

**ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE UN MATERIAL
COMPUESTO DE MATRIZ POLIMÉRICA RPET (TEREFTALATO DE
POLIETILENO RECICLADO) MODIFICADO CON REFUERZO DE GRAFENO**

**AUTOR:
OMAR FRANKLIN ROJAS MORENO**

**DIRECTORA:
Dra. Mery Carolina Pazos Zarama
CODIRECTOR
Dr. Carlos Andrés Palacio Gómez**

**UNIVERSIDAD PEDAGÓGICA Y TECNOLÓGICA DE COLOMBIA
MAESTRÍA EN METALURGIA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES
FACULTAD DE POSGRADOS EN INGENIERÍA
2019**

**ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE UN MATERIAL
COMPUESTO DE MATRIZ POLIMÉRICA RPET (TEREFTALATO DE
POLIETILENO RECICLADO) MODIFICADO CON REFUERZO DE GRAFENO**

**AUTOR:
OMAR FRANKLIN ROJAS MORENO**

**DIRECTORA:
Dra. Mery Carolina Pazos Zarama
CODIRECTOR
Dr. Carlos Andrés Palacio Gómez**

**Trabajo de investigación
Maestría en Metalurgia y Ciencia de los Materiales**

**UNIVERSIDAD PEDAGÓGICA Y TECNOLÓGICA DE COLOMBIA
MAESTRÍA EN METALURGIA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES
FACULTAD DE POSGRADOS EN INGENIERÍA
2019**

Nota de aceptación:

Firma del Presidente del Jurado

Martin Emilio Mendoza Oliveros. PhD.

Julián Mauricio Rendón. PhD

Tunja, 06 de Noviembre, 2019

La autoridad científica de la facultad de ingeniería reside en ella misma, por lo tanto no responde por las opiniones expresadas en este proyecto de grado.

“Se autoriza su reproducción indicando necesariamente su origen”

DEDICATORIA

“En Memoria del Dr. Efrén de Jesús Muñoz.” Q.E.P.D. por sus sabios consejos.
A mi hija Sarita, por ser mi motor, a mi esposa Isabelita, por ser quien me enseña
a soñar.

A mi Familia, por darme el impulso para lograr mis metas.

Y ante todo a Dios, por darme la oportunidad de vivir.

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Efrén de Jesús Muñoz.” q.e.p.d. Director de tesis docente vinculado a la Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia.

A la Dra. Mery Carolina Pazos Zarama, directora de tesis, docente vinculado a la Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia.

Al Dr. Carlos Andrés Palacio Gómez, Co-director de tesis, docente vinculado a la Universidad Antonio Nariño.

A Dra. Rosa Isabel Urquiza Salgado, docente vinculada a la Universidad de Holguín.

Al Dr. Carlos Ramón Batista Rodríguez, docente vinculado a la Universidad Antonio Nariño.

A la Dra. Yaneth Pineda Triana, docente vinculado a la Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia.

Al grupo de investigación Desarrollo y Aplicaciones de Nuevos Materiales DANUM de la UPTC.

Al grupo de investigación Research in Energy and Materials REM de la Universidad Antonio Nariño.

Al Instituto para la Investigación e Innovación en Ciencia y Tecnología de Materiales INCITEMA UPTC.

Al Grupo de investigación en nuevos materiales nano y supramoleculares, Universidad Nacional de Colombia.

Al Grupo de Investigación y desarrollo de sistemas Electromecánicos GRIDSE de la UPTC.

Al Laboratorio de Electrónica de la Universidad Juan de Castellanos.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN.....	16
1. OBJETIVOS.....	17
1.1. OBJETIVO GENERAL.....	17
1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
2. MARCO TEÓRICO	18
2.1. POLIETILENO TEREFALATO.....	18
.....	18
2.1.1. Tipos de PET.....	18
2.2. RECICLAJE DE PLÁSTICOS	19
2.3. GRAFENO.....	21
2.4. PROPIEDADES MECÁNICAS DE UN MATERIAL	22
2.4.1. Resistencia a la tracción y elongación de rotura	22
2.4.2. Resistencia al impacto	24
2.4.3. Dureza	25
2.5. PROPIEDADES ELÉCTRICAS DE UN MATERIAL	26
2.5.1. Conductividad eléctrica y resistividad	26
2.5.2. Clasificación de los materiales según conductividad o resistividad	27
2.6. MATERIALES COMPUESTOS.....	29
2.6.1. Teorías de adhesión.....	30
3. MATERIALES Y MÉTODOS.....	33
3.1. PREPARACIÓN Y MOLDEO DE LOS SISTEMAS	33
3.1.1. Máquina pulverizadora.....	33
.....	34
3.1.2. Proceso de pulverización	34
3.1.3. Proceso de tamizado	35
3.1.4. Máquina Extrusora	36
3.1.5. Moldeo de los sistemas	37
3.1.6. Material de refuerzo	41
3.2. CARACTERIZACIÓN CUALITATIVA.....	44

3.2.1.	Microscopia Electrónica de Barrido	44
3.2.2.	Calorimetría de Barrido Diferencial.....	45
3.2.3.	Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier	46
3.2.4.	Espectrometría Raman	47
3.2.5.	Método de Kelvin	48
3.2.6.	Medición de resistencia de aislamiento.	49
3.3.	CARACTERIZACIÓN MECÁNICA	50
3.3.1.	Ensayo de tracción	50
3.3.2.	Dureza Shore	51
3.3.3.	Resistencia al impacto	53
4.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	54
4.1.	MORFOLOGÍA DEL MATERIAL BASE Y CON GRAFENO	54
4.2.	CALORIMETRÍA DE BARRIDO DIFERENCIAL	56
4.3.	ESPECTROMETRÍA RAMAN	57
4.4.	ESPECTROSCOPIA INFRARROJA FT-IR.....	60
4.5.	MÉTODO DE KELVIN	61
4.6.	MEDICIÓN DE RESISTENCIA DE AISLAMIENTO.....	63
4.7.	CARACTERIZACIÓN MECÁNICA	64
4.7.1.	Inspección visual de los sistemas.....	64
4.7.2.	Ensayos de tracción	65
4.7.3.	Dureza Shore A.....	69
4.7.4.	Resistencia al impacto	70
4.8.	ANÁLISIS MORFOLÓGICO DE LOS SISTEMAS M ₁ , M ₃ y M ₅	73
	CONCLUSIONES.....	76
	RECOMENDACIONES	77
	BIBLIOGRAFÍA.....	78

LISTA DE TABLAS

Tabla I. Propiedades físicas del PET.....	18
Tabla II. Materiales conductores, semiconductores y aislantes.	28
Tabla III. Ficha técnica de máquina extrusora	37
Tabla IV. Composición de los sistemas.....	37
Tabla V. Parámetros de moldeo.	40
Tabla VI. Ficha técnica del grafeno.....	41
Tabla VII. Ficha técnica del calorímetro DSC.....	46
Tabla VIII. Configuración de pruebas para tipo A y D.....	52
Tabla IX. Comportamiento del grafeno en cada sistema.	59
Tabla X. Medidas de resistencia de aislamiento.....	64
Tabla XI. Parámetros mecánicos de los sistemas.	65
Tabla XII. Parámetros de esfuerzo vs deformación	67
Tabla XIII. Parámetros de dureza Shore A	70
Tabla XIV. Energía absorbida por cada sistema.....	71

LISTA DE FIGURAS

Fig. 1. Proceso de reciclaje mecánico.	20
Fig. 2. Estructura molecular del Grafeno.	21
Fig. 3. Curva de carga frente a alargamiento obtenida en un ensayo de tracción.	22
Fig. 4. Curva tensión-deformación obtenida al normalizar los datos de la Figura 3 con la geometría de la probeta.	23
Fig. 5. Esquema de un aparato estándar para la prueba de impacto.	24
Fig. 6. Esquema de un circuito para la medida de conductividad eléctrica.	28
Fig. 7. Clasificación de los materiales compuestos.	29
Fig. 8. Puntos de contacto en superficies rugosas.	30
Fig. 9. Unión formada por enmarañamiento molecular de dos polímeros.	30
Fig. 10. Unión formada por atracción electrostática.	31
Fig. 11. Enlace químico formado entre dos superficies A y B.	31
Fig. 12. Unión mecánica formada cuando un polímero líquido moja una superficie sólida rugosa.	31
Fig. 13. Posible comportamiento de propiedades de una mezcla en función de la composición.	32
Fig. 14. Diagrama de desarrollo metodológico.	33
Fig. 15. Máquina pulverizadora de RPET.	34
Fig. 16. Bobinas formadas de RPET.	34
Fig. 17. Proceso de pulverizado.	35
Fig. 18. RPET con tamaño de grano de 75 μm	35
Fig. 19. Extrusora mono husillo.	36
Fig. 20. Dimensiones de la probeta para ensayo a tensión.	38
Fig. 21. Dimensiones de la probeta para ensayo a impacto.	38
Fig. 22. Dimensiones de muestra plano paralela para ensayo de dureza.	39
Fig. 23. Muestra de 100% RPET, peso 30g.	39
Fig. 24. Espécimen M_0 para Tensión según ASTM D638-01.	40
Fig. 25. Espécimen M_0 para impacto según ASTM D256-04.	40
Fig. 26. Espécimen M_0 para dureza según ASTM D785-03.	41
Fig. 27. Grafeno de investigación, grado 3.	41
Fig. 28. Comparación visual de grafeno (izquierda) y RPET (derecha).	42
Fig. 29. Muestras en peso, 1g, 3g y 5g de grafeno.	42
Fig. 30. Sistemas M_1, M_3, M_5	43
Fig. 31. Probetas de los sistemas M_5, M_3 y M_1 para tensión (Norma ASTM D638-01).	43
Fig. 32. Probetas de los sistemas M_5, M_3 y M_1 para impacto (Norma ASTM D256-04).	43
Fig. 33. Probetas de los sistemas M_5, M_3 y M_1 para dureza (Norma ASTM D785-03).	44
Fig. 34. MEB ZEISS Serie EVO MA10.	45

Fig. 35. Instrumento TA SDT-Q600 para TGA / DSC simultáneos.	45
Fig. 36. Espectrómetro infrarrojo IR marca THERMO Fischer Scientific Nicolet iS10	47
Fig. 37. Espectrómetro Raman marca THERMO Scientific.	47
Fig. 38. Circuito método de cuatro puntas.	48
Fig. 39. Fuente marca ATTEN serie TPR 3003T-3C, Multímetro marca RIGOL serie DM3068.	48
Fig. 40. Megger serie MIT1525	49
Fig. 41. Máquina universal tipo servomotor marca Hung Ta	50
Fig. 42. Durómetro Shore A marca Onestopshops.....	52
Fig. 43. Máquina para ensayos Charpy marca Sinowon, modelo SCI-50	53
Fig. 44. MEB morfología de la granza de RPET	55
Fig. 45. MEB Granza de RPET con grafeno.....	55
Fig. 46. Puntos de transición térmica de la muestra de RPET	56
Fig. 47. Espectroscopia RAMAN de la muestra de grafeno.....	57
Fig. 48. Espectroscopia RAMAN de la muestra de grafeno y los sistemas M_1 , M_3 y M_5	58
Fig. 49. Espectroscopia infrarroja FT-IR de la muestra de grafeno	60
Fig. 50. Montaje experimental método de Kelvin.....	61
Fig. 51. Comprobación del método de Kelvin.....	61
Fig. 52. Método de Kelvin para sistemas M_0 (izquierda) y M_1 (derecha)	62
Fig. 53. Método de Kelvin para sistemas M_3 (izquierda) y M_5 (derecha)	62
Fig. 54. Medición de resistencia sistema M_0	63
Fig. 55. Parámetros de esfuerzo vs deformación.	66
Fig. 56. Grafica comparativa del comportamiento mecánico se los sistemas.....	67
Fig. 57. Comportamiento de la carga en cada sistema.....	68
Fig. 58. Vista macroscópica del plano de la fractura a tensión del sistema M_5	69
Fig. 59. Toma de dureza Shore A al sistema M_3	69
Fig. 60. Banco de pruebas Charpy.....	70
Fig. 61. Energía absorbida por cada sistema.	71
Fig. 62. Superficie de fractura a impacto del sistema M_5 . Detalle: la flecha inferior indica el sentido de propagación de la grieta.	72
Fig. 63. Morfología de la cara paralela a fractura, sistema M_1	73
Fig. 64. Morfología de la cara paralela a fractura, sistema M_3	74
Fig. 65. Morfología de la cara paralela a fractura, sistema M_5	75

LISTA DE ANEXOS

ANEXO A. FICHA TÉCNICA DE SEGURIDAD DEL GRAFENO.....	82
ANEXO B. CERTIFICADO DE ANÁLISIS DEL GRAFENO	87
ANEXO C. ANÁLISIS DEL GRAFENO.....	89

GLOSARIO

Adsorción: fenómeno por el cual un sólido o un líquido atrae y retiene en su superficie gases, vapores, líquidos o cuerpos disueltos.

Amperímetro: instrumento para medir la intensidad de una corriente eléctrica.

Carga mecánica: corresponde a la magnitud física que genera peso o presión respecto a otra sobre algo.

Conductividad eléctrica: capacidad de la materia para permitir el flujo de la corriente eléctrica.

Deformación ingenieril: cambio de forma o tamaño de un material debido a esfuerzos externos.

Disrupción eléctrica: transformación brusca de una parte o de la totalidad de un medio aislante en un medio conductor.

Ensayo de Indentación: tipo de ensayo en el que se somete a un material a una carga de compresión muy localizada mediante un indentador de forma dada. El objetivo es medir la rigidez local de tal material. Se representa la relación entre la carga aplicada y la profundidad de la huella generada por el indentador.

Extrusión de polímeros: proceso industrial mecánico, en donde se realiza una acción de moldeado del plástico, que por flujo continuo con presión y empuje, se hace pasar por un molde encargado de darle la forma deseada.

Fullerenos: molécula compuesta por carbono que puede adoptar una forma geométrica que recuerda a una esfera, un elipsoide, un tubo o un anillo.

Grafeno: cristal de carbono en el que los átomos están dispuestos en un plano de forma hexagonal.

Husillo: tornillo metálico o de madera utilizado para el movimiento de las prensas y otras máquinas similares.

Ley de Ohm: relación existente entre conductores eléctricos y su resistencia.

Máquina pulverizadora: máquina con diferentes tipos de arquitectura que permite reducir materiales a tamaños diminutos.

Material compuesto: materiales que se forman por la unión de dos o más materiales para conseguir la combinación de propiedades que no es posible obtener en los materiales originales.

Nanopartículas: trozos de material en el que las tres dimensiones de las partículas se encuentran dentro de la escala nanométrica (en el rango de 1 a 100 nanómetros).

Nanotubos de carbono: estructuras tubulares (cilíndricas), cuyo diámetro es del tamaño del nanómetro.

PET (Polietileno tereftalato): polímero de condensación termoplástico y material muy usado en la producción de una gran diversidad de envases de bebidas.

Producto triturado: resultado del proceso de reducción de tamaño de los materiales.

Proceso de granceado: proceso en el que se obtienen unas pequeñas bolitas (granza) que se almacenan en sacos para su uso como nueva materia prima.

Reciclaje de plásticos: proceso de recuperación de desechos de plásticos.

Resistividad eléctrica: cuantifica la fuerza con la que se opone un material dado al flujo de corriente eléctrica.

Tenacidad: propiedad física que describe la cantidad de energía que puede absorber un material antes de romperse.

Tensión ingenieril: máxima tensión que puede soportar un material, antes que su sección transversal se contraiga de manera significativa.

Voltímetro: instrumento para medir en voltios la diferencia de potencial eléctrico entre dos puntos de un circuito.

RESUMEN

La contaminación por materiales plásticos es un problema que se ha venido trabajando de diferentes formas, implementando sistemas, cómo reducir, reutilizar y reciclar, pero aún no se ha establecido un mecanismo y/o proceso que permita incorporar los envases post-consumo de bebidas como materia prima para nuevos usos.

Una parte fundamental de este estudio se basa en el reciclado de botellas de agua mineral, fabricadas a partir de PET (Tereftalato de polietileno, por sus siglas en inglés), El PET está hecho de petróleo crudo, gas y aire. Un kilo de PET está compuesto por 64% de petróleo, 23% de derivados líquidos del gas natural y 13% de aire. Este polímetro al ser recuperado pierde propiedades mecánicas causadas por el proceso de termo-formado, razón por la cual no puede ser utilizado para fabricación de piezas que requieran ser sometidas a esfuerzos. Actualmente, alrededor del 75% del RPET (PET reciclado) es recuperado para ser utilizado como fibra de alfombras, ropa polar, cuerdas y algunos accesorios.

En este proyecto se presenta como alternativa combinarlo con grafeno, cristal derivado del carbono que muestra altas propiedades mecánicas y que por tener los átomos dispuestos en un plano de forma hexagonal y alta porosidad, permite mezclarlo con el RPET de una forma más sencilla que otros materiales, que también puedan presentar buenas propiedades mecánicas. Para poder mezclarlo con el grafeno, los envases plásticos son sometidos a un proceso de reducción (pulverizado) hasta obtener tamaños de material incluso de 75 μm . Para termo-formar el RPET y grafeno se construye una máquina extrusora mono husillo, que permite utilizar la cámara como herramienta de homogeneización del compuesto en porcentajes de 1%, 3% y 5% en peso de grafeno, proceso mecánico llevado en frío. A continuación se funden las probetas de los diferentes sistemas para realizarles los ensayos mecánicos. Al analizar los resultados obtenidos se constató un incremento en las propiedades mecánicas del compuesto; se observó que el refuerzo tiene un efecto significativo en la absorción de energía. Otro aspecto a resaltar fue la disminución de la resistencia a la tensión eléctrica, aduciendo una dispersión homogénea del grafeno dentro de la matriz de RPET.

INTRODUCCIÓN

Los avances tecnológicos exigen cada día que se investiguen nuevos materiales o que se ahonde más en las propiedades de los existentes. El PET (Tereftalato de polietileno) es un material que permite ser recolectado y recuperado posconsumo a partir de procesos tecnológicos. Adicionalmente, el impacto ambiental negativo, que lo cataloga como uno de los residuos más peligrosos que genera el hombre, hace que recuperarlo sea una oportunidad de negocio y de contribución al medio ambiente.

En este sentido, actualmente se puede recuperar el material posconsumo con diferentes técnicas, entre ellas, reciclaje físico o mecánico, reciclaje químico, reciclaje energético. Conviene subrayar que el más utilizado es el reciclaje físico o mecánico, el cual permite seleccionar en los lugares de acopio los materiales que pueden ser recuperados para introducirlos nuevamente a procesos de manufactura.

A causa del proceso utilizado para incorporar el PET y hacer de él un nuevo material de uso, éste es sometido nuevamente a una transformación termoplástica que conlleva a una disminución de las propiedades mecánicas [1, 2].

En relación con lo anteriormente expuesto, se han desarrollado diversas investigaciones que incorporan materiales de refuerzo como suplemento, logrando aumentos significativos en propiedades mecánicas [3-6]. Sin embargo, la utilización de los materiales obtenidos se dirige usualmente a aplicaciones degradadas.

Por otro lado, los avances en materiales presentan al grafeno, que es un cristal de carbono que combina una gran cantidad de propiedades que no se dan juntas en cualquier otro material por tener los átomos dispuestos en un plano de forma hexagonal, siendo capaz de mejorar las condiciones de cualquier material donde se aplique. Éste, como un nuevo material de nanocarbono emergente, tiene algunas propiedades únicas, incluyendo excelente conductividad térmica y eléctrica, fuerte propiedad mecánica y anticorrosiva, superficie extremadamente alta que permite hacer una mezcla mecánica con otros materiales [7-9].

En razón a los señalamientos hechos en líneas anteriores y siendo de gran interés, la presente investigación propone estudiar el comportamiento mecánico de un material compuesto de matriz polimérica RPET (Tereftalato de Polietileno Reciclado) modificado con refuerzo de grafeno.

1. OBJETIVOS

1.1. OBJETIVO GENERAL

Evaluar el comportamiento mecánico de una matriz polimérica de RPET con refuerzos de 1%, 3% y 5% de grafeno.

1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Preparación y moldeo de los sistemas.

- Preparar mediante extrusión de mono husillo y posterior moldeo por inyección probetas de 100% RPET y 1%,3%, 5% de grafeno/RPET.

Caracterización cualitativa

- Analizar la situación morfológica del RPET generada a partir del proceso de pulverizado, y probetas de RPET/GRAFENO obtenidas en proceso de extrusión y moldeo.

Caracterización mecánica.

- Determinar los parámetros numéricos que caracterizan el comportamiento mecánico a tracción, dureza e impacto del RPET y probetas de RPET/GRAFENO sometidas a un proceso de extrusión y moldeo.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. POLIETILENO TEREFALATO

Fue patentado como un polímero para fibra por J. R. Whinfield y J. T. Dickinson en 1941. Catorce años más tarde, en 1951 comenzó la producción comercial de fibra de poliéster, Desde entonces, hasta hoy en día, la fabricación de PET ha presentado un continuo desarrollo tecnológico, logrando un alto nivel de calidad y una diversificación en sus empleos. A partir de 1976 se emplea en la fabricación de envases ligeros, transparentes y resistentes, principalmente para bebidas, los cuales al principio eran botellas gruesas y rígidas, pero actualmente, sin perder sus excelentes propiedades como envase, son mucho más ligeros.

Existen diferentes grados de PET, los cuales se diferencian por su peso molecular y cristalinidad. Los que presentan menor peso molecular se denominan grado fibra, los de peso molecular medio, grado película y los de mayor peso molecular, grado ingeniería [10]. En la Tabla I se relacionan las propiedades físicas del PET Virgen comercial [11].

Tabla I. Propiedades físicas del PET.

Propiedades (unidad)	PET VIRGEN
Módulo de Young (MPa)	1890
Resistencia a la Rotura (MPa)	47
Resistencia al impacto (Jm^{-1})	12
Viscosidad intrínseca (dL g^{-1})	0.72-0.84
Temperatura de fusión ($^{\circ}\text{C}$)	244-254
Masa molecular (g mol^{-1})	81,600

Fuente: G. M. Barrera, J. B. H. Zaragoza, 2015.

2.1.1. Tipos de PET

Además de su clasificación como plástico, existen tipos de PET que se obtienen a partir de su fórmula básica. Dentro de ellos está el APET, que significa que es un PET amorfo; el CPET, que es el PET cristalino y el RPET que se designa al material reciclado. En este último tipo pueden existir dos formas, el PET post industrial, que son los residuos que se obtienen en el proceso de reutilización del PET y el PET posconsumo, que se refiere principalmente a las botellas plásticas de PET que se desechan y son recicladas [12].

2.2. RECICLAJE DE PLÁSTICOS

El desarrollo de tecnologías ha permitido recuperar el material posconsumo con diferentes técnicas, entre ellas, reciclaje físico o mecánico, reciclaje químico, reciclaje energético.

Para facilitar el proceso de separación, la *Society of the plastics industry* desarrolló un código de identificación que se coloca en la mayoría de los productos de polímero [13]:



Número 1. El PET (Tereftalato de Polietileno), material utilizado para la fabricación de botellas de agua, aceite, refrescos.



Número 2. El HDPE (Polietileno de alta densidad), tipo de material aún más rígido, utilizado para la fabricación de garrafas de aceite, detergentes o bolsas resistentes.



Número 3. El PVC (Cloruro de Polivinilo), plástico utilizado para la fabricación de juguetes, envolturas de alimentos.



Número 4. El LDPE (Polietileno de baja densidad), utilizado para botellas de agua y bolsas.



Número 5. El PP (Polipropileno), utilizado para la fabricación de envases de mantequilla o yogures, los cuales pueden ser reutilizados o reciclados



Número 6. El PS (Poliestireno) suele usarse para envasar comidas rápidas en los restaurantes



Número 7. Otros plásticos, en este numeral se ubican el PC o Policarbonato con el que se fabrican los CD's o los biberones infantiles y los PLA o Plásticos Biodegradables de nueva generación.

Reciclaje Mecánico: es el proceso de reciclado más utilizado, el cual consiste en varias etapas (Figura 1).

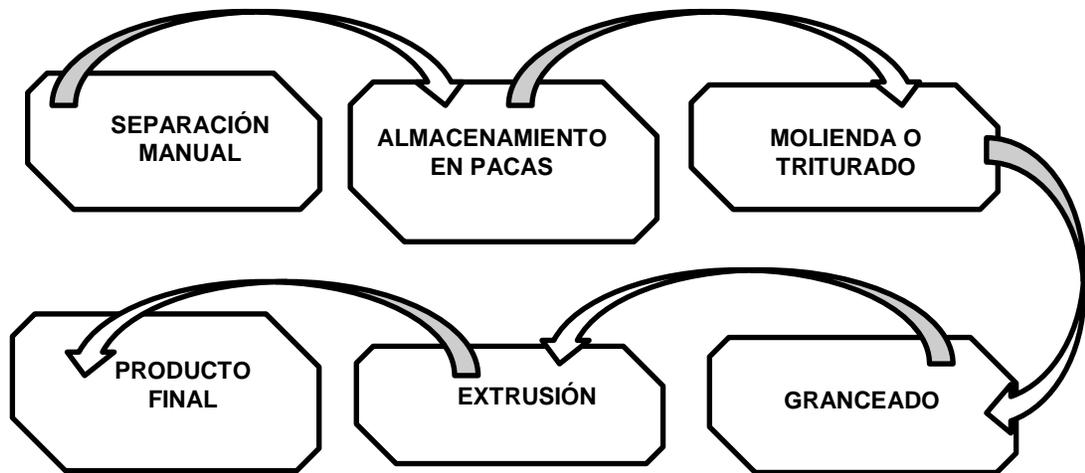


Fig. 1. Proceso de reciclaje mecánico.
Fuente: Autor

La preparación del producto empieza con el lavado y la separación de sustancias contaminantes (etiquetas, papeles, residuos de material biodegradable), proceso que se puede repetir si es necesario. Después el material pasa por una centrífuga y secadora y se almacena en un silo intermedio. En el caso ideal, el silo sirve también para homogeneizar más el material, a fin de obtener una calidad constante. Posteriormente el material se tritura [14].

El producto triturado, limpio, seco y homogéneo se alimenta a una extrusora y, tras el proceso de granceado, se obtiene la granza lista para ser procesada por diferentes técnicas. La granza de plásticos reciclados se puede utilizar de diferentes maneras, según los requerimientos para el producto final:

- Procesado del producto reciclado directamente, con la formulación que sea adecuada a su aplicación concreta. En este caso, las piezas obtenidas tienen en general propiedades menores a las fabricadas con polímero virgen, lo que es suficiente para la utilidad deseada.
- Mezcla de granza reciclada con polímero virgen para alcanzar las prestaciones requeridas. El ejemplo típico es la adición de polímero virgen a la mezcla de termoplásticos.
- Co-extrusión del producto reciclado. Un ejemplo de esta técnica es la fabricación de recipientes para detergentes, en la que la capa intermedia puede ser de polímero reciclado y la interior (contacto con el producto) y la exterior son de polímero virgen.

Reciclaje Químico: esencialmente consiste en un proceso químico que permite separar los componentes básicos del monómero. Este proceso adicionalmente

ofrece la degradación en subproductos a través de la fractura de los enlaces, utilizado en mayor parte para el manejo de poliésteres, poliamidas y poliuretanos [15].

Reciclaje Energético: en este proceso se busca utilizar el material reciclado como combustible, transformando el producto posconsumo en gases, cenizas y escoria. El objetivo principal es disminuir el volumen del residuo mediante la combustión.

2.3. GRAFENO

Es un material compuesto por carbono puro, con átomos dispuestos en patrón regular hexagonal (ver Figura 2), similar al grafito, pero en una hoja de un átomo 100 veces más fuerte que el acero. Su densidad es aproximadamente la misma que la de la fibra de carbono, y es aproximadamente 5 veces más ligera que el aluminio. Una lámina de 1 metro cuadrado pesa tan solo 0,77 miligramos.

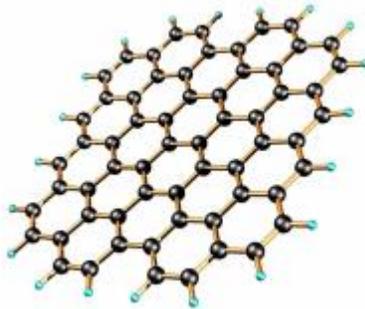


Fig. 2. Estructura molecular del Grafeno.

Fuente: J. C. Meyer 2007

Asimismo, es un alótropo del carbono, un teselado hexagonal plano formado por átomos de carbono y enlaces covalentes que se generan a partir de la superposición de los híbridos sp^2 de los carbonos enlazados.

En el grafeno, la longitud de los enlaces carbono-carbono es de aproximadamente 142 pm (picómetros). Es el componente estructural básico de todos los demás elementos gráfiticos, incluidos el propio grafito, los nanotubos de carbono y los fullerenos.

A esta estructura también se le puede considerar una molécula aromática extremadamente extensa en las dos direcciones espaciales. Es decir, sería el caso límite de una familia de moléculas planas de hidrocarburos aromáticos policíclicos denominada grífenos [16].

2.4. PROPIEDADES MECÁNICAS DE UN MATERIAL

Las propiedades mecánicas describen cómo un material responde a una fuerza o carga. Solamente se pueden ejercer tres tipos de fuerzas mecánicas que afecten a los materiales: compresión, tensión y cizalla. Las pruebas mecánicas consideran estas fuerzas por separado o combinadas. Las pruebas de tracción, compresión y cizalla sirven solo para medir una fuerza, mientras que las de impacto y dureza implican dos o más fuerzas simultáneas [17].

2.4.1. Resistencia a la tracción y elongación de rotura

El ensayo a tensión se utiliza para estudiar la relación existente entre esfuerzo-deformación, el ensayo de tracción de un material consiste en someter a una probeta normalizada a un esfuerzo axial de tracción creciente hasta que se produce la rotura de la probeta. Este ensayo mide la resistencia de un material a una fuerza estática o aplicada lentamente, elongación o extensión es el máximo esfuerzo de tracción a que un material puede estar sujeto antes de su rotura [18].

El resultado inmediato de un ensayo de este tipo es la curva carga-alargamiento (Figura 3). Al normalizar los datos de la Figura 3 en función de la geometría de la probeta, se obtiene una información más general acerca de las características del material [19].

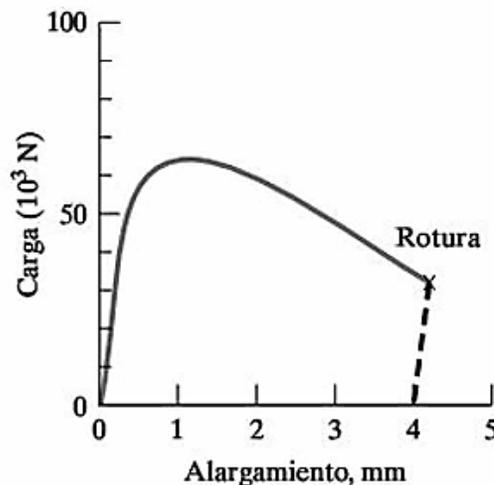


Fig. 3. Curva de carga frente a alargamiento obtenida en un ensayo de tracción.
Fuente: J. F. Shackelford 2006

La curva resultante tensión-deformación se muestra en la Figura 4. En ella se define la tensión ingenieril, σ , como:

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (1)$$

Donde F es la carga aplicada sobre la probeta, con un área transversal inicial (correspondiente a un valor de tensión nulo), A_0 . La sección transversal de la probeta hace referencia a la región próxima a la zona central de la longitud de la probeta.

Las probetas se fabrican de forma que el área transversal de esta zona sea uniforme e inferior al área transversal de los extremos en los que se sujeta a la máquina de ensayos. Esta zona de menor área, conocida como longitud calibrada, sufre la mayor concentración de tensiones, por lo que cualquier deformación significativa a tensión elevada se localiza en ella. La deformación ingenieril, ϵ , se define como:

$$\epsilon = \frac{l-l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (2)$$

Donde l es la longitud de la zona calibrada correspondiente a una carga determinada y l_0 es la longitud calibrada inicial (correspondiente a un valor de tensión nulo).

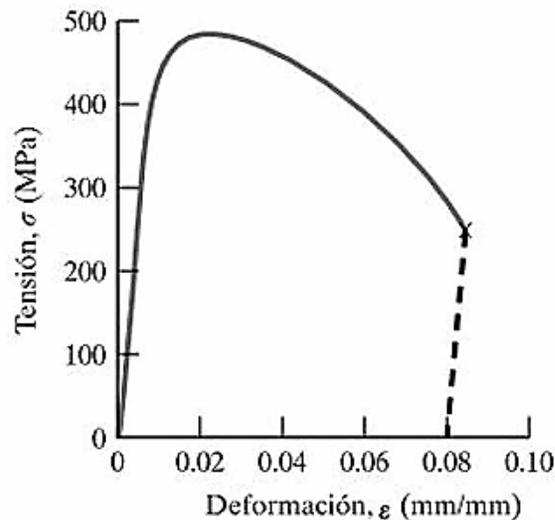


Fig. 4. Curva tensión-deformación obtenida al normalizar los datos de la Figura 3 con la geometría de la probeta.

Fuente: James F. Shackelford 2006

2.4.2. Resistencia al impacto

La resistencia al impacto representa la resistencia o tenacidad de un material rígido a la repentina aplicación de una carga mecánica. Es convencionalmente determinada por medición de la energía requerida para fracturar una probeta bajo condiciones normalizadas.

Uno de los métodos más simples de medida de la tenacidad es la prueba de impacto. En la Figura 5 se muestra el diagrama esquemático de una máquina sencilla para la prueba de impacto. La forma de utilizar este dispositivo consiste en colocar una probeta Charpy con muesca en V a lo largo junto a los brazos paralelos de la máquina (tal como se muestra en la parte superior de la Figura 5). A continuación, se suelta un péndulo pesado desde una altura determinada, el cual golpea a la probeta en su trayectoria descendente, fracturándola. Conocida la masa del péndulo y la diferencia entre las alturas inicial y final se determina la energía [20].

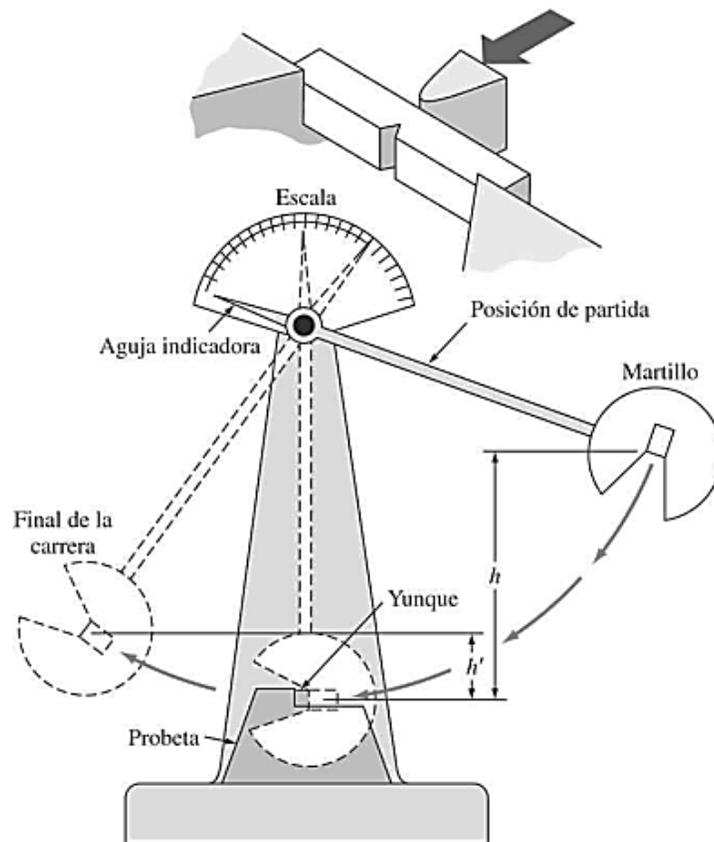


Fig. 5. Esquema de un aparato estándar para la prueba de impacto.

Fuente: William F. Smith 2006

2.4.3. Dureza

La dureza expresa la resistencia a la deformación. Es una propiedad compleja y cuando se accede a métodos por indentación o penetración, quedan involucrados factores como módulo elástico, resistencia al flujo, plasticidad y tiempo.

Las unidades de dureza derivan de la profundidad, ancho o área de la indentación realizada con alguna forma de estilo cargado. Son numerosos los aparatos propuestos y usados.

Dependiendo del tipo de punta empleada y del rango de cargas aplicadas, existen diferentes escalas, adecuadas para distintos rangos de dureza.

Las escalas de uso industrial actuales son las siguientes:

- Dureza Brinell: emplea como punta una bola de acero templado o carburo de Tungsteno (W). Para materiales duros, es poco exacta pero fácil de aplicar.
- Dureza Knoop: mide la dureza en valores de escala absolutas, y se valoran con la profundidad de señales grabadas sobre un mineral mediante un utensilio con una punta de diamante, al que se le ejerce una fuerza estándar.
- Dureza Rockwell: se utiliza como punta un cono de diamante (en algunos casos bola de acero). Es la más extendida, ya que la dureza se obtiene por medición directa y es apto para todo tipo de materiales. Se suele considerar un ensayo no destructivo por el pequeño tamaño de la huella.
- Rockwell superficial: existe una variante del ensayo, llamada Rockwell superficial, para la caracterización de piezas muy delgadas, como cuchillas de afeitarse o capas de materiales que han recibido algún tratamiento de endurecimiento superficial.
- Dureza Rosiwal: mide en escala absoluta de durezas, se expresa como la resistencia a la abrasión medias en pruebas de laboratorio y toma como base el corindón con un valor de 1000.
- Dureza Shore: emplea un escleroscopio. Se deja caer un indentador en la superficie del material y se ve el rebote. Es adimensional, pero consta de varias escalas. A mayor rebote, mayor dureza. Aplicable para control de calidad superficial. Es un método elástico, no de penetración como los otros. Existen durómetros portátiles.
- Dureza Vickers: emplea como penetrador un diamante con forma de pirámide cuadrangular. Para materiales blandos, los valores Vickers coinciden con los

de la escala Brinell. Mejora del ensayo Brinell para efectuar ensayos de dureza con chapas de hasta 2 mm de espesor.

- Dureza Webster: emplea máquinas manuales en la medición, siendo apto para piezas de difícil manejo como perfiles largos extruidos. El valor obtenido se suele convertir a valores Rockwell.
- Para los plásticos blandos o flexibles se usan los durómetros Shore. Hay dos tipos de durómetros Shore, al A y el D. En el tipo A se utiliza un penetrador con forma de varilla roma para probar los plásticos blandos. En el tipo D se emplea un penetrador con varilla puntiaguda para medir los materiales más duros. Se aplica una fuerza de 12,5 N en el Shore A y de 50 N en el Shore D. Las lecturas son rápidas y sencillas; se apoya el aparato sobre el material, se hace presión manual (entre 1 y 10 segundos) y se toma el valor. Las escalas van de 0 a 100 [21].

2.5. PROPIEDADES ELÉCTRICAS DE UN MATERIAL

El principal responsable de la transmisión de corriente eléctrica en los materiales es el átomo y la interrelación con su tipo de estructura. Los átomos están constituidos por partículas cargadas positivamente llamadas protones, otras negativamente denominados electrones y por último cargas neutras nombradas neutrones.

El comportamiento de la conducción eléctrica para materiales conductores, semiconductores y aislantes, depende de los electrones de la órbita exterior, debido a que a los neutrones y protones, que se encuentran en la parte interior, se le dificulta el desplazamiento al exterior del átomo. Los materiales conductores generalmente son metales, como el cobre, con un único electrón en la última capa electrónica, lo que le permite pasar con facilidad a átomos inmediatos, estableciendo los electrones libres para originar un flujo de corriente eléctrica [22].

2.5.1. Conductividad eléctrica y resistividad

La literatura consultada cataloga la conductividad eléctrica como la propiedad que tienen los materiales para poder desplazar una carga, cuando éstos están sometidos a un campo eléctrico. Recíprocamente, la resistividad es una magnitud inversa a la conductividad, determinando la dificultad que tienen los electrones para pasar de un lugar a otro, originando como resultado lo bueno o malo que es un material para desplazar electrones. Valores elevados de resistividad señalan materiales de conducción deficiente. Asimismo valores bajos indican que un material es buen conductor. Generalmente, la resistividad de los metales aumenta

con la temperatura, mientras que la de los semiconductores disminuye ante el aumento de la temperatura [23, 24].

2.5.2. Clasificación de los materiales según conductividad o resistividad

Conductores eléctricos. Estos materiales al entrar en contacto con una carga eléctrica, distribuyen la carga en todas las direcciones que llevan a la superficie. Los materiales que mejor conducen la energía son metales y sus derivados. Uno de los materiales más empleados para el transporte de la energía eléctrica es el cobre, en forma de cables de uno o varios hilos.

Eventualmente también es usado para transmisión de corriente el aluminio, metal que si bien tiene una conductividad eléctrica del orden del 60% comparado con la del cobre es, sin embargo, un material mucho menos denso. Para circuitos electrónicos y usos especiales, se utiliza como conductor el oro.

Sin embargo existen otros materiales, no metálicos, con la cualidad de transmitir energía eléctrica, tales como el grafito y las soluciones salinas

Dieléctricos. Estos materiales que no conducen la electricidad se usan como aislantes. Ejemplos de ellos: vidrio, cerámica, plásticos, entre otros. Se les cataloga como aislantes, sin embargo es lejano a la realidad, en otras palabras, con mayor propiedad se pueden clasificar como “mejores conductores” y “peores conductores”, el uso de los materiales dieléctricos eventualmente es para evitar cortocircuitos, utilizándolos como cubierta superficial y para confeccionar aisladores.

Algunos materiales, como el aire o el agua, son aislantes bajo ciertas condiciones pero no en otras. El aire, por ejemplo, es aislante a temperatura ambiente pero, bajo condiciones de frecuencia de la señal y potencia relativamente bajas, puede convertirse en conductor.

En la Figura 6 se muestra un sencillo método para medir la conducción eléctrica, bajo la ley de Ohm (Ecuación 3) relacionando la intensidad de corriente I , que circula por un circuito con una resistencia R , y un voltaje V , fijos. [25].

$$V = IR \quad (3)$$

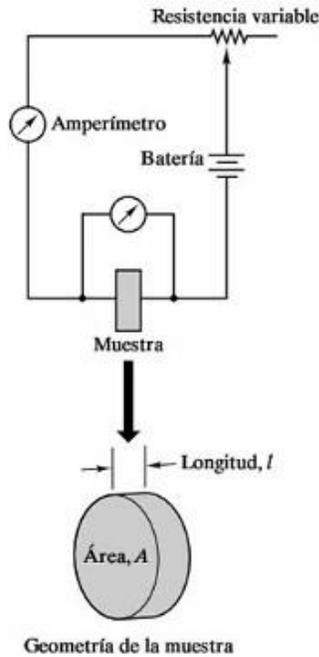


Fig. 6. Esquema de un circuito para la medida de conductividad eléctrica.

Fuente: James F. Shackelford F. 2007

En la Tabla II, se muestran algunos materiales que pueden ser conductores, semiconductores y aislantes [26].

Tabla II. Materiales conductores, semiconductores y aislantes.

MATERIAL	RESISTIVIDAD	MATERIAL	RESISTIVIDAD
CONDUCTORES	($\Omega \cdot m$)	SEMICONDUCTORES	($\Omega \cdot m$)
plata	1.59 E-8	agua con sal (saturada)	4.4 E-8
cobre	1.68 E-8	germanio	4.6 E-8
oro	2.21 E-8	diamante	2.7 E-8
aluminio	2.65 E-8	silicón	2.5 E-8
hierro	9.61 E-8	AISLANTES	($\Omega \cdot m$)
mercurio	9.58 E-7	agua(pura)	2.5 E5
nicrom	41.0 E-6	madera	1 E8 a 1 E11
manganeso	1.44 E-6	vidrio	1 E10 a 1 E14
grafito	1.4 E-5	cuarzo	7.5 E 16

Fuente: D. J. Griffiths, 2017.

2.6. MATERIALES COMPUESTOS

El estudio de materiales compuestos es de gran importancia y actualidad, pues consiste en unir dos o más materiales con el objeto de obtener una combinación de propiedades que individualmente los materiales originales no suministraban. La selección de los materiales se hace para obtener mejoras en rigidez, peso, resistencia, aumento en puntos críticos de temperatura, corrosión, ductilidad[27]. Es importante mencionar que usualmente cuando se combinan dos materiales, uno de ellos está presente en mayor proporción y se conoce como matriz, en tanto el otro se conoce como refuerzo.

Se considera un material compuesto aquel que consta de dos o más materiales químicamente diferentes, separables mecánicamente. Este tipo de materiales, gracias a sus propiedades, ha tenido un mayor auge en las últimas décadas, reemplazando materiales convencionales como Acero y Aluminio [28].

- Clasificación: los materiales compuestos se pueden clasificar según el tipo de refuerzo (ver Figura 7).

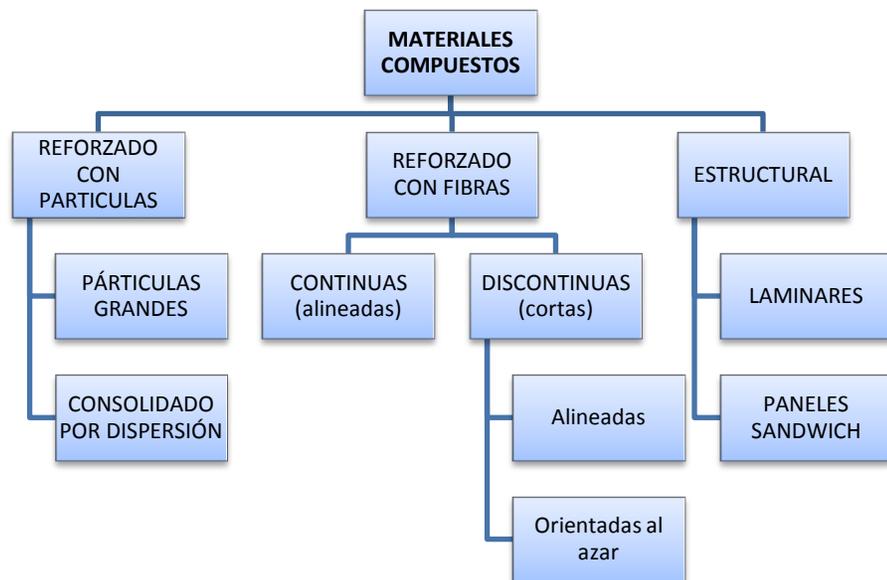


Fig. 7. Clasificación de los materiales compuestos.

Fuente: J. Newell, 2004.

Para el estudio de materiales compuestos se debe tener en cuenta el tipo de adhesión presente, el cual conlleva al origen de la resistencia de la unión entre la matriz y el refuerzo.

2.6.1. Teorías de adhesión

En los sistemas, la unión en una interface se realiza a través de la adhesión de un refuerzo y la matriz, la adhesión puede ser a tribuida a cinco mecanismos principales que pueden tener lugar en la interface, ya sea aisladamente o en combinación [29]:

- **Adsorción y humectación:** usualmente colocar juntas dos superficies eléctricamente neutras, da como resultado una atracción física, que se comprenderá mejor considerando la humectación de las superficies sólidas por líquidos.

Para el caso de los sólidos, la rugosidad no permite que la superficie entre en contacto, excepto en ciertos puntos aislados que llevan una adhesión débil, como lo ilustra la Figura 8.

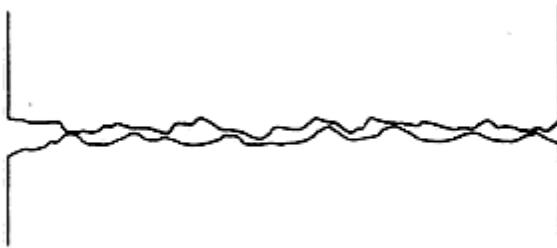


Fig. 8. Puntos de contacto en superficies rugosas.

Fuente: Derek Hull 1987

- **Interdifusión:** existe la posibilidad de formar una unión fuerte entre polímeros, uniendo la superficie por difusión de las moléculas de uno de los planos en la red molecular de la otra, como se muestra en la Figura 9. La unión puede ser inducida por medio de agentes plastificantes o disolventes y dependerá del grado de penetración que tenga la una con la otra.

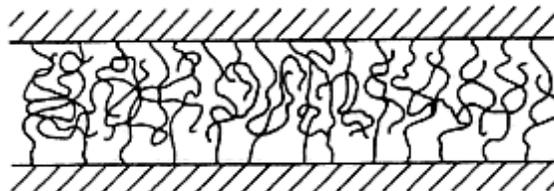


Fig. 9. Unión formada por enmarañamiento molecular de dos polímeros.

Fuente: Derek Hull 1987

- **Atracción electrostática:** se produce cuando una de las sustancias se encuentra con una carga positiva neta y la otra con carga negativa neta, como por ejemplo la unión ácido-base y del enlace iónico, ver Figura 10.

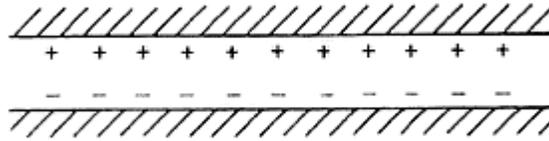


Fig. 10. Unión formada por atracción electrostática.

Fuente: Derek Hull 1987

- **Enlace químico:** representa gran importancia cuando se hace uso de agentes adhesivos, se forman enlaces entre grupos químicos de la superficie del refuerzo y el grupo químico de la matriz. La resistencia dependerá exclusivamente del número y tipo de enlaces por los componentes superficiales, ver Figura 11.

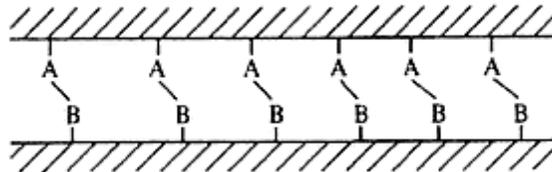


Fig. 11. Enlace químico formado entre dos superficies A y B.

Fuente: Derek Hull 1987

- **Unión mecánica:** algunos enlaces pueden ocurrir tan solo por la unión mecánica de dos sustancias, ver Figura 12. La fuerza de cizalla dependerá significativamente del grado de rugosidad del material de refuerzo, conjuntamente los tamaños de refuerzo aumentaran el área superficial, promoviendo una mayor resistencia.

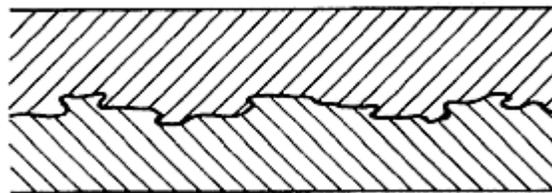


Fig. 12. Unión mecánica formada cuando un polímero líquido moja una superficie sólida rugosa.

Fuente: Derek Hull 1987

El comportamiento mecánico de las mezclas es a menudo un aspecto de mucho interés, el cual depende directamente de la morfología de sus componentes, tamaño promedio, distancia y distribución de las partículas.

Las investigaciones recientes, concuerdan en afirmar que la dispersión homogénea de la fase dispersa, al ser sometida a solicitaciones mecánicas, logra una distribución uniforme del estado de tensiones y deformaciones. Asimismo convienen en que si el tamaño del refuerzo es muy reducido, éste puede actuar como un concentrador de esfuerzos [30, 31].

Las mezclas binarias tienen un grado de compatibilidad dado por la LAM (Ley Aditiva de Mezcla), definida en las ecuaciones 4.1 o 4.2:

$$Y_M = x_1 Y_1 + x_2 Y_2 \quad (4.1)$$

$$Y_M = \phi_1 Y_1 + \phi_2 Y_2 \quad (4.2)$$

Donde x o ϕ son, respectivamente la fracción másica o volumétrica; en tanto Y representa la propiedad de interés de la mezcla (M) y de los componentes " i " ($i=1,2$).

En la Figura 13 se pueden observar tanto desviaciones positivas como negativas o en su defecto comportamientos mixtos, sin embargo para diagnosticar si las desviaciones favorecen o no a las mezclas se debe tener en cuenta qué se desea lograr en determinada propiedad [32]. En general, la adhesión entre las fases tiene un nivel de importancia muy alto frente al efecto sobre las propiedades mecánicas de la mezcla.

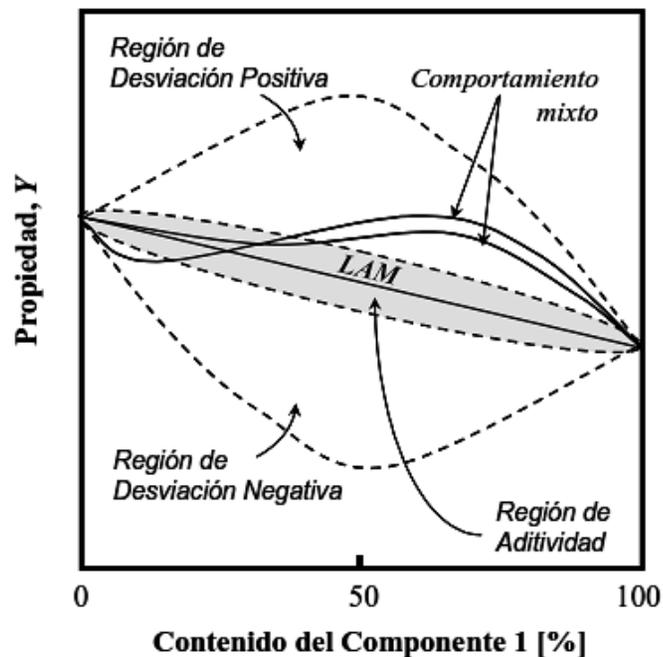


Fig. 13. Posible comportamiento de propiedades de una mezcla en función de la composición.

Fuente: DR Paul, JW Barlow, 1982.

3. MATERIALES Y MÉTODOS

En este capítulo se establece una planeación metodológica propicia para el desarrollo de los ensayos requeridos en esta investigación, contemplando normatividades relacionadas con la investigación, con el fin de motivar una buena confiabilidad en los resultados (Figura 14).



Fig. 14. Diagrama de desarrollo metodológico.
Fuente: Autor, 2019

3.1. PREPARACIÓN Y MOLDEO DE LOS SISTEMAS

3.1.1. Máquina pulverizadora

La investigación parte del diseño y construcción de un dispositivo para pulverizar el material base (RPET):

- **Descripción.** Para el desarrollo del proyecto se construyó una máquina provista de un disco labrado, fabricado en acero inoxidable, movido por un motor monofásico de 2 HP a 1700 RPM. La máquina cuenta con una tolva de alimentación, que permite el ingreso de las bobinas compuestas de aproximadamente 20 botellas plásticas de agua mineralizada, la transmisión de potencia hacia los ejes se realiza a través de un sistema de correas en V (Figura 15).



Fig. 15. Máquina pulverizadora de RPET.

Fuente: Autor, 2019

3.1.2. Proceso de pulverización

En esta investigación se ha seleccionado como material para la matriz PET reciclado (RPET), Obtenido de envases plásticos de agua mineral, éste debe cumplir con un proceso de pulverización. Inicialmente las botellas son acopiadas, se les retiran las etiquetas de forma manual, se pasan por agua para eliminar partículas que puedan contaminar la muestra. Seguido a esto se forman bobinas de aproximadamente 20 botellas (Figura 16).



Fig. 16. Bobinas formadas de RPET.

Fuente: Autor, 2019.

Se ingresan por la zona de alimentación de la máquina, para que entren en contacto con el disco labrado (Figura 17). Por abrasión el material es reducido y depositado en un recipiente, para luego ser seleccionado por granulometría



Fig. 17. Proceso de pulverizado.
Fuente: Autor, 2019

3.1.3. Proceso de tamizado

El material pulverizado se pasa por un tamiz manufacturado por PINZUAR LTDA para ensayo estándar. Se seleccionan mallas #16, #100 y #200 hasta obtener tamaños de grano de 75 μm (Figura 18).



Fig. 18. RPET con tamaño de grano de 75 μm
Fuente: Autor, 2019.

3.1.4. Máquina Extrusora

Para obtener un procesamiento continuo en la elaboración de los sistemas se construyó una máquina extrusora (Figura 19), permitiendo usar el material compuesto para termo formar las probetas y caracterizar el comportamiento mecánico.

- **Descripción.** La máquina cuenta con un husillo de paso de 24 mm, fabricado con acero SAE 4140 y una longitud de 500 mm, unido a un moto-reductor por medio de un acople tipo araña. Cuenta con tres zonas para el proceso de extrusión: i) zona de alimentación, donde el material particulado es depositado y transportado; ii) zona de plastificación, en la cual el material pasa del estado sólido a fundido, comprimiéndose simultáneamente debido a la morfología del husillo; y por último iii) el material entra a la zona de descarga, obteniendo la forma deseada a través de la boquilla. La distribución de la temperatura dentro de la cámara es suministrada por 4 zonas de calentamiento (ver Ficha Técnica de la máquina en Tabla III).



Fig. 19. Extrusora mono husillo.

Fuente: Autor, 2019.

Tabla III. Ficha técnica de máquina extrusora

Ficha técnica	
N° tornillos	1
Sentido de giro	Corrotante
Diámetro tornillo	24 mm
Largo de tornillo	500 mm
N° Zonas de calefacción	4
Momento de giro tornillo	Max. 40 N.m
Temperatura máxima	350°C

Fuente: Autor, 2019.

3.1.5. Moldeo de los sistemas

El moldeo de las muestras se realiza mediante extrusión usando RPET acorde a las mezclas presentadas en la Tabla IV y en matrices con dimensiones estandarizadas según norma.

Tabla IV. Composición de los sistemas.

Sistema	RPET (g)	Grafeno (g)
M ₀	100	0.0
M ₁	99	1.0
M ₃	97	3.0
M ₅	95	5.0

Fuente: Autor, 2019

Se moldean como mínimo cinco (5) muestras de cada sistema, las dimensiones mostradas en la Figura 20 corresponden al tamaño estándar recomendado en la Norma ASTM D638 para ensayos de tensión.

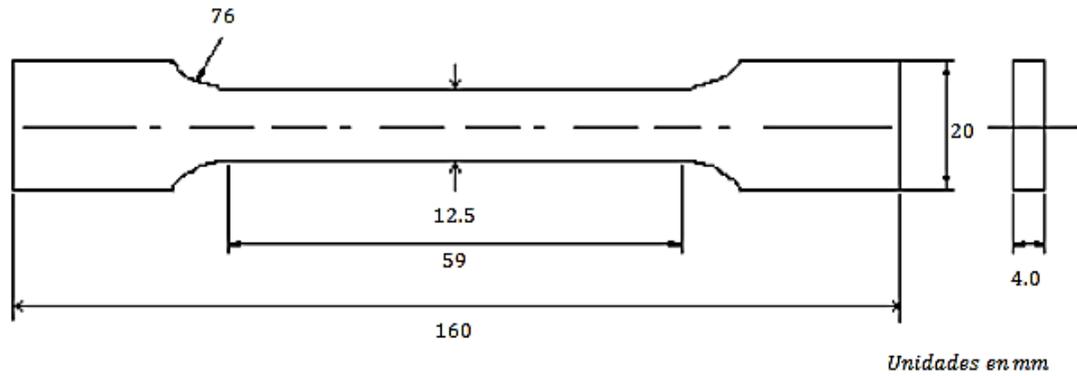


Fig. 20. Dimensiones de la probeta para ensayo a tensión.
Fuente: Autor, 2019

Las dimensiones mostradas en la Figura 21 corresponden al tamaño estándar recomendado en la Norma ASTM D 256 para ensayos de impacto.

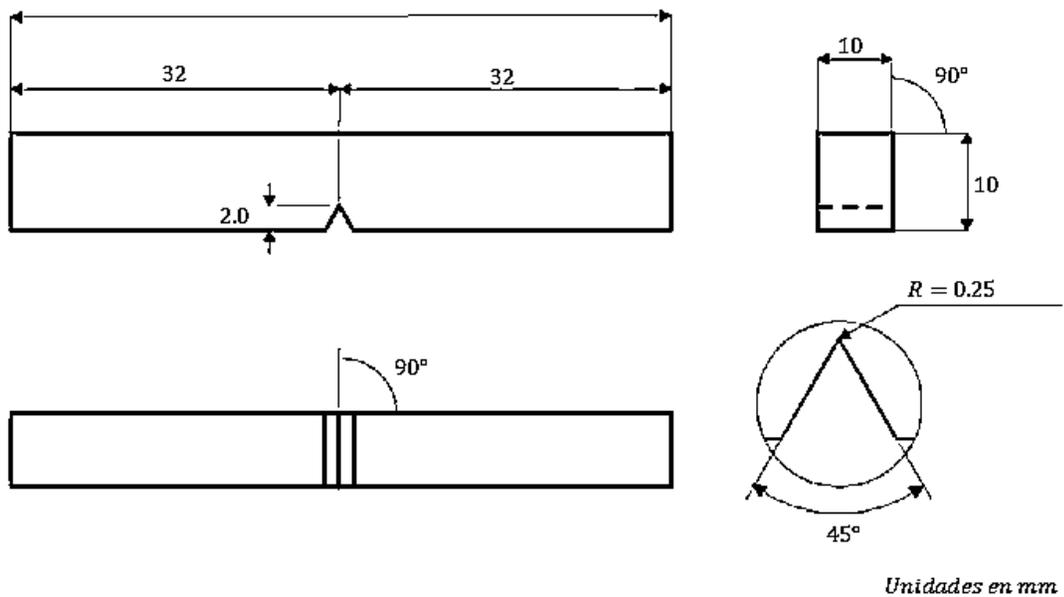


Fig. 21. Dimensiones de la probeta para ensayo a impacto.
Fuente: Autor, 2019.

Las dimensiones mostradas en la Figura 22, son propias del autor, para el moldeo de una muestra con caras plano-paralelas recomendado para ensayos de impacto según Norma ASTM D 2240.

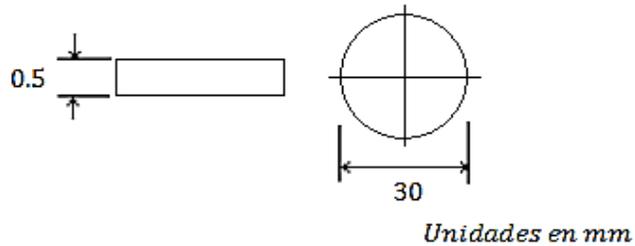


Fig. 22. Dimensiones de muestra plano paralela para ensayo de dureza.
Fuente: Autor, 2019

- **Procedimiento de moldeo sistema M₀.** Inicialmente se moldean probetas de solo RPET (Figura 23). Las condiciones definitivas del moldeo se determinaron a partir de una serie de pruebas y se estableció por cada probeta incorporar a la extrusora 30 g de material pulverizado RPET. Se moldearon en total 5 especímenes para Tensión (Figura 24), 5 para impacto (Figura 25) y 5 para dureza (Figura 26) siguiendo los parámetros de temperatura establecidos en la Tabla V, con enfriamiento de las muestras por convección natural a temperatura ambiente.



Fig. 23. Muestra de 100% RPET, peso 30g.
Fuente: Autor, 2019.

Tabla V. Parámetros de moldeo.

Zona	Componente	Temperatura (°C)
Extrusión	Husillo	55
Fundido	Resistencia 1	94
	Resistencia 2	142
	Resistencia 3	122
	Resistencia 4	73
Descarga	Husillo	47
	Boquilla	150
	Molde	75

Fuente: Autor, 2019.

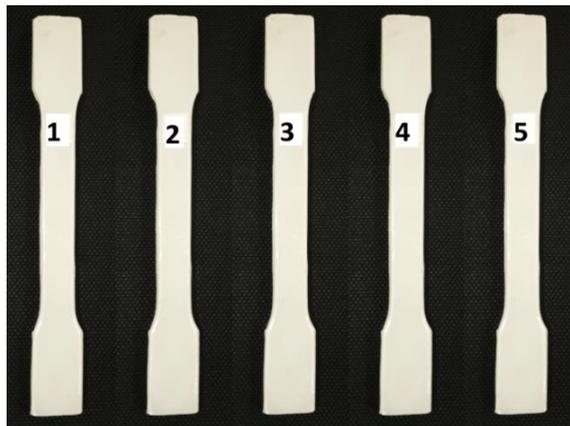


Fig. 24. Espécimen M_0 para Tensión según ASTM D638-01.

Fuente: Autor, 2019.

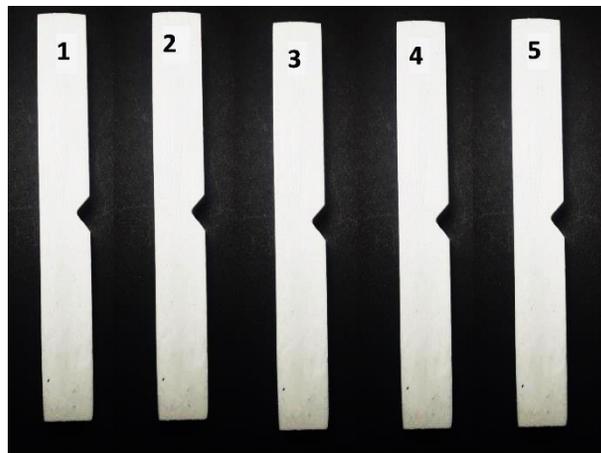


Fig. 25. Espécimen M_0 para impacto según ASTM D256-04.

Fuente: Autor, 2019.

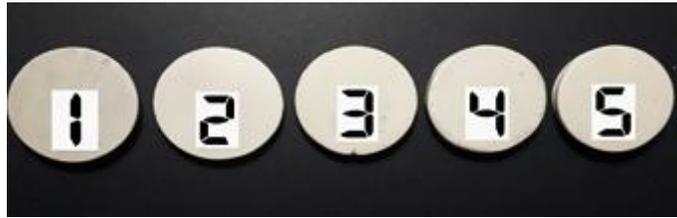


Fig. 26. Espécimen M_0 para dureza según ASTM D785-03
Fuente: Autor, 2019

3.1.6. Material de refuerzo

- **Descripción:** como material de refuerzo se usaron nanopartículas de grafeno; catalogado como de investigación grado 3 (Figura 27), suministrado por el laboratorio *Bottom Up Technologies Corporation*, con las características descritas en la Tabla VI.



Fig. 27. Grafeno de investigación, grado 3
Fuente: Autor

Tabla VI. Ficha técnica del grafeno

Parámetros	Grado de Investigación (G3)
Espesor	2-5 nm
Dimensión lateral	<5 μm
Capas	2-4
Área superficial	220 m^2g^{-1}
Densidad aparente	0.08 $\text{g}\cdot\text{cc}^{-1}$
Pureza	>98%
Porosidad	1 nm
Contenido de Oxígeno Atómico	5%

Fuente: Laboratorio *Bottom Up Technologies Corporation*, 2019.

- **Procedimiento de moldeo de los sistemas M₁, M₃, M₅:**

La Figura 28, presenta una comparación visual del material pulverizado de RPET y del Grafeno, que posteriormente serán mezclados.



Fig. 28. Comparación visual de grafeno (izquierda) y RPET (derecha).

Fuente: Autor, 2019.

El material pulverizado de la matriz polimérica de RPET se mezcla individualmente con cantidades de 1g, 3g y 5g de grafeno (Figura 29), completando 100g de cada sistema, El proceso se realiza en seco, pasándolo 3 veces por la cámara de la extrusora a 160 RPM del husillo a temperatura ambiente, hasta tener una mezcla homogénea de cada sistema.

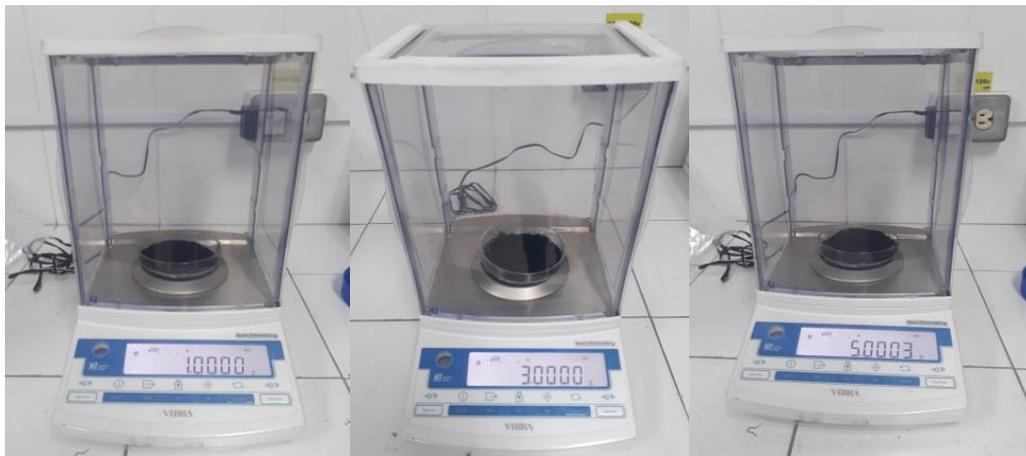


Fig. 29. Muestras en peso, 1g, 3g y 5g de grafeno.

Fuente: Autor, 2019.

Conforme a lo estipulado en líneas anteriores, 30 g de cada sistema M₁, M₃ y M₅ (Figura 30) es incorporado a la extrusora y luego moldeado.

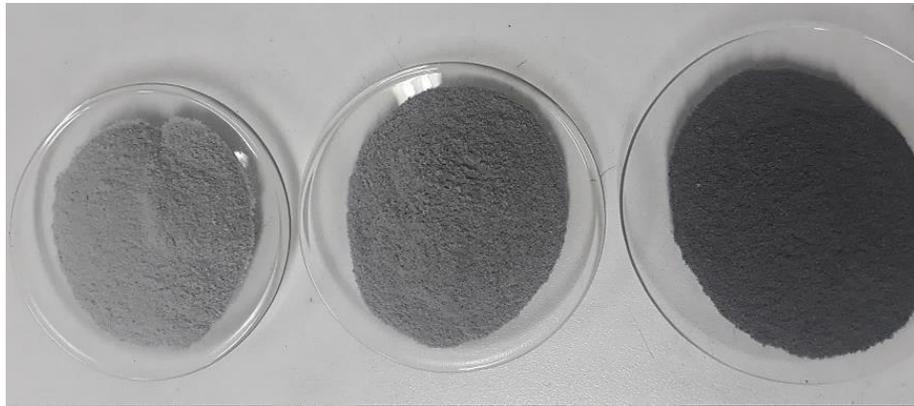


Fig. 30. Sistemas M₁, M₃, M₅
Fuente: Autor, 2019.

Paso seguido se moldean como mínimo 5 especímenes para Tensión (Figura 31), 5 para impacto (Figura 32) y 5 para dureza (Figura 33) por cada sistema.

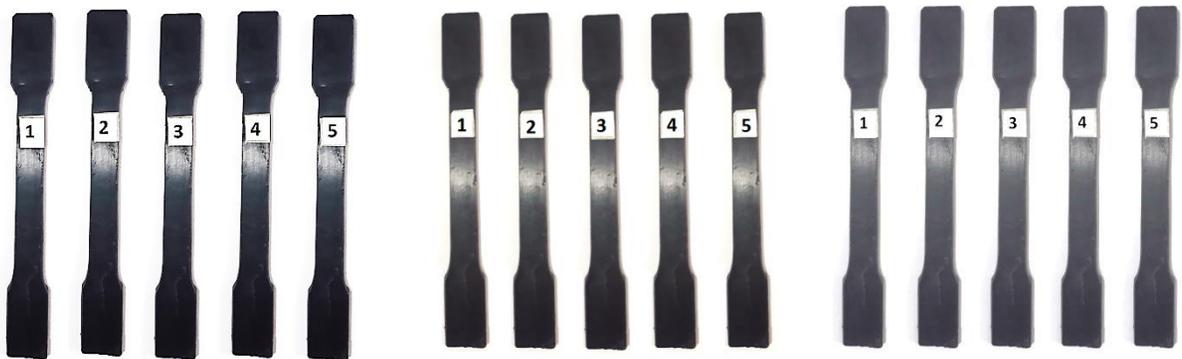


Fig. 31. Probetas de los sistemas M₅, M₃ y M₁ para tensión (Norma ASTM D638-01).
Fuente: Autor, 2019.



Fig. 32. Probetas de los sistemas M₅, M₃ y M₁ para impacto (Norma ASTM D256-04).
Fuente: Autor, 2019.

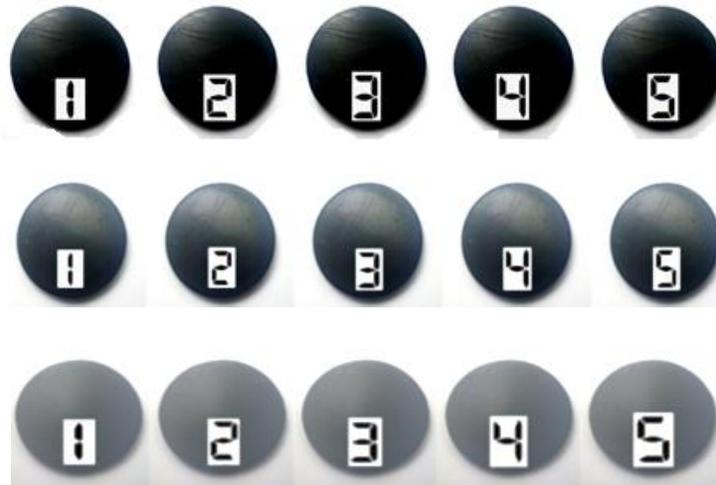


Fig. 33. Probetas de los sistemas M_5 , M_3 y M_1 para dureza (Norma ASTM D785-03).
Fuente: Autor

3.2. CARACTERIZACIÓN CUALITATIVA

3.2.1. Microscopia Electrónica de Barrido

Esta técnica permite determinar la morfología del material en estudio por medio de un haz de electrones, un juego de electroimanes y superficies conductoras.

La muestra es recubierta con oro, con el objeto de no servir como carga negativa cuando los electrones de la carga alta inciden en ella. Al hacer contacto con la nube de electrones, del espécimen se desprenden electrones de baja energía que se dirigen a un detector de electrones secundarios, formando una imagen de la superficie en estudio, seguido a esto, un software permea las señales y hace visible la imagen, denotando puntos blancos para la superficie elevada y puntos oscuros para las zonas más profundas.

Se analizó la morfología del RPET posterior al proceso de pulverizado, y las superficies de fractura de las probetas sometidas a ensayos mecánicos. Estos ensayos fueron realizados en un microscopio marca ZEISS Serie EVO | MA10 (Figura 34) con un voltaje de aceleración de 20 kV. Dentro del mismo proceso se usó un equipo de pulverización catódico Bal-Tec 004 para la metalización del polímero recubriéndolo en oro.



Fig. 34. MEB ZEISS Serie EVO | MA10.

Fuente: Instituto para la Investigación e Innovación en Ciencia y Tecnología de Materiales INCITEMA UPTC, 2019

3.2.2. Calorimetría de Barrido Diferencial

En esta técnica se establece una medición para la diferencia entre el flujo de calor que se suministra a una muestra y a un punto de referencia, exponiéndolas juntas a un mismo rango de temperatura. Para la investigación se usó un equipo marca SDT Q600 DSC / TGA (Figura 35), los datos técnicos se muestran en la Tabla VII.



Fig. 35. Instrumento TA SDT-Q600 para TGA / DSC simultáneos.

Fuente: Instituto para la Investigación e Innovación en Ciencia y Tecnología de Materiales INCITEMA UPTC, 2019.

Tabla VII. Ficha técnica del calorímetro DSC

Datos Técnicos	
Sensibilidad de Balanza	0.1 µg
Rango de Temperatura	Ambiente a 1500°C
Velocidad de calentamiento	0.1 a 100°C
Capacidad de muestra	200 mg
Gas de purga	Argon

Fuente: INCITEMA UPTC, 2019.

Se analizaron aproximadamente 4.5 mg de muestra de RPET en cápsulas de aluminio bajo una atmósfera inerte de Argón a un caudal de 25 mL.min⁻¹, con una rampa de calentamiento de 10°Cmin⁻¹ hasta una temperatura máxima de 500°C.

La temperatura de cristalización T_c y la temperatura de fusión T_m se establecieron en el punto mínimo de la exoterma promovida en el proceso de enfriamiento y punto máximo de la endoterma resultante del barrido de calentamiento. De igual forma, el análisis proporciona información sobre el ablandamiento de la porción amorfa del polímero, también llamado temperatura de transición vítrea T_g .

3.2.3. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier

FTIR por sus siglas en inglés, *Fourier-transform infrared spectroscopy* es una herramienta enfocada en los principios de la espectroscopía molecular, basa su análisis en la absorción de energía de luz en longitudes de onda, también llamadas frecuencias de resonancia o vibraciones. La muestra a estudiar es colocada en una celda infrarroja impregnándola con un haz de luz infrarrojo, con barridos de longitudes de onda que oscilan desde 4000 cm⁻¹ hasta 600 cm⁻¹. Esto a su vez permite medir la intensidad de luz que fluye a través de la muestra por cada número de onda, de esta manera al calcular la diferencia existente entre el “antes” y el “después” de pasar la muestra por la celda, proporciona un número de onda correspondiente a los grupos funcionales moleculares.

Se corroboraron los grupos funcionales del grafeno a través de Espectroscopia en la región de Infrarrojo, se utilizó un espectrómetro infrarrojo IR marca THERMO Fischer Scientific Nicolet iS10 con cámara de reacción de alta temperatura marca HARRICK (Figura 36).



Fig. 36. Espectrómetro infrarrojo IR marca THERMO Fischer Scientific Nicolet iS10
Fuente: Grupo de investigación en nuevos materiales nano y supramoleculares, del departamento de Química de la Universidad Nacional de Colombia, 2018.

3.2.4. Espectrometría Raman

Esta técnica se basa en el efecto Raman. Consiste en incidir sobre la muestra un haz de luz monocromático, excitando de forma elástica la nube electrónica de las moléculas, pero a su vez emitiendo un haz de luz dispersa inelástica, dando origen a un cambio de frecuencia. Los compuestos presentan características moleculares que obedecen a estos cambios de frecuencia, debido a su naturaleza química y física. Para conocer información sobre el orden grafénico de los nanomateriales y sus las bandas características (asociadas a señales sp^2), se realizaron pruebas por Espectrometría Raman (ER) implementando un espectrómetro Raman marca THERMO Scientific (Figura 37).



Fig. 37. Espectrómetro Raman marca THERMO Scientific.
Fuente: Grupo de investigación en nuevos materiales nano y supramoleculares, del departamento de Química de la Universidad Nacional de Colombia, 2018.

3.2.5. Método de Kelvin

El grafeno es muy buen conductor de la electricidad, pero desde el punto de vista de la dispersión de las nanopartículas dentro de la matriz, las muestras pueden presentar propiedades aisladoras, semiconductoras o conductoras. Por lo tanto, es conveniente tomarles mediciones de resistividad a los especímenes.

Para ello, se utilizó el método de Kelvin, También llamado medición de resistencia cuatro puntas. Es una técnica que permite tomar mediciones de resistividad usando un voltímetro y un amperímetro a la vez [33-35]. Fue desarrollado por primera vez en 1861 por Lord Kelvin para medir pequeñas resistencias, consiste en forzar una corriente a través de los terminales externos, Figura 38, y el voltaje a través de los internos. El valor de la resistencia es obtenido por medio de la ley de Ohm [36].

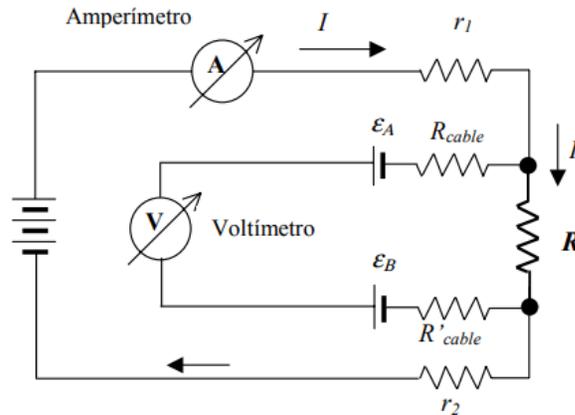


Fig. 38. Circuito método de cuatro puntas.
Fuente: M. Bhushan 2011

El método fue aplicado a las muestras utilizadas en los ensayos de impacto, esto debido a la geometría prismática que tienen las muestras. Se utilizó una fuente de alimentación regulada marca ATTEN serie TPR 3003T-3C. El voltaje fue medido empleando un multímetro digital marca RIGOL serie DM3068 (Figura 39).



Fig. 39. Fuente marca ATTEN serie TPR 3003T-3C, Multímetro marca RIGOL serie DM3068
Fuente: Laboratorio de electrónica, Universidad Juan de Castellanos, 2019.

3.2.6. Medición de resistencia de aislamiento.

Los materiales poliméricos proveen capacidades de aislamiento muy altas, tal aislamiento está dado gracias a su elevada resistencia eléctrica.

Para la realización de esta medición se utilizó un equipo marca Megger serie MIT1525 (Figura 40), capaz de tomar medidas de resistividad de hasta $30T\Omega$ y una exactitud de $\pm 5\%$.



Fig. 40. Megger serie MIT1525

Fuente: Laboratorio de ensayos electromecánicos UPTC, 2019.

El test de resistencia, también llamado megger o megóhmetro de aislamiento, se expresa en Megaohms. Se realizó generando altas tensiones, entre 125V y 100KV de corriente directa a través del material de muestra, de manera estable y controlada, midiendo la intensidad de la corriente que fluye. Por en la ley Ohm se obtienen los datos de resistencia. Así pues, la corriente se cataloga como corriente de fuga y las unidades son $T\Omega$. Los valores obtenidos dan una idea del estado del aislamiento medido.

Los cables del equipo (positivo y negativo) son colocados en cada extremo de la muestra. En este caso, se utilizó una sección de la probeta ensayada a tracción de los sistemas M_0 , M_1 , M_3 y M_5 . Posteriormente de realizada la conexión, se aplicó un voltaje de test en un lapso de 60 segundos, estándar para mediciones industriales.

Por último, después de varios ensayos y al obtener un registro de resistencia sin oscilación, se tomó como referencia 10.2 KV. Se realizaron replicas a 30 segundos

y 60 segundos con distancias equidistantes de muestra de 65mm y 45mm, a temperatura ambiente.

3.3. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

Para el estudio del comportamiento mecánico de los sistemas M_0 , M_1 , M_3 y M_5 se utilizó una máquina universal tipo servomotor marca Hung Ta modelo HT-2402 con celda de carga H-8336 (Figura 41).



Fig. 41. Máquina universal tipo servomotor marca Hung Ta
Fuente: Laboratorio de materiales Universidad Antonio Nariño, 2019.

3.3.1. Ensayo de tracción

El método más utilizado para determinar el comportamiento mecánico de un material es el ensayo de tracción, consistente en someter la probeta a esfuerzo axial a una velocidad constante hasta la rotura. En el transcurso del ensayo se toma la medida de fuerza (F) que soporta la probeta y a su vez se mide el alargamiento descrito por la misma [37].

Como se describió en el capítulo anterior, junto a estos datos y con el área transversal, se calcula el esfuerzo que experimenta la probeta mediante la Ecuación 5.

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (5)$$

De igual forma, con la Ecuación 6 se puede determinar la deformación sufrida por el material.

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \cdot 100 \quad (6)$$

Sabiendo que l_0 , es la longitud inicial de la probeta y l la longitud final, $\Delta l = l - l_0$ es el alargamiento en cada instante. Teniendo en cuenta las ecuaciones anteriores, a cada sistema M_0 , M_1 , M_3 y M_5 se le determinan los parámetros que describen el comportamiento mediante curvas de tensión-deformación, representadas en un plano cartesiano.

El comportamiento mecánico de la mayoría de los materiales describe una tendencia directamente proporcional entre tensión y deformación, la pendiente representa el módulo elástico o de Young (E) relacionado por la ley de Hooke (Ecuación 7).

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (7)$$

La deformación máxima del material indica el punto de fluencia, a partir de éste, el material no recupera su estado original (deformación elástica). Seguido a él se encuentra la deformación plástica, transición en la que el material no se puede recuperar frente a una tensión aplicada. Asimismo, al seguir aplicando la carga, el material cede y finalmente se rompe (punto de rotura).

Para el desarrollo de esta investigación se utilizaron probetas tipo halterio normalizadas según las dimensiones descritas en la Norma ASTM D 638.

3.3.2. Dureza Shore

Para establecer los parámetros de dureza en un polímero se realizan ensayos de penetración. La deformación sobre la superficie de la muestra es determinada después de la aplicación de una carga en un tiempo estimado (Tabla VIII).

Para determinar la dureza en materiales plásticos relativamente duros se utilizan ensayos Rockwell y Shore A o D para materiales poliméricos de menor dureza [38].

Los ensayos se realizaron con un Durómetro Shore A marca Onestopshops (Figura 42) con precisión de $0.1 / \pm 1\%$ y escala de 0~100HD, siguiendo la Norma ASTM 2240.

Los resultados se obtuvieron después de la aplicación de una masa de 0.822kg utilizando muestras moldeadas por extrusión con caras plano-paralelas. Los datos

se tomaron 15 segundos después de haber aplicado la carga y son expresados en unidades grado Shore A.

Tabla VIII. Configuración de pruebas para tipo A y D.

Durómetro	Indentador	Masa aplicada (Kg)	Fuerza resultante (N)
Tipo A	Acero reforzado, 1.1-1,4 mm de diámetro, formando cono de 35° con un diámetro base de 0.79 mm	0.822	8.064
Tipo D	Acero reforzado, 1.1-1,4 mm de diámetro, formando cono de 30° con un radio base de 0.1 mm	4.550	44.640

Fuente: Autor, 2019.

Como mínimo, a cada muestra se le hicieron cinco tomas, a continuación se calculó la media y la desviación estándar.



Fig. 42. Durómetro Shore A marca Onestopshops

Fuente: Laboratorio de materiales Universidad Antonio Nariño

3.3.3. Resistencia al impacto

Como se describió en el capítulo anterior, para el desarrollo del ensayo se utiliza una máquina con péndulo Charpy el cual impacta a la probeta en el costado opuesto de la entalla. Con la ayuda de los ángulos inicial y final del péndulo se calcula con la Ecuación 8 la energía absorbida por el material, luego se determina la media aritmética y la desviación estándar.

$$\tau = Pl(\cos\beta - \cos\alpha).g \quad (8)$$

Dónde:

τ : Energía absorbida en la rotura (J)

P : Masa del péndulo (Kg)

g : Gravedad (ms^{-2})

l : Longitud de péndulo (m)

α y β : ángulos formados por el péndulo con la vertical, antes y después del ensayo, respectivamente.

Para la realización de los ensayos de impacto pendular Charpy se utilizaron probetas prismáticas, obtenidas por moldeo a partir de extrusión.

Los ensayos se realizaron en una máquina para ensayos Charpy marca Sinowon, modelo SCI-50 (Figura 43) con longitud de brazo de 0.38 m, peso de péndulo 1.038 Kg, y una energía de impacto de 7.50 J cuya velocidad es 3.8 ms^{-1} .



Fig. 43. Máquina para ensayos Charpy marca Sinowon, modelo SCI-50

Fuente: Laboratorio de materiales Universidad Antonio Nariño, 2019.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

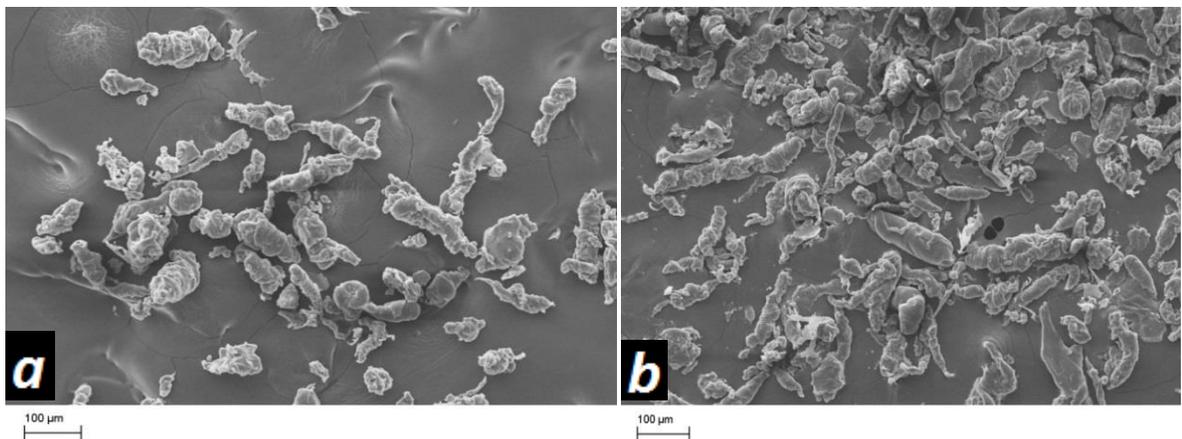
En este capítulo se muestran los resultados obtenidos de la caracterización cualitativa de los materiales y se analizan los resultados de los ensayos mecánicos. También se realiza el contraste de los resultados de cada una de las mezclas. Por último, se realiza un análisis numérico para determinar el comportamiento mecánico de las muestras.

4.1. MORFOLOGÍA DEL MATERIAL BASE Y CON GRAFENO

Una vez realizada la pulverización del RPET, se ha observado la morfología de la granza por microscopía electrónica de barrido (MEB).

Las imágenes MEB de la Figura 44a y 44b revelan el comportamiento plástico del material, al ser sometido a fricción por causa del rozamiento con el disco labrado de la máquina pulverizadora, las partículas describen una superficie con apariencia envolvente. En las imágenes SEM, es claro que el RPET logró reducirse en su gran mayoría en partículas con forma cilíndrica (pero aun siendo muy irregulares). La longitud de dichas partículas oscila entre 50 y 200 μm y el diámetro puede tener entre 10 y 30 μm aproximadamente.

También puede observarse que las micropartículas se aglomeran entre ellas, probablemente por efectos de fricción. El entorno envolvente y discontinuo de la granza Figura 44c y 44d hace que sea adecuado para atrapar entre sus vértices materiales de menor tamaño y permita mezclarse con mayor homogeneidad en comparación con otras opciones de material procesado de plásticos reciclados (escamas u hojuelas).



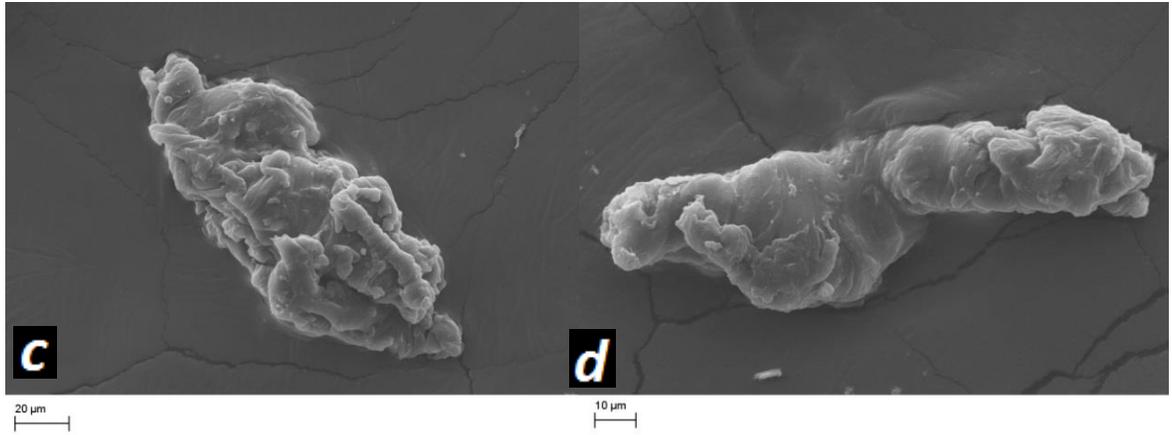


Fig. 44. MEB morfología de la granza de RPET
Fuente: INCITEMA UPTC. 2019.

A continuación, en la Figura 45 MEB, se observa en el zoom un borde de grafeno en una granza del sistema M₃.

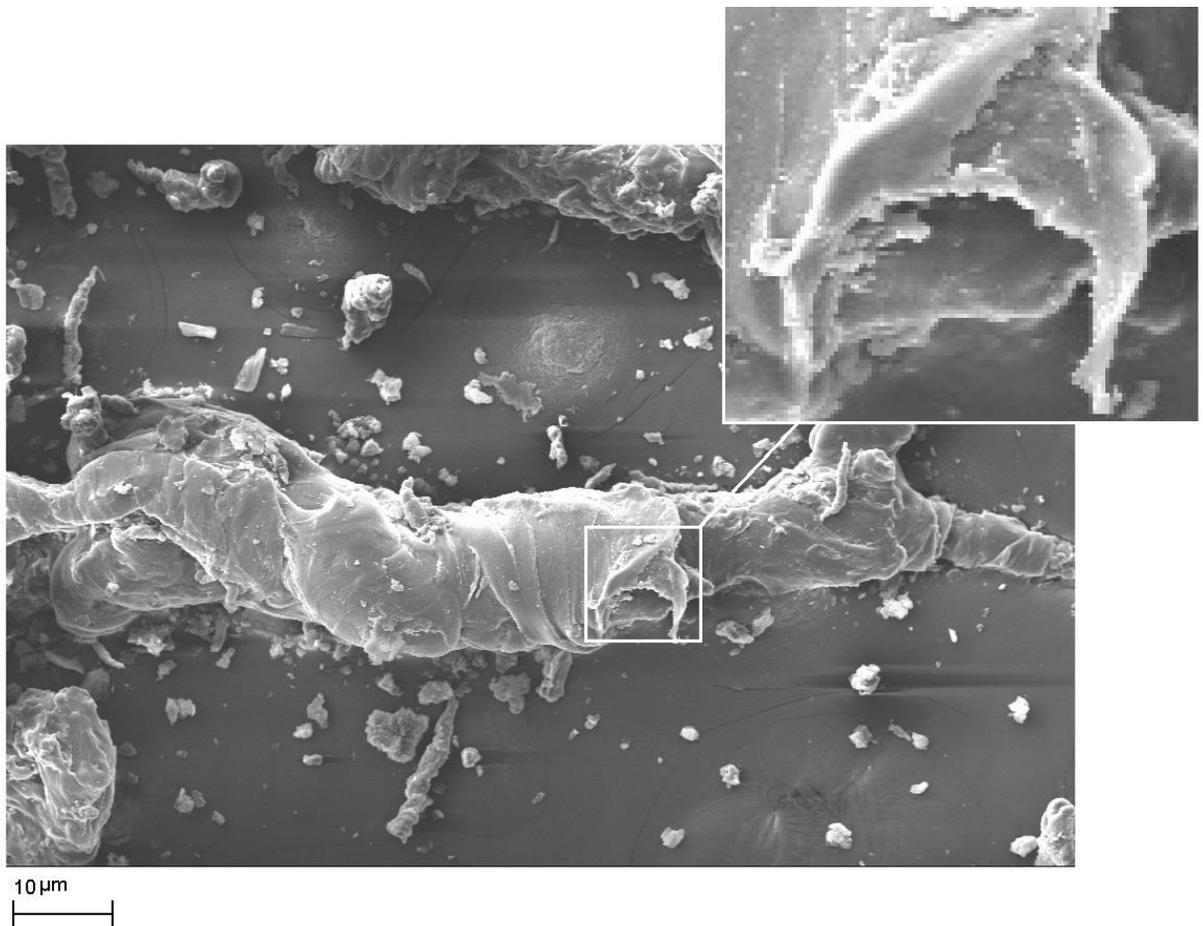


Fig. 45. MEB Granza de RPET con grafeno.
Fuente: INCITEMA UPTC. 2019.

4.2. CALORIMETRÍA DE BARRIDO DIFERENCIAL

Como se detalló en el capítulo anterior, para el desarrollo del ensayo se tomó una muestra de 4.5 mg de RPET pulverizada y se determinó el comportamiento del material durante la fusión.

Se usó una rampa de calentamiento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ en un rango de temperatura de 20 a 500°C (Figura 46). Los datos registrados permiten determinar la temperatura de transición vítrea T_g , transiciones de cristalización por calentamiento T_c y fusión T_m [39, 40].

La Temperatura de Transición vítrea T_g se puede calcular de diferentes maneras, sin embargo, no es un número exacto. El valor obtenido proporciona tan solo un cambio de estado, cada valor calculado determina una aproximación de temperatura en la cual el polímero adquiere cierta plasticidad [41].

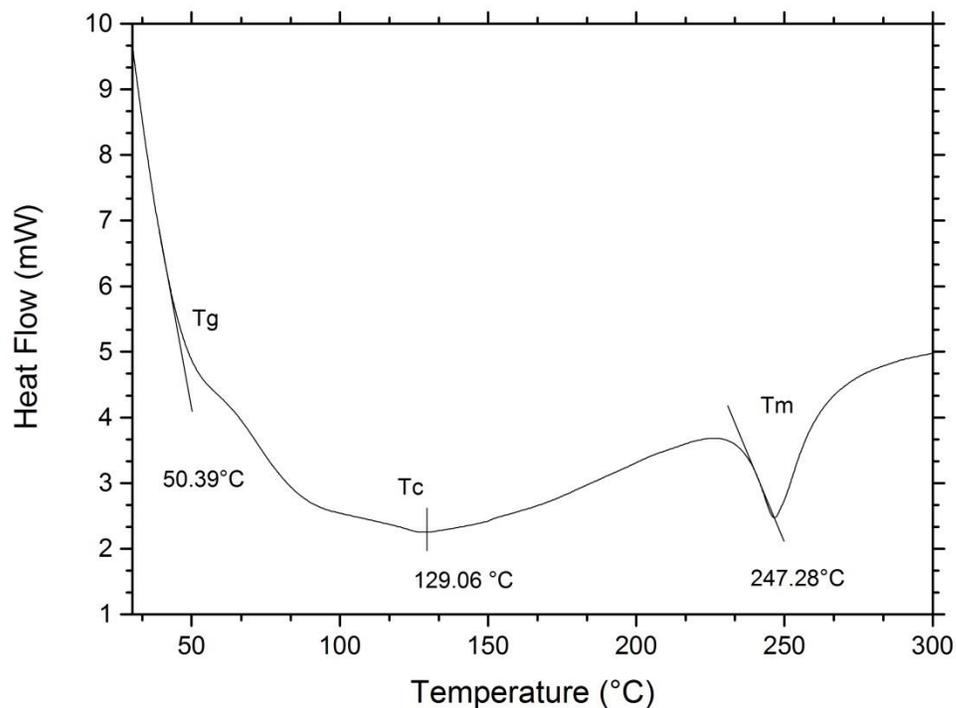


Fig. 46. Puntos de transición térmica de la muestra de RPET

Fuente: INCITEMA UPTC, 2019.

Se puede observar que la temperatura de transición vítrea del RPET es aproximadamente 50.39°C , temperatura en la cual el material comienza el cambio

de fase de estado sólido a pastoso. Esta fase permite fusión mecánica con el refuerzo sin perder las propiedades elastoplásticas.

A medida que la temperatura aumenta, el RPET se hace menos viscoso, en 129.06°C el material se torna cristalino en un proceso exotérmico, generando un cambio de dirección de la trayectoria de la curva DSC. Seguido a esto, conforme la temperatura aumenta, aproximadamente a 247.28°C, la muestra eventualmente alcanza la temperatura de fusión, evidenciándose un proceso endotérmico de la curva DSC.

4.3. ESPECTROMETRÍA RAMAN

La espectroscopia Raman suministra información sobre enlace sp^2 , impurezas químicas, defectos entre otros.

Los resultados Raman para la muestra de Grafeno se muestran en la Figura 47. Allí se observa la banda G que denota el estiramiento del enlace C-C en materiales gráfiticos con valor de 1592.36 cm^{-1} , común en todas las formas de carbono sp^2 . La banda D 1350.23 cm^{-1} indica la presencia de defectos debido al proceso REDOX método utilizado para a producción del grafeno y acorde a la ficha técnica.

A pesar que la relación $\frac{I_D}{I_G} = 1.1$ el material es considerado cristalino como se observa en el patrón de difracción del anexo C2.

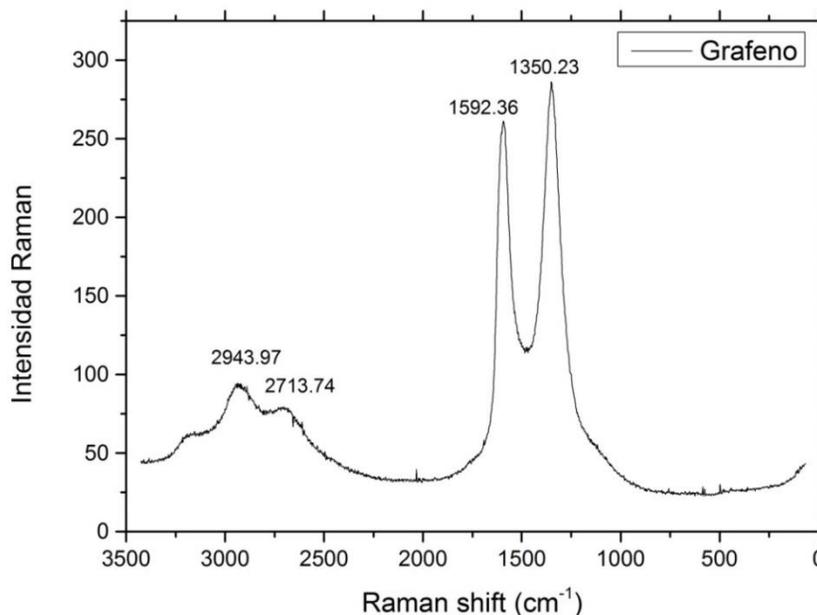


Fig. 47. Espectroscopia RAMAN de la muestra de grafeno
Fuente: Laboratorio de Servicios a Estudiantes de Posgrado (LASAP), 2019.

Por otra parte, los picos sobre 2500 cm^{-1} podrían asociarse a la vibración del enlace C-O [42-44].

En la Figura 48, se presenta la comparación entre los espectros Raman del grafeno como recibido (espectro superior) y los sistemas M_1 , M_3 y M_5 después de la extrusión; denotando mayor importancia para los picos 1592.36 cm^{-1} y 1350.23 cm^{-1} correspondientes a las bandas G y D, respectivamente, tal como se estudió párrafos anteriores [45].

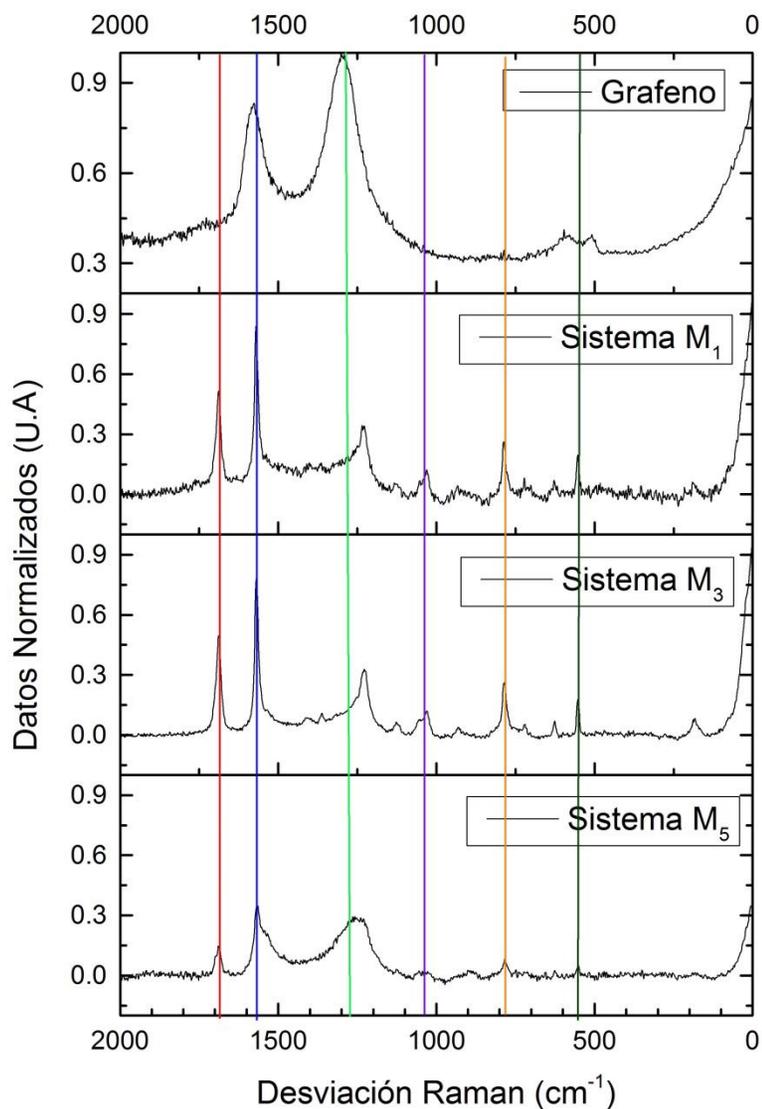


Fig. 48. Espectroscopia RAMAN de la muestra de grafeno y los sistemas M_1 , M_3 y M_5 .
Fuente: Laboratorio de Servicios a Estudiantes de Posgrado (LASAP), 2019.

Para los sistemas M_1 , M_3 y M_5 los espectros Raman muestran los modos vibracionales típicos del PET. Estos concuerdan con los reportados en la referencia [46]. El pico, cuyo máximo está ubicado en 1730.84 cm^{-1} está correlacionado a un estrechamiento de la banda de estiramiento C=O, asimismo son de interés las bandas 1614.93 y 858.87 cm^{-1} , correlacionadas linealmente con la densidad y asignadas a una vibración C-C del anillo de benceno [47], bandas cuya intensidad visualmente prácticamente no cambia para los sistemas M_1 y M_3 . Las bandas 704.17 y 630.94 corresponden a bandas pobremente definidas visibles tan solo en Raman y FT-IR [48].

Llama la atención la disminución de área en la banda G, ubicada en 1592.36 cm^{-1} . Este fenómeno puede estar asociado al comportamiento del grafeno al interactuar con temperatura debido a el proceso de extrusión [49]. Por otro lado, según lo esperado, se puede observar que el área asociada a la banda D incrementa con el aumento de grafeno dado por las muestras M_1 , M_3 y M_5 . Es importante resaltar también en que si se compara la muestra de grafeno con las de los sistemas M_1 , M_3 y M_5 , la banda D decrece a valores más bajos del espectro. Esto puede deberse al área superficial de la muestra; ya que una interfaz grande de relleno de polímero, hará un mayor confinamiento de las cadenas de polímero entre las partículas de relleno y, por lo tanto, aparecerán efectos de compresión que limitarán los modos vibracionales [50, 51].

A medida que la fracción de refuerzo aumenta, la relación ID/IG se incrementa, en el sistema M_5 la relación cambia indicando que el refuerzo en esas cantidades crea un incremento de defectos en comparación con los otros dos sistemas, aun así se puede considerar que el refuerzo mantiene su integridad cristalina y por tal razón sus propiedades mecánicas y eléctricas. (Ver Tabla IX).

Tabla IX. Comportamiento del grafeno en cada sistema.

SISTEMA	POSICIÓN (cm^{-1})	Relación ID/IG
Grafeno	Banda G 1592.36	1.10
	Banda D 1350.23	
M_1	1569.490	0.46
	1285.920	
M_3	1568.628	0.48
	1284.500	
M_5	1565.801	0.85
	1317.790	

Fuente: Autor, 2019.

4.4. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA FT-IR

En la Figura 49, se muestra el espectro de FTIR obtenido para la muestra de grafeno G3 y las respectivas bandas de absorción infrarroja asociadas a los grupos químicos característicos de la muestra. Se observa una banda de 1507.097 cm^{-1} correspondiente a la vibración de estiramiento del enlace C=C, sobre los 1002 cm^{-1} hay una banda que corresponde al óxido de grafito.

Dentro del mismo ensayo se observan bandas de O-H que oscilan a partir de 3000 a 3500 cm^{-1} , por último, las bandas del grupo epoxi ubicadas sobre los 600 cm^{-1} , todas ellas derivadas del proceso de REDOX ejercido para la producción del grafeno [52, 53]. Los resultados obtenidos concuerdan con la ficha técnica provista por el Laboratorio (Ver anexo C).

Es necesario resaltar que como IR y Raman son técnicas complementarias, sólo se hizo IR a la muestra de grafeno para verificar los resultados de la ficha técnica.

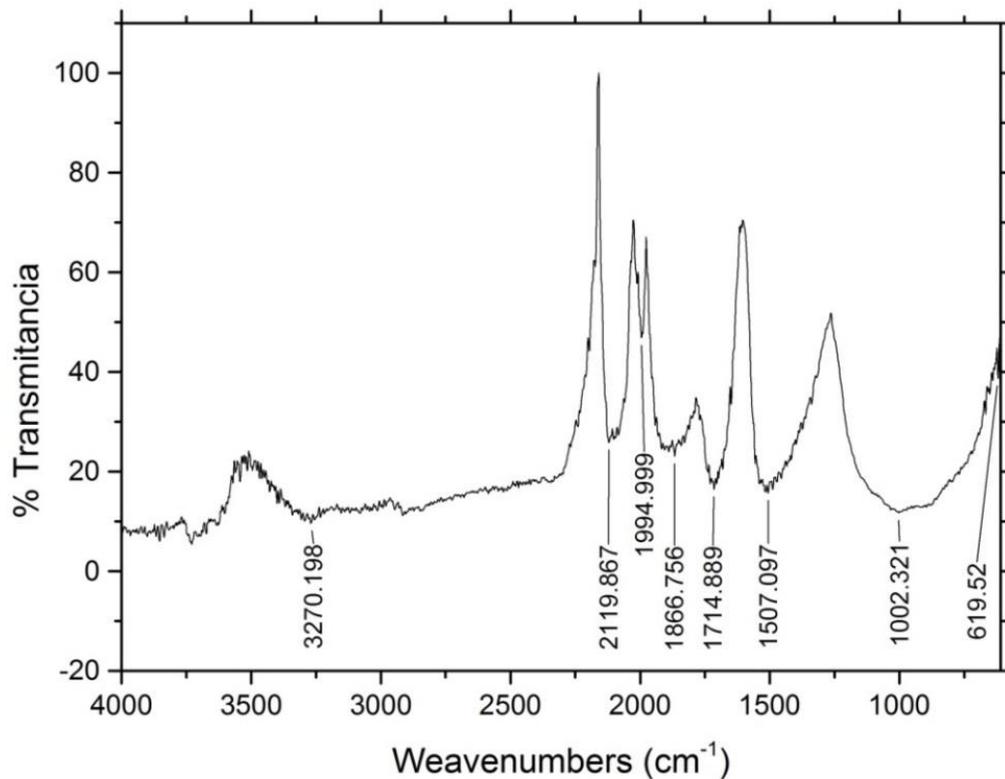


Fig. 49. Espectroscopia infrarroja FT-IR de la muestra de grafeno
Fuente: Laboratorio de Servicios a Estudiantes de Posgrado (LASAP), 2019.

4.5. MÉTODO DE KELVIN

En la Figura 50 se observa el circuito, diseñado para hacer las medidas de las muestras y las conexiones a la fuente de alimentación y al óhmetro.

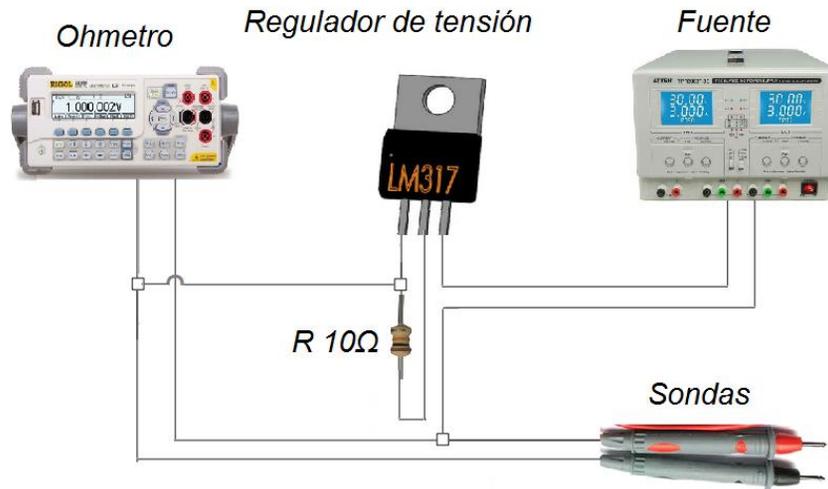


Fig. 50. Montaje experimental método de Kelvin.

Fuente: Autor, 2019.

Inicialmente, se realizó la comprobación de la precisión del método, utilizando como muestra una resistencia. A la izquierda de la Figura 51 se observa un valor de resistencia de 0.276Ω , tomado sin el uso del método de cuatro puntas y al lado derecho $4.1219M\Omega$ con el uso del mismo, comprobando la sensibilidad del método, observando un aumento en la precisión de los resultados, pasando de Ω a $M\Omega$.

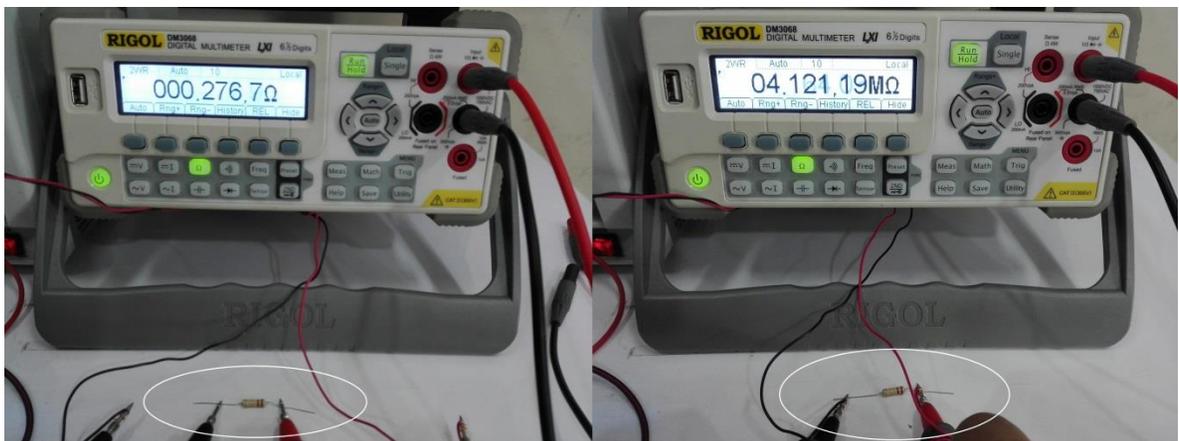


Fig. 51. Comprobación del método de Kelvin.

Fuente: Laboratorio de electrónica Universidad Juan de Castellanos, 2019.

A continuación se realizan los ensayos a las muestras de los sistemas M_0 , M_1 , M_3 y M_5 . Como se observa en las Figuras 52 y 53, los valores obtenidos presentan, para todos los casos, una constante de $047.471\text{ M}\Omega$, valor que corresponde a la resistencia interna del circuito, lo que conlleva a indicar que el material tiene una resistividad superior y por tanto no puede ser registrada por el dispositivo de medición.



Fig. 52. Método de Kelvin para sistemas M_0 (izquierda) y M_1 (derecha)
Fuente: Laboratorio de electrónica Universidad Juan de Castellanos, 2019.



Fig. 53. Método de Kelvin para sistemas M_3 (izquierda) y M_5 (derecha)
Fuente: Laboratorio de electrónica Universidad Juan de Castellanos, 2019.

En ese mismo contexto, se requiere de un ensayo que permita tomar registros con mayor sensibilidad. Por tal razón, se opta por analizar las muestras como un material dieléctrico y efectuar ensayos de resistencia de aislamiento.

4.6. MEDICIÓN DE RESISTENCIA DE AISLAMIENTO

El aislamiento eléctrico, se puede medir utilizando la capacidad que tienen los materiales para no permitir el paso de corrientes de fuga por causa de una tensión. En la Figura 54 se observa el ensayo realizado a una muestra del sistema M_0 , con longitud de 4.5 cm de distancia entre pinzas, a una tensión constante de 10.2 KV.



Fig. 54. Medición de resistencia sistema M_0 .

Fuente: Laboratorio de ensayos electromecánicos UPTC, 2019.

De la misma manera, se realizaron ensayos a los sistemas M_1 , M_3 y M_5 con distancias entre pinzas de 6.5 y 4.5 cm, sometidos a tensión constante durante 0.5 y 1.0 minuto, tal como se indica en la Tabla X.

Para apreciar mejor el comportamiento dieléctrico del material, se estableció una diferencia de longitudes, encontrando un aumento de la resistencia eléctrica directamente proporcional a la separación entre los electrodos.

Por otra parte, los tiempos de permanencia de la tensión sobre la muestra, permiten tener un acercamiento sobre el comportamiento de fatiga eléctrica del

material. Los resultados aducen que el material no presenta, en ese lapso, disrupción eléctrica alguna y que por lo contrario permanecen cuasi estables.

Tabla X. Medidas de resistencia de aislamiento

Sistemas	Distancia (cm)	Voltaje (KV)	Corriente de fuga (nA)	Tiempo (min)	Resistencia TΩ
M ₅	6.5	10.2	8.29	0.5	1.23
	6.5	10.2	7.03	1.0	1.45
	4.5	10.2	6.81	0.5	0.15
	4.5	10.2	5.66	1.0	0.18
M ₃	6.5	10.2	1.73	0.5	5.89
	6.5	10.2	1.91	1.0	5.34
	4.5	10.2	2.41	0.5	4.23
	4.5	10.2	2.35	1.0	4.34
M ₁	6.5	10.2	1.24	0.5	8.17
	6.5	10.2	1.23	1.0	8.23
	4.5	10.2	1.38	0.5	7.38
	4.5	10.2	1.36	1.0	7.45
M ₀	6.5	10.2	1.11	0.5	9.13
	6.5	10.2	1.10	1.0	9.22
	4.5	10.2	1.21	0.5	8.41
	4.5	10.2	1.22	1.0	8.36

Fuente: Autor, 2019.

Otro aspecto a resaltar, es el comportamiento presentado por el sistema M₅ en comparación con M₀, Al ser sometido a una tensión, presenta una disminución del 13% en la capacidad de oponerse al flujo de corriente eléctrica, lo que indica una aparente dispersión del grafeno en la sección normal a la fractura.

4.7. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

4.7.1. Inspección visual de los sistemas

En el capítulo anterior se registró de forma comparativa la apariencia de los sistemas tipo halterio, prismas y superficies plano-paralelas, de lo cual se pueden establecer las siguientes observaciones:

- Las probetas del sistema M₀ denotan un color gris claro, con transparencia nula ocasionada por el enfriamiento lento posterior al fundido y moldeado, con

superficies lisas, sin grietas o poros que generen concentradores de esfuerzos.

- Las probetas de los sistemas M_1 , M_3 , y M_5 promueven un cambio óptico gradual de tono acorde al incremento de refuerzo en la mezcla, correspondiendo el tono más intenso a las de contenido mayor de grafeno.
- El color aparentemente homogéneo sobre la superficie de los sistemas M_1 , M_3 , y M_5 aduce una dispersión del refuerzo en forma equidistante dentro de la matriz.

4.7.2. Ensayos de tracción

El procedimiento para el desarrollo de los ensayos a tracción se realizó acorde la Norma ASTM D 638, con dimensiones específicas descritas en el capítulo anterior.

Los ensayos fueron realizados en la máquina universal tipo servomotor marca Hung Ta a temperatura ambiente con una celda de carga de 100 KN, y velocidad constante de desplazamiento de mordazas de $5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. De cada sistema se ensayaron 5 probetas, con el objetivo de registrar el valor medio y obtener la desviación estándar.

En la Tabla XI se plasman los parámetros mecánicos resultantes de los ensayos de tracción de las pruebas realizadas a las muestras:

Tabla XI. Parámetros mecánicos de los sistemas.

SISTEMA	Grafeno en peso (g)	Tensión (Mpa)	Deformación %	Módulo (Mpa)
M_0	0	6.200117 ± 0.450	0.720424 ± 0.120	8.736055 ± 1.350
M_1	1	7.653206 ± 1.060	0.767595 ± 0.290	10.958401 ± 3.990
M_3	3	9.176029 ± 0.350	1.578297 ± 0.720	6.638430 ± 2.790
M_5	5	13.048495 ± 1.210	1.012820 ± 0.015	12.879960 ± 1.130

Fuente: Autor, 2019.

Analizando la curva de la Figura 55, obtenida acorde a los parámetros de Esfuerzo vs Deformación, se aprecia un comportamiento cuasi lineal a bajos valores de deformación, la rotura tanto del sistema M_0 como de los M_1 , M_3 y M_5 se origina sin que en el espécimen aparezca estrechamiento o formación de cuello alguno.

De igual manera, se observa en la gráfica la influencia positiva del grafeno sobre la matriz de RPET, arrojando un incremento proporcional en los valores de los parámetros mecánicos.

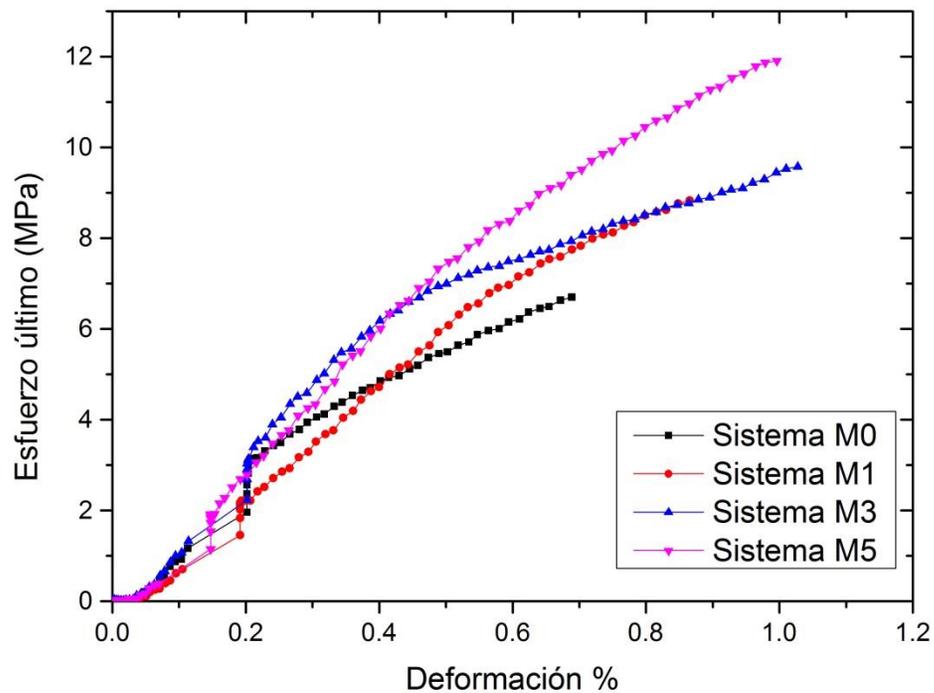


Fig. 55. Parámetros de esfuerzo vs deformación.
Fuente: Autor, 2019.

Por otra parte, la Figura 56 muestra los porcentajes asociados a las variables y al comportamiento mecánico de los especímenes. Si los resultados se comparan con el esfuerzo inicial presentado para M_0 , se denotan incrementos en el esfuerzo del 25% para el sistema M_1 , a la vez un incremento del 47% para M_2 y del 110.45% para M_5 .

En efecto, cabe resaltar la disminución en la deformación presentada por el sistema M_5 respecto a M_3 , indicando la influencia en la resistencia a la deformación ocasionada por el aumento en el peso del refuerzo, siendo esta cantidad suficiente para generar mayor rigidez del material y no permitir el deslizamiento de las capas.

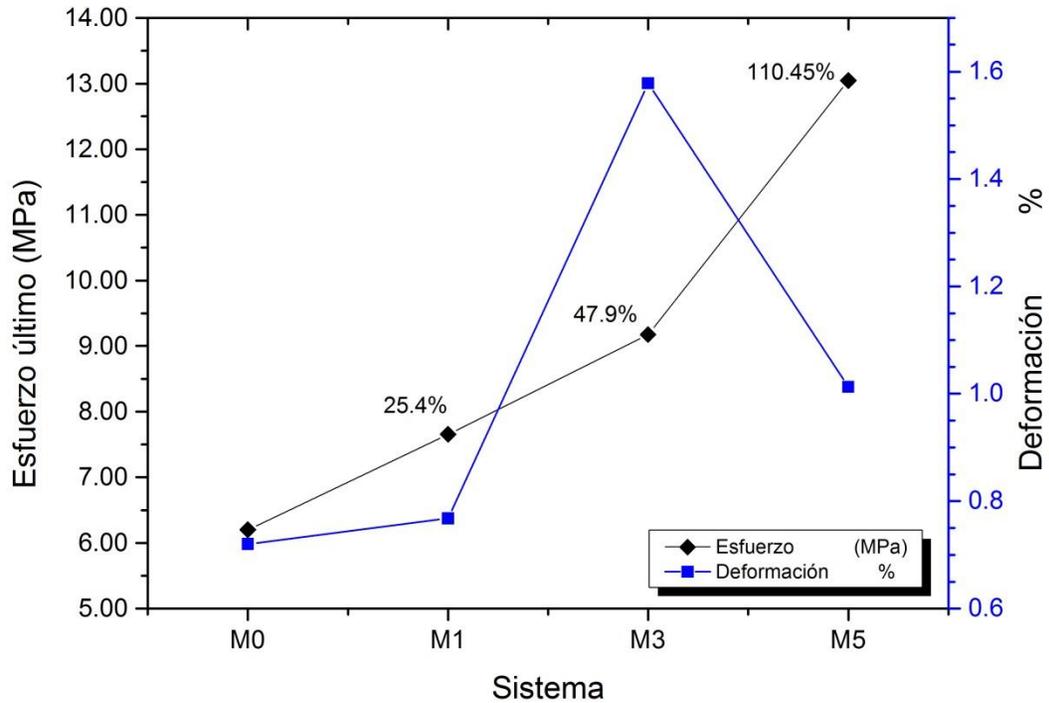


Fig. 56. Grafica comparativa del comportamiento mecánico se los sistemas
Fuente: Autor, 2019.

Asimismo, al analizar los resultados de Carga vs Deformación de la Tabla XI y la Figura 57, se puede establecer que el incremento de la carga esta originado por una dispersión homogénea de las partículas de refuerzo de grafeno dentro de la matriz, de tal forma que la dirección y caminos de propagación de las grietas o fisuras aumenta, dando como resultado una mayor absorción de energía reflejada en un incremento en la deformación plástica. Recíprocamente, un excesivo aumento de partículas de refuerzo genera aglomeraciones originando una disminución de la resistencia mecánica del material compuesto [54].

Tabla XII. Parámetros de esfuerzo vs deformación

SISTEMA	Grafeno en peso (gr)	Carga (N)	Deformación %
M ₀	0	406.603647 ± 29.90	0.720422 ± 0.12
M ₁	1	501.897298 ± 69.33	0.767594 ± 0.28
M ₃	3	601.764017 ± 22.67	1.578297 ± 0.72
M ₅	5	855.720377 ± 79.67	1.012819 ± 0.01

Fuente: Autor, 2019.

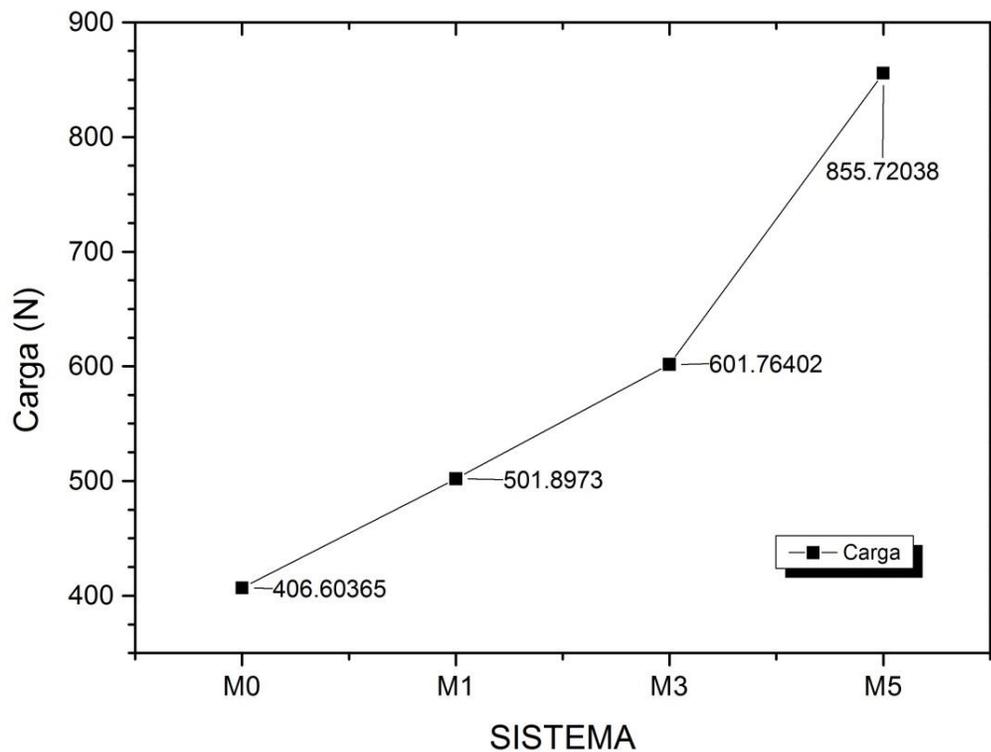


Fig. 57. Comportamiento de la carga en cada sistema
Fuente: Autor, 2019.

A. L. F. de Moura Giraldi reportó mezclas de RPET con refuerzos en un 30% de fibra de vidrio donde se obtuvo un esfuerzo último del 41% [55], comparado con el resultado aquí obtenido. En la muestra del 5% de grafeno presentó un incremento hasta de 110%.

- **Análisis de la fractura:**

En la Figura 58, se puede observar a nivel macroscópico el plano de la fractura del sistema M_5 , con zonas difusas y deformaciones relativamente bajas perpendiculares a la tensión, originadas a medida que ésta aumentó. Estas zonas evidencian la propagación de la grieta y la falla del material por esfuerzos normales.



Fig. 58. Vista macroscópica del plano de la fractura a tensión del sistema M₅
Fuente: Autor, 2019.

4.7.3. Dureza Shore A

La medida de dureza de esta investigación se realizó en muestras plano – paralelas obtenidas en un proceso de extrusión y enfriadas a temperatura ambiente Figura 59.



Fig. 59. Toma de dureza Shore A al sistema M₃.
Fuente: Laboratorio de materiales Universidad Antonio Nariño

Las lecturas fueron tomadas 15 segundos después de ser aplicada la fuerza y se dan en unidades Shore A.

Los valores de la Tabla XIII indican un leve crecimiento de la dureza superficial al incrementar el porcentaje en peso de grafeno. Este leve aumento conlleva a asumir que la dispersión del refuerzo sobre la superficie es limitada, sea por el proceso de termo-formado o por sedimentación del material de refuerzo en el momento de extrusión [56].

Tabla XIII. Parámetros de dureza Shore A

SISTEMAS	SHORE A					PROMEDIO	DESVIACIÓN
M ₀	95.50	95.00	94.50	95.00	95.00	95.00	0.35
M ₁	97.00	96.00	95.50	95.00	94.90	95.68	0.86
M ₃	98.00	98.10	97.80	96.00	96.90	97.36	0.90
M ₅	99.20	99.00	98.60	97.50	99.50	98.76	0.78

Fuente: Autor, 2019.

4.7.4. Resistencia al impacto

También se hicieron experimentos a temperatura ambiente en el banco de pruebas Charpy (Figura 60), con 5 especímenes del sistema M₀, 5 especímenes en proporciones de 1, 3 y 5 gramos, sistemas M₁, M₃, M₅. De esta manera se evaluaron los parámetros que influyen sobre la resistencia a impacto de estos materiales compuestos.

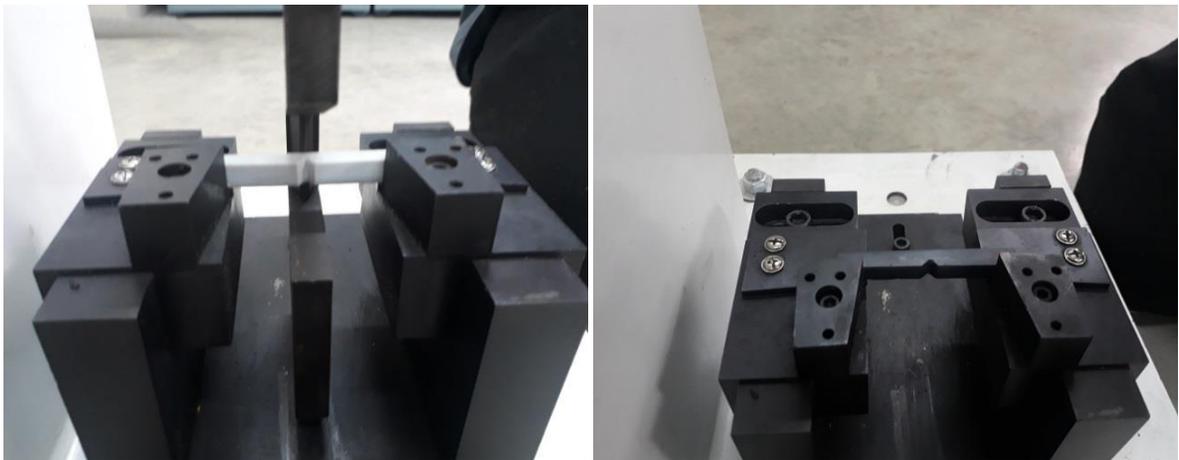


Fig. 60. Banco de pruebas Charpy.

Fuente: Laboratorio de materiales Universidad Antonio Nariño, 2019

Después del impacto y utilizando los resultados experimentales de los cambios de ángulo de la Tabla XIV, se obtuvo el valor de la energía, expresado en Joules.

Tabla XIV. Energía absorbida por cada sistema

Sistema	Ángulo de carga (α)	Ángulo de impacto (β)	Energía absorbida (T)
M ₀	160	156.572 ± 0.95	0.086036 ± 0.02
M ₁	160	153.58 ± 3.01	0.174597 ± 0.09
M ₃	160	149.028 ± 5.20	0.329376 ± 0.17
M ₅	160	141.48 ± 5.25	0.618981 ± 0.21

Fuente: Autor

Es de resaltar que los sistemas ensayados son polímeros cuyo módulo elástico varió por el proceso de termo-formado, motivo por el cual el material experimenta un cambio de transición de dúctil a frágil. Caso puntual, por ejemplo en la mayoría de ensayos de esta investigación, el tipo de fractura fue frágil debido a que surgió propagación de la grieta, siendo expulsadas las dos secciones de la probeta en sentido contrario a la dirección del impacto, este comportamiento generó una fractura con una cara lisa en el plano del vértice de la entalla [57, 58]. Ahora bien, los parámetros obtenidos en los ensayos de impacto (Figura 61), muestran una tendencia ascendente, dando un papel importante al tipo de refuerzo

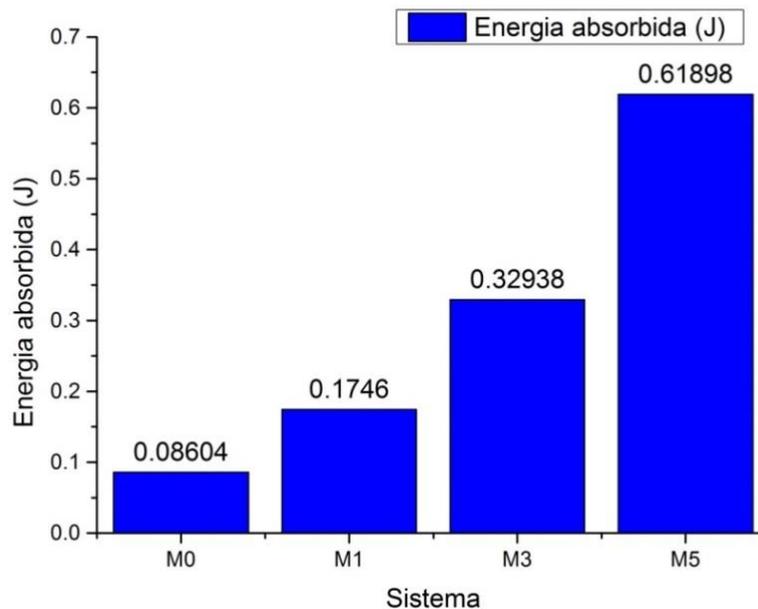


Fig. 61. Energía absorbida por cada sistema.

Fuente: Autor

De este modo, el sistema M_1 muestra un incremento de 102.93% con respecto a la cantidad de energía absorbida por el material fabricado de solo RPET. Así, en modo ascendente M_3 y M_5 llegan a aumentos de 282.83% y 619.44% respectivamente, evidenciando la forma como el aumento en peso de refuerzo se opone a la propagación de la grieta y evita la deformación prematura de la muestra.

- **Análisis de la fractura:**

En la Figura 62, en escala macroscópica, se observa en el plano del vértice de la entalla. Nótese cómo la grieta presenta una propagación a través de una secuencia de ondas, característico de los materiales que ostentan mecanismos de cedencia por acción de cizalla [59].



Fig. 62. Superficie de fractura a impacto del sistema M_5 . Detalle: la flecha inferior indica el sentido de propagación de la grieta.

Fuente: Autor, 2019.

Analizando en detalle el corte, se identifica una superficie lisa a partir de Zona I, la cual se extiende hasta la Zona II, posterior a esto, se aprecia la línea o curva de interrupción II que divide a las dos zonas. De igual forma que en la Zona I, la Zona II presenta una superficie lisa. La línea puede estar relacionada con un eje

imaginario de fibra neutro, que delimita la acción ejercida por la energía de impacto en donde convergen los campos de tracción y compresión del material.'

En contra posición, los resultados publicados por Moura Giraldi del 16% o 40% de absorción de energía al impacto cuando se utilizó fibra de vidrio como refuerzo. [60] El grafeno parece ser una alternativa con mejores resultados, al presentar un aumento del 600% en la capacidad de absorción de energía en mezcla de 5% de refuerzo.

4.8. ANÁLISIS MORFOLÓGICO DE LOS SISTEMAS M_1 , M_3 y M_5 .

- **Sistema M_1 :**

La Figura 63 muestra la cara de la fractura del sistema M_1 después de ser sometido a sollicitaciones de tensión. La superficie exhibe una fractura lisa con evidencias de desgarro; este hecho orientaría a pensar en una propagación de grieta bajo un estado de deformación plana.

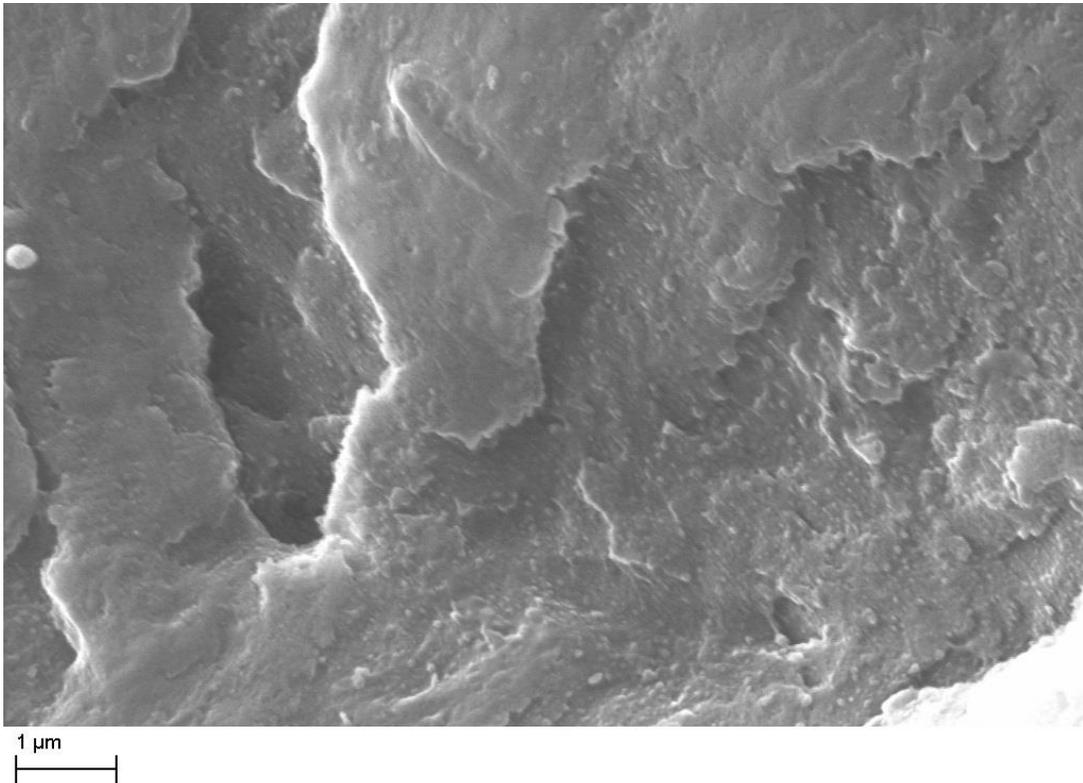


Fig. 63. Morfología de la cara paralela a fractura, sistema M_1 .

Fuente: INCITEMA UPTC, 2019.

- **Sistema M₃:**

En la Figura 64 se puede observar la grieta originada en la cara perpendicular a la línea de tensión de un espécimen. Se evidencia granos dispersos en el interior con distancias aparentemente equidistantes.

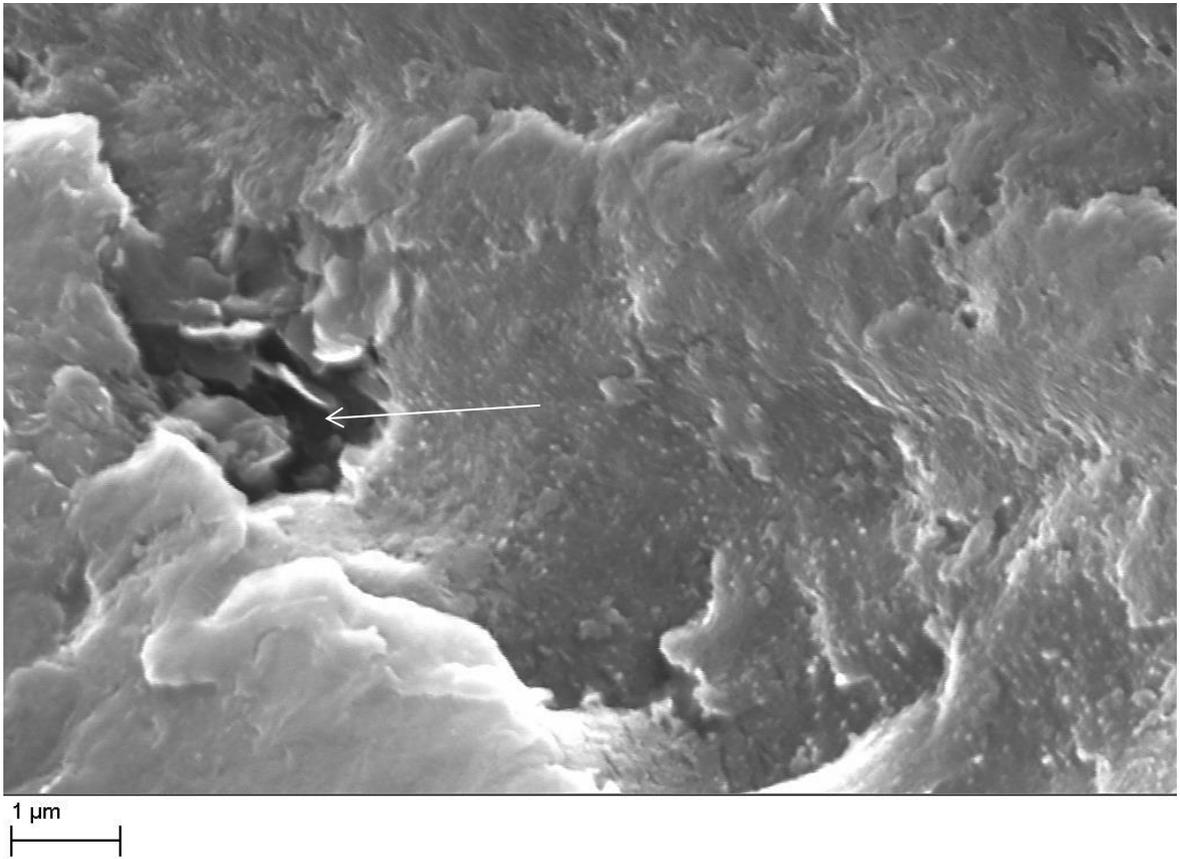


Fig. 64. Morfología de la cara paralela a fractura, sistema M3.
Fuente: INCITEMA UPTC, 2019.

- **Sistema M₅:**

La Figura 65 muestra una dispersión de puntos sobresalientes en el sistema M₅ después de ser sometido a esfuerzos normales. Los puntos de contraste claro sugieren el efecto plástico del desprendimiento de la matriz causado por las sollicitaciones mecánicas.

A diferencia de los sistemas anteriores, se observa una distancia más cercana entre partículas, pero a pesar de ello no se presentan focos de aglomeración que permitan originar concentradores de esfuerzos, razón particular para aducir una mejora en el comportamiento mecánico.

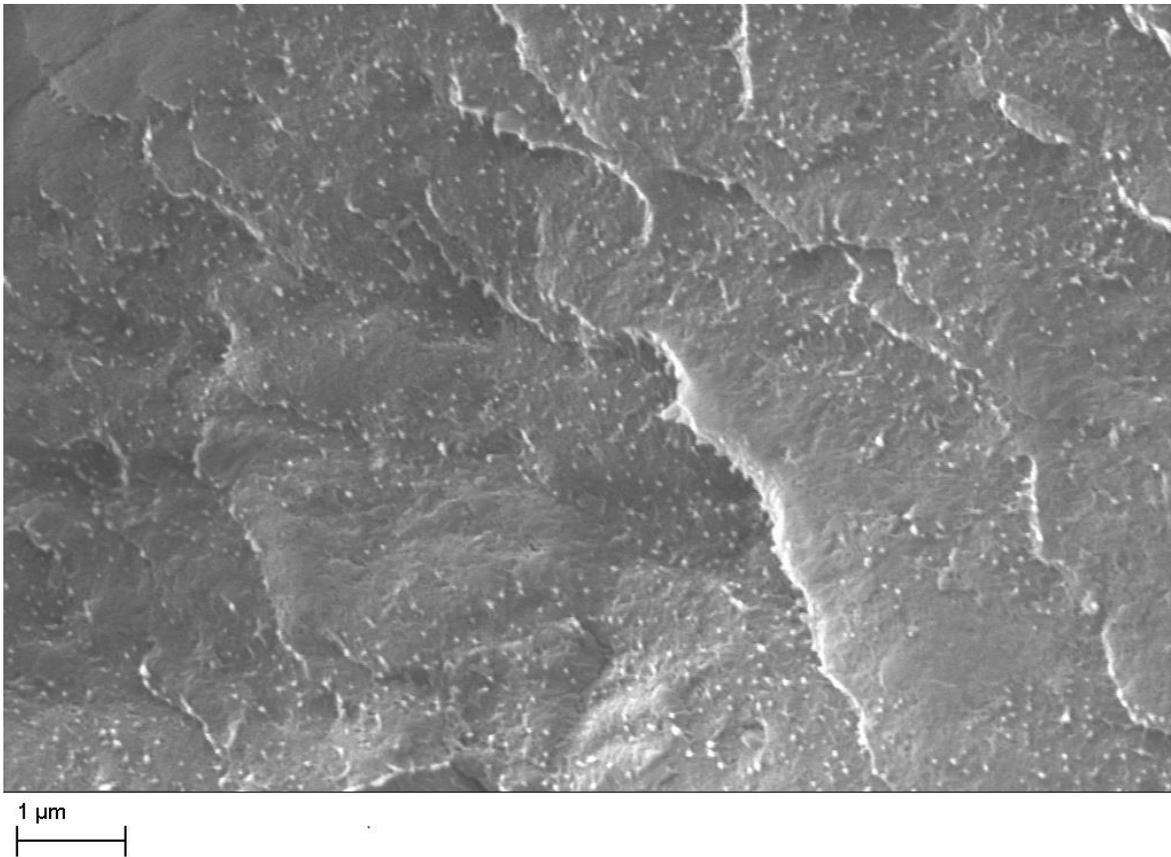


Fig. 65. Morfología de la cara paralela a fractura, sistema M5.

Fuente: INCITEMA UPTC, 2019.

Estos resultados sumados a los obtenidos en los espectros Raman numeral 4.3 sugieren una buena dispersión del grafeno dentro de la matriz polimérica, hecho que fue confirmado por los resultados de propiedades mecánicas y de resistividad eléctrica.

CONCLUSIONES

En el desarrollo de esta investigación se ha estudiado el comportamiento mecánico de un compuesto de RPET y grafeno en diferentes proporciones, en particular, con refuerzos de 1%, 3% y 5% de grafeno.

De este estudio se concluye que:

- Las partículas obtenidas a partir del proceso de pulverizado presentan una distribución de tamaños entre 70.64 μm y 161.2 μm , aptos para una mezcla en seco con grafeno mediante un proceso mecánico.
- Los ensayos de impacto indican que, con la incorporación de 5% de grafeno, se promueve un aumento significativo de hasta un 600% en la absorción de energía, antes de generar la fractura.
- Los ensayos de dureza efectuados al sistemas M_5 , indican un aumento del 3.5% en la resistencia del compuesto a ser penetrado, en comparación con el sistema M_0 .
- Los ensayos morfológicos de los materiales en condiciones de fractura a tensión y bajo impacto muestran que la matriz polimérica no es capaz de desarrollar deformación plástica. La distribución homogénea de las partículas evita la descohesión prematura entre la matriz y el refuerzo.
- Los ensayos mecánicos muestran un incremento en el esfuerzo último de 110.45% para los compuestos con el refuerzo del 5%, se observa que la deformación presenta un límite de saturación hasta un 3% de refuerzo y/o su máxima deformación.
- Respecto a los ensayos de resistividad eléctrica, se puede concluir que los porcentajes de grafeno suscitan una disminución de la resistencia eléctrica, aduciendo mayor dispersión de las partículas conforme se incrementa el porcentaje de refuerzo.
- Finalmente, se puede considerar que la adición de grafeno en los porcentajes estudiados genera un aumento de la resistencia mecánica (rigidez y tensión) y de tenacidad (absorción de energía para la ruptura) en las sollicitaciones mecánicas.
- Se puede, en consecuencia, concluir que por lo menos para estas características de sollicitación, el grado de compatibilidad mecánica alcanzado presenta resultados positivos.

RECOMENDACIONES

Sobre la base de los resultados obtenidos a lo largo de este trabajo de investigación, se pueden enumerar las siguientes sugerencias:

- Llevar a cabo un estudio del mezclado de los componentes en un proceso industrial directo incorporando el uso de catalizadores específicos..
- Evaluar las propiedades mecánicas y relación volumétrica del refuerzo al ser sometido a incrementos de Temperatura.
- Extender el estudio de estas mezclas a otros tipos de materiales poliméricos que hacen parte de los focos de contaminación y que pueden contribuir a reducir el impacto ambiental.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] I. S. Duarte, A. A. Tavares, P. S. Lima, D. L. A. C. S. Andrade, L. H. Carvalho, E. L. Canedo, *et al.*, "Chain extension of virgin and recycled poly(ethylene terephthalate): Effect of processing conditions and reprocessing," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 124, pp. 26-34, 2016/02/01/ 2016.
- [2] B. Brüster, F. Addiego, F. Hassouna, D. Ruch, J. M. Raquez, and P. Dubois, "Thermo-mechanical degradation of plasticized poly(lactide) after multiple reprocessing to simulate recycling: Multi-scale analysis and underlying mechanisms," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 131, pp. 132-144, 2016/09/01/ 2016.
- [3] T. Negoro, W. Thodsaratpreeyakul, Y. Takada, S. Thumsorn, H. Inoya, and H. Hamada, "Role of Crystallinity on Moisture Absorption and Mechanical Performance of Recycled PET Compounds," *Energy Procedia*, vol. 89, pp. 323-327, 2016/06/01/ 2016.
- [4] H. Zhang, W. Guo, Y. Yu, B. Li, and C. Wu, "Structure and properties of compatibilized recycled poly(ethylene terephthalate)/linear low density polyethylene blends," *European Polymer Journal*, vol. 43, pp. 3662-3670, 2007/08/01/ 2007.
- [5] R. Merijs Meri, J. Zicans, R. Maksimovs, T. Ivanova, M. Kalnins, R. Berzina, *et al.*, "Elasticity and long-term behavior of recycled polyethylene terephthalate (rPET)/montmorillonite (MMT) composites," *Composite Structures*, vol. 111, pp. 453-458, 2014/05/01/ 2014.
- [6] S. Mallakpour and V. Behranvand, "Recycled PET/MWCNT-ZnO quantum dot nanocomposites: Adsorption of Cd(II) ion, morphology, thermal and electrical conductivity properties," *Chemical Engineering Journal*, vol. 313, pp. 873-881, 2017/04/01/ 2017.
- [7] X. Ji, Y. Xu, W. Zhang, L. Cui, and J. Liu, "Review of functionalization, structure and properties of graphene/polymer composite fibers," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 87, pp. 29-45, 8// 2016.
- [8] D. Wang, Q. Liu, Y. Wang, M. Li, K. Liu, J. Chen, *et al.*, "3 - Reinforcement of Polyethylene Terephthalate via Addition of Carbon-Based Materials A2 - Visakh, P.M," in *Poly(Ethylene Terephthalate) Based Blends, Composites and Nanocomposites*, M. Liang, Ed., ed Oxford: William Andrew Publishing, 2015, pp. 41-64.
- [9] Y. Yang, M. Niu, J. Li, B. Xue, and J. Dai, "Preparation of carbon microspheres coated magnesium hydroxide and its application in polyethylene terephthalate as flame retardant," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 134, pp. 1-9, 12// 2016.
- [10] K. Ravindranath and R. A. Mashelkar, "Polyethylene terephthalate—I. Chemistry, thermodynamics and transport properties," *Chemical Engineering Science*, vol. 41, pp. 2197-2214, 1986/01/01/ 1986.
- [11] G. M. Barrera, J. B. H. Zaragoza, T. L. Lara, and C. M. Campos, *Materiales sustentables y reciclados en la construcción*: OmniaScience, 2015.
- [12] D. Kawakami, B. S. Hsiao, S. Ran, C. Burger, B. Fu, I. Sics, *et al.*, "Structural formation of amorphous poly(ethylene terephthalate) during uniaxial deformation above glass temperature," *Polymer*, vol. 45, pp. 905-918, 2004/02/01/ 2004.
- [13] J. NEWELL, *Ciencia de materiales - aplicaciones en ingeniería*: Alfaomega Grupo Editor.
- [14] F. Awaja and D. Pavel, "Recycling of PET," *European Polymer Journal*, vol. 41, pp. 1453-1477, 2005/07/01/ 2005.
- [15] X. E. Castells and L. J. de Gracia, *Los plásticos residuales y sus posibilidades de valoración: Reciclaje de residuos industriales*: Editorial Díaz de Santos, S.A., 2012.

- [16] J. C. Meyer, A. K. Geim, M. I. Katsnelson, K. S. Novoselov, T. J. Booth, and S. Roth, "The structure of suspended graphene sheets," *Nature*, vol. 446, p. 60, 03/01/online 2007.
- [17] M. P. Groover, C. M. de la Peña Gómez, and M. Á. M. Sarmiento, *Fundamentos de manufactura moderna: materiales, procesos y sistemas*: Pearson Educación, 1997.
- [18] F. P. Beer and E. R. Johnston, *Mecánica de materiales*: McGraw Hill/Interamericana Editores, 2013.
- [19] J. F. Shackelford, A. G. Gordo, and N. M. Piris, *Introducción a la ciencia de materiales para ingenieros*: Pearson Educación, 2010.
- [20] W. F. Smith and J. Hashemi, *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales*: McGraw-Hill, 2006.
- [21] Y. Wang, J. Gao, Y. Ma, and U. S. Agarwal, "Study on mechanical properties, thermal stability and crystallization behavior of PET/MMT nanocomposites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 37, pp. 399-407, 2006/01/01/ 2006.
- [22] D. R. Askeland and P. P. Phulé, *Ciencia e ingeniería de los materiales*: Thomson, 2004.
- [23] L. M. C. FILIU and P. B. MILLA, *Electricidad y automatismos eléctricos*: Paraninfo, 2005.
- [24] A. S. f. Testing and Materials, *Standard Test Methods for Electrical Conductivity and Resistivity of Water*: American Society for Testing and Materials, 2009.
- [25] J. F. Shackelford, *Introducción a la ciencia de materiales para ingenieros*: Pearson Educación, 2005.
- [26] D. J. Griffiths, *Introduction to Electrodynamics*: Cambridge University Press, 2017.
- [27] D. Hull, T. W. Clyne, D. R. Clarke, I. M. Ward, and S. Suresh, *An Introduction to Composite Materials*: Cambridge University Press, 1996.
- [28] L. C. Martínez, J. C. D. R. Romero, and J. R. Montes, *Procesos industriales para materiales no metálicos: (2ª Edición)*: Vision Net, 2010.
- [29] D. Hull, *Materiales compuestos*: Editorial Reverte, 1987.
- [30] S. OO., "Estudio de la Fractura de mezclas de policarbonato con acrilonitrilo-butadieno-estireno," *Universidad Politecnica de Catalunya*, 1997.
- [31] G. H. Michler and J. U. Starke, "Investigations of Micromechanical and Failure Mechanisms of Toughened Thermoplastics by Electron Microscopy," in *Toughened Plastics II*. vol. 252, ed: American Chemical Society, 1996, pp. 251-277.
- [32] P. D. y. B. JW, "Polymer Blends: Introductory Overview and Future Developments," *Polymer Compatibility and Incompatibility, Principles and Practices*, vol. 2, pp. 1-23, 1982.
- [33] A. Zehe and A. Thomas, *Tecnología epitaxial de silicio*: Books on Demand, 2001.
- [34] C. Müller-Karger, S. Wong, and A. L. Cruz, *IV Latin American Congress on Biomedical Engineering 2007, Bioengineering Solutions for Latin America Health, September 24th-28th, 2007, Margarita Island, Venezuela: IV Congreso Latinoamericano de Ingeniería Biomédica, CLAIB 2007 Soluciones de Bioingeniería para la salud en Latina, 24 al 28 Septiembre de 2007, Isla de Margarita, Venezuela*: Springer Berlin Heidelberg, 2007.
- [35] L. Cabedo, J. M. Lagarón, and C. S. d. I. Científicas, *Nuevos Retos en Materiales Poliméricos*: Publicacions de la Universitat Jaume I, 2008.
- [36] M. Bhushan and M. B. Ketchen, *Microelectronic Test Structures for CMOS Technology*: Springer New York, 2011.
- [37] e. A.S.f.T., "ASTM D-638 Standard test method for tensile properties of plastics," *Materials.Phyladelphia, USA*, 2002 2002.

- [38] A. E. d. N. y. Certificación, *UNE-EN ISO 868: plásticos y ebonita : determinación de la dureza de indentación por medio de un durómetro (dureza Shore) : (ISO 868:2003)*: AENOR, 2003.
- [39] J. Brzeziński, "Blow molding handbook. Edited by Donald V. Rosato and Dominick V. Rosato, Carl Hanser Verlag, Munich, 1989. pp. i + 1010, price £113.30. ISBN 3-446-15071-4," *Polymer International*, vol. 24, pp. 60-60, 1991.
- [40] D.-M. Fann, S. K. Huang, and J.-Y. Lee, "DSC studies on the crystallization characteristics of poly(ethylene terephthalate) for blow molding applications," *Polymer Engineering & Science*, vol. 38, pp. 265-273, 1998.
- [41] A. E. d. N. y. Certificación, *UNE-EN ISO 11357-1: plásticos : calorimetría diferencial de barrido (DSC). Parte 1, Principios generales : (ISO 11357-1:1997)*: AENOR, 1997.
- [42] M. S. Dresselhaus, A. Jorio, M. Hofmann, G. Dresselhaus, and R. Saito, "Perspectives on Carbon Nanotubes and Graphene Raman Spectroscopy," *Nano Letters*, vol. 10, pp. 751-758, 2010/03/10 2010.
- [43] E. d. Corro García, V. García Baonza, M. Taravillo Corrado, and C. e-libro. (2011). *Respuesta mecánica del grafito bajo condiciones extremas*.
- [44] M. J. Matthews, M. A. Pimenta, G. Dresselhaus, M. S. Dresselhaus, and M. Endo, "Origin of dispersive effects of the Raman D band in carbon materials," *Physical Review B*, vol. 59, pp. R6585-R6588, 03/01/ 1999.
- [45] L. Malard, M. Pimenta, G. Dresselhaus, and M. Dresselhaus, "Raman spectroscopy in graphene," *Physics reports*, vol. 473, pp. 51-87, 2009.
- [46] N. Overall, P. Tayler, J. Chalmers, D. MacKerron, R. Ferwerda, and J. Van der Maas, "Study of density and orientation in poly (ethylene terephthalate) using Fourier transform Raman spectroscopy and multivariate data analysis," *Polymer*, vol. 35, pp. 3184-3192, 1994.
- [47] A. Melveger, "Laser-raman study of crystallinity changes in poly (ethylene terephthalate)," *Journal of Polymer Science Part A-2: Polymer Physics*, vol. 10, pp. 317-322, 1972.
- [48] J. Štokr, B. Schneider, D. Doskočilová, J. Lövy, and P. Sedláček, "Conformational structure of poly (ethylene terephthalate). Infra-red, Raman and nmr spectra," *Polymer*, vol. 23, pp. 714-721, 1982.
- [49] K. Zakharchenko, M. Katsnelson, and A. Fasolino, "Finite temperature lattice properties of graphene beyond the quasiharmonic approximation," *Physical review letters*, vol. 102, p. 046808, 2009.
- [50] S. R. Ahmad, R. J. Young, and I. A. Kinloch, "Raman spectra and mechanical properties of graphene/polypropylene nanocomposites," *International Journal of Chemical Engineering and Applications*, vol. 6, p. 1, 2015.
- [51] L. Bokobza, J.-L. Bruneel, and M. Couzi, "Raman spectra of carbon-based materials (from graphite to carbon black) and of some silicone composites," *C*, vol. 1, pp. 77-94, 2015.
- [52] M. Puca Pacheco, E. Tacuri Calanchi, A. Pantoja Cadillo, M. G. Neira Velázquez, and G. Canché Escamilla, "Síntesis de nanocompuestos poliméricos con grafeno y su caracterización mecánica," *Revista de la Sociedad Química del Perú*, vol. 83, pp. 65-77, 2017.
- [53] M. Aliofkhazraei, N. Ali, W. I. Milne, C. S. Ozkan, S. Mitura, and J. L. Gervasoni, *Graphene Science Handbook: Applications and Industrialization*: CRC Press, 2016.
- [54] B. Zhou, X. Ji, Y. Sheng, L. Wang, and Z. Jiang, "Mechanical and thermal properties of poly-ether ether ketone reinforced with CaCO₃," *European Polymer Journal*, vol. 40, pp. 2357-2363, 2004/10/01/ 2004.

- [55] A. L. F. de Moura Giraldi, R. C. de Jesus, and L. H. I. Mei, "The influence of extrusion variables on the interfacial adhesion and mechanical properties of recycled PET composites," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 162-163, pp. 90-95, 2005/05/15/ 2005.
- [56] W. C. J. Zuiderduin, C. Westzaan, J. Huétink, and R. J. Gaymans, "Toughening of polypropylene with calcium carbonate particles," *Polymer*, vol. 44, pp. 261-275, 2003/01/01/ 2003.
- [57] W. Hufenbach, F. M. Ibrahim, A. Langkamp, R. Böhm, and A. Hornig, "Charpy impact tests on composite structures – An experimental and numerical investigation," *Composites Science and Technology*, vol. 68, pp. 2391-2400, 2008/09/01/ 2008.
- [58] M. P. Manahan, R. B. Stonesifer, Y. Soong, and J. M. Burger, "Miniaturized Notch Test Specimen and Test Machine Design," T. A. Siewert and A. K. Schmieder, Eds., ed West Conshohocken, PA: ASTM International, 1995, pp. 39-69.
- [59] S. S. Pesetskii, B. Jurkowski, and V. N. Koval, "Polycarbonate/polyalkylene terephthalate blends: Interphase interactions and impact strength," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 84, pp. 1277-1285, 2002.
- [60] A. L. F. de M. Giraldi, J. R. Bartoli, J. I. Velasco, and L. H. I. Mei, "Glass fibre recycled poly(ethylene terephthalate) composites: mechanical and thermal properties," *Polymer Testing*, vol. 24, pp. 507-512, 2005/06/01/ 2005.

ANEXO A. FICHA TÉCNICA DE SEGURIDAD DEL GRAFENO

ANEXO A1



MATERIAL SAFETY DATA SHEET (MSDS)

Product Name GRAPHENE

1. IDENTIFICATION OF THE MATERIAL AND SUPPLIER

Bottom Up Technologies Corporation

M.PIPRA, M.B.Dih, I Mahagama I Godda I Jharkhand I India I PIN 814154

Phone 91.608326752

info@bt-corp.co

USE(S) CHEMICAL APPLICATIONS • CHEMICAL INDUSTRY • SURFACE COATING
MSDS Date 13 TH JUNE, 2013

2. HAZARDS IDENTIFICATION

Not Classified As Hazardous According To Criteria Of NOHSC

This substance is not classified as dangerous according to directive 67/548/eec.

UN No.	None Allocated	DG Class	None Allocated	Subsidiary Risk(s)	None Allocated
Packing Group	None Allocated	Hazchem Code	None Allocated	EPG	None Allocated

3. COMPOSITION/ INFORMATION ON INGREDIENTS

Ingredient	CAS No.	Content
GRAPHENE	<u>7782-42-5</u>	100%

4. FIRST AID MEASURES

EYE	If in eyes, hold eyelids apart and flush the eye continuously with running water. Continue flushing until advised to stop by the Poisons Information Centre or a doctor, or for at least 15 minutes.
INHALATION	If inhaled, remove from contaminated area. Apply artificial respiration if not breathing.
SKIN	If skin or hair contact occurs, remove contaminated clothing and flush skin and hair with running water. Continue flushing with water until advised to stop by the Poisons Information Centre or a doctor.
INGESTION	For advice, contact a Poisons Information Centre on 13 11 26 (Australia Wide) or a doctor (at once). If swallowed, do not induce vomiting.
ADVICE TO DOCTOR	Treat symptomatically

5. FIRE FIGHTING MEASURES

Page | 1

ANEXO A2



MATERIAL SAFETY DATA SHEET (MSDS)

FLAMMABILITY	Combustible. May evolve toxic gases (carbon oxides) when heated to decomposition. Dust may form explosive mixtures with air.
FIRE & EXPLOSION	Evacuate area and contact emergency services. Toxic gases may be evolved in a fire situation. Remain upwind and notify those downwind of hazard. Wear full protective equipment including Self Contained Breathing Apparatus (SCBA) when combating fire. Use waterfog to cool intact containers and nearby storage areas.
EXTINGUISHING	Water fog or foam. Prevent contamination of drains or waterways.
HAZCHEM CODE	None Allocated

6. ACCIDENTAL RELEASE MEASURES

SPILLAGE If spilt (bulk), use personal protective equipment. Contain spillage, then collect and place in suitable containers for disposal. Avoid generating dust.

7. STORAGE AND HANDLING

STORAGE Store in a cool, dry, well-ventilated area, removed from oxidising agents, acids and foodstuffs. Ensure containers are adequately labelled.

HANDLING Before use carefully read the product label. Use of safe work practices are recommended to avoid eye or skin contact and inhalation. Observe good personal hygiene, including washing hands before eating. Prohibit eating, drinking and Smoking in contaminated areas.

8. EXPOSURE CONTROLS/ PERSONAL PROTECTION

EXPOSURE STDS

Ingredient	Reference	TWA		STEL	
		ppm	mg/m ³	ppm	mg/m ³
Graphene (all forms except fibers)	ASCC (AUS)	-	3	-	-

BIOLOGICAL LIMITS No biological limit allocated.

ENGINEERING CONTROLS Avoid inhalation. Use in well ventilated areas. Where an inhalation risk exists, mechanical explosion Proof extraction ventilation is recommended. Wet where possible.

PPE Wear dust-proof goggles and rubber or PVC gloves. When using large quantities or where heavy contamination is likely, wear: coveralls. At high dust levels, wear: a Full-face Class P3 (Particulate) respirator or a Powered Air Purifying Respirator (PAPR) with Class P3 (Particulate) filter. Where an inhalation risk exists, wear: a Class P1 (Particulate) respirator.

9. PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES

Appearance	BLACK TUBE	Solubility (Water)	INSOLUBLE
Odour	ODOURLESS	specific Gravity	2.1 to 2.5
PH	NOT RELEVANT	% Volatiles	0 %

Page | 2
[Signature]

ANEXO A3

MATERIAL SAFETY DATA SHEET (MSDS)



Shipping Name	None Allocated				
UN No.	None Allocated	DG Class	None Allocated	Subsidiary Risk(s)	None Allocated
Packing Group	None Allocated	Hazchem Code	None Allocated	EPG	None Allocated

15. REGULATORY INFORMATION

Poison Schedule A poison schedule number has not been allocated to this product using the criteria in the Standard for the Uniform Scheduling of Drugs and Poisons (SUSDP).

AICS All chemicals listed on the Australian Inventory of Chemical Substances (AICS).

16. OTHER INFORMATION

Additional Information

COMBUSTIBLE - EXPLOSIVE CARBONACEOUS DUST: Carbonaceous/organic dusts have the potential, with dispersion, to present an explosion hazard if an ignition source exists. All equipment used to handle, transfer or store this product **MUST BE** cleaned thoroughly prior to cutting, welding, drilling or exposure to any other form of heat or ignition sources. If bulk stored, containers should be ventilated on a routine basis to avoid vapour Accumulation (where applicable, eg for flocculants).

RESPIRATORS: In general the use of respirators should be limited and engineering controls employed to avoid exposure. If respiratory equipment must be worn ensure correct respirator selection and training is undertaken. Remember that some respirators may be extremely uncomfortable when used for long periods. The use of air powered or air supplied respirators should be considered where prolonged or repeated use is necessary.

ABBREVIATIONS:

ADB - Air-Dry Basis.
BEI - Biological Exposure Indice(s)
CAS# - Chemical Abstract Service number - used to uniquely identify chemical compounds.
CNS - Central Nervous System.
EINECS - European Inventory of Existing Commercial chemical Substances.
IARC - International Agency for Research on Cancer.
M - Moles per liter, a unit of concentration.
Mg/m3 - Milligrams per cubic meter.
NOS - Not Otherwise Specified.
NTP - National Toxicology Program.
OSHA - Occupational Safety and Health Administration.
PH - relates to hydrogen ion concentration using a scale of 0 (high acidic) to 14 (highly alkaline).
Ppm - Parts Per Million.
RTECS - Registry of Toxic Effects of Chemical Substances.
TWA/ES - Time Weighted Average or Exposure Standard.

HEALTH EFFECTS FROM EXPOSURE:

It should be noted that the effects from exposure to this product will depend on several factors including: frequency and duration of use; quantity used; effectiveness of control measures; protective equipment used and method of application. Given that it is impractical to prevent

ANEXO A4



MATERIAL SAFETY DATA SHEET (MSDS)

Chem Alert report which would encompass all possible scenarios, it is anticipated that users will assess the risks and apply control methods where appropriate.

PERSONAL PROTECTIVE EQUIPMENT GUIDELINES:

The recommendation for protective equipment contained within this Chem Alert report is provided as a guide only. Factors such as method of application, working environment, quantity used, product concentration and the availability of engineering controls should be considered before final selection of personal protective equipment is made.

COLOUR RATING SYSTEM: RMT has assigned all Chem Alert reports a color rating of Green, Amber or Red for the sole purpose of providing users with a quick and easy means of determining the hazardous nature of a product. Safe handling recommendations are provided in all Chem Alert reports so as to clearly identify how users can control the hazards and thereby reduce the risk (or likelihood) of adverse effects. As a general guideline, a Green color rating indicates a low hazard, an Amber color rating indicates a moderate hazard and a Red color rating indicates a high hazard. While all due care has been taken by BT CORP in the preparation of the Color Rating System, it is intended as a Guide only and BT CORP does not provide any warranty in relation to the accuracy of the Color Rating System. As far as is lawfully possible, RMT accepts no liability or responsibility whatsoever for the actions or omissions of any person in reliance on the Color Rating System.

Report Status

This document has been compiled by BT CORP on behalf of the manufacturer of the product and serves as the manufacturer's Material Safety Data Sheet ("MSDS").

It is based on information concerning the product which has been provided to RMT by the manufacturer or obtained from third party sources and is believed to represent the current state of knowledge as to the appropriate safety and handling precautions for the product at the time of issue. Further clarification regarding any aspect of the product should be obtained directly from the manufacturer.

While BT CORP has taken all due care to include accurate and up-to-date information in this MSDS, it does not provide any warranty as to accuracy or completeness. As far as lawfully possible, BT CORP accepts no liability for any loss, injury or damage (including consequential loss) which may be suffered or incurred by any person as a consequence of their reliance on the information contained in this MSDS.

For M/s. Bottom Up Technologies Corporation


(AUTHORISED SIGNATORIES)

ANEXO B. CERTIFICADO DE ANÁLISIS DEL GRAFENO

ANEXO B1



Bottom Up Technologies Corporation

M.PIPRA I M.B.Dih I Mahagama I Godda I Jharkhand I India I PIN 814154

www.bt-corp.co

+ 91.9608326752

CERTIFICATE OF ANALYSIS

Graphene RESEARCH Grade

QC Document ref: GRAPHENE research

Date: 7TH Mar, 2018

Line formula: C
CAS NO.: 7782-42-5

Sl	TEST Specification	Comments
1	Form	Loose Amorphous powder
2	Colour	Dark grey
3	Odour	No
4	Solubility in water	No
5	Flamibility	Non flammable
6	X-Ray Diffraction	Diffraction Conforms to Structure
7	Raman Spectrum	Raman signatures matched
8	Conductivity	750 S/m
9	BET Surface area	220m ² /g
10	Bulk density	0.08/cm ³
11	Number of layers	11-5 of less than 10 µm L
12	PH	7

Elemental analysis: Average Values in atomic %

1	Elements	Atomic % fraction Average values
2	C	>98
3	H	>1%
4	S	<.1
5	O	>1%
6	Cl	<0.01%

Must refer MSDS before use. BTCORP warrants that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. For further inquiries, please contact Technical Service at info@bt-corp.co Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use.



QC HEAD

Signature

ANEXO C. ANÁLISIS DEL GRAFENO

BOTTOM UP TECHNOLOGIES CORPORATION

PRODUCT DATA SHEET OF GRAPHENE [RESEARCH GRADE-G3]



Doc Ref:G3

PRODUCT AND COMPANY IDENTIFICATION		Generic Description: Graphene
Bottom Up Technologies Corporation		Graphite generated nanomaterials
M.PIPRA, M.B.Din, Mahagama Godda Jharkhand India PIN 814154		Physical Form: Fluffy, Very Light Powder
Phone +91.9608326752		Color: Grey – Black
info@bt-corp.co		Odor: Characteristic
www.bt-corp.co		CAS NO.: 7782-42-5 (graphite)
		Chemical Formula: C

Product Information: BTGraph® of Graphene Research Grade are 2-4 layered aggregates of sub-micron platelets measuring a diameter of <5 microns with high aspect ratio. Optimally, when BTGraph® mixes in minute quantity with host matrix such as polymer, metals, it improves the Mechanical, Thermal & Electrical properties without significant increase in the finished products cost. Production method: Through proprietary methods and customized equipment followed by Modified Hummer's Method.

Parameters	Industry Grade[G1]	Technical Grade[G2]	Research Grade[G3]	Analytical Grade [G4]
Thickness	20nm	8-10nm	2-5nm	2-5nm
Lateral Dimension	<20µ	10µ	<5µ	50µ
Layers	20-40	10-16	2-4	2-4
BET SURFACE AREA	112 m ² /g	150 m ² /g	220m ² /g	200m ² /g
Bulk density	0.53g/cc	0.45g/cc	0.08g/cc	0.10g/cc
Purity	>98%	>98%	>98%	>99%
Porosity	0.1 nm	0.3 nm	1nm	0.8 nm
Atomic Oxygen Content	2%	<1%	0.5%	0.1%



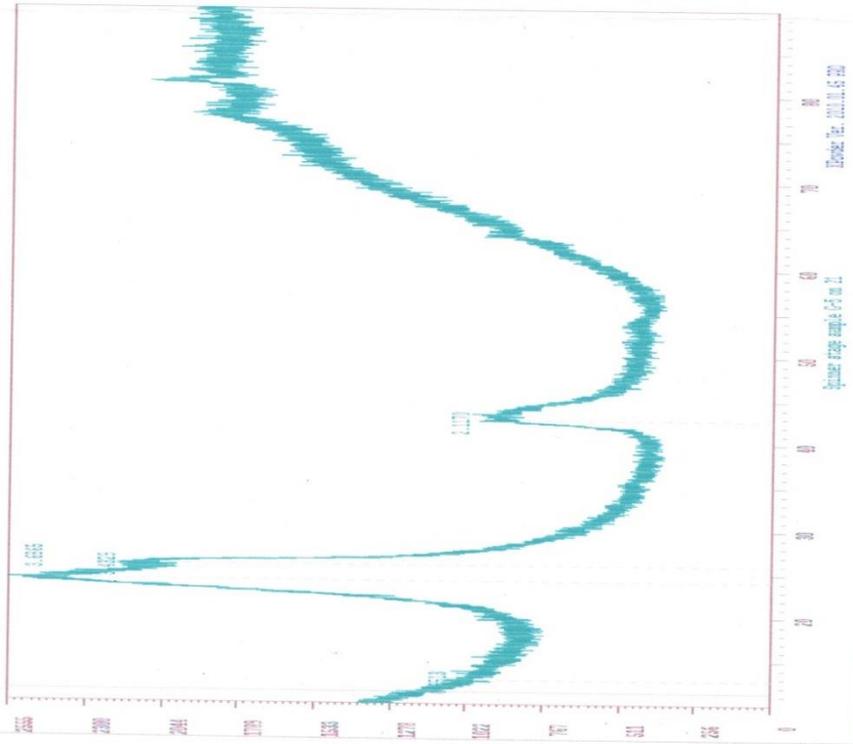
	Parallel to Surface	Perpendicular to Surface
Density		
Thermal	Conductivity 3,000 watts/m-K	6 watts/m-K
Tensile Modulus	>1,000 GPa	Not applicable
Tensile Strength	>5 GPa	Not applicable
Electrical Conductivity	10 ⁷ siemens/m	10 ⁷ siemens/m



ANEXO C1

ANEXO C2

XRD SPECTRA OF GRAPHENE [RESEARCH GRADE]



STEM IMAGE RESEARCH GRADE GRAPHENE TESTED AT ARCI AUSTRALIA



APPLICATION AREA :BTGraph® improves the mechanical performance, thermal conductivity, electrical conductivity, and permeation barrier properties of a range of composites and formulations. In BTGraph®, the graphene layers are entirely disassociated ensuring good dispersion and ease of handling while providing the full performance advantages of graphene.

SENSOR/ELECTRONICS/CONDUCTIVE INK MEMS
BTG-Graphene® has been successfully implemented and is recommended for following areas. Although the main users are: Academic research centres, Defence laboratories AND Industries covering-Composite /Structural materials, Paint-&Coatings, Energy, Biomedical, Electronics!



ANEXO C3



BT Corp provide stable dispersion of Graphene in water, and other common organic solvent including ethanol, DMF, IPA, Resins etc. Polymeric Master batch is available upto 10%w/w loading. MB of PP, PC, LDPE, EPOXY, PAE & customized products can be delivered.

Disclaimer: The values are typical and are for very general guidance and must not be used as a basis for specifications as concretes. Information contained in this publication, and otherwise supplied to users, is based on our general experience and is given in good faith, but we are unable to accept responsibility in respect of factors which are outside our knowledge or control. No warranty, either expressed or implied, is hereby made. The recommended industrial hygiene and safe handling procedures are believed to be generally applicable. Please refer MSDS of respective product for safe use. Please contact BT CORP for updated technical inquiries.

It is the responsibility of the customer to ensure that the use complies with all relevant regulation and specific application.



Working Policy Complies: We are strict to the working policies set by authorities & meeting various compliances & quality certifications

Signature:



Updated Jan2018

Bottom Up Technologies Corporation
M.PIPRA | M.B.Dih | Mahagama | Godda | Jharkhand | India | PIN 814154
Phone +91.9608326752