

Reciclaje de Poliestireno Expandido por el Método de Disolución Precipitación

Saltos P.*; Chango I.*; Aldás M.*; Quiroz F.*

* Escuela Politécnica Nacional, Centro de Investigaciones Aplicadas a Polímeros, Facultad de Ingeniería Química y Agroindustria, Quito, Ecuador
paosts_barreiro@hotmail.com; {jose.chango; miguel.aldas; francisco.quiroz}@epn.edu.ec

Resumen: En el presente proyecto se estudió el proceso de reciclaje de poliestireno expandido (EPS) por el método de disolución – precipitación, como alternativa para minimizar el impacto ambiental posconsumo. Se desarrolló el reciclaje de empaques de EPS de electrodomésticos variando las condiciones del método con el fin de recuperar poliestireno. Los residuos de EPS recolectados y fragmentados, se disolvieron en tetrahidrofurano (THF) y se precipitaron con etilenglicol (EG), bajo agitación mecánica continua. El polímero precipitado se separó por filtración y posterior secado, molienda y lavado. El producto así tratado se lo caracterizó estructuralmente por espectroscopía infrarroja, térmicamente por calorimetría diferencial de barrido y termogravimetría. Además, se determinó el índice de fluidez para estimar su capacidad de procesamiento. De los ensayos realizados se obtuvieron polímeros estructuralmente semejantes al poliestireno, con un grado de contaminación menor al 1.6 % de agente precipitante, presentan un índice de fluidez entre 15.56 y 23.60 g/10 min por lo que pueden ser reprocesados por inyección y extrusión, la temperatura de transición vítrea y el peso molecular son similares a los residuos de EPS. El ensayo con mejores resultados fue la disolución 30 % EPS y precipitación con una relación volumétrica 1/3 THF/EG, ofreciendo un polímero sin contaminación por el etilenglicol remanente.

Palabras clave: poliestireno expandido; reciclaje; disolución – precipitación; poliestireno reciclado.

Abstract: In this project the recycling process of expanded polystyrene (EPS) was studied by the method of dissolution - precipitation, as an alternative to minimize the environmental impact post-consumer. Thus, recycling of EPS packaging was developed varying the conditions of the method in order to recover polystyrene reprocessing. The EPS waste collected and fragmented were dissolved in tetrahydrofuran (THF) and precipitated with ethylene glycol (EG) under continuous mechanical stirring. The precipitate polymer was recovered with filtration, through drying, crushing and washing. The recovered polymers are structural characterized by the infrared spectroscopy, thermal by differential scanning calorimetry and thermogravimetry. Melt flow index was measured in order to estimate its processability. The tests performed indicate that the polymers obtained are structural identical to polystyrene with a lower degree of contamination to 1.6 % of precipitant, they have a melt index between 15.56 and 23.60 g/10 min so can be reprocessed by injection and extrusion, the glass transition temperature and molecular weight are similar to the waste EPS. The best performing test was 30 % EPS solution and precipitation with a volume ratio 1/3 THF/EG, offer a polymer free ethylene contamination.

Keywords: expanded polystyrene; recycling; dissolution – precipitation; recycled polystyrene

1. INTRODUCCIÓN

El aumento en el consumo de los plásticos implica la búsqueda de un tratamiento de reciclaje de sus desechos, que permita convertirlos de una amenaza ambiental a un recurso para la industria, solucionando este problema [8, 11].

Uno de los materiales ampliamente usado como empaque es el poliestireno expandido (EPS). Se trata de un material ligero y bajo costo. De modo que, el consumo global de EPS ya excede los 3 millones de toneladas con un incremento del 6 % al año [1, 14].

El peso ligero del EPS es una ventaja en el ámbito del empaque; pero este aspecto resulta ser una complicación en el proceso de reciclaje debido a la dificultad de transporte que implica este desecho voluminoso. Además, se debe considerar la necesidad de disponer materiales que puedan ser desechados con el menor impacto ambiental y no comprometan la salud humana [7]. Un camión de residuos con una capacidad de 70 m³ sólo podría transportar entre 700 - 1700 kg de EPS [13], lo que implica un elevado costo de transporte hacia los lugares de recuperación [4].

Sin embargo, el EPS tiene gran potencial para ser reciclado debido a que existe en grandes cantidades y la separación de otros residuos es simple por su baja densidad y fácil identificación. Adicionalmente, la industria ha desarrollado equipos para la compactación y densificación del EPS, de modo que la ejecución de diferentes técnicas de reciclaje sea viable con el fin de solucionar el problema ambiental que representa. Es recomendable que su reprocesamiento se realice cerca de los sitios de recolección [2, 4].

En el proceso de reciclaje los desechos de EPS pierden su característica de espuma, una vez compactados se pueden fabricar juguetes, artículos de oficina, madera plástica, recipientes y hasta EPS nuevamente. Si los desechos son fraccionados pueden ser usados en la construcción, procesos de floculación como sustrato y la obtención de composites de fibras naturales, carbonatos y nanopartículas con buenas propiedades mecánicas [9, 11].

El EPS postconsumo puede ser reciclado mecánicamente, que consiste en la reducción de tamaño de sus desechos por métodos físicos de pulverización, compactación o densificación. Una vez que el EPS ha perdido su volumen puede ser implementado como materia prima para el moldeo de productos cotidianos hechos con poliestireno o producción de materiales de construcción. En la industria es considerado una técnica factible a gran escala, prácticamente limpia y de bajo costo [2, 13].

El reciclaje químico permite la depolimerización del monómero o una degradación del poliestireno en otros materiales secundarios, se realiza en un rango de temperatura ente 300 – 450 °C en presencia de una atmósfera de nitrógeno, clorofluorocarbono, propano o similares, con catalizadores óxidos ácidos o básicos [6, 9].

Existe además el reciclaje energético, visto como una alternativa al reciclaje mecánico, para aprovechar el alto poder calórico del EPS y así convertirlo en energía mediante la combustión de los desechos. Este proceso no es el más aconsejable por la generación de emisiones gaseosas y al requerimiento de reactores cónicos de lecho fluidizado [4, 8, 9].

Se han desarrollado otras técnicas como el reciclaje térmico y el método de disolución. Con esta última técnica se reduce el tamaño del EPS en más de 100 veces, al eliminar todo el aire que contiene su estructura sin degradación de las cadenas poliméricas, por lo que tiene una gran potencialidad [5].

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Caracterización del EPS recolectado

Se recolectaron los desechos de EPS procedentes de empaques de electrodomésticos y fueron reducidos de tamaño en un molino de cuchillas. Una vez homogeneizado el material fragmentado, se lo caracteriza con el fin de establecer parámetros comparativos entre el material que va a ser reciclado y el producto de su reciclaje.

Por medio de espectroscopía infrarroja por HATR (Horizontal Attenuated Total Reflection) se determinó la estructura y composición de los desechos de EPS. El peso molecular se estimó por viscosimetría bajo el procedimiento de la norma ASTM D2857 – 95 (2007) para soluciones de EPS en metil etil cetona.

La temperatura de transición vítrea (T_g) se evaluó por medio de calorimetría diferencial de barrido (DSC) en atmósfera de nitrógeno y a 20 °C/min. Por análisis termogravimétrico (TGA) se determinó la descomposición térmica del EPS recolectado con una velocidad de calentamiento de 20 °C/min hasta 800 °C en atmósfera de nitrógeno.

2.2 Desarrollo del proceso de reciclaje de EPS por disolución-precipitación

Se utilizó como base la metodología descrita en la patente inventada por M. Notari y F. Rivetti [10], con la diferencia que se la realizó a temperatura ambiente y presión atmosférica. Las condiciones para el proceso fueron establecidas por medio de pruebas preliminares, que determinaron operaciones adicionales para mejorar el proceso.

2.2.1 Método de disolución – precipitación

El EPS homogeneizado se disolvió en tetrahidrofurano (THF), variando el contenido de polímero en las proporciones de 10, 20, 30 y 40 % bajo agitación mecánica constante. En cada porcentaje de mezcla se recuperó el poliestireno disuelto por precipitación empleando como agente precipitante al etilenglicol (EG).

El EG se adicionó lentamente y bajo agitación en las siguientes relaciones volumétricas: 1/1, 1/2 y 1/3 THF/EG. Al término de la adición se separó por filtración la solución THF – EG y el precipitado.

Se secó durante 1 hora a 100 °C y se redujo de tamaño para deshacer los poros de la estructura del precipitado. Se lavó con isopropanol durante 1 hora y con agitación magnética para cada muestra con el fin de que el alcohol arrastre el EG remanente. Nuevamente, se secó a 100 °C durante 11 horas para evaporar residuos de la solución alcohol - EG contenidos en el polímero molido.

2.2.2 Caracterización del polímero recuperado

Con la finalidad de comparar las características estructurales, nivel de contaminación y propiedades térmicas del poliestireno recuperado se lo caracterizó con las mismas técnicas descritas para el material de partida (EPS).

Se establecieron ciertas diferencias en la aplicación de la viscosimetría, se determinó el índice de fluidez (MFI) para aproximar el peso molecular de los polímeros recolectados tomando como referencia el peso molecular del EPS recolectado. El MFI permitió validar las propiedades que tiene el polímero como materia prima para reprocesamiento.

Por medio de TGA no solo se obtuvo la temperatura de degradación de los productos recuperados, sino también la pérdida en peso que tiene la muestra en función del avance del calentamiento.

2.2.3 Recuperación del solvente, agente precipitante y reactivo de lavado

La recuperación de los reactivos empleados en el proceso es relevante, no solo por la connotación ambiental, sino también por la reducción en el consumo de reactivos. Por lo tanto, se aprovecha la diferencia significativa entre los puntos de ebullición de los componentes de la solución THF – EG y de la solución alcohol – EG, para su separación por destilación fraccionada a 54 °C y 72 °C, respectivamente.

Al finalizar las operaciones se midió la cantidad de destilado y residuo recuperados en cada destilación, lo cual permitió determinar su rendimiento.

Se evaluó la pureza química de los productos de la destilación mediante espectroscopía infrarroja por Transformadas de Fourier (FTIR) y el índice de refracción. Por FTIR se realizó el análisis estructural del destilado y el residuo de cada destilación y a partir del índice de refracción se estimó la concentración de THF, EG e isopropanol en los reactivos recuperados.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Caracterización de los residuos de poliestireno expandido recolectados

3.1.1 Espectroscopía infrarroja por Transformadas de Fourier (FTIR)

En el espectro de la Fig. 1 se señalan los grupos funcionales presentes en la estructura de los residuos de EPS. Se observan las zonas de absorción entre 3100 – 3000 cm⁻¹ y 1600 – 1450 cm⁻¹ típicas del anillo bencénico y la región propia del poliestireno entre 760 - 700 cm⁻¹ correspondiente al anillo monosustituido con sus respectivos sobretonos en la región de 2000 a 1650 cm⁻¹. Además, se evidencia absorción en las bandas a 2850 y 2919 cm⁻¹ referente a los estiramientos de las moléculas CH₂.

La zona entre 1400 y 400 cm⁻¹ corresponde a la huella dactilar de la molécula, patrón de frecuencias útil en la comparación con el espectro bibliográfico, que nos indica que los desechos de EPS recolectados presentan las bandas características de la macromolécula de poliestireno.

3.1.2 Viscosimetría

Se determinó que el peso molecular viscosimétrico del EPS recolectado es igual a M_w=107 510 g·mol⁻¹, valor que se obtiene de la ecuación de Mark – Houwink. Se encontró que el incremento de la viscosidad de la solución metil etil cetona – EPS, por molécula de poliestireno es de 0,5879 mL/g [3].

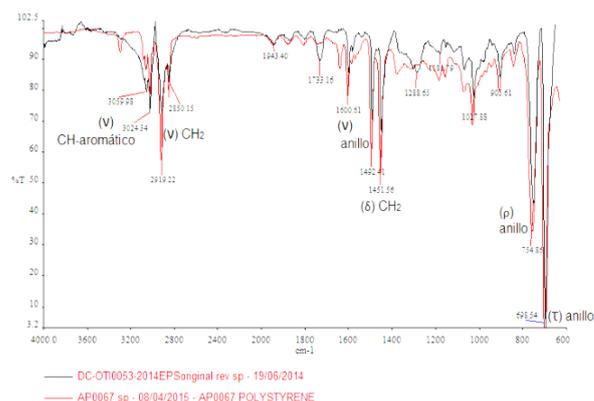


Figura 1. Espectro del EPS recolectado

3.1.3 Termogravimetría (TGA)

El termograma en la Fig. 2 indica que la descomposición del EPS recolectado inicia a 276,44 °C hasta que se registra la máxima pérdida de peso a los 430,02 °C, punto de la degradación térmica donde solamente queda materia inorgánica. El EPS recolectado presenta 0,1 % de materia inorgánica y de acuerdo con el termograma no existe una descomposición térmica adicional en el poliestireno.

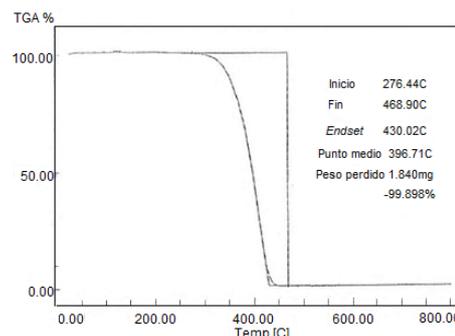


Figura 2. Termograma correspondiente al análisis termogravimétrico del EPS recolectado

3.1.4 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC) se determinó que la temperatura de transición vítrea (T_g) del EPS recolectado es de 108 °C. Este valor está dentro del rango bibliográfico [10] que es de 107 °C ± 2 °C; cualquier aumento sobre los 100 °C que es el valor más conocido de T_g del poliestireno, puede ser consecuencia del agente expansor u otros aditivos que se usan en la fabricación del EPS.

3.2 Caracterización del polímero recuperado

3.2.1 Espectroscopía infrarroja por Transformadas de Fourier (FTIR)

En la Fig. 3 se presentan los espectros de los polímeros recuperados por los ensayos disolución - precipitación: 10 % EPS - 1/1 THF/EG, 10 % EPS – 1/2 THF/EG y 10 % EPS – 1/3 THF/EG. Esta figura es un ejemplo del análisis por FTIR que se hizo a cada producto.

La banda correspondiente al estiramiento entre los enlaces C-H y el anillo aromático se localiza en alrededor de 3026 cm^{-1} para los diferentes espectros. Se evidencian los estiramientos de la molécula de CH_2 cerca de 2918 y 2842 cm^{-1} . La presencia del anillo bencénico se constata por los modos vibratorios existentes en 1601 , 1492 , y 1451 cm^{-1} . Con respecto a las bandas representativas del polímero se ubican en 747 y 690 cm^{-1} para los productos recuperados. En los espectros de los polímeros obtenidos se aprecia la descompensación atmosférica provocada tanto por la absorción de CO_2 cercana a 2330 cm^{-1} con una evolución positiva y por la absorción de agua a 3919 y 3462 cm^{-1} .

En general, todos los polímeros recuperados corresponden al poliestireno, debido a la presencia de las bandas de absorción características de la macromolécula. La comparación de cada grupo de espectros con el estándar bibliográfico del poliestireno avala este resultado. Por lo tanto, el método de reciclaje sugerido permite recuperar poliestireno a partir de EPS, sin registro de otro componente por análisis de FTIR.

En consecuencia, también existe similitud entre los espectros de los polímeros recuperados y el espectro del EPS recolectado, debido a que ambos corresponden al poliestireno.

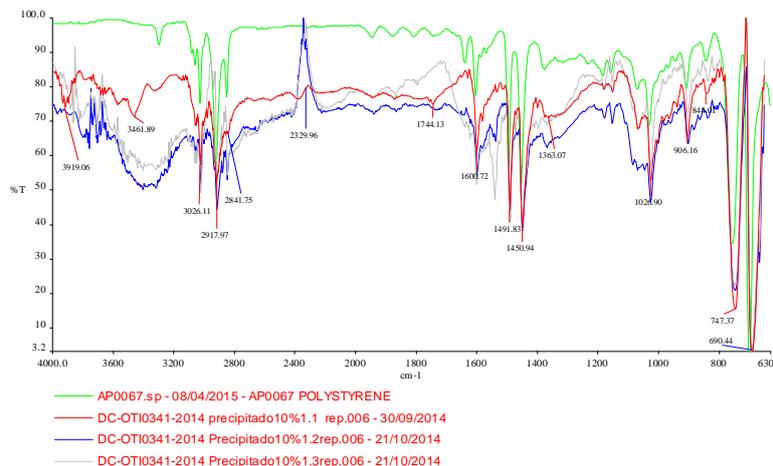


Figura 3. Espectros de los polímeros recuperados por los ensayos de disolución 10 % EPS y precipitación al 1/1, 1/2 y 1/3 THF/EG

3.2.2 Termogravimetría (TGA)

En la Fig. 4 se presenta el termograma obtenido del producto más contaminado por precipitante remanente junto al termograma del poliestireno libre de EG.

En la investigación, los polímeros que contenían EG remanente en su estructura presentaron un termograma similar al gráfico a) de la Fig. 4, donde se visualizan dos desviaciones con respecto a la línea base, la primera se identificó como la evaporación del EG remanente debido a su proximidad con la temperatura de ebullición (185 °C) del componente; y la segunda desviación representa la descomposición del poliestireno reciclado.

Aquellos poliestirenos que se encontraron libres de EG remanente, presentan un termograma similar al gráfico b) de la Fig. 4, donde sólo se muestra la descomposición del poliestireno. Existen dos productos que entran en esta categoría, obtenidos por la disolución del 20 y 30 % de EPS en THF y la precipitación con una relación volumétrica de 1/3 THF/EG. Sin embargo, entre estos dos, se considera que las condiciones más adecuadas serán las que permitan reciclar mayor cantidad de desechos y convertirlos en poliestireno no contaminado, en este caso 30 % EPS – 1/3 THF/EG.

Para conocer los datos obtenidos en cada análisis termogravimétrico se dispone de la Tabla 1, donde se incluye el porcentaje en peso identificado como la evaporación del EG

remanente y las temperaturas de degradación térmica de los polímeros reciclados.

Acerca de la degradación térmica de los diferentes poliestirenos se da en un rango de ($232 - 261$) $^{\circ}\text{C}$ hasta ($475 - 483$) $^{\circ}\text{C}$. La cantidad de EG remanente en la estructura de cada polímero se relaciona con el inicio de la degradación del mismo, de modo que en cada grupo de disolución existe una tendencia descendente de la temperatura de descomposición cuando menor es el contenido de contaminación del poliestireno.

Con respecto al punto final de la degradación térmica de los polímeros recuperados, no se aprecia cambios relevantes entre cada ensayo.

En general, si se compara las temperaturas de inicio y fin de la degradación térmica de los poliestirenos reciclados con temperaturas de inicio ($276,44\text{ °C}$) y fin ($430,02\text{ °C}$) de la degradación del EPS recolectado, se deduce que existe un adelanto en el inicio y un retardo en el punto final de la degradación de los productos recuperados. Por tanto, la presencia de precipitante remanente afecta la descomposición térmica de los polímeros.

La cantidad de EG presente en la estructura del polímero recuperado tiende a disminuir cuanto mayor es la cantidad de agente precipitante utilizado para precipitar el poliestireno en la disolución; es decir, que usar una porción mayor de EG favorece la recuperación del poliestireno disuelto.

Experimentalmente, sin importar la proporción de EPS utilizada en la disolución, el fenómeno se repite en cada ensayo del método disolución – precipitación; los polímeros recuperados con la relación 1/1 THF/EG, se presentan como un fluido viscoso lo que dificulta su separación de la solución THF – EG y por tanto tienden a estar más contaminados; además, la solución filtrada luce blanquecina, lo que se presume como poliestireno sin precipitar. Al contrario, los polímeros recuperados por las relaciones 1/2 y 1/3 THF/EG son fáciles de separar, lucen como una sola masa compacta y elástica, la solución THF – EG luce transparente, por tanto es posible que el poliestireno ha sido precipitado totalmente.

Tabla 1. Variación de las temperaturas de degradación de los poliestirenos recuperados en cada ensayo

Ensayo		Contenido de etilenglicol (%)	Inicio de la descomposición térmica (°C)	Temperatura de máxima pérdida de peso (°C)
EPS (%)	Relación THF/EG			
10	1/1	1.55	261.40	476.41
	1/2	1.32	254.79	480.18
	1/3	1.07	254.74	476.17
20	1/1	0.72	254.27	480.66
	1/2	0.25	251.72	475.18
	1/3	0.00	231.94	479.22
30	1/1	0.25	240.43	480.35
	1/2	0.23	237.27	480.69
	1/3	0.00	236.74	477.65
40	1/1	0.71	237.94	483.10
	1/2	0.38	234.70	480.03

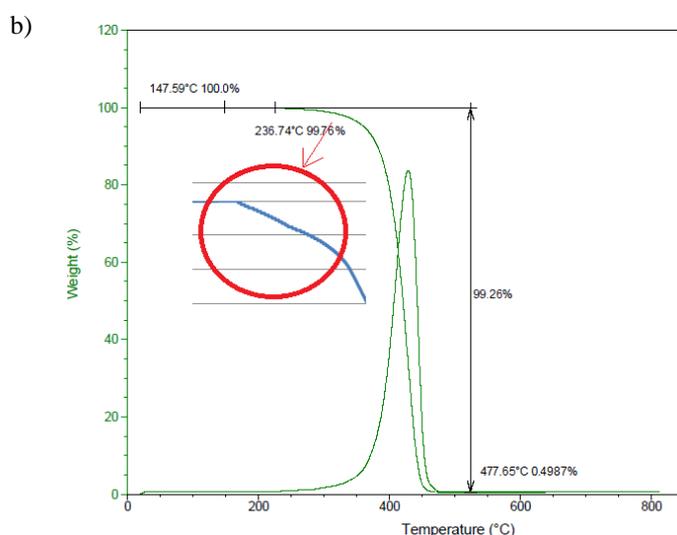
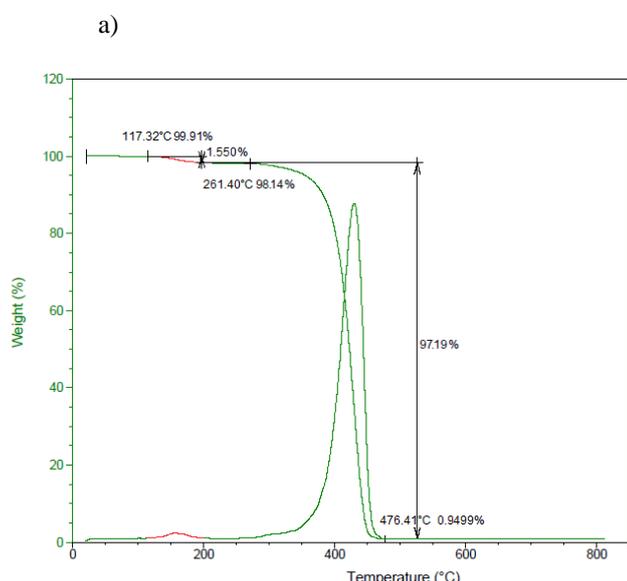


Figura 4. Termogramas correspondientes al análisis por termogravimetría de los poliestirenos recuperados por: a) disolución 10 % EPS y precipitación 1/1 THF/EG, b) disolución 30 % EPS y precipitación 1/3 THF/EG

Es por ello que los poliestirenos reciclados con 1/2 y 1/3 THF/EG, tienen menor contenido de remanente en su estructura. De lo que se puede inferir que la cantidad necesaria para precipitar el poliestireno en disolución es tres veces el volumen del solvente usado, de modo que se obtenga una masa compacta fácil de separar y aparte una solución THF – EG sin residuos de polímero, lo cual permitirá una recuperación más limpia de solvente y precipitante.

3.2.3 Viscosimetría

Los resultados de la medición del MFI para cada poliestireno reciclado se tabulan en la Tabla 2. Los datos se muestran atípicos dentro de cada grupo de ensayos; por lo que en general se infiere que los polímeros obtenidos en las diferentes pruebas de reciclaje tienen un MFI entre 15.56 y 23.60 (g/10 min), según las condiciones del proceso.

El MFI se incrementa al usar una cantidad mayor de EG para precipitar al polímero, por lo que los poliestirenos recuperados con una relación 1/3 THF/EG tienen un MFI mayor que aquellos productos precipitados con un relación 1/1 THF/EG.

Tabla 2. Variación del índice de fluidez de los poliestirenos recuperados en cada ensayo

Ensayo		Índice de fluidez (g/10 min)
EPS (%)	Relación THF/EG	
10	1/1	18.5901 ± 0.22
	1/2	16.9551 ± 0.13
	1/3	19.1386 ± 1.24
20	1/1	18.7404 ± 0.96
	1/2	18.1961 ± 1.19
	1/3	18.9342 ± 1.20
30	1/1	15.5615 ± 1.22
	1/2	18.6357 ± 2.63
	1/3	23.6044 ± 1.36
40	1/1	26.1183 ± 0.75
	1/2	19.2147 ± 1.62

De acuerdo con la Fig. 5, los valores de MFI entre los poliestirenos reciclados no son iguales, pero se puede apreciar que están aproximadamente entre 16 y 21 g/10 min. Esta desviación es consecuencia de que en la precipitación las cadenas que precipitan primero son las de mayor tamaño molecular y conforme se adiciona EG continúan precipitando el resto de cadenas con tamaños moleculares más pequeños. De modo que, no en todos los ensayos se habrá conseguido la misma distribución molecular de acuerdo a la cantidad de agente precipitante agregado. Los polímeros con una amplia distribución de tamaños tienden a fluir más [12, 15].

No se considera el grupo del 40 % de EPS para la Fig. 5, porque es la condición menos eficiente, debido a que la concentración del polímero en la disolución impide una mezcla apropiada con el agente precipitante.

La comparación del MFI de los poliestirenos recuperados con el MFI de los poliestirenos comerciales indica que el poliestireno obtenido del reciclaje de EPS por este método puede ser reprocesado por inyección o extrusión para la elaboración de distintos productos como producción de EPS o poliestireno extruido, paneles aislantes y artículos desechables.

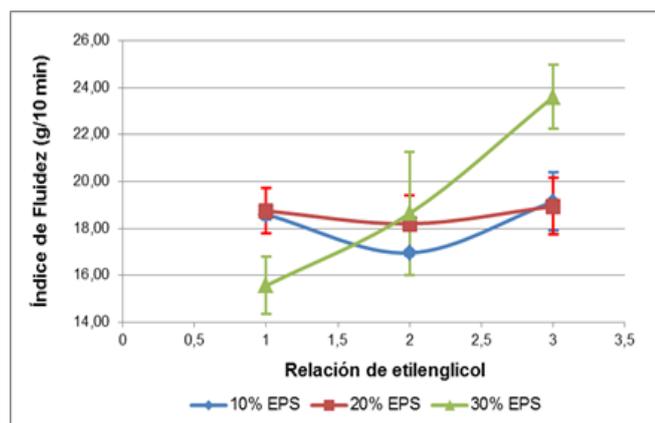


Figura 5. MFI de los poliestirenos reciclados en función de la cantidad de agente precipitante (1/1, 1/2 y 1/3 THF/EG)

La relación directa de la viscosidad con el peso molecular e inversa con el MFI implica que, si los poliestirenos recuperados tienen índices de fluidez altos presentarán una viscosidad de flujo baja y en consecuencia un peso molecular bajo y viceversa. Por lo tanto, el peso molecular de los productos del reciclaje estará alrededor de $107\ 510\ \text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$, que es el peso molecular determinado para el EPS recolectado [1].

3.2.4 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Los resultados de los análisis calorimétricos se pueden apreciar en la Tabla 3. Por medio de los datos tabulados se infiere que, los productos recuperados por el reciclaje de EPS tienen una Tg entre $108,3$ a $108,7\ ^\circ\text{C}$. Con excepción de los polímeros con mayor contenido de etilenglicol en su estructura que se obtuvieron por las condiciones disolución 10 % EPS y precipitación 1/1 y 1/2 THF/EG, que tienen una Tg menor e igual a $107,8\ ^\circ\text{C}$.

En consecuencia, si el contenido de glicol incide en la Tg de los poliestirenos recuperados, entonces la relación de THF/EG utilizada en la precipitación también. Si se usa una cantidad mayor de agente precipitante, la Tg del polímero es similar para los grupos de disolución 20, 30 y 40 % EPS ensayados.

Los valores de la Tg de los poliestirenos se encuentran en el rango propuesto por investigaciones anteriores [10], que es de $107\ ^\circ\text{C} \pm 2\ ^\circ\text{C}$. De la misma forma no exceden la Tg del EPS recolectado a partir del cual fueron recuperados en más de $0,7\ ^\circ\text{C}$.

La pequeña diferencia entre las Tg de los poliestirenos, no solo se atribuye a la cantidad de EG en su estructura sino también a que no todos los productos tienen el mismo peso molecular. Sin embargo, al no existir cambios relevantes en la Tg se presume que se ha alcanzado un cierto tamaño molecular de $107\ 510\ \text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ y por lo tanto los polímeros recuperados tienen un peso molecular cercano a éste.

Tabla 3. Temperatura de transición vítrea de los poliestirenos recuperados del reciclaje de EPS

Ensayo		Contenido de etilenglicol (%)	Temperatura de transición vítrea ($^\circ\text{C}$)
EPS (%)	Relación THF/EG		
10	1/1	1.55	107.8
	1/2	1.32	107.8
	1/3	1.07	108.4
20	1/1	0.72	108.3
	1/2	0.25	108.6
	1/3	0.00	108.6
30	1/1	0.25	108.4
	1/2	0.23	108.6
	1/3	0.00	108.7
40	1/1	0.71	108.3
	1/2	0.38	108.4

3.3 Caracterización de los productos de destilación

3.3.1 Espectroscopía infrarroja por Transformadas de Fourier (FTIR)

a. Infrarrojo del destilado de la solución filtrada del proceso de disolución – precipitación

En la Fig. 6 se puede observar el espectro del destilado, de acuerdo con el análisis por espectroscopía infrarroja el destilado de la solución THF – EG es THF, debido a que presenta una estrecha similitud con el espectro bibliográfico del compuesto. Puede contener algunas trazas de EG pero su presencia no es notoria en el espectro. La banda correspondiente a $3490\ \text{cm}^{-1}$ es una evidencia de presencia de grupos OH; aunque la molécula no presente en su estructura el hidroxilo aparece en el espectro tanto del destilado como en el bibliográfico debido a que el THF es un compuesto altamente higroscópico. Las bandas a 2974 y $2862\ \text{cm}^{-1}$ pertenecen al estiramiento asimétrico y simétrico de los

enlaces C-H, la flexión que sufre el grupo $(CH_2)_4$ en el plano se observa en 1460 cm^{-1} . El estiramiento del anillo aparece en 1646 y 1365 cm^{-1} .

Con respecto al estiramiento del enlace C-O-C característico del THF como compuesto heterocíclico, se observa en 1182 y 1063 cm^{-1} con intensidad más fuerte. Finalmente, en 906 y 661 cm^{-1} se encuentran las bandas originadas por la flexión que sufren los enlaces C-H.

b. Infrarrojo del residuo de la solución filtrada del proceso de disolución – precipitación

En la Fig. 7 se observa el espectro del residuo de la destilación de la solución THF – EG, el cual registra bandas características del EG en concordancia con los modos vibratorios de sus moléculas constitutivas. Con relación al espectro bibliográfico, el residuo corresponde al EG, dada su semejanza estructural dada por las bandas características de los grupos CH_2 en 1456 cm^{-1} con un tijereteo y torsión en 1257 y 1205 cm^{-1} ; aleteo a 1315 cm^{-1} y balanceo en las bandas de 881 y 860 cm^{-1} .

Se visualiza a 3296 cm^{-1} el estiramiento y a 1415 cm^{-1} se da lugar una banda ancha de la flexión de los grupos hidroxilo de la molécula de EG. Los enlaces C-H del grupo CH_2 sufren un estiramiento a 2936 y 2876 cm^{-1} y en 1043 cm^{-1} los enlaces C-O se estiran.

c. Infrarrojo del destilado de la solución filtrada del proceso de lavado

El espectro del destilado de la solución alcohol – EG (Fig. 8) muestra las bandas constitutivas del propanol y en comparación con el espectro bibliográfico se confirma que el producto recuperado en la destilación de la solución filtrada del lavado es isopropanol. No se evidencia contaminación del producto.

En dicho espectro se aprecia el estiramiento del grupo hidroxilo en 3327 cm^{-1} . La absorción propia de los alcoholes secundarios se diferencia en 1408 cm^{-1} por la flexión en el plano del O-H y en 679 cm^{-1} por la flexión fuera del plano del O-H. Se suman también los modos vibratorios del C-C-O en las bandas de 1341 y 1307 cm^{-1} , estiramiento asimétrico en 1160 y 1128 cm^{-1} , y en la longitud de 817 cm^{-1} el estiramiento simétrico.

Se observa, además, las tensiones asimétricas y simétricas de las moléculas de CH_2 que se encuentran en 2932 y 2882 cm^{-1} , respectivamente. Los grupos metilo sufren un estiramiento asimétrico con una intensidad muy fuerte en 2970 y 1467 cm^{-1} , vibración simétrica tipo “umbrella” a 1379 cm^{-1} y un estiramiento en 951 cm^{-1} entre los enlaces CH_3-C-CH_3 .

d. Infrarrojo del residuo de la solución filtrada del proceso lavado

La espectroscopía infrarroja del residuo recuperado de la solución alcohol – EG (Fig. 9) no corresponde al etilenglicol

puro, tal como se esperaba. El residuo de isopropanol encontrado demuestra que no se han separado completamente los componentes de la solución filtrada en la destilación, de modo que el residuo recuperado equivale aún a la solución alcohol isopropílico – EG.

En la Fig. 9, se observa que el espectro del residuo presenta por un lado las bandas concernientes a los alcoholes secundarios como la flexión del O-H en 1408 y 679 cm^{-1} y los estiramientos del C-C-O en las bandas de 1341 , 1306 , 1161 , y 1129 cm^{-1} . La presencia de los grupos metilo aparece en 2969 y 1463 cm^{-1} como estiramiento asimétrico, en 1379 cm^{-1} como la vibración simétrica en forma de “umbrella” y en 951 cm^{-1} como el estiramiento entre los enlaces CH_3-C-CH_3 .

Por otro lado, existen bandas propias del EG en el espectro del residuo, así como la torsión de la molécula de CH_2 en 1204 cm^{-1} , el estiramiento del C-C en 1086 cm^{-1} , en 1039 cm^{-1} el estiramiento del C-O y el balanceo del CH_2 en las bandas de 884 y 862 cm^{-1} . Con respecto a los modos vibratorios de los hidroxilos en la molécula del glicol aparecen en 3306 y 1408 cm^{-1} , de igual forma como lo hacen en el espectro del isopropanol.

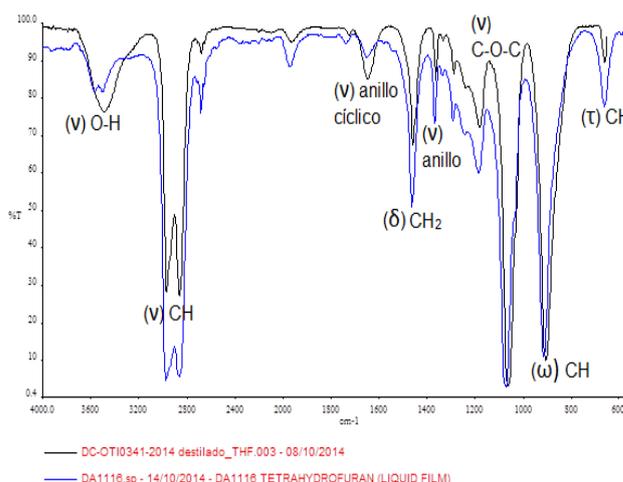


Figura 6. Espectro del destilado de la solución filtrada del proceso disolución – precipitación

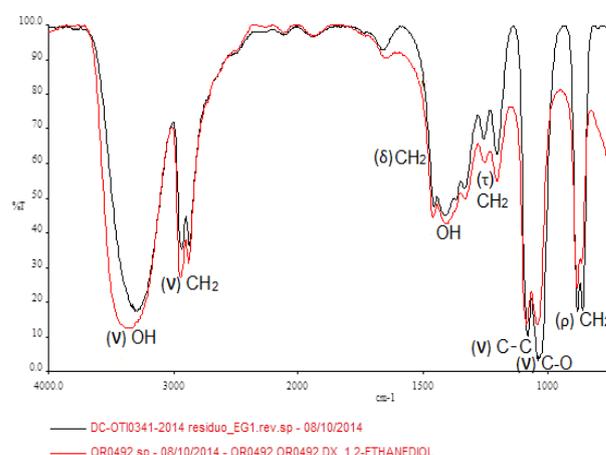


Figura 7. Espectro del residuo de la solución filtrada del proceso disolución – precipitación

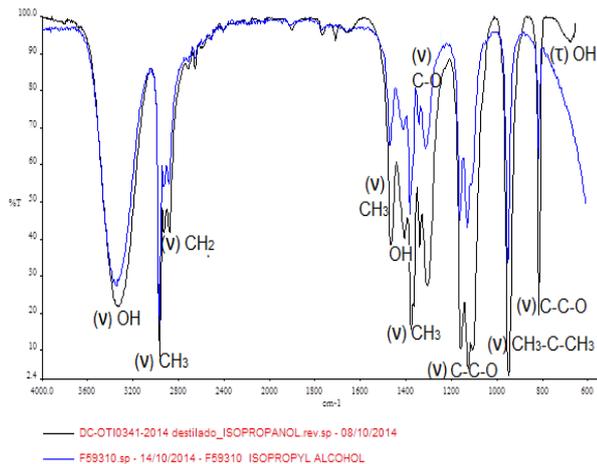


Figura 8. Espectro del destilado de la solución filtrada del proceso de lavado

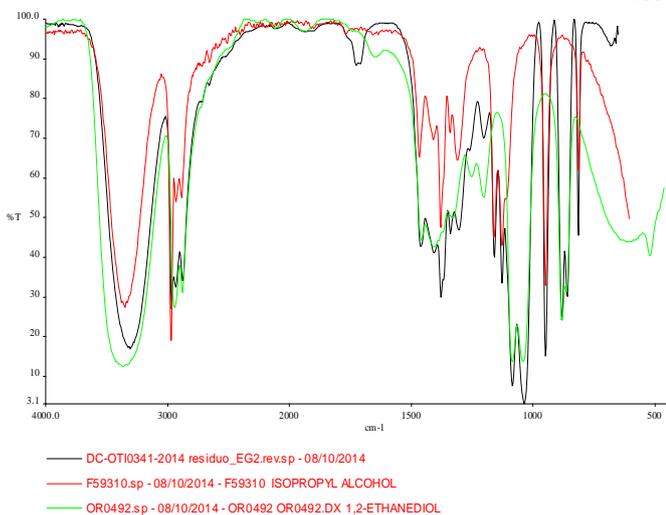


Figura 9. Espectro del residuo de la solución filtrada del proceso de lavado comparado con sus componentes

La banda en 1463 cm^{-1} que aparece en el espectro del residuo puede atribuirse a la deformación asimétrica del grupo metilo presente en el isopropanol o también al tijeo del CH_2 presente en el EG; el hecho de que sea una banda ancha superpone al CH_3 y al CH_2 . Este último grupo, se aprecia en el rango de 2935 y 2877 cm^{-1} correspondiente a las tensiones asimétricas y simétricas.

3.3.2 Índice de refracción

a. Pureza de los productos de la destilación

La composición de los productos de la destilación se determinó por medio de la relación lineal entre el índice de refracción y la concentración de THF en soluciones de EG, representada por (1):

$$n = -0,0182 c + 1,4263 \quad (1)$$

Donde

n : índice de refracción

c : concentración de la solución THF – EG (%v/v)

De acuerdo con dicha expresión y según los valores del índice de refracción en la Tabla 4, el destilado contiene 97.80 % de THF y 2.20 % de EG que ha sido arrastrado en la fracción. De la misma manera, el residuo es 95,60 % EG y retiene 4.40 % de THF.

Adicionalmente, se encontró que el rendimiento de la destilación con respecto a la cantidad de solvente recuperado con base al THF que entra a la destilación, es alrededor del 75 %, por lo tanto existen pérdidas debido a la volatilidad del compuesto. Con respecto a la cantidad de agente precipitante el rendimiento es cercano al 99 % con base en la cantidad de EG que tiene la solución THF – EG destilada.

b. Pureza de los productos de la destilación de la solución alcohol – EG

El contenido de isopropanol y EG en el destilado y en el residuo, productos de la destilación de la solución filtrada del proceso de lavado se deduce de la relación lineal entre el índice de refracción y la concentración de isopropanol en soluciones de EG, dada por (2):

$$n = -0.049 c + 1.4272 \quad (2)$$

Donde

n : índice de refracción

c : concentración de la solución alcohol – EG (%v/v)

Sobre la base de esta relación lineal y de los valores del índice de refracción de la Tabla 5 se tiene que el destilado es alcohol isopropílico puro y el residuo de la solución filtrada contiene aún un 28.60 % de isopropanol por destilar y 71.40 % es EG. De esta manera, se corrobora la información estructural proporcionada por el análisis de espectroscopía infrarroja.

Sumada a la pureza, se plantea el rendimiento de la destilación con respecto a la cantidad del reactivo de lavado recuperado en base al isopropanol que entra a la destilación, que es alrededor del 92 %. Con respecto al EG recuperado no se establece un rendimiento debido a la contaminación que tiene el residuo de la destilación con alcohol.

Tabla 4. Índice de refracción de los productos obtenidos por destilación de la solución THF – EG y compuestos puros

	Índice de refracción
Destilado	1.4085
Residuo	1.4255
Tetrahidrofurano	1.4070
Etilenglicol	1.4260

Tabla 5. Índice de refracción de los productos obtenidos por destilación de la solución alcohol – EG y compuestos puros

	Índice de refracción
Destilado	1.3775
Residuo	1.4135
Isopropanol	1.3770
Etilenglicol	1.4260

4. CONCLUSIONES

El proceso de reciclaje de poliestireno expandido (EPS) por el método de disolución – precipitación expuesto en esta investigación tuvo resultados positivos, se consiguió polímeros estructuralmente iguales al poliestireno. Es decir, que la técnica usada permitió obtener un producto para reprocesamiento a partir de desechos de EPS.

La caracterización de los desechos de EPS recolectados demostró que el material usado para el reciclaje tiene un peso molecular aproximadamente de $107\ 510\ \text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$, una temperatura de transición vítrea de $108\ ^\circ\text{C}$ y se descomponen térmicamente a $276.44\ ^\circ\text{C}$ hasta alcanzar los $430.02\ ^\circ\text{C}$.

El desarrollo del proceso de reciclaje a diferentes condiciones se llevó a cabalidad, el método sugerido permite procesar hasta un 30 % de desechos de EPS, concentraciones mayores en la disolución no son recomendables. La relación volumétrica 1/3 THF/EG fue la más adecuada para conseguir un poliestireno reciclado sin contenido de etilenglicol remanente.

Los poliestirenos recuperados por el método de disolución – precipitación presentaron un porcentaje bajo de contaminación, el contenido de agente precipitante remanente no superó el 1.6 % y también se obtuvieron poliestirenos no contaminados, como es de interés.

Los poliestirenos reciclados tienen un peso molecular similar al tamaño molecular de los desechos de EPS recolectados, un índice de fluidez que varía entre 15.56 y 23.60 g/10 min por lo que pueden ser reprocesados por inyección o extrusión para la elaboración de distintos productos.

El análisis por DSC determinó que la temperatura de transición vítrea de los poliestirenos reciclados fue entre $108,3$ a $108,7\ ^\circ\text{C}$, a excepción de los polímeros con mayor contenido de contaminación donde el remanente actúa como plastificante. Todos se encuentran dentro del rango bibliográfico.

El proceso de reciclaje se complementó con la recuperación del solvente, agente precipitante y reactivo de lavado; por medio de destilación se consiguió tetrahidrofurano con pureza del 97,80 %; etilenglicol al 95,60 % e isopropanol puro. Se recuperó aproximadamente el 75 % de solvente, 92 % del reactivo de lavado y alrededor del 99 % de agente precipitante.

REFERENCIAS

- [1] D. Achilias, A. Giannoulis y G. Papagergiou, «Recycling of polymers from plastic packaging materials using the dissolution - reprecipitation technique,» *Polymer Bulletin*, vol. 63, n° 3, pp. 449-445, 2009.
- [2] S. Acierno, C. Carotenuto y M. Pecce, «Compressive and Thermal Properties of Recycled EPS Foams,» *Polymer - Plastics Technology and Engineering*, vol. 49, n° 1, pp. 13-19, 2009.
- [3] ASTM. D2857-95, Standard Practice for Dilute Solution Viscosity of Polymers, 2007.
- [4] A. Barnetson, *Expanded Polystyrene: Development, Processing, Applications and Key Issues*, S. Rapra, Ed., Shrewsbury: Handbook of Polymer Foams, 2004, pp. 37-54.

- [5] M. García, I. Gracia, G. Duque, A. De Lucas y F. Rodríguez, «Study of the solubility and stability of polystyrene wastes in a dissolution recycling process,» *Journal Waste Management*, 29(6), vol. 29, n° 6, pp. 1814-1818, 2009.
- [6] A. Kan y R. Demirboğa, «A new technique of processing for waste-expanded polystyrene foams as aggregates,» *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 209, n° 6, p. 2994-3000, 2009.
- [7] F. Layedra, S. Galeas, V. Guerrero. (2015). Estudio de la Biodegradación de un Material Compuesto Obtenido con Ácido Poliláctico (PLA) Reforzado con Fibra Corta de Abacá (Musatextilis). *Revista Politécnica*. [Online]. 35(3), pp. 126-136. Available: http://www.revistapolitecnica.epn.edu.ec/revista_archivos/revista_volumen_35/TOMO_3.pdf
- [8] D. López, P. Rhenals, M. Tangarife, K. Vega, L. Rendón, Y. Vélez y M. Ramírez, «Tratamiento de residuos de Poliestireno expandido utilizando solventes,» 2013. [En línea]. Available: [http://kosmos.upb.edu.co/web/uploads/articulos/\(A\)_Ingeniar_2013_Tratami](http://kosmos.upb.edu.co/web/uploads/articulos/(A)_Ingeniar_2013_Tratami).
- [9] T. Maharana, Y. Negi y B. Mohanty, «Recycling of Polystyrene,» *Journal Polymer – Plastics Technology and Engineering*, vol. 46, n° 7, pp. 729-736, 2007.
- [10] M. Notari y F. Rivetti, «Patente WO 2005023922 A1,» Diciembre 2005. [En línea]. Available: <http://www.google.st/patents/WO2005023922A1?cl=>.
- [11] M. Poletto, J. Dettenborn, M. Zeni y J. Zattera, «Characterization of composites based on expanded polystyrene wastes and wood flour,» *Journal Waste Management*, vol. 31, n° 4, p. 779-784, 2010.
- [12] J. Rieger, «The glass transition temperature of polystyrene,» *Journal of Thermal Analysis*, vol. 46, n° 3-4, pp. 965-972, 1996.
- [13] M. Samper, M. Rico, S. Ferrandiz y L. J., «Reducción y Caracterización del Residuo de Poliestireno Expandido,» de En I Simposio Iberoamericano de Ingeniería de Residuos, Alcoy, España, 2008.
- [14] A. B. T. E. Sekharan R., «Utilization of waste expanded polystyrene: Blends with silica - filled natural rubber,» *Journal Materials and Design*, vol. 40, pp. 221-228, 2012.
- [15] T. Instruments, « Understanding Rheology of Thermoplastic Polymers,» 2013. [En línea]. Available: http://www.tainstruments.com/pdf/literature/AAN013_V_1_U_Thermoplast.pdf.