

## **Elaboración y Caracterización de un Material Compuesto como una Opción para el Reciclado de Llantas de Desechos y PET**

R. Mis-Fernández<sup>1</sup>, J. A. Azamar-Barrios<sup>2</sup>, y C. R. Ríos-Soberanis<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Centro de Investigación Científica de Yucatán, Unidad de Materiales  
Calle 43, No. 130, Colonia Chuburná de Hidalgo, C.P. 97200  
Mérida, Yuc., Méx. [rjmisfer@cicy.mx](mailto:rjmisfer@cicy.mx), [rolando@cicy.mx](mailto:rolando@cicy.mx)

<sup>2</sup>Centro de Investigación y Estudios Avanzados, IPN  
Unidad Mérida Km. 6 Antigua carretera a Progreso  
Apdo. Postal 73, Cordemex, 97310, Mérida, Yuc., Méx.  
[azamar@mda.cinvestav.mx](mailto:azamar@mda.cinvestav.mx)

### **1. Resumen.**

Este trabajo se enfoca en la obtención de un material compuesto a partir de llantas de desecho y PET, así como de su caracterización mecánica. La llanta fue sometida a un choque térmico y los residuos sólidos (polvo de llanta) obtenidos fueron caracterizados por DRX, FTIR, SEM y la determinación del tamaño de partícula, obteniendo como resultados la presencia de compuestos principalmente de ZnO, la determinación de compuestos similares al isopreno, la morfología irregular y el tamaño de partícula de 213  $\mu\text{m}$ , respectivamente. Los resultados de las pruebas a tensión, compresión e impacto del material compuesto, muestran el efecto provocado por el aumento en la concentración del polvo de llanta en la matriz polimérica sobre los parámetros mecánicos. Entre otros resultados, se obtuvieron valores de resistencia a compresión entre 600 y 900  $\text{kg/cm}^2$ , los cuales son comparables con la resistencia de los materiales de concreto de alta resistencia.

### **2. Introducción.**

El reciclado de plásticos y desechos de llantas ha presentado un crecimiento importante, mientras que el confinamiento a rellenos sanitarios y la combustión no controlada han demostrado cada vez menos aceptación. El incendio ocurrido el 23 de enero de 2003 en el poniente de la ciudad de Mérida, Yucatán <sup>[1]</sup>, refleja el problema que representa el desecho de las llantas por las calles y terrenos abandonados. Además, esto crea un hábitat de insectos y animales pequeños. Otro de los materiales que han aumentado en los últimos años, son los envases de polietileno tereftalato (PET). Se calcula que en Yucatán se genera cerca de un millón de envases de PET <sup>[2]</sup>. Este material de desecho se puede reciclar controladamente en un 75%, dándole otros usos. Sin embargo, su confinamiento se está volviendo igualmente problemático que el de las llantas. Por lo tanto, es importante encontrar procesos viables para el reciclado de ambos materiales de desecho y la consecuente elaboración de productos a partir de su mezclado que compitan en calidad y precio con los que se encuentran en el mercado, tales como recubrimientos para pisos, ladrillos o impermeabilizantes, para finalmente otorgar una alternativa de solución a la contaminación que producen las llantas y el PET reciclado (PET-R). Una de las alternativas de reciclaje de estos materiales es mediante el horneado en condiciones controladas de temperatura, presión y atmósfera (pirólisis). Con este método se pueden obtener polímeros más cortos, hidrocarburos, carbón, que pueden ser utilizados para la obtención de otros materiales. Este trabajo se enfoca a la obtención de un material compuesto a partir de llantas de desecho y PET-R, y su caracterización mecánica.

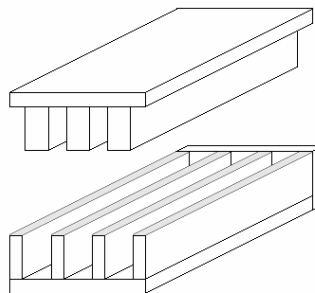
### **3. Procedimiento experimental.**

La llanta fue cortada en piezas de 0.25  $\text{cm}^2$  para posteriormente depositar 10 g de estos cortes en un crisol de porcelana y hornearlos a 400°C durante 5 min en una atmósfera de nitrógeno. Al término de este tiempo se efectuó el choque térmico, al sumergir las muestras inmediatamente en nitrógeno líquido durante 15 min. Finalmente los residuos fueron pulverizados manualmente en un mortero de ágata.

El proceso de obtención del material compuesto PET/Polvo de llanta, se llevó a cabo utilizando una cámara de mezclado Brabender Plastograph de 60 cm<sup>3</sup> de capacidad y con tres zonas de calentamiento a 260°C durante 6 min a 50 rpm. La alimentación se realizó a 10 rpm colocando un total de 56 g de material (PET-R/PET-V (50/50%)/Polvo, PET-V/Polvo y PET-R/Polvo). Las condiciones de mezclado del PET/polvo fueron de 90/10, 80/20 y 70/30% en peso.

### 3.1. Elaboración de Laminados y Probetas.

Las láminas se obtuvieron del prensado de 24 g del material amorfo que sale de la cámara de mezclado utilizando una prensa Carver Automática a 260°C y con una fuerza de 5000 lb<sub>f</sub> durante 5 min, seguido de un enfriamiento. Finalmente se separó la placa y se cortó en piezas para probetas tipo IV de acuerdo a la norma ASTM D 638-02a. Para la obtención de las muestras para impacto y compresión se utilizó el molde de la figura 1, colocando a cada sección del molde 17 g del material que sale de la cámara de mezclado. El proceso de prensado se realizó a 260°C y a 5000 lb<sub>f</sub> durante 15 min, seguido de un enfriamiento. Al término de este tiempo se separó la placa y las muestras en forma rectangulares se cortaron reduciendo las dimensiones reportadas en la norma ASTM D 695-02a a 2/5 partes, para la prueba de compresión. Mientras que para la prueba de impacto, las muestras fueron cortadas de acuerdo a la norma ASTM 256-A.



*Figura 1-. Esquema del molde para obtener muestras a compresión e impacto.*

### 3.2. Análisis del Polvo de llanta.

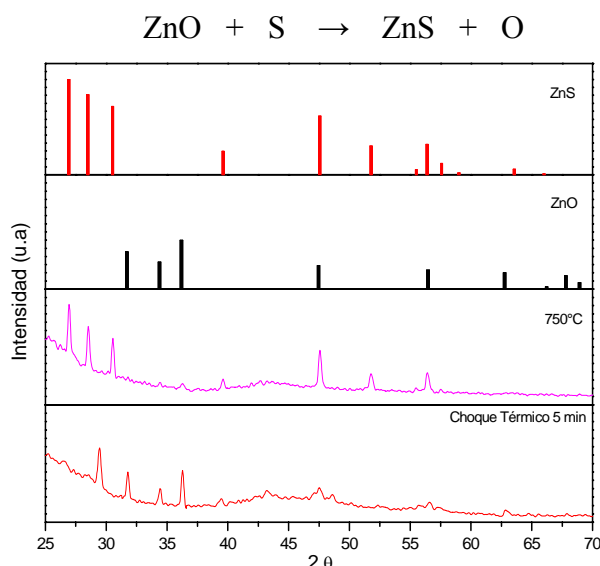
**Difracción de Rayos X:** se realizó en un Difractómetro Siemens-5000 a 40 V y 30 A, empleando rejillas de Cu e irradiación de Cu K- $\alpha$  con  $\lambda$  de 1.541 Å en un intervalo angular  $2\theta$  de 25-70°. **Espectroscopía Infrarroja:** se realizó en un espectrómetro Thermo Nicolet Nexus 670-FTIR bajo las condiciones analíticas de 64 barridos, resolución de 4 cm<sup>-1</sup> y utilizando un detector DTGS de KBr en el intervalo de números de onda de 400-4000 cm<sup>-1</sup>. **Microscopía Electrónica de Barrido (SEM):** se utilizó un microscopio modelo JEOL JSM 6360 LV a 15 kV en bajo vacío depositadas sobre un soporte metálico cubierto con una cinta de carbón. **Determinación del tamaño de Partícula:** se realizó en un equipo Coulter LS100 con capacidad para medir tamaños de partícula entre 0.1 y 900  $\mu$ m.

### 3.3. Ensayos Mecánicos del material compuesto.

**Ensayo mecánico de tensión y compresión:** se realizó en la máquina universal de pruebas mecánicas Shimadzu AG-I 100 kN, usando una celda de carga de 5 kN y 100 kN, y a una velocidad del cabezal de 0.5 mm/min en las probetas tipo IV y prismas rectangulares, respectivamente para cada ensayo, de PET-V/Polvo, PET-R/Polvo, y PET-R/PET-V(50/50%)/Polvo. **Ensayo de Impacto:** se realizó en el equipo de Péndulo de Impacto marca CEAST, con martillo de 0.5 kJ en las muestras obtenidas.

## 4. Resultados y discusión

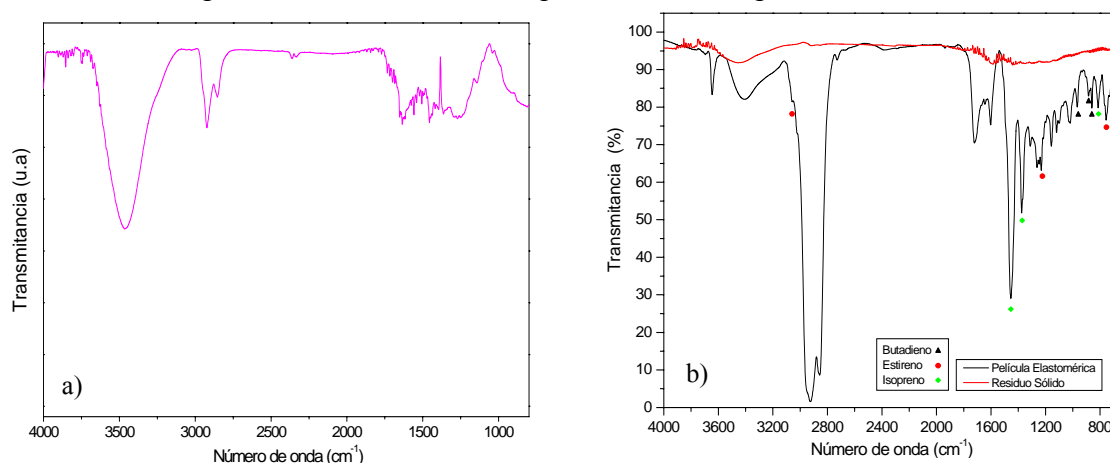
Los resultados por Difracción de Rayos X del polvo de llanta obtenido por choque térmico (figura 2) muestran principalmente la presencia del óxido de zinc (ZnO). Por otro lado, estudios previos del polvo obtenido por el método de pirólisis a 750°C muestran la formación de sulfuro de zinc (ZnS) a partir del ZnO de acuerdo a la siguiente reacción [3-5]:



**Figura 2.-** Difractograma del polvo de llanta.

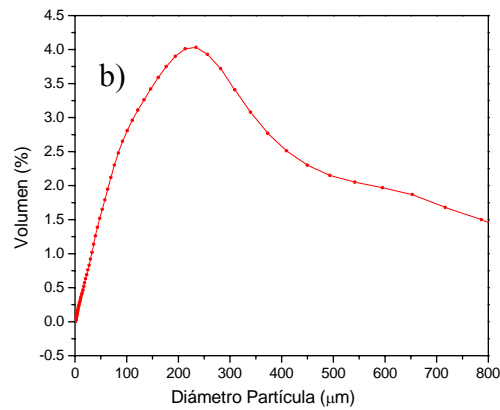
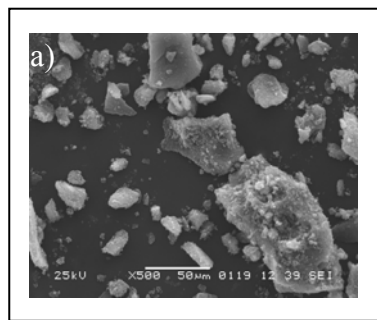
Aparentemente, la baja temperatura (400°C) y la breve permanencia de la muestra en la mufla no fueron suficientes para completar la reacción ilustrada anteriormente, es decir, la degradación de la red polimérica fue parcialmente.

El espectro por FTIR del polvo de llanta (figura 3a) muestra señales entre 3000 y 2800  $\text{cm}^{-1}$  correspondientes a las vibraciones de metilos y metilenos. La banda intensa que aparece alrededor de 3500  $\text{cm}^{-1}$  corresponde a los hidroxilos (OH) de la humedad presente en las muestras. Cabe señalar que el polvo fue lavado con tetrahidrofurano (THF) con el objeto de realizar una extracción de los elastómeros remanentes (poliisopreno, polibutadieneo, etc.) [6]. Al evaporarse la solución de THF, se obtuvo una película de color amarilla y de consistencia hulosa. La figura 3b presenta el espectro del residuo sólido después de la extracción sin las señales de los grupos metilos y metilenos, mientras que el espectro de la película analizada se asemeja al isopreno [7]. Además, se pueden observar las señales del butadieno y estireno, aunque este último presenta muy bajas señales. Esto nos sugiere que la pirólisis de la llanta seguido de un choque térmico, evita la degradación total de la cadena polimérica debido a que únicamente se rompen los enlaces de azufre que forman en el proceso de vulcanización [7].



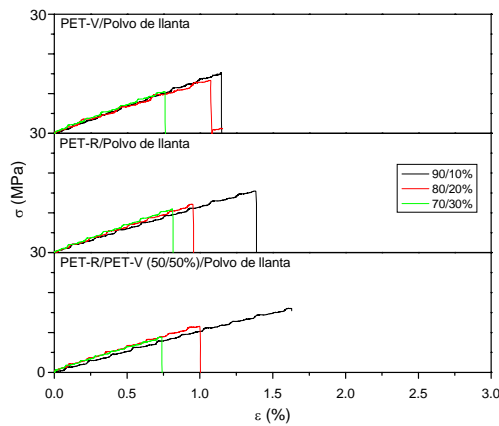
**Figura 3.-** Espectro FTIR: a) Polvo de llanta y b) Polvo de llanta después del lavado con THF.

El análisis por microscopia del polvo de llanta (figura 4a) muestra partículas con diferentes geometrías y de diferente tamaño. Sin embargo, en la figura 4b se puede observar que la mayoría de las partículas se encuentran en el orden de 213  $\mu\text{m}$ .



**Figura 4.-** Polvo de llanta: a) Morfología y b) Tamaño de partícula.

La figura 5 presenta las curvas de esfuerzo contra deformación del ensayo a tensión del material compuesto. Se puede observar en todos los caso, que al incrementar el porcentaje de polvo, el esfuerzo y la deformación disminuyen pero incrementa el modulo elástico (ver tabla 1), indicando que el material es más rígido a concentraciones de polvo de llanta del 30%.

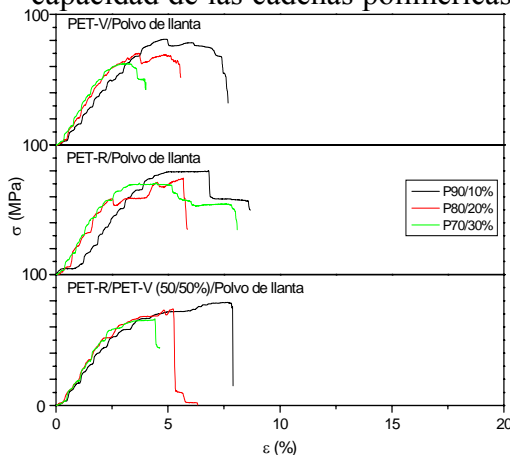


**Tabla 1.-** Valores de los parámetros mecánicos del ensayo a Tensión.  $n = 10$  muestras ( $\pm D. S$ ).

Muestra	Parámetro %	E (MPa)	$\sigma_{max.}$ (MPa)	$\epsilon_{max.}$ (%)
PET-V/Polvo	90/10	1222.04 ( $\pm 92.58$ )	14.76 ( $\pm 2.00$ )	1.22 ( $\pm 0.17$ )
	80/20	1244.19 ( $\pm 22.30$ )	12.53 ( $\pm 0.77$ )	0.99 ( $\pm 0.06$ )
	70/30	1354.63 ( $\pm 63.14$ )	10.56 ( $\pm 1.37$ )	0.76 ( $\pm 0.09$ )
PET-R/Polvo	90/10	1205.22 ( $\pm 33.92$ )	14.99 ( $\pm 1.47$ )	1.27 ( $\pm 0.13$ )
	80/20	1257.09 ( $\pm 32.41$ )	11.63 ( $\pm 1.08$ )	0.91 ( $\pm 0.01$ )
	70/30	1345.84 ( $\pm 53.30$ )	10.30 ( $\pm 1.84$ )	0.75 ( $\pm 0.15$ )
PET-R/PET-V (50/50%)/Polvo	90/10	1021.82 ( $\pm 30.18$ )	17.12 ( $\pm 1.52$ )	1.68 ( $\pm 0.15$ )
	80/20	1105.24 ( $\pm 33.49$ )	11.68 ( $\pm 1.00$ )	1.03 ( $\pm 0.12$ )
	70/30	1126.16 ( $\pm 41.76$ )	8.84 ( $\pm 0.42$ )	0.74 ( $\pm 0.07$ )

**Figura 5.-** Curvas de esfuerzo contra deformación del material compuesto.

El material compuesto presentó un incremento en los ensayos mecánicos a compresión tanto en el esfuerzo máximo como en la deformación máxima (figura 6). Sin embargo, nuevamente se observa una disminución de las propiedades al incrementar el porcentaje de polvo de llanta mostrando un material rígido y frágil (ver tablas 2); esto sucede ya que al incrementar el contenido de polvo, el material compuesto adquiere las características mecánicas de un material rígido dominado por las partículas de carbono, disminuyendo la capacidad de las cadenas poliméricas del PET para reptar y por lo tanto, decrece la capacidad plástica.



**Tabla 2.-** Valores de los parámetros mecánicos del ensayo a Compresión.  $n = 10$  muestras ( $\pm D. S$ ).

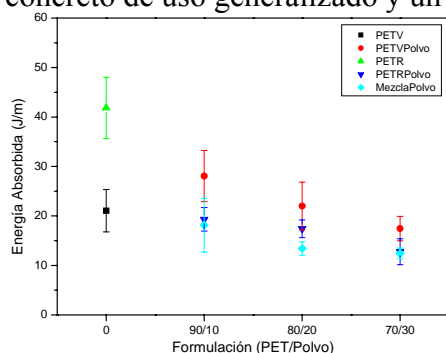
Muestra	Parámetro %	E (MPa)	$\sigma_{max.}$ (MPa)	$\epsilon_{max.}$ (%)
PET-V/Polvo	100/0	2482.86 ( $\pm 120.98$ )	1094 ( $\pm 434.69$ )	90.01 ( $\pm 4.22$ )
	90/10	2436.78 ( $\pm 155.05$ )	82.97 ( $\pm 6.12$ )	4.50 ( $\pm 0.9$ )
	80/20	2627.31 ( $\pm 138.73$ )	72.51 ( $\pm 5.17$ )	3.73 ( $\pm 0.35$ )
	70/30	2888.24 ( $\pm 139.87$ )	63.59 ( $\pm 4.87$ )	3.31 ( $\pm 0.34$ )
PET-R/Polvo	100/0	2400.69 ( $\pm 93.26$ )	91.66 ( $\pm 2.58$ )	16.92 ( $\pm 0.93$ )
	90/10	2432.99 ( $\pm 87.25$ )	82.08 ( $\pm 5.13$ )	6.13 ( $\pm 0.36$ )
	80/20	2614.92 ( $\pm 141.63$ )	76.32 ( $\pm 5.68$ )	5.67 ( $\pm 0.40$ )
	70/30	2777.51 ( $\pm 108.80$ )	67.05 ( $\pm 8.61$ )	4.26 ( $\pm 0.64$ )
PET-R/PET-V (50/50%)/Polvo	90/10	2408.74 ( $\pm 143.57$ )	79.35 ( $\pm 3.79$ )	7.07 ( $\pm 0.64$ )
	80/20	2647.51 ( $\pm 55.97$ )	74.28 ( $\pm 4.37$ )	5.17 ( $\pm 0.21$ )
	70/30	2765.08 ( $\pm 88.77$ )	65.48 ( $\pm 4.10$ )	4.37 ( $\pm 0.42$ )

**Figura 6.-** Curvas de esfuerzo contra deformación del material compuesto.

La tabla 3 muestra que la resistencia a tensión es mucho menor que los valores obtenidos a compresión. Esto se debe a que en la prueba a tensión, el esfuerzo aplicado supondrá la separación mediática de los enlaces atómicos que conforman el material hasta la separación total de éstos provocando la fractura mientras que a compresión la presión ejercida aglomera las partículas del material hasta provocar el deslizamiento de las mismas. Por otro lado, los resultados a compresión exhiben resistencias similares a los obtenidos por el concreto de uso generalizado y un concreto de alta resistencia [8, 9].

**Tabla 3.- Resistencia a Tensión y Compresión del Material Compuesto**

Muestra	%	Tensión		Compresión	
		MPa	Kg/cm <sup>2</sup>	MPa	Kg/cm <sup>2</sup>
PET-V/Polvo	100/0	64.94	662	1094.05	1.12E+04
	90/10	14.76	151	82.97	846
	80/20	12.53	128	72.51	739
	70/30	10.56	108	63.59	648
PET-R/Polvo	100/0	27.14	277	91.66	935
	90/10	14.99	153	82.08	837
	80/20	11.63	119	76.32	778
	70/30	10.3	105	67.05	684
PET-R/PET-V (50/50%)/Polvo	90/10	17.12	175	79.35	809
	80/20	11.68	119	74.28	757
	70/30	8.84	90.1	65.48	668



**Figura 7.** Comparación de energía absorbida de material compuesto.

Los análisis de impacto realizados al material compuesto (figura 7), presentan para todas las formulaciones, una disminución en la energía absorbida conforme se incrementa el porcentaje de polvo de llanta, indicando en el material un comportamiento más rígido y menos plástico conforme se aumenta el porcentaje de carga, este comportamiento también fue observable en los ensayos mecánicos a tensión y compresión.

## 5. Conclusiones.

La caracterización físico-química de los residuos sólidos del choque térmico demuestra la eficiencia de este método para la reducción de llantas de desechos. Además, se obtiene la componente polimérica (i.e. isopreno), la cual se puede extraer con THF. Los resultados obtenidos por DRX revelaron principalmente la presencia de ZnO. El material compuesto obtenido a partir del PET como matriz polimérica y el polvo de llanta, presentó una uniformidad en la dispersión y difusión de las partículas en el polímero hasta formulaciones 70/30. El comportamiento mecánico del material compuesto fue directamente afectado por la fracción volumétrica del polvo de llanta y PET en las muestras analizadas. Los ensayos a tensión e impacto mostraron el efecto del aumento en la concentración del polvo al incrementar el valor del  $E$  pero con una disminución en la  $\epsilon$ , así como también de la plasticidad observada con la menor absorción de energía. Los resultados a compresión del material, exhibieron parámetros mecánicos superiores a los observados a tensión, y fueron comparativamente muy similares a los que presentan los materiales de concreto.

## 6. Referencias.

1. Diario de Yucatán, Jueves 23 de Enero de 2003, Sección Local.
2. Diario de Yucatán, 19 de Junio de 2003, Sección Local.
3. Standinger H. and Fritsch J. (1922). *Helv. Chim. Acta*, Vol. 5, p. 785-806.
4. Darmstadt H., Roy C. and Kaliaguine S. (1994). *Kaliaguine, Kautschuk, Gummi und Kunststoffe*, Vol. 47, pp. 891-895.
5. Darmstadt H., Roy C., Kaliaguine S., Xu G., Auger M., Tuel A. and Ramaswamy P. (2000). *Carbon*, Vol. 38, pp. 1279-1287.
6. A. Pawlak, W.G. Perkins, F.L. Massey, A. Hiltner and E. Baer (1999). *J. App. Poly. Scien.*, Vol. 73, pp. 203-219.
7. Tripathy A. R., Morin J. E., Williams D. E., Eyles S. J. and Farris R. J. (2002). *Macromolecules*, Vol. 35, pp. 4616-4627.
8. A. Durán Herrera, T. K. Das Roy y R. Rivera Villarreal (2005). *Ciencia UANL*, Vol. 8, pp. 51-58.
9. Jenkins J. (2003). *CIPES 35/NRMCA*.