



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

**Estudio de las propiedades fisicoquímicas,
térmicas, mecánicas y morfológicas de la mezcla
polipropileno/*Eichhornia crassipes* (Lirio acuático)**

Para obtener el título de:

Maestra en Ciencias en Ingeniería Química

Presenta:

I.Q. Valeria Alfaro Vessi

Directora de tesis:

Dra. Alma Gabriela Palestino





San Luis Potosí, S.L.P. Febrero de 2023

El programa de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí pertenece al Programa Nacional de Posgrados de Calidad (PNPC) del CONACYT, registro 000896, en el Nivel Consolidado.

Número de registro de la beca otorgada por CONACYT: No. CVU.1101300



Estudio de las propiedades fisicoquímicas, térmicas, mecánicas y morfológicas de la mezcla polipropileno/*Eichhornia crassipes* (Lirio acuático) de Alfaro Vessi Valeria tiene licencia Creative Commons Reconocimiento-NoComercial-SinObraDerivada 4.0 Internacional.

<input type="checkbox"/>	Título	Informe	Autor	Procesados	Acciones
<input type="checkbox"/>	Estudio de las propiedades fisicoquímicas, térmicas, mecánicas y morfológicas de la mezcla polipropileno/ <i>Eichhornia crassipes</i> (Lirio acuático)	15%	Valeria Alfaro Vessi	26 ene 2023 11:07:11	 



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

**Estudio de las propiedades fisicoquímicas,
térmicas, mecánicas y morfológicas de la mezcla
polipropileno/*Eichhornia crassipes* (Lirio acuático)**

Para obtener el título de:

Maestra en Ciencias en Ingeniería Química

Presenta:

I.Q. Valeria Alfaro Vessi

Directora de tesis:

Dra. Alma Gabriela Palestino

Sinodales:

Dr. José Elías Pérez López

Dr. Miguel Alejandro Olvera Sosa

M.C. Ricardo Vázquez Leyva



Febrero, 2023

Comité Académico del posgrado en Ciencias en Ingeniería Química

Facultad de Ciencias Químicas

Presente:

Por medio de la presente comunicamos que la tesis llevada a cabo por la alumna de maestría I. Q. Valeria Alfaro Vessi, titulada “Estudio de las propiedades fisicoquímicas, térmicas, mecánicas y morfológicas de la mezcla polipropileno/*Eichhornia crassipes* (Lirio acuático)”, ha sido concluida y aprobada por el comité tutorial para iniciar los trámites correspondientes para su titulación, la cual tendrá lugar el próximo día 03 de febrero del 2023 a las 13:00 horas en la sala de juntas del posgrado de la facultad.

Dra. Alma Gabriela Palestino Escobedo

Directora

Firma

Dr. José Elías Pérez López

Asesor

Firma

Dr. Miguel Alejandro Olvera Sosa

Asesor

Firma

M.C. Ricardo Vázquez Leyva

Asesor

Firma

DEDICATORIA

Dedicado a mi madre, padre, hermana y mi futuro esposo que, en los momentos más complicados de mi vida, han sido mi motor para salir adelante y se transformaron en mi pilar de soporte para llegar a alcanzar todas mis metas.

Nunca voy a tener como pagarles todo lo que han hecho por mí y no tengo palabras suficientes para expresarles cuanto los amo.

Agradecimientos personales

Me gustaría agradecer primeramente a mis padres Mario Alfaro y Leticia Vessi, a ellos que siempre han luchado por que mi hermana y yo salgamos adelante, quiero que vean a donde he llegado y se sientan orgullosos de la profesionista en la que me he convertido, porque el título es mío, pero sin ellos esto nunca lo hubiera logrado. Mil veces gracias por siempre confiar en mí, que, a pesar de mis errores, siguen a mi lado hasta donde yo quiera llegar.

A mi hermana Marisol, mi mejor amiga, mi confidente y la niña de mis ojos, gracias inmensas por confiar siempre en mí, aun cuando a veces yo dude de mí misma, gracias por animarme cuando me veías decaída y por siempre ver el oro al final del arcoíris, de verdad no tienes idea de lo que te adoro y vas a ver como tu mana va a llegar lejos, pero siempre mantente a mi lado, estoy segura de que las dos podemos volar muy alto y nosotras no conocemos los límites.

Rodolfo, mi amor, tú y yo sabemos lo que me ha costado esto, y siempre has estado a mi lado en todo momento por muy difícil que fuera, gracias infinitas por entenderme en los momentos más complicados y por festejar mis logros como si fueran tuyos. Me llena saber y escuchar que te enorgulleces de mí y nunca me cansare de demostrarte cuanto te amo. Eres el compañero de vida que siempre soñé y este logro es tan tuyo como mío.

A mi mejor amiga Sofia, que, aunque siempre me está regañando, nunca deja de apoyarme y confiar en mí.

Gracias a mis compañeros que se convirtieron en mis amigos y ahora son la familia que yo elegí. Gracias Ashanti, Moisés, Fide, Lau y Uriel, de verdad que ustedes le dieron alegría a todo el proyecto. Gracias Nancy conocerte es un placer y no sabes cómo me inspiras. Gracias Juan por ayudarme desde el primer día que comenzamos la maestría, te convertiste en un hermano para mí. Y me gustaría agradecer a mis amigos Yadira, Francisco y Beatriz por todos los buenos momentos durante esta etapa. Y por último a mis compañeros de laboratorio, Cesar, Anahy, Azael, Ileana, Elizabeth y Anita, son un equipo de trabajo maravilloso.

Agradecimientos institucionales

A CONACYT por el financiamiento otorgado para la beca de maestría en Ciencias en Ingeniería Química a través del proyecto de Ciencia Básica 2017-2018 **“SÍNTESIS CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE PROPIEDADES DE COMPOSITOS FUNCIONALES DE NUEVA GENERACIÓN”**, con número **A1-S-31287**. Agradezco de igual manera a CONACYT por la beca otorgada con número de registro **No. CVU: 1101300**.

A la doctora Alma Gabriela Palestino Escobedo por darme la oportunidad de integrarme a su equipo de trabajo, por su orientación, dedicación y paciencia durante el desarrollo de mi proyecto de investigación, por su confianza y el apoyo que me brindo ante los problemáticas presentadas durante este.

Al doctor Cesar Manuel Del Ángel Olarte por todo su soporte durante el proyecto, por brindarme asesoría en la utilización de los diferentes equipos implicado durante este y por su guía y compartirme todo su conocimiento para la interpretación de resultados de caracterización obtenidos.

A la ingeniera Ana Lourdes Rodríguez Villanueva por su todo el tiempo, paciencia, interés, apoyo y orientación que me brindo desde el comienzo del proyecto, donde se convirtió en una pieza clave para la solución de diversos problemas técnicos presentados durante la experimentación.

Al laboratorio de Biopolímeros y Nanoestructuras de la Facultad de Ciencias Químicas por aceptarme dentro del equipo de trabajo y permitirme realizar todos mis experimentos de investigación para mi tesis.

Finalmente, agradecer a la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, a la Facultad de Ciencias Químicas, por ser la sede de los conocimientos adquiridos durante estos dos años, donde se me permitió llevar a cabo mis estudios de posgrado.

RESUMEN

La problemática mundial actual por acumulación de plásticos no biodegradables hoy en día es un tema de gran interés y relevancia en distintos niveles por sus afectaciones ambientales negativas que estos plásticos conllevan. Dicha problemática encamina a la búsqueda de alternativas factibles para contrarrestar o disminuir el impacto negativo por contaminación de plásticos que se está generando en los ecosistemas terrestres y marítimos. El polipropileno (PP) es el plástico no biodegradable y de materias primas petroquímicas más utilizado a nivel mundial, por lo que se trabajó en la obtención de mezclas poliméricas a base de polipropileno, lirio acuático y agente compatibilizante (polipropileno injertado con anhídrido maleico) a través de un diseño de experimentos de mezclas variando los porcentajes en peso de los componentes. Se trató el lirio acuático desde su recolección en campo hasta su condición final para ser utilizado como material de relleno de la matriz polimérica y así atacar a la par una problemática actual local relevante. Los componentes se mezclaron primeramente por un proceso de extrusión para favorecer la intercalación del material de relleno dentro de la matriz polimérica. Se evaluó la influencia de las diferentes concentraciones del material de relleno en la matriz polimérica. Se estudiaron las propiedades térmicas (temperaturas de fusión y de degradación), fisicoquímicas, morfológicas y mecánicas de los distintos biocompositos. Se obtuvo un incremento de aproximadamente 5°C en la temperatura de degradación, por lo que la adición del lirio acuático le proporcionó estabilidad térmica. A mayor porcentaje en peso de material de relleno se presentó una disminución en el porcentaje de cristalinidad de los biocompositos y la internalización del lirio en la matriz polimérica se refleja en la ligera disminución en la temperatura máxima de fusión de las diferentes mezclas poliméricas por la generación de desacomodo la estructura de la matriz. La adición del polvo de lirio genera un aumento en la rigidez del material en comparación a su estado puro y no hay una formación de nuevos compuestos o enlaces químicos, por lo que se obtuvo una mezcla física.

Palabras clave: polipropileno; lirio acuático; biocompositos.

Abstract

The current global problem due to the accumulation of non-biodegradable plastics today is a topic of great interest and relevance at different levels due to the adverse environmental effects that these plastics entail. This problem leads to the search for feasible alternatives to counteract or reduce the negative impact of plastic pollution that is being generated in terrestrial and maritime ecosystems. Polypropylene (PP) is the most widely used non-biodegradable plastic and petrochemical raw material worldwide. Therefore, in this work, polymeric mixtures based on polypropylene, water lily, and a compatibilizing agent (polypropylene grafted with maleic anhydride) were obtained through a mixing design experiment varying the percentages by weight of the components. The water lily was treated from its collection in the field to the final condition to be used as a filler material for the polymeric matrix and thus simultaneously attack a relevant local current problem. An extrusion process first mixed the components to favor the intercalation of the filler material within the polymeric matrix. The influence of the different concentrations of the filling material in the matrix on the thermal characteristics, such as melting and degradation temperatures, was evaluated, in addition to the physicochemical properties, to determine whether the formation of new chemical compounds was obtained. An increase of approximately 5°C was obtained in the degradation temperature, so the addition of water lily provided thermal stability. A higher percentage by weight of filler material presented a decrease in the percentage of crystallinity of the biocomposites and the internalization of the lily in the polymer matrix is reflected in the slight decrease in the maximum melting temperature of the different polymer mixtures by the generation of misalignment the structure of the matrix. The addition of the lily powder generates an increase in the rigidity of the material compared to its pure state and there is no formation of new compounds or chemical bonds, therefore a physical mixture was obtained.

Keywords: polypropylene; water lily; biocomposites.

ÍNDICE GENERAL

	Pág
CAPÍTULO 1. Introducción	1
CAPÍTULO 2. Antecedentes	4
CAPÍTULO 3. Justificación, hipótesis y objetivos	8
3.1 Justificación	8
3.2 Hipótesis	8
3.3 Objetivo general	9
3.4 Objetivos específicos	9
CAPÍTULO 4. Materiales y sección experimental	10
4.1 Materiales	10
4.1.1 Polipropileno	10
4.1.2 Lirio acuático	11
4.1.3 Polipropileno injertado con anhídrido maleico (MAPP)	11
4.2 Metodología	13
4.2.1 Tratamiento del lirio acuático	13
4.2.2 Experimentación preliminar	16
4.2.3 Diseño de Experimentos	17
4.2.4 Formación de biocompositos	19
4.3 Técnicas de caracterización	25
4.3.1 Comportamiento térmico	25
4.3.2 Caracterización química	26
4.3.3 Caracterización morfológica	27
4.3.4 Caracterización mecánica	28
CAPÍTULO 5. Resultados y discusiones	29
5.1 Obtención de filamentos	29
5.2 Obtención de probetas en el moldeo por inyección	30
5.3 Obtención de probetas tipo IV	32
5.4 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	36
5.4.1 Análisis estadístico para la temperatura de fusión	39
5.4.2 Análisis estadístico para la cristalinidad	43
5.5 Análisis termogravimétrico (TGA)	47
5.5.1 Análisis estadístico para la temperatura máxima de degradación ..	52

5.6 Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR)	53
5.7 Microscopia óptica	54
5.8 Microscopia electrónica de barrido (SEM)	57
5.8.1 Análisis elemental de composición del lirio acuático	63
5.9 Difracción de Rayos X (XRD)	65
5.10 Pruebas de tensión	67
5.10.1 Análisis estadístico para Modulo de Young	69
CAPÍTULO 6. Conclusiones	73
Perspectivas	76
Anexo 1	82
Anexo 2	83

ÍNDICE DE TABLAS

Pág

Tabla 1 Composición de lirio acuático de Presa San José ubicada en San Luis Potosí	11
Tabla 2 Resultados de pruebas preliminares en equipo de extrusión.....	16
Tabla 3 Límites de los componentes para el diseño de experimentos.....	17
Tabla 4 Diseño de experimentos completo con sus porcentajes en peso de cada uno de los componentes.	18
Tabla 5 Cálculo del porcentaje de cristalinidad de las 20 muestras del biocomposito.	37
Tabla 6 Análisis ANOVA de la T_m de los biocompositos.....	40
Tabla 7 Parámetros estadísticos de ajuste de T_m	41
Tabla 8 Análisis ANOVA del % de cristalinidad de las mezclas poliméricas.....	43
Tabla 9 Análisis ANOVA depurado del % de cristalinidad de los biocompositos..	44
Tabla 10 Parámetros estadísticos de ajuste del % de cristalinidad	45
Tabla 11 Temperatura máxima de degradación de las 20 muestras de biocompositos	48
Tabla 12 Análisis elemental del lirio acuático muestra 1.....	63
Tabla 13 Análisis elemental del lirio acuático muestra 2.....	64
Tabla 14 Análisis elemental del lirio acuático muestra 3.....	64
Tabla 15 Datos obtenidos de Módulo de Young en la prueba de tensión.....	68
Tabla 16 Análisis ANOVA del Módulo de Young	69
Tabla 17 Análisis ANOVA depurado del Módulo de Young	70
Tabla 18 Parámetros estadísticos de ajuste del Módulo de Young	71
Tabla 19 Análisis ANOVA de la T_D de los biocompositos	83
Tabla 20 Parámetros estadísticos de ajuste de T_D	84

ÍNDICE DE FIGURAS

Pág

Figura 1 Molécula de propileno	10
Figura 2 Molécula de polipropileno injertado con anhídrido maleico (MAPP).....	12
Figura 3 Ilustración esquemática del proceso de extrusión.....	20
Figura 4 Ilustración esquemática del proceso de moldeo por inyección.....	21
Figura 5 Diagrama de flujo de proceso de conformado manual de probetas del tipo IV.....	24
Figura 6 Hilado con 10% en peso de lirio acuático.....	29
Figura 7 Hilado con 5% en peso de lirio acuático.....	29
Figura 8 Hilado con 20% en peso de lirio acuático.....	29
Figura 9 Hilado con 15% en peso de lirio acuático.....	29
Figura 10 Hilado con 25% en peso de lirio acuático.....	30
Figura 11 Probetas obtenidas por moldeo por inyección de los biocompositos ...	30
Figura 12 Probetas obtenidas por moldeo por inyección de los biocompositos ...	31
Figura 13 Molde de aluminio para probetas Tipo IV	32
Figura 14 Dimensiones de las probetas del tipo IV según la norma ASTM D638-14	32
Figura 15 Probeta antes de ser desmoldada.....	33
Figura 16 Probeta recién desmoldada sin retiro de rebaba.....	33
Figura 17 Probeta en condiciones deseables con 5% en peso de lirio acuático ..	34
Figura 18 Probeta en condiciones deseables con 15% en peso de lirio acuático	34
Figura 19 Probeta en condiciones deseables con 25% en peso de lirio acuático	34
Figura 20 Probeta del PP puro en condiciones deseables	35
Figura 21 DSC de componentes puros y distintos biocompositos.....	38
Figura 22 Gráfico diagnóstico de T_m	41
Figura 23 Gráfica de contorno de T_m	42
Figura 24 Gráfico diagnóstico del % de cristalinidad	45
Figura 25 Gráfica de contorno del % de cristalinidad	46
Figura 26 Análisis DTG-Derivadas de % en peso sobre temperatura en compuestos puros y biocompositos.....	49

Figura 27 Análisis TGA- Pérdida de peso (%) en compuestos puros y biocompositos	50
Figura 28 Espectro infrarrojo de compuestos puros y biocompositos	53
Figura 29 Microscopia del PP puro.....	55
Figura 30 Microscopia de la morfología del polvo del lirio acuático puro.....	55
Figura 31 Microscopia de la morfología del polvo del lirio acuático puro.....	55
Figura 33 Microscopia de biocomposito (PP 82% - LA 15% - MAPP 3%).....	55
Figura 32 Microscopia de biocomposito (PP 95% - LA 5% - MAPP 0%).....	55
Figura 34 Microscopia de biocomposito (PP 74% - LA 25% - MAPP 1%).....	56
Figura 35 Micrografías SEM (1000x) de la superficie de los biocompositos obtenidos por moldeo manual de las muestras a) PP puro, b) 5% LA, c) 10% LA, d) 15% LA, e) 20% LA, f) 25% LA.....	58
Figura 36 Micrografías SEM (100x) de corte transversal de los biocompositos obtenidos por moldeo manual de las muestras a) 5% LA, b) 10% LA, c) 15% LA, d) 20% LA, e) 25% LA.....	59
Figura 37 Micrografías SEM (500x) de corte transversal de los biocompositos obtenidos por moldeo manual de las muestras a) y b) 15% LA, c) y d) 20% LA...	60
Figura 38 Micrografías SEM (1000x) de corte transversal de los biocompositos obtenidos por moldeo manual de las muestras a) PP puro, b) 5% LA, c) 10% LA, d) 15% LA, e) 20% LA, f) 25% LA	61
Figura 39 Micrografías SEM (3000x) de corte transversal de los biocompositos obtenidos por moldeo manual de las muestras a) 10% LA, b) 20% LA, c) 25% LA	62
Figura 40 XRD del PP puro y distintos biocompositos	66
Figura 41 Probeta del PP puro colocada en equipo INSTRON para prueba de tensión.....	67
Figura 42 Probeta del PP puro colocada en equipo INSTRON después de prueba de tensión.....	67
Figura 43 Gráfico diagnóstico del Módulo de Young	71

Figura 44 Gráfica de dos componentes para la observación del comportamiento lineal del PP y Lirio acuático con a) concentración de MAPP de 0%, b) concentración de MAPP de 1.5%, c) concentración de MAPP de 3%.....	72
Figura 45 Gráfico diagnóstico de T_D	84
Figura 46 Gráfica de contorno de T_D	85

CAPÍTULO 1. Introducción

Hoy en día la demanda actual en el mercado de polímeros se enfoca en materiales plásticos a base de petróleo, los cuales tienen considerables ventajas económicas y de producción gracias a las grandes economías establecidas de mayor escala y por su establecida elaboración industrial, esto debido a que las tecnologías para su fabricación se encuentran consolidadas firmemente para su manufactura (Luan et al., 2010). La producción de plásticos requiere de materiales de bajo costo y versátiles ya que las propiedades y/o características que estos poseen, hacen que su consumo sea diverso y usados para múltiples áreas, aplicaciones y funciones como en el área automotriz, farmacéutica, hogar, para materiales de construcción entre otras áreas. (Zeller et al., 2013). El polipropileno (PP) es un termoplástico que pertenece al grupo de las poliolefinas y se obtiene en el proceso de polimerización del propeno. Debido a su extraordinaria durabilidad y dureza, los productos de polipropileno se utilizan en muchos sectores e industrias. Este polímero presenta una alta resistencia química a diversos tipos de compuestos y de sustancias, presenta una resistencia óptima a la humedad, es un material inodoro y posee la propiedad de fácil procesamiento entre otras propiedades. (Busico & Cipullo, n.d.; Shubhra et al., 2013)

Dichas características del PP representan una preocupación ambiental y económica ya que su desventaja es que este material presenta una temperatura de degradación superior a los 270°C dependiendo de las condiciones ambientales (Yahya et al., 2019). Se tiene el conocimiento de que hoy en día el 79% de la totalidad de los plásticos terminan en vertederos o dañando diversos ecosistemas terrestres y marítimos. (Rhodes, 2018). Esto desarrolló un interés en particular por los materiales procedentes de recursos renovables como fibras naturales que ayuden a reforzarlos, dando lugar a materiales conocidos como biocompuestos (polímero/fibra natural) ya que han presentado una considerable demanda debido a su menor costo, bajo peso, baja densidad y por su biodegradabilidad. (Das et al., 2016; Sim et al., 2010).

Los plásticos de base biológica de materias primas naturales, que pueden ser estimados como desechos agrícolas o flora que se considera problemática para el ecosistema, presenta una alternativa biodegradable a los plásticos convencionales, lo que significa una reducción significativa a la tensión ambiental y el uso de las reservas de petróleo (Zeller et al., 2013).

Como el uso de materiales poliméricos es requerido hoy en día, se procede a desarrollar y buscar alternativas para degradarlos de manera física, química, biológica o una combinación de estos. Por ejemplo, la tasa de degradación de los polímeros es mayor en los procesos físicos o químicos apoyados por microorganismos. (Thakre et al., 2018). La biodegradabilidad de los polímeros depende de las condiciones de la superficie, su peso molecular y estructura química, la cristalinidad, las temperaturas de fusión y transición vítrea y características físicas.

La tasa de degradación del polímero disminuye con el aumento del peso molecular (Lee et al., 2009). La degradación depende, además, de las enzimas producidas por la variación y las características de los microorganismos, el tipo de polímero y el tipo de tratamiento requerido. La degradación de los polímeros está indicada por la decoloración, la separación de fases, la erosión, el agrietamiento y la separación por capas. Los viejos enlaces se rompen, se sintetizan nuevos grupos funcionales y se produce una transformación debido a reacciones químicas (Rhodes, 2018). Los polímeros biodegradables según las normas de la ASTM D5338 y ASTM D6400, son aquellos que se degradan por la acción de microorganismos como bacterias, hongos y algas (Mohan Bhasney et al., 2020).

Por otro lado, la planta *Eichhornia crassipes* mejor conocida como lirio acuático representa actualmente una problemática local en la presa San José que se encuentra en la capital potosina. (Villamagna & Murphy, 2010) Esta presa es importante socialmente hablando, ya que almacena gran parte del agua entubada que se abastece a diversas colonias. Dicha presa está revestida de lirio acuático la cual genera más afectaciones que beneficios sociales y ambientales.

Para realizar el tratamiento del agua se requiere de cloro para la desinfección y eliminación de diversas bacterias y coliformes, dicho compuesto puede reaccionar con el lirio acuático en descomposición presente en el agua generando compuestos halogenados, que son dañinos para la salud (Patel, 2012).

El lirio acuático se reproduce rápidamente de manera asexual. A través de la raíz, el lirio emite unos estolones generando hojas nuevas, para dar lugar a otra planta.(Koutika & Rainey, 2015) Debido al tipo de reproducción de la planta, se puede llegar a duplicar su población en un periodo de 5 días en épocas de calor o verano y en temporada de invierno puede llegar a tardar un tiempo de 15 días para duplicarse (Rhodes, 2018).Con este comportamiento, se tiene un crecimiento exponencial y descontrolado de dicha especie. Al estar presente la planta en la superficie del agua, se forma una capa que impide que el agua este en contacto con la atmosfera, por lo que disminuye el oxígeno disuelto. Además, impide que penetren los rayos solares, causando un daño a la fauna que se encuentra presente en el ecosistema (Jafari, 2010). El crecimiento descontrolado del lirio indica que existen diversas problemáticas y factores de contaminación que lo favorecen, como la presencia de nitrógeno, fosforo y potasio en exceso, que puede ser causado por descargas irregulares provenientes de la industria, agricultura o doméstica (Rhodes, 2018).

Con base en las dos problemáticas presentadas anteriormente, se busca desarrollar de manera adecuada y viable, un material biocompuestos a base de polipropileno, empleando como material de relleno el lirio acuático, con la finalidad de mejorar la biodegradabilidad del polímero, empleando una planta que se considera desecho acuático y que es nocivo para el ecosistema.