UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO



UNIDAD ACADÉMICA PROFESIONAL TIANGUISTENCO

# ESTUDIO DE LOS EFECTOS DE LA RADIACIÓN IONIZANTE EN POLIÉSTER DE DESECHO

# TESIS

PARA OBTENER EL TÍTULO DE INGENIERO EN PLÁSTICOS

PRESENTA

## NORBERTO NEPOMUSENO SAMANIEGO

ASESOR: DR. GONZALO MARTÍNEZ BARRERA

TIANGUISTENCO, MÉX. JUNIO 2018

Cuida tus pensamientos, porque se volverán palabras. Cuida tus palabras, porque se transformarán en actos. Cuida tus actos, porque se harán costumbre. Cuida tus costumbres, porque forjarán tu carácter. Cuida tu carácter, porque formará tu destino. Y tu destino, será tu vida.

Mahatma Gandhi

## AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Gonzalo Barrera Martínez por su ayuda, tiempo, paciencia y atención en la elaboración de este trabajo de investigación.

Del mismo modo agradezco a la Dra. Liliana Ivette Ávila Córdoba por su apoyo y atención como profesora.

## DEDICATORIA

A mi madre María de Lourdes por sus consejos, comprensión y apoyo incondicional. Por enseñarme a no claudicar y a darme una tregua. Por enseñarme, a que si mis sueños no me daban miedo es porque aún seguía mirando abajo. Y por enseñarme que lo más importante es DIOS.

A mi tío Luis por su apoyo, atención y esfuerzo durante todos estos años. Por enseñarme lo que es la gratitud y la humildad. Por enseñarme a dar y a servir...Gracias.

A mis hermanos (Luis, Juan), mi abuela Josefina y familiares, por ser parte de mí en distintas etapas de mi vida.

#### RESUMEN

La creación de materiales y productos como: plástico, cartón, papel, vidrio, llantas, computadoras, fibras sintéticas, entre otros, representan grandes ventajas para los consumidores en la vida diaria, sin embargo, en la gran mayoría de estos materiales, el tiempo de vida útil es relativamente corto y esto causa grandes daños al medio ambiente, además de que con el paso del tiempo ha sufrido una continua degradación, cuyos efectos han llegado a producir extrema preocupación. En el caso del reciclaje de fibras textiles en México, del cual existe muy poca información; solo se recicla el 0.5 % de las 742 mil toneladas de fibras sintéticas que se generan al año, el resto se desecha en la intemperie como bosques, lugares públicos, mares, lo que es perjudicial para la salud y para el medio ambiente.

A partir de esta problemática surgen alternativas sustentables para el manejo y control de fibras textiles sintéticas; como la de ser utilizadas como material compuesto. En este trabajo de investigación se propone utilizar radiación gamma que es un tipo de radiación ionizante; para modificar la estructura molecular de las fibras poliéster, realizar su caracterización fisicoquímica y finalmente utilizarlas como agregado en un material compuesto. En una primera etapa se recolectaron prendas de vestir de desecho elaborados con fibra poliéster, se deshicieron hasta obtener tamaños pequeños para posteriormente ser sometidos a radiación gamma. Después se realizó su caracterización por calorimetría diferencial de barrido (DSC), análisis termogravimétrico (TGA), microscopia electrónica de barrido (SEM), microscopia de fuerza atómica (AFM), análisis dinámico mecánico (DMA), ángulo de contacto y espectroscopia Raman. En la siguiente etapa, se elaboraron probetas de mármol con resina poliéster y trozos de fibras poliéster de reciclo; estas últimas a concentraciones de 0 %, 0.1 % y 0.5 % en peso, con un tamaño de partícula de 30 mm, y dosis de irradiación de 0, 50, 100 y 150 kGy. En la última etapa, se realizó la prueba mecánica de resistencia a la compresión a las diferentes probetas, para obtener los valores de punto máximo de esfuerzo, módulo de elasticidad estática y dinámica.

En los resultados la resistencia a la compresión de los compuestos poliméricos con cargas de fibras de poliéster de 0.1 y 0.5 % sin irradiar disminuye en un 30 % comparado con el compuesto testigo (0 kGy). En los compuestos con fibras irradiadas se mostró un cambio mayor en la resistencia a la compresión en la composición de 0.1 % de fibra a 50 kGy. Aumentando ésta un 20 % respecto al compuesto con fibras sin irradiar. En el módulo de elasticidad estático, en los compuestos con fibras poliéster sin irradiar se observa que el módulo aumenta al incrementar el porcentaje de fibra. En el caso los compuestos con fibras irradiadas hay un aumento en el módulo de elasticidad estático en la composición 0.1 % a 50 kGy del 6 %, respecto, a los compuestos con el porcentaje de fibras de 0.1 % sin irradiar

La contribución de este trabajo de investigación son los resultados de las pruebas de caracterización físicas y químicas de las fibras poliéster de reciclo antes y después de ser sometidos a radiación gamma, así como su uso como agregado en un material compuesto. Cabe mencionar que la información obtenida en esta investigación sirve como sustento para sentar las bases del uso la energía ionizante en la modificación de polímeros y su posterior uso para nuevos materiales.

## **CONTENIDO GENERAL**

AGRADECIMIENTOS I
DEDICATORIAII
RESUMEN III
CONTENIDO GENERALV
ÍNDICE DE FIGURASIX
ÍNDICE DE TABLASX
CAPÍTULO 1 1
INTRODUCCIÓN2
1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA
1.1. ANTECEDENTES
1.2. JUSTIFICACIÓN5
1.3. HIPÓTESIS
1.4. ALCANCES Y LIMITACIONES
1.5. OBJETIVOS
1.5.1. Objetivo general8
1.5.2. Objetivos específicos8
CAPÍTULO 29
2. Generalidades del poliéster10
2.1. Clasificación de fibras11
2.2. Poliéster
2.2.1. Química del poliéster 13
2.2.2. Síntesis del poliéster14

2.2.3. Propiedades físicas y químicas del poliéster	15
2.3. Uso de poliéster en prendas textiles	17
2.3.1. Proceso de producción de hilo poliéster	18
2.4. Consumo	19
2.5. Impacto ambiental	21
2.6. Reciclaje	22
2.6.1. Proceso de reciclaje	22
2.6.2. Etapas para el reciclaje:	22
2.7. Radiación gamma	23
2.7.1. Efecto fotoeléctrico	26
2.7.2. Efecto Compton	27
2.7.3. Creación de pares	28
2.8. Efecto de la radiación gamma en polímeros	28
2.9. Uso de poliéster irradiado en materiales compuestos	30
CAPÍTULO 3	
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL	
3.1. Materiales	
3.1.1. Proceso de obtención de fibras poliéster	
3.1.2. Resina poliéster	33
3.1.3. Mármol	34
3.2. Elaboración de compuestos poliméricos	35
3.3. Procedimiento de experimental	
3.3.1. Radiación Gamma a fibras poliéster	37
3.3.2. Elaboración de compuesto polimérico	

3.3.3. Evaluación de resistencia mecánica	38
3.3.4. Microscopia electrónica de barrido (SEM)	38
3.3.5. Calorimetría diferencial de barrido (DSC) y Termogravimetría (TGA)	39
3.3.6. Análisis mecánico dinámico (DMA)	39
3.3.7. Ángulo de contacto	39
3.3.8. Espectroscopia Raman	40
3.3.9. Microscopía de fuerza atómica	40
CAPÍTULO 4	41
4. ANÁLISIS DE RESULTADOS	42
4.1. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	42
4.2. Análisis Termogravimétrico (TGA)	43
4.3. Microscopio electrónico de barrido (SEM)	44
4.4. Microscopio de fuerza atómica (AFM)	47
4.5. Análisis Dinámico Mecánico (DMA)	48
4.6. Espectroscopia Raman	49
4.7. Angulo de contacto	50
4.8. Evaluación de propiedades mecánicas	53
4.8.1. Resistencia a la compresión	53
4.8.2. Deformación en el punto de máximo esfuerzo	55
4.8.3. Módulo de elasticidad estático	56
4.8.4. Módulo de elasticidad dinámico	57
CONCLUSIONES	58
ANEXOS	61
BIBLIOGRAFÍA	77

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2. 1. Arreglos de cadenas poliméricas en polímeros
Figura 2. 2. Síntesis de polimerización de fibras poliéster
Figura 2. 3. Enlace éster en poliésteres 13
Figura 2. 4. Estructuras químicas de: a) tereftalato de polietileno y b) tereftalato de polibutileno
Figura 2. 5. Proceso de polimerización en dos etapas de tereftalato de polietileno: a) por condensación b) polimerización de los precursores para formar el polímero 
Figura 2. 6. Reacciones secundarias de: a) etilenglicol para formar un dialcohol éter
y b) 1,4 butanodiol para formar tetrahidrofurano 15
Figura 2. 7. Prendas y telas elaboradas con fibras poliéster
Figura 2. 8. Proceso de extrusión de fibras 19
Figura 2. 9. Presentación en carrete de hilos poliéster
Figura 2. 10. Demanda de fibras de 1980 a 2030 20
Figura 2. 11. Generación de residuos al año 21
Figura 2. 12. Clasificación de radiaciones: ionizante y no ionizantes
Figura 2. 13. Capacidad de penetración de las partículas alfa, beta y gama 25
Figura 2. 14. Esquema del efecto fotoeléctrico 26
Figura 2. 15. Esquema del efecto Compton 27
Figura 2. 16. Esquema de creación de pares28

Figura 3. 1. Fibras poliéster antes y después de su separación	. 32
Figura 3. 2. Mármol triturado	. 34

Figura 3. 3. Diagrama de bloques del procedimiento experimental	. 36
Figura 3. 4. Fibras de poliéster	. 37

Figura 4. 1. Termogramas DSC de fibras de poliéster irradiadas 42
Figura 4. 2. Termogramas TGA de fibras de poliéster irradiadas 43
Figura 4. 3. Imágenes SEM de las fibras de poliéster irradiadas a diferentes dosis, tomadas a un aumento de 1000x
Figura 4. 4. Imágenes SEM de las fibras de poliéster irradiadas a diferentes dosis, a una amplificación de 5,000X
Figura 4. 5. Imágenes SEM de las fibras de poliéster irradiadas a diferentes dosis, a una amplificación de 50,000X
Figura 4. 6. Imágenes AFM de fibras de poliéster irradiadas 47
Figura 4. 7. Análisis DMA de las fibras de poliéster irradiadas 48
Figura 4. 8. Espectro Raman de las fibras de poliéster irradiadas 49
Figura 4. 9. Imágenes del ángulo de contacto de las fibras poliéster
Figura 4. 10. Ángulo de contacto en función de la dosis de radiación 52
Figura 4. 11. Resistencia a la compresión de los compuestos poliméricos sin fibras y con fibras irradiadas
Figura 4. 12. Deformación en el punto de máximo esfuerzo de los compuestos sin fibras y con fibras sin irradiar e irradiados
Figura 4. 13. Módulo de elasticidad estático de los compuestos poliméricos sin fibras y con agregado de fibra de 0.1 % y 0.5 % sin irradiar e irradiados
Figura 4. 14. Módulo de Elasticidad Dinámico de los compuestos sin fibra y con agregado de fibra de 0.1 % y 0.5 % sin irradiar e irradiados

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2. 1. Fibras según su origen	11
Tabla 2. 2. Fibras sintéticas según su origen	12
Tabla 2. 3. Aplicaciones de fibras poliéster	17
Tabla 2. 4. Rangos en el espectro electromagnético	24

Tabla 3. 1. Propiedades de la fibra poliéster	33
Tabla 3. 2. Propiedades de resina poliéster insaturado	33
Tabla 3. 3. Composición del mármol	34
Tabla 3. 4. Propiedades físicas del mármol	34
Tabla 3. 5. Composición del material compuesto en gramos	35
Tabla 3. 6. Cantidad de material (g) para los compuestos poliméricos	36
Tabla 3. 7. Condiciones de ensayo de compresión	38

Tabla 4. 1. Bandas Raman de las fibras de poliéster sin irradiar e irradiadas	50
Tabla 4. 2. Propiedades físicas de la glicerina	50
Tabla 4. 3. Porcentaje de error de ángulos	. 52

# **CAPÍTULO 1**

## **INTRODUCCIÓN**

En la actualidad la industria textil tiene un papel muy importante al cubrir parte de las necesidades del hombre, como el vestido. Por lo tanto, para cubrir la necesidad del vestido, algunas prendas se elaboran con una gran variedad de fibras para reducir las arrugas, suavizar el tacto y conseguir que el tejido se seque más rápidamente.

El poliéster es de las fibras más utilizadas para el tejido y confección de prendas como suéteres, playeras, pantalones, etc. Las cuales se fabrican a partir de recursos naturales no renovables, es decir, productos químicos derivados del petróleo; además de utilizar grandes cantidades de agua durante su fabricación. En la actualidad el medio ambiente está siendo seriamente dañado por diferentes tipos de desechos procedentes de las actividades humanas. En el caso de las prendas textiles, cada año se venden 80,000 millones de prendas en el mundo. La industria textil es la segunda más contaminante del planeta y es responsable del 20% de los tóxicos que se vierten en el agua; siendo las fibras sintéticas no biodegradables.

Además de los métodos tradicionales de reciclaje plástico: mecánico, químico y energético, un método novedoso y alternativo es a través del uso de la radiación gamma. Con esta técnica es posible modificar las propiedades químicas y físicas de un material polimérico, lo cual depende de la dosis aplicada, condiciones de radiación y naturaleza del polímero, mismas que influyen en propiedades, como: cristalinidad, densidad, coeficiente de expansión térmica, permeabilidad, módulo de elasticidad, así como en la resistencia a la corrosión, a la abrasión, tensión, compresión, al impacto, a la ruptura y a disolventes.

Acorde a la problemática anterior, en el presente trabajo se aplica radiación gamma a fibras de poliéster que fueron recuperadas de prendas de vestir, las cuales se caracterizan mediante diferentes técnicas. Posteriormente se elaboran materiales compuestos de resina poliéster, mármol y de fibras poliéster irradiadas. Compuestos que son sometidos a pruebas de compresión.

#### 1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La producción de productos plásticos se ha sustentado con el objeto de facilitar la vida de los usuarios; sin embargo, existe preocupación sobre su destino final, un ejemplo son las prendas de vestir elaboradoras con fibras poliéster sintéticas que durante décadas han sido arrojadas al medio ambiente y en el mejor de los casos han sido recicladas para una aplicación diferente.

Del total de residuos sólidos urbanos generados en México en 2015 las fibras textiles alcanzaron 741 mil toneladas, lo que representó un aumento del 34 % con respecto a 2007 (555 mil toneladas más generadas en ese período). En el 2007 solo se recicló el 0.2 % de la recolección total de fibras textiles, para 2015 el porcentaje aumento ligeramente a 0.5 %, lo demás es arrojado a la intemperie como bosques, lugares públicos y mares, lo que es contraproducente para el medio ambiente por la liberación de sustancias que resultan en un desequilibro ecológico y afectar la salud. [1] [2].

A pesar de que se realiza el reciclaje de plástico en México, por los métodos habituales, como el mecánico, químico y energético, sólo es posible recuperar el 13% del plástico que se consume por alguno de estos tratamientos y para fibras textiles realmente es mínima, según la Asociación Nacional de Industriales de Plástico [3]. Es importante mencionar que aun cuando se recicla hay mucho que hacer todavía.

Por lo anterior, es de suma importancia crear alternativas de estudio que permitan reincorporar estos desechos en alguna aplicación que les añada valor.

## **1.1. ANTECEDENTES**

Los efectos de la radiación gamma en polímeros suelen evaluarse a través de los cambios en la estructura química y en el comportamiento mecánico. La unidad de dosis se mide en Gray (Gy), que es la absorción de un Joule de energía por un kilogramo de masa (J/kg).

Los cambios provocados por la irradiación son debidos a:

- La formación de enlaces químicos
- La rotura de cadenas poliméricas
- El desprendimiento de radicales que integran las unidades monoméricas
- La oxidación

Cambios que permiten incrementar el grado de polimerización o el reticulado de la estructura [4].

Para PET virgen irradiado hasta 2 MGy, el grado de cristalinidad aumenta con el incremento de la dosis de radiación gamma, lo cual es visto mediante la difracción de Rayos X. En el caso de PET de desecho (de botellas de bebida), también los patrones de difracción y la espectroscopía UV-vis muestran aumento tanto en la cristalinidad, como en el tamaño de los cristalitos formados después de la irradiación, llevada hasta 670 kGy [5].

Materiales compuestos con fibras poliéster y láminas de polipropileno (PP), se sometieron a radiación gamma a diferentes dosis (1-10 kGy). Se obtuvo mejoramiento en las propiedades físicas y mecánicas. La resistencia a la tracción de los compuestos irradiados a 1 kGy mejoró un 41 %, y los irradiados a 2.5 kGy mejoró un 35 %. Mientras que el módulo de tracción de los compuestos irradiados a 1 kGy mejoró 17 % [6].

En compuestos poliméricos acontecen interacciones del tipo físico entre las fibras y la resina poliéster; situación que podría cambiar con el uso de la radiación gamma, con la cual se puede modificar la estructura química y la morfología, tanto de la resina como de las fibras de poliéster, y con esto lograr un mayor grado de compatibilidad [7].

## 1.2. JUSTIFICACIÓN

La propuesta de nuevos métodos de reciclaje para materiales textiles son una alternativa viable para cuidar y conservar los recursos naturales; además de evitar la contaminación al reducir las cantidades de desechos generados por diferentes productos plásticos.

La recolección de fibras poliéster y el uso de la radiación gamma como herramienta para modificar sus propiedades físicas y químicas; permitirá que estas puedan ser reutilizadas en diferentes aplicaciones y darles un valor agregado. Esto permitirá reducir, en medida de lo posible, la contaminación provocada por la industria textil que produce prendas de vestir con fibras de poliéster.

De acuerdo con lo anterior, mediante la recuperación de fibras de poliéster proveniente de prendas de vestir de desecho, se podrá contribuir a la disminución de la contaminación ambiental.

## **1.3. HIPÓTESIS**

Si los rayos gamma producen cambios en la estructura química de un polímero, es posible modificar las propiedades del poliéster proveniente de prendas de vestir de desecho y reusar estas en la elaboración de materiales compuestos, con propiedades mecánicas mejoradas. Lo cual permitirá reducir los niveles de contaminación ambiental generada por la industria textil de fibras de poliéster.

## **1.4. ALCANCES Y LIMITACIONES**

Alcances:

 Propuesta de una metodología basada en el uso de la radiación gamma, para la modificación de las propiedades físicas y químicas de fibras de poliéster de prendas de desecho y su empleo en la modificación de las propiedades mecánicas de materiales compuestos de resina poliéster y mármol.

Limitaciones:

• Estudio limitado a prendas de vestir, dado que el poliéster se utiliza en diversos artículos de consumo.

### **1.5. OBJETIVOS**

#### 1.5.1. Objetivo general

 Evaluar los efectos de la radiación gamma en fibras de poliéster, mediante la caracterización por medio de técnicas analíticas y su empleo en la modificación de las propiedades mecánicas de materiales compuestos de resina poliéster y mármol.

#### 1.5.2. Objetivos específicos

- Recolectar fibras poliéster de prendas de una misma marca y presentación.
- Someter a pruebas de caracterización física y química a las fibras poliéster antes de ser sometidas a radiación gamma, mediante técnicas analíticas.
- Irradiar las fibras de poliéster con rayos gamma a tres diferentes dosis: 50, 100 y 150 kGy.
- Realizar caracterización física y química a las fibras de poliéster después de ser sometidas a radiación gamma, mediante técnicas analíticas.
- Comparar los resultados de las técnicas de caracterización entre fibras poliéster irradiadas y sin irradiar.
- Evaluar la resistencia a la compresión y el módulo de elasticidad de los materiales compuestos de resina poliéster, mármol y fibras de poliéster.
- Revisar los resultados de pruebas de compresión.

# **CAPÍTULO 2**

#### 2. Generalidades del poliéster

La palabra polímero viene de la raíz griega "poli", que significa muchos, y "meros", que significa unidades o partes. Un polímero es una sustancia de masa molecular compuesta por muchas unidades pequeñas (monómeros) que se repiten, enlazándose unas a otras formando cadenas. Si las cadenas tienen pocos monómeros se les llama oligómeros, en algunos casos el mínimo es de 100 monómeros para considerarlo un polímero, en otros casos se establece un peso molecular mínimo de 1500 g/mol [8].

En las cadenas existen fuerzas de atracción que dependen de los átomos que las forman, por lo general un polímero puede presentar propiedades mecánicas que dan oportunidad a ser utilizados en diversas aplicaciones. Los polímeros pueden formarse con un solo tipo de monómero (homopolímeros) o por diferentes clases de monómeros (copolímeros), pueden formarse con grupos funcionales u otros elementos añadidos a las cadenas para cumplir alguna función específica [9]. Las propiedades como resistencia a la corrosión, compresión, etc., son consecuencia del arreglo de las cadenas, la Figura 2.1 muestra diferentes arreglos de las cadenas.



Figura 2. 1. Arreglos de cadenas poliméricas en polímeros [8]

Dependiendo de su origen, los polímeros pueden ser naturales o sintéticos. Los sintéticos contienen normalmente entre uno y tres tipos diferentes de monómeros, mientras que los naturales como la celulosa, el ADN o las proteínas presentan estructuras internas mucho más complejas [9].

Dentro de la variedad de polímeros están las fibras que son materiales que pueden clasificarse como naturales y sintéticos; están compuestas por moléculas que forman hilos largos y delgados [11].

## 2.1. Clasificación de fibras

#### • Fibras Naturales

Las fibras naturales pueden ser de tipo vegetal, animal o mineral (Tabla 2.1)

	Nombre de fibra	Origen	Composición
	Algodón	Cápsula de Algodón	Celulosa
	Lino	Tallo de Lino	Celulosa
Vegetal	Yute	Tallo de Yute	Celulosa
	Cáñamo	Cáñamo o Tallo de Abaca	Celulosa
	Lana	Oveja	Proteína
Animal	Seda	Gusanos de Seda	Proteína
Mineral	Asbesto	Variedades de Roca	Silicato de
			Magnesio

#### • Fibras Sintéticas

Las fibras sintéticas se subdividen no celulósicas y celulósicas. Dentro de las no celulósicas se encuentra el poliéster (Tabla 2.2).

División	Nombre de fibra	Origen
	Poliéster	Ácido tereftálico y alcohol dihídrico
No Celulósicas	Nylon, Aramida	Poliamida alifática y aromática
	Olefinas	Etileno o propileno
Celulósicas	Rayón, Acetato	Algodón o madera

Tabla 2. 2. Fibras sintéticas según su origen [10]

### 2.2. Poliéster

El poliéster es un polímero sintético extraído del petróleo, su estructura química se muestra en la figura 2.2 [14].



Figura 2. 2. Síntesis de polimerización de fibras poliéster [15]

#### 2.2.1. Química del poliéster

Los poliésteres se forman a través de una reacción de condensación entre un ácido dicarboxílico y un dial alcohol para crear un enlace éster, como se muestra en la figura 2.3. Por el momento, los dos poliésteres más comunes son tereftalato de polietileno (PET) y tereftalato de polibutileno (PBT), las estructuras químicas se muestran en la figura 2.4 [15].



Figura 2.3. Enlace éster en poliésteres [15]



Figura 2. 4. Estructuras químicas de: a) tereftalato de polietileno y b) tereftalato de polibutileno [15]

Estos dos polímeros se diferencian entre sí por la longitud de la cadena alifática introducida a través del dialcohol. En el tereftalato de polietileno (PET), la cadena contiene dos carbonos, mientras que en el tereftalato de polibutileno (PBT), su cadena consiste en cuatro carbonos [15].

Una característica única de los poliésteres es su capacidad para experimentar reacciones de condensación adicionales durante el procesamiento o en estado sólido.

Estas reacciones redistribuyen el peso molecular del polímero hasta que se establezca un equilibrio dinámico. El agua, cuando está presente a altas temperaturas en poliéster fundido, corre el riesgo de despolimerizar el poliéster a través de una reacción de hidrólisis.

#### 2.2.2. Síntesis del poliéster

Comercialmente, el tereftalato de polietileno (PET), se produce mediante un proceso de dos pasos, como se muestra en la figura 2.5 a) y b).



Figura 2. 5. Proceso de polimerización en dos etapas de tereftalato de polietileno: a) por condensación b) polimerización de los precursores para formar el polímero [15]

En la primera etapa, el tereftalato de dimetilo y el dialcohol reaccionan, en presencia de un catalizador a alta temperatura, para crear un precursor de hidroxi alquil tereftalato y un subproducto de alcohol. Después de eliminar el alcohol, los precursores entran en un reactor de segunda etapa.

En este reactor, se forman enlaces de condensación entre los precursores a altas temperaturas para crear una masa fundida polimérica viscosa. Los dialcoholes producidos durante este paso se volatilizan y se eliminan de la masa fundida [15].

El etilenglicol, utilizado en la fabricación del tereftalato de polietileno, puede reaccionar consigo mismo para formar un dialcohol éter y agua como se muestra en la figura 2.6 a). Este éter de dialcohol puede incorporarse a la cadena de polímero en crecimiento porque contiene unidades terminales de alcohol, sin embargo, esta incorporación disminuye la cristalinidad del poliéster al enfriar, lo que altera las propiedades físicas del polímero. El dialcohol 1.4-butanodiol, utilizado para fabricar tereftalato de polibutileno, puede formar tetrahidrofurano y agua como se muestra en la figura 2.6 b), pero se pueden eliminar fácilmente de la masa fundida reduciendo la eficacia del proceso ya que se pierden los reactivos.



Figura 2. 6. Reacciones secundarias de: a) etilenglicol para formar un dialcohol éter y b) 1,4 butanodiol para formar tetrahidrofurano [15]

#### 2.2.3. Propiedades físicas y químicas del poliéster

Los poliésteres se pueden clasificar como termoplásticos o termoestables, aunque ambos poseen enlaces éster en sus cadenas principales, son muy diferentes químicamente y en su aplicación. Los poliésteres termoplásticos son lineales y saturados, mientras que los poliésteres termoestables son polímeros insaturados de bajo peso molecular reticulados con monómeros de vinilo para producir redes altamente ramificados como producto final [34].

#### **Propiedades físicas**

- a) Rigidez: La alta rigidez de las fibras de poliéster les confiere una gran estabilidad dimensional a los tejidos, por lo que los tejidos de poliéster no se deforman. También les confiere un tacto más áspero, asimismo no presentan arrugas y retienen la forma del artículo [16].
- b) **Finura y longitud:** Propiedades físicas como la finura, longitud, sección transversal, aspecto, brillo, etc. dependen del proceso de obtención.

Las diferencias son muy acentuadas obteniendo productos tan dispares como los usos a los que se les destina, desde bolsas de deporte a tapicerías con muy buen tacto realizadas con microfibras [16].

c) Resistencia a la tracción: Los poliésteres tienen una excelente resistencia a la tracción, aproximadamente el doble que la del polietileno y el polipropileno de baja densidad. El alargamiento a la rotura es relativamente bajo tanto para tereftalato de polietileno, como para tereftalato de polibutileno, variando de 15 a 50 % para materiales cristalinos y alcanzando un 300 % para tereftalato de polietileno amorfo [16].

#### Propiedades químicas

a) Resistencia química: Los poliésteres son, en general, resistentes a los disolventes orgánicos. Muestran una excelente resistencia a la temperatura ambiente a disolventes orgánicos, como hidrocarburos, alcoholes e hidrocarburos clorados. En temperaturas ligeramente elevadas de aproximadamente 60 °C, los alcoholes y los solventes aromáticos pueden dañar el polímero. Los ácidos y las bases fuertes pueden causar daño químico a los poliésteres, al igual que las cetonas y los fenoles [15].

Los poliésteres son considerados una clase de termoplástico de ingeniería, ya que se encuentran una gran variedad de aplicaciones como las mencionadas en la Tabla 2.3 [15].

Aplicaciones		
Prendas de vestir		
<ul> <li>Películas de recubrimiento para envasados de alimentos</li> </ul>		
Películas aisladoras		
Película fotográfica		
<ul> <li>Botellas para bebidas carbonatadas y agua</li> </ul>		
<ul> <li>Dotellas da assita da assita</li> </ul>		
Botellas de aceite de cocina		
Botellas para detergente		
Conexiones eléctricas		
Carcasas de linterna		
Componentes automotrices		
Reflectores de faros		
Socket de foco eléctrico		

Tabla 2. 3. Aplicaciones de fibras poliéster [15]

Los poliésteres exhiben una excelente resistencia a altas temperaturas y propiedades eléctricas además de ser físicamente inertes. Los dos poliésteres comunes, polietileno tereftalato y tereftalato de polibutileno, se usan en productos moldeados por inyección. El tereftalato de polietileno se usa a menudo tanto en procesos de extrusión como de moldeado por soplado [15].

#### 2.3. Uso de poliéster en prendas textiles

El poliéster producido con una alta tenacidad, lo que es ideal para muchas aplicaciones. Es comúnmente utilizado para un gran número de telas, con las que se fabrican principalmente vestidos, blusas, trajes, ropa deportiva, ropa interior y lencería (figura 2.7).



Figura 2. 7. Prendas y telas elaboradas con fibras poliéster [17]

## 2.3.1. Proceso de producción de hilo poliéster

Las fibras de poliéster se forman a partir de un polímero cuya cadena contiene un mínimo del 85 % en peso de un éster de un diol y ácido tereftálico. El proceso de producción de fibra poliéster es de hilatura por fusión. Este método es menos costoso que los procesos como hilatura en seco y húmedo, sin el uso de disolventes ni lavados posteriores.

La hilatura por fusión, consiste en fundir los pellets de polímero y posteriormente extruirlo cuando se encuentra en forma de fluido altamente viscoso. Los filamentos obtenidos se agrupan en fibrillas de manera longitudinal para formar la fibra textil.

El proceso de hilatura por fusión comprende cuatro etapas (figura 2.8).

- 1. Preparación del fundido.
- 2. Extrusión del fundido a través de la hilera.
- 3. Enfriamiento o estabilización de los filamentos.
- 4. Estirado de los filamentos y bobinado de filamentos para su presentación comercial (figura 2.9).



Figura 2. 8. Proceso de extrusión de fibras [18]



Figura 2. 9. Presentación en carrete de hilos poliéster [19]

#### 2.4. Consumo

En el mundo se producen alrededor de 80,000 millones de prendas de vestir, el equivalente a algo más de once artículos al año por cada habitante del planeta [20]. Los mayores volúmenes de prendas fabricadas, vendidas y desechadas, multiplican los costos humanos y medioambientales de nuestra ropa en cada fase de su ciclo de vida. En la producción del poliéster se utiliza recursos naturales no renovables que se emplean en otros aspectos que forman parte de la vida cotidiana como en la energía, el combustible y la producción de plásticos.

En la actualidad se produce alrededor de 8,323 kg de poliéster cada segundo en el mundo y al año se producen 48 millones de toneladas de poliéster; en comparación con los 24 millones de toneladas de algodón. En 1980, la demanda de poliéster en el mundo fue de solo 5.2 millones de toneladas, para el año 2000 ya había alcanzado la cifra de 19.2 millones de toneladas y finalmente en el año 2014 la demanda aumento a 46.1 millones de toneladas [21].

Una gran parte del crecimiento en la demanda del poliéster se ha originado en China y la India, así como en otros países del sureste de Asia. China representa el 69 % de toda la producción de fibras de poliéster alrededor del mundo y si se añade la India y el sureste de Asia, estas tres regiones representan el 86 % de la producción global [22]. La figura 2.10, muestra el continuo dominio del poliéster, de acuerdo a estudios de PCI Fibres (consultora especializada para las fibras y las industrias relacionadas), en sus proyecciones hasta el año 2030.

Cabe mencionar que la demanda del poliéster sobrepasó a la del algodón en el año 2002, y ha continuado en aumento a una tasa de crecimiento más rápido que la de otro tipo de fibras.



Figura 2. 10. Demanda de fibras de 1980 a 2030 [21]

#### 2.5. Impacto ambiental

La industria textil presenta uno de los patrones de producción más preocupantes en cuanto al impacto ambiental, debido principalmente al uso de sustancias químicas tóxicas, el alto consumo de agua y energía, la generación de grandes cantidades de desechos, el empleo de materiales de embalaje no biodegradables, entre otros. Además de que al adquirir una camiseta, una camisa, un vestido o un pantalón nuevo, la mayoría de las veces no se toma en cuenta el impacto medioambiental y social que tendrá la prenda de vestir durante su ciclo de vida.

El impacto ambiental que causa el sector textil es variado, pero el color es el primer signo contaminante que se observa en sus aguas residuales, provocando reducción de la transparencia y disminución del oxígeno disuelto, lo que dificulta la función fotosintética de las plantas [22].

Incluso las aparentemente pequeñas cantidades de sustancias químicas peligrosas, como ftalatos o colorantes azoicos, legalmente permitidas en la industria textil suponen acumulativamente una dispersión general de dichas sustancias nocivas por todo el planeta, además, de liberar aminas cancerígenas [22]. La composición promedio de los residuos sólidos urbanos en México, señala un porcentaje de 1.4 % de residuos textiles en el año 2013 (Figura 2.11), lo que significa que anualmente se producen aproximadamente 500 mil toneladas de residuos textiles [22].



Figura 2. 11. Generación de residuos al año [22]

#### 2.6. Reciclaje

Reciclar es la acción de volver a introducir en el ciclo de producción y consumo productos que llegaron al final de su vida útil. Hoy en día, las sociedades modernas han desarrollado diferentes métodos de tratamiento de desechos.

En el caso de prendas textiles por lo general no solo se componen de un solo tipo de materia prima textil, sino que también es muy común las mezclas entre diferentes tipos de fibras, es por ello que las empresas de reciclaje de ropa y textiles en general, tienen grandes dificultades para separar estos materiales.

#### 2.6.1. Proceso de reciclaje

Los residuos textiles también pueden ser utilizados para la elaboración de nuevas materias primas. Para ello se necesita clasificar por tipos de fibras (lana, poliéster, algodón, seda, nylon, etc.) para posteriormente volver a hilar. De esa manera los nuevos hilados pueden ser usados por el sector de la confección para la fabricación de piezas nuevas.

Los residuos de materiales textiles se clasifican como:

- Post-industriales: subproductos de hilados y tejidos para el sector de la fabricación y venta de todo tipo de productos textiles.
- Post-consumo: que provienen de prendas de vestir, de artículos textiles para el hogar y otros productos textiles de usos específicos por ejemplo los tapizados para automotores, las alfombras, etc.

#### 2.6.2. Etapas para el reciclaje:

- 1) Clasificación: los textiles recolectados se clasifican de forma manual y se separan según su condición y los tipos de fibras utilizadas que los componen.
- Desfibrado: los materiales textiles se trituran y se convierten nuevamente en fibras. Dependiendo de cuál sea la utilización final, se pueden incorporar mezclas con otras fibras.

- 3) Cardado: las fibras obtenidas se abren y separan para después limpiarlos por última vez de suciedades y fibras cortas. Además, de ordenar las fibras limpias para empezar a formar la separación y paralelismo de las fibras, que da lugar a una cinta de fibras regulares.
- 4) Hilatura: El material se hila y queda así preparado para posteriores procesos de tejeduría. Por lo general este tipo de hilados son más gruesos ya que el largo de las fibras, no es lo suficientemente largo para lograr hilados finos.

#### 2.7. Radiación gamma

La radiación gamma es una práctica diferente para el reciclaje de materiales poliméricos, ya que representa una aplicación de importancia dentro del ámbito tecnológico y de la investigación, con esta metodología es posible modificar las propiedades físicas y químicas de los materiales poliméricos [23].

La radiación se puede definir como una forma de manifestación de la energía que se transmite a través del espacio en forma de partículas u ondas electromagnéticas. Una manera de clasificar las ondas electromagnéticas, por ejemplo, dependiendo de su aplicación son; las ondas de radio y televisión, luz visible, rayos uv (ultra violeta), rayos x y rayos gamma.

En el caso de la onda electromagnética se puede definir como un disturbio que se propaga a partir de una carga eléctrica oscilante o acelerada, en forma de campos eléctricos y magnéticos que viajan a la velocidad de la luz  $(3x10^8 m/s)$ . La radiación no ionizante son ondas electromagnéticas cuyas frecuencias bajas no tienen la suficiente energía para arrancar electrones de los átomos en los materiales que atraviesa. Cuando la radiación tiene ondas de frecuencias altas, es decir, emiten la energía suficiente para provocar cambios en los átomos de la materia con la que interacciona se llama radiación ionizante [24]. La figura 2.12 muestra su clasificación y aplicación.


Figura 2. 12. Clasificación de radiaciones: ionizante y no ionizantes [24].

En particular, la radiación gamma es un proceso de mayor energía dentro del espectro electromagnético debido a su alta frecuencia y longitud de onda y es producida por elementos radioactivos como cobalto 60 y el cesio 137. En la Tabla 2.4 se indican los rangos aproximados de las frecuencias y longitudes de onda de los principales tipos de radiación en el espectro electromagnético [24].

Banda	Frecuencia	Longitud de onda	Energía
	(Hz o ciclos/s)	(m)	(Joule)
Rayos gamma	30,0 EHz	10 pm = $10x10^{-12}$	$20x10^{-5}$
Rayos X	30,0 PHz	10 nm = $10x10^{-9}$	$20x10^{-18}$
Ultravioleta extremo	1,5 PHz	$200 \text{ nm} = 200x10^{-9}$	$993x10^{-21}$
Ultravioleta cercano	789 THz	$380 \text{ nm} = 380x10^{-9}$	$523x10^{-21}$
Luz visible	384 THz	780 nm = $780x10^{-9}$	$255x10^{-21}$
Infrarrojo	120 THz	$2,5 \ \mu m = 2.5 x 10^{-9}$	$79x10^{-21}$
Microondas	1 GHz	30 cm.	$2x10^{-24}$
Ondas de radio alta	300 MHz	1 m.	$20x10^{-24}$
Onda de radio baja	30 kHz	10 Km.	$200x10^{-27}$

Tabla 2. 4. Rangos en el espectro electromagnético [24].

Con este tipo de energía ionizante es posible penetrar en la materia de manera más profunda que la radiación alfa y beta. Las partículas alfa presentan poca capacidad de penetración, pues pueden ser detenidas con hojas de papel común, pero tienen un gran poder de ionización. Las partículas beta tienen menor poder de ionización, pero más capacidad de penetración ya que para detenerlas se necesitan materiales con mayor densidad como láminas de metal. La radiación gamma tiene tanto poder de penetración que solo es detenida por una gruesa pared de plomo, pero tiene menor capacidad de ionización que las partículas alfa y beta.

La figura 2.13 es una representación de la capacidad de penetración de las radiaciones ionizantes [25].



Figura 2. 13. Capacidad de penetración de las partículas alfa, beta y gama [25].

La radiación gamma es radiación electromagnética emitida por un núcleo cuando experimenta una transición de un estado de energía más alto a un estado energético más bajo, por lo que el número de protones y neutrones del núcleo no varía en estas transiciones [25]. Es radiación electromagnética que se puede considerar formada por fotones que se mueven a velocidad de la luz, posee una energía constante:

$$E_c = h * v = \frac{h * c}{\lambda}$$

*h* =constante de Planck; c = velocidad de la luz; v = frecuencia; $\lambda$  = longitud de onda de radiación.

La interacción directa de la radiación gamma con la materia da lugar a la liberación de electrones, y puede producirse por medio de los siguientes procesos:

- Efecto fotoeléctrico
- Efecto Compton
- Producción de pares

#### 2.7.1. Efecto fotoeléctrico

El efecto fotoeléctrico se presenta al interaccionar la radiación gamma con los electrones internos de los átomos del medio material que atraviesa. Consiste este efecto en la absorción del fotón con la trasmisión total de su energía a un electrón, que saldrá desprendido del átomo que queda, por tanto, ionizado. El electrón desprendido se llama fotoelectrón. En la figura 2.14 se representa el proceso de forma esquemática.



Figura 2. 14. Esquema del efecto fotoeléctrico [27]

Para que se produzca un efecto fotoeléctrico la radiación incidente tiene que tener una energía igual o mayor que la energía de unión del electrón. El electrón que sale desprendido lo hace con una energía cinética:

$$E_c = h * v - E_e$$

Siendo  $E_c$  la energía de enlace del electrón.

En la capa electrónica del átomo donde sale desprendido el electrón, se produce un hueco que se llenará con un electrón de una capa más externa, liberándose energía que puede ser emitida como radiación X

La probabilidad de que se produzca el efecto fotoeléctrico aumenta con el numero atómico del elemento con el que interaccionan los fotones y disminuye al aumentar la energía de los fotones [27].

## 2.7.2. Efecto Compton

Este efecto de interacción entre fotones y electrones se presenta cuando la energía del fotón incidente es grande respecto a la energía de enlace de los electrones, que son electrones externos alejados del núcleo [27]. En este proceso el fotón gamma incidente cede al electrón parte de su energía, convirtiéndose en otro fotón gamma con una energía menor, y por tanto con una frecuencia menor, saliendo con una trayectoria desviada respecto a la inicial antes del choque. La energía que pierde el fotón pasa al electrón como energía cinética [27]. En la figura 2.15 se representa este proceso de forma esquemática.

El electrón, que ha ganado energía cinética, es expulsado del átomo y recibe el nombre de electro Compton.



Figura 2. 15. Esquema del efecto Compton [27].

La energía con que sale expulsado el electrón será:

$$E_c = h * v - h * v$$

Siendo hv la energía del fotón incidente y h'v la energía del fotón dispersado

El efecto Compton es predominante para valores de energía de los fotones entre 0,5 MeV (mega electronvoltio), y la probabilidad del efecto aumenta con el numero atómico del elemento con el que se produce la interacción de los fotones.

### 2.7.3. Creación de pares

En proceso de producción de un par electrón-positrón tiene lugar cuando el fotón incidente interacciona con el núcleo. El resultado es que el fotón desaparece, convirtiéndose en un electrón y un positrón, por tanto, se produce la transformación de energía en materia, proceso que se llama materialización [27]. En la figura 2.16 se representa este proceso.



Figura 2. 16. Esquema de creación de pares [27]

Para que se produzca este proceso se requiere una energía igual a la de ambas partículas en reposo, es decir, 1,022 MeV. Al final se producirá la aniquilación del positrón, produciéndose dos fotones que se propagaran en sentidos opuestos. La producción de pares es el efecto que predomina para fotones con energías superiores a 10 MeV [27].

# 2.8. Efecto de la radiación gamma en polímeros

Al someter un material polimérico a radiación gamma, se producen efectos físicos y químicos que dependen de la naturaleza de los polímeros, así como de la dosis de la radiación aplicada [27].

Una de las ventajas de trabajar con este tipo de materiales, es la gran sensibilidad a los cambios en los enlaces químicos, obteniéndose propiedades diferentes en cuanto a cristalinidad, densidad, coeficiente de expansión térmica, módulo de elasticidad, permeabilidad, así como en la resistencia a la corrosión, a la abrasión y a disolventes [28].

La radiación gamma en polímeros produce diferentes efectos en las cadenas que los constituyen, como:

- La formación de enlaces entre cadenas
- Rompimiento de cadenas
- Desprendimiento de radicales que integran las unidades monoméricas
- Oxidación

En general, los efectos anteriormente mencionados contribuyen, en mayor o en menor medida, a modificar las propiedades fisicoquímicas de los polímeros. La influencia de cada efecto depende no sólo de la estructura química de la muestra y la dosis de radiación absorbida por ella, sino también de la tasa de dosis aplicada, de la atmósfera en la cual se irradia y de la temperatura a la cual se realiza la irradiación y por lo cual se obtienen diferentes resultados [28].

El análisis de estos cambios, en los polímeros, se realiza primordialmente a través de los cambios en la estructura química, manifestados por la distribución de pesos moleculares, la reordenación geométrica de los enlaces moleculares y el grado de polimerización. Estos cambios estructurales se relacionan con las propiedades mecánicas, incluidas la resistencia a tensión, a la compresión, al impacto, así como las deformaciones en el punto de cedencia y a la ruptura.

Se han realizado estudios sobre los efectos de la irradiación gamma en PET, donde se analizan los cambios estructurales producidos. El PET irradiado con dosis por arriba de los 100 kGy muestra disminución de la masa molecular e incremento en la cristalinidad, esto es consecuencia de la ruptura de las cadenas del polímero [28].

#### 2.9. Uso de poliéster irradiado en materiales compuestos

En una investigación se agregaron fibras de poliéster al concreto, el cual fue evaluado entre los 7 y 164 días; se encontró que la dureza disminuyó con el tiempo, debido a la degradación de las fibras poliéster por hidrólisis alcalina, dentro de la matriz del cemento [30].

También se han agregado fibras de poliéster provenientes de botellas al concreto, los resultados muestran que la adición de pequeñas cantidades aumenta la resistencia y retardan el agrietamiento, esto debido a la geometría que poseen las fibras que ayuda a la unión del concreto en las secciones con fisuras [31].

También se ha mezclado poliéster de desecho, fibra de vidrio y epoxiacrilato de desecho y posteriormente se ha irradiado a 10 kGy con rayos gamma para la compatibilización, se han mejorado la resistencia en tensión y al impacto [32].

Por otra parte, en una investigación realizada con mezclas de PET virgen y de desecho irradiadas con rayos gamma se observó un aumento en la estabilidad térmica (examinado por espectroscopia infrarroja, análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial de barrido). Adicionalmente, se estudió la afinidad por colorantes dispersos antes y después de la irradiación. En términos de la intensidad de color, el máximo porcentaje en el mejoramiento de este parámetro (98%) se logró a una dosis de 50 kGy [33].

Se elaboró concreto polimérico con residuos de mármol y PET reciclado como relleno, con la finalidad de reducir la cantidad de residuos plásticos generados y evaluar la durabilidad. Se obtuvieron valores bajos de porosidad y mínima absorción de agua [34].

Por lo anterior, se puede mencionar que existen numerosas investigaciones relacionadas con el reciclaje de poliéster y su posterior reutilización como agregado en materiales compuestos; los procedimientos empleados son generalmente de naturaleza mecánica o química, sin embargo, en la actualidad existen escasas técnicas alternativas, entre ellas la radiación gamma.

# **CAPÍTULO 3**

# 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se mencionan los materiales utilizados y la descripción de la metodología para la elaboración de los materiales compuestos; así como, las especificaciones de los equipos utilizados para la caracterización.

## 3.1. Materiales

## 3.1.1. Proceso de obtención de fibras poliéster

- 1) Obtención de material textil procedente de ropa poliéster.
- 2) Lavado y secado de prendas poliéster para quitar residuos.
- 3) Trituración de las prendas hasta obtener el mismo tamaño (20x20 mm).
- 4) Corte manual de los pedazos de tela poliéster hasta obtener filamentos.
- 5) Selección de fibras y corte de a 1 cm de largo.
- Colocación de las fibras poliéster en bolsas de plástico de 5 x 5 cm para preparación de irradiación de acuerdo a las dosis (0, 50 100 y 150 kGy).

Las fibras poliéster son de tipo trenzado como se muestra en la figura 3.1a. Después de separar los filamentos, se forman ondulaciones a lo largo de toda la fibra (figura 1.2b).



Figura 3. 1. Fibras poliéster antes y después de su separación

En la tabla 3.1 se muestran las propiedades de la fibra poliéster

Propiedad	Descripción
Temperatura de fusión, ºC	250 – 300
Temperatura de inflamación, ºC	350 – 400
Temperatura de ignición, ºC	450 – 500
Densidad, g/cm3	1.38 – 1.42
Estado físico	Sólido

Tabla 3. 1. Propiedades de la fibra poliéster

## 3.1.2. Resina poliéster

La resina poliéster utilizada en este proyecto fue donada por la empresa Matexplás localizada en Porto Portugal, comercializada con el nombre AROPOL IS 4633. Los valores de algunas propiedades de la resina poliéster se muestran en la tabla 3.2.

Propiedad	Valores
Densidad, g/cm <sup>3</sup>	1.1
Resistencia a la tracción, MPa	60
Módulo a la tracción, GPa	4.1
Elongación a la ruptura, %	3.2
Resistencia a la Flexión, MPa	105
Módulo a la Flexión, GPa	3.8

Tabla 3. 2. Propiedades de resina poliéster insaturado

### 3.1.3. Mármol

Se utilizó mármol triturado de la compañía MINERALES GOSA, S.A. de C.V. ubicada en Atizapán de Zaragoza, Estado de México, como se muestra en la figura 3.2. La selección del tamaño de partícula se realizó en función de la disponibilidad de la malla comercial (tamiz) número 14 que corresponde a 1.4 mm. Su composición y características físicas se muestran en la tabla 3.3 y 3.4, respectivamente.

Composición	%		%
	00	CaO	56,03
Calcita	90	CO2	43,97
	10	CaO	21,86
Dolomita	10	CO2	47,73

Tabla 3. 3. Composición del mármol

Tabla 3. 4. Propiedades físicas del mármol

Propiedad	Valor
Densidad, g/cm <sup>3</sup>	2.38 - 2.87
Dureza Mohs	3 - 4
Resistencia a la compresión, kg/cm <sup>2</sup>	600 - 1000
Resistencia a la tracción, kg/cm <sup>2</sup>	100 - 360



Figura 3. 2. Mármol triturado

#### 3.2. Elaboración de compuestos poliméricos

Se elaboraron tres tipos de compuestos:

- a) sin fibras
- b) con fibras sin irradiar a diferentes concentraciones (0.1 y 0.5 % en volumen)
- c) con fibras irradiadas a 50, 100 y 150 kGy a diferentes concentraciones
- (0.1 y 0.5 % en volumen).

El compuesto polimérico se elaboró con 30 % de resina poliéster y 70 % de mármol, y con dos diferentes porcentajes de fibra poliéster (0.1 y 0.5 %). La tabla 3.5 muestra los porcentajes de cada componente para la elaboración del material compuesto.

Molde	Mármol (%)	Fibra (%)	Resina (%)
Molde 1	70	0	30
Molde 2	69.9	0.1	30
Molde 3	69.5	0.5	30

Tabla 3. 5. Composición del material compuesto en gramos

Para el cálculo de las concentraciones de cada componente en gramos se consideró el volumen de un compuesto de  $125 \text{ cm}^3$  (cubo de 5x5 cm). El molde utilizado tiene una capacidad para elaborar 3 cubos, por lo que la base de cálculo fue de  $375 \text{ cm}^3$ .

Tomando en cuenta la densidad del mármol de 2.38 g/cm<sup>3</sup>, para un 70 % del volumen total de los tres moldes, se obtiene una masa de mármol de:

$$(375 \ cm^3)\left(2.38 \ \frac{g}{cm^3}\right)\left(\frac{70}{100}\right) = 624.75 \ g$$

Para la resina poliéster su densidad es de 1.1 g/cm<sup>3</sup>, para un 30 % de volumen total, se tiene entonces una masa de resina de:

$$(375 \ cm^3)\left(1.1 \ \frac{g}{cm^3}\right)\left(\frac{30}{100}\right) = 123.75 \ g$$

Los cálculos para el porcentaje de fibra poliéster son los siguientes:

• 0.1 % en volumen

$$(375 \ cm^3) \left(1.42 \ \frac{g}{cm^3}\right) \left(\frac{0.1}{100}\right) = 0.5325 \ g$$

• 0.5 % en volumen

$$(375 \ cm^3) \left(1.42 \ \frac{g}{cm^3}\right) \left(\frac{0.5}{100}\right) = 2.6625 \ g$$

La tabla 3.6 muestra la cantidad en gramos de cada componente del compuesto polimérico.

Molde	Mármol (g)	Resina (g)	Fibra (g)
Molde 1	624.75	123.75	0
Molde 2	624.21	123.75	0.53
Molde 3	622.08	123.75	2.66

Tabla 3. 6. Cantidad de material (g) para los compuestos poliméricos

# 3.3. Procedimiento de experimental

En la figura 3.3 se muestra los procedimientos experimentales llevados a cabo:



Figura 3. 3. Diagrama de bloques del procedimiento experimental

A continuación, se describen cada proceso del diagrama:

# 3.3.1. Radiación Gamma a fibras poliéster

Las fibras de poliéster recicladas fueron sometidas a tres diferentes dosis de radiación gamma de 50, 100 y 150 kGy en intervalos de 50 kGy. La irradiación se llevó a cabo en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ), *en un irradiador Gammabeam 651 PT de la compañía NORDION*; el cual funciona con lápices de cobalto 60 (<sup>60</sup>Co).

El procedimiento de preparación para irradiación de las fibras poliéster fue:

 Las fibras se colocaron en bolsas de polietileno y se etiquetaron con la dosis de radiación gamma requerida (figura 3.4). Se colocaron en la cámara de irradiación hasta alcanzar la dosis deseada (50,100 y 150 kGy).



Figura 3. 4. Fibras de poliéster

# 3.3.2. Elaboración de compuesto polimérico

Para la elaboración de las probetas del compuesto polimérico se pesaron las cantidades de mármol (624.75 g), de resina (123.75 g) y de las fibras de poliéster a diferentes concentraciones. Primero se elaboraron las probetas sin fibras, es decir se mezclaron el mármol y la resina hasta logra la homogeneidad.

Posteriormente, se elaboraron las probetas con fibras; se mezclaron el mármol y las fibras recicladas hasta obtener una distribución homogénea de las mismas, con el fin de evitar que se aglomeren, después se agregó la resina hasta lograr homogeneidad de la mezcla. Para la polimerización de la resina, se agregó entre 1 % y 2 % en peso de peróxido de metil etil cetona (MEKP), por cada 100 gramos de resina. Es decir, para 123.75 gramos de resina se debe agregar entre 1.23 y 2.47 gramos de peróxido.

#### 3.3.3. Evaluación de resistencia mecánica

La evaluación de la resistencia mecánica a la compresión de las probetas de compuesto polimérico se llevó a cabo en una máquina de ensayo universal 70-S17C2 (*Controls<sup>MR</sup>*, Cernusco, Italia), de acuerdo con la norma estándar ASTM C-109M (Tabla 3.7), localizada en el Laboratorio de Investigación y Desarrollo de Materiales Avanzados (LIDMA) de la Universidad Autónoma del Estado México. El principio físico de la maquina universal se encuentra en en el anexo A9.

Condiciones	Valores
Tipo de ensayo	Control
Velocidad, (mm/min)	1.25
Límite superior de fuerza, (ton)	25
Límite superior de posición, (mm)	20

Tabla 3. 7. Condiciones de ensayo de compresión

#### 3.3.4. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Las fibras de poliéster fueron observadas en un microscopio electrónico de barrido, marca JEOL modelo JSM-6510LV (Figura 3.3) a un voltaje de 20 kV, en el modo de electrones secundarios a 30 kV de aceleración. El cual se encuentra localizado en el Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM-UNAM (CCIQS) de la Universidad Autónoma del Estado de México. El principio físico de la microscopia electrónica de barrido se encuentra en el anexo A7.

# 3.3.5. Calorimetría diferencial de barrido (DSC) y Termogravimetría (TGA)

El análisis térmico de DSC y TGA en las fibras poliéster fue realizado en un equipo Netzsch modelo STA 449F3 Jupiter, el cual permite analizar en conjunto ambas técnicas. Se llevó a cabo en una atmosfera inerte de nitrógeno con un caudal de 100 ml/min, con una velocidad de calentamiento de 10°/min. En un intervalo de temperatura ambiente de 350 °C. Para el análisis termo gravimétrico se adiciono una cantidad relativamente pequeña de muestra de fibra poliéster utilizando crisoles de aluminio y alúmina, para ser suspendida por un soporte de alambre en forma de gancho para quedar dentro del horno aislado del exterior.

En cuanto a la técnica por calorimetría diferencial de barrido (DSC) la muestra se colocó en cápsulas de aluminio, se sella esta cápsula con una tapa de aluminio para evitar que el material se proyecte fuera de la cápsula. Al igual que el TGA el análisis se realizó para las fibras con dosis de irradiación de (0, 50, 100 y 150 kGy). El principio físico del DSC y TGA se encuentra en el anexo A1.

# 3.3.6. Análisis mecánico dinámico (DMA)

El análisis mecánico dinámico de las fibras de poliéster se realizó en un equipo TAQ-800 DMA (Thermal Analysis USA). Los experimentos se realizaron en el modo de tensión. El intervalo de temperatura fue de ambiente a 180 °C, y los experimentos se realizaron a una razón de calentamiento de 3 °C/min. Las muestras tuvieron un tamaño de 30 mm. El principio físico del análisis mecánico dinámico se encuentra en el anexo A4.

# 3.3.7. Ángulo de contacto

La medición del ángulo de contacto se realizó en un equipo Holmarc modelo HO-IAD-CAM-01, conectado a una cámara. La superficie sobre la cual se mide el ángulo de contacto es mantenida en una posición horizontalmente, para observar con detenimiento la gota formada. El principio físico de la medición del ángulo de contacto se encuentra en el anexo A5.

#### 3.3.8. Espectroscopia Raman

La caracterización se realizó para cuantificar los cambios en los grupos funcionales de las fibras de poliéster, se realizó en un equipo micro-Raman (LabRam HR 800, Jobin-Yvon-Horiba) utilizando el láser He-Ne de 632 nm en configuración de retrodispersión (Olympus BX-41). Localizado en el laboratorio de espectroscopia láser de LIDMA. El principio físico de la espectroscopia Raman se encuentra en el anexo A6.

## 3.3.9. Microscopía de fuerza atómica

Las imágenes por microscopía de fuerza atómica, fueron obtenidas de la cámara provista en el equipo de Raman. El principio físico de la microscopia de fuerza atómica se encuentra en el anexo A8.

# **CAPÍTULO 4**

# 4. ANÁLISIS DE RESULTADOS

#### 4.1. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

La figura 4.1a, se muestra los termogramas DSC de las fibras poliéster sin irradiar e irradiadas, se observa en todas las curvas la presencia de un pico endotérmico en la región de temperatura de 215 °C a 260 °C. Realizando un acercamiento en la figura 4.1b, se observa en las fibras sin irradiar el pico a 244 °C, el cual se desplaza 4 y 5 °C para las dosis de radiación de 100 y 150 kGy. Existe una diferencia mínima en la temperatura, así como en el flujo de calor de estos picos, lo que indica que el poliéster es estable térmicamente. Este resultado se debe a que las fibras irradiadas necesitan de más energía ionizante, para generar cambios más relevantes en las propiedades físicas en comparación con las fibras testigo (0 kGy).



a)

Figura 4. 1. Termogramas DSC de fibras de poliéster irradiadas

#### 4.2. Análisis Termogravimétrico (TGA)

En la figura 4.2a se muestra el análisis termogravimétrico (TGA) de las fibras poliéster irradiadas a diferentes dosis. Realizando un acercamiento, en la figura 4.2b, se observa que la medición del parámetro T10, es decir la pérdida del 10 % del peso de la muestra, se ubica a una temperatura de 444 °C para las fibras sin irradiar. Para dosis de 50 y 100 kGy la variación en la temperatura es mínima, no así para 150 kGy donde la temperatura disminuye 7 °C. Así como se estableció para el análisis DSC, también bajo en el TGA, las fibras son estables térmicamente ante la exposición de la radiación gamma. Las fibras irradiadas necesitan de más energía ionizante para generar más cambios en la estructura, por lo que tampoco se ven reducidas las propiedades físicas en comparación con las fibras testigo (0 kGy).



a)

Figura 4. 2. Termogramas TGA de fibras de poliéster irradiadas

# 4.3. Microscopio electrónico de barrido (SEM)

En el estudio de microscopia electrónica de barrido (SEM), es decir del análisis de las superficies de las fibras de poliéster, se observa, en la figura 4.3 diferentes comportamientos para fibras sin irradiar e irradiadas. Para las fibras sin irradiar se tiene una superficie lisa y homogénea con algunas partículas pequeñas; morfología que cambia para una dosis de 50 kGy, donde se tiene un número considerable de partículas, las cuales son producto de la radiación ionizante aplicada. Al incrementar la dosis a 100 kGy, y 150 kGy se tienen zonas con algunas partículas dispersas. Finalmente, esto es producto del rompimiento de las cadenas poliméricas de las fibras poliéster por la radiación gamma.



Figura 4. 3. Imágenes SEM de las fibras de poliéster irradiadas a diferentes dosis, tomadas a un aumento de 1000x

Al realizar un acercamiento a la superficie de las fibras, se pueden observar con mayor detalle los efectos de la radiación gamma (figura 4.4); para fibras sin irradiar la superficie es homogénea, mientras que a 50 kGy se tiene mayor número de partículas con tamaños menores a 1µm. Al incrementar la dosis, a 100 KGy, se tiene una superficie más rugosa y partículas aglomeradas, es decir, el mayor número de cadenas poliméricas rotas, de las fibras poliéster acontece a 100 kGy. Mientras que las fibras irradiadas a 150 kGy presentan menor grado de degradación superficial, además de que los tamaños de las partículas disminuyen. El efecto menor fue en las fibras a 150 kGy, debido a que la radiación gamma provoco entrecruzamiento de cadenas poliméricas, evitando que se formen menos partículas superficiales.



Figura 4. 4. Imágenes SEM de las fibras de poliéster irradiadas a diferentes dosis, a una amplificación de 5,000X

El tamaño de las partículas disminuye conforme se incrementa la dosis de radiación gamma, llegando a ser menor que 0.1  $\mu$ m (100 nanómetros), como se muestra en la figura 4.5.



Figura 4. 5. Imágenes SEM de las fibras de poliéster irradiadas a diferentes dosis, a una amplificación de 50,000X

En términos generales, las fibras presentan mayor degradación superficial y muestran tamaños cada vez más pequeños conforme aumenta la dosis de radiación. Estas características hacen que las partículas presenten mayor grado de anclaje que las superficies más lisas o uniformes; esto permite una adherencia entre las fibras y la superficie polimérica, indispensable para la mejora de las propiedades mecánicas de los materiales compuestos.

# 4.4. Microscopio de fuerza atómica (AFM)

En el análisis de microscopia de fuerza atómica, de fotografías digitales tomadas por el equipo Raman se muestra en la figura 4.7, se observa el cambio en términos de la rugosidad de las superficies de las fibras. Se aprecia el incremento paulatino de rugosidad conforme aumenta la dosis de radiación. En términos generales, estos cambios son debidos al rompimiento de cadenas poliméricas en las fibras poliéster conforme son sometidas a mayor dosis de radiación. Las muestras tuvieron un tamaño de 4 mm.



Figura 4. 6. Imágenes AFM de fibras de poliéster irradiadas

#### 4.5. Análisis Dinámico Mecánico (DMA)

Mediante el análisis dinámico mecánico (DMA) se estudiaron los cambios en deformación de las fibras sin irradiar e irradiadas, cuando son sometidas a una fuerza de tensión conforme aumenta la temperatura a 188 °C. En la figura 4.7 se observa en las fibras sin irradiar e irradiadas a 50 kGy una disminución en los porcentajes de deformación hasta una temperatura de 139 °C; no así para fibras irradiadas a 100 kGy y 150 kGy, para las cuales la temperatura es menor a 124 °C.

Después de ambas temperaturas la deformación aumenta, es decir, existe mayor dilatación, llegando a un valor máximo de 0.4 % cuando se tienen 165 °C, dicho de otra manera, para 100 kGy y 150 kGy se incrementa el módulo de almacenamiento. Finalmente, a mayores temperaturas se observa una disminución pronunciada de los porcentajes de deformación.

En general, acontecen los fenómenos de contracción y expansión conforme aumenta la temperatura. El efecto de la radiación se ve reflejado en el aumento de los valores de deformación, tanto de contracción como de expansión, respecto a las fibras sin irradiar.



Figura 4. 7. Análisis DMA de las fibras de poliéster irradiadas

#### 4.6. Espectroscopia Raman

Los resultados de la caracterización por espectroscopia Raman mostrados en la figura 4.8, muestran las diferentes bandas de las fibras de poliéster sin irradiar e irradiadas, (tabla 4.1). Se observan las mismas bandas tanto para fibras sin irradiar como las irradiadas. La radiación solo provoca incremento o disminución en la intensidad, por el ejemplo la banda a 1684 cm<sup>-1</sup>, tiene su máxima intensidad cuando se irradia a 150 kGy.

En particular se observa que el incremento en la dosis de radiación gamma genera un arreglo molecular mínimo en las fibras poliéster, ya que necesita más energía para poder excitar a las moléculas, como es el caso de las fibras irradiadas a 150 kGy que tuvieron un pico de intensidad a 1684 cm<sup>-1</sup>, que es el más alto en comparación con las anteriores dosis de irradiación. Por lo que es favorable que exista estabilidad ya que no disminuyo las propiedades físicas de las fibras poliéster.



Figura 4. 8. Espectro Raman de las fibras de poliéster irradiadas

Banda (cm <sup>-1</sup> )	Asignación	Intensidad (kGy)			
		0	50	100	150
3086	vasC=CH Alqueno				
	estiramiento asimétrico	1178	1043	1138	1107
1731	vR-HC=O Aldehído	vR-HC=O Aldehído			
	Estiramiento simétrico	Estiramiento simétrico 1448		2141	1915
1684	$\delta$ NH <sub>2</sub> Amina				
	torsión fuera del plano	1728 1619 3525 299		2999	
1293	$\delta$ C=CH Alqueno	Alqueno			
	torsión en el plano	sión en el plano 1176 1131 1740		1740	1601
863	$\delta$ RCONH2 Amida				
	torsión fuera del plano	1362	1079	1442	1389

Tabla 4. 1. Bandas Raman de las fibras de poliéster sin irradiar e irradiadas

# 4.7. Angulo de contacto

Para medir el ángulo de contacto de las fibras se utilizó glicerina (tabla 4.2) y agua destilada; inyectadas en una jeringa de 3 mL. Se realizo la prueba en cuatro fibras, una sin irradiar y tres irradiadas a diferentes dosis (50, 100 y 150 kGy).

Propiedad	Valor
Gravedad específica a 20 °C	1.26
Punto de fusión °C	18
Punto de ebullición (°C)	290
Apariencia	Liquido viscoso trasparente
Solubilidad	Soluble en agua y alcohol. Insoluble en éter, cloroformo

Tabla 4. 2. Propiedades físicas de la glicerina [35]

Utilizando una técnica goniometría, que consiste en agregar gotas de glicerina directamente sobre la superficie de la fibra, se midió el ángulo de contacto de la gota. Las fotos fueron tomadas con un microscopio digital AM413MT5 Dino Lite Pro. El programa utilizado para la medición del ángulo de contacto fue Drop Snake v2.0.

El ángulo indica indirectamente la afinidad de la superficie por la solución con la que hace contacto. Valores de ángulo de contacto mayores a 90° indican que la superficie es hidrofóbica, mientras que los valores menores a 90° sugieren que la superficie es hidrofílica. Cuando el ángulo de contacto formado en la superficie es mayor a 90° actúan fuerzas cohesivas en el fluido que es la atracción de moléculas de un mismo cuerpo y cuando es menor a 90° influyen las fuerzas adhesivas correspondientes a la atracción entre moléculas de cuerpos diferentes. La figura 4.9 muestra imágenes de los ángulos de las fibras poliéster sin irradiar e irradiadas.



Figura 4. 9. Imágenes del ángulo de contacto de las fibras poliéster

En la figura 4.10 se muestran los ángulos de contacto en función de la dosis de radiación. Se observan ángulos similares para las fibras sin irradiar y las irradiadas a 50 kGy, sin embargo, para 100 kGy, el ángulo disminuye a 27°, pero a mayor dosis (150 kGy) vuelve a incrementarse, a 33°, es decir las fibras son más hidrofílicas a 100 kGy, esto es efecto de la radiación gamma, ya que al someter las fibras al proceso de irradiación estas sufren agrietamientos generando rugosidad, estos cambios superficiales permiten más absorción de líquido.



Figura 4. 10. Ángulo de contacto en función de la dosis de radiación

La tabla 4.3, muestra el porcentaje de error en la variación del ángulo de contacto de las fibras poliéster irradiadas a 50, 100 y 150 kGy en comparación con las fibras poliéster sin irradiar. El porcentaje más alto corresponde a las fibras irradiadas a 100 kGy, ya que a esta dosis se genera rompimiento de las cadenas poliméricas, generando mayor agrietamiento superficial y por lo tanto mayor absorción de líquido.

Tabla 4. 3. Porcentaje de error de ángulos

N. Muestras	Dosis (kGy)	Ángulo (°)	Error	% Error
			Absoluto	Absoluto
1	0	32.343	0	0 %
1	50	31.986	0.357	1 %
1	100	27.757	4.586	14 %
1	150	33.672	1.329	4 %

## 4.8. Evaluación de propiedades mecánicas

Mediante los ensayos mecánicos aplicados a las probetas, se evaluaron las siguientes propiedades.

- a) Resistencia a la compresión
- b) Punto de máximo esfuerzo
- c) Módulo de elasticidad estático
- d) Módulo de elasticidad dinámico

Las variables que se estudiaron fueron:

- Porcentaje en volumen de fibras de poliéster (0, 0.1 y 0.5 %)
- Dosis de radiación gamma a fibras de poliéster (50,100 y 150 kGy)

## 4.8.1. Resistencia a la compresión

En la figura 4.11, se muestran los valores de la resistencia a la compresión de los tres diferentes tipos del compuesto polimérico:

- a) Testigo (sin fibras)
- b) Con fibras sin irradiar
- c) Con fibras irradiadas

Para los compuestos testigo (sin fibras) se tiene una resistencia a la compresión de 78.4 MPa; la cual disminuye hasta un 30 %, cuando se agregan las fibras sin irradiar a 0.1 % y 0.5 %, con valores de 54.2 y 54.8 MPa respectivamente. La disminución de la resistencia a la compresión se debe al débil enlace fibra-matriz polimérica, ya que la fibra poliéster es hidrofílica y la matriz polimérica es hidrofóbica; este débil enlace resulta en una transferencia de tensiones ineficaz hacia las fibras. También se debe a la porosidad de las fibras, los poros actúan como fallas en el compuesto polimérico durante el esfuerzo de compresión, por lo que la resistencia disminuye.



Figura 4. 11. Resistencia a la compresión de los compuestos poliméricos sin fibras y con fibras irradiadas

Para los compuestos con fibras irradiadas se observa que los valores de resistencia a la compresión se muestran de forma diferente conforme a las diferentes dosis de radiación. Los valores máximos se dan con 0.1 % de fibras irradiadas a 50 kGy y con 0.5 % de fibras irradiadas a 150 kGy. El aumento de la resistencia a la compresión se atribuye a las modificaciones de las fibras de poliéster después de ser irradiadas. El rompimiento de las cadenas poliméricas en las fibras, provoca superficies más rugosas y mayor adherencia con la matriz polimérica, y en consecuencia mayor resistencia del compuesto polimérico.

#### 4.8.2. Deformación en el punto de máximo esfuerzo

La figura 4.12 muestra la deformación de los compuestos poliméricos, obtenida del ensayo de compresión. Para los compuestos testigo (sin fibra), se obtuvo una deformación de 0.054 mm/mm. La cual aumenta para los compuestos con fibra sin irradiar, a 0.061 mm/mm para el 0.1 % de fibra y a 0.059 mm/mm con 0.5 % de fibra, esto significa un aumento entre el 9 % y el 14 %. El incremento en la deformación del deformación del poliéster, ya que estas contribuyen en la absorción del esfuerzo de compresión aplicado.



Figura 4. 12. Deformación en el punto de máximo esfuerzo de los compuestos sin fibras y con fibras sin irradiar e irradiados

En los compuestos elaborados con fibras irradiadas se presenta un comportamiento particular cuando se tiene 0.1% de fibra, ya que a 50 kGy se tiene un valor de 0.07 mm/mm, lo cual es 29 % mayor, al valor del compuesto testigo. Pero cuando se tiene 0.5 % de fibras irradiadas la deformación aumenta conforme aumenta la dosis de radiación, obteniéndose el mayor valor de 0.062 mm/mm, a 150 kGy, el cual es 14 % mayor que el valor del compuesto testigo. Este comportamiento se debe a que existe una mayor adherencia entre la fibra y la matriz polimérica dejando menos poros internos dentro del compuesto.

#### 4.8.3. Módulo de elasticidad estático

En la figura 4.13 se muestra el módulo de elasticidad estático de los compuestos poliméricos. Para el compuesto testigo (sin fibras), el módulo es de 1.96 GPa. Valor que disminuye cuando se agregan las fibras de poliéster sin irradiar, a 1.47 GPa para un porcentaje de 0.1 % de fibra, y a 1.52 GPa para 0.5 % de fibra. Lo que significa que existe entre un 22% y 25% de disminución respecto al compuesto testigo (sin fibra).



Figura 4. 13. Módulo de elasticidad estático de los compuestos poliméricos sin fibras y con agregado de fibra de 0.1 % y 0.5 % sin irradiar e irradiados

En el caso de los compuestos con fibras irradiadas los módulos de elasticidad estático más altos son para el compuesto con porcentaje de fibras de 0.1 % irradiadas a 50 y 150 kGy con valores de 1.57 y 1.54 GPa respectivamente. Por lo que existe un aumento del 7 % y 5 % en el módulo comparado al compuesto con fibras al 0.1 % sin irradiar y una disminución del 20 % y 18 % respecto al compuesto testigo. Y el más bajo es para el compuesto con porcentaje de fibra a 0.5 % a 100 kGy con 1.43 GPa. En este caso se tiene una baja del 6 % respeto al compuesto con fibras a 0.5 % sin irradiar y del 27 % respecto al compuesto testigo.

Los módulos de elasticidad estático tienen variaciones considerables debido a que las porosidades vistas en la figura 4.4 SEM, que afectan la matriz polimérica.

#### 4.8.4. Módulo de elasticidad dinámico

En la figura 4.14 se muestran los módulos de elasticidad dinámico de los compuestos poliméricos. Para los compuestos testigo (sin fibras), se tiene un valor de 11.35 GPa, el cual disminuye para los compuestos con 0.1 % de fibras sin irradiar a 8.92 GPa, pero aumenta cuando se tiene 0.5 % de fibras a un valor de 14.03 GPa. Por lo tanto, se tiene una disminución en el módulo del 21 % para compuestos con 0.1 % de fibra y un aumento del 23 % en los compuestos con 0.5 % de fibra, respecto al compuesto testigo (sin fibra). En el caso de los compuestos con fibras irradiadas, el módulo aumenta conforme aumentan ambos: el porcentaje de fibra y la dosis de radiación. Los valores se localizan entre 9.52 GPa y 14.81 GPa, es decir existe un porcentaje de diferencia del 36 %.



Figura 4. 14. Módulo de Elasticidad Dinámico de los compuestos sin fibra y con agregado de fibra de 0.1 % y 0.5 % sin irradiar e irradiados

Estos resultados son debido a la presencia de porosidad sobre la superficie de las fibras que generan pequeñas aperturas que no se llenan por completo con la resina después del proceso de mezclado. Esto promueve las fallas, haciendo que el módulo de elasticidad dinámico disminuya en los compuestos con fibras sin irradiar e irradiados, en comparación con el compuesto testigo.

## CONCLUSIONES

Se presentan las conclusiones obtenidas en la realización del presente trabajo de investigación con base en los resultados presentados:

El análisis por calorimetría diferencial de barrido (DSC), permitió determinar distintos comportamientos, con base en la liberación de energía de la reacción endotérmica. Mientras que el análisis termogravimétrico (TGA), permitió observar el cambio de masa al incrementarse la temperatura, en función de las dosis de radiación. En ambos análisis se observa la estabilidad de las fibras irradiadas, debido a que las fibras necesitan de una dosis de radiación gamma mayor para poder generar más cambios de masa y la absorción de energía. Además de que en las fibras irradiadas no hubo una disminución en las propiedades físicas en comparación con las fibras testigo (0 kGy).

El análisis de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM), permitió observar que las fibras de poliéster presentan una superficie rugosa y con varias partículas después de ser irradiadas a 50 y 100 kGy. Esto debido a la degradación efecto de la radiación gamma, ya que genero rompimiento de cadenas poliméricas, provocando formación de partículas y rugosidad.

El análisis dinámico mecánico (DMA), pudo constatar que el módulo de almacenamiento en las fibras con dosis de radiación gamma a 100 y 150 kGy aumenta. Por lo que, al someter las fibras a radiación gamma se provoca un entrecruzamiento en las cadenas poliméricas permitiendo un efecto mayor en su propiedad de almacenamiento.

Los resultados de la caracterización por espectroscopia Raman revelaron que las fibras de poliéster irradiadas a diferentes dosis, presentan bandas similares en comparación con la banda de testigo (0 kGy). En todos los casos existen cambios mínimos en la intensidad de los picos a medida que aumenta la dosis de radiación, esto es debido a que las fibras necesitan más energía de radiación ionizante para que se generen más cambios en los componentes de las fibras.

En el análisis de microscopia de fuerza atómica se observan algunas líneas de rugosidad, principalmente en las fibras de 50 kGy. Estos defectos de rugosidad son debido al efecto de la radiación gamma que provoco la degradación y rompimiento de cadenas poliméricas en las fibras poliéster.

El análisis de ángulo de contacto en las fibras de poliéster, indico la afinidad de la superficie por la solución con la que hace contacto, destacando la fibra de 100 kGy que tiene un ángulo de 27°, que la hace más hidrofílica, es decir, tiene mayor grado de mojabilidad que las demás fibras; debido a la apertura en los poros de las fibras poliéster por efecto de la radiación gamma que provoco más absorción de líquido.

La resistencia a la compresión de los compuestos poliméricos con cargas de fibras de poliéster de 0.1 % y 0.5 % sin irradiar disminuye en un 30 % comparado con el compuesto testigo (0 kGy). Estos resultados se deben a la porosidad de las fibras, los poros actúan como fallas en el compuesto polimérico durante el esfuerzo de compresión, por lo que la resistencia disminuye. En los compuestos con fibras irradiadas se observó un cambio mayor en la resistencia a la compresión en la composición de 0.1 % de fibra a 50 kGy. Aumentando ésta un 20 % respecto al compuesto con fibras sin irradiar y disminuyendo un 16 % respecto al compuesto testigo. El aumento de los resultados en los compuestos con fibras irradiadas en comparación con los compuestos con fibras no irradiadas, es debido, al rompimiento de las cadenas poliméricas en las fibras, provoca superficies más rugosas y mayor adherencia con la matriz polimérica, y en consecuencia mayor resistencia del compuesto polimérico.

En el módulo de elasticidad estático, en los compuestos de 0.1 % y 0.5 % de fibra poliéster sin irradiar mostraron una disminución en el módulo del 25 y 22 %, respecto al compuesto testigo (sin fibra). En el caso los compuestos con fibras poliéster irradiadas hay un aumento en el módulo de elasticidad estático en la composición 0.1 % a 50 kGy del 6 %, respecto, a los compuestos con el porcentaje de fibras de 0.1 % sin irradiar y una disminución en el módulo del 19 % respecto al compuesto testigo (sin fibra).
Los módulos de elasticidad estático tienen variaciones considerables debido a que las porosidades que presentan las fibras poliéster, que afectan la matriz polimérica por efecto de la radiación.

El análisis del módulo de elasticidad dinámico para los compuestos con agregado de fibra poliéster sin irradiar de 0.1 % y 0.5 %, se observa una disminución en el módulo dinámico de 21 % y 23 %, respecto al compuesto testigo (sin fibra). En los compuestos con fibras irradiadas se observa un aumento en el módulo dinámico del 10 % en los compuestos de 0.1 % a 150 kGy respecto a los compuestos sin irradiar y una disminución del 13 % respecto al compuesto testigo (sin fibras). Los diferentes resultados son debido a la presencia de rugosidad sobre la superficie de las fibras poliéster. Esto promueve las fallas, haciendo que el módulo de elasticidad dinámico disminuya en los compuestos con fibras sin irradiar y aumente en los compuestos con fibras.

Para la deformación en el punto de máximo esfuerzo, el mayor valor se obtiene para 0.1 % de fibra sin irradiar siendo este un 14 % mayor, respecto al compuesto sin fibras (testigo). En la composición de 0.1 % a 50 kGy presenta un módulo 29 % mayor que la del compuesto testigo. Este comportamiento se debe a que existe una mayor adherencia entre la fibra y la matriz polimérica dejando menos poros internos dentro del compuesto.

Como conclusión final se confirma que las fibras poliéster de desecho al ser sometidas a radiación gama, si modifica su estructura molecular, mismas que se ven reflejadas en las propiedades mecánicas al ser utilizadas en materiales compuestos de mármol triturado y resina poliéster. La radiación gamma utilizada en materiales poliméricos de desecho permitirá la elaboración de una amplia variedad de compuestos poliméricos; al mismo tiempo que permitirá reducir los niveles de contaminación generados por la industria textil.

## ANEXOS

# A1. Métodos de análisis térmico (DSC / TGA)

El análisis térmico se utiliza para determinar el cambio de las propiedades físicas en función de la temperatura y el tiempo a la que se somete la muestra. Los efectos del calor pueden producir diversos cambios en las propiedades de los materiales a estudio. Dentro del grupo de técnicas de análisis térmico se encuentran el DSC (Diferencial Scannig Calorimetry) y TG (Thermogravimetry), que se detallan a continuación.

## A.1.2. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

El fundamento de la técnica de calorimetría diferencial de barrido, (DSC por sus siglas en inglés), radica en el registro de las variaciones de flujo de calor o de la temperatura, entre una muestra de estudio y una muestra de referencia. La muestra se coloca en una cápsula igual a otra vacía que actúa como referencia y se someten al mismo programa de temperatura [1]. En la figura 1 se muestra el esquema de un equipo DSC típico.



Figura 1. Dispositivo típico de un sistema por DSC [1].

Durante el experimento se aplica el principio de balance nulo, es decir, que cualquier cambio en el valor de la entalpía que experimente la muestra, implica una adición energética, ya sea al crisol de referencia o a la muestra, con el objeto de mantenerlos a la misma temperatura. Como la energía térmica es exactamente igual en magnitud a la energía absorbida o liberada en la transición, el balance de energía proporcionará una medida calorimétrica directa de la energía de transición. Por lo tanto, la técnica de DSC mide la energía suministrada necesaria para mantener muestra y referencia a la misma temperatura. Generalmente el material de referencia es un material inerte que no experimenta ninguna transición o transformación en el intervalo de temperaturas a estudio [1].

En estos equipos se tienen dos metodologías para la realización del estudio; modo dinámico y modo isotermo. En el dinámico la muestra se somete a procesos de calentamiento o enfriamiento a velocidad constante, obteniéndose la variación del flujo de calor en función de la temperatura. Mientras que en el modo isotermo la muestra permanece a una temperatura constante durante cierto tiempo, en este caso se obtendrá la variación del flujo de calor en función del flujo.

Con esta técnica se pueden determinar calores específicos, así como puntos de ebullición, fusión, % de cristalización, % pureza de compuestos, entalpías y determinación de otras transiciones de primer y segundo orden.

#### A1.2. Presentación de resultados

Las curvas del termograma reporta información importante a cerca de las transiciones que sufren los materiales mediante la lectura de las curvas obtenidas, como se muestra en la Tabla 1.



Tabla 1. Interpretación de curvas DSC [1].

# A3. Termogravimetría (TGA)

En un análisis termogravimétrico se registran de manera continua las variaciones de la masa (pérdida o ganancia) de una muestra colocada en atmósfera controlada, en función del tiempo o de la temperatura. Como en la técnica DSC, se puede operar tanto en modo dinámico como isotermo [1]. En el modo dinámico, la temperatura de la muestra va aumentando de forma controlada (normalmente de forma lineal con el tiempo) mientras que en el modo isotermo la temperatura se mantiene constante durante todo el experimento. La representación de la masa en función del tiempo o temperatura se denomina termograma [1]. La figura 2 muestra un esquema general de TGA.



Figura 2. Esquema general de equipo TGA [1].

### A3.1. Presentación de resultados

El resultado de un análisis de TGA suele ser presentado en forma de gráfica conocida como termograma o curva termogravimétrica. La figura 3 presenta un termograma típico de los análisis de TGA, en este se presenta el porcentaje de peso de la muestra en el eje Y, que puede ser presentado en valor absoluto o en porcentaje, frente a la temperatura o al tiempo en el eje X [1].



Figura 3. Termograma típico de los ensayos de TGA [1]

## A3.2. Interpretación de curvas.

- Tipo(i): La muestra no sufre descomposición con pérdida de productos volátiles en el rango de temperatura mostrado. También puede ocurrir reacciones tipo: transición de fase, fundido, polimerización.
- Tipo(ii): Una rápida pérdida de masa inicial es característica de procesos de desorción o secado.
- Tipo(iii): Esta curva representa la descomposición de la muestra en un proceso simple.
- Tipo(iv): Se indica una descomposición multietapa con intermedios relativamente estables.
- Tipo(v): También indica una descomposición multietapa, pero los productos intermedios no son estables, y poca información se obtiene de la estequiometría de la reacción.
- Tipo(vi): Se observa una ganancia de masa como consecuencia de la reacción de la muestra con la atmósfera que la rodea.
- Tipo(vii): El producto de una reacción de oxidación se descompone a temperaturas más elevadas



Figura 4. Principales tipos de curvas termogravimétricas [1]

### A4. Análisis mecánico dinámico (DMA)

El análisis mecánico dinámico es utilizado en estudios para caracterizar el comportamiento de materiales viscoelásticos como polímeros y sus respuestas ante impulsos de tensión o deformación en tiempo y frecuencia [2].

En este tipo de ensayos, la fuerza que se aplica y la deformación que resulta varían senoidalmente con el tiempo. Con él se obtienen los módulos elásticos de tracción, flexión y cortadura (según el ensayo realizado) en función de la frecuencia y el tiempo. Al aplicar deformaciones senoidales, la tensión resultante en un material viscoelástico lineal será de forma senoidal (figura 5). Para un material elástico el desfase es de 0°, mientras que en un material viscoelástico aparece un desfase de 90° [3].



Figura. Ángulos de desfase DMA [3].

Si una deformación sinusoidal se aplica a un elemento, la deformación en cada instante viene dada por:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \operatorname{sen}\omega t$$

Donde  $\varepsilon_0$  es la deformación máxima aplicada,  $\omega$  es la frecuencia angular y t el tiempo. Puesto que el material no responde instantáneamente al nivel de la deformación aplicada, la tensión resultante se retrasa con respecto a la deformación en una cantidad que depende del comportamiento viscoelástico:

$$\sigma(t) = \sigma_0 \operatorname{sen}(\omega + \delta)$$

Donde  $\sigma_0$  es la tensión máxima y  $\delta$  el ángulo de fase. La forma matemática más cómoda de analizar las experiencias dinámicas es utilizando expresiones complejas y un módulo de elasticidad complejo (E<sup>\*</sup>), del que se estudian por separado la parte real y la parte imaginaria. Así, la tensión retardada se puede expresar como:

$$\sigma(t) = \sigma_0 \operatorname{sen} \omega t \cos\delta + \sigma_0 \cos\omega t + \operatorname{sen}\delta$$

El módulo en fase o de almacenamiento (E') y la parte imaginaria o módulo de pérdidas (E'') se expresan como:

$$E'(\omega) = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cos \delta$$
$$E''(\omega) = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \sin \delta$$

E' y E'' dependen de la frecuencia, pero no del tiempo. Ambos caracterizan la respuesta del material ante una perturbación que está continuamente cambiando de signo. E' representa la energía que el material almacena como consecuencia de la deformación, de forma reversible y recuperable. E'' representa la energía que el material disipa irreversiblemente. La deformación impuesta se convierte en el polímero en movimientos moleculares de sus cadenas, que modifican su conformación para adaptarse [5].

Este movimiento ocurre con una cierta fricción interna, por lo que parte de la energía entregada se disipa en calor y es irrecuperable. Se define asimismo el parámetro denominado factor de pérdida, que proporciona información sobre las pérdidas viscoelásticas del material [5].

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'}$$

#### A5. Angulo de contacto

Se define como ángulo de contacto, al ángulo que se forma entre una superficie sólida horizontal y la tangente de la interfaz líquido-vapor de una gota de fluido colocada encima de ella. El ángulo indica indirectamente la afinidad de la superficie por la solución con la que hace contacto. Valores de ángulo de contacto mayores a 90° indican que la superficie es hidrofóbica, mientras que los valores menores a 90° sugieren que la superficie es hidrofílica [6].

Cuando el ángulo de contacto formado en la superficie es mayor a 90° actúan predominantemente las fuerzas cohesivas en el fluido que es la atracción de moléculas de un mismo cuerpo y cuando es menor a 90° influyen las fuerzas adhesivas correspondientes a la atracción entre moléculas de cuerpos diferentes. La interacción de estas fuerzas y su efecto en el ángulo de contacto se puede ver en la Figura 6 [6].



Figura 6. Interacción de fuerzas en el ángulo de contacto [6]

La medición del ángulo de contacto se puede realizar mediante la toma de imágenes de gotas de fluidos sobre superficies. Cuando el ángulo de contacto no varía con el tiempo se denomina ángulo estático y una sola imagen basta para medirlo. En caso de que varíe con el tiempo se denomina ángulo dinámico y se necesitan una serie de imágenes consecutivas tomadas a diferentes tiempos para medirlo. El valor del ángulo de contacto de avance se obtiene agregando gotas de un volumen conocido en la superficie del líquido y se mide el ángulo para cada gota.

### A6. Espectroscopia Raman

La espectroscopía Raman es una técnica fotónica utilizada para obtener en pocos segundos información química y estructural de diversas sustancias. El análisis por espectroscopía Raman se basa en la medición de luz dispersa por un material sobre el cual se hace incidir un haz monocromático. La luz dispersa presenta cambios en la longitud de onda respecto al haz incidente dependiendo de la estructura química de la muestra. Esto también permite determinar semi cuantitativamente la cantidad de sustancia en una muestra de casi cualquier material o compuesto para su identificación, detectar vibraciones en moléculas y caracterizar fases puras y mezclas de minerales con un empaquetamiento atómico similar [7].

El análisis mediante espectroscopía Raman consiste en hacer incidir un haz de luz monocromática de frecuencia v sobre una muestra cuyas características moleculares se desean determinar [7]. Los fotones del haz incidente pueden experimentar los siguientes efectos:

- Colisiones elásticas: con los átomos de la muestra, prácticamente sin pérdida de energía y conservando la misma frecuencia con la que incidieron generando la llamada dispersión Rayleigh (figura 7) la cual, no aporta ninguna información sobre la composición de la muestra debido a que las moléculas vuelven al mismo nivel de energía que tenían antes del choque como se muestra en la gráfica de la figura 8.
- Colisiones inelásticas: con los átomos de la muestra en donde se presentan transferencia de energía que modifican la frecuencia de los fotones dispersados que forman la llamada dispersión Raman la cual contiene información sobre la composición y estructura de la muestra debido a que las moléculas son excitadas a un estado vibracional distintos del que tenían antes del choque (figura 8) en dos formas posibles:
  - a) El fotón incidente transmite energía a la molécula con la que choca, (dispersión Stokes), induciendo vibraciones moleculares, y disminuyendo su frecuencia (figura 7) por la pérdida de energía al chocar.

 b) El fotón absorbe energía al chocar con moléculas excitadas, (dispersión anti – Stokes) aumentando su frecuencia al ganar energía (figura 7) durante el choque [8].



Figura 7. Representación esquemática de los tres tipos de dispersión de luz [8]



Figura 8. Procesos de dispersión Rayleigh y Raman [8].

Los iones y átomos enlazados químicamente para formar moléculas y redes cristalinas, están sometidos a constantes movimientos vibracionales y rotacionales; estas oscilaciones se realizan a frecuencias bien determinadas en función de la masa de las partículas que intervienen y del comportamiento dinámico de los enlaces existentes. A cada uno de los movimientos vibracionales y rotacionales de la molécula le corresponderá un valor determinado de la energía molecular [9] [10].

## A7. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido es utilizada en el estudio y análisis de las características micro-estructurales de objetos sólidos. La microscopía electrónica debe trabajar en un sistema de vacío tal que permita el viaje del haz de electrones a través de la columna [11]. Las interacciones del haz de electrones en la muestra (Figura 9) pueden dar información sobre la composición del espécimen, topografía, cristalografía, potencial eléctrico, campo magnético local, etc.



Figura 9. Interacción del haz de electrones con la muestra [11]

La imagen topográfica es una contribución principalmente de los electrones secundarios los cuales cuentan con una energía menor a 50 eV [35] La señal de electrones retrodispersos (BSE) son una respuesta a dispersiones elásticas. Una fracción de ellos al incidir en una superficie plana son expulsados a través de la misma superficie por la que penetraron.

Los electrones BSE responden a la composición elemental de la muestra (contraste por número atómico), superficial local de diversos ángulos (topografía o contraste de la forma), cristalografía (conducción de electrones), y campos magnéticos internos (contraste magnético) [12,13]. Durante la dispersión inelástica del haz de electrones, los rayos X pueden estar presentes por dos procesos distintos: a) proceso continuo de R-X o y b) procesos de ionización de las capas internas.

Los niveles de energía de las capas varían en una forma discreta respecto al número atómico. Los electrones Auger son parte de la emisión del espectro de los electrones secundarios. Cuando la capa interna de un átomo es ionizada, la siguiente capa de transición baja su excitación emitiendo un rayo X característico o provoca la salida de otro electrón de una capa más externa, éste será designado como un electrón Auger [13,14].

## A8. El microscopio de fuerza atómica (AFM)

Esta técnica permite la obtención de imágenes tridimensionales de la superficie de muestras tanto conductoras como aislantes [15]. Los microscopios de fuerza atómica analizan la superficie de la muestra con una punta muy aguda (de un par de micras de largo y menor de 10nm de diámetro), esta punta está localizada en el extremo de un cantilever de 100 a 200 micras de largo. En la figura 10 se muestra el diagrama de funcionamiento [16].



Figura 10. Diagrama de un microscopio de fuerza atómica [16].

Las fuerzas entre la superficie de la muestra y la punta ocasionan que el cantilever se doble y un detector mide esta flexión a medida que la punta se barre sobre la muestra (figura 11). De las deflexiones medidas del cantilever y mediante el uso de una computadora, se genera un mapa de la topografía superficial.



Figura 11. Esquema de la Representación del Microscopio de Fuerza Atómica [16]

Normalmente en el AFM muchas fuerzas contribuyen a la deflexión del cantilever, pero, la que comúnmente se asocia es la fuerza interatómica de Van der Waals. La dependencia de esta fuerza con la distancia entre la punta y la muestra se ilustra en la figura 12, en la cual aparecen tres modos de barrido;

- Modo de contacto: la punta puede ser llevada lo suficientemente cercana de la superficie de la muestra para que esté en contacto directo con ella.
- Modo de no contacto: la punta se encuentra oscilando a una distancia finita (unos nanómetros) de la superficie de la muestra.
- Modo intermitente: en la cual la punta oscila a una alta frecuencia que barre la superficie de la muestra. La oscilación amplifica los cambios en la superficie y esta señal es utilizada para crear las imágenes.



Figura 12. Gráfica que muestra la relación de la fuerza de Van der Waals contra la separación punta muestra durante un barrido de AFM [16].

La dependencia de la curva de fuerza de Van der Waals (figura 12) es muy pronunciada en el modo de contacto o en la región de contacto; como resultado ésta equilibra casi cualquier fuerza que intente acercar más a los átomos. La interpretación de resolución atómica de las imágenes de AFM depende críticamente de los detalles de la interacción de la punta-muestra. Idealmente la interacción entre la punta y la muestra se lleva a cabo vía un solo átomo al final de la punta [16].

#### A9. Resistencia a la compresión

Las propiedades mecánicas de los materiales sólidos usados en los diseños de ingeniería se determinan mediante pruebas destructivas; esto quiere decir que las muestras se someten a la acción de un tipo de fuerza hasta que se fracturan y esto da lugar al término propiedad mecánica, que son las propiedades más importantes cuando se seleccionan los materiales, donde la función principal de las piezas es soportar fuerza. Estas propiedades incluyen el módulo de elasticidad, ductilidad, dureza y varias medidas de resistencia.

Cuando un material se somete a una fuerza de tensión uniaxial, se puede o no producir una deformación. Si el material vuelve a sus dimensiones originales cuando se deja de aplicar la fuerza se dice que el material ha sufrido una deformación elástica. Si el material es deformado hasta el punto que no se pueden recuperar sus posiciones originales, se dice que ha experimentado una deformación plástica [17].

La constante de proporcionalidad depende del material deformado y de la naturaleza de la deformación. A esta constante se le conoce como Módulo de Elasticidad, definido por:

$$Modulo \ Elástico = \frac{Esfuerzo}{Deformacion \ longitudinal}$$
(1)

El esfuerzo se define como la razón de la fuerza externa (F) y área de la sección transversal (A), y la deformación como la razón de cambio en la longitud ( $\Delta$ L) y la longitud inicial (L1). Entonces el Módulo de Young ( $\gamma$ ) se define como:

$$\gamma = \frac{\frac{F}{A}}{\frac{\Delta L}{L_1}} \tag{2}$$

74

Las ecuaciones (2) y (3) se utilizan para calcular el esfuerzo de compresión ( $\sigma$ ) y la deformación ( $\epsilon$ ) respectivamente.

$$\sigma = \frac{F}{A} \tag{3}$$

$$\epsilon = \frac{l_{i-} l_0}{l_0} \tag{4}$$

Debido a que la deformación es una cantidad adimensional, entonces el Módulo de Young tiene unidades de fuerza por unidades de área. Si se aplica un esfuerzo lo suficientemente grande, es posible exceder el límite elástico. Cuando el esfuerzo excede el límite elástico, el cuerpo se deforma permanentemente y no regresará a su forma original después de quitar el esfuerzo [18]. El material se deforma hasta un máximo, denominado punto de ruptura. Entre el límite elástico y el punto de ruptura tiene lugar la deformación plástica. La figura 13 muestra el comportamiento de un material plástico y elástico.





Un material es dúctil si soporta una gran deformación plástica. Un material es frágil cuando el punto de ruptura ocurre poco después del límite elástico [18].

La figura 14 muestra el diagrama esfuerzo vs deformación se presentan las siguientes zonas:



Figura 14. Curva de esfuerzo vs deformación [18].

- El límite de proporcionalidad: corresponde al máximo esfuerzo aplicado hasta que la deformación deja de ser lineal al esfuerzo, indicada en la figura 14 por la ordenada del punto P.
- El límite elástico: se conoce como el esfuerzo máximo para el que no existe deformación permanente en un material, este valor corresponde a la ordenada de un punto que es casi coincidente con P, dado que para muchos materiales estos dos valores son casi idénticos, el límite de proporcionalidad y el de elasticidad se consideran sinónimos. Cuando estos valores son apreciablemente diferentes, con frecuencia el límite elástico es mayor al de proporcionalidad.
- La zona elástica: es aquella área de la curva que va desde el origen hasta el límite de proporcionalidad, indicada en el grafico como zona sombreada. La pendiente de la línea en esta región, se denomina el módulo de elasticidad.
- La zona plástica: es aquella área de la curva que va desde el límite de proporcionalidad hasta el punto de ruptura.
- La resistencia de ruptura corresponde al esfuerzo en el que el material se fractura, indicado en el grafico por la ordenada del punto R [19].

### **BIBLIOGRAFÍA**

- [1] Celis, D., (2017, diciembre). Retos del plástico para 2017. Asociación nacional de Industrias del plástico, A.C. (ANIPAC). Recuperado el 15 de agosto del 2017, de <u>http://anipac.org.mx/2016/12/16/retos-del-plastico-para-2017/</u>.
- [2] Semarnat. (2014, Octubre). Medio ambiente en México 2013 2014. México: Secretaria de Medio Ambiente y Recursos Naturales. Recuperado el 18 de octubre del 2017, de: <u>http://apps1.semarnat.gob.mx/dgeia/informe\_resumen14/07\_residuos/7\_1\_1.ht</u> <u>ml.</u>
- [3] Anipac (2016, Febrero). Industria del plástico y la sustentabilidad. México: Asociación Nacional de Industrias del Plástico. Consultado el 24 de agosto de 2017, de: <u>http://anipac.org.mx</u>
- [4] Povolo,F., Hermida, E., & Gómez, A. (2000). Tracción de películas de polipropileno-etileno (PEP) irradiado en un reactor experimental. *Jornadas SAM* 2000 – IV. Coloquio Latinoamericano de Fractura y Fatiga (pp. 995-1000).
- [5] Kumar, V., Ali, Y., Sonkawade, R., & Dhaliwal, A. (2012). Effect of gamma irradiation on the properties of plastic bottle sheet. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 287, 10-14. htp://dx. doi.org/10.1016/j.nimb.2012.07.007.
- [6] Debasree, P., Subrata, D., Sardar, S., & Mubarak, K. (2014). Improvement of Physico-Mechanical Properties of Polyethylene Terephthalate Felt -Polypropylene Composites: Effect of Gamma Radiation.
- [7] Martínez, G., Giraldo, L., López, L. & Brostow, W. (2008). *Effects of gamma radiation on fiber-reinforced polymer concrete*, Polym. Compos. Doi: 1244-1251.
- [8] Ramtec Perfiles. (2018, Febrero). Polímeros sintéticos y naturales. Consulta: 04 de enero del 2018, de: <u>https://perfilesplasticos.wordpress.com/2012/06/01/polimeros-sinteticos-y-naturales/</u>.

- [9] Pérez, A., (2017, Abril). Polimerización y polímeros de condensación. La guía química. México. Consulta: 15 de Noviembre- 2017, de: <u>https://quimica.laguia2000.com/conceptos-basicos/polimerizacion-polimerosde-condensacion</u>.
- [10] Hermida, E. (2011). Guía didáctica de polímeros. Ministerio de educación. Instituto Nacional de Educación Tecnológica. (pp. 14 - 15).
- [11] Seymour, R., Carraher, C. (2002), *Introducción a la química de los polímeros*.Barcelona: Reverté.
- [12] Iriberri. S., Matinés, R., (2010). *Texto del estudiante*, química. Santiago de Chile, Cuarta edición, (pp. 11-13).
- [13] Castañeda, M. and Morugán, F. (2001). Grandes avances de la ciencia y la tecnológica. Madrid, España: Ministerio de educación, cultura y deporte.
- [14] Pérez, A., (2017, Abril). Polimerización y polímeros de condensación. La guía química. México. Consulta: 15 de Noviembre- 2017, de: <u>https://quimica.laguia2000.com/conceptos-basicos/polimerizacion-polimerosde-condensacion</u>.
- [15] Peacock, A., and Calhoun, A. (2006). *Polymer Chemestry- Properties and Applications. Hansser Publishers,* pp. 353-364.
- [16] Cabanes, A. (2012) Hilatura del algodón Proyecto mejora de las economías.Volumen 1, pp. 21-23.
- [17] Tienda del artista. (2016, abril). Consultado el 20 de diciembre del 2017 de: <u>http://www.tiendadelartista.com/Textura-Fina-Ref-100</u>.
- [18] Roberts, S., (1982). United States Patent 4.347.206. Washington, DC. Patent Method of extruding polypropylene yarn.
- [19] Guetermann.com, "A&E Gütermann Hersteller von Premium-Nähfäden", (2018). Consultado el 4 de diciembre del 2018, de: <u>https://www.guetermann.com/de</u>.

- [20] Siegle, L. (2011), To Die For: Is Fashion Wearing Out the World?, Fourth Estate 978-0007264094.
- [21] PCI Wood Mackenzie, (Marzo de 2017). Consultado en septiembre del 2017, de: <u>https://www.pciwoodmac.com/2016/08/</u>.
- [22] Semarnat, (2017) Residuos, Apps1.semarnat.gob.mx, Recuperado el 4 de enero del 2018, de: <u>http://apps1.semarnat.gob.mx/dgeia/informe12/pdf/Cap7\_residuos.pdf</u>.
- [23] Reichmanis, E., Frank, C., O'Donnell, J., and Hill, D. (1993). Radiation Effects on Polymeric Materials. *Irradiation of Polymeric Materials*. doi: 10.1021/bk-1993-0527.ch001.
- [24] López, M. (2016). Modificación fisicoquímica mediante radiación gamma de los materiales de reciclo provenientes de envases tetra pak y su reuso en concreto polimérico. Tesis doctoral. Universidad Autónoma del Estado de México. Facultad de Química.
- [25] Bolt, O. G., Carroll., G. (1993). Radiation Effects on Organic Materials. Editorial Academic Press Inc. EEUU.
- [26] Aguiar, H., 1998, Métodos de ensayo no destructivos, Instituto Nacional de Tecnología Aeroespacial. Madrid 4<sup>a</sup>. Edición, pp. 98.
- [27] Wündrich, K. (1977). A review of radiation resistance for plastic and elastomeric materials. *Radiation Physics and Chemistry.* Vol. 24, no. 5-6, pp. 503-510.
- [28] Buttafava, A., Consolat, G., Di Landro, L., and Mariani, M. (2002). Irradiation gamma effects on polyethylene terephthalate studied by positron annihilation lifetime spectroscopy. *Polymer*. Vol. 43, no. 26, pp. 7477-7481, 2002.
- [29] Silva, D.A., Betioli, A.M., Gleize, P.J.P, Roman, H.R., Gómez, L.A., & Ribeiro, J.L.D. (2005). Degradation of recycled PET fybers in Portland cement-based materials. *Cement and Concrete Research.* Vol. 35, pp 1741-1746, doi: htp://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.10.040.

- [30] Fot, D. (2011). Preliminary analysis of concrete reinforced with waste bottles PET fibers. Construction and Building Materials, Vol 25, pp 1906-1915, doi: htp://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.11.066.
- [31] Tóth, K., Czvikovszky, T., & Abd-Elhamid, M. (2004). Radiaton-assisted PET recycling using glass fiber reinforcement and reactve additves. *Radiation Physics and Chemistry.* Vol. 2, pp. 143-147, doi: htp://dx.doi.org/10.1016/S0969-806X(03)00447-X.
- [32] Razek, T., Said, H., Khafaga, M. &, Naggar. A. (2010). Effect of gamma irradiation on the thermal and dyeing properties of blends based on waste poly(ethylene terephthalate)blends. *Journal of Applied Polymer Science*. Vol. 6, pp. 3482-3490.
- [33] Tawfk, M.E., & Eskander, S.B. (2006). Polymer Concrete from Marble Wastes and Recycled Poly(ethyleneterephtalate). *Journal of Elastomers and Plastics*, pp. 65-79, doi: htp://dx.doi.org/10.1177/0095244306055569.
- [34] Byung-Wan, J., Ghi-Ho, T., & Chang-Hyun, K. (2007). Uniaxial creep behavior and predicton of recycled-PET polymer concrete. *Construction and Building Materials.* Vol. 21, pp. 1552-1559. htp://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.10.003.
- [34] Hoja de seguridad glicerina. (2007). Consultado el 12 de abril del 2018, de <u>http://iio.ens.uabc.mx/hojas-seguridad/glicerol.pdf</u>.

## **BIBLIOGRAFÍA ANEXOS**

- [1] Skoog, N. (2001). Principios de Análisis Instrumental. España Madrid, Editorial: lamosa
- [2] Análisis mecánico diferencial. (2016). Consultado el 15 Abril 2018, de: https://es.wikipedia.org/wiki/An%C3%A1lisis\_mec%C3%A1nico\_diferencial
- [3] Ferry J., (1980). Viscoelastic Properties of Polymers. USA. 3era edición.
- [4] Nielsen L. E., and Landel R. F. (1994), Mechanical properties of polymers and composites. Marcel Dekker, New York, 2da edición.
- [5] Pelletier M. J. (1999). Analytical applications of Raman spectroscopy. Blackwell Science.
- [6] Rodríguez A., García, C. (2010). Estudio del ángulo de contacto y de la mojabilidad a alta temperatura de fases líquidas en la sinterización de metales.México. Pp. 11-14-
- [7] Diem M. (1994). Introduction to Modern Vibrational Spectroscopy, Wiley Interscience.
- [8] Saleh B., A., Teich M., C. (1991) Fundamental of photonics" U. S. edit: Goodman J. W.
- [9] Moreno S., Yúfera J. M., Manzaneda M. J., Soneira M. J., Morillo P., Jawhari T. (1996). La Ciencia al Servicio del Arte. La Espectroscopia Raman Aplicada a la Identificación de Pigmentos", Mundo electrónico, pp. 165.
- [10] Nixon, W. (1971). The General Principles of Scanning Electron Microscopy. Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series B, Biological Sciences, 261 (837), pp. 45-50.
- [11] Voutou B., Stefanaki E. (2008). Electron Microscopy: The basics, *Physics of Advanced Materials* 29 pp.234-245.
- [12] Von Heimendahl M. y Bell W., Thomas G. (1964). Applications of Kikuchi line Analyses in Electron Microscopy, J. Appl. Phys. 35. Pp.3614-3700.

[13] http://www.microscopy.ethz.ch/lens.htm consultado el 15 julio 2012.

- [14] Prater, C. B. (1994). Vibrating Probe (AC) methods in atomic force microscopy, Atomic Force Microscopy/Scanning Tunneling Microscope, Edited by S.H. Cohen et al., Plenum Press, New York.
- [15] García, S. Caracterización Morfológica de Películas de GaAs(N) por Microscopía de Fuerza Atómica, Tesis de Maestría. IIM-UNAM, 2004.
- [16] Kempa, K., Kimball, B., Rybczynski, J., Huang, Z., Wu, P., & Steeves, D. et al.
  (2003). Photonic Crystals Based on Periodic Arrays of Aligned Carbon Nanotubes. *Nano Letters*, 3(1), 13-18. http://dx.doi.org/10.1021/nl0258271
- [17] Boynard C. A., Monteiro S.E. y D'Almeida R. M. (2003), Aspects of Alkali Treatment of Sponge Gourd (Luffa Cylindrica) Fibers on the Flexural Properties of Polyester Matrix Composites, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 87, No. 12, pp. 1927-1932.
- [18] Yañez, E. (2018). Propiedades mecánicas de la materia. Issuu. Retrieved 18 April, 2018, from, https://issuu.com/ernestoyanezrivera/docs/26\_propiedades\_mecanicas\_de\_la\_ materia.
- [19] Newell, J. (2011). 'Ciencia de materiales'. México, D.F.: Editorial Alfaomega, 1<sup>a</sup>Edición, pp. 85-89.