

# **REACPOL**

## Memoria de ejecución



**Desarrollo de poliolefinas recicladas  
de altas prestaciones mecánicas mediante extrusión reactiva**

# Desarrollo de poliolefinas recicladas de altas prestaciones mecánicas mediante extrusión reactiva

## REACPOL

### INDICE

1	Abreviaturas	03
2	Selección y caracterización de los polietilenos reciclados de partida	04
2.1	Selección de los materiales reciclados de partida	04
2.2	Caracterización de los materiales reciclados de partida	05
2.2.1	Técnicas de caracterización	05
2.2.2	Resultados	16
3	Preparación de mezclas de polietilenos reciclados y caracterización	21
3.1	Preparación de mezclas de polietilenos reciclados	21
3.2	Caracterización de las mezclas de polietilenos reciclados	23
3.2.1	Índice de fluidez	23
3.2.2	Propiedades de tracción	24
3.2.3	Resistencia al stress cracking ESCR	24
3.2.4	Reología	25
4	Extrusión reactiva de las mezclas y caracterización	26
4.1	Extrusión reactiva de los polietileno reciclados	26
4.2	Caracterización del HDPE reciclado tras la extrusión reactiva	31
4.2.1	Propiedades viscoelásticas	31
4.2.2	Determinación del índice de fluidez	32
4.2.3	Determinación de la resistencia al stress cracking ESCR	32
4.2.4	Propiedades de tracción de HDPE reciclado tras la extrusión reactiva	33
4.3	Caracterización de las mezclas tras la extrusión reactiva	34
4.3.1	Propiedades viscoelásticas	34
4.3.2	Determinación del índice de fluidez	35
4.3.3	Determinación de la resistencia al stress cracking ESCR	35
4.3.4	Propiedades de tracción de HDPE reciclado tras la extrusión reactiva	36
4.4	Conclusiones	37
5	Redacción del protocolo de procesos de extrusión reactiva y elaboración de las hojas técnicas de productos	38
5.1	Protocolo del proceso	38
5.2	Hoja técnica de producto	38

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1: HDPE reciclado procedente de residuo urbano; Botella soplada	04
Tabla 2: Técnicas de caracterización de los polietilenos reciclados	06
Tabla 3: Valores IFM de los HDPE reciclados de partida	17
Tabla 4: Contenido de polipropileno en los materiales reciclados de partida	18
Tabla 5: Propiedades de tracción en el punto de fluencia de los reciclados de partida	18
Tabla 6: Propiedades de tracción en el punto de rotura de los reciclados de partida	18
Tabla 7: Resultados del ensayo de Stress Cracking en los polietileno reciclados de partida	19
Tabla 8: Resultados del análisis GPC de los polietilenos de partida	19
Tabla 9: Composición de las mezclas con material reciclado	23
Tabla 10: Valores IFM de las mezclas con material reciclado	23
Tabla 11: Propiedades de tracción en el punto de fluencia de las mezclas con reciclado	24
Tabla 12: Propiedades de tracción en el punto de rotura de las mezclas con reciclado	24
Tabla 13: Resultados del ensayo de Stress Cracking en las mezclas con material reciclado	24
Tabla 14: Polietileno reciclado con reticulante	27
Tabla 15: Resultados del análisis GPC de los polietilenos de partida	28
Tabla 16: Composición de las mezclas con material reciclado tras extrusión reactiva	31
Tabla 17: IFM del HDPE reciclado tras la extrusión reactiva	32
Tabla 18: Resultados del ensayo de Stress Cracking del HDPE reciclado tras la extrusión reactiva	33
Tabla 19: Propiedades de tracción en el punto de fluencia de las mezclas con reciclado	33
Tabla 20: Propiedades de tracción en el punto de rotura de las mezclas con reciclado	34
Tabla 21: IFM del las mezclas de PE 100 y HDPE reciclado tras la extrusión reactiva	35
Tabla 22: Resultados del ensayo de Stress Cracking las mezclas de PE 100 y del HDPE reciclado tras la extrusión reactiva	35
Tabla 23: Propiedades de tracción en el punto de fluencia de las mezclas con reciclado	36
Tabla 24: Propiedades de tracción en el punto de rotura de las mezclas con reciclado	36
Tabla 25: Comparativa Módulo de Endurecimiento y resistencia ESCR	37

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Muestras de material reciclado en forma de grano o troceado	05
Figura 2: Moldeo de placas de material para ensayo	05
Figura 3: Troquelado de las probetas de ensayo a partir de láminas moldeadas	06
Figura 4: Probetas de ensayo troqueladas de las placas moldeadas	06
Figura 5: Reómetro rotacional de platos paralelos con muestra de ensayo	07
Figura 6: Ensayos reológicos de flujo y oscilatorios	07
Figura 7: Plastómetro para determinación del índice de fluidez	08
Figura 8: Extruidos cortados durante el ensayo IMF	09

Figura 9: Calorímetro diferencial de barrido	09
Figura 10: Baño termostatado para ensayo ESCR	10
Figura 11: Equipo para la determinación de la resistencia al stress cracking con baño termostatado	11
Figura 12: Probetas de ensayo y entallado	11
Figura 13: Aplicación de peso longitudinal sobre las probetas sumergidas en tensoactivo.	
Temporizadores de registro de tiempo de rotura de las probetas.	12
Figura 14: Ensayos de tracción	12
Figura 15: Polímero disuelto	14
Figura 16: Cromatografía de permeación gel	14
Figura 17: Ensayo de módulo de endurecimiento	15
Figura 18: Curva esfuerzo/deformación	15
Figura 19: Curvas de flujo de polietilenos reciclados de botella soplada	16
Figura 20: Curvas de módulos y viscosidad compleja de polietilenos reciclados de botella soplada	16
Figura 21: Curvas de distribución de peso molecular y proporción de ramificaciones de cadena corta de los polietilenos de partida	20
Figura 22: Extrusora doble husillo corrotante	21
Figura 23: Extruído y granceado del las mezclas	22
Figura 24: Material en forma de granza	22
Figura 25: Planchas de mezclas con material reciclado	22
Figura 26: Curvas de módulos y viscosidad compleja de las mezclas con polietilenos reciclados	25
Figura 27: Curvas de viscosidad frente a esfuerzo de cizalla de las mezclas con polietilenos reciclados	25
Figura 28: Mecanismo de reacción reactiva de polietileno con HDBMI	26
Figura 29: Mecanismo de extrusión reactiva con peróxido orgánico	26
Figura 30: Condiciones de la extrusión reactiva	27
Figura 31: Curva de distribución de pesos moleculares, viscosidad intrínseca y cadenas cortas	29
Figura 32: Cromatogramas GPC crudos	30
Figura 33: Planchas de material con reciclado tras extrusión reactiva	30
Figura 34: Propiedades viscoelásticas del material reciclado tras la extrusión reactiva	31
Figura 35: Propiedades viscoelásticas de las muestras tras la extrusión reactiva	34

## 1 Abreviaturas

HDPE: Polietileno de alta densidad.

PP: Polipropileno.

DSC: Calorimetría diferencial de barrido.

ESCR: Environmental stress cracking.

SCB: Short chain branches.

PE100: HDPE de Repsol



## 2 Selección y caracterización de los polietilenos reciclados de partida

### 2.1 Selección de los materiales reciclados de partida

Como materiales reciclados se ha partido de polietilenos de alta densidad que:

1. Presenten una estructura bimodal. Las estructuras bimodales suelen aportar alta resistencia a la propagación lenta de fisuras, al caracterizarse por dos distribuciones de peso molecular en la que una de ellas va ramificada con cadenas cortas que reducen la densidad y cristalinidad del material y por tanto aumentan su resistencia al agrietamiento por esfuerzo medioambiental ESCR (environmental stress cracking).
2. Tengan un elevado peso molecular. La mayor longitud de las cadenas del polímero aumentan la resistencia a la fisuración rápida y lenta, la resistencia a la tracción y al impacto.

Con estas características se han seleccionado tres residuos de polietileno:

1. HDPE reciclado procedente de tubería de conducción de agua, se trata de polietilenos bimodales y de alto peso molecular.
2. HDPE procedente de botellas sopladas, suelen ser materiales con distribución de peso molecular bimodal.
3. HDPE procedente de planchas de elevadas dimensiones, caracterizadas por su alto peso molecular y alta resistencia mecánica.

Se han seleccionado varios HDPE procedentes de botella soplada y planchas industriales según Tabla 1.

*Tabla 1: HDPE reciclado procedente de residuo urbano; Botella soplada*

Código	Material
PE 200	Polietileno de alta densidad de planchas industriales (vallas, parques infantiles).
PV19228.0791	HDPE _Botella Soplada_Re
PV19228.0792	HDPE _Botella soplada_ES
PV19228.0793	HDPE _Botella soplada_VI
PV19228.0894	HDPE _Botella soplada_AI

El material ha sido proporcionada en forma de grano o troceado (Figura 1).



*Figura 1: Muestras de material reciclado en forma de grano o troceado*

Se ha procedido a la localización de los materiales en diferentes recicladores nacionales. El material de referencia al que deben parecerse los materiales reciclados es el HDPE PE100, grado extrusión bimodal específico para su uso en tuberías de conducción de agua a presión.

## 2.2 Caracterización de los materiales reciclados de partida

### 2.2.1 Técnicas de caracterización

Para realizar los ensayos de caracterización, es necesario moldear los materiales, que se suministran en forma de grano, en placas de 2 mm de espesor, en una prensa de platos calefactados (Figura 2).



*Figura 2: Moldeo de placas de material para ensayo*

Los platos de la prensa se limpian con etanol y acetona, para eliminar el polímero adherido.

Se ha comenzado con la realización de los ensayos según Tabla 2, a partir de probetas troqueladas de las placas moldeadas (Figura 3y Figura 4), probetas cuyas dimensiones vienen definidas en las normas o métodos estandarizados de referencia.



*Figura 3: Troquelado de las probetas de ensayo a partir de láminas moldeadas*

*Tabla 2: Técnicas de caracterización de los polietilenos reciclados*

ENSAYO	CONDICIONES	MÉTODO
Estudio reológico	Temperatura= 200 °C	Reómetro rotacional plato-plato
Índice de fluidez en masa	Temperatura= 190°C Peso= 5Kg y 2,16 Kg	UNE-EN ISO 1133-1:2012
Contenido de polipropileno	Calorimetría diferencia de barrido	ISO 11357-3:2011
Resistencia al agrietamiento por esfuerzo medioambiental	En 10% Igepal	UNE-EN 14576:2006



*Figura 4: Probetas de ensayo troqueladas de las placas moldeadas*



## ESTUDIO REOLÓGICO

Se estudia el comportamiento reológico (propiedades de viscoelasticidad) de los materiales reciclados en un reómetro rotacional de platos paralelos calefactados de TA instrument Modelo DHR1 ubicado en los laboratorios de CETEC (Figura 5).

Se troquelean probetas circulares y se colocan en los platos paralelos calientes de 25 mm de diámetro y temperatura de 200°C (Figura 5), haciendo pasar una corriente de nitrógeno, para evitar la termooxidación del polímero.



*Figura 5: Reómetro rotacional de platos paralelos con muestra de ensayo*



*Figura 6: Ensayos reológicos de flujo y oscilatorios*



Se han determinado mediante ensayos oscilatorios y de flujo la curvas de viscosidad (Figura 6), viscosidad aparente, módulo de pérdida y módulo de almacenamiento frente a velocidad de cizalla, comparando el comportamiento del material con el polietileno de alta densidad PE100, utilizado en la fabricación de tuberías de conducción de agua a presión. La reología del material depende de la estructura molecular del mismo, como el peso molecular, distribución de peso molecular y ramificaciones, que a su vez determinará sus resistencia mecánica a corto y largo plazo. Los platos se limpian después de cada ensayo con alcohol y con acetona, para eliminar el polímero adherido.

### INDICE DE FLUIDEZ EN MASA

Mediante el plastómetro-reómetro capilar ISO 1133, se determina el índice de fluidez de material con diferentes pesos sobre la masa fundida, esta propiedad depende del peso molecular del polímero, y determinada a diferentes pesos, la polidispersividad derivada de la distribución de pesos moleculares. El plastómetro utilizado es un Zwick-Roell modelo BMF 001, con pesas de 21,6 kg y 5 kg, ubicado en los laboratorios de CETEC (Figura 7). Se introduce el material en el canal calefactado a 190°C, se aplican los pesos sobre el material plastificado, para obligarlo a pasar por una boquilla colocada al final del canal de plastificación, y se corta el extruido según los tiempos indicados en la norma UNE-EN ISO 1133 (Figura 8). La fluidez del material es directamente proporcional al peso de los extruidos cortados durante el ensayo.



Figura 7: Plastómetro para determinación del índice de fluidez



*Figura 8: Extruidos cortados durante el ensayo IMF*

## CONTENIDO DE POLIPROPILENO

Los HDPE procedentes de botella soplada pueden ir contaminados de polipropileno procedente de los tapones. Dependiendo del sistema de separación del proceso de reciclado, la cantidad de polipropileno encontrada puede ser diferentes en los distintos reciclados. La cantidad de polipropileno se va a determinar mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC), midiendo el flujo de calor en la fusión del PP y relacionándolo con su entalpía de fusión. El equipo utilizado es un calorímetro Mettler Toledo DSC 822e, ubicado en los laboratorios de CETEC (Figura 9). El equipo determina el flujo de calor que experimenta la muestra a partir de la diferencia de temperatura medida por dos termopares situados bajo un crisol vacío y un crisol con muestra.



*Figura 9: Calorímetro diferencial de barrido*

La muestra se colocan en una de las cápsulas y se somete a calentamiento en el horno del calorímetro, a una temperatura al menos 30°C superior a la de fusión de PP, en atmósfera de nitrógeno, para evitar la termooxidación de la muestra.

### RESISTENCIA AL AGRIETAMIENTO POR ESFUERZO MEDIOAMBIENTAL (STRESS CRACKING)

La resistencia del polietileno al la fisuración lenta debido a la aplicación de esfuerzos constantes se evalúa mediante los ensayos de Stress Cracking, según método de ensayo normalizado UNE EN 14576:2006. Son ensayos que se realizan en aplicaciones en las que el material está sometido a tensiones de forma constante como pueden ser tuberías de conducción de agua a presión (sometidas a presión de forma permanente), láminas de impermeabilización de embalses (sometidas al peso del agua) o envases o bidones (sometidos a las tensiones ejercidas en el apilamiento o llenado). El ensayo se ha realizado en un equipo de Stress Cracking ubicado en los laboratorios de CETEC (Figura 11). Se obtienen las probetas de ensayo de las plantas moldeadas y se entallan según su esfuerzo de fluencia (Figura 12). En el ensayo se utiliza un tensoactivo (Igepal) que actúa como plastificante y acelera la fisuración, y en función del esfuerzo de fluencia del material, las probetas de ensayo se someten a una tensión longitudinal, mediante aplicación de peso, mientras permanecen sumergidas en una disolución de tensoactivo a 50°C (Figura 13). La resistencia al stress cracking será mayor cuanto mayor sea el tiempo que tardan las probetas sumergidas en romper, tiempo que queda registrado en los temporizadores conectados a los dispositivos o estaciones de cada una de las probetas (Figura 13).



*Figura 10: Baño termostataado para ensayo ESCR*





Figura 11: Equipo para la determinación de la resistencia al stress cracking con baño termostático

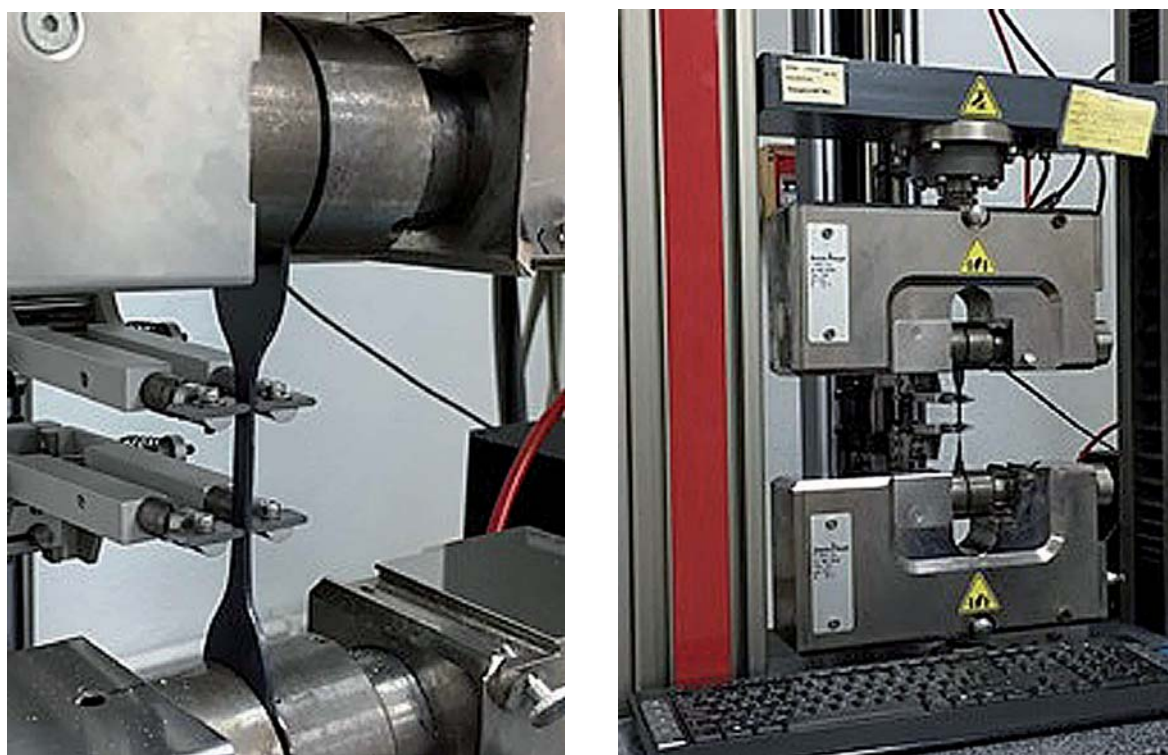


Figura 12: Probetas de ensayo y entallado



*Figura 13: Aplicación de peso longitudinal sobre las probetas sumergidas en tensoactivo. Temporizadores de registro de tiempo de rotura de las probetas.*

Previamente a este ensayo es necesario determinar las propiedades de fluencia del material en una máquina universal de ensayos mediante ensayos de tracción (Figura 14), según método estandarizado UNE-EN ISO 527-1 y UNE-EN ISO 527-2.



*Figura 14: Ensayos de tracción*

## CROMATOGRAFÍA DE PERMEACIÓN EN GEL (GPC)

Los polímeros están formados por moléculas con longitud de cadena variable de diferentes pesos moleculares, por lo que al hablar del peso molecular de un polímero, estamos hablando de pesos moleculares medios y distribución de pesos moleculares. La cromatografía de permeación en gel (GPC) (Figura 16) permite conocer el peso molecular y la distribución de pesos moleculares de los polímeros. El polímero se disuelve (Figura 15) formando las moléculas espirales en la disolución. La disolución se hace pasar por una columna de material poroso (Figura 15) con tamaños de poro similares a los espirales formados por las cadenas de polímero, de manera que las cadenas de mayor tamaño más difíciles de retener pasan primero, y las más pequeñas después. Se logra así una separación de las moléculas del polímero por tamaños. Estas fracciones se hacen pasar por un detector de concentración de manera que se puede cuantificar la porción de moléculas de diferentes pesos moleculares en la muestra, y por tanto el peso molecular medio y la distribución de pesos moleculares.

Los análisis GPC se han realizado en la empresa Polymer Char, expertos en análisis para la caracterización molecular de poliolefinas. Además de la determinación del peso molecular y distribución del peso molecular de los distintos materiales, se han determinado la proporción de cadenas cortas y largas del material, cadenas que influyen en el grado de cristalinidad del polímero, y por tanto en la resistencia ESCR. Para ello se ha utilizado la técnica GPC<sup>1</sup> con los siguientes detectores:

1. Detector por espectroscopía IR: Este detector determina la concentración del polímero, pero además da información sobre las ramificaciones del polímero. Los grupos CH<sub>2</sub> y CH<sub>3</sub> absorben a distintas longitudes de onda del espectro MIR. Mediante espectroscopía MIR se determina la relación de absorbancia de los grupos CH<sub>2</sub>/CH<sub>3</sub>, relación directamente proporcional a la cantidad de cadenas cortas (SCB) medida como CH<sub>3</sub>/1000C<sup>2</sup>.
2. Analizador de la viscosidad intrínseca IVA: capaz de determinar la viscosidad de las distintas fracciones separadas en la columna, de manera que se puede determinar la curva Mark-Houwink<sup>3</sup>, la curva logarítmica de peso molecular frente a viscosidad intrínseca. Las ramificaciones largas aumentan la densidad molecular del polímero disuelto, de manera que para igual peso molecular, la viscosidad intrínseca será menor en un polímero ramificado. El viscosímetro permite determinar la proporción de cadenas largas en el polímero, LCBf/1000C.

1 Monrabal, B., Sancho-Tello, J., Montesinos, J., Tarín, R., Orfín, A., del Hierro, P., & Bas, M. (2012). High temperature gel permeation chromatograph (GPC/SEC) with integrated IR5 MCT detector for polyolefin analysis: a breakthrough in sensitivity and automation.

2 Monrabal, B., & Sancho-Tello, J. (2009). High temperature GPC analysis of polyolefins with infrared detection. LC GC North America, (SEP), 58-59.

3 Daniela Held, Peter Montag, and Wolfgang Radke (2016) Tips & Tricks GPC/SEC: Branching. Analysis. PSS Polymer Standards Service. [www.pss-polymer.com](http://www.pss-polymer.com)





Figura 15: Polímero disuelto

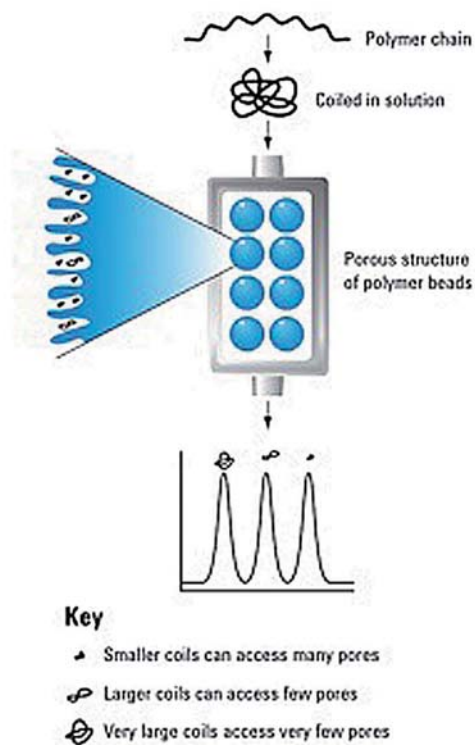


Figura 16: Cromatografía de permeación gel

## MÓDULO DE ENDURECIMIENTO POR DEFORMACIÓN

Diferentes publicaciones, relacionan el módulo de endurecimiento por deformación con la resistencia a la fisuración ESRC<sup>4,5</sup>. La determinación de este módulo es un ensayo que podría predecir la resistencia a la fisuración ESCR y mucho más rápido que el ensayo de Stress Cracking UNE EN 14576:2006, por lo que vamos a comparar estas dos propiedades para verificar esta conexión en los materiales que vamos a desarrollar. La bibliografía describe el ensayo de tracción a realizar para obtener el módulo de endurecimiento, especificando como temperatura de ensayo 80°C y como velocidad de tracción 20 mm/min. Al no disponer de máquina universal de ensayos con cámara para realizar ensayos a alta temperatura, se va a realizar el ensayo a 23°C y a una velocidad de 0,25mm/min (Figura 17). Se trata de ensayos muy lentos, en los que vamos a obtener una curva de esfuerzo/deformación. El módulo de endurecimiento por deformación se va a relacionar con la pendiente de esta curva tras el punto de fluencia, en la zona de deformación plástica del material (Figura 18).



Figura 17: Ensayo de módulo de endurecimiento

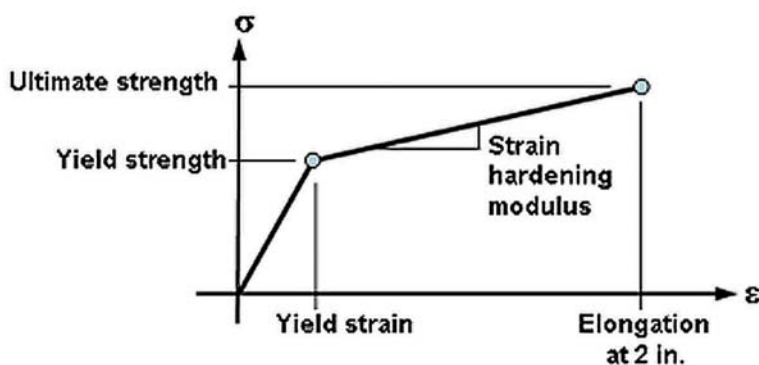


Figura 18: Curva esfuerzo/deformación

$$\text{Módulo de endurecimiento por deformación} = \frac{\text{Esfuerzo de rotura} - \text{Esfuerzo de fluencia}}{\text{Deformación de rotura} - \text{deformación de fluencia}}$$

4 Havermans, L., Kloth, R., & Deblieck, R. (2013). Medida exacta del comportamiento del crecimiento lento de fisuras en materiales de tuberías de HPDE. Plásticos Universales, (176), 70-79

5 Kurelec, L., Teeuwen, M., Schoffeels, H., & Deblieck, R. (2005). Strain hardening modulus as a measure of environmental stress crack resistance of high density polyethylene. Polymer, 46(17), 6369-6379.

## 2.2.2 Resultados

### ESTUDIO REOLÓGICO

A continuación se muestran las curvas de propiedades reológicas para cada uno de los materiales reciclados (Figura 19 y Figura 20), comparándolos con el material de referencia PE 100.

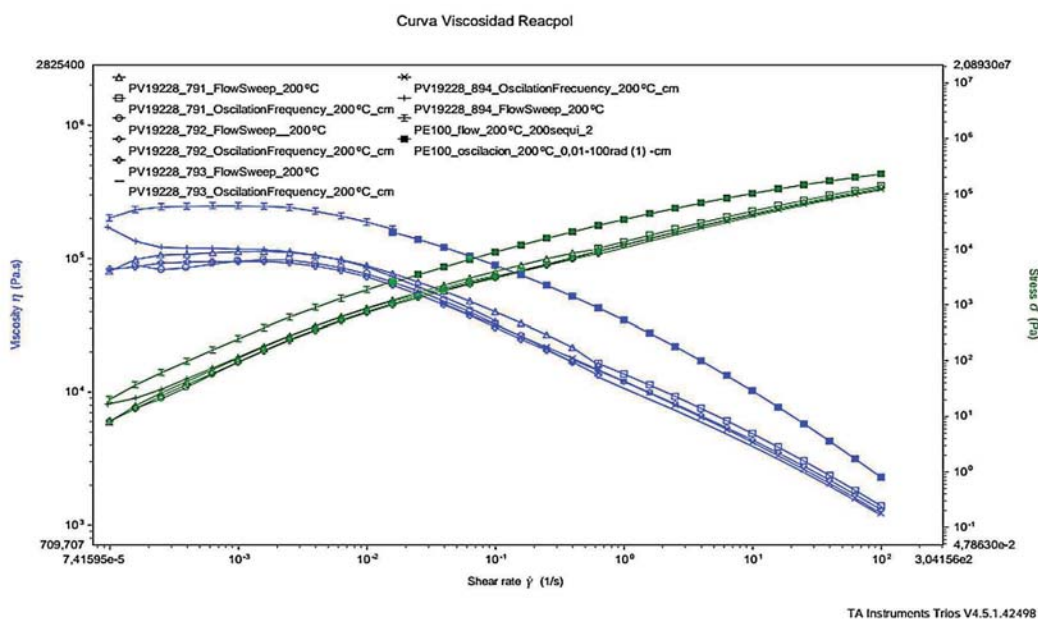


Figura 19: Curvas de flujo de polietilenos reciclados de botella soplada

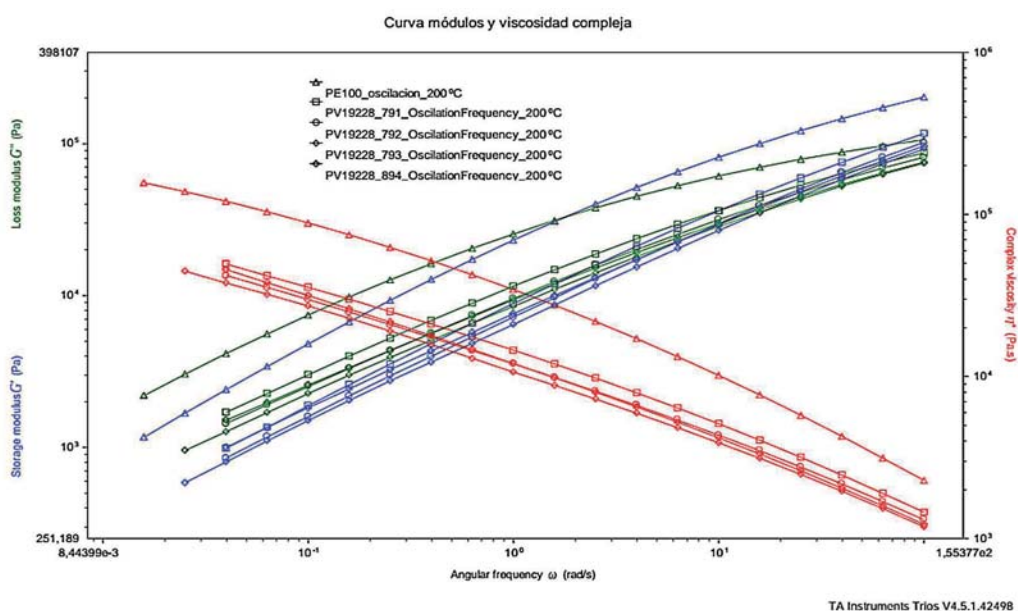


Figura 20: Curvas de módulos y viscosidad compleja de polietilenos reciclados de botella soplada



Los valores de viscosidad y módulos de las muestras de botella soplada son muy parecidos entre si, siendo la muestra PV 19228\_791 la que más se acerca a los valores del polietileno de referencia PE100. La viscosidad aparente y módulos del PE100 son más elevados que los de los polietilenos procedentes de botella soplada postconsumo. Esto es indicativo del mayor peso molecular del PE 100, cualidad que favorece la resistencia ESCR (resistencia al stress-cracking).

## INDICE DE FLUIDEZ

La Tabla 3 muestra los resultados del índice de fluidez de los polietilenos reciclados recogidos como materiales de partida.

MATERIAL	IFM <sub>(190,21,6)</sub> g/10 min	IFM <sub>(190,5)</sub> g/10 min	IFM 21,6kg/IFM 5 kg
PE 200	11,483	0,444	25,86
PV19228.0791	28,703	1,337	21,47
PV19228.0792	40,554	1,879	21,58
PV19228.0793	42,586	1,948	21,86
PV19228.0894	32,118	1,708	18,80
PE 100	8,532	0,2677	31,87

*Tabla 3: Valores IFM de los HDPE reciclados de partida*

Los valores de índice de fluidez obtenidos en los reciclados procedentes de botellas sopladas son más elevados que los del Polietileno PE de referencia, lo que confirma los resultados obtenidos en el estudio reológico, que los polietilenos reciclados tienen un peso molecular medio más bajo que el PE100. La relación IFM 21,6kg/IFM 5 kg está relacionada con la polidispersidad del polímero, o anchura de la distribución de pesos moleculares del polímero, lo que indica que el polietileno de referencia PE100 presenta una distribución de pesos moleculares bimodal más acusada. El PE200 también parece tener un mayor peso molecular medio.

## CONTENIDO DE POLIPROPILENO

La Tabla 4 muestra los valores de contenido de polipropileno de los polietilenos reciclados de partida. Como puede observarse, los polietilenos procedentes de botella soplada tienen cierto grado de contaminación, debido a los tapones de polipropileno.

<b>MATERIAL</b>	<b>% POLIPROPILENO</b>
PE 200	0,00
PV19228.0791	7,29
PV19228.0792	5,22
PV19228.0793	7,39
PV19228.0894	6,90
PE 100	0,00

*Tabla 4: Contenido de polipropileno en los materiales reciclados de partida*

## PROPIEDADES DE TRACCIÓN

En la tabla 5, se muestran las propiedades de tracción en fluencia de los distintos materiales.

<b>MATERIAL</b>	<b>Esfuerzo de tracción en fluencia MPa</b>	<b>Deformación de tracción en fluencia (%)</b>
PE 200	24,43	10,64
PV19228.0791	20,37	11,09
PV19228.0792	22,34	10,07
PV19228.0793	21,89	10,13
PV19228.0894	21,54	10,32
PE 100	22,73	10,06

*Tabla 5: Propiedades de tracción en el punto de fluencia de los reciclados de partida*

<b>MATERIAL</b>	<b>Esfuerzo de tracción en rotura MPa</b>	<b>Deformación de tracción en rotura (%)</b>
PE 200	15,3	136
PV19228.0791	15,0	73,8
PV19228.0792	15,5	38,7
PV19228.0793	19,6	17,7
PV19228.0894	15,1	40,2
PE 100	14,8	125

*Tabla 6: Propiedades de tracción en el punto de rotura de los reciclados de partida*

**RESISTENCIA AL AGRIETAMIENTO POR ESFUERZO MEDIOAMBIENTAL**

Los resultados del ensayo de resistencia a la fisuración lenta o resistencia al agrietamiento por esfuerzo medioambiental (stress cracking) se muestran en la Tabla 7.

<b>MATERIAL</b>	<b>Tiempo de rotura (horas) (Igepal 10%)</b>
PE 200	25,7
PV19228.0791	5,10
PV19228.0792	5,22
PV19228.0793	7,39
PV19228.0894	6,90
PE 100	>700

*Tabla 7: Resultados del ensayo de Stress Cracking en los polietileno reciclados de partida*

Los valores de resistencia al stress-cracking obtenidos son los esperados, a mayor pesos molecular mayor resistencia al stress-cracking.

**CROMATOGRAFÍA DE PERMEACIÓN EN GEL (GPC)**

La Tabla 8 y la Figura 21 muestran los resultados del análisis GPC, en los que se determina el peso molecular medio, distribución de peso molecular y fracción de ramificaciones cortas, propiedades que definen la estructura molecular de polímero.

<b>PROPIEDADES</b>	<b>PE 100</b>	<b>PE200</b>	<b>PV19228.0791</b>
Mw (g/mol)	273000	197000	165100
Mn (g/mol)	7400	11900	12600
Mw / Mn	36.9	16.6	13.2
Mz (g/mol)	1650000	1162000	1027000
Mp (g/mol)	32000	59000	49400
Mv (g/mol)	191000	147000	121780
IVmwd (dL/g)	2.98	2.46	2.15
Bulk CH3/1000TC	9.3	6.2	17
Bulk SCB/1000TC	5.6	3.9	15
Mass Recovery (%)	100	99	98

*Tabla 8: Resultados del análisis GPC de los polietilenos de partida*



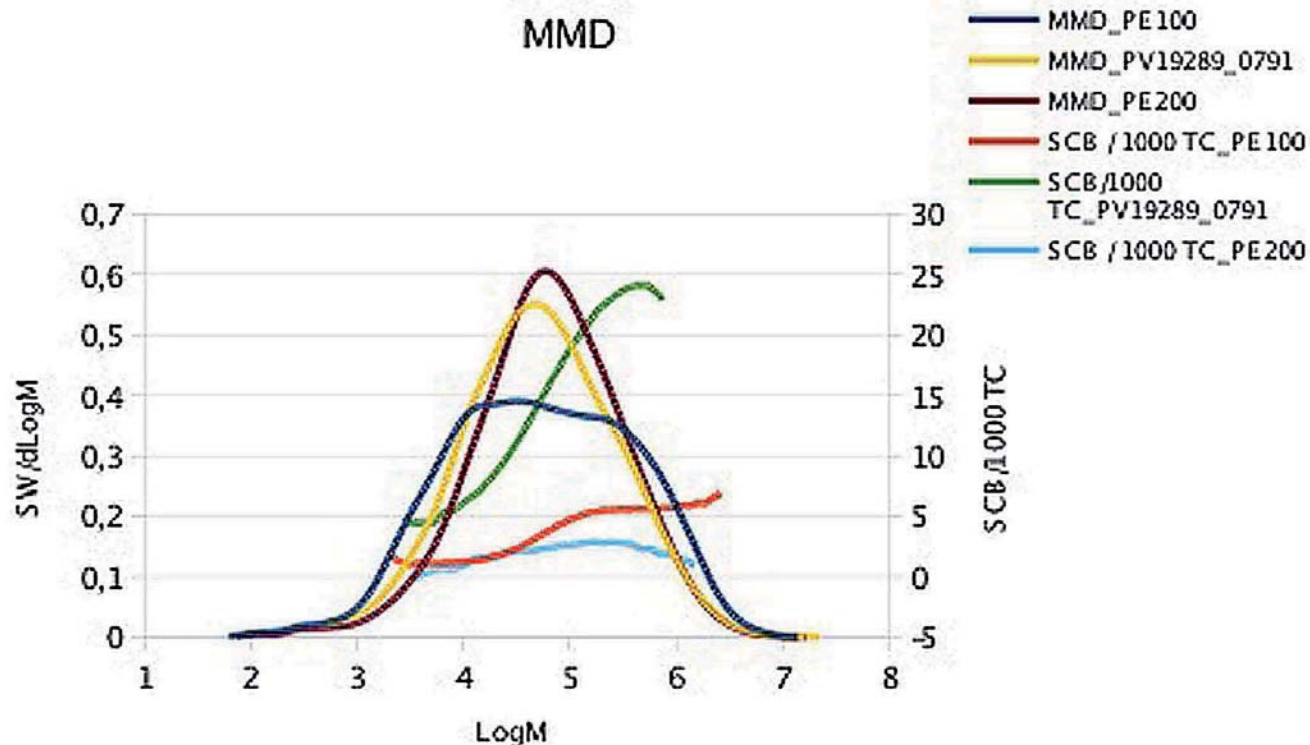


Figura 21: Curvas de distribución de peso molecular y proporción de ramificaciones de cadena corta de los polietilenos de partida

El PE 100 es un polímero con una distribución molecular claramente bimodal, y con proporción de ramificaciones de cadena corta que aumentan al aumentar el peso molecular de la cadena de polímero, esta estructura unido al alto peso molecular medio (~270.000 g/mol), hacen que este material tenga una elevada resistencia al stress cracking. El polietileno reciclado procedente de botella soplada, presenta una estructura bimodal menos ancha y un peso molecular menor (165.000 g/mol) por lo que su resistencia al stress cracking es menor. El PE 200 presenta un peso molecular intermedio y por tanto una resistencia al stress cracking entre la del PE100 y PE de botella soplada.

## CONCLUSIONES

La muestra PE 200 muestra unas propiedades más parecidas el PE100, pero es un material reciclado menos abundante, ya que no procede de residuos urbanos. Todas las muestras analizadas muestran unas propiedades muy parecidas, la PV19228.0791 es la que presenta unas propiedades más cercanas a las del PE 100, aunque con poca diferencia con respecto al resto, por lo que va a ser la muestra a partir de la cual se van a preparar las mezclas.

## 3 Preparación de mezclas de polietilenos reciclados y caracterización

### 3.1 Preparación de mezclas de polietilenos reciclados

Se han preparado 4 mezclas de polietilenos con diferente concentración de material reciclado, para evaluar como afecta la cantidad de material reciclado añadida, a las propiedades de la mezcla final. Esta mezcla se ha preparado en una extrusora doble husillo corrotante (Figura 22), Leistritz L/D=40 D=18, ubicada en la planta piloto de CETEC, con una capacidad de mezclado máxima de 10Kg/h.



*Figura 22: Extrusora doble husillo corrotante*

La mezcla de materiales se funde en la zona de plastificación, y los husillos mezclan y empujan la masa fundida hasta la boquilla de la extrusora, y se obtiene un macarrón que se enfría en baño de agua y se corta en forma de grano o granza (Figura 23 y Figura 24).

A partir de la granza, se moldea el material en planchas, de las cuales se troquelan las probetas de ensayo (Figura 25)





*Figura 23: Extruido y granceado del las mezclas*



*Figura 24: Material en forma de granza*



*Figura 25: Planchas de mezclas con material reciclado*



Se han preparado en total 4 mezclas, cuya composición se muestra en la Tabla 9.

MEZCLA	HDPE PE 100	HDPE PV19228.0791 Reciclado de botella soplada de residuo urbano
M1-PV19289.1074	90%	10%
M2-PV19289.1075	80%	20%
M3-PV19289.1076	70%	30%
M4-PV19289.1077	60%	40%

*Tabla 9: Composición de las mezclas con material reciclado*

### 3.2 Caracterización de las mezclas de polietilenos reciclados

Se han realizado sobre las mezclas los mismos ensayos de caracterización que los realizados en los materiales de partida, y que ya se han descrito anteriormente:

1. Índice de fluidez
2. Propiedades de tracción
3. Stress Cracking
4. Estudio reológico

Con los resultados obtenidos se puede conocer cómo afecta la cantidad de material reciclado añadido a las propiedades de la mezcla final, y por tanto cuál es la cantidad máxima que se puede añadir para que el material cumpla las especificaciones requerida para su uso final (tubería, geomembranas).

#### 3.2.1 Índice de fluidez

Las mezclas fueron ensayadas a 190°C, con pesas de 5 Kg y 21,6 Kg, los resultados se muestran en la Tabla 10, comparandolos con el PE100 de referencia.

MATERIAL	IFM <sub>(190,21,6)</sub> g/10 min	IFM <sub>(190,5)</sub> g/10 min	IFM 21,6kg/IFM 5 kg
M1-PV19289.1074	11,11	0,370	30,03
M2-PV19289.1075	11,98	0,431	27,80
M3-PV19289.1076	14,42	0,456	31,62
M4-PV19289.1077	15,43	0,504	30,62
PE 100	8,532	0,268	31,87

*Tabla 10: Valores IFM de las mezclas con material reciclado*

El índice de fluidez de las mezclas aumenta conforme aumenta la cantidad de material reciclado, evolución coherente con los valores de índice de fluidez de los materiales de partida usados en la mezcla.

### 3.2.2 Propiedades de tracción

MATERIAL	Esfuerzo de tracción en fluencia MPa	Deformación de tracción en fluencia (%)
M1-PV19289.1074	23,47	8,62
M2-PV19289.1075	22,60	8,63
M3-PV19289.1076	23,19	8,16
M4-PV19289.1077	23,34	8,33
PE 100	22,73	10,06

*Tabla 11: Propiedades de tracción en el punto de fluencia de las mezclas con reciclado*

MATERIAL	Esfuerzo de tracción en rotura MPa	Deformación de tracción en rotura (%)
M1-PV19289.1074	15,0	88,3
M2-PV19289.1075	14,5	72,2
M3-PV19289.1076	14,3	105,2
M4-PV19289.1077	14,0	40,2
PE 100	14,8	125

*Tabla 12: Propiedades de tracción en el punto de rotura de las mezclas con reciclado*

### 3.2.3 Resistencia al stress cracking ESCR

Los resultados del ensayo de resistencia al stress cracking se muestran en la Tabla 13.

MATERIAL	Tiempo de rotura (horas) (Igepal 10%)
M1-PV19289.1074 (10%PE reciclado)	>700
M2-PV19289.1075 (20%PE reciclado)	492
M3-PV19289.1076 (30%PE reciclado)	238
M4-PV19289.1077 (40%PE reciclado)	96
PE 100	>700

*Tabla 13: Resultados del ensayo de Stress Cracking en las mezclas con material reciclado*

Conforme aumenta la cantidad de PE reciclado procedente de botella soplada, disminuye la resistencia al stress cracking del material

### 3.2.4 Reología

A continuación se muestran las curvas obtenidas en los ensayos de flujo y oscilatorio realizados en las mezclas de polietileno reciclado y polietileno virgen (Figura 26 y Figura 27).

Como era de esperar, al aumentar la proporción de material reciclado, disminuyen la viscosidad y los módulos  $G'$  y  $G''$ .

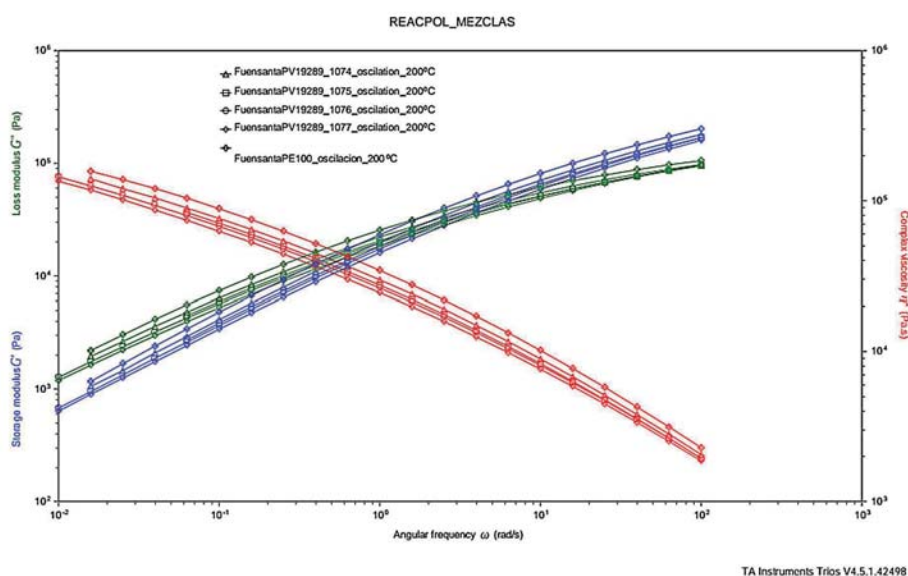


Figura 26: Curvas de módulos y viscosidad compleja de las mezclas con polietilenos reciclados

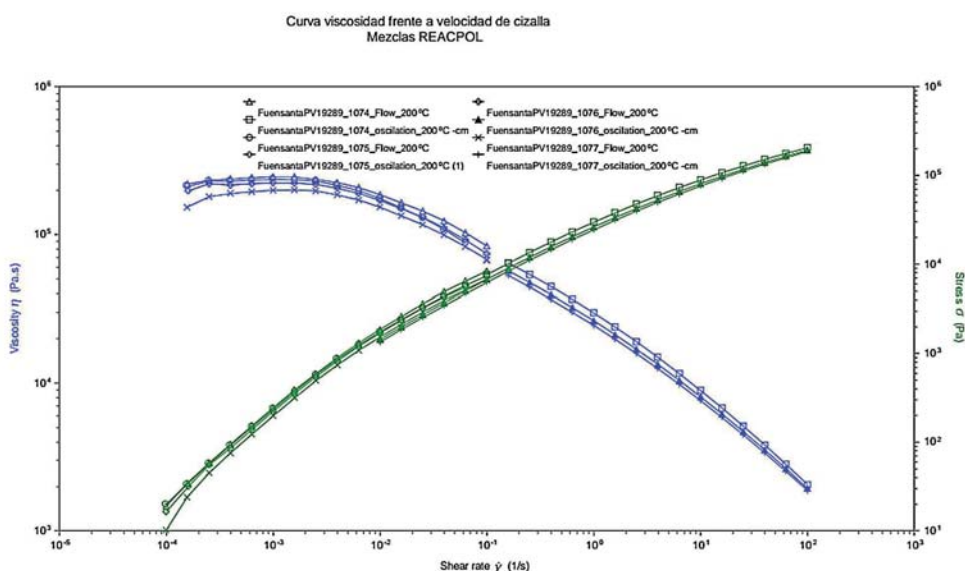


Figura 27: Curvas de viscosidad frente a esfuerzo de cizalla de las mezclas con polietilenos reciclados



## 4 Extrusión reactiva de las mezclas y caracterización

### 4.1 Extrusión reactiva de los polietileno reciclados

Para la extrusión reactiva, se han utilizado dos tipos de sustancias reticulantes:

1. Hexametilene-1,6-di-maleimida (HDBMI), con nombre comercial Nexamite, el mecanismo de extrusión reactiva se basa en reacciones de adición a partir de los radicales que se han producido en el polietileno por termooxidación durante el proceso de moldeo a altas temperaturas (Figura 28).

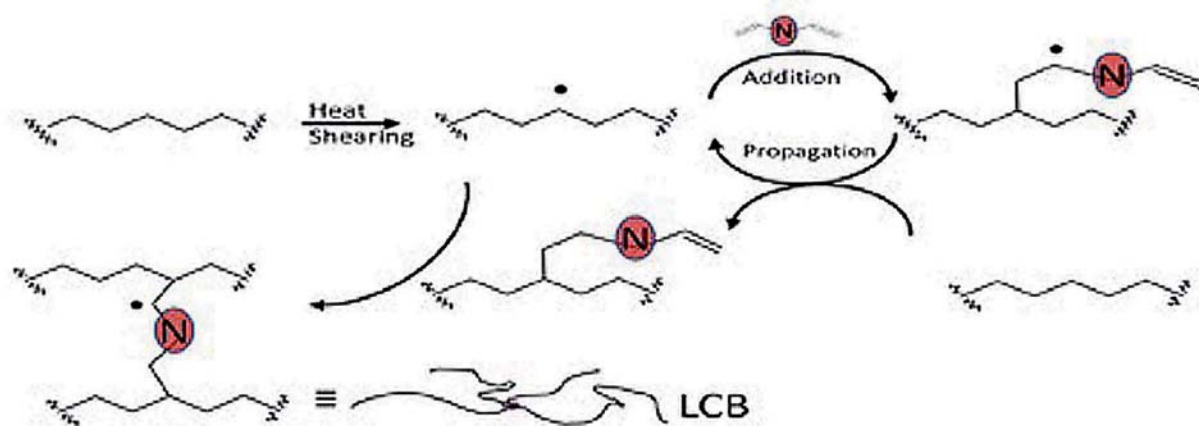


Figura 28: Mecanismo de reacción reactiva de polietileno con HDBMI

2. Peróxido de dicumilo, que produce una reticulación del polietileno, mediante la reacción de los radicales peróxido ( $RO\cdot$ ), que a su vez generan radicales libres de cadenas de polímero que se unen entre sí (Figura 29).

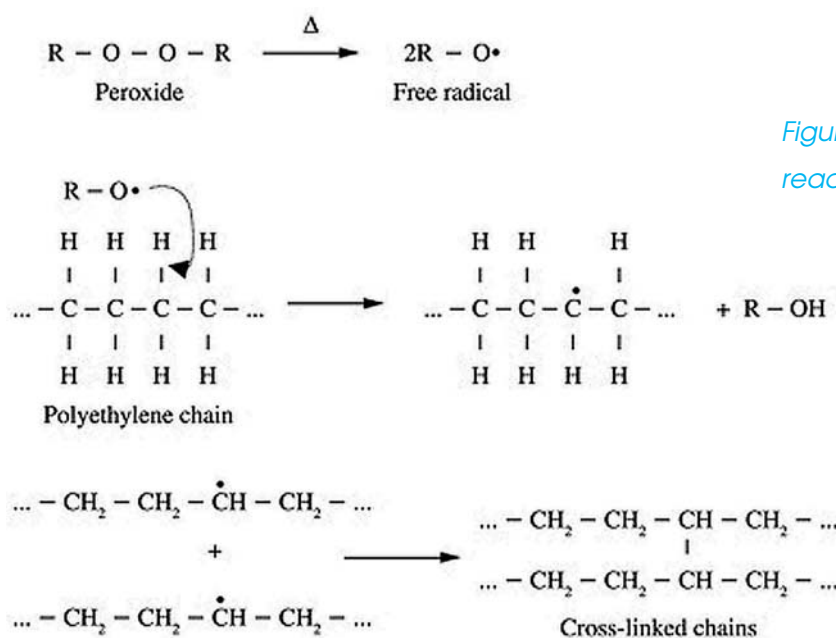


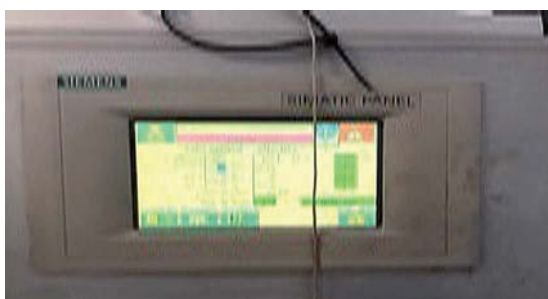
Figura 29: Mecanismo de extrusión reactiva con peróxido orgánico

Se ha utilizado para la extrusión reactiva de los polietilenos reciclados, una extrusora doble husillo corrotante, que facilita la homogeneización del material y permite el granulado del mismo. Se han realizado las siguientes extrusiones reactivas con los dos tipos de retícula, a partir de HDPE procedente de botella soplada postconsumo, modificando la proporción de estos reticulantes (Tabla 14).

MEZCLA	Reticulante	HDPE PV19228.0791 Reciclado de botella soplada de residuo urbano
PV19289.1146	1 % HDBMI	99,0%
PV19289.1147	2% HDBMI	98,0%
PV19289.1148	1,5% peróxido dicumilo	98,5%
PV19289.1249	4% HDBMI	96,0%
PV19289.1250	0,15% peróxido dicumilo	99,9%

*Tabla 14: Polietileno reciclado con reticulante*

Las condiciones de la extrusora durante la extrusión de reactiva se muestran en la Figura 30.



*Figura 30: Condiciones de la extrusión reactiva*

Se ha realizado el análisis GPC de los materiales tras la extrusión reactiva, para determinar la influencia de los reticulantes en la estructura del polímero. Los resultados se muestran en la Tabla 15 y Figura 31. La distribución de ramificaciones cortas SCB, más numerosas en las cadenas de alto peso molecular, es indicativo de que, aunque la distribución no aparenta claramente bimodal, el troceado de HDPE de botella soplada tiene una distribución bimodal. Además se observa algún nodo en los cromatogramas crudos entre 17-18mL y 21-22mL (Figura 32). El valor de Viscosity ratio, es la relación entre la viscosidad calculada por el método convencional (IV<sub>cc</sub> que solo tiene en cuenta la cadena principal del polímero) y la viscosidad real calculada con el viscosímetro (IV Bulk). Estos valores son mayores que 1, lo que es indicativo de que hay ramificaciones largas en el polímero.

<b>RESULTADOS</b>	<b>PV19228.0791 HDPE reciclado</b>	<b>PV19289.1147 2%HDBMI</b>	<b>PV19289.1249 4% HDBMI</b>	<b>PV19289.1250 0,15% peróxido</b>
Mw (g/mol)	165100	159700	161000	153900
Mn (g/mol)	12600	12000	12400	12200
Mw / Mn	13,2	13,3	13,0	12,7
Mz (g/mol)	1027000	940000	982000	793000
Mp (g/mol)	49400	48700	49000	50800
Mv (g/mol)	121780	118400	119203	115951
IVcc (dL/g)	2,15	2,10	2,12	2,07
Bulk CH3/1000TC	17	19	18	20
Bulk SCB/1000TC	15	17	16	18
<b>Resultados con viscosímetro</b>	<b>PV19228.0791 HDPE reciclado</b>	<b>PV19289.1147 2%HDBMI</b>	<b>PV19289.1249 4% HDBMI</b>	<b>PV19289.1250 0,15% peróxido</b>
Mw (UC) (g/mol)	189800	190800	181900	197200
Mn (UC) (g/mol)	12200	12500	11200	13800
Mz (UC) (g/mol)	1444000	1509000	1191000	1609000
IVbulk (dL/g)	1,74	1,75	1,73	1,77
LCBf/1000C del Viscometro	0,004	0,003	0,005	0,004
Viscosity Ratio	1,21	1,21	1,21	1,21

*Tabla 15: Resultados del análisis GPC de los polietilenos de partida*



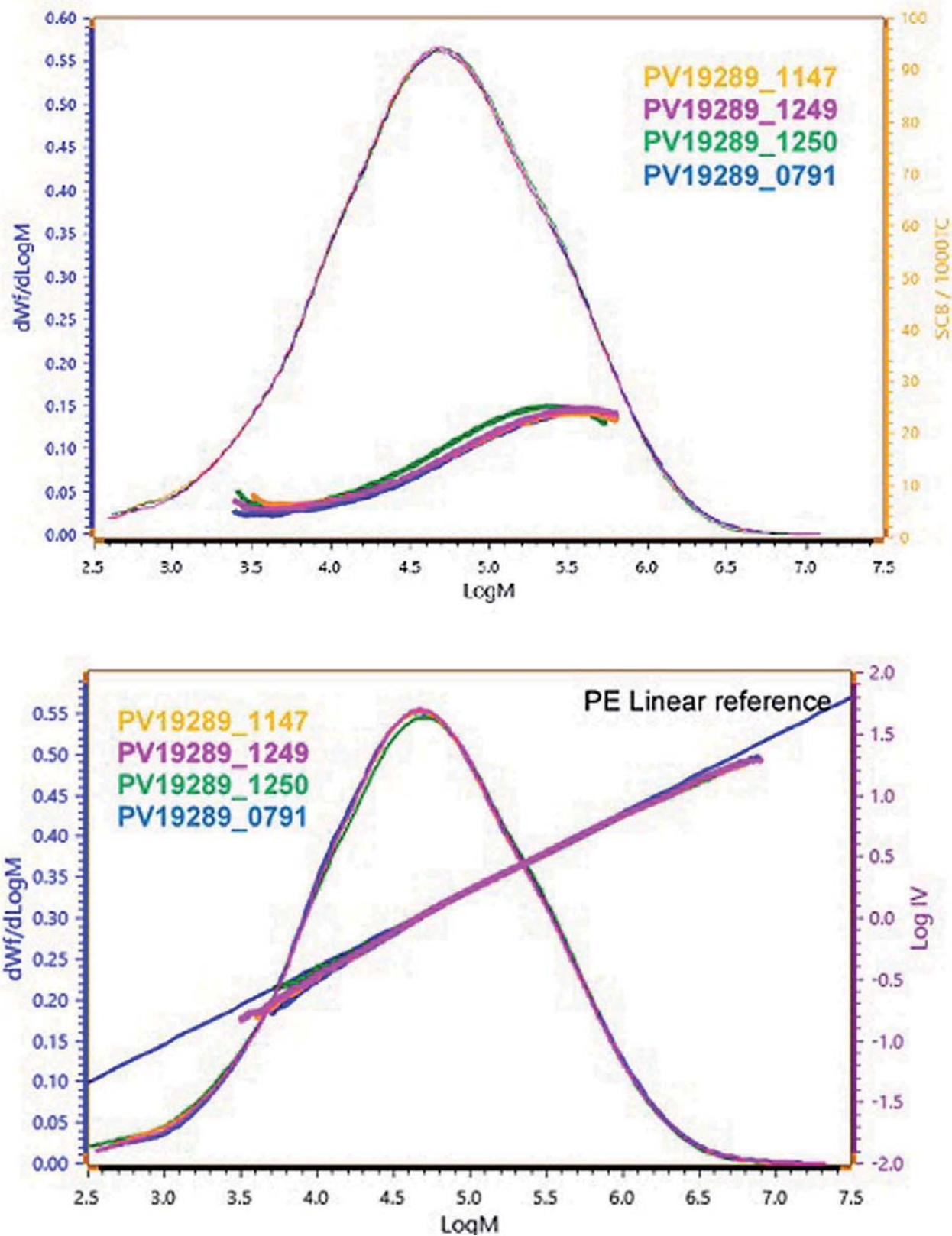


Figura 31: Curva de distribución de pesos moleculares, viscosidad intrínseca y cadenas cortas

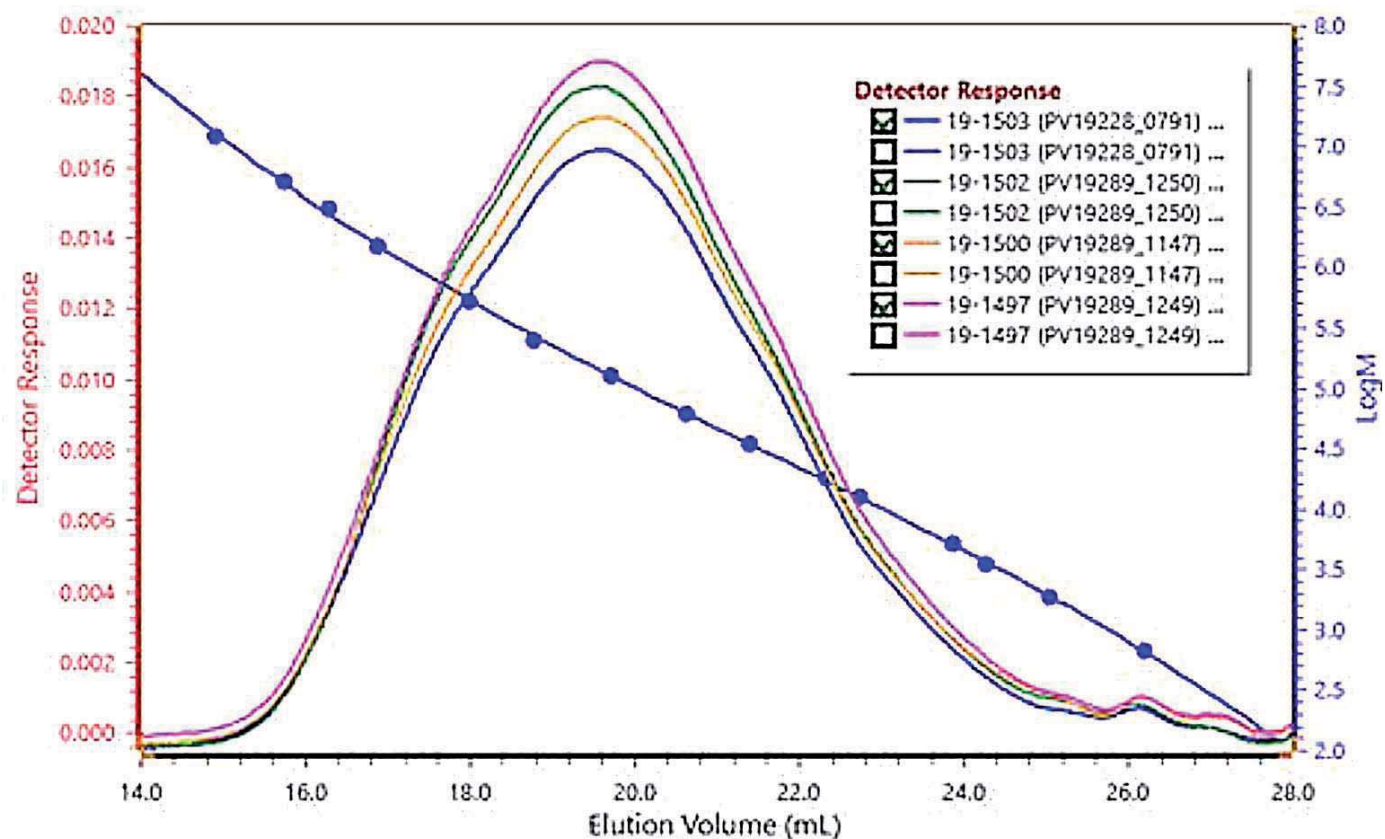


Figura 32: Cromatogramas GPC crudos

El hecho de que los materiales contengan polipropileno (Tabla 4), hace que sea difícil establecer el aumento de ramificaciones largas experimentado por la extrusión reactiva, ya que el polipropileno aporta grupos metilo de extremo de cadena que distorsionan la relación  $CH_3/1000TC$ . Aún así, se observa un ligero aumento de la porción de ramificaciones largas tras la extrusión reactiva.

El grano obtenido se seca en estufa y se preparan planchas para su caracterización (Figura 33)



Figura 33: Planchas de material con reciclado tras extrusión reactiva

La Tabla 16 muestra los distintos materiales preparados tras la extrusión reactiva

MEZCLA	Reticulante	HDPE PE 100	HDPE PV19228.0791 Reciclado de botella soplada de residuo urbano
PV19364.1295	0,15% peróxido dicumilo	-	99,5%
PV19364.1296	4% HDBMI	-	96,0%
PV19364.1297	1,2% HDBMI	70%	28,8%
PV19364.1298	1,6% HDBMI	60%	38,4%
PV19364.1299	0,045% peróxido dicumilo	70%	29,95%
PV19364.1300	0,06% peróxido dicumilo	60%	39,94%

Tabla 16: Composición de las mezclas con material reciclado tras extrusión reactiva

## 4.2 Caracterización del HDPE reciclado tras la extrusión reactiva

### 4.2.1 Propiedades viscoelásticas

La Figura 34 muestra las propiedades viscoelásticas del material reciclado de botella soplada, tras la extrusión reactiva, resultantes de los ensayos reológicos en reómetro rotacional.

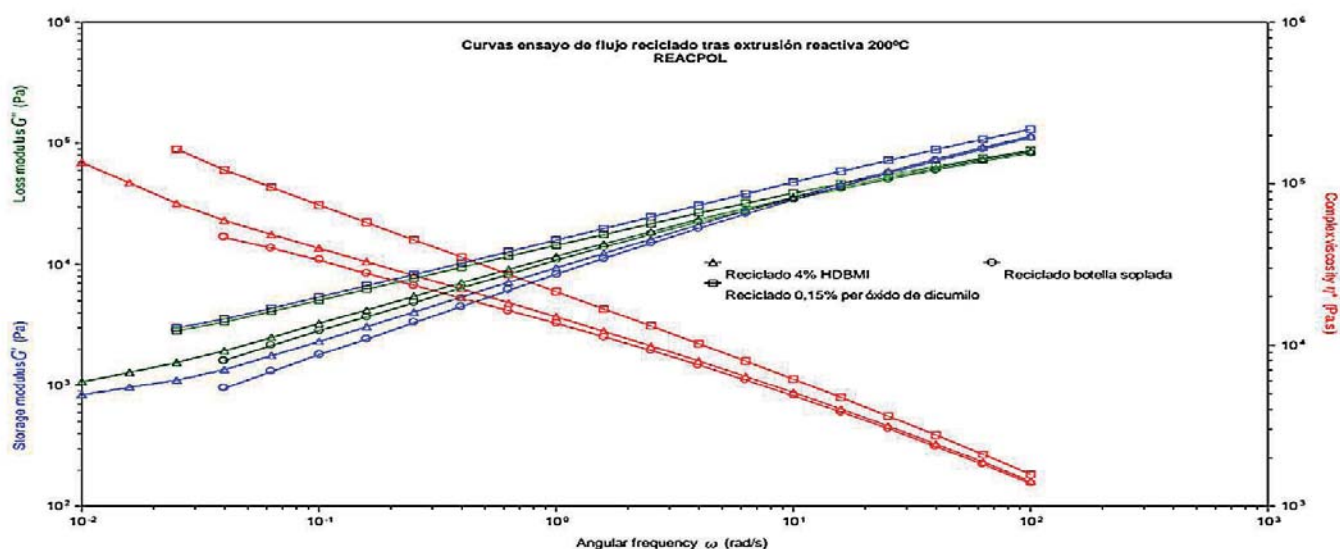


Figura 34: Propiedades viscoelásticas del material reciclado tras la extrusión reactiva



Se observa un aumento de la viscosidad aparente, y módulo de pérdida y almacenamiento del reciclado tras la extrusión reactiva, lo que es indicativo de la efectividad de entrecruzamiento durante la extrusión, más eficiente en el caso del peróxido. Cantidades pequeñas del peróxido (0,5%) logran un mayor entrecruzamiento que cantidades mayores de HDBMI (4%), con una mejora de las propiedades viscoelásticas del material.

#### 4.2.2 Determinación del índice de fluidez

MATERIAL	IFM <sub>(190,21,6)</sub> g/10min	IFM <sub>(190,5)</sub> g/10min	IFM 21,6kg/IFM 5kg
M1-PV19228.0791 HDPE Reciclado	28,70	1,337	21,47
PV19289.1146 1% HDBMI	29,02	1,312	22,12
PV19289.1147 2% HDBMI	29,08	1,313	31,62
PV19289.1148 1,5% peróxido	0,234	No fluye	-
PV19364.1295 0,15% peróxido de dicumilo	23,69	0,614	38,58
PV19364.1296 4% HDBMI	30,75	1,382	22,25

*Tabla 17: IFM del HDPE reciclado tras la extrusión reactiva*

El mayor entrecruzamiento se produce con el peróxido de dicumilo. La cantidad del 1,5 % de peróxido es excesiva, aumentando tanto la viscosidad del plástico que no se produce su flujo, por lo que se decidió disminuir la cantidad de peróxido hasta el 0,15%.

#### 4.2.3 Determinación de la resistencia al stress cracking ESCR

En la Tabla 18 se muestran los cambios en la resistencia al stress cracking del polietileno reciclado, tras la extrusión reactiva.

<b>MATERIAL</b>	<b>Tiempo de rotura (horas) (Igepal 10%)</b>
PV19228.0791 HDPE reciclado	5,10
PV19289.1146 1% HDBMI	4,45
PV19289.1147 2% HDBMI	3,40
PV19289.1148 1,5% peróxido	6,82
PV19364.1295 4% HDBMI	4,78
PV19364.1296 0,15% peróxido	5,22

*Tabla 18: Resultados del ensayo de Stress Cracking del HDPE reciclado tras la extrusión reactiva*

El material reciclado, por si solo, no muestra una mejora de la resistencia al stress cracking suficiente como para ser usado en tuberías de conducción de agua a presión, por lo que se va a estudiar posteriormente el efecto en mezclas con PE100.

#### 4.2.4 Propiedades de tracción de HDPE reciclado tras la extrusión reactiva

<b>MATERIAL</b>	<b>Esfuerzo de tracción en fluencia MPa</b>	<b>Deformación de tracción en fluencia (%)</b>
PV19228.0791 HDPE reciclado	20,37	11,09
PV19289.1146 1% HDBMI	24,23	8,60
PV19289.1147 2% HDBMI	24,38	8,32
PV19289.1148 1,5% peróxido	22,29	10,25
PV19364.1295 4% HDBMI	23,50	10,69
PV19364.1296 0,15% peróxido	22,97	10,87

*Tabla 19: Propiedades de tracción en el punto de fluencia de las mezclas con reciclado*

MATERIAL	Esfuerzo de tracción en rotura MPa	Deformación de tracción en rotura (%)
PV19228.0791 HDPE reciclado	15,01	73,8
PV19289.1146 1% HDBMI	14,00	50,50
PV19289.1147 2% HDBMI	14,00	42,00
PV19289.1148 1,5% peróxido	16,86	56,43
PV19364.1295 4% HDBMI	14,99	50,25
PV19364.1296 0,15% peróxido	14,98	105,0

Tabla 20: Propiedades de tracción en el punto de rotura de las mezclas con reciclado

Se observa una mejora en el esfuerzo de fluencia tras la extrusión reactiva, sobre todo usando HDBMI, que podría dar lugar a una mejora de la resistencia al Stress Cracking

### 4.3 Caracterización de las mezclas tras la extrusión reactiva

Se han preparado mezclas de PE100 con el material reciclado tras la extrusión reactiva, y se han caracterizado comparando los resultados con los obtenidos con las mezclas y reciclado sin la extrusión reactiva.

#### 4.3.1 Propiedades viscoelásticas

La Figura 35 muestra las propiedades viscoelásticas de los materiales tras la extrusión reactiva

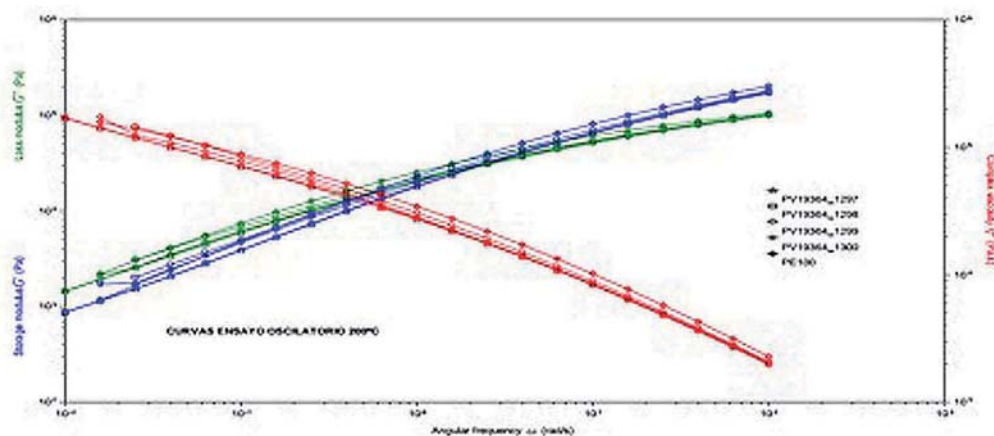


Figura 35: Propiedades viscoelásticas de las muestras tras la extrusión reactiva



Las mezclas con peróxido son las que muestran unas propiedades viscoelásticas más próximas a las del PE100

#### 4.3.2 Determinación del índice de fluidez

MATERIAL	IFM <sub>(190,21,6)</sub> g/10min	IFM <sub>(190,5)</sub> g/10min	IFM 21,6kg/IFM 5kg
PV19364.1297 30% de reciclado con 4% de HDBMI	12,76	0,438	29,13
PV19364.1298 40% de reciclado con 4% de HDBMI	13,08	0,461	28,37
PV19364.1299 30% de reciclado con 0,15% de perox	11,49	0,359	32,00
PV19364.1300 40% de reciclado con 0,15% de perox	11,95	0,400	29,88
30% reciclado	14,42	0,456	31,62
40% reciclado	15,43	0,504	30,62
PE 100	8,532	0,268	31,87

Tabla 21: IFM del las mezclas de PE 100 y HDPE reciclado tras la extrusión reactiva

#### 4.3.3 Determinación de la resistencia al stress cracking ESCR

MATERIAL	Tiempo de rotura (horas) (Igepal 10%)
PV19364.1297 30% de reciclado con 4% de HDBMI	478,15
PV19364.1298 40% de reciclado con 4% de HDBMI	131,34
PV19364.1299 30% de reciclado con 0,15% de perox	236,80
PV19364.1300 40% de reciclado con 0,15% de perox	132,06
10% reciclado	>700
20% reciclado	492
30% reciclado	238
40% reciclado	96

Tabla 22: Resultados del ensayo de Stress Cracking las mezclas de PE 100 y del HDPE reciclado tras la extrusión reactiva

Como puede verse en la Tabla 22, las mezclas con reciclado modificado con 4% HDBMI, mejoran considerablemente su resistencia al Stress Cracking, de manera que se puede incrementar el contenido de reciclado, de un 20% a un 30%, manteniendo la resistencia ESCR. Se consigue aumentar al doble la resistencia ESCR de las mezclas con 30% de reciclado, con una concentración de HDBMI de 1,2% en la mezcla final.

#### 4.3.4 Propiedades de tracción de HDPE reciclado tras la extrusión reactiva

MATERIAL	Esfuerzo de tracción en fluencia MPa	Deformación de tracción en fluencia (%)
PV19364.1297 30% de reciclado con 4% de HDBMI	22,94	10,38
PV19364.1298 40% de reciclado con 4% de HDBMI	23,72	10,14
PV19364.1299 30% de reciclado con 0,15% de perox	23,51	9,79
PV19364.1300 40% de reciclado con 0,15% de perox	23,50	10,69
30% reciclado	23,19	8,16
40% reciclado	23,34	8,33

Tabla 23: Propiedades de tracción en el punto de fluencia de las mezclas con reciclado

MATERIAL	Esfuerzo de tracción en rotura MPa	Deformación de tracción en rotura (%)
PV19364.1297 30% de reciclado con 4% de HDBMI	14,90	101,6
PV19364.1298 40% de reciclado con 4% de HDBMI	14,90	73,00
PV19364.1299 30% de reciclado con 0,15% de perox	15,40	29,10
PV19364.1300 40% de reciclado con 0,15% de perox	15,95	50,0
30% reciclado	14,3	105,2
40% reciclado	14,0	40,2

Tabla 24: Propiedades de tracción en el punto de rotura de las mezclas con reciclado

## RESULTADOS DE MÓDULOS DE ENDURECIMIENTO POR DEFORMACIÓN

Se han determinado los módulos de endurecimiento por deformación de varios de los materiales preparados, y se han comparado con los valores de resistencia al Stress Cracking, con el fin de determinar la correlación de estas dos propiedades. La Tabla 25 muestra que, el ensayo de módulo de endurecimiento, tal y como se ha realizado, no está correlacionado con la resistencia ESCR.

Muestra	Módulo de endurecimiento MPa	Resistencia ESCR (horas)
1074	0,54	>700
1075	0,24	492
1076	0,43	238
1077	0,36	96
1146	1,54	4,45
1147	0,74	3,40
1148	-5,07	6,82

*Tabla 25: Comparativa Módulo de Endurecimiento y resistencia ESCR*

Se ha intentado calcular el módulo de endurecimiento por deformación a 80°C en mediante DMA (análisis dinámomecánico), pero la deformación experimentada por las probetas es superior a la capacidad de medida del equipo.

## 4.4 Conclusiones

El reactivo HDBMI permite incrementar al doble la resistencia la stress cracking ESR de mezclas con material reciclado de hasta el 30%. La efectividad de la extrusión se ha verificado con el estudio de las propiedades viscoelásticas propiedades , con una aumento de la viscosidad, pero sobre todo, con un aumento del módulo de almacenamiento, debido al aumento de las ramificaciones de cadena larga del polímero. El análisis GPC muestra este aumento de las ramificaciones de cadena larga LCB, aunque la presencia de polipropileno en el reciclado puede haber distorsionado los resultados del análisis. Aunque el peróxido produce una reticulación del polímero, y un aumento de su viscosidad en fundido, el aumento de la resistencia a la fisuración lenta es menos efectivo, y el control de la viscosidad en fundido del polímero tras la extrusión más difícil.



## 5 Redacción del protocolo de procesos de extrusión reactiva y elaboración de las hojas técnicas de productos

### 5.1 Protocolo del proceso

El proceso de reticulación mediante el mecanismo de extrusión reactiva basado en reacciones de adición a partir de los radicales que se han producido en el polietileno por termooxidación, durante el proceso de moldeo a altas temperaturas (Figura 28), con el aditivo Hexametileno-1,6-di-maleimida (HDBMI), parece ser más efectivo que la reticulación por peróxidos, para la mejora de la resistencia ESCR de los polietilenos reciclados. Esta adición basada en formación de ramificaciones de cadena larga, en vez de unión entre cadenas del polímero, parece más controlable y más efectiva a la hora de mejorar la fisuración a largo plazo de los HDPE. La reticulación por peróxidos modifica en mayor medida la reología del material, sin mejorar de manera más efectiva la resistencia ESCR. El mecanismo de reacción de HDBMI, se basa en los radicales libres presentes en el polímero por la termooxidación sufrida, por lo que el uso de antioxidantes durante el proceso de extrusión reactiva es desaconsejado para la efectividad de la reacción que se quiere lograr.

Durante el proceso de extrusión los parámetros que favorecen la efectividad del aditivo HDBMI son:

1. El tiempo de permanencia en la mezcla en la extrusora.
2. La temperatura de extrusión
3. Procesos de extrusión con mayor cizalla.

Dependiendo del material que se vaya a modificar así como de su contenido en antioxidantes, se deben ajustar estos parámetros con el fin de lograr el mayor incremento en el valor ESCR posible.

### 5.2 Hoja técnica de producto

La muestra la hoja técnica de una mezcla basada en HDPE del tipo PE100 y HDPE reciclado de botella soplada procedente de residuo urbano, con alta resistencia a la fisuración lenta ESCR.

Polímero base	HDPE PE100
CONTENIDO DE MATERIAL RECICLADO	30%
CONTENIDO DE HDBMI	1%-1,5%
Resistencia a la fisuración lenta ESCR UNE EN 14576:2006 10% Igepal 50°C	478 horas
Esfuerzo de fluencia (MPa) UNE-EN ISO 527	22,24 MPa
Esfuerzo de rotura (MPa) UNE-EN ISO 527	14,90 MPa
Deformación de fluencia UNE-EN ISO 527	10,4 %
Deformación de fluencia % UNE-EN ISO 527	101,6 %
IFM <sub>190,5</sub> ISO 1133	0,438 g/10 min
IFM <sub>190,21,6</sub> ISO 1133	28,70 g/10 min

# **REACPOL**

## Memoria de ejecución



**Desarrollo de poliolefinas recicladas  
de altas prestaciones mecánicas mediante extrusión reactiva**