I.- RESULTADOS Y DISCUSIONES

5.1 Caracterización del HDPE

5.1.1 Análisis de espectroscopía infrarroja.

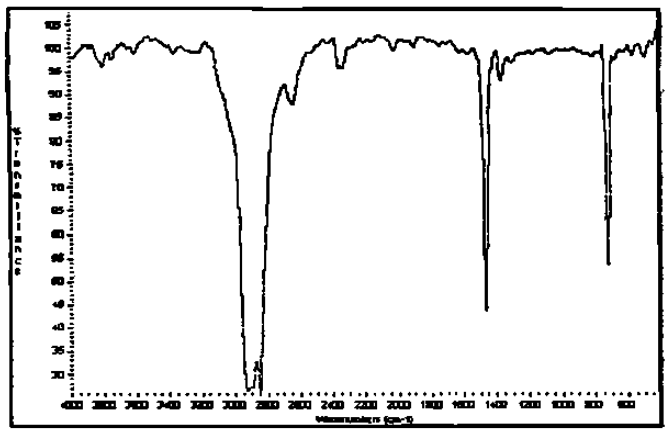

Figura 25. Espectro de infrarrojo obtenido para el HDPE virgen.

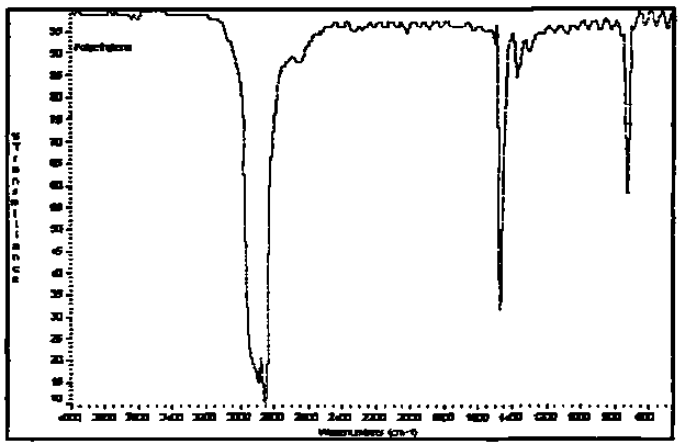

Figura 26. Espectro de infrarrojo reportado para un tipo de polietileno[44].

La figura 25 presenta el espectro infrarrojo del HDPE utilizado, donde se observan las bandas características de los grupos CH_2 alrededor de 1460 cm^{-1}, los grupos CH_2 de cadena larga en 720 cm^{-1}, así como las bandas de los grupos CH_3 cerca de 1377 cm^{-1}.

Este espectro coincide con el reportado en la literatura [44] (figura 26), con lo que se asegura que se trabajó con la estructura del material propuesto.

La primera interrogante que se planteó en este trabajo fue: ¿Hasta qué temperatura puede ser utilizado el HDPE, considerando las altas temperaturas del equipo de mezclado y su Tm muy baja?.

Para comprobar que no ocurren cambios de importancia en la estructura del HDPE al ser sometido a las altas temperaturas de mezclado (270 °C), se realizó un análisis de espectroscopía de infrarrojo de estas muestras para determinar la degradación oxidativa por medio del índice de carbonilo. La figura 27 compara los espectros del HDPE virgen con el HDPE sometido a las mismas condiciones que las mezclas, viendo que no existe ninguna diferencia significativa en la estructura del HDPE mezclado a 270 °C con respecto al material virgen porque el índice de carbonilo del HDPE procesado a altas temperaturas es mínimo (0.036). Dicho índice se obtiene por la siguiente relación:

$$I.C. = A_{1719cm-1} / A_{720cm-1} \qquad [9]$$

Donde $A_{1719cm-1}$ representa la absorbancia del grupo carbonilo debida a la oxidación y $A_{720cm-1}$ representa la absorbancia de los grupos CH_2de cadena larga.

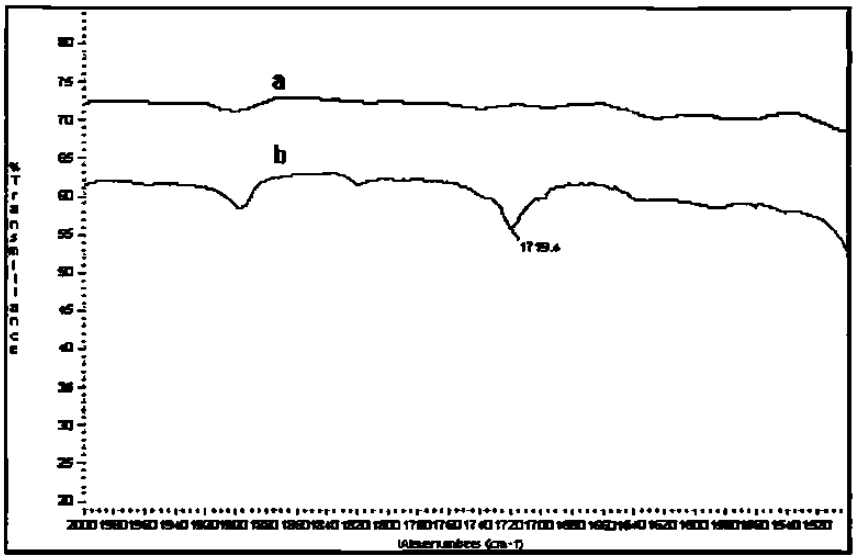

Figura 27. Espectro de IR del HDPE virgen (a) y el espectro de IR del HDPE mezclado a 270 °C (b) en la región de 1500 cm^{-1} a 2000 cm^{-1}.

5.1.2 Peso molecular

Uno de los métodos para caracterizar polímeros es el método de Cromatografía de Permeación en Gel, con el cual se puede calcular el peso molecular; en este trabajo se utilizó un equipo con una columna adecuada para la determinación del peso molecular del HDPE. La figura 28 presenta el cromatograma obtenido por esta técnica.

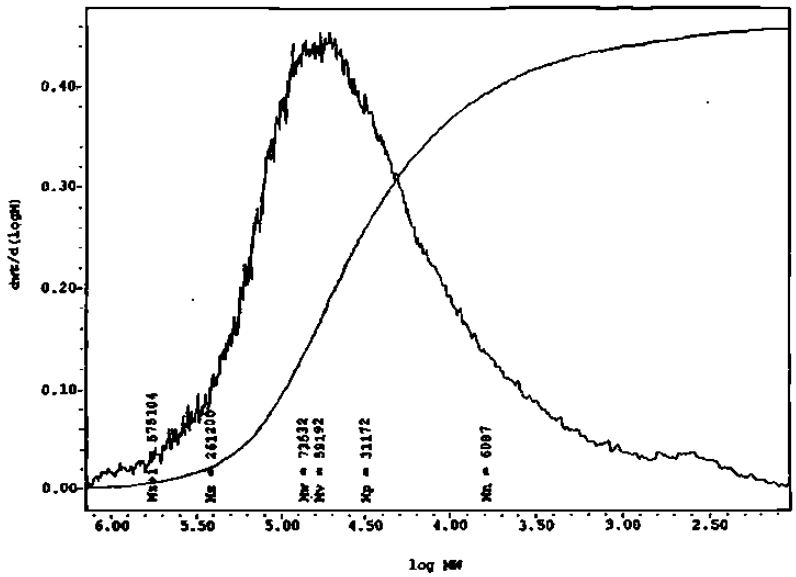

Figura 28. Cromatograma obtenido para el HDPE virgen.

Los valores determinados utilizando esta técnica se reportan en la tabla 9:

Tabla 9. Valores obtenidos mediante GPC para el HDPE virgen.

Mn	Mw	MWD	Xn
6087	73532	12.08	217.39

5.1.3 Calorimetría diferencial de barrido.

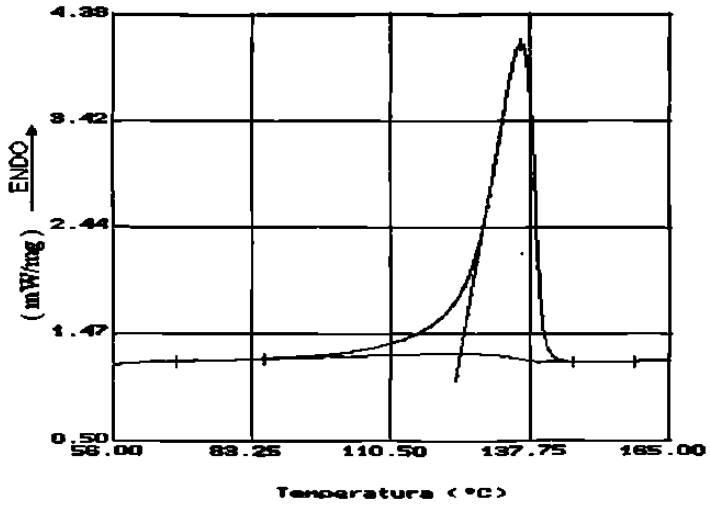

Figura 29. Termograma de DSC obtenido para el HDPE virgen.

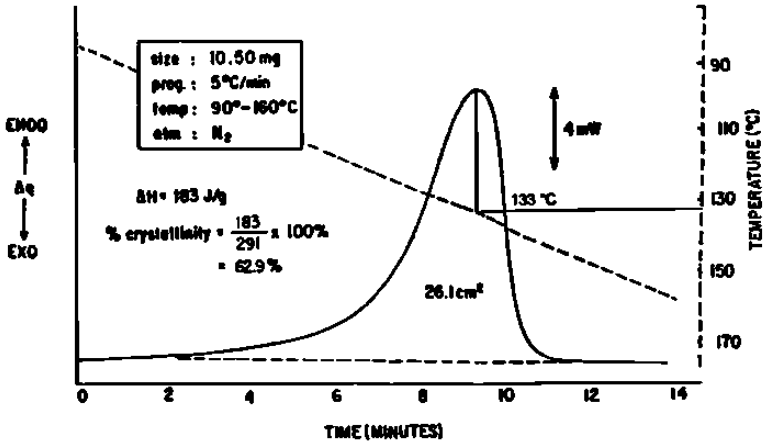

Figura 30. Termograma de DSC reportado para el HDPE[45].

La figura 29 presenta la curva calorimétrica del HDPE utilizado obtenida por DSC y de ésta se obtienen los valores reportados en la tabla 10. Como se puede apreciar, este termograma coincide con el reportado en la literatura[45] (figura 30). La entalpía de fusión al equilibrio del polietileno se encuentra reportada como de 291 J/gr[19,34,45].

Tabla 10. Propiedades térmicas del HDPE utilizado.

	Tm (°C)	ΔH_f (J/gr)	(1-λ) (%)
Experimental	132.28	182.26	62.63
Literatura	133.00	183.00	62.90

5.2 Caracterización del PET.

5.2.1 Análisis de espectroscopía infrarroja.

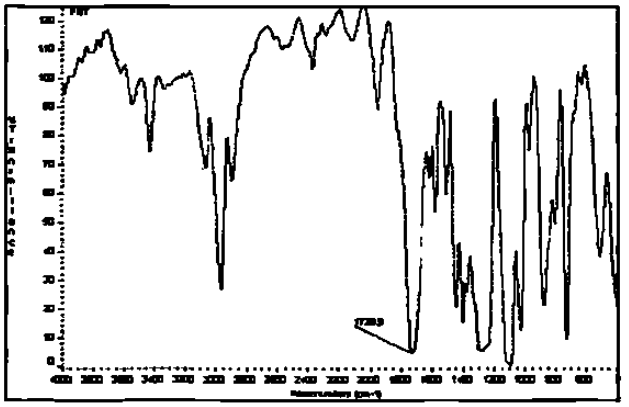

Figura 31. Espectro de infrarrojo obtenido para el PET.

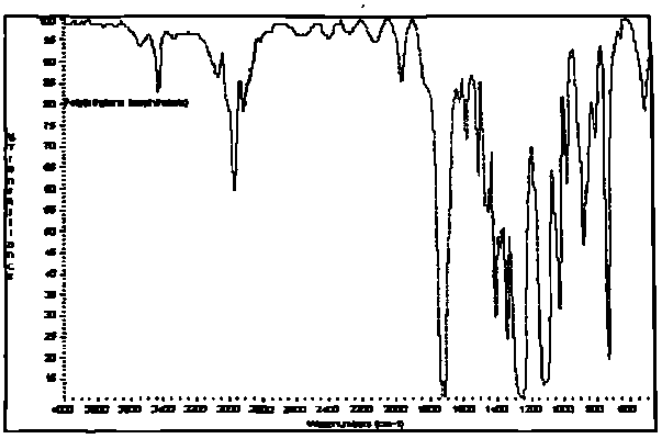

Figura 32. Espectro de infrarrojo reportado para el PET[46].

En la figura 31 se observa el espectro del PET utilizado; las bandas características[47,48] se encuentran en el intervalo de 3100 cm^{-1} a 2900 cm^{-1} y están asociadas al estiramiento del enlace C-H; la banda en 3430 cm^{-1} corresponde a un sobretono del estiramiento del grupo éster; la banda en 1730 cm^{-1} correspondiente al estiramiento C=O; la banda en 1280 cm^{-1} al estiramiento C-C(=O)-O y la banda en 1125 cm^{-1} al estiramiento O-C-C.

La figura 32 presenta un espectro de infrarrojo reportado en la literatura del PET[46], el cual coincide con el utilizado en este trabajo, con lo que también se asegura que se trabajó con el PET propuesto.

5.2.2 Peso molecular.

Existen varios métodos para determinar el peso molecular del PET, tales como la titulación de grupos terminales[49], viscosimetría[50,51] y Cromatografía de Permeación en Gel[52] entre otros. En este trabajo se utilizó esta última técnica. La figura 33 presenta el cromatograma obtenido.

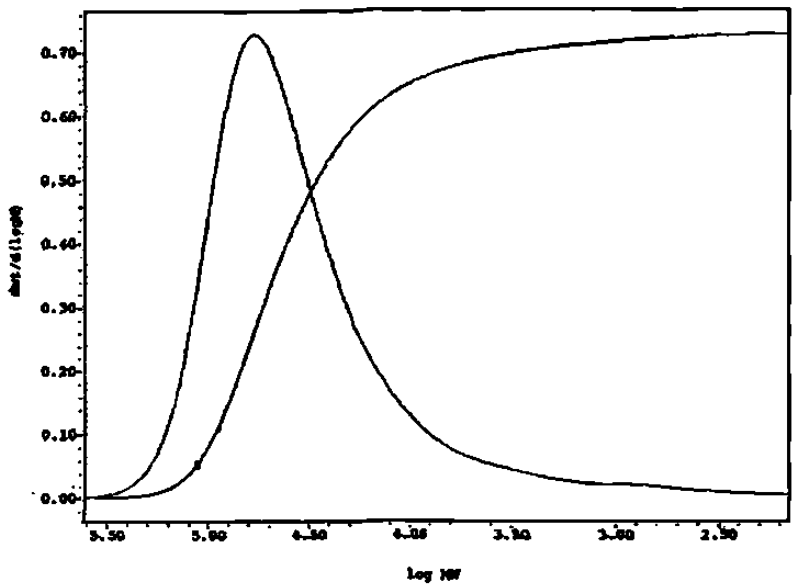

Figura 33. Cromatograma del PET virgen.

Los valores de peso molecular determinados por medio de esta técnica se dan en la tabla siguiente:

Tabla 11. Valores obtenidos mediante GPC para el PET.

Mn	Mw	MWD	Xn
14155	69039	4.88	73.72

5.2.3 Calorimetría Diferencial de Barrido.

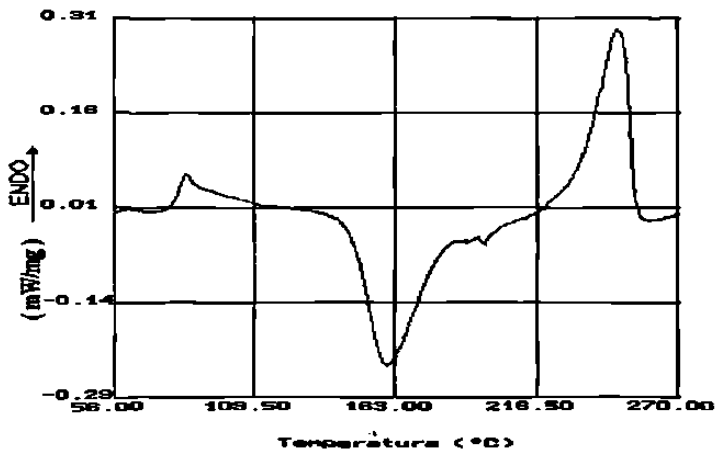

Figura 34. Termograma de DSC del PET utilizado.

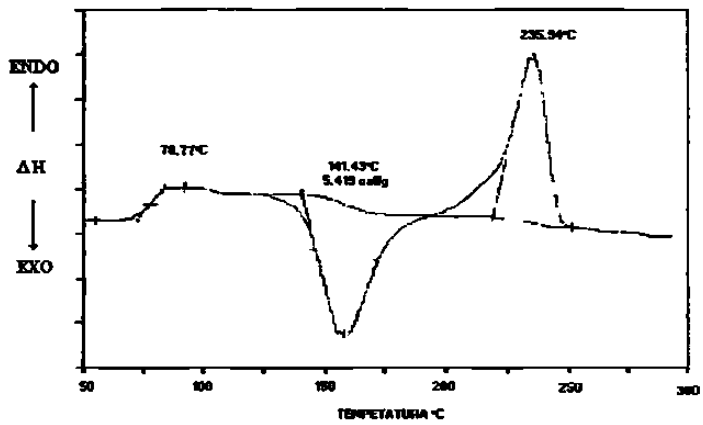

Figura 35. Termograma de DSC reportado para el PET[14].

La figura 34 presenta la curva calorimétrica del PET virgen obtenida por DSC, y de ésta podemos determinar la temperatura de transición vítrea (Tg), temperatura de cristalización (Tc) y la temperatura de fusión (Tm), las cuales se presentan en la siguiente tabla.

Tabla 12 Transiciones térmicas obtenidas para el PET virgen.

	Tg (°C)	Tc (°C)	Tm (°C)	ΔH_f (J/gr)	(1-λ) (%)
Experimental	79.96	159.42	246.25	33.61 J/g	28.01
Literatura	78.77	155.68	235.00	...	...

La figura 35 representa un termograma de un tipo de PET[14], el cual coincide en buena medida con el utilizado en este trabajo. La entalpía de fusión para un PET 100% cristalino está reportada como de 120 J/gr[53-55].

5.3 Caracterización del ionómero

5.3.1 Análisis de espectroscopia infrarroja.

La figura 36 presenta el espectro infrarrojo del ionómero utilizado, donde se observa la banda característica de los grupos CH_2 alrededor de 1460 cm^{-1}, los grupos CH_2 de cadena larga en 720 cm^{-1}, la banda de los grupos CH_3 cerca de 1377 cm^{-1}, la banda ancha del estiramiento O-H entre 2850 y 2970 cm^{-1}, la banda de los grupos carbonilo en 1700 cm^{-1}, la banda de los iones carboxilatos en 1575, la banda del estiramiento C-O en 1260 cm^{-1} y la banda de flexión fuera de plano de los enlaces 0-H en 930 cm^{-1}.

Este espectro coincide con el reportado en la literatura[44] (figura 37) corroborando que se trabajó con el ionómero basado en etileno-ácido metacrílico.

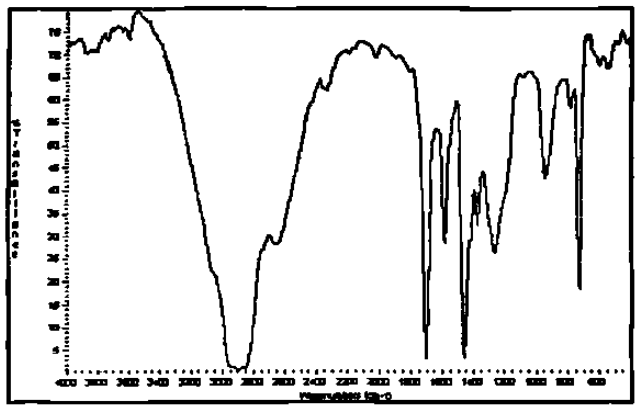

Figura 36. Espectro de infrarrojo obtenido para el ionómero virgen.

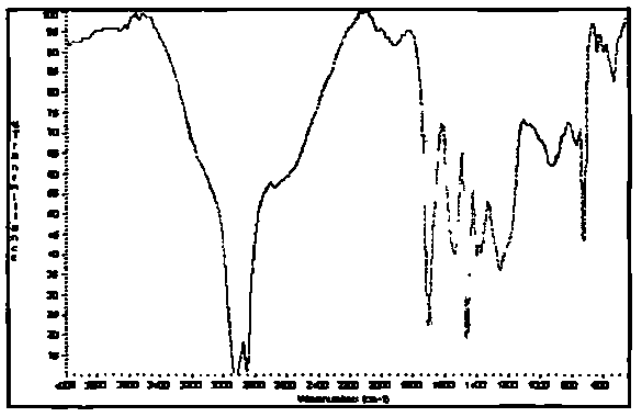

Figura 37. Espectro de infrarrojo reportado para un ionómero basado en etileno-ácido metacrílico[44].

5.3.2 Calorimetría diferencial de barrido.

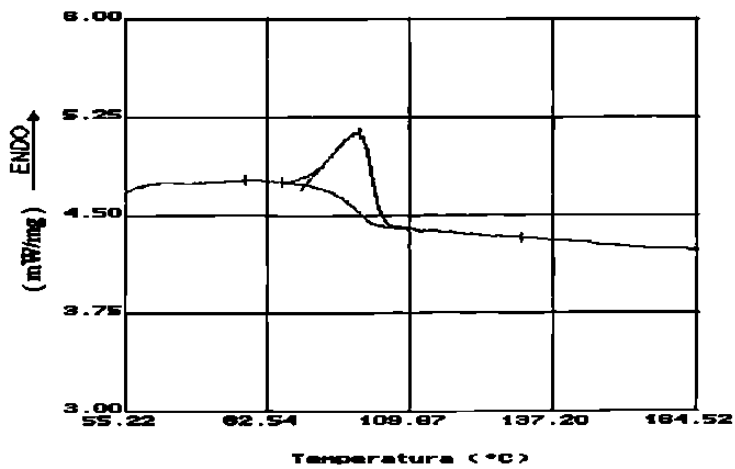

Figura 38. Termograma de DSC obtenido para el ionómero utilizado.

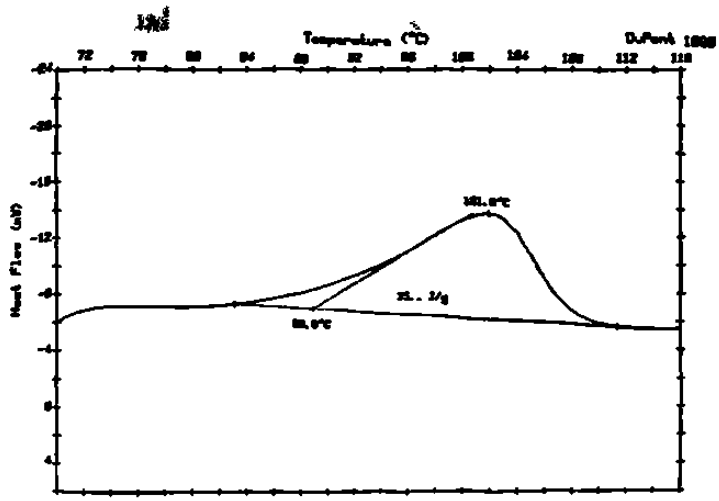

Figura 39. Termograma de DSC reportado para un copolímero de etileno-ácido metacrílico[35].

La figura 38 presenta la curva calorimétrica del ionómero utilizado obtenida por DSC donde solamente se reporta la temperatura de fusión.

Tabla 13. Temperatura de fusión del ionómero utilizado.

Tm obtenida (°C)	Tm espec. por el proveedor (°C)
100	100

Como se puede apreciar, el termograma del ionómero utilizado coincide con el reportado en la literatura[35] (figura 39).

5.3.3 Cantidad de ácido metacrílico en el compatibilizador

Tabla 14. Cantidad de ácido metacrílico y parámetros utilizados para determinarlo.

N KOH	ml KOH utilizados	grs. de polímero utilizados	Número ácido	ac. metacrílico (MAA) obtenido (%)
0.0199	28.10	0.7422	42.27	6.49

5.4. Calorimetría Diferencial de Barrido de las mezclas

Debido a que tiende a adherirse material en los rotores y en las paredes de la cámara de mezclado (alrededor de 5%), se procedió a realizar pruebas de tipo cuantitativo por medio de análisis calorimétrico diferencial para comprobar que las mezclas utilizadas tenían las composiciones aproximadas que se proponen. La figura 40 muestra los termogramas de las mezclas PET/HDPE sin compatibilizador. Se observa que conforme aumenta el contenido de HDPE en las mezclas se tiene una mayor entalpía de fusión.

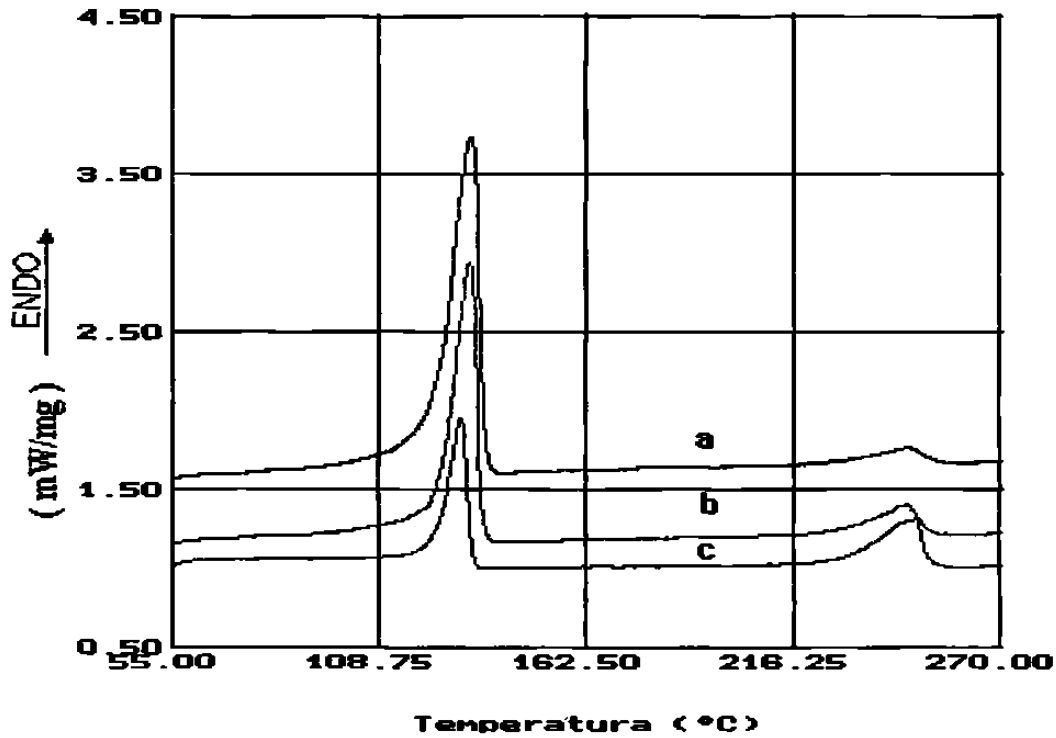

Figura 40. Termogramas de las mezclas PET/HDPE; 25/75 (a), 50/50 (b) y 75/25 (c).

Una manera sencilla de realizar el análisis cuantitativo, consiste en relacionar la entalpía de fusión que presenta el HDPE en las mezclas, con la entalpía de fusión que presenta el HDPE virgen. El contenido del PET se obtiene restando al total de la mezcla (100%) el contenido de HDPE.

Lo antes expuesto conduce a la siguiente ecuación:

% de HDPE = ΔH_f del HDPE en la mezcla sin comp. * 100 / ΔH_f del HDPE virgen [10]

Tabla 15. Resultados del análisis cuantitativo de las mezclas sin compatibilizador

% de HDPE antes del mezclado	% de PET antes del mezclado	ΔH_f HDPE (J/gr)	% de HDPE después del mezclado (DSC)	% de PET después del mezclado (DSC)
25	75	40.96	22.47	77.53
50	50	89.15	48.91	51.09
75	25	129.97	71.31	28.69
100	0	182.26	...	...

Como se puede apreciar en la tabla 15, los porcentajes antes y después del mezclado son similares, con lo que se asegura que se trabajó con composiciones muy cercanas a las propuestas. No se reportó el porcentaje de los componentes en las mezclas compatibilizadas debido a que en algunos casos se observó una disminución de la cristalinidad.

En las figuras 41, 42 y 43 se presentan comparaciones de los termogramas de las mezclas compatibilizadas y sin compatibilizar.

Se observa que para todas las mezclas compatibilizadas se presentaron ligeros desplazamientos en las temperaturas de fusión hacia valores menores. Así, para las mezclas 75/25 se obtiene una diferencia de 2.93 °C, correspondiente al pico de fusión del PET y de sólo 0.29 °C para el del HDPE. En el caso de las mezclas 50/50 las diferencias fueron de 3.05 °C para el PET y de 2.8 °C para el HDPE. Para las mezclas 25/75 las diferencias en temperatura de fusión fueron de 1.31 °C y 2.66 °C para el PET y el HDPE respectivamente cuando está presente el compatibilizador.

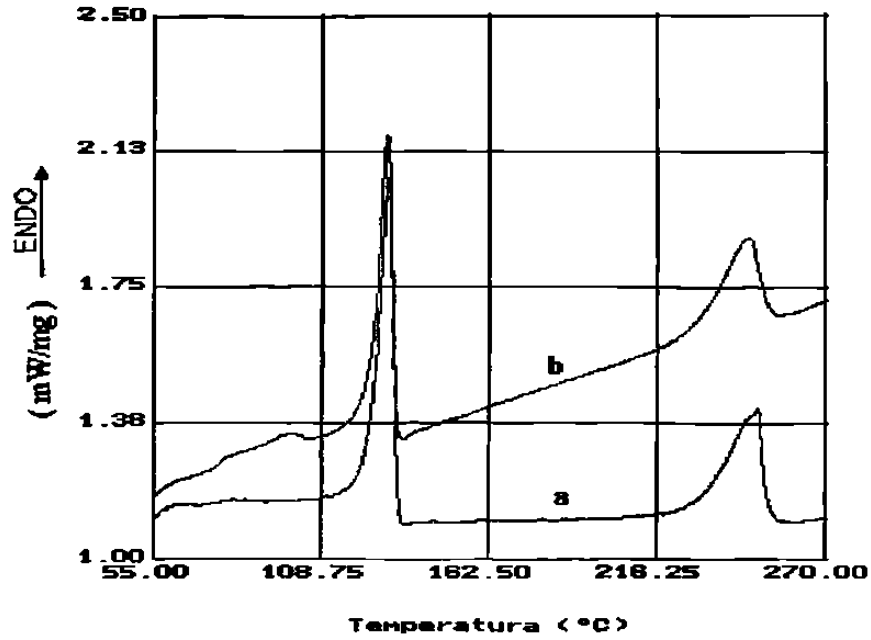

Figura 41. Termogramas de las mezclas PET/HDPE 75/25 (a) y PET/HDPE/SURLYN 75/25/7.5 (b).

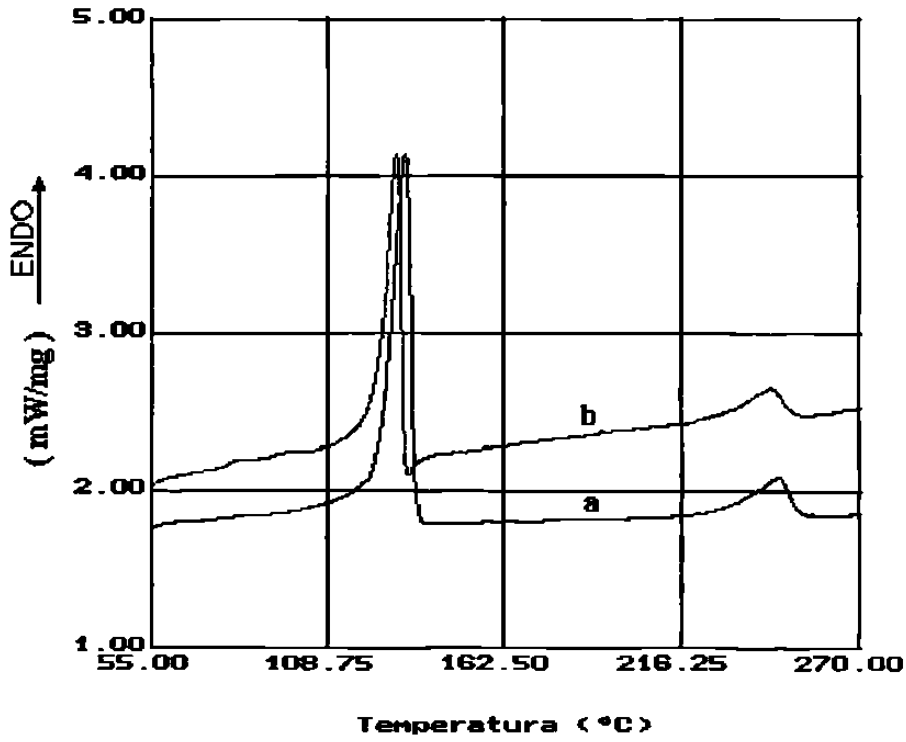

Figura 42. Termogramas de las mezclas PET/HDPE 50/50 (a) y PET/HDPE/SURLYN 50/50/7.5 (b).

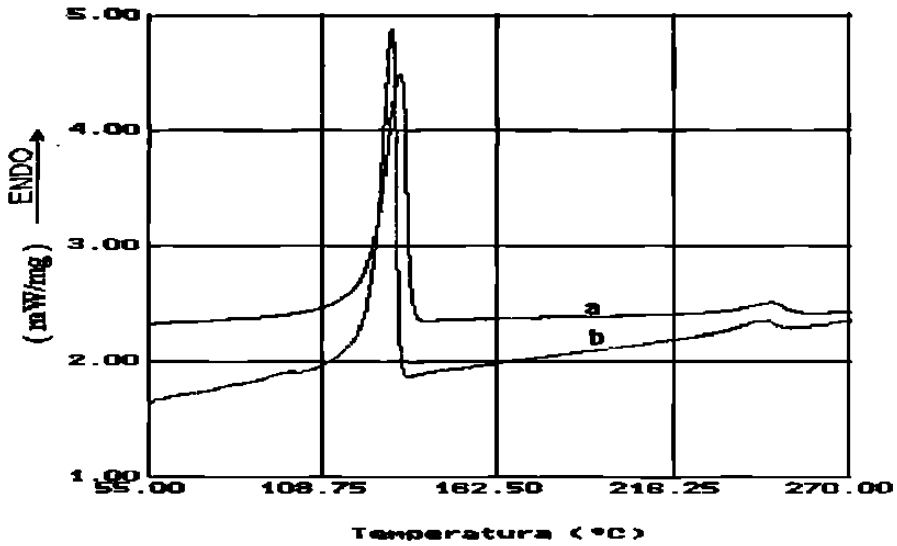

Figura 43. Termogramas de las mezclas PET/HDPE 25/75 (a) y PET/HDPE/SURLYN 25/75/7.5 (b).

Tabla 16. Temperaturas de fusión de las mezclas con y sin compatibilizador

Mezcla PET/HDPE/SURLYN	Tm (°C) PET	Tm (°C) HDPE
75/25/0	247.62	129.76
75/25/7.5	244.69	129.47
50/50/0	245.11	132.06
50/50/7.5	242.06	129.26
25/75/0	245.52	132.35
25/75/7.5	244.21	129.69

Los abatimientos en temperaturas de fusión de los componentes son señales de compatibilidad[2], aunque estos abatimientos fueron pequeños, en todas las repeticiones de las evaluaciones de las mezclas ternarias y binarias, las temperaturas de fusión del PET y HDPE siempre se desplazaron a valores menores con la presencia del compatibilizador.

En la Tabla 17 se reportan los porcentajes de cristalinidad del PET y del HDPE en las mezclas binarias y ternarias, los cuales se obtuvieron mediante el cálculo basado en la ecuación (6) normalizando la entalpía de fusión observada según el contenido del polímero correspondiente.

Al comparar las mezclas ternarias y binarias con la misma proporción PET/HDPE, los porcentajes de cristalinidad del PET y HDPE no se ven afectados en las mezclas 50/50 y 25/75 (apenas difieren entre 1 y 2% y tomando el margen de error experimental, es nulo).

Ya que el abatimiento del porcentaje de cristalinidad de los polímeros solamente se presenta en las mezclas con proporción 75/25 (3.42 y 10.22% para el PET y HDPE respectivamente), con la presencia de SURLYN con una concentración de 7.5%, es de suponerse que la compatibilidad de estos polímeros se dé principalmente a bajas concentraciones de HDPE.

Tabla 17. Porcentajes de cristalinidad del PET y del HDPE en las mezclas con y sin compatibilizador.

Mezcla PET/HDPE/SURLYN	ΔH_f (J/g) PET	ΔH_f (J/g) HDPE	(1-λ) (%) PET	(1-λ) (%) HDPE
100/0/0	33.61	...	28.01	...
75/25/0	25.20	40.96	28	56.30
75/25/7.5	20.46	31.01	24.58	46.08
50/50/0	16.07	89.15	26.78	61.27
50/50/7.5	15.16	85.04	27.32	63.19
25/75/0	9.06	129.97	30.20	59.55
25/75/7.5	8.09	124.80	29.15	61.82
0/100/0	...	182.26	...	62.63

5.5. Análisis reológico y espectroscopía de infrarrojo de las mezclas.

El estudio de las interacciones de las mezclas también se realizó midiendo el torque con respecto al tiempo en el equipo de mezclado y por medio de espectroscopía de infrarrojo.

En la figura 44 se presentan los resultados de las mediciones del torque, en la que se observa que en todos los casos después de que se alcanza el equilibrio todas las mezclas compatibilizadas requieren un torque mayor, lo cual se atribuye a la existencia de cierta interacción entre las fases[36,38]. Se sabe[31] que una mezcla inmiscible con interfase definida y sin interacción entre las fases exhibe frecuentemente un deslizamiento entre capas, lo cual provoca una reducción de viscosidad en la mezcla (desviación negativa de la aditividad).

El hecho de que el torque y por lo tanto la viscosidad se haya incrementado, indica que existe menos deslizamiento en la interfase como resultado de la adición del compatibilizante, lo cual sugiere que existen fuertes interacciones en la interfase de los polímeros base.

En las figuras 45, 46 y 47 se presentan los espectros de infrarrojo de las mezclas compatibilizadas y no compatibilizadas, en donde las primeras muestran ensanchamientos en las bandas del grupo carbonilo alrededor de 1725 cm^{-1}.

El ensanchamiento de las bandas del carbonilo del PET indica un incremento en el desorden de estos grupos funcionales[56], dando como resultado que los grupos carbonilo absorban a diferentes números de onda, lo cual representa cambios en energía, que se deben generalmente a interacciones específicas como puentes de hidrógeno. El ensanchamiento fue muy notorio en las mezclas PET/HDPE/SURLYN 75/25/7.5 lo cual sugiere que existen más interacciones dada la cantidad de grupos carbonilo (concentración de PET máxima utilizada), evidencia que confirma las observaciones hechas a los resultados de DSC en la reducción apreciable de cristalinidad de estas mezclas.

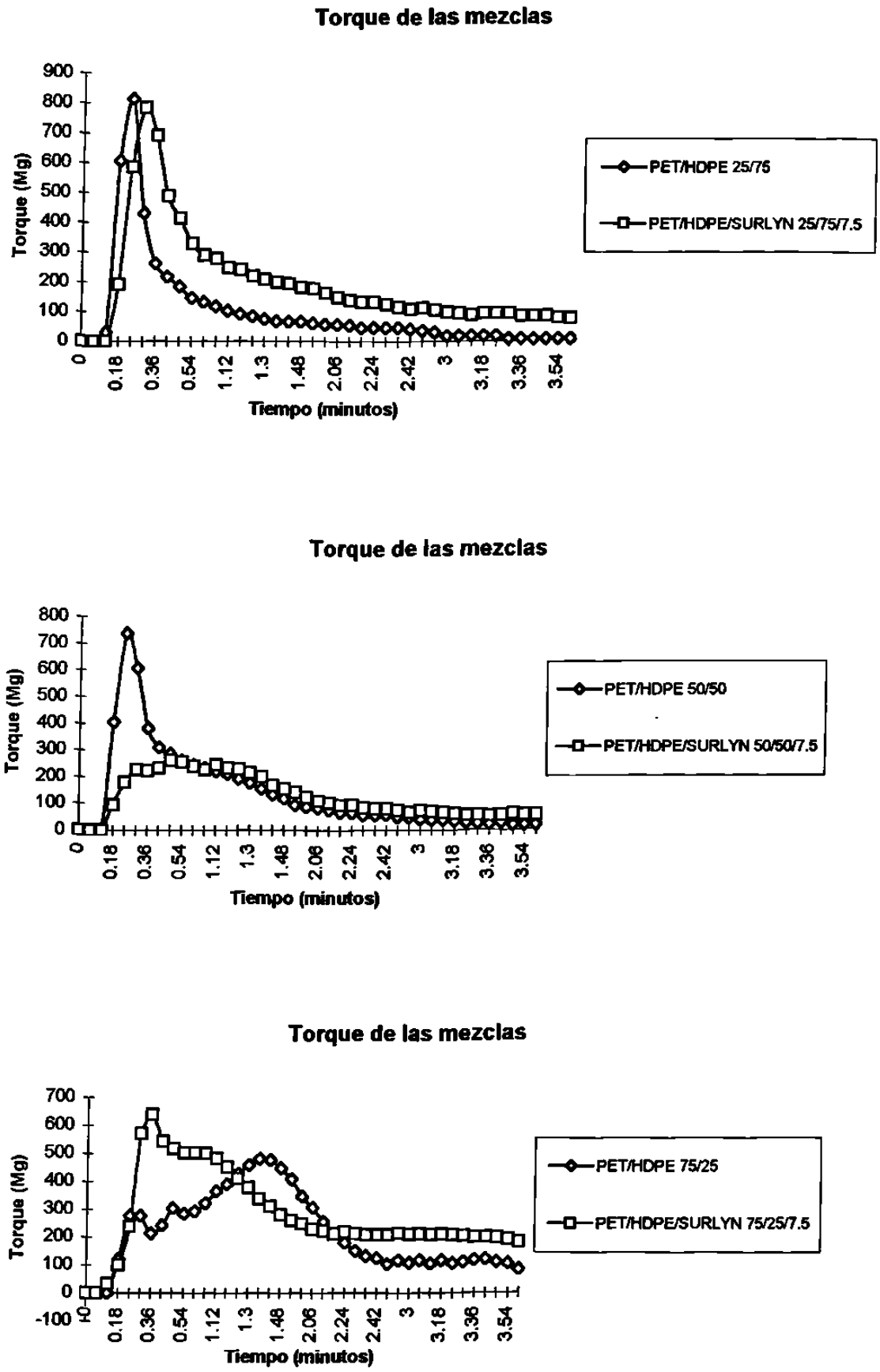

Figura 44. Gráficas del torque de mezclado contra tiempo de las mezclas preparadas.

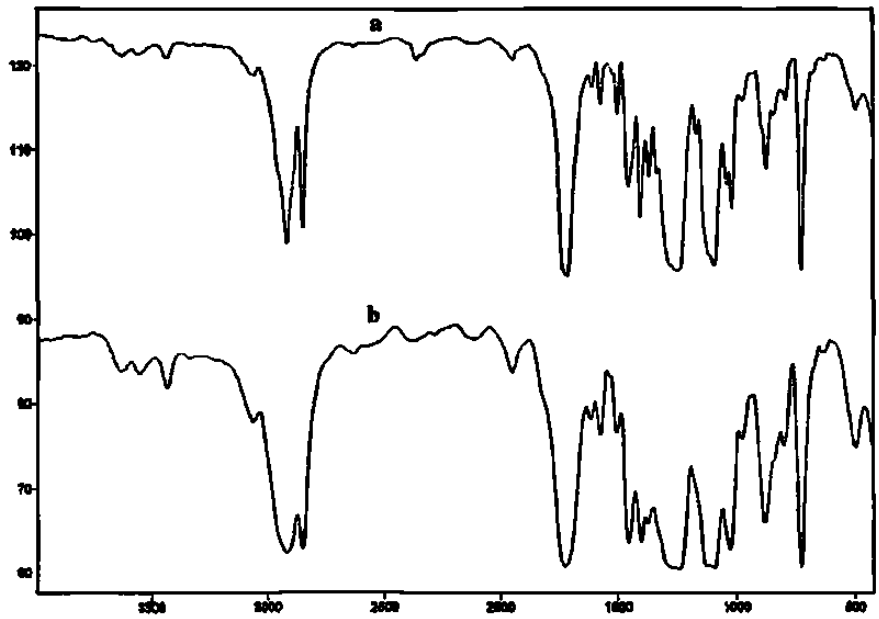

Figura 45. Espectros de IR de las mezclas PET/HDPE 75/25 (a) y PET/HDPE /SURLYN 75/25/7.5 (b).

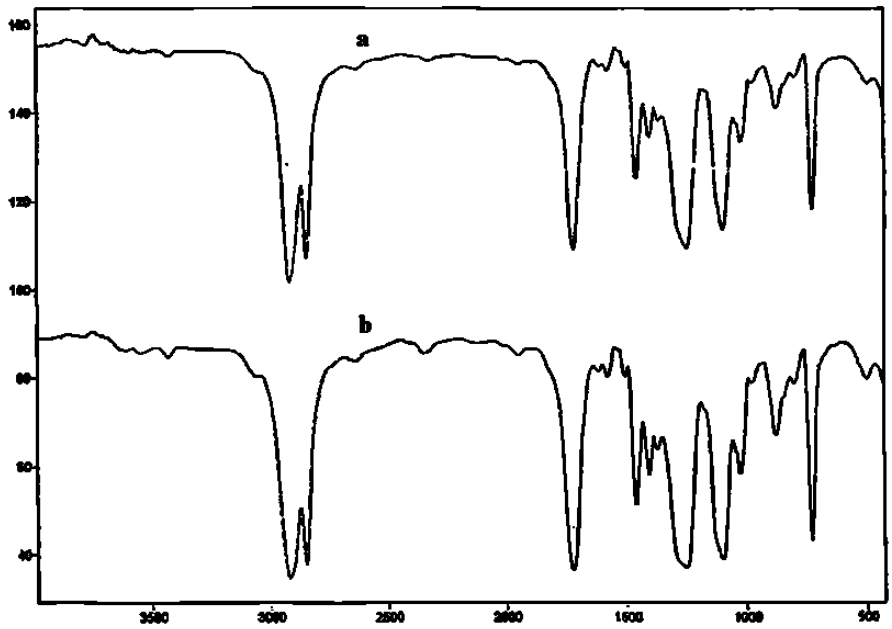

Figura 46. Espectros de IR de las mezclas PET/HDPE 50/50 (a) y PET/HDPE /SURLYN 50/50/7.5 (b).

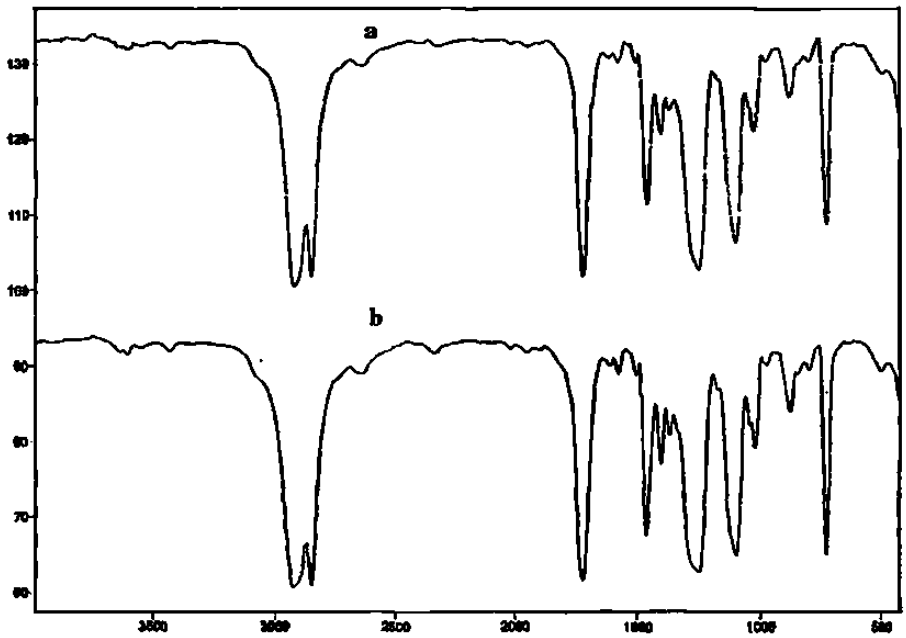

Figura 47. Espectros de IR de las mezclas PET/HDPE 25/75 (a) y PET/HDPE /SURLYN 25/75/7.5 (b).

5.6. Microscopía electrónica de barrido de las mezclas

5.6.1. Morfología de las mezclas con proporción 75/25

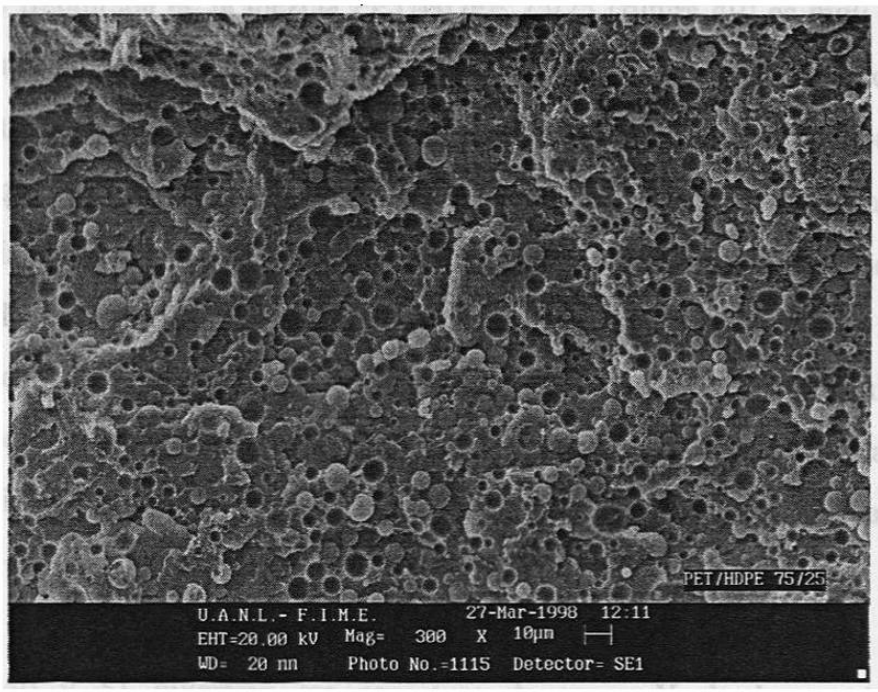

Figura 48. Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE 75/25 a 300 X.

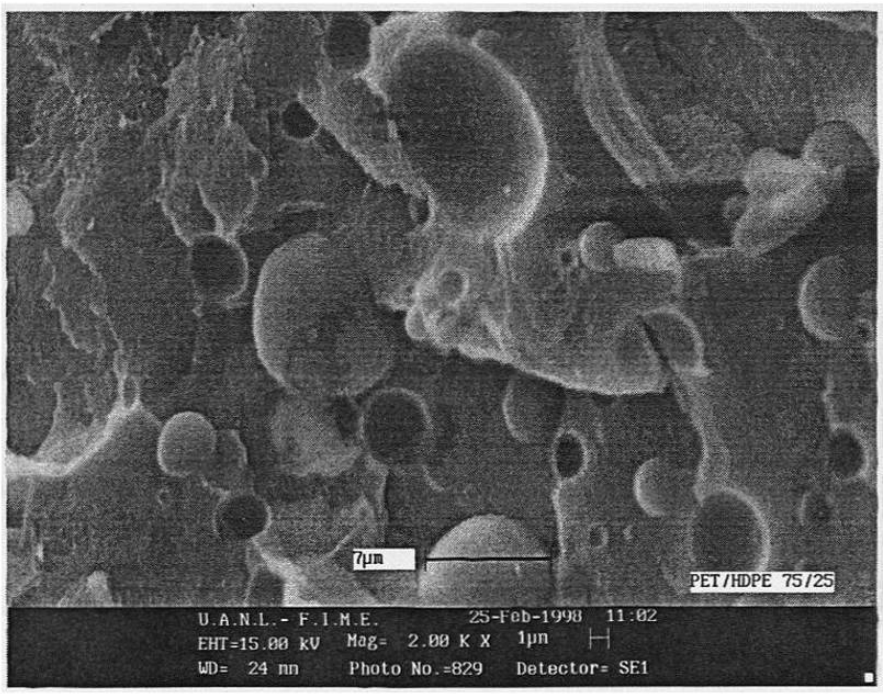

Figura 49. Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE 75/25 a 2000 X.

La figura 48 presenta la superficie fracturada de la mezcla PET/HDPE 75/25 en la que a bajos aumentos se aprecian muchos poros debido a que al momento de fracturar la muestra se desprenden algunas partículas por la mala adhesión de las fases presentes.

La superficie fracturada de la mezcla PET/HDPE 75/25 (figura 49) es muy heterogénea y presenta dominios de HDPE de forma esferoidal. No existe evidencia de una buena adhesión entre las fases y confirma la incompatibilidad de los componentes. Para comprobar que los dominios corresponden al HDPE, se realizó un análisis de espectroscopía de difracción de Rayos X; mostrando las partículas una menor relación de las intensidades de los picos de difracción de oxígeno a los de carbono con respecto a las mediciones hechas a la matriz de PET, lo cual era de esperarse ya que la estructura de PET contiene oxígeno mientras que la del HDPE no. La presencia de cierta cantidad de oxígeno en los dominios de HDPE sugiere la existencia de cierta cantidad de PET adherido a los dominios de HDPE.

Las figuras 50 y 51 muestran los espectros de rayos X de la matriz y dominio respectivamente.

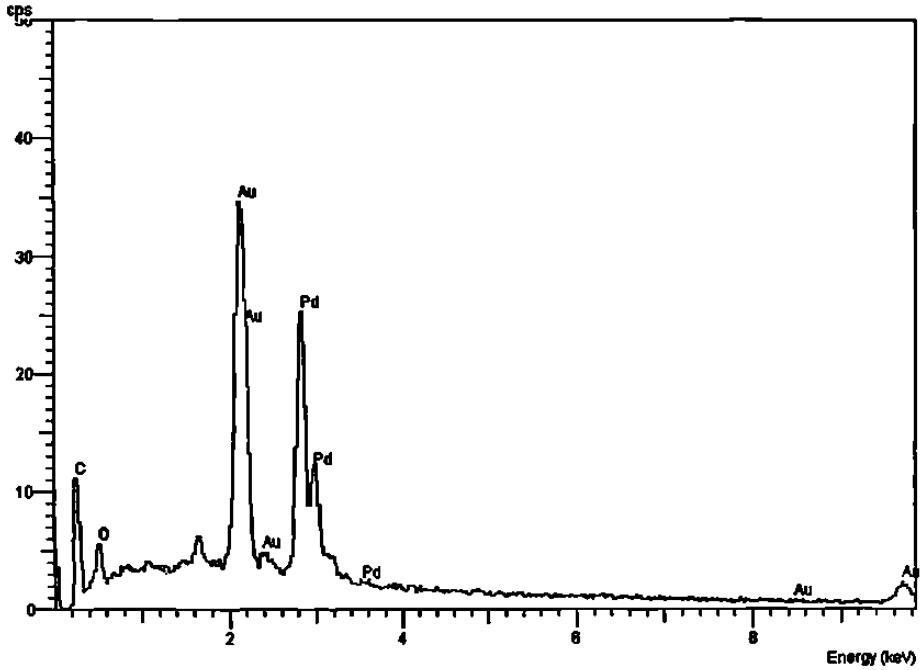

Figura 50. Espectro de rayos x de la matriz de PET de la mezcla PET/HDPE 75/25 en la que se presenta una relación oxígeno/carbono de 0.50

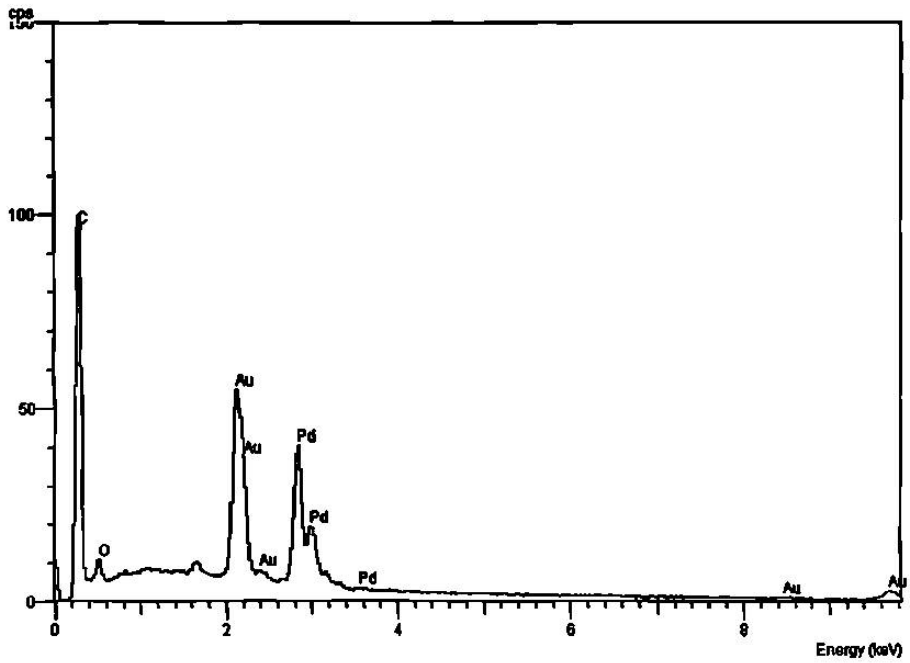

Figura 51. Espectro de rayos x del dominio de HDPE de la mezcla PET/HDPE 75/25 en la que se presenta una relación de oxígeno/carbono de 0.11.

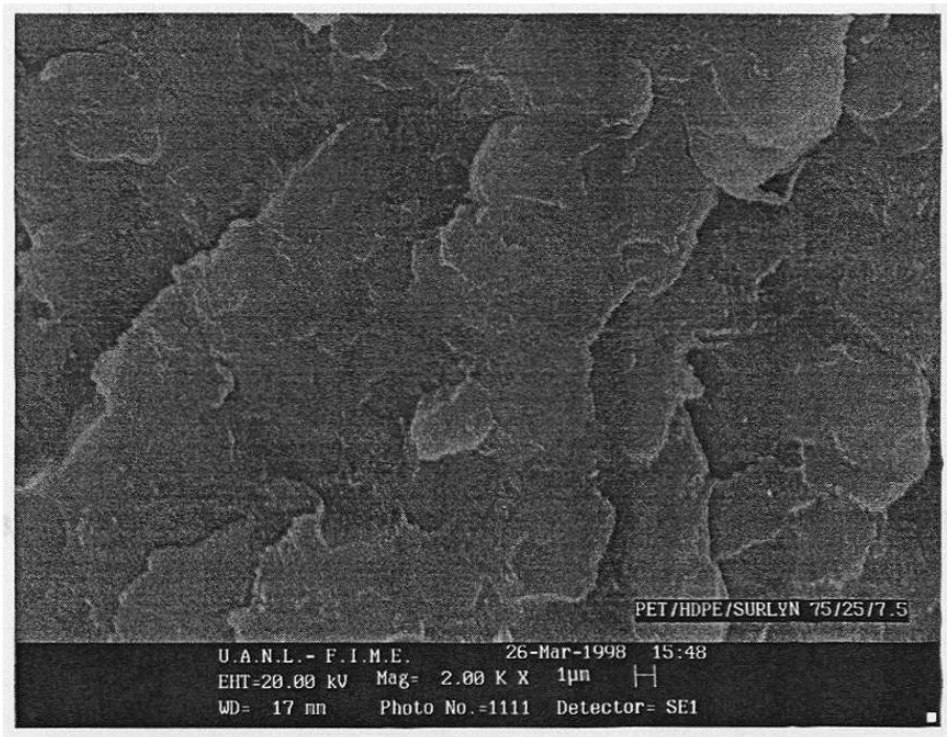

Figura 52. Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla compatibilizada PET/HDPE/SURLYN 75/25/7.5 a 2000 X

La adición de SURLYN a las mezclas PET/HDPE, propició cambios considerables en la morfología de las mezclas. La figura 52 muestra la superficie de la mezcla compatibilizada PET/HDPE/SURLYN 75/25/7.5, en la que se aprecia cierta homogeneidad, evidenciando que la presencia del SURLYN mejora la adhesión entre las fases. En la figura 53 se presenta el espectro de rayos x de la mezcla compatibilizada PET/HDPE/SURLYN 75/25/7.5, el cual indica zinc, de esta forma se demuestra la presencia del compatibilizador en las mezclas ya que éste posee zinc en su estructura.

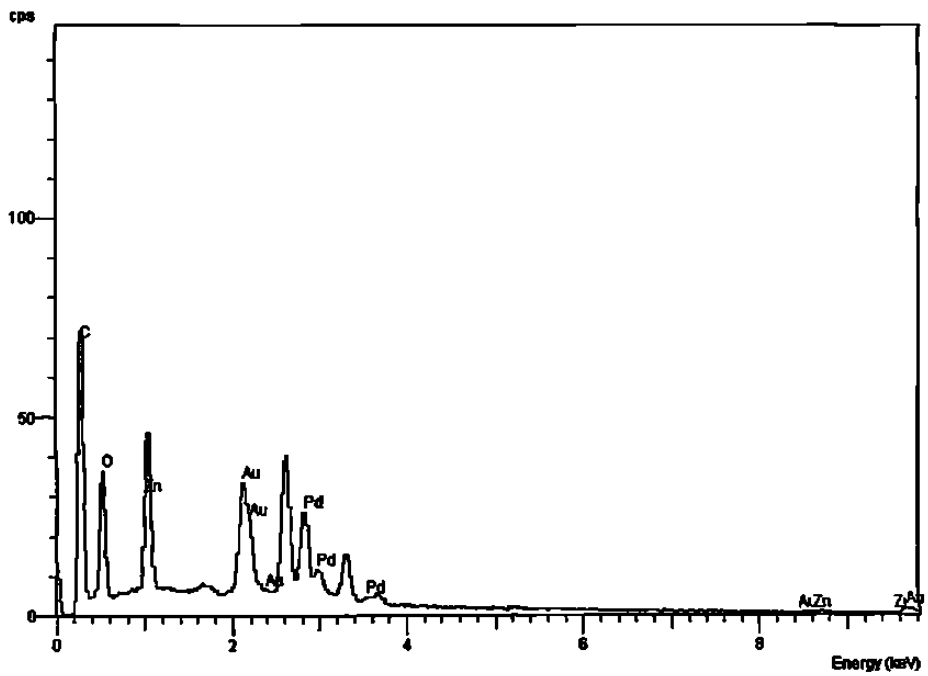

Figura 53. Espectro de rayos x de la superficie de la mezcla compatibilizada PET/HDPE/SURLYN 75/25/7.5, el cual indica zinc por la presencia del compatibilizador.

5.6.2 Morfología de las mezclas con proporción 50/50

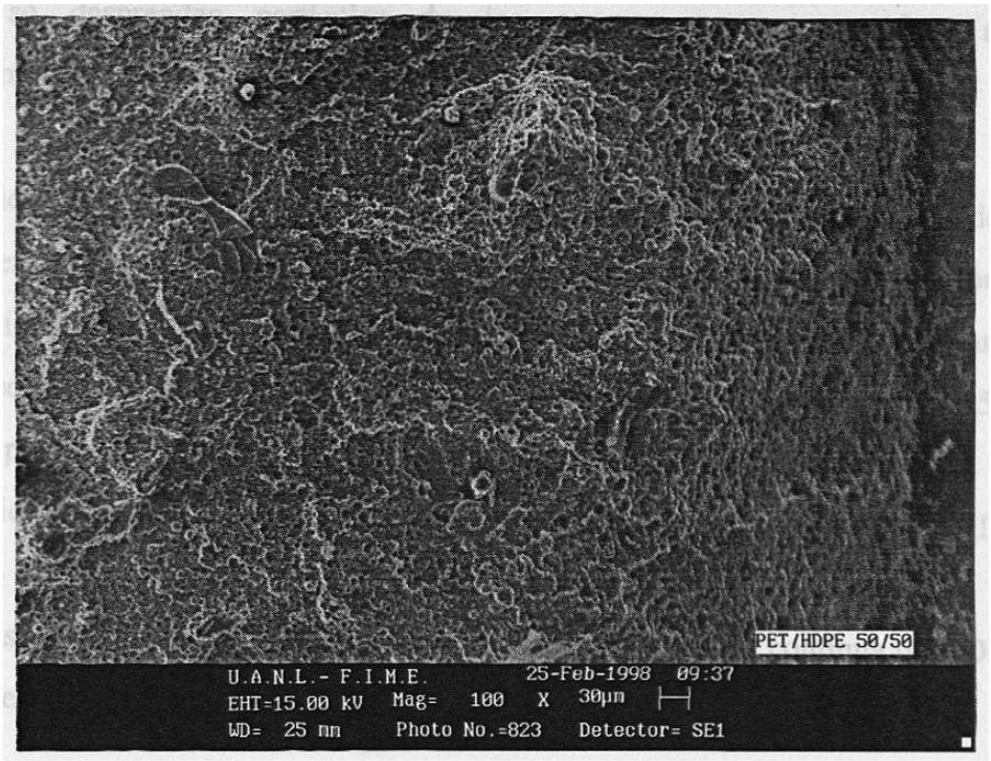

Figura 54. Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE 50/50 a 100 X.

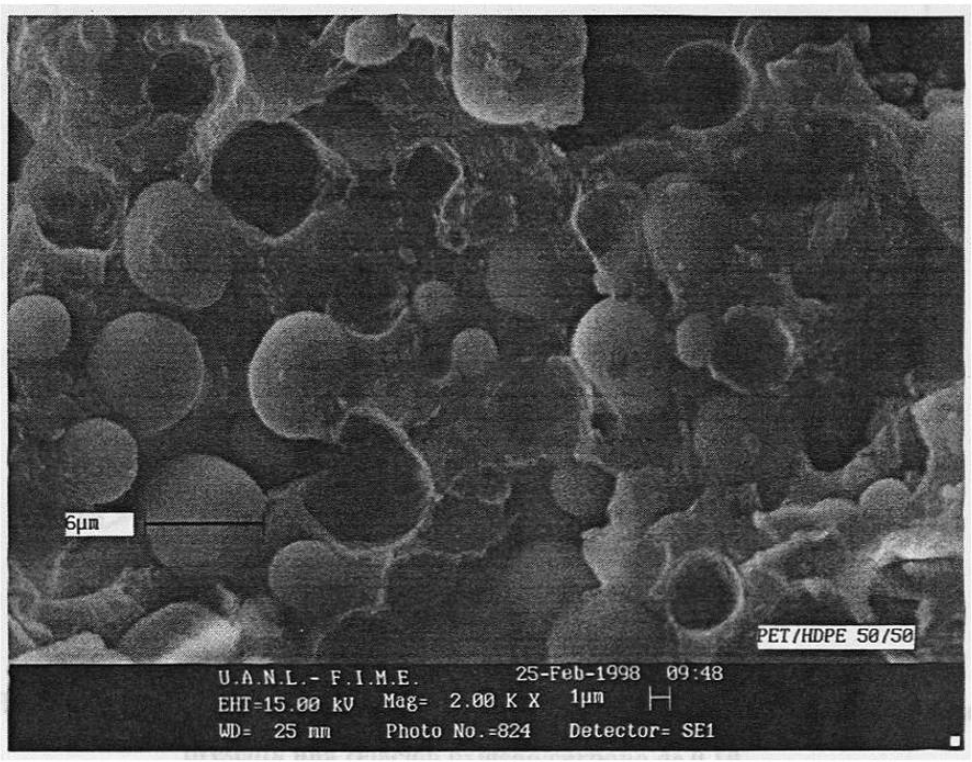

Figura 55. Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE 50/50 a 2000 X

La figura 54 muestra la superficie fracturada de la mezcla PET/HDPE 50/50 a bajos aumentos y en la que también se aprecian muchos poros debido a que en el momento de la fractura se desprenden partículas de los componentes que estaban adheridos mecánicamente.

La superficie fracturada de la figura 55 es muy heterogénea y presenta dominios de PET de forma esferoidal, no existe evidencia de buena adhesión entre las fases. Para comprobar que los dominios esferoidales corresponden al PET se procedió a realizar el mismo análisis de espectroscopía de difracción de Rayos X que a las mezclas con proporción 75/25, de esta forma las partículas de PET mostraron una mayor relación de las intensidades de los picos de difracción de oxígeno a los de carbono que mediciones de la fase continua de HDPE.

Las figuras 56 y 57 muestran los espectros de rayos X de la fase continua de HDPE y del dominio de PET.

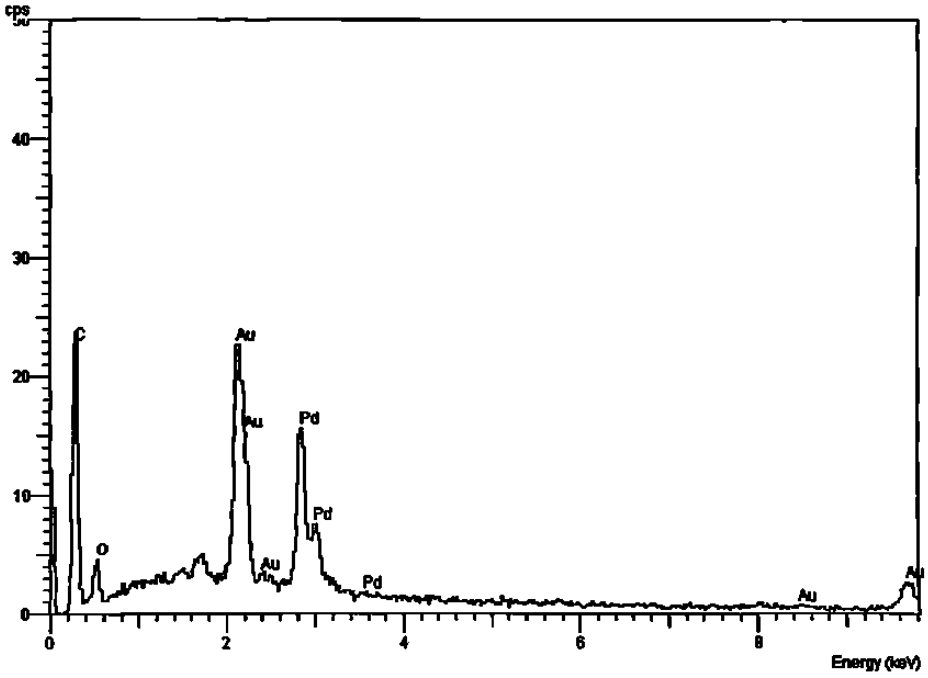

Figura 56. Espectro de rayos X de la fase continua de HDPE de la mezcla PET/HDPE 50/50 en la que se presenta una relación oxígeno/carbono de 0.19

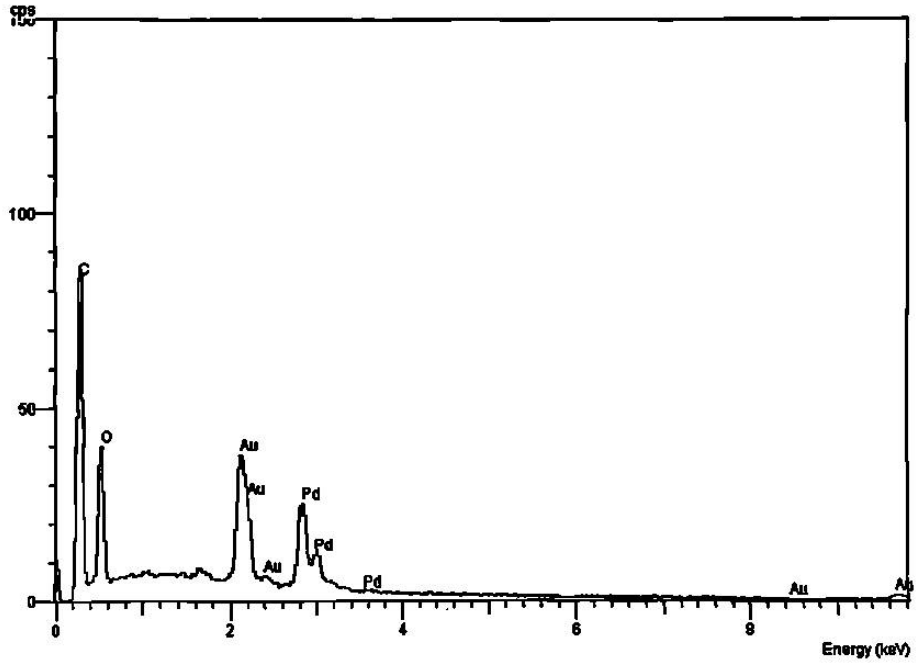

Figura 57. Espectro de rayos x del dominio de PET de la mezcla PET/HDPE 50/50 en la que se presenta una relación de oxígeno/carbono de 0.47

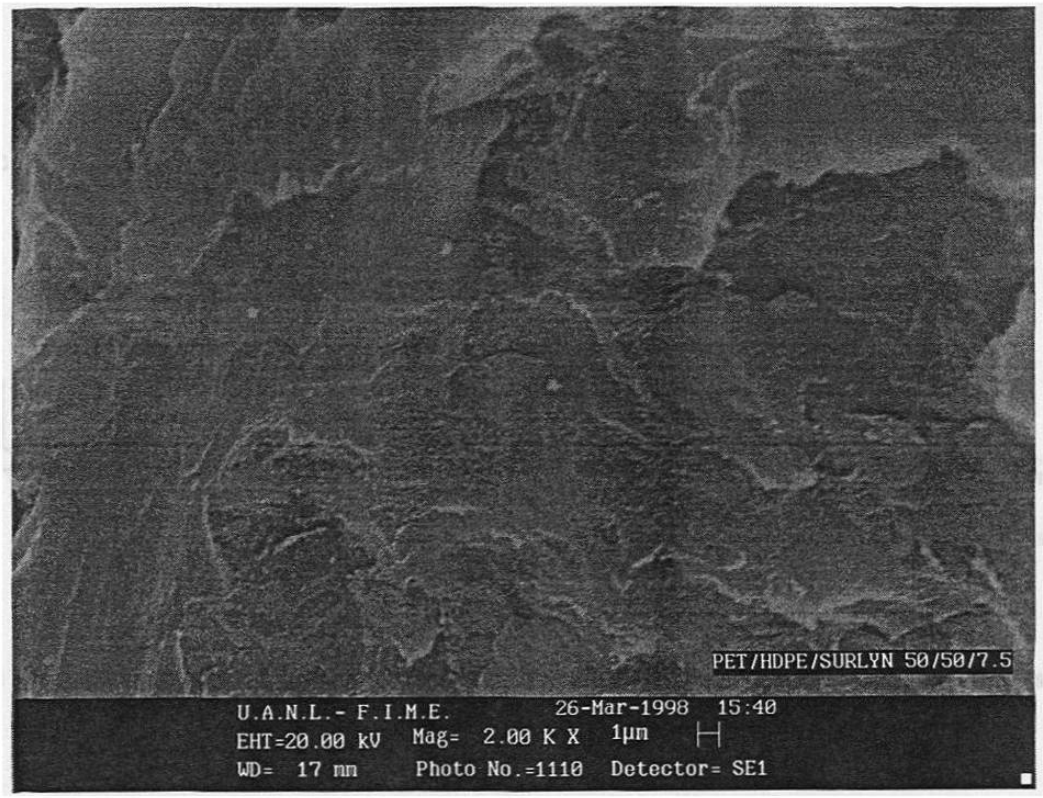

Figura 58. Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE /SURLYN 50/50/7.5 a 2000 X

En la figura 58 se muestra la superficie de la mezcla compatibilizada PET/HDPE/SURLYN 50/50/7.5, la cual es más homogénea atribuyendo esto a la presencia del compatibilizador que realiza la función de adhesión entre ambas fases y por consiguiente una disminución de tamaños de partículas. En la figura 59 se presenta el espectro de rayos x de la mezcla compatibilizada PET/HDPE/SURLYN 50/50/7.5, indicando zinc, de esta forma se demuestra la presencia del compatibilizador en las mezclas ya que éste posee zinc en su estructura.

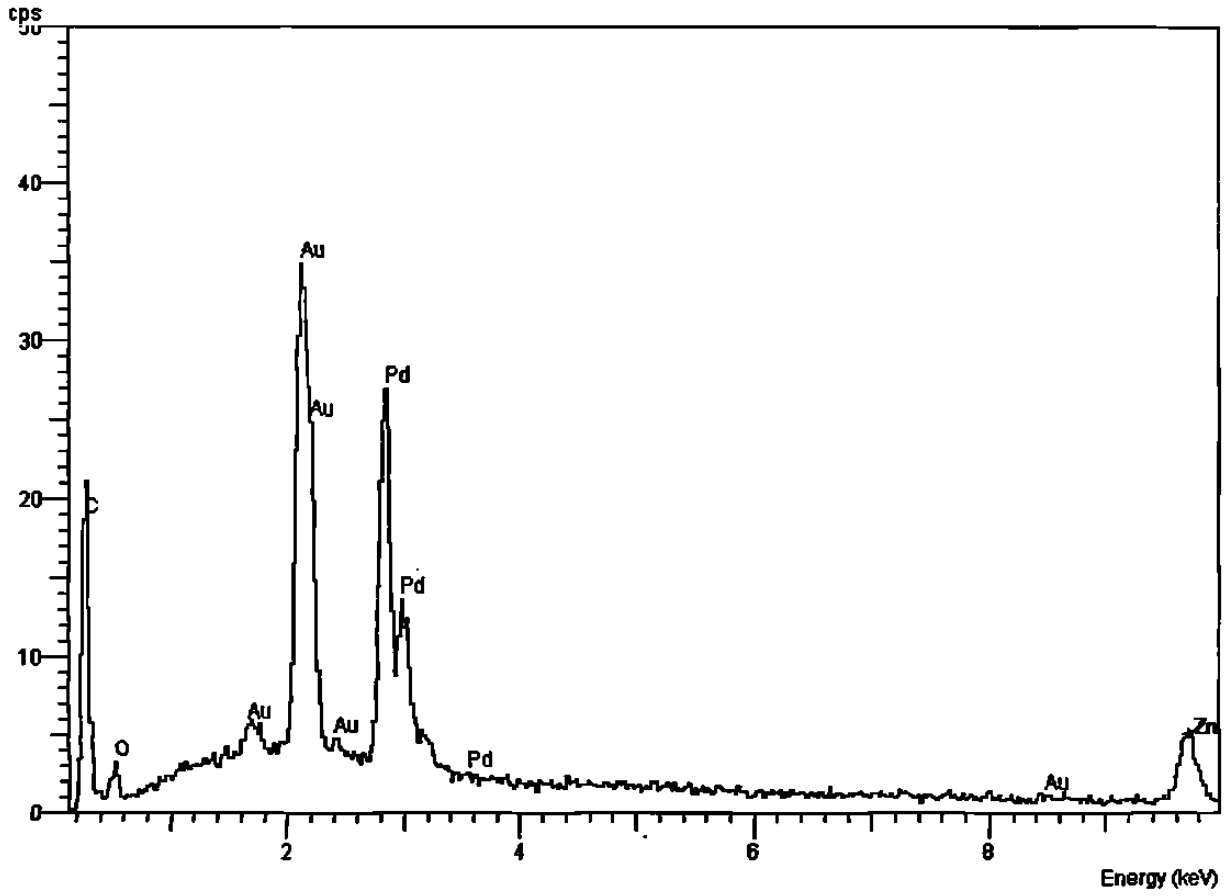

Figura 59. Espectro de rayos X de la mezcla PET/HDPE/SURLYN 50/50/7.5 en la que se presenta el pico de zinc por la presencia del compatibilizador.

5.6.3 Morfología de las mezclas con proporción 25/75

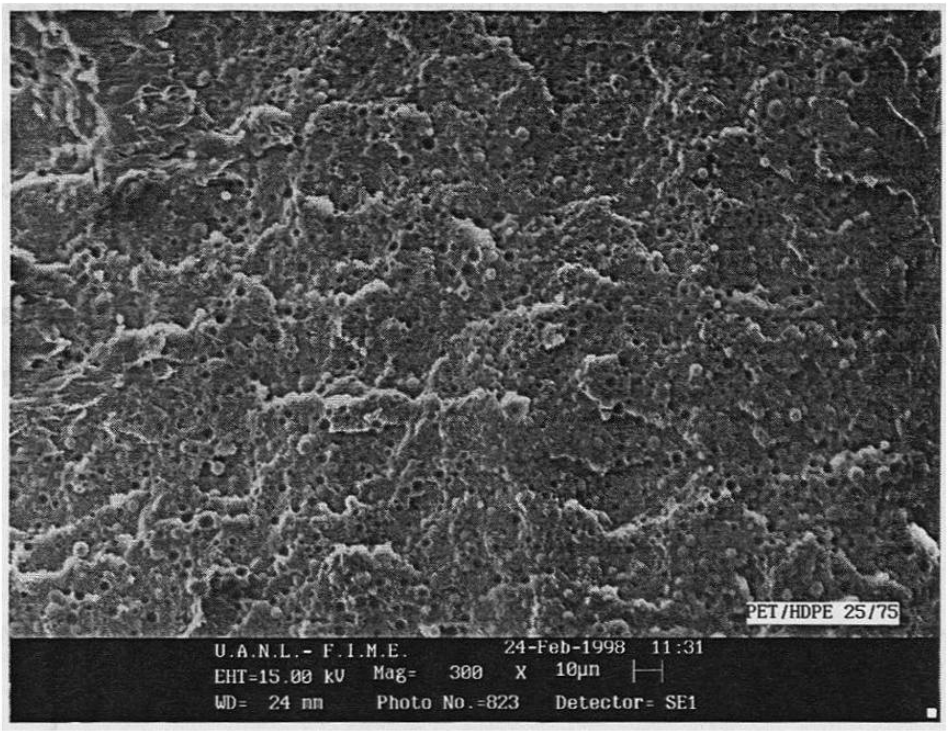

Figura 60. Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE 25/75 a 300 X

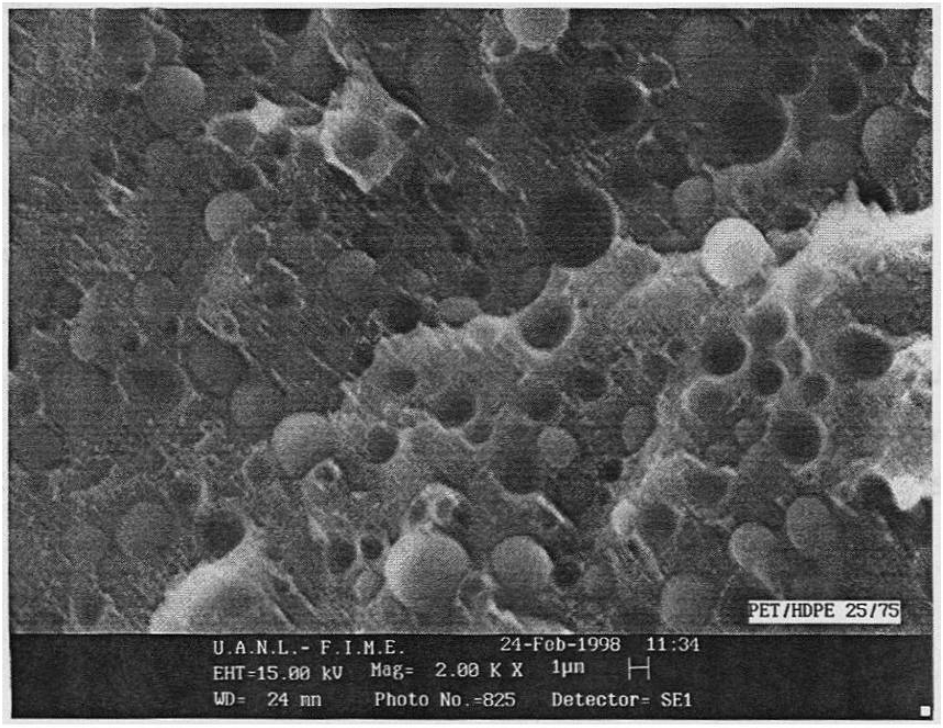

Figura 61. Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE 25/75 a 2000 X.

La figura 60 presenta la superficie fracturada de la mezcla PET/HDPE 25/75 en la que nuevamente se aprecian los poros a bajos aumentos debido a la mala adhesión de las fases presentes. La superficie fracturada de la figura 61 es muy heterogénea y presenta dominios de PET de forma esferoidal, no existe evidencia de buena adhesión entre las fases. Para verificar que las partículas esferoidales corresponden al PET se realizó el mismo análisis que las mezclas anteriores.

Las figuras 62 y 63 presentan los espectros de rayos X de la matriz de HDPE y dominios de PET de la mezcla PET/HDPE 25/75.

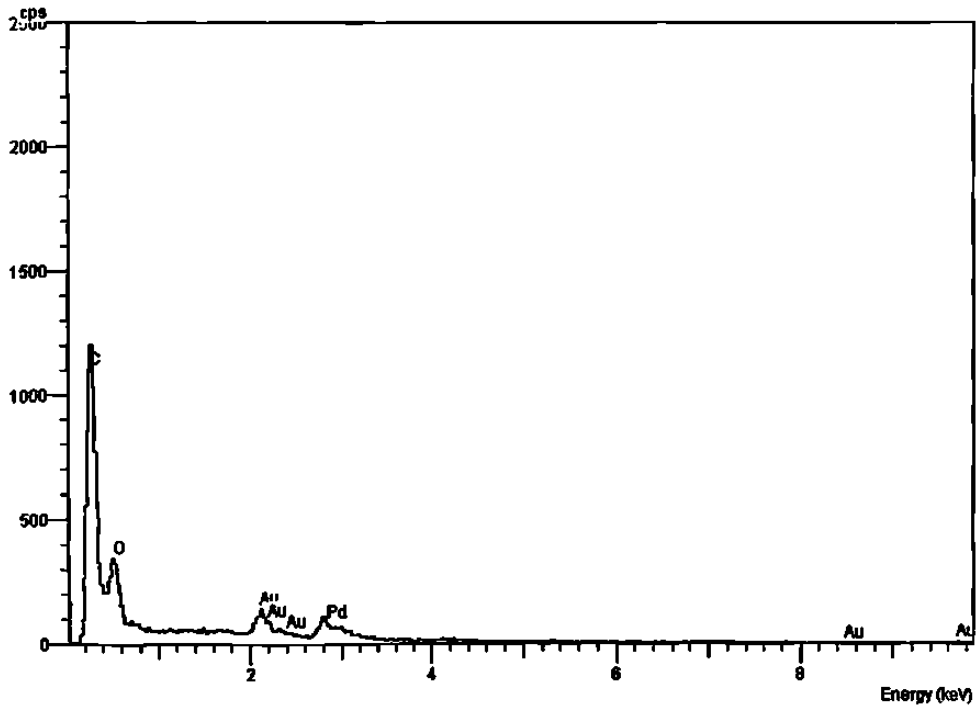

Figura 62. Espectro de rayos x de la fase continua de HDPE de la mezcla PET/HDPE 25/75 en la que se presenta una relación oxígeno/carbono de 0.28.

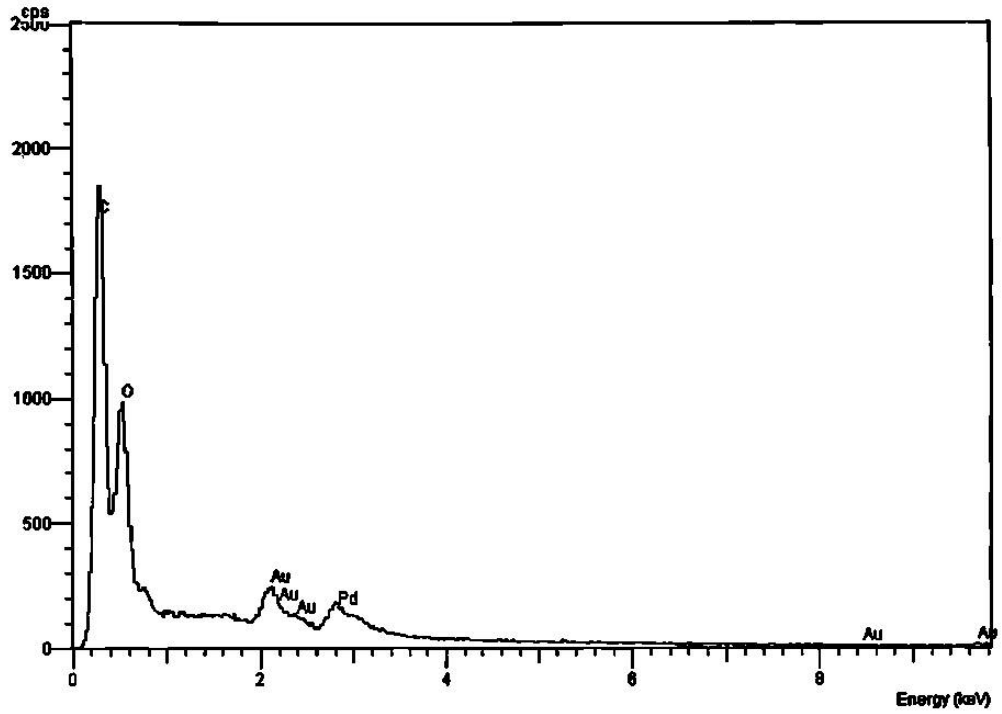

Figura 63. Espectro de rayos x del dominio de PET de la mezcla PET/HDPE 25/75 en la que se presenta una relación oxígeno/carbono de 0.53.

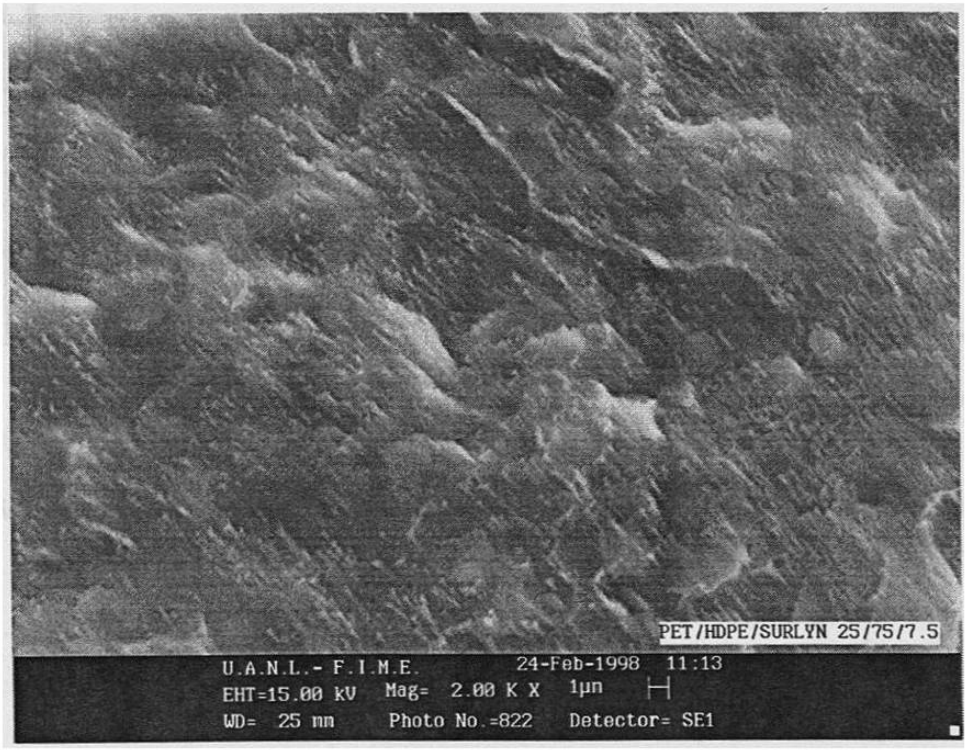

Figura 64. Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE/SURLYN 25/75/7.5 a 2000 X

En la figura 64 se muestra la superficie de la mezcla compatibilizada PET/HDPE/SURLYN 25//75/7.5, la cual es más homogénea y es evidente que el agente compatibilizante empleado mejoró la adhesión de las fases. Al igual que las mezclas anteriores, en la figura 65 se presenta el espectro de rayos x de la mezcla compatibilizada PET/HDPE/SURLYN 25/75/7.5, indicando zinc y nuevamente se demuestra la presencia del compatibilizador en las mezclas ya que éste contiene zinc en su estructura.

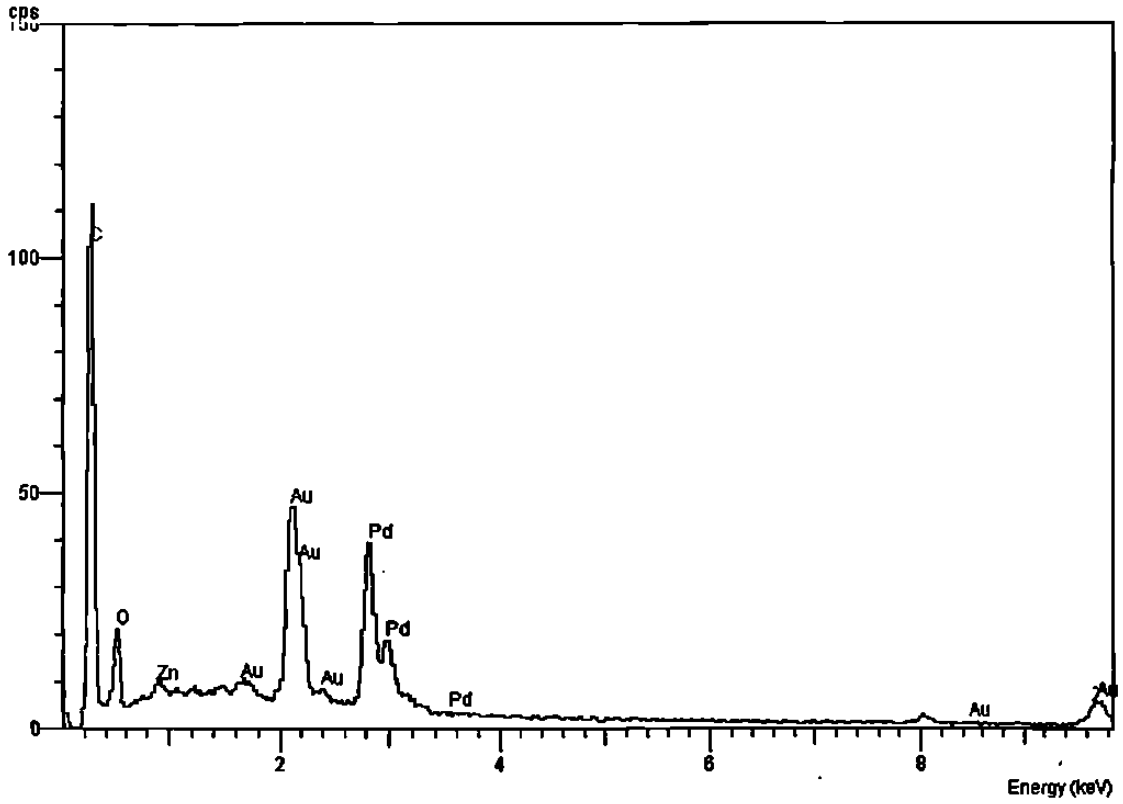

Figura 65. Espectro de rayos x de la mezcla PET/HDPE /SURLYN 25/75/7.5 en la que se presenta el pico de zinc por la presencia del compatibilizador.

VI.- CONCLUSIONES Y OBSERVACIONES

Al efectuar la caracterización a los materiales utilizados, se aseguró que se trabajó con los propuestos. La degradación oxidativa del HDPE debida a las altas temperaturas de mezclado no fue apreciable en el análisis de infrarrojo.

Para identificar que componente formaba la fase continua o dispersa se utilizó la técnica de análisis elemental de Rayos X y no se recurrió al ataque químico debido a que es una técnica que puede inducir cambios morfológicos.

Por DSC se obtuvo el comportamiento térmico de las mezclas binarias y ternarias y se observaron ligeros abatimientos en las temperaturas de fusión del PET y del HDPE cuando está presente el agente compatibilizador. Estos cambios fueron pequeños pero sugieren cierta compatibilidad entre los materiales ya que en todas las repeticiones de las evaluaciones, las temperaturas de fusión del PET y el HDPE siempre se desplazaron a valores menores con la presencia del compatibilizador. La diferencia en cristalinidad entre las mezclas 75/25/7.5 y 75/25 fue muy notable indicando que existen más interacciones a altas composiciones de PET y con un 7.5% de compatibilizador.

En las mediciones del torque de mezclado, las mezclas compatibilizadas en todos los casos requirieron un torque mayor (aumento de la viscosidad), lo cual sugiere que existen fuertes interacciones en la interfase.

Los espectros de infrarrojo muestran en las mezclas compatibilizadas, ensanchamientos de bandas del grupo carbonilo esto se atribuye a interacciones específicas como puentes de hidrógeno, dando como resultado que todas las mezclas preparadas con compatibilizador tuvieron interacciones y dichos ensanchamientos son muy notables en la mezclas PET/HDPE/SURLYN 75/25/7.5, sugiriendo que existen más interacciones dada la cantidad de grupos carbonilo presentes ya que en esta composición se tiene la máxima concentración

de PET empleada y en todas las proporciones de mezclas se utilizó la misma cantidad de compatibilizador.

Las micrografías muestran que las mezclas compatibilizadas presentaban una superficie de fractura más uniforme y con mejor adhesión, ya que las mezclas sin compatibilizador presentan de forma muy marcada poros o cavidades indicando que no hay buena adhesión entre las dos fases.

Por los resultados anteriores, se concluye que el compatibilizador si funciona como tal en las mezclas PET/HDPE.

VII.- REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Paul D.R. and Seymour Newman, "Polymer Blends", **Vol.1**, Academic Press, Inc. (1978).

2. Utracki L.A., "Polymer Alloys and Blends", Hanser Publishers, New York (1989).

3. APME, Rev. Plást. Mod., **486**, 673 (1996)

4. L. Vargas, Rev. Plást. Mod., **477**, 290 (1996)

5. Modern Plastics, January 1998.

6. William F. Smith, "Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales", McGraw Hill (1994).

7. Jean-Michel Charrier, "Polymeric Materials and Processing", Hanser Publishers, New York (1991).

8. N.C. Liu and W.E. Baker, Advances in Polymer Technology, **Vol. 11**, No.4, 249-262 (1992).

9. Richard L. Markham, Advances in Polymer Technology, **Vol. 10**, No.3, 231-236 (1990).

10. F.W. Billmeyer, "Ciencia de los Polímeros", Editorial Reverté España (1975).

11. Jiyun Feng and Chi-Ming Chan, "Blends of Alternating Ethylene-Tetrafluoroethylene Copolymer with Poly (methyl methacrylate): Compatibility, Molecular Interaction, and Morphology", ANTEC 97.

12. Virgilio Angel González González "Mezclas de polímeros con interacciones específicas. Quitina y Quitosán con poliamidas" Tesis Doctoral UANL (1996).

13. Stephen L. Rosen, "Fundamental Principles of Polymeric Materials", John Wiley & Sons, Inc. (1993).

14. Rodolfo Guzmán Pérez, "Mezclas de PET con Quitina o Quitosan", Tesis de Maestría ITCM (1997).

15. J.L. Angulo Sánchez, Tesis Doctoral, Universidad de Sheffield Inglaterra (1994).

16. Miguel Uribe Velasco y Pierre Y. Mehrenberger, "Los Polímeros, Síntesis y Caracterización", Editorial Limusa (1990).

17. Jinping Liu, Chicheng Wang and Gregory Campbell, "Investigation of Silyl Alkil Peroxide as Compatibilizer in Poly (Vinylidene fluoride-hexafluoropropylene)/Polysil Blend", ANTEC 97.

18. Li Yao and Charles Beatty, "The in situ Compatibilization of PP/ABS Blends", ANTEC 97.

19. Saul Sánchez Valdes, "Estudio de la adhesión interfacial entre capas de películas a base de polímeros de Nylon o EVOH y mezclas de polietilenos modificados con anhídrido maleico", Tesis Doctoral UANL (1996).

20. Cor Koning, Willie Bruls, Frans Op Den Buijsch and Lizette V. d. Vondervoort, "Reactive Compatibilization of Impact Modified Poly (Styrene-co-maleic Anhydride)/Poly (phenylene oxide) Blends, by Primary Amine Terminated Polystyrene", ANTEC 97.

21. Morrison y Boyd, "Química Orgánica", Fondo Educativo Interamericano (1976).

22. Xhantos M., "Reactive Extrusion", Hanser Publishers, New York (1992).

23. Morton-Jones, "Procesamiento de Plásticos", Editorial Limusa (1993).

24. E. Paul DeGarmo, "Materials & Processes in Manufacturing", Fourth Edition, Macmillan Publishing co, inc. New York (1974).

25. Chris Rauwendaal, "Mixing in polymer processing", Marcel Dekker" (1991).

26. Osswald/Menges, "Materials Science of Polymers for Engineers", Hanser Publishers, New York (1996).

27. L.A. Utracki, "Two-Phase Polymer Systems", Hanser Publishers, NewYork (1991).

28. Ramos, "Extrusión de Plásticos", Editorial Limusa (1993).

29. Werner Hofmann,"Rubber Technology Handbook" Oxford Univ. Press (1989).

30. Instituto Mexicano del Plástico Industrial, "Manual para Identificación de Plásticos", Editorial Marsa (1989).

31. J.M. Willis and B.D. Favis, Polym. Eng. Sci, **28**, 1416 (1998).

32. B. Del Amo Fernández, Rev. Plást. Mod., **467**,439 (1995)

33. Tercel Resina Pet-Celanese Mexicana, Anuario Latinoamericano de los Plásticos, México (1986).

34. J. Brandrup and E.H. Immergut, in "Polymer Handbook", Second Ed. J. Wiley & Sons. New York (1975).

35. Engineered Materials Handbook, **Volume 2**, Engineering Plastics, ASM International (1988).

36. Li Yao and Charles Beatty, "The in situ Compatibilization of HDPE/PET", ANTEC 97.

37. P. Sambaru and S.A. Jabarin, Polym. Eng. Sci., **33**, 827 (1993).

38. S.S. Dagli and K.M. Kamdar, Polym. Eng. Sci., **23**, 1709 (1994).

39. A. Khelifi and F. Lai, "Compatibilization of Polyethylene Terephthalate and High Density Polyethylene Blends), 1824, ANTEC 88

40. Dong Joon IHM and James L. White, Journal of Applied Polymer Science, **Vol. 60**, **1-7** (1996).

41. N.G.Gaylord, R. Metha, D.R. Mohan, and V. Kumar, J.Appl. Polym. Sci., **44**, 11 (1992).

42. N.G.Gaylord, R. Metha, D.R. Mohan, and V. Kumar, Polymer Preprints, **30**, 151 (1990).

43. N.G.Gaylord, R. Metha, D.R. Mohan, and V. Kumar and M. Tazi, J. Appl. Polym. Sci., **408**, 359 (1989).

44. Nicolet/Aldrich, "Condensed Phase Infrared Spectral Library", (1989)

45. M. Sánchez, "Caracterización de Polímeros Mediante Análisis Térmico", CIQA, (1990).

46. Nicolet/Hummel "Polymer Spectral Library", (1988).

47. Gi Xue, "Orientation studies of poly(ethylene terephthalate) film and fiber surfaces using FT-IR diffuse reflectance optics", Makromol. Chem, **6**, 811 (1985).

48. D.R. Rueda, A. Viksne, J. Kajaks and F.J. Balta-Calleja, "Properties of arylpolyesteres with reference to water content", Macromol. Symp. **94**, 259-268 (1985).

49. J.Y. Chen, C.F. Ou, Y.C. Hu and C.C. Lin, "Depolymerization of Poly(ethylene terephthalate) resin under pressure", J. App. Polym. Sci. **42**, 1501 (1991)

50. J.B. Jackson and G.W. Longman "The crystallization of poly(ethylene terephthalate) and related copolymers", paper presented at the SPE 27th Annual Technical Conference, Chicago (1969).

51. S. Berkowitz, "Viscosity-molecular weight relationships for poly(ethylene terepthalate) in hexafluoroisopropanol-pentafluorophenol using SEC-LALLS", J. App. Polym. Sci. **29**, 4353-4361 (1984)

52. K. Weisskopf, "Characterization of Polyethylene Terephthalate by Gel Permeation Chromatography (GPC)", J. Polym. Sci.: Part A: Polym. Chem. **26**, 1919-1935 (1988)

53. P.C. Vilanova, S.M. Ribas and G.M. Guzmán, "Isothermal crystallization of poly(ethylene terephthalate) of low molecular weight by differential scanning calorimetry crystallization kinetics", Polymer, **26**, (1985).

54. R.C. Roberts, "Poly(ethylene terephthalate) I Heat of Fusion". Polymer, Lond. **10**, 113 (1969).

55. A.M. Ar'ev and A.V. Sotnikov, "Correlation between the structure formation at the macromolecular level and the dielectric loss relaxations in polyethylene terephthalate (PET)", Vysokomol. Soedin A **12**, 1799 (1970): Traslated in: Polym. Sci. USSR **12**, 2040 (1970).

56. Silverstein, Bassler and Morril, "spectrometric identification of organic compounds", John Wiley & Sons, New York Fourth edition (1981).

VIII.- ÍNDICE DE FIGURAS

Figura	Descripción	Página
1	Clasificación de las mezclas poliméricas	6
2	Soluto de bajo peso molecular (●) y solvente (●)	8
3	Soluto polimérico (●) y solvente (●)	9
4	Representación esquemática de un extrusor monohusillo	21
5	Representación esquemática de un extrusor monohusillo reciprocante	21
6	Representación esquemática de un mezclador con cavidad de transferencia	22
7	Representación esquemática de un mezclador estático	22
8	Representación esquemática de un mezclador intensivo de dos rotores	23
9	Representaciones esquemáticas de diferentes arreglos de extrusores de doblehusillo	23
10	Representación esquemática de un mezclador interno tipo Banbury	24
11	Representación esquemática de un mezclador intensivo	24
12	Representación esquemática de un molino de rodillos	25
13	Representación esquemática del módulo de almacenaje a baja frecuencia en función de la temperatura, para los polímeros A y B (líneas contínuas) y mezclas 50:50 (líneas punteadas)	26
14	Estructuras de los diferentes tipos de polietilenos, HDPE (a), LDPE (b) y LLDPE (c)	30
15	Unidad repetitiva del polietileno	31
16	Unidad repetitiva del PET	33
17	Síntesis del PET	34
18	Estructura del ionómero utilizado	36
19	Puente de hidrógeno entre grupos carbonilos del PET y grupos ácidos del compatibilizador	39

20 Puente de hidrógeno entre un OH terminal del PET y un grupo ácido del compatibilizador 40
21 Puente de hidrógeno entre un grupo ácido terminal del PET y un grupo ácido del compatibilizador 40
22 Puentes de hidrógeno entre un OH terminal del PET y la sal de metacrilato de zinc del compatibilizador 40
23 Puente de hidrógeno entre un grupo ácido terminal del PET y la sal de metacrilato del compatibilizador 41
24 Reacción de esterificación entre un grupo COOH del compatibilizador y un OH terminal del PET 41
25 Espectro de infrarrojo obtenido para el HDPE virgen 47
26 Espectro de infrarrojo reportado para un tipo de polietileno 47
27 Espectro de IR del HDPE virgen (a) y el espectro de IR del HDPE mezclado a 270 °C (b) en la región de 1500 cm^{-1} a 2000 cm^{-1} 48
28 Cromatograma obtenido para el HDPE virgen 49
29 Termograma de DSC obtenido para el HDPE virgen 50
30 Termograma de DSC reportado para el HDPE 50
31 Espectro de infrarrojo obtenido para el PET 51
32 Espectro de infrarrojo reportado para el PET 51
33 Cromatograma del PET virgen 52
34 Termograma de DSC del PET utilizado 53
35 Termograma de DSC reportado para el PET 53
36 Espectro de infrarrojo obtenido para el ionómero virgen 55
37 Espectro de infrarrojo reportado para un ionómero basado en etileno-ácido metacrílico 55
38 Termograma de DSC obtenido para el ionómero utilizado 55
39 Termograma de DSC reportado para un copolímero de etileno-ácido metacrílico 56
40 Termogramas de las mezclas PET/HDPE; 25/75 (a), 50/50 (b) y 75/25 (c) 57

41 Termogramas de las mezclas PET/HDPE 75/25 (a) y PET/HDPE/SURLYN 75/25/7.5 (b)..... 59
42 Termogramas de las mezclas PET/HDPE 50/50 (a) y PET/HDPE/SURLYN 50/50/7.5 (b)..... 59
43 Termogramas de las mezclas PET/HDPE 25/75 (a) y PET/HDPE/SURLYN 25/75/7.5 (b)..... 60
44 Gráficas del torque de mezclado contra tiempo de las mezclas preparadas..... 63
45 Espectros de IR de las mezclas PET/HDPE 75/25 (a) y PET/HDPE/SURLYN 75/25/7.5 (b)..... 64
46 Espectros de IR de las mezclas PET/HDPE 50/50 (a) y PET/HDPE/SURLYN 50/50/7.5 (b)..... 64
47 Espectros de IR de las mezclas PET/HDPE 25/75 (a) y PET/HDPE/SURLYN 25/75/7.5 (b)..... 65
48 Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE 75/25 a 300 X..... 66
49 Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE 75/25 a 2000 X..... 66
50 Espectro de rayos x de la matriz de PET de la mezcla PET/HDPE 75/25 en la que se presenta una relación oxígeno/carbono de 0.50..... 67
51 Espectro de rayos x del dominio de HDPE de la mezcla PET/HDPE 75/25 en la que se presenta una relación oxígeno/carbono de 0.11..... 68
52 Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla compatibilizada PET/HDPE/SURLYN 75/25/7.5 a 2000 X..... 68
53 Espectro de rayos x de la superficie de la mezcla compatibilizada PET/HDPE/SURLYN 75/25/7.5, el cual indica zinc por la presencia del compatibilizador..... 69
54 Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE 50/50 a 100 X..... 70

55 Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE 50/50 a 2000 X..... 70
56 Espectro de rayos x de la fase continua de HDPE de la mezcla PET/HDPE 50/50 en la que se presenta una relación oxígeno/carbono de 0.19..... 71
57 Espectro de rayos x del dominio de PET de la mezcla PET/HDPE 50/50 en la que se presenta una relación oxígeno/carbono de 0.47..... 72
58 Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE/SURLYN 50/50/7.5 a 2000 X..... 72
59 Espectro de rayos x de la mezcla PET/HDPE/SURLYN 50/50/7.5 en la que se presenta el pico de zinc por la presencia del compatibilizador 73
60 Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE 25/75 a 300 X..... 74
61 Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE 25/75 a 2000 X..... 74
62 Espectro de rayos x de la fase continua de HDPE de la mezcla PET/HDPE 25/75 en la que se presenta una relación oxígeno/carbono de 0.28..... 75
63 Espectro de rayos x del dominio de PET de la mezcla PET/HDPE 25/75 en la que se presenta una relación oxígeno/carbono de 0.53..... 76
64 Imagen de microscopía electrónica de barrido de la mezcla PET/HDPE/SURLYN 25/75/7.5 a 2000 X..... 76
65 Espectro de rayos x de la mezcla PET/HDPE/SURLYN 25/75/7.5 en la que se presenta el pico de zinc por la presencia del compatibilizador 77

IX.- ÍNDICE DE TABLAS

Tabla	Descripción	Página
1	Algunos tipos de reacciones que suceden durante la compatibilización de polímeros	18
2	Equipos de mezclado que se han empleado en la preparación de mezclas de polímeros	20
3	Algunas propiedades de polietilenos de baja y alta densidad	32
4	Algunas propiedades físicas del PET	35
5	Propiedades térmicas de ionómeros basados en etileno-ácido metacrílico	36
6	Polímeros utilizados	42
7	Composiciones de las mezclas PET/HDPE con y sin compatibilizador	43
8	Condiciones de la corrida del DSC	44
9	Valores obtenidos mediante GPC para el HDPE virgen	49
10	Propiedades térmicas del HDPE utilizado	51
11	Valores obtenidos mediante GPC para el PET	53
12	Transiciones térmicas obtenidas para el PET virgen	54
13	Temperatura de fusión del ionómero utilizado	56
14	Cantidad de ácido metacrílico y parámetros para determinarlo	56
15	Resultados del análisis cuantitativo de las mezclas sin compatibilizador	58
16	Temperaturas de fusión de las mezclas con y sin compatibilizador	60
17	Porcentajes de cristalinidad del PET y del HDPE en las mezclas con y sin compatibilizador	61

X.- NOMENCLATURA

PPE	Polifenileneter
PS	Poliestireno
HIPS	Poliestireno de alto impacto
ABS	Terpolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno
IPN	Red interpenetrada
PVC	Policloruro de vinilo
PS ionómero	Poliestireno ionómero
EVA	Copolímero de etileno-acetato de vinilo
PVDF	Polifluoruro de vinilideno
SMAn	Coolímero de estireno-anhídrido maleico
(PA)66	Nylon 6,6
LLDPE	Polietileno lineal de baja de baja densidad
PPO	Plióxido de fenileno
SEBS	Terpolímero en bloques de stireno-etileno-butileno
PS-NH_2	Poliestireno funcionalizado con una amina
PS-g-PMMA	Copolímero de injerto de estireno-polimetilmetacrilato
PE	Poliestireno
PE-MAn	Polietileno modificado con anhídrido maleico
TPE	Elastómero termoplástico
ENR	Hule natural funcionalizado con un compuesto epóxico
S-EPDM	Elastómero de etilrno-propileno-dieno sulfonado
HDPE	Polietileno de alta densidad
LDPE	Polietileno lineal de baja densidad
PET	Polietilentereftalato
PEAD	Polietileno de alta densidad
DMT	Dimetiltereftalato

TPA	Ácido tereftálico
HFIP	Hexafluoroisopropanol
In	Indio
Hg	Mercurio
KOH	Hidróxido de potasio
MAA	Ácido metacrílico
ΔG_m	Energía libre de mezclado
ΔH_m	Cambio en la entropía de mezclado
ΔH_f	Entalpía de fusión
ΔH_{feq}	Entalpía de fusión al equilibrio
ΔS_m	Cambio de entropía de mezclado
T	Temperatura
Tm	Temperatura de fusión
Tc	Temperatura de cristalización
Tg	Temperatura de transición vítrea
R	Constante universal de los gases
n_1	Número de moles del solvente
n_2	Número de moles de soluto polimérico
ϕ_1	Fracción volumen del solvente
ϕ_2	Fracción volumen del soluto polimérico
χ	Parámetro de interacción Flory-Huggins
x_1	Grado de polimerización del solvente (1)
x_n	Grado de polimerización
η_m	Viscosidad de la mezcla
η_1	Viscosidad del polímero 1
η_2	Viscosidad del polímero 2
w_1	Fracción peso del polímero 1
w_2	Fracción peso del polímero 2
$[\eta]$	Viscosidad intrínseca
L/D	Relación longitud/diámetro

G'	Módulo de almacenaje a baja frecuencia
DSC	Calorimetría diferencial de barrido
OM	Microscopía óptica
SEM	Microscopía electrónica de barrido
TEM	Microscopía electrónica de transmisión
GPC	Cromatografía de permeación en gel
IR	Infrarrojo
MWD	Distribución de pesos moleculares
Mn	Peso molecular promedio en número
Mw	Peso molecular promedio en peso
$(1-\lambda)$	Grado de cristalinidad
I.C.	Índice de carbonilo
A	Absorbancia
dl	Decilitro
µm	Micrómetros
mW	Miliwatts
rpm	Revoluciones por minuto
J	Joules
KJ	Kilojoules
ppm	Partes por millón
N	Normalidad
MPa	Megapascales

CARPETA
PRESSBOARD
CON BROCHE
BACO

Hecho en México por: