets.

Con la inspección visual también se descarta que la materia prima no contenga papel, cartón, vidrio, metales y otro tipo de contaminantes a simple vista; para evaluar la presencia de metales ferrosos se hicieron pasar las materias primas por trampas magnéticas observando los pellets retenidos en ella.

Para una evaluación del tamaño de partícula y su distribución se eligió una determinación de finos y gruesos donde se hacen pasar las muestras de materia prima por un arreglo de tamices basándose en la norma ASTM D1921-18.

Una vez evaluado lo anterior se incluyó el ensayo de índice de fluidez (MFI) para saber cómo se comporta el material reológicamente. El MFI que se obtiene mediante el ensayo descrito en la norma ASTM D1238-20; las materias primas evaluadas deben conservar un valor de índice de fluidez apto para su aplicación y procesabilidad según el rango usado en Industrias Estra S.A.; al mismo tiempo se incluyó una evaluación visual del extruido, teniendo en cuenta qué tanta porosidad, espumado y homogeneidad presenta el material, esto con el fin de determinar si el material necesita secado antes de pasar al proceso de inyección.

Para la densidad aparente se escogió el procedimiento descrito en la norma ASTM D1895-17. Esta densidad se evalúa como una medida del empaquetado de las partículas y un control secundario del tamaño de partícula, ya que la densidad aparente proporciona la masa por unidad de volumen de sólidos granulados. Este valor es una primera evaluación de bajo costo de un granulado para determinar la consistencia de un lote a otro.

En cuanto a la densidad del material, se seleccionó el procedimiento propuesto en la norma ASTM D792, dado que es de gran importancia tener control de esta, en el caso del HDPE, la

densidad proporciona otro mecanismo para controlar su comportamiento mecánico y relacionarla con el peso molecular los cuales cambian a lo largo de los ciclos de reproceso.

Etapa 2

En la segunda etapa se incluyó el control de las variables del proceso de inyección de la materia prima reciclada evaluada en la primera etapa, haciendo un análisis del cambio de la masa del producto, la presión, temperatura, tiempo y velocidad de inyección de la materia prima reciclada evaluada en la etapa 1, llevando seguimiento del lote, proveedor y referencia de la misma. Para el control de dichas variables se diseñó una ficha técnica de proceso, la cual se deberá dejar diligenciada en cada proceso de homologación (véase Anexo 1). Si las variables del proceso son ajustadas de manera satisfactoria sin afectar de manera significativa costos y gastos energéticos, se procede a la tercera etapa de homologación.

Etapa 3

La tercera etapa de este proceso de homologación se desarrolló eligiendo las pruebas para la determinación de los rangos de desempeño con las cajas plásticas o productos inyectados, la mayoría de las pruebas se extrajeron de la norma NTC 5944 donde se describen las especificaciones generales para evaluar propiedades mecánicas de cajas industriales reutilizables de materiales plásticos rígidos para distribución.

Para evaluar la resistencia al impacto se sigue la prueba de caída libre descrita en la norma NTC 5944, donde se deja caer a 2 metros de altura la caja a evaluar impactando como se ilustra en la Figura 3 secuencialmente. Luego de que se deje caer la caja por todos los puntos especificados, esta no debe mostrar cambio o daño visible como fisuras o muescas y no debe aceptarse ninguna deformación que reduzca la aptitud al uso de la caja.

Figura 3

Secuencia prueba de caída libre (NTC 5944).

	Vista longitudinal	Vista lateral
1 Impacto en toda la base de la caja		
2 Ejemplo: Impacto sobre la arista longitudinal inferior		
3 Ejemplo: Impacto sobre la arista lateral inferior		
4 Ejemplo: Impacto sobre una esquina inferior según la línea diagonal inferior de la base de la caja		

Nota. Tomado de Instituto Colombiano de Normas Técnicas [ICONTEC], 2012.

También se decidió aplicar la prueba de impacto en los puntos de inyección basada en la norma NTC 5610, la cual consiste en impactar la caja en los puntos de inyección con un proyectil; al finalizar el ensayo, los puntos de inyección deben soportar los impactos de 20 y 30 Joules sin agrietarse.

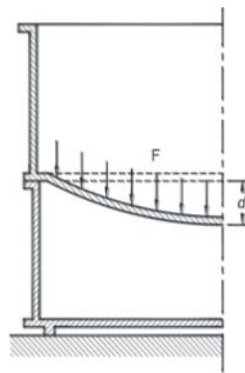
Para medir la estabilidad en la base se eligió la prueba de resistencia a la deflexión siguiendo el método de ensayo de la NTC 5944, donde se apilan dos cajas y se mide la deformación (d) de la

base de la caja que contiene la carga (F) como se muestra en la Figura 4, este ensayo consta de una serie de mediciones, la primera con un peso del 10 % de la carga de ensayo que corresponde a la carga de resistencia máxima o capacidad de carga dentro de la caja especificada en la ficha técnica del producto, esta carga se multiplica por un factor de seguridad de 1,5. La segunda medida se realiza con el 100% de carga de ensayo después de 96 horas, luego de este tiempo se retira la carga y se deja la caja en un tiempo de relajación de 24 horas, la última medición se hace con un 10 % de la carga de ensayo luego de la relajación. Todas las mediciones deben tomarse en el punto de deformación máxima de la base, es decir desde el fondo interno de la caja inferior hasta el fondo externo de la caja superior en la zona central de las mismas.

Según el ensayo de deflexión, la deformación bajo carga debe ser inferior al 12% (entre la primera y segunda medición) y del 5% (entre la primera y la tercera medición).

Figura 4

Esquema montaje de prueba de resistencia a la deflexión (NTC 5944).

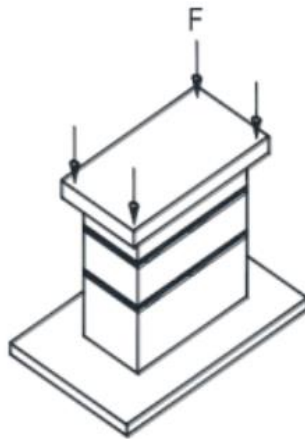


Nota. Tomado de ICONTEC, 2012.

Para evaluar la estabilidad de apilamiento se realizará la prueba de la resistencia a la compresión bajo el método de ensayo de la NTC 5944; este ensayo se realiza haciendo las mismas mediciones mencionadas anteriormente en la prueba de resistencia a la deflexión usando 3 cajas apiladas y situando la carga en la parte superior del arrume, como se muestra en la Figura 5. En lugar de usar la capacidad de carga se usa la capacidad de apilamiento también especificada en la ficha técnica; la reducción de la altura del apilamiento bajo carga debe ser inferior al 2% de la primera medición (tomada entre la primera y segunda medición) y la reducción residual de la altura del apilamiento bajo carga debe ser inferior al 1% de la primera medición (tomada entre la primera y tercera medición). Las mediciones deben realizarse en las 4 esquinas de las cajas apiladas, desde la parte superior del arrume hasta la superficie de apoyo de la caja inferior.

Figura 5

Esquema montaje de prueba de resistencia a la compresión (NTC 5944).



Nota. Tomado de ICONTEC, 2012.

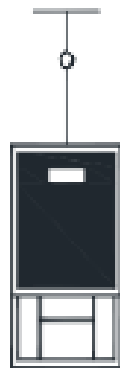
También se eligió una prueba de tensiones internas y externas para observar el comportamiento del HDPE-R inyectado en cajas acelerando su envejecimiento y tiempo de vida sumergiendo la caja en un tanque de agua y tensoactivo. La prueba basada en la norma ASTM

D1693-21, consiste en dejar la caja por 24 horas sumergida a 80 °C. Luego de este tiempo se retira la caja y se evalúa si se presentan fisuras o grietas visibles que afecten su aptitud al uso.

Por último, se incluyó una prueba de resistencia en la manija para evaluar el jalonamiento en apilamiento, práctica implementada en la industria para transportar las cajas de un lugar a otro apiladas. Tanto este ensayo como el de tensiones internas y externas se tomaron de las pruebas ya realizadas en Industrias Estra para control de calidad en cajas industriales. El ensayo de resistencia en la manija consiste en suspender a 40 cm del suelo, sujetando el gancho de la polea una de las manijas de la caja como se ilustra en la Figura 6 y adicionar un peso de 20 kg y dejarlo en reposo por 20 minutos, luego revisar el estado de la caja y de la manija, luego aumentar la carga progresivamente con 20 kg cada 20 minutos hasta completar 60 kg y revisar el estado de la caja y la manija nuevamente, con la carga de 60 kg dejar la caja en reposo durante 24 horas y verificar el estado final posterior a este tiempo. La manija no debe deformarse ni fallar bajo la carga y el tiempo estipulado.

Figura 6

Esquema montaje de prueba de resistencia en la manija.



Etapa 4

Como cuarta y última etapa del proceso de homologación se desarrolló una ficha técnica de las materias primas probadas por desempeño de producto en la etapa anterior (Anexo 2). La inclusión de la ficha técnica tiene como objetivo evaluar las propiedades mecánicas de dichas materias primas; en esta se deben consignar los resultados obtenidos en los ensayos de índice de fluidez y densidad establecidas en la etapa 1, de pruebas preliminares, conjunto con ensayos de tensión, resistencia al impacto; bajo las normas ASTM D638-14 e ISO 180: 2020 respectivamente.

Muestreo

Dentro del procedimiento de homologación se desarrolló un método de muestreo y selección de materia prima y cajas a evaluar, donde se aplicaron los lineamientos de un trabajo práctico de muestreo teniendo en cuenta los costos, tiempos y metodología de los ensayos descrito en las etapas 1, 3 y 4 del procedimiento de homologación. Para llevar una correcta trazabilidad del lote se seleccionaron tres parámetros de los cuales se deberá llevar registro en cada procedimiento de homologación; estos son, el número y proveedor de lote y referencia de la materia prima a evaluar.

Luego se hizo una selección de las pruebas que necesitaban muestreo por atributos y las que necesitaban muestreo por variables, para así determinar la cantidad y repetibilidad de cada una. Se determinó que la cantidad de materia prima a evaluar serían 5 muestras de 250 gramos para cada una de las pruebas preliminares descritas en la etapa 1 del procedimiento de homologación. También se concluyó que las cajas a seleccionar deberían ser las necesarias para darle una repetibilidad de mínimo 2 veces a cada ensayo especificado en la etapa 3 del procedimiento de homologación.

Desarrollo del procedimiento para el control de calidad e inspección de lotes de materias primas poliméricas recicladas usadas en Industrias ESTRA S.A.

En este eje del proyecto se desarrolló un documento adicional, con el fin de controlar las propiedades y requerimientos de la materia prima reciclada una vez ya se haya homologado con el procedimiento descrito anteriormente. Las etapas y ensayos de este documento están basadas en las desarrolladas previamente en el procedimiento de homologación, se escogieron entonces 3 etapas.

En la etapa 1, de pruebas preliminares, se eligió la inspección visual y la prueba de índice de fluidez, siguiendo las normas y procedimientos descritos en el documento de homologación. Para las etapas 2 y 3 no se realizaron cambios respecto al procedimiento de homologación, por lo que se siguen los mismos pasos y ensayos especificados anteriormente.

Caracterización de materia prima polimérica reciclada mediante la implementación del procedimiento de homologación desarrollado para diagnosticar proveedores

Para el diagnóstico de proveedores de las materias primas recicladas se compararon cuatro materias primas, HDPE original, HDPE-R rojo, HDPE-R marrón y HDPE-R gris de diferentes proveedores de materia prima reciclada en Industrias Estra. De las anteriores solo se le aplicó el procedimiento completo de homologación al color Rojo, esto con el fin de obtener un diagnóstico del funcionamiento del procedimiento de homologación desarrollado y de las materias primas recicladas evaluando las propiedades obtenidas en dicho proceso; para las demás materias primas recicladas se aplicaron las etapas 1 y 4 del procedimiento de homologación.

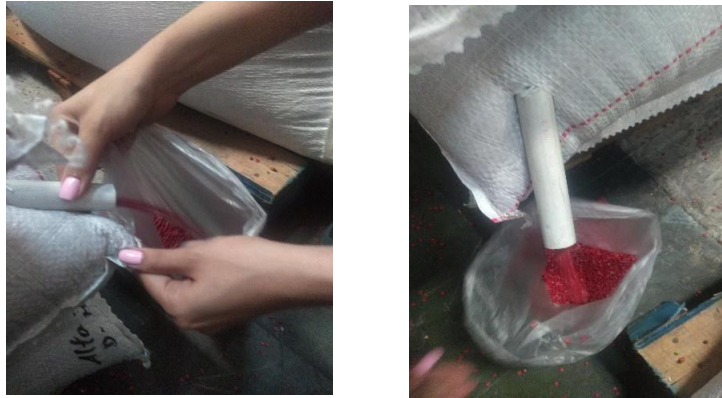
Etapas 1

En total se inspeccionaron 5 muestras de 250 gramos para cada una de las pruebas preliminares, usando un calador para perforar los sacos de materia prima como se observa en la

Figura 7, cuidando que las perforaciones se hicieran en diferentes partes de los sacos para asegurar la aleatoriedad de las muestras.

Figura 7

Recolección de las muestras de materia prima.



Una vez realizada la inspección visual de las materias primas recicladas, estas se hicieron pasar por la rampa magnética y por la trampa magnética como se muestra en la Figura 8 a) y Figura 8 b) respectivamente.

Figura 8

Determinación de ferrosos en a) rampa magnética y b) trampa magnética.



a)

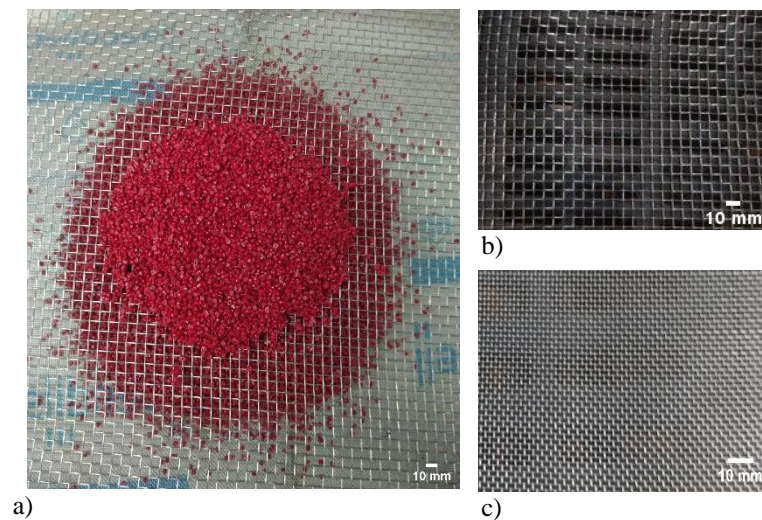


b)

Luego se procedió a evaluar la distribución de finos y gruesos haciendo pasar cada muestra por el arreglo de mallas número 5 y número 10, como se muestra en la Figura 9.

Figura 9

Prueba de determinación de finos y gruesos, a) montaje de tamices, b) malla número 5 y c) malla número 10.



El ensayo de MFI se realizó para todos los HDPE a 190 °C con una carga de 2.16 Kg, por cada muestra se realizaron 3 ensayos haciendo 5 cortes por intervalos de 60 segundos. En la Figura 10 se muestra el plástrometro con que hicieron las extrusiones.

Figura 10

Plástrometro usado en ensayo de MFI



La densidad aparente se determinó con la ayuda del aparato de Hall como se muestra en la secuencia de la Figura 11, y se usó el peso del cilindro de 181,9 gramos, junto con su volumen de 100 cm^3 para hallar la densidad de empaque de cada muestra analizada con la Ecuación (1)

$$\delta_{aparente} = \frac{w_{cilindro+muestra} - 181,90 \text{ g}}{100 \text{ cm}^3} \quad (1)$$

Figura 11

Procedimiento prueba de densidad aparente.



Para medir la densidad se usó un kit de densidades, donde se hicieron mediciones en seco y en húmedo de los pellets, tal como se muestra en la Figura 12 a) y 12 b) respectivamente. Como liquido de referencia se usaron 200 ml isopropanol con densidad de 0.79 g/cm^3 y se calcularon las densidades con la Ecuación 2.

$$\delta_{muestra} = \frac{w_{seco}}{w_{seco} - w_{humedo}} \times 0.79 \text{ g/cm}^3 \quad (2)$$

Figura 12

Procedimiento prueba de densidad a) peso en seco y b) peso en isopropanol.



a)

b)

Etapa 2

En cuanto al control de variables, como punto de inicio se tomaron las condiciones de proceso del HDPE original. Llevando un control de la dosificación, por medio del control de masa aleatoriamente como se ilustra en la Figura 13 a). Como se muestra en la Figura 13 b), también se llevó control de los tiempos, presiones y velocidades en cada etapa del proceso de inyección y se hizo la evaluación de las temperaturas a lo largo de las zonas del husillo y del molde.

Figura 13

Control de variables en proceso, a) masa, b) velocidad, presión y temperatura del husillo.



a)

b)

Etapa 3

Se seleccionaron en total 20 cajas para realizar las pruebas en producto del lote evaluado. Es decir, se realizó cada ensayo en producto de esta etapa por duplicado.

En la Figura 14 se muestra cómo se soltaron las cajas evaluadas desde dos metros de altura medidos desde el suelo hasta la parte inferior de la caja, siguiendo el orden y secuencia propuestas anteriormente.

Figura 14

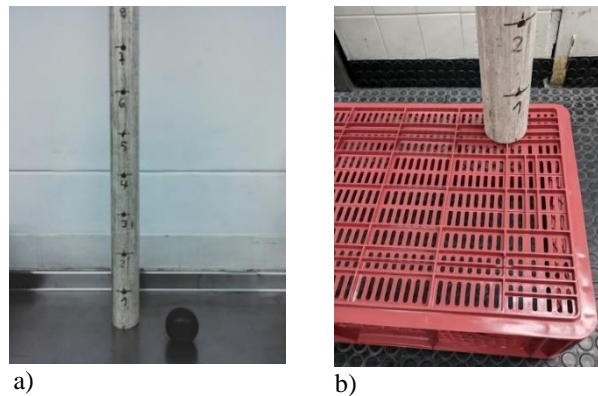
Secuencia de impacto en ensayo de caída libre, a) base, b) arista longitudinal inferior, c) arista lateral inferior y d) esquina inferior.



En el ensayo de impacto en puntos de inyección se usó una masa de 2 Kg a 1 metro y 1,5 metros de altura, para poder simular la energía de impacto de 20 y 30 Joules, como se muestra en la Figura 15.

Figura 15

Prueba de impacto en puntos de inyección, a) instrumentos y b) montaje.

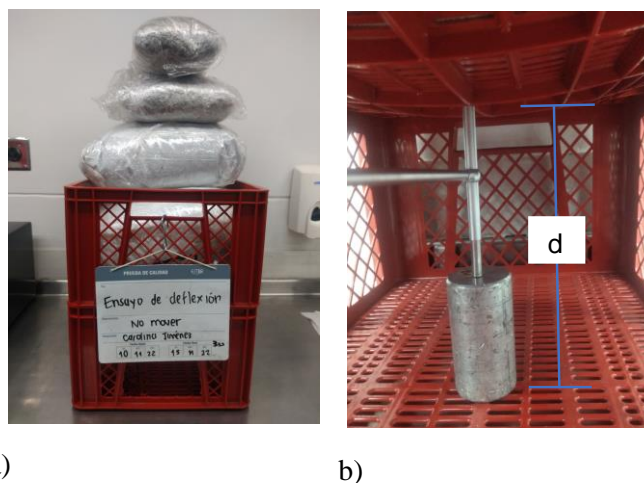


En la prueba de resistencia a la deflexión las cajas se cargaron con 37,5 Kg para el 100% de carga y 3,75 Kg para el 10%, como se muestra en la Figura 16. La deformación bajo carga se calculó con la Ecuación 3 entre M2 y M3 como medidas finales y M1 como medida inicial en ambos casos.

$$R = \frac{m_f - m_i}{m_i} \times 100 \quad (3)$$

Figura 16

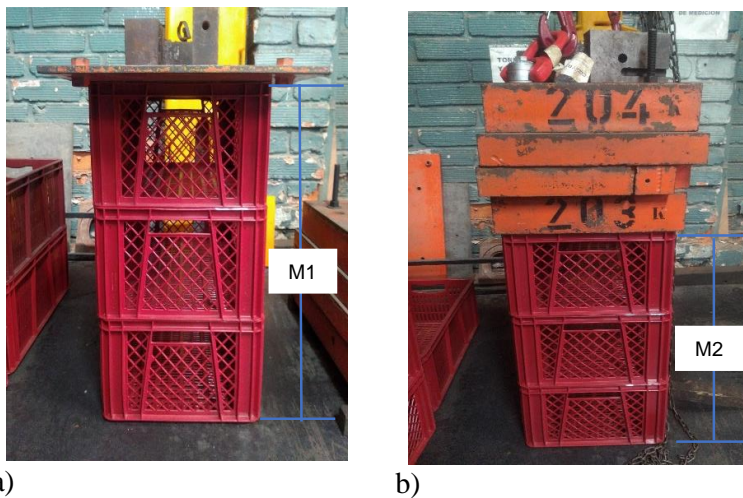
Prueba de resistencia a la deflexión, a) montaje con 100% de carga de ensayo y b) toma de la distancia (d).



Para la prueba de resistencia a la compresión se aplicaron 745 Kg y 7,45 Kg para el 100% y 10% de carga respectivamente como se muestra en la Figura 17. La reducción residual de la altura del apilamiento se calculó de nuevo con la Ecuación 3.

Figura 17

Prueba de resistencia a la compresión a) montaje con 10 % de carga de ensayo y b) montaje con 100% de carga de ensayo.



En la Figura 18 se muestra el montaje para la prueba de tensiones internas y externas donde se sumergieron las cajas en el tanque de calentamiento lleno al 80 % de su capacidad con agua y 250 gramos de tensoactivo a 80 °C por un tiempo de 24 horas.

Figura 18

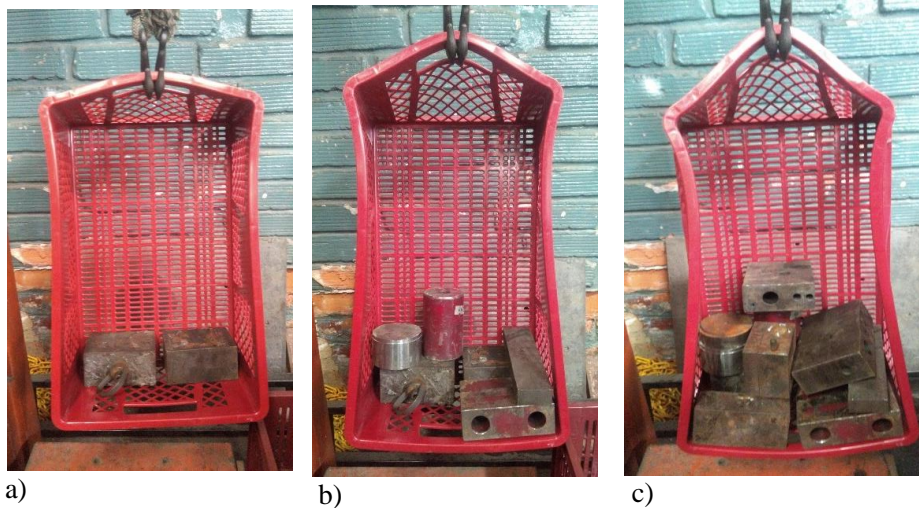
Prueba de tensiones internas y externas.



En la Figura 19 a), b) y c) se muestra el montaje para la prueba de resistencia en la manija con 20 Kg, 40 Kg y 60 Kg respectivamente, dejando transcurrir los 20 minutos entre cada peso como se especificó anteriormente. La Figura 19 c), se muestra la caja con el 100% de carga sin transcurrir las 24 horas del ensayo.

Figura 19

Prueba de resistencia en la manija con cargas de a) 20 Kg, b) 40 Kg y c) 60 Kg.

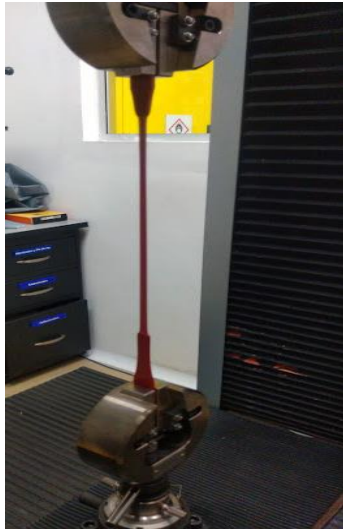


Etapa 4

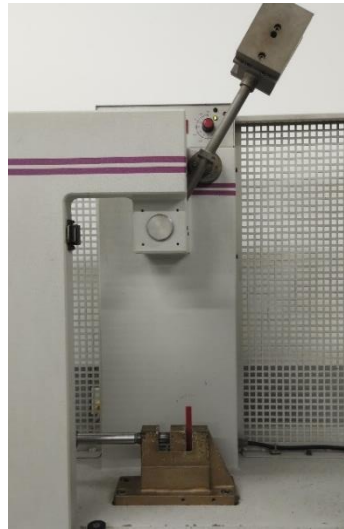
Para la realización de la ficha técnica se tomaron los datos de MFI y densidad hallados en la etapa 1 del procedimiento de homologación y se procedió a encontrar los valores de resistencia a la tensión y resistencia al impacto como se muestra en la Figura 20 a) y Figura 20 b), respectivamente.

Figura 20

Montajes para pruebas de a) tensión y b) impacto Izod.



a)



b)

Resultados y Análisis

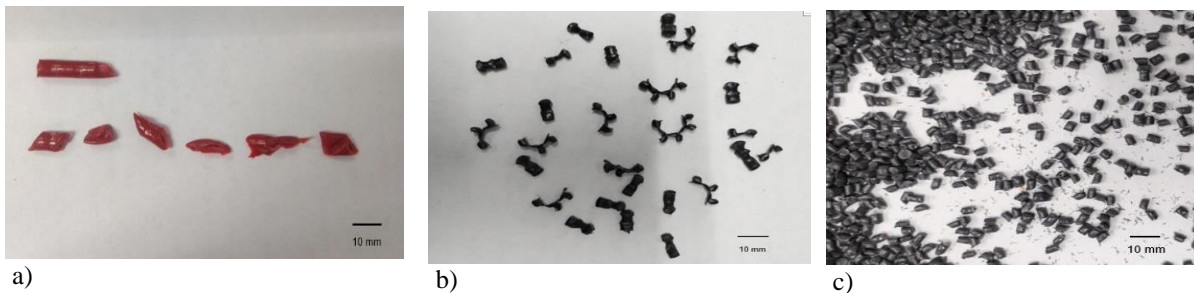
Caracterización de materia prima polimérica reciclada mediante la implementación del procedimiento de homologación desarrollado para diagnosticar proveedores

Etapa 1. Evaluación de materias primas

Inspección visual. Al evaluar las materias primas recicladas bajo la norma ASTM D7711-11 que clasifica los defectos de los pellets en subcategorías de color, contaminantes, tamaños, forma, e integridad, se encontraron defectos relacionados a la forma y tamaño en dos de los tres polietilenos reciclados inspeccionados. Para el HDPE-R rojo se evidenciaron pellets no uniformes y ligeramente más largos, producto de las fallas en el corte durante el proceso de *pelletizado* como se muestra en la Figura 21 a) y para el HDPE-R gris, se encontraron las denominadas daisy chains, que son pellets unidos en forma de cadeneta y partículas muy finas del mismo polímero como se evidencia en las Figuras 21 b) y 21 c).

Figura 21

Defectos de pelletizados evaluados a) no uniformidad y variación en longitud, b) daisy chains y c) partículas finas.



Sin embargo, estos defectos no llevaron a la no conformidad dado que no se encontraron en grandes cantidades y de manera general para el HDPE-R rojo, marrón y gris se observó uniformidad en el tamaño de los pellets como se evidencia en las Figuras 22 a), 22 c) y 22 d) respectivamente; a simple vista los *pelletizados* no presentaban inclusiones metálicas, poliméricas

y conservan un color adecuado sin decoloraciones ni vetas de otros pigmentos, además tampoco presentan porosidad ni grietas visibles.

Figura 22

Pelletizados a) HDPE-R rojo, b) HDPE-R marrón y c) HDPE-R gris.



Luego de evaluar el *pelletizado*, se pudo verificar que las muestras no contenían contaminantes visibles, como papel, metales o vidrio, por lo que las tres materias primas pasan la prueba de inspección visual.

En las trampas magnéticas, de las cuatro materias primas evaluadas solo se encontró un pellet retenido en la muestra 10 del HDPE-R rojo, como se evidencia en la Figura 23. Al no tener pellets magnéticos, las demás materias primas recicladas se pasaron como conformes y a pesar de presentar magnetismo el HDPE-R rojo se calificó como conforme ya que no representó una cantidad crítica o representativa de materia prima contaminada. Lo anterior comprueba la importancia de hacer pasar los *pelletizados* por algún tipo de detector magnético, ya que durante los ciclos de reproceso las partículas contaminantes se mezclan con el material fundido y se camuflan en los pellets obtenidos.

Figura 23

Prueba de magnetismo en muestra 10 HDPE-R rojo.



Índice de fluidez y apariencia del extruido. Los valores de índice de fluidez para las materias primas evaluadas se consignan en la Tabla 1, donde se aprecia una disminución en el MFI de los HDPE reciclados, mostrando mucha más resistencia a fluir en comparación con el HDPE original.

Tabla 1

Índice de fluidez para HDPE Original, Reciclado rojo, Reciclado marrón y Reciclado gris.

	Índice de fluidez (g/10 min)	Desviación estándar
HDPE original	5,20	0,01
HDPE Marrón reciclado	3,37	0,06
HDPE Rojo reciclado	3,28	0,29
HDPE Gris reciclado	1,92	0,04

Nota. Los datos de la Tabla 1 corresponden a los MFI de todos los polietilenos evaluados junto con sus desviaciones estándar. Cada valor de MFI es el promedio de 3 ensayos realizados por muestra, para un total de 75 cortes por cada HDPE.

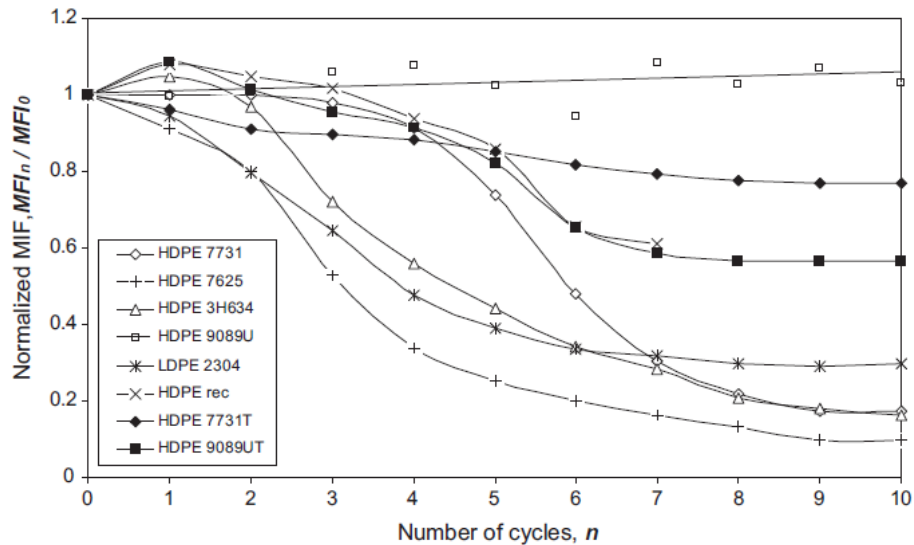
La medida del MFI es un buen método para estudiar los efectos del reproceso en un material, dado que nos muestra el comportamiento de la viscosidad del material y esta a su vez es un indicador de los cambios en el peso molecular de los polímeros. Es decir que, la disminución del índice de fluidez en el reproceso específicamente del HDPE indican que la viscosidad y el peso molecular aumentan (Cruz et al., 2003), dado que una alta velocidad de flujo del material fundido refleja un bajo peso molecular promedio, mientras que las bajas velocidades de flujo se asocian con pesos moleculares promedio más altos (Mendes et al., 2011). A pesar de lo anterior, los valores de MFI pueden variar en gran medida de un material a otro, por lo que los MFI encontrados de los HDPE reciclados, no son comparables con rangos del HDPE original.

En el estudio de Mendes et al. (2011), se mostró que, a diferencia de otras poliolefinas, los polietilenos en lugar de disminuir su viscosidad la incrementan con el reproceso tal como se muestra en la Figura 24, esto debido al mecanismo de entrecruzamiento de las cadenas poliméricas presente en el proceso de degradación en el que se forman microgeles que inhiben el flujo de material por el cilindro de extrusión del plástrometro y esto resulta en la disminución del MFI.

Como se mencionó anteriormente, los dos mecanismos de degradación, tanto la reticulación como la escisión de cadenas, están en constante competencia desde que se inicia el reproceso del HDPE, la reticulación trae consigo un incremento en la viscosidad que es compensada por la disminución en la viscosidad causada por la escisión de las cadenas dado a la formación de material de bajo peso molecular (Dostál et al. 2008).

Figura 24

Comportamiento del Índice de fluidez para HDPE reciclados y originales.



Nota. Las curvas representadas en la Figura 24 relacionan el comportamiento del MFI de varios polietilenos tanto originales como reciclados tras ser procesados en varios ciclos de extrusión. Tomado de Mendes et al., 2011.

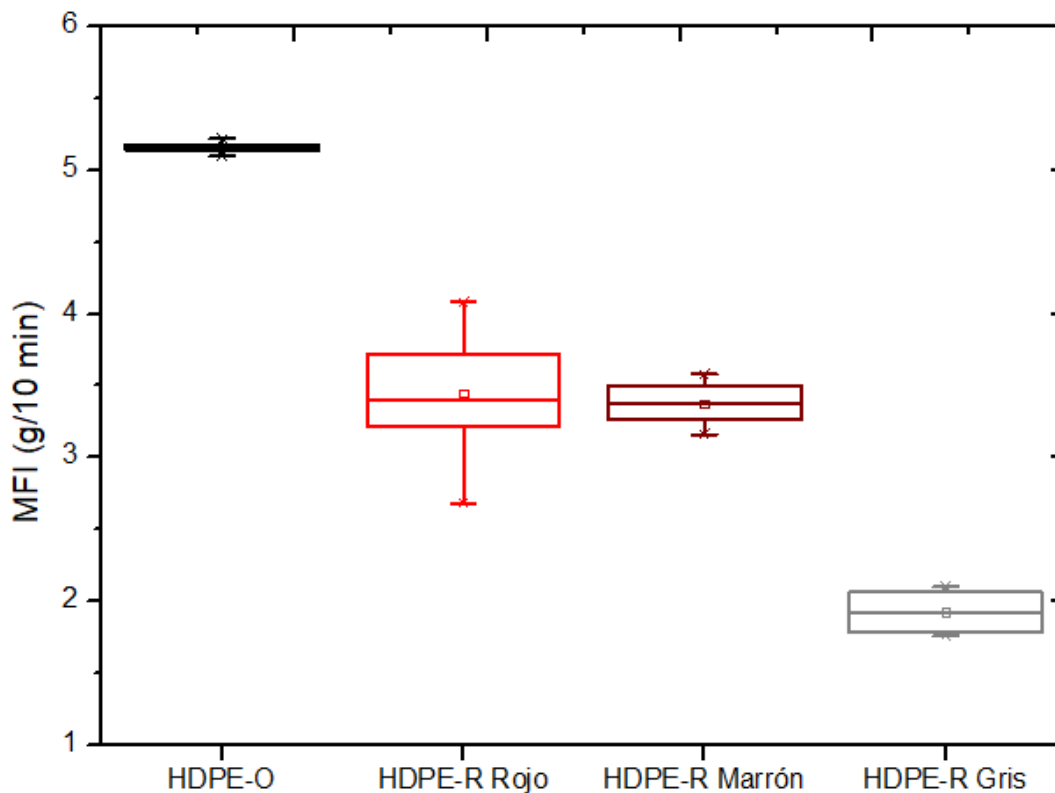
En todos los polímeros está bien establecida la relación entre un mayor peso molecular y un mejor rendimiento (Sepe, 2020). Al aumentar el peso molecular hasta cierto “punto” las propiedades mecánicas mejoran. Pesos moleculares inferiores a dicho punto suelen no ser tan útiles. Rebasado este punto, la resistencia mecánica suele seguir mejorando, pero ya más gradualmente, a medida que aumenta el peso molecular (Roca, 2005).

Con el reproceso la estructura del HDPE también puede cambiar, las ramificaciones disminuyen la viscosidad, es decir entre más linealidad haya en las cadenas del polietileno habrá mayor densidad y peso molecular que se traducirá en mejores propiedades. Cabe aclarar que la densidad y el peso molecular no son propiedades dependientes la una de la otra.

En la Figura 25 se observan las distribuciones de los datos de los ensayos de MFI para cada uno de los polímeros analizados. Como era de esperarse, el HDPE que menos tuvo variación en las mediciones fue el original, mostrando una desviación estándar de 0,01; los HDPE-R marrón y gris, obtuvieron desviaciones estándar de 0,04 y 0,06 respectivamente y el HDPE tuvo por su lado la mayor desviación estándar de 0,29, mostrando la mayor dispersión en las mediciones, por lo que se puede de decir que este último fue el que mostró menor uniformidad y mayor dispersión de MFI.

Figura 25

Valores de MFI para HDPE Original, Reciclado rojo, Reciclado marrón y Reciclado gris.



Nota. Los datos de la Figura 25 corresponden a los MFI de todos los polietilenos evaluados junto con sus desviaciones estándar. Cada valor de MFI es el promedio de 3 ensayos realizados por muestra, para un total de 75 cortes por cada HDPE.

En cuanto a la apariencia del extruido, como se muestra en la Figura 26, no se encontró algún defecto aparente de espumado, o porosidad, por lo que se descarta el secado de alguno de estas materias primas, a pesar de que el polietileno de alta densidad no es un polímero higroscópico, es decir que no absorbe humedad del ambiente, en el proceso de reciclado mecánico pueden haber mezclas de poliolefinas con aditivos que aporten humedad interna, además de los lavados por los que pasa la materia prima en su reprocesamiento que podrían aportar humedad superficial a los *pelletizados*.

Figura 26

Extruidos para a) HDPE Reciclado rojo, b) Reciclado marrón y c) Reciclado gris.



Determinación de finos y gruesos. Los tamaños de partícula requeridos para una correcta procesabilidad son los correspondientes a pasante malla 5 y retenido malla 10 ($9 \text{ mm} \geq \chi \geq 1 \text{ mm}$) y la distribución del tamaño de partícula del *pelletizado* o en escamas no debe ser muy amplia, para evitar aglomeraciones y taponamientos por presencia de finos o partículas de tamaño mayor al requerido. La materia prima evaluada mostró estar dentro del rango establecido, lo que asegura un buen desempeño en su procesamiento ya que incluso los defectos encontrados en la inspección visual pasan sin problema por el tamiz malla 5 como se evidencia en la Figura 27.

Figura 27

Separación de finos y gruesos para HDPE Reciclado Rojo, a) pasante malla número 5 y b) retenido malla número 10.



a)




b)

El tamaño de partícula es de especial cuidado en la inyección de poliolefinas dado que *pellets* muy pequeños, material muy fino o en polvo, son las causas principales de material pre-degradado, fallas estéticas como los ojos de pescado. Los pellets demasiado grandes pueden presentar variación en la viscosidad, así como una modificación de la velocidad de cristalización y un agrietamiento por tensiones externas o ambientales, por lo que siempre se buscan *pellets* que sean homogéneos en forma y tamaño, para que fundan uniformemente a la temperatura adecuada y con eso se obtenga un producto y proceso más uniforme (Méndez, 2019).

Prueba de densidad aparente. Para su correcta procesabilidad los pellets reciclados deben conservar una densidad aparente de $0.44-0.55 \text{ g/cm}^3$ según su geometría como se muestra en la Figura 28. La densidad aparente es una medida indirecta del tamaño de partícula, por lo que todas las partículas analizadas deben pasar por el diámetro inferior del aparato de Hall (9,5 mm).

Figura 28

Geometrías y tamaños de pellets con sus densidades aparentes.



Geometría de los pellets	Densidad aparente (g/cm ³)
Escamas	0,55
Gránulo cúbico	0,44
Gránulo cilíndrico	0,50
Gránulo esférico	0,55

Nota. Tomado de Estrada, 2022.

Los *pelletizados* evaluados se conservan dentro de los rangos establecidos, como se puede ver en la Tabla 2; los *pellets* que muestran una menor densidad de empaquetado son los del HDPE-R gris, esto se debe a que en general el *pelletizado* mostró un menor tamaño y una mayor dispersión de tamaño de partícula, comparado con el HDPE-O, el HDPE-R marrón y el HDPE-R rojo. A su vez el HDPE-R gris tuvo la mayor desviación entre los valores de densidad aparente encontrados para las 5 muestras de cada HDPE analizado, en este factor influyen los defectos de tamaño y forma descritos en el análisis de inspección visual (*daisy chains* y partículas muy finas), que hacen que haya una mayor distribución en los tamaños de partícula. Una baja densidad aparente puede ser una indicación de partículas grandes y una alta densidad aparente puede ser una indicación de partículas finas.

Tabla 2

Datos de densidad aparente para HDPE Original, Reciclado Rojo, Reciclado Marrón y Reciclado Gris.

	HDPE-O	HDPE-R Rojo	HDPE-R Marrón	HDPE-R Gris
Densidad aparente (g/cm ³)	0,60	0,55	0,56	0,54
Desviación estándar	0,002	0,004	0,002	0,006

Nota. Los datos reportados corresponden a los promedios de las densidades aparentes de 5 mediciones para las 5 muestras de cada polímero.

La densidad aparente se usa entonces, para saber cuánto material puede caber en un silo de secado o tolva de alimentación, ya que nos indica el peso de material que se puede empacar por unidad de volumen, en ese orden de ideas, la forma y el tamaño de las partículas influyen directamente en el empaque y el espacio de vacíos entre las partículas, por lo que es un control indirecto de la geometría y dimensión de los pellets. Lo anterior nos da un diagnóstico de la consistencia de las materias primas evaluadas.

Prueba de Densidad. De las densidades evaluadas se puede ver en la Tabla 3 el decrecimiento para los polímeros reciclados comparándolo con el valor de densidad del polietileno original, esto debido a la degradación a la que han estado expuestos.

El polietileno es el único polímero clasificado por su densidad, ya que para otros polímeros se tiene una densidad constante. El polietileno, sin embargo, se puede fabricar en una amplia gama de densidades que se relacionan con un mayor o menor grado de ramificaciones y con sus diferentes longitudes, por lo que las pequeñas diferencias en la densidad pueden tener un efecto importante en las propiedades de rendimiento del polietileno (Sepe, 2020).

Tabla 3

Datos de densidad para HDPE Original, Reciclado Rojo, Reciclado Marrón y Reciclado Gris.

	HDPE-O	HDPE-R Rojo	HDPE-R Marrón	HDPE-R Gris
Densidad (g/cm ³)	0,960	0,946	0,953	0,923
Desviación estándar	0,002	0,002	0,002	0,030

Nota. Los datos reportados corresponden a los promedios de las densidades aparentes de 5 mediciones para las 5 muestras de cada polímero.

Se pudo evidenciar que para el HDPE-R gris el valor densidad calculado no alcanza los rangos establecidos para el polietileno de alta densidad, si no para polietilenos de baja densidad, esto error pudo haberse dado porque en la fabricación de los pellets se genera contracción o “rechupe” y no se obtiene una partícula totalmente llena en su interior, generando una medición incorrecta de la densidad, sin embargo no se descarta la disminución en la densidad de este polietileno en específico dado a los resultados obtenidos con el MFI y más adelante con la resistencia a la tensión e impacto A pesar de su baja densidad se determinó que el HDPE-R gris sería apto para homologación, dada su densidad aparente y demás pruebas preliminares aplicadas.

Un empaquetamiento mayor favorece el acercamiento y el ordenamiento de las cadenas poliméricas, lo que hace al material más cristalino y por lo tanto más denso, lo que se traduce en un polímero más fuerte, más rígido y resistente a la fluencia. También se espera que sea menos dúctil y más susceptible al agrietamiento por esfuerzo, especialmente a bajas temperaturas. La rigidez, dureza y resistencia a la tensión del polietileno de alta densidad se incrementa con la densidad, ya que si esta aumenta es un indicador de que el material es más cristalino, y por lo tanto será más resistente ante la misma magnitud de fuerza aplicada que un espécimen de menor densidad (Roca, 2005).

La densidad depende también de las ramificaciones ya que es una función de la forma de las cadenas poliméricas, no de su longitud; un incremento en las ramificaciones resulta en un volumen libre más amplio y reduce la densidad de empaque, esto produce una disminución en la temperatura de transición vítrea y de fusión, pero incrementa la tenacidad y la flexión. El polietileno de alta densidad se compone de cadenas que son relativamente lineales y contienen pocas ramificaciones. Estas cadenas pueden juntarse, creando fuerzas atractivas más fuertes entre las cadenas que resultan en una mayor resistencia, rigidez y resistencia al calor. Los grados de PE de menor densidad contienen un mayor número de ramificaciones (Sepe, 2020).

En polímeros semi-cristalinos, la escisión de cadenas se produce en la zona amorfa, lo que conduce a una reestructuración del material, con aumento de la fase cristalina, pero esto se atenúa con la aparición del entrecruzamiento que contrarresta el aumento de la cristalinidad y la inhibe por la formación de retículos.

El peso molecular se refiere al tamaño de las cadenas de polímeros individuales, la densidad se refiere al espaciado entre esas cadenas. Por lo tanto, estas dos propiedades se pueden variar de forma independiente. Los grados de material pueden tener el mismo peso molecular promedio pero diferentes densidades y dos grados de material con la misma densidad pueden tener diferentes pesos moleculares promedio. Esto significa que las propiedades de los PE se pueden ajustar cambiando el peso molecular o alterando la densidad. Esto aumenta las posibles combinaciones de propiedades (Sepe, 2020).

Lo anterior se demostró con El HDPE-R gris dado que fue el que menos densidad obtuvo, cuando se esperaba que al tener un mayor peso molecular tuviese una mayor densidad, pero esto se puede explicar por la pérdida de cristalinidad debido las reticulaciones. Un comportamiento

similar se observó en el estudio de Mendes et al. (2011), donde la densidad disminuía cuando aumentaban los ciclos de reproceso, como posible consecuencia de la reducción en el grado de cristalinidad del polímero.

Etapa 2. Evaluación de variables en el proceso de inyección.

Al llevar un control de la dosificación, las temperaturas de las zonas del husillo, la temperatura del molde, y los tiempos y presiones del proceso, se encontró que no hubo una gran variación en estas frente a las cajas hechas con HDPE-O, esto se da por la robustez del proceso de inyección, ya que a pesar de que se tenía un índice de fluidez más bajo y una menor densidad para el HDPE-R rojo, no afectaron en gran medida las condiciones de proceso.

Lo que se quiere con el control de estas variables es establecer correlaciones entre las propiedades mecánicas de los polímeros y los cambios estructurales que prevalecen durante las condiciones de reproceso usadas. La reproducibilidad y el control de las condiciones de operación son requerimientos necesarios para garantizar que la variación de las propiedades del polímero en los ciclos de reproceso, en este caso del moldeo por inyección reflejen realmente los cambios estructurales en el polímero y el efecto de las condiciones de reproceso (Mendes et al., 2011).

Consecuencialmente las propiedades controladas van a depender de todos los factores que determinan los mecanismos de degradación, es decir el tipo y grados de ramificaciones, las condiciones de procesamiento, los residuos de polimerización y de estabilizadores presentes. Esto quiere decir que es prácticamente imposible derivar un principio o comportamiento general relacionados con las propiedades del polietileno reciclado, en lugar de eso se deben analizar los cambios en la estructura y establecer correlaciones de las propiedades encontradas en cada situación (Mendes et al., 2011).

Una de las variables de proceso que se puede correlacionar con el MFI de los polímeros es la presión de cavidad máxima del molde, como lo hicieron Mendes et al. (2011), donde se mostró que la presión decrecía con el incremento en el MFI, es decir con la disminución de la viscosidad. También la masa es importante para poder calcular el tamaño de disparo ya que un aumento en la densidad significa mayor gasto de materia prima.

Otro factor para tener en cuenta cuando se trabaja con materias primas recicladas es el color del producto final, ya que debido a la degradación no se tienen colores brillantes, si no un poco más opacos, dado que este es uno de los factores que más se afecta desde el primer ciclo de procesamiento como se ilustra en la Figura 29, que muestra el HDPE-O después de varios ciclos de reprocesamiento. En el caso del HDPE-R los masters batch que se agregan para pigmentarlos no logran hacerlos lo suficientemente brillantes como si se tratara de materias primas originales.

Figura 29

HDPE original, a) 1 ciclo de procesamiento, b) 2 ciclos de reprocesamiento, c) 5 ciclos de reprocesamiento.



Nota. El HDPE-O se hizo pasar por varios ciclos de procesamiento, donde se volvía a usar el extruido obtenido del ensayo inmediatamente anterior cortándolo en pedazos pequeños para simular un *pelletizado*.

Para un correcto procesamiento y la consecución de buenas propiedades mecánicas, Roca (2005) propone en su estudio realizar un enfriamiento lento en el proceso final de transformación

de los productos hechos de polietileno de alta densidad para obtener productos con mejores propiedades ópticas y más cristalinos.

Etapa 3. Evaluación de propiedades en producto

Ensayo de caída libre. Las cajas evidenciaron deformación permanente en los puntos impactados, sin embargo, no se presentaron agrietamientos ni fracturas en ninguno de ellos. La parte más afectada fue la esquina inferior, las demás se afectaron mínimamente por el impacto al que fueron sometidas, como se muestra en la Figura 30. Esto se debe a la geometría de la punta y la velocidad a la que se impacta, ya que a pesar de la buena resistencia del HDPE este presentará este comportamiento ya sea como materia prima virgen o reciclada.

Figura 30

Caja impactada en ensayo de caída libre, a) base, b) arista longitudinal inferior, c) arista lateral inferior y d) esquina inferior.



a)



b)



c)



d)

El polietileno de alta densidad es muy tenaz, de esta manera demuestra alta resistencia a los impactos aun a bajas temperaturas, pues es capaz de absorber parte de la energía proveniente de los impactos mediante deformaciones. Esto lo logra gracias a las zonas amorfas del polímero ya que dichas deformaciones se traducen en cambio de conformación del material (Roca, 2005).

En ensayos mecánicos tanto de productos como de materias primas se busca hacer una evaluación de las propiedades de los materiales tratando de reproducir las condiciones de uso a las que se someten, por lo que en este ensayo se impactaron las cajas en las partes críticas donde estas pudiesen fallar y aunque presentaron daños superficiales no hubo daños que afectaron la aptitud al uso de estas, por lo que fueron piezas conformes.

Ensayo de impacto en puntos de inyección. De nuevo luego de impactar cada caja con el proyectil en los puntos de inyección no hubo fractura ni agrietamiento y a pesar de que se presentó deflexión el fondo de una de las cajas por el impacto como se muestra en la Figura 31, la deflexión no se consideró como no conformidad, dado que la naturaleza del HDPE es presentar leves deformaciones al ser impactado a altas velocidades sin fracturar exhibiendo su tenacidad característica.

Figura 31

Caja impactada con 20 y 30 Joules secuencialmente.

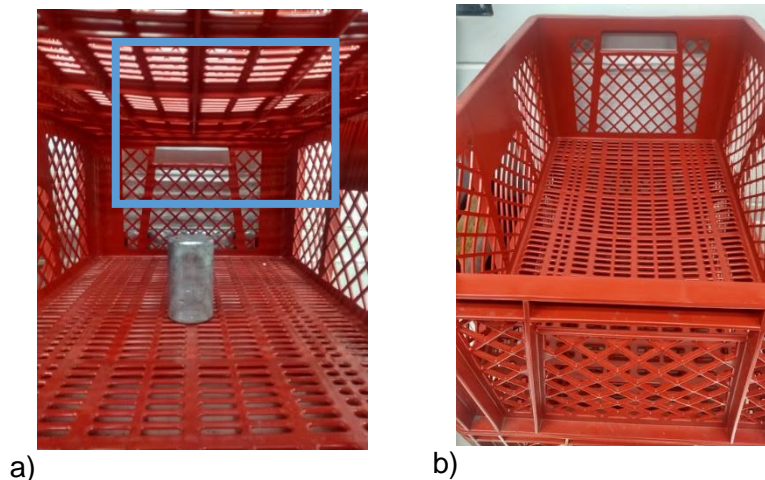


Este ensayo se realiza en los puntos de inyección ya que es un punto crítico de la geometría de la caja donde se pueden concentrar esfuerzos que resulten en fallas mecánicas a pesar de las propiedades que otorga el HDPE junto con la geometría del producto final. Se pudo inferir entonces, que las cajas cumplieron con los requisitos de conformidad del ensayo.

Ensayo de resistencia a la deflexión. En la Figura 32 se muestra la base de una de las cajas ensayadas, donde se evidencia una deformación en forma de pandeo, esto debido al fenómeno de *creep* o cedencia que se puede dar por la inestabilidad morfológica desarrollada luego de los ciclos de reprocesamiento que puede manifestarse de distintas maneras: en forma de fenómenos de fluencia, relajación de esfuerzos, formación de grietas, fractura frágil entre otros.

Figura 32

Deformación en la base de la caja transcurrido el ensayo de resistencia a la deflexión.



A pesar de que la fluencia es un fenómeno indeseado ya que trae con él la deformación de la forma original de un artículo y su funcionamiento, en este caso el pandeo generado como consecuencia de este fenómeno no se considera como una no conformidad ya que el cálculo de la deformación bajo carga entre M1 y M2 fue de un 9,73% para la primera caja y un 9,66% para la segunda; en cuanto a los porcentajes de deformación entre M1 y M3 se obtuvo 3,27% y 3,42% para

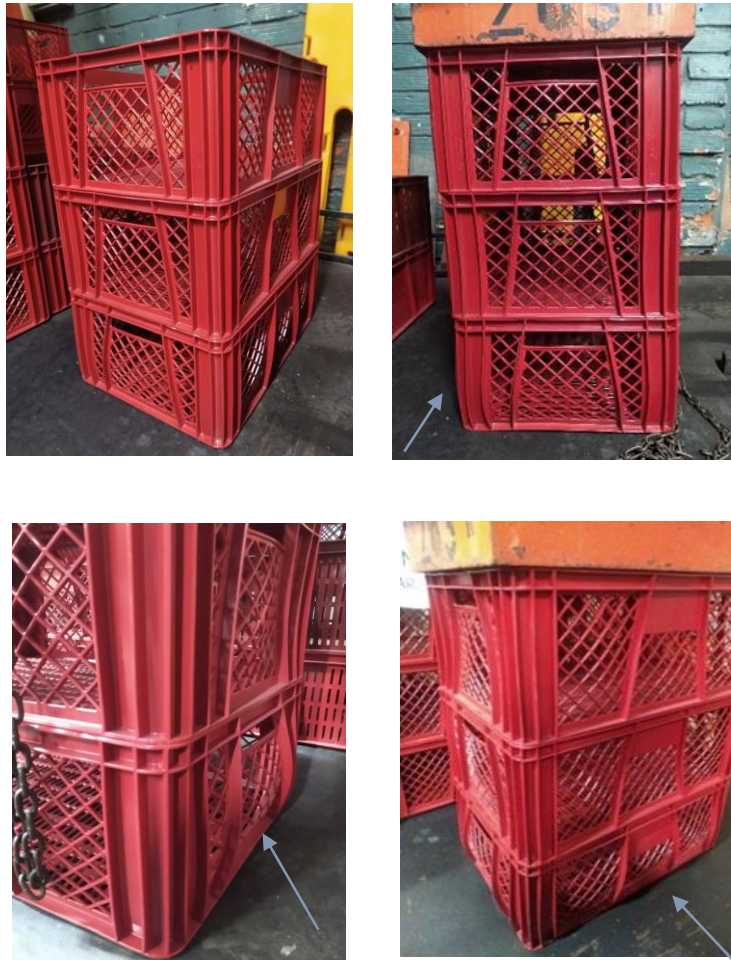
la primera y segunda caja respectivamente. Lo anterior indica que todos los porcentajes se mantuvieron dentro de los porcentajes de deformación permitidos.

Ensayo de apilamiento. La reducción residual de la altura del apilamiento dio un porcentaje de 1,89 entre M1 y M2 y de 0,38% entre M1 y M3 para el primer arreglo de cajas; para el segundo arreglo se obtuvo entre M1 y M2 un valor de 1,86% y 0,41% entre M1 y M3. Lo que quiere decir que la resistencia a la compresión que se tiene en los HDPE-O se conserva y a reducción residual de la altura se conserva entre valores permitidos para su conformidad.

Por lo general la resistencia a la compresión de los polímeros termoplásticos es mucho mayor que la resistencia a la tensión, sin embargo hay otros factores que influyen en dicha resistencia, como la geometría del producto inyectado, la carga soportada y como se aplica, en este caso se garantiza que la fuerza este distribuida uniformemente, y que la carga sea la adecuada, sin embargo es de esperarse que las paredes se flexionen como se muestra en la Figura 33, donde se ve que la caja más afectada es la primera en el apilado, y que la parte de la caja que más se deforma son las paredes dado a que tienen poco espesor y no son llenas sino con espaciado rómbico, lo que otorga menos rigidez a esta parte.

Figura 33

Deformación de las cajas transcurrido el ensayo de apilamiento.



El comportamiento a compresión del HDPE, a grandes rasgos es muy similar al comportamiento que se tiene a tracción, es decir también se da una deformación plástica por la compresión a la que se someten las cajas reduciendo la altura, pero gran parte de la deformación es elástica ya que al retirar la carga y dejar en reposo las cajas estas recuperan parte de su altura inicial.

Ensayo de tensiones internas y externas. Como se muestra en la Figura 34, se evidenciaron grietas luego someter las cajas a 24 horas de inmersión, ya que el efecto del

tensoactivo, en este caso del detergente es acelerar el envejecimiento y aparición de grietas. Sin embargo, se le dio conformidad a las grietas que se evidenciaron, dado que estas no afectaban la funcionalidad de las cajas.

La aparición de dichas grietas se puede explicar por la interacción del tensoactivo con la estructura de HDPE ya que este actúa como agente lubricante, produciendo un hinchamiento de la región amorfa y de este modo se favorecen los procesos de desenmarañamiento que dan lugar a la formación de la fisura y posterior grieta. Tras un cierto tiempo la mayor parte de las moléculas enlazantes se habrán desenredado, no pudiendo el resto del material soportar la tensión aplicada, produciéndose el fallo frágil del material (Domínguez, 2009).

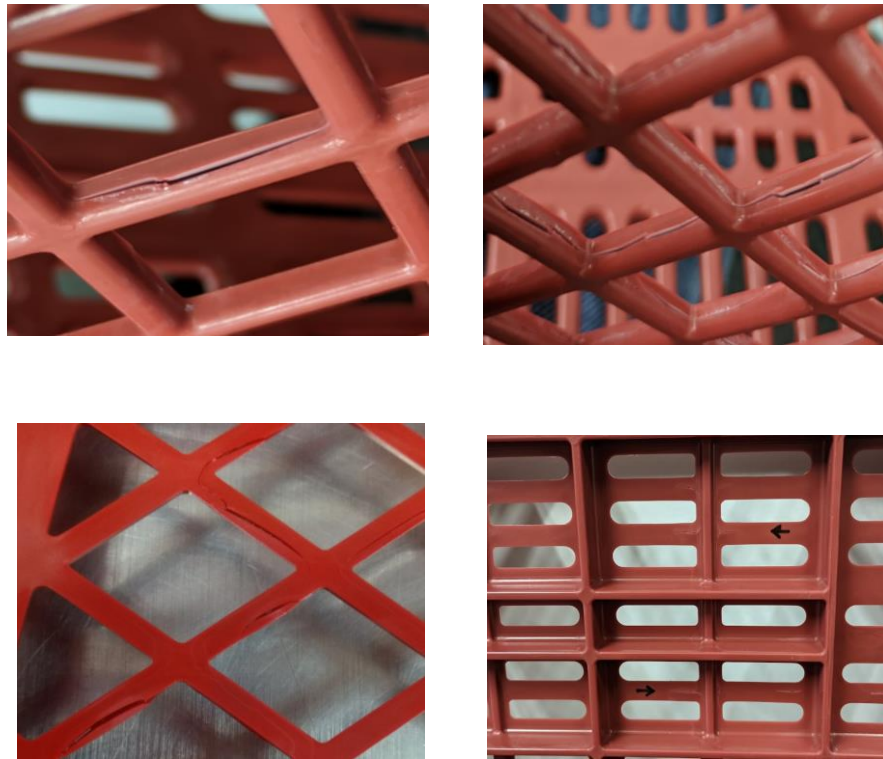
Las tensiones internas del material también tienen una relación directa con la densidad del polímero, ya que a medida que esta aumenta, el contenido amorfo en el material disminuye y por consecuencia la rigidez, pero se reduce la tenacidad; el agrietamiento se da entonces por una tensión interna y no por causa de las tensiones mecánicas a las que se somete el material. Además, el polietileno es más susceptible al agrietamiento a medida que aumenta la densidad ya que a densidades más bajas, las zonas no cristalizadas pueden absorber y administrar la energía asociada con el aumento de los niveles de tensión y resultar en el agrietamiento en el material (Sepe, 2020).

Environmental Stress Cracking (ESC) es un mecanismo de fractura de los polímeros en el cual se va dando agrietamiento de los productos tras pasar un periodo de tiempo. Se descubrió que el proceso de agrietamiento podría acelerarse al exponer el montaje a ciertos tipos de soluciones jabonosas, que actúan como agentes de agrietamiento por esfuerzo para el polietileno (Sepe, 2020). Aunque las grietas también se pueden producir por el proceso de inyección, ya que los

polímeros termoplásticos tienden a conformar por capas el producto y si este conformado no se da manera uniforme, dichas capas pueden no adherirse la una a la otra y funcionar como concentradores de esfuerzos que luego se reflejan como grietas.

Figura 34

Grietas evidenciadas en la caja luego de someterla al ensayo de tensiones internas y externas.



En un caso de estudio Sepe (2020), enfatiza que la aparición de grietas no es un problema poco común en el polietileno. La combinación de esfuerzos desde elementos de diseño deficientes, como esquinas afiladas y cambios rápidos en el espesor de la pared, junto con la capacidad del material para aumentar en cristalinidad, con el tiempo produce una condición en la que se excede la fuerza inherente del material y comienzan a formarse grietas. Con el tiempo, estas grietas pueden llegar a ser significativas. El problema casi siempre está relacionado con la densidad demasiado alta del material

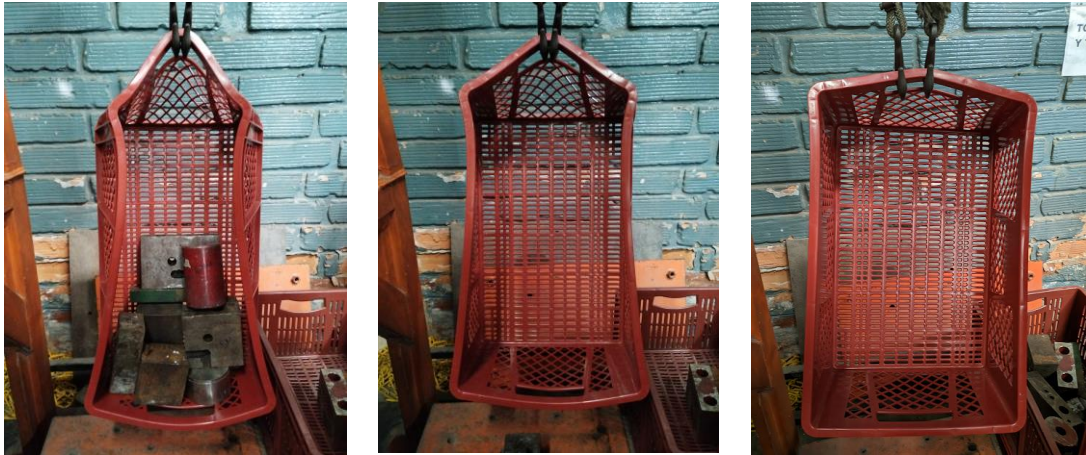
El fenómeno de ESC será más rápido que el de fallo frágil a esfuerzos bajos cuando la velocidad de desenmarañamiento molecular que lo produce sea incrementada por la acción del agente surfactante utilizado. El esfuerzo que da lugar al proceso de fallo podría ser externo, a través de una deformación inducida en el material, o interno, como esfuerzos residuales incorporados durante el proceso de moldeo (Domínguez, 2009).

Siguiendo el mismo razonamiento que con la densidad, el peso molecular también tiene una alta influencia en el comportamiento de la fractura en el HDPE, dado que un aumento del peso molecular disminuye el riesgo de fractura. Finalmente, las grietas también pueden darse por la inestabilidad morfológica como se señaló anteriormente, por lo que estas pueden ser otra manifestación de ese cambio consecuencia de los ciclos de reproceso y la combinación de escisiones de cadena y acumulación de esfuerzos favorece la propagación de grietas que conducen a la fragilidad del polímero.

Ensayo de resistencia en la manija. Como se mencionó anteriormente el polietileno es un termoplástico semi-cristalino con tendencia a la linealidad en la sección amorfa de la estructura, esta es la responsable del movimiento y desplazamiento de las cadenas, a pesar de que se obtuvo una deformación considerable, parte de la deformación se revierte y se regresa a un estado menos crítico de la caja, eso da cuenta de una gran deformación elástica de las cadenas mientras está sometida a esfuerzos constantes. La Figura 35 muestra la recuperación del material pasado un día de haber retirado la carga de ensayo, volviendo casi a su estado inicial con una deformación plástica evidente, sin mostrar rotura o grietas. Esto evidencia la alta ductilidad y tenacidad del HDPE incluso en reciclados, ya que a pesar de valores altos en resistencia a la tensión se tiene gran porcentaje de elongación.

Figura 35

Prueba de resistencia en la manija, a) 60 Kg luego de 24 h, b) sin carga y c) sin carga luego de 24 h.



a)

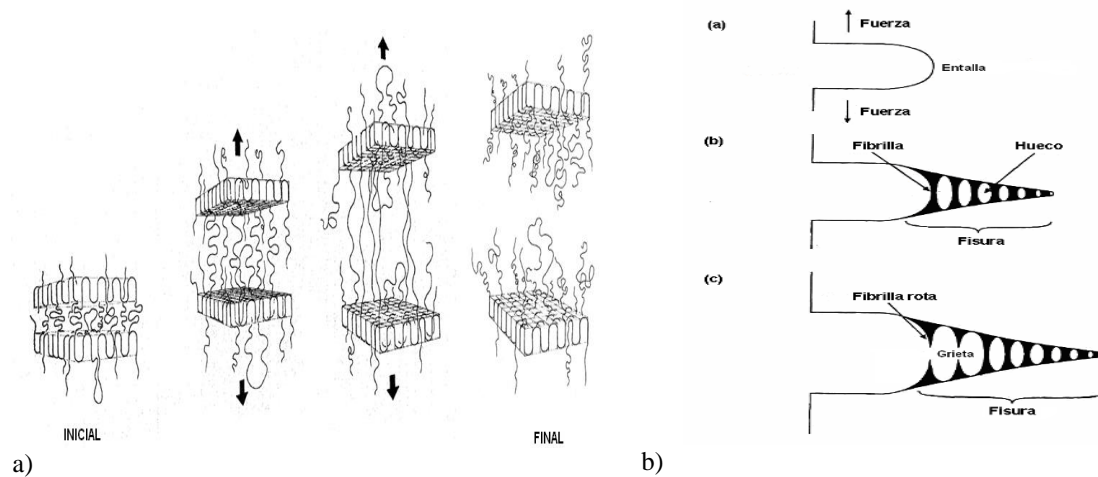
b)

c)

Las Figuras 36 a) y 36 b) muestran la deformación continua de las zonas amorfas en polímeros semi-cristalinos hasta su fractura tanto microscópica como macroscópicamente y esto a grandes rasgos es lo que sucede al aplicar una carga axial sobre este tipo de polímeros, sin embargo, con ninguna de las cajas se dio el agrietamiento, y en lugar de esto se recuperó gran parte de la deformación, por lo que no se sobrepasó el esfuerzo máximo de tensión.

Figura 36

Mecanismo de crecimiento de una grieta en polímeros semi-cristalinos, a) microscópicamente y b) macroscópicamente.



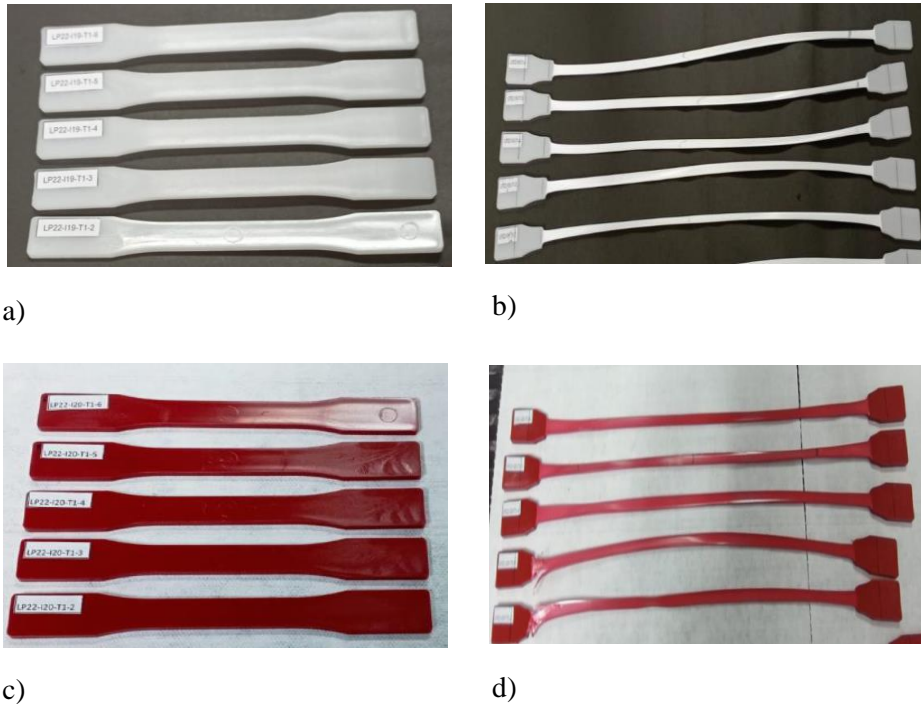
Nota. Tomado de Domínguez, 2009.

Etapa 4. Elaboración de ficha técnica

Resistencia a la tensión. La Figura 37 muestra las probetas de tensión del HDPE original y HDPE-R Rojo antes y después probarlas, ya que este último es el único que evidencia un comportamiento diferente a los otros tres polietilenos, fallando en un porcentaje de elongación de 368,83% mostrando la falla en uno de los extremos de la zona de sección reducida. Las probetas del HDPE original, el HDPE-R Gris y el HDPE-R Marrón superan el desplazamiento de la máquina universal mostrando un 378% de elongación sin fallar. El porcentaje de elongación es una medida de la ductilidad, lo que muestra que a pesar de los ciclos térmicos a los que han sido sometidos los polímeros reciclados ensayados, conservan esta propiedad y tienen gran capacidad de deformarse sin mostrar fallas aparentes.

Figura 37

Probetas de tensión para HDPE-O a) antes de la prueba, b) después de la prueba y HDPE-R rojo c) antes de la prueba y d) después de la prueba.



En general los HDPE reciclados evaluados, presentan disminución en los valores de módulo de elasticidad y la resistencia a la tensión respecto al HDPE original como se muestra en la Tabla 4. Esto confirma lo que se evidenció anteriormente con la prueba de densidad ya que, al no permitir la formación de cristales, el entrecruzamiento disminuye la porción cristalina y se genera un menor empaquetamiento por la degradación del polímero en cada ciclo térmico. El HDPE-R Gris fue el que obtuvo menor resistencia a la tensión en comparación a los otros tres polietilenos de prueba y a su vez este fue el de menor densidad lo que evidencia la correlación con la rigidez del material.

Tabla 4

Valores de módulo de elasticidad, resistencia a la tensión y porcentaje de elongación para HDPE Original, Reciclado rojo, Reciclado marrón y Reciclado gris.

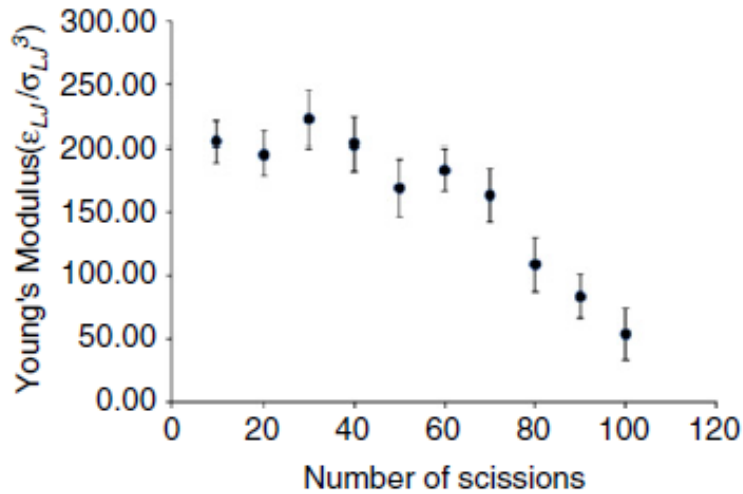
	Módulo de elasticidad (GPa)	Resistencia a la tensión (MPa)	Porcentaje de elongación (%)
HDPE original	1,56	25,98	378,00
Desviación estándar	0,07	0,54	0,00
HDPE Marrón reciclado	1,46	23,61	378,30
Desviación estándar	0,02	0,15	0,00
HDPE Rojo reciclado	1,30	22,12	368,83
Desviación estándar	0,05	0,18	14,23
HDPE Gris reciclado	1,17	20,45	378,00
Desviación estándar	0,00	0,14	0,00

Nota. Los valores de la Tabla 4 se dan de los promedios calculados de las 5 muestras falladas de cada polímero, se presenta la desviación estándar de dichos datos

Estos resultados demuestran que tanto el mecanismo de escisión, como el de reticulación disminuyen la rigidez y la resistencia a la tensión; en un estudio del cambio del módulo de Young de polímeros semi-cristalinos durante la escisión de cadenas, Ding et al. (2012), explica que, este mecanismo remueve los enlaces correspondientes a las fuerzas de Van der Waals y por esto se reduce el módulo de Young como se muestra en la Figura 38, donde se evidencia el cambio de la rigidez oscilando en los primeros estados de la degradación hasta llegar a una tendencia de disminución constante. Por su lado la reticulación y formación de geles generan una disminución del ordenamiento y de la cristalinidad, que de nuevo se traduce en la reducción de la rigidez de los polietilenos.

Figura 38

Módulo de Young en función del número de escisiones para polímeros semi-cristalinos.

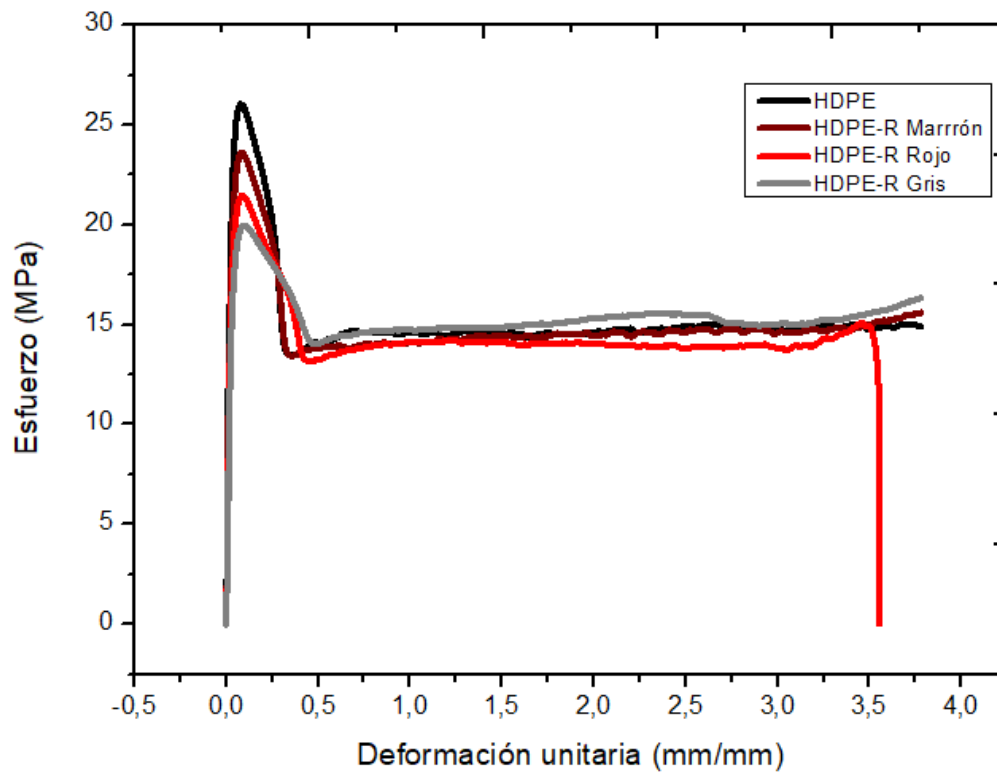


Nota. Tomado de Ding et al., 2012.

A pesar de que las propiedades de los HDPE disminuyen con el reproceso, todos los polietilenos siguen presentando valores aceptables de rigidez y ductilidad, mostrando un comportamiento bastante tenaz como se ve en la Figura 39 con la comparación de las curvas esfuerzo vs deformación, esto va a conducir a un buen desempeño en producto.

Figura 39

Curvas de esfuerzo vs deformación para HDPE-O, HDPE-R rojo, HDPE-R marrón y HDPE-R gris.



Resistencia al impacto. En la Tabla 5 se consignan los datos promedio de las resistencias al impacto de los cuatro polietilenos evaluados y se puede decir que el HDPE-R gris es en el que predomina el entrecruzamiento, y esto concordaría con su comportamiento en la prueba de tensión. También se observa que en general se obtiene una mayor resistencia al impacto en los HDPE reciclados.

Como se mencionaba anteriormente el HDPE es un polímero lineal, con una cristalinidad relativamente alta, debido a la facilidad que tienen las cadenas de plegarse unas con otras sin ningún impedimento, sin embargo, el entrecruzamiento impedirá el plegamiento de las cadenas y, por tanto, la formación de cristales (Coreño y Méndez, 2010). Lo que modifica el comportamiento del HDPE obteniendo más resistencia al impacto como se evidencia en la Tabla 5, donde se muestran las resistencias al impacto para polietilenos de alta densidad evaluados frente al HDPE original.

Las regiones cristalinas otorgan rigidez y resistencia, mientras que las amorfas dan flexibilidad y tenacidad a los polímeros (Sauer, 1977, como se citó en Coreño y Méndez). Por tanto, es de esperar que los defectos en el proceso de cristalización y las moléculas enlazantes aumentan la tenacidad de los polímeros (Coreño y Méndez, 2010).

Tabla 5

Valores de resistencia al impacto para HDPE Original, Reciclado rojo, Reciclado marrón y Reciclado gris.

	Resistencia al Impacto (J/m)
HDPE original	51,25
Desviación estándar	1,15
HDPE Marrón reciclado	64,06
Desviación estándar	1,36
HDPE Rojo reciclado	52,70
Desviación estándar	4,76
HDPE Gris reciclado	73,75
Desviación estándar	1,86

Nota. Los valores de la Tabla 5 se dan de los promedios calculados para las 5 muestras de cada polímero, se presenta la desviación estándar de dichos datos.

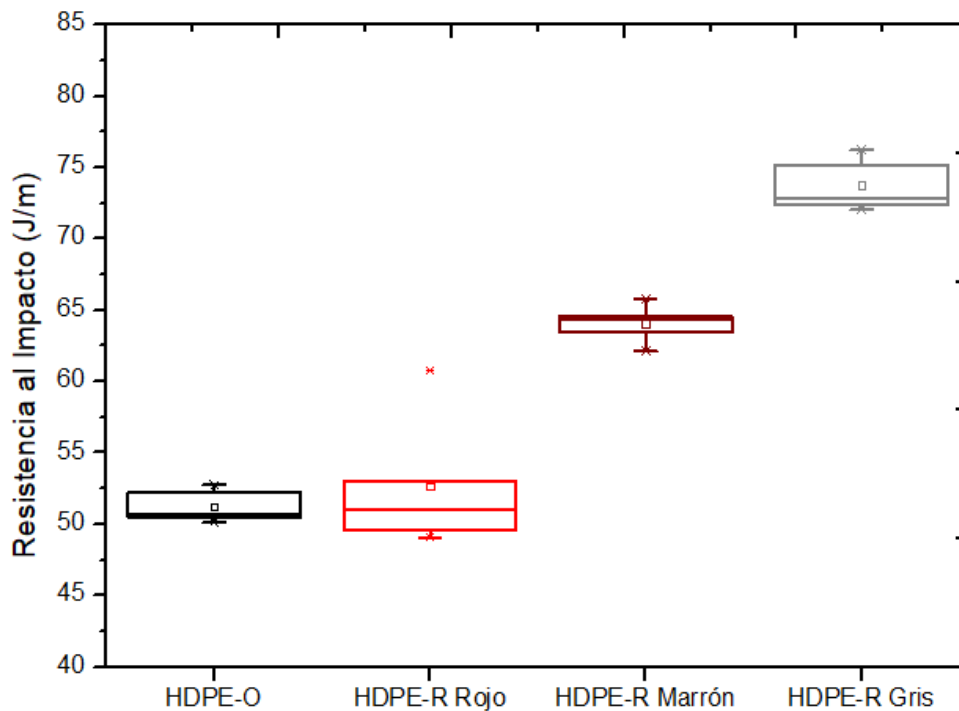
La resistencia al impacto tiende a aumentar con del peso molecular (Luzuriaga et al., 2006). Comprobando lo que pasó en el caso del HDPE-R gris, ya que fue el que mostró mayor resistencia al impacto y esto coincide con la medida de índice de fluidez que fue el menor frente a los otros 3 polietilenos.

La propiedad a corto plazo que proporciona la mejor correlación con el peso molecular es la ductilidad, esta se puede mejorar mediante la incorporación de modificadores de impacto. Sin embargo, estos aditivos reducirán otras características de rendimiento como resistencia y módulo, y propiedades relacionadas a largo plazo, como la resistencia a la fatiga. El peso molecular es la única propiedad que mejora la resistencia al impacto sin estos sacrificios (Sepe, 2020).

En la Figura 40, se hace una comparación entre los datos de resistencia al impacto de todos los HDPE probados, donde se puede evidenciar que se tuvo poca dispersión en los ensayos realizados y de nuevo el que presenta una mayor desviación en sus valores de resistencia al impacto es el HDPE-R rojo.

Figura 40

Resistencia al impacto para HDPE Original, Reciclado rojo, Reciclado marrón y Reciclado gris.



Nota. La Figura 40, muestra el comportamiento de los 5 ensayos de impacto realizados para cada polímero.

Conclusiones

Se logró desarrollar correctamente el procedimiento de homologación de materias primas de proveedores y materias primas recicladas, incluyendo en él pruebas que ayudan a determinar las propiedades y comportamiento tanto en materias primas, como en los productos inyectados.

El procedimiento de control de calidad se desarrolló de manera satisfactoria, considerando las pruebas necesarias para darle una correcta inspección a las materias primas, una vez estén homologadas.

En la implementación del procedimiento de homologación, se verificó que a pesar de no tener la historia térmica de los materiales se logra hacer un control de propiedades mostrando la conformidad con cada ensayo realizado y se pudo comprobar que los cambios en las propiedades mecánicas del polietileno con el reproceso son el reflejo directo de los cambios en la estructura del polímero que producen los dos mecanismos de degradación, la escisión de cadenas y la reticulación con formación de geles. También se observó que las propiedades que más influyen en el comportamiento del HDPE son la densidad, el peso molecular reflejado directamente en los valores de MFI y como consecuencia se modifican la resistencia a la tensión y al impacto.

En general los tres polietilenos reciclados evaluados, conservan buenas propiedades mecánicas, además de pasaron satisfactoriamente todas las etapas del procedimiento de homologación.

Referencias

- Benzarti, K., & Colin, X. (2013). Understanding the durability of advanced fibre-reinforced polymer (FRP) composites for structural applications. *Advanced Fibre-Reinforced Polymer (FRP) Composites for Structural Applications* (pp. 361–439).
<https://doi.org/10.1533/9780857098641.3.361>
- Coreño, J., & Méndez, T. (2010). Relación estructura -propiedades de polímeros. *Profesores al día [Polímeros]: Educación Química*. 21(4), (pp. 291-299).
[https://doi.org/10.1016/S0187-893X\(18\)30098-3](https://doi.org/10.1016/S0187-893X(18)30098-3)
- Covernton, A., Montes, A., & Ortega, L. (2015) Fabricación de film stretch y pellets reciclados. *Universidad Católica Argentina. Facultad de Química e Ingeniería “Fray Rogelio Bacon”*.
<http://bibliotecadigital.uca.edu.ar/repositorio/tesis/fabricacion-film-stretch-pellets-reciclados.pdf>
- Cruz, S. A., & Zanin, M. (2003). Evaluation and identification of degradative processes in post-consumer recycled high-density polyethylene. *Polymer Degradation and Stability*. 80(1), (pp. 31-37). [https://doi.org/10.1016/S0141-3910\(02\)00379-8](https://doi.org/10.1016/S0141-3910(02)00379-8)
- Díaz, J. P., Jhoana, H., Giraldo, M., Francisco, J., Rodríguez, F., E., Claudia, R., Camargo Gómez, L., Carvajal, J. A., Estefanía, K., Méndez, L., Díaz, J., Fernández, J. F., & Hernández, A., (2020). *Supervisión y coordinación GQSP Colombia-Programa de Calidad para la Cadena de Químicos*. www.gqspcolombia.org2020
- Ding, L., Davidchack, R. L., & Pan, J. (2012). A molecular dynamics study of Young’s modulus change of semi-crystalline polymers during degradation by chain scissions. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 5(1), (pp. 224–230).
<https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2011.09.002>

-
- Domínguez, C. (2009). Estudio del proceso de crecimiento lento de grieta en el polietileno de alta densidad para su aplicación en tubería. *Escuela Superior de Ciencias Experimentales y Tecnología. Universidad Rey Juan Carlos*. <http://hdl.handle.net/10115/5227>
- Dostál, J., Kašpárková, V., Zatloukal, M., Muras, J., & Šimek, L. (2008). Influence of the repeated extrusion on the degradation of polyethylene. Structural changes in low density polyethylene. *European Polymer Journal*, 44(8), (pp. 2652–2658). <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2008.05.028>
- Estrada, O (2022). Reciclaje mecánico II [Webinar]. *Instituto de Capacitación e Investigación del Plástico y del Caucho (ICIPC)*. <https://gqspcolombia.org/memorias-webinar-reciclaje-mecanico>
- Industrias ESTRA S.A. (2022). *Ficha técnica Caja TR Fondo Lineal Pared Rombo (60X40X2)*.
- Luzuriaga, S., Kovářová, J., & Fortelný, I. (2006). Degradation of pre-aged polymers exposed to simulated recycling: Properties and thermal stability. *Polymer Degradation and Stability*, 91(6), (pp. 1226–1232). <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2005.09.004>
- Mendes, A. A., Cunha, A. M., & Bernardo, C. A. (2011). Study of the degradation mechanisms of polyethylene during reprocessing. *Polymer Degradation and Stability*, 96(6), (pp. 1125–1133). <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2011.02.015>
- Méndez, A. (2019). ¿La geometría y el tamaño del pellet importan durante el procesamiento del PET?. *Plastics Technology México*. [https://www.pt-mexico.com/articulos/la-geometria-y-el-tamano-del-pellet-importan-durante-el-procesamiento-del-pet\(2\)](https://www.pt-mexico.com/articulos/la-geometria-y-el-tamano-del-pellet-importan-durante-el-procesamiento-del-pet(2))

Ojeda, M. (2011). Inyección de materiales plásticos. <https://tecnologiadelosplasticos.blogspot.com/2011/06/inyeccion-de-materiales-plasticos-i.html>

Roca, I. (2005). Estudio de las propiedades y aplicaciones industriales del polietileno de alta densidad (PEAD). *Universidad de San Carlos de Guatemala*. <https://xdoc.mx/preview/estudio-de-las-propiedades-y-biblioteca-central-5fdae82e21bca>

Rojas, A., & Aranzazu, L. (2015). Estabilidad de procesamiento de polímeros: índice de degradación en proceso. 5(1), (pp. 37–45). <https://revistas.utadeo.edu.co/index.php/mutis/article/view/1017>

Sepe, M. (2020). Fundamentos del polietileno. *Plastics Technology México*. <https://www.pt-mexico.com/columnas/rendimiento-del-polietileno-la-densidad-s-importa>

Referencias normativas

American Society for Testing and Materials. (2015). *Standard Guide for Description of Polymer Pellet Defects* (D7711-11).

American Society for Testing and Materials. (2020). *Standard Terminology Relating to Plastics*. (D883-20b)

American Society for Testing and Materials. (2020). *Standard Test Method for Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer* (D1238-20).

American Society for Testing and Materials. (2017). *Standard Test Methods for Apparent Density, Bulk Factor, and Pourability of Plastic Materials* (D1895-17).

American Society for Testing and Materials. (2020). *Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement* (D792-20).

American Society for Testing and Materials. (2018). *Standard Test Methods for Particle Size (Sieve Analysis) of Plastic Materials* (D1921-18).

American Society for Testing and Materials. (2021). *Standard Test Method for Environmental Stress-Cracking of Ethylene Plastics* (D1693-21).

American Society for Testing and Materials. (2014). *Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics* (D638-14).

International Organization for Standardization. (2015). *Sistemas de gestión de calidad. Requisitos* (ISO 9001).

International Organization for Standardization. (2020). *Plásticos. Determinación de la resistencia al impacto Izod* (ISO 180).

Instituto Colombiano de Normas Técnicas. (2012). *Embalajes para el transporte. Cajas reutilizables de materiales plásticos rígidos para distribución. Parte 1: Aplicación para fines generales* (NTC 5943).

Instituto Colombiano de Normas Técnicas. (2012). *Embalajes para el transporte. Cajas reutilizables de materiales plásticos rígidos para distribución. Parte 2: Aplicación para fines generales* (NTC 5944).

Instituto Colombiano de Normas Técnicas -International Organization for Standardization. (2007). *Determinación de la resistencia de películas plásticas mediante el método de impacto por dardo en caída libre* (NTC 5510).

Anexos

Anexo 1

Ficha técnica de las variables de proceso

Referencia producto											
Variable	Valor										Unidad
Masa producto											gramos
Dosificación	Contra presión										gramos
	Contra presión										bar
	Tiempo de carga										segundos
	Velocidad de carga										m/s
	Presión de carga										bar
	Retardo de carga										segundos
Temperatura en las zonas del husillo											°C
Temperatura de molde											°C
Tiempos de proceso	Alta										segundos
	Empacar										
	Retener										
	Enfriar										

	Ciclo		
Presiones de proceso	Alta		bar
	Empacar		
	Retener		
Tiempo real alta			segundos
Presión real alta			bar

Anexo 2

Ficha técnica de materia prima

Lote			
Proveedor			
Referencia materia prima			
Propiedad	Valor	Unidad	Método de ensayo/ Norma
MFI		g/10 min	ASTM D1238-20
Densidad		g/cm ³	ASTM D792-20
Resistencia a la tensión		MPa	ASTM D638-14
Resistencia al impacto Izod		J/m	ISO 180: 2020