



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA

CAMPUS D'ALCOI

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Escuela Politécnica Superior de Alcoy

Nuevos materiales ecoeficientes basados en la
revalorización de residuos del sector textil

Trabajo Fin de Máster

Máster Universitario en Ingeniería, Procesado y Caracterización de
Materiales

AUTOR/A: Kuryk , Andrii

Tutor/a: Sánchez Nacher, Lourdes

Cotutor/a externo: LASCANO AIMACAÑA, DIEGO SEBASTIAN

CURSO ACADÉMICO: 2021/2022

RESUMEN

“Nuevos materiales ecoeficientes basados en la revalorización de residuos del sector textil”

El siguiente trabajo de final de Máster tiene como finalidad la evaluación y caracterización de las propiedades mecánicas, morfológicas y térmicas de residuos provenientes de la industria textil para su posterior implementación junto con polímeros comunes como puede ser la poliamida para desarrollar nuevas combinaciones de materiales ecoeficientes.

El presente documento consta de una primera parte introductoria donde se analiza el contexto medioambiental de los últimos años, se repasa el origen del mencionado residuo textil, comúnmente conocido como “borra”. Y se repasa las propiedades y limitaciones de nuestra matriz, siendo esta la ya mencionada poliamida.

En la segunda etapa de este proyecto se realiza una descripción tanto del proceso de conformado de las probetas de ensayo de las diferentes mezclas, como de los diferentes métodos de ensayo empleados para la caracterización de dichas probetas.

Finalmente, tras la evaluación de los resultados, se cumple el planteamiento inicial planteado, al conseguir la obtención de un material compuesto ecoeficiente a partir de la combinación de una matriz de poliamida 6 con notables cantidades de residuo textil. Lo que supone una disminución de los costes de producción en cuanto a la materia prima y una mejor forma de aprovechamiento de este tipo de residuo.

PALABRAS CLAVE: residuos textiles, revalorización, ecoeficiencia, “borra”, poliamida, caracterización, propiedades.

SUMMARY

“New environmentally friendly materials base don the revalorization of wastes from the textile sector”

The main aim of the present work is to evaluate and characterize the mechanical, morphological and thermal properties of wastes coming from the textile industry. These wastes will be thereafter implemented in common polymers such as polyamide, in order to develop new formulations of environmentally friendly materials.

This document has a first introductory section where the environmental context of the last years is analysed. The origin of the after mentioned textile waste is discussed, this residue is known as “borra”. The properties and limitations of the polymeric matrix (polyamide) are also studied.

In the second stage of the project, a description of both the processing and characterization process of the samples of all the formulations herein developed and reported.

Finally, after evaluating the results, the initial approach was fulfilled, by obtaining an eco-efficient composite material from the combination of a polyamide 6 matrix with significant amounts of textile waste. This means a reduction in production costs in terms of raw material and a better way of using this type of waste.

KEYWORDS: textile wastes, revalorization, ecoefficiency, “borra”, polyamide, characterization, properties.

RESUM

“Nous materials ecoeficients basats en la revalorització de residus del sector textil”

Aquest treball de final de Màster té com a finalitat l'evaluació i la caracterització de les propietats mecàniques, morfològiques i tèrmiques de residus provinents de la indústria textil, per a la seua posterior implementació junt amb polímers comuns com pot ser la poliamida, per a desenvolupar nous combinacions de materials ecoeficients.

El present document consta d'una primera part introductoria on s'analitza el context mediambiental dels últims anys, es repassa l'origen de l'esmentat residu textil, comunment conegut com a “borra”, y s'evaluen les propietats i limitacions de la matriu polimèrica, en aquest cas la poliamida.

En la segona etapa d'aquest projecte es realitza una descripció tant del procés de conformament de les provetes d'assaig de les diferents formulacions, com dels diferents mètodes d'assaig utilitzats per a la caracterització de les esmentades provetes.

Finalment, després de l'avaluació dels resultats, es compleix el plantejament inicial plantejat, aconseguint l'obtenció d'un material compost ecoeficient a partir de la combinació d'una matriu de poliamida 6 amb notables quantitats de residu tèxtil. Tot això suposa una disminució dels costos de producció en quant a la matèria prima i una millor forma d'aprofitament d'aquest tipus de residu.

PARAULES CLAU: residus textils, revalorització, ecoeficiència, “borra”, poliamida, caracterització, propietats.

ÍNDICE GENERAL

Resumen	1
Summary.....	3
Resum	5
Índice general	7
Abreviaturas.....	9
Listado de figuras	12
Listado de tablas	15
1. Introducción.....	18
1.1 La industria textil y su impacto medioambiental.	19
1.2 Revalorización de residuos y economía circular.....	23
1.2.1 Tipos de valorización de residuos.....	23
1.2.2 Beneficios de la valorización de residuos.....	23
1.3 Residuo textil: "Borra"	26
1.4 Materiales compuestos de matriz polimérica: Otra forma de revalorización de residuos.....	29
1.4.1 Materiales Compuestos.....	29
1.4.2 Materiales compuestos de matriz polimérica.....	30
1.4.3 Propiedades de las matrices termoplásticas	31
1.4.4 La poliamida (PA) como matriz termoplástica.....	32
1.5 Nuevo material compuesto ecoeficiente y uso de compatibilizantes.....	36
2. Objetivos.....	40
3. Procedimiento Experimental	43
3.1 Materiales	43
3.1.1 Borra	43
3.1.2 Poliamida (PA)	44
3.1.3 Silano	45
3.2 Preparación del material.....	46
3.3 Técnicas experimentales y ensayos de caracterización.....	49
3.3.1 Técnicas de caracterización térmica	49
3.3.2 Técnicas de caracterización mecánica	53
3.3.3 Técnicas de caracterización morfológica.....	57
3.3.4 Técnicas de caracterización de la interacción con agua.....	58

4. Resultados y discusión	63
4.1 Caracterización térmica de materiales compuestos de PA6 y residuo textil.....	63
4.1.1 Calorimetría diferencial de barrido para diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil.....	63
4.1.2 Caracterización termogravimétrica para diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil.....	67
4.2 Propiedades mecánicas de materiales compuestos de PA6 y residuo textil.....	70
4.2.1 Ensayo de tracción para diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil.....	70
4.2.2 Ensayo de dureza para diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil	72
4.2.3 Ensayo de impacto para diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil.....	74
4.3 Caracterización morfológica de las superficies de fractura por impacto de los materiales compuestos de PA6 y residuo textil.....	75
4.4 Caracterización de la interacción con el agua de materiales compuestos de PA6 y residuo textil.....	80
4.4.1 Caracterización mediante goniometría de las formulaciones de PA6/Borra/Sil	80
4.4.2 Ensayo de absorción de agua de las formulaciones de PA6/Borra/Sil	81
5. Conclusiones.....	86
Referencias	90

ABREVIATURAS

ASTM	Sociedad Americana para Pruebas y Materiales
CE	Conformidad Europea
CO ₂	Dioxido de Carbono
C _p	Capacidad calorífica a presión constante
DSC	Calorimetría Diferencial de Barrido
E	Módulo elástico o Módulo de Young
EA	Elastano
ECAP	European Clothing Action Plan
EN	Norma Europea
EPSA	Escuela Politécnica Superior de Alcoy
EURATEX	European Textile and Apparel Confederation
FESEM	Microscopía electrónica de barrido por emisión de campo
F _{max}	Carga máxima aplicada
GPa	Gigapascales
HDPE	Polietileno de alta densidad
HS _D	Dureza Shore D
I+D	Investigación y Desarrollo
ISO	Organización Internacional de Normalización
JRC	Centro Común de Investigación
L ₀	Longitud inicial
L _f	Longitud final
MMCFs	Fibras Celulósicas Artificiales
MPa	Megapascales
ONU	Organización de las Naciones Unidas
PA	Poliamida
PA6	Poliamida 6
PE	Polietileno
PET	Politereftalato de etileno
PP	Polipropileno
PU	Poliuretano
PVC	Policloruro de vinilo
PYMES	Pequeñas y Medianas Empresas
RD	Real Decreto

rpm	Revoluciones por minuto
S.A.	Sociedad Anónima
SEM	Microscopía de barrido
S ₀	Sección inicial
T _{cc}	Temperatura de recristalización en frío
T _{deg}	Temperatura de degradación
T _g	Temperatura de transición vítrea
TGA	Análisis termogravimétrico
T _m	Temperatura de fusión
T _{5%}	Temperatura a la cual el material pierde un 5% de su masa
UE	Unión Europea
UNE	Una Norma Española
UPV	Universidad Politécnica de València
X _c	Grado de cristalinidad
ϵ	Deformación unitaria
ϵ_r	Alargamiento a la rotura
σ	Tensión
ΔH_m	Entalpía de fusión
ΔH_{cc}	Entalpía de recristalización
°C	Grados centígrados

LISTADO DE FIGURAS

Figura 1. Evolución de la población mundial desde 1950 hasta 2050 (adaptado de <i>Naciones Unidas, Statista</i>).....	18
Figura 2. Fibras utilizadas en ropa comprada nueva en la UE en 2015, en toneladas y como porcentaje (adaptación de figura 3 del informe <i>Mapping clothing impacts in europe</i>).	20
Figura 3. Huella de carbono, agua y residuos debido a la ropa en la UE en 2020	22
Figura 4. Esquema representativo del flujo de materia prima en un entorno de economía circular (adaptado del noticiario del Parlamento Europeo) [8]	25
Figura 5. Sistema de producción de prendas textiles (adaptación extraída del proyecto de carrera de Jessica Lorena Henao Ortiz).....	26
Figura 6. Aspecto industrial de la borra o residuo textil (extraído de la página web de la compañía Texeco).....	27
Figura 7. Distribución de la producción de fibras textiles por tipo en 2020 (adaptado de Statista).	28
Figura 8. Esquema de obtención de un polímero termoplástico.	31
Figura 9. Efecto de la temperatura en la estructura y comportamiento de polímeros termoplásticos. (adaptación de la web de la UPV)	31
Figura 10. Unidades repetitivas de la PA6 (a) y PA66 (b). (Adaptado de tesis doctoral de Manuel Herrero Villar).....	312
Figura 11. Aplicaciones de la poliamida. (adaptación de Google Imágenes)	44
Figura 12. Esquema de la estructura de un agente de acoplamiento. (adaptado de presentación de Rafael Balart Gimeno)	446
Figura 13. Esquema estructural de los diferentes grupos alcoxi. (adaptado de presentación de Rafael Balart Gimeno)	447
Figura 14. Granza PA6.....	44
Figura 15. Formula orgánica del N-(n-butyl)-3-aminopropyltrimethoxysilane. (ilustración adaptada de médium.com).....	465
Figura 16. Estufa de secado del laboratorio de la EPSA-UPV.	46
Figura 17. Extrusora del laboratorio de la EPSA-UPV.....	47
Figura 18. Inyectora Meteor 270/75 del laboratorio de la EPSA-UPV.....	48
Figura 19. Probetas tracción (150x10x4 mm ³); a) PA; b) PA_15B; c) PA_15B sil; d) PA_30B sil; e) PA_45B sil; f) PA_60B sil.....	5048
Figura 20. Calorímetro diferencial de barrido Mettler-Toledo 821.	50
Figura 21. Cámara de calentamiento, calefactores y esquema de trabajo.	51
Figura 22. Esquema de funcionamiento del TGA (adaptado artículo de Gossman Forensics)...	52
Figura 23. Equipo TGA de Mettler – Toledo.....	52
Figura 24. Máquina de ensayos universal.	53

Figura 25. Péndulo de Charpy.....	55
Figura 26. Brochadora vertical para realización de entallas.....	55
Figura 27. Durómetro Shore.....	56
Figura 28. Microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FESEM)	57
Figura 29. Clasificación según el ángulo de contacto.	58
Figura 30. Equipo de goniometría.....	59
Figura 31. Montaje del ensayo de absorción de agua.....	60
Figura 32. Ciclo DSC completo de la Borra.	63
Figura 33 Segundo ciclo de calentamiento de la Borra.	64
Figura 34. Ciclo DSC de enfriamiento de cada una de las formulaciones.	65
Figura 35. Segundo ciclo DSC de calentamiento de cada una de las formulaciones.	685
Figura 36. Gráfico TGA de la variación de la masa de las muestras con la temperatura.....	68
Figura 37. Gráfico de la primera derivada de la TGA.....	68
Figura 38. Gráfico comparativo de las propiedades mecánicas obtenidas mediante tracción de las distintas formulaciones de PA6/Borra/Sil.	71
Figura 39. Representación de los resultados obtenidos en la medición de la dureza en escala Shore D de las diferentes formulaciones de PA6/Borra/sil.	73
Figura 40. Representación de los resultados obtenidos en la medición de la energía absorbida en el impacto para las diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil.....	74
Figura 41. Imagen FESEM de la morfología de la superficie de fractura por impacto de la muestra de PA6. a) 100 X b) 2500 X.....	75
Figura 42. Imagen FESEM de la morfología de la superficie de fractura por impacto. a) PA_15B 100 X, b) PA_15B sil 100 X, c) PA_15B 1000 X, d) PA_15B sil 1000 X,.....	77
Figura 43. Imagen FESEM de la morfología de la superficie de fractura por impacto.....	78
Figura 44. Imagen FESEM de la morfología de la superficie de fractura por impacto.....	79
Figura 45. Representación de los resultados obtenidos en la medición del ángulo de contacto con agua de las diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil.	81
Figura 46. Gráfico del estudio de la absorción de agua de las muestras de PA6/Borra/Sil.	82

LISTADO DE TABLAS

Tabla 1. Consumo de fibra textil de la UE (adaptación de tabla 2 del informe <i>Mapping clothing impacts in europe</i>)	19
Tabla 2. Principales poliamidas comerciales y productores mundiales.	34
Tabla 3. Propiedades de las algunas poliamidas comerciales. (adaptado de trabajo realizado por Marta M ^a Bermúdez Hermida)	35
Tabla 4. Propiedades del residuo proveniente de post consumo de prendas de algodón de tejido de calada.	43
Tabla 5. Propiedades del residuo proveniente de post consumo de prendas de algodón de punto.	43
Tabla 6. Propiedades del residuo proveniente de post consumo de prendas de algodón de punto.	44
Tabla 7. Propiedades PA6.	45
Tabla 8. Datos técnicos del Dynasytan 1189 (adaptado de la ficha técnica del fabricante)	46
Tabla 9. Composiciones de las diferentes mezclas de PA6 + Borra.	47
Tabla 10. Principales parámetros térmicos de las diferentes mezclas obtenidas gracias a las curvas DSC.	67
Tabla 11. Propiedades termogravimétricas de las diferentes formulaciones.....	70
Tabla 12. Resultados de las propiedades mecánicas obtenidas mediante el ensayo de tracción.	70
Tabla 13. Valores promedio de dureza en escala Shore D para las distintas formulaciones	72
Tabla 14. Propiedades obtenidas tras el ensayo de impacto de las distintas formulaciones.	74
Tabla 15. Resultados del ensayo de goniometría para las diferentes formulaciones de PA/Borra/Sil	80
Tabla 16. Masa de las muestras de PA6/Borra/Sil al ser sumergidas en agua durante 11 semanas.....	82

INTRODUCCIÓN

INTRODUCCIÓN

1. INTRODUCCIÓN

La revolución industrial acontecida durante el siglo XVIII supuso un proceso de transformación económica, social y tecnológica sin precedentes para la humanidad. [1] Dicho proceso marca un punto de inflexión en la historia, provocando un crecimiento exponencial de la población nunca antes visto. Según las Naciones Unidas (ONU), en los últimos 70 años, la población mundial se ha triplicado, pasando de 2500 millones en el año 1950 a 7890 en el año 2020, tal y como se puede observar en la Figura 1.[2]

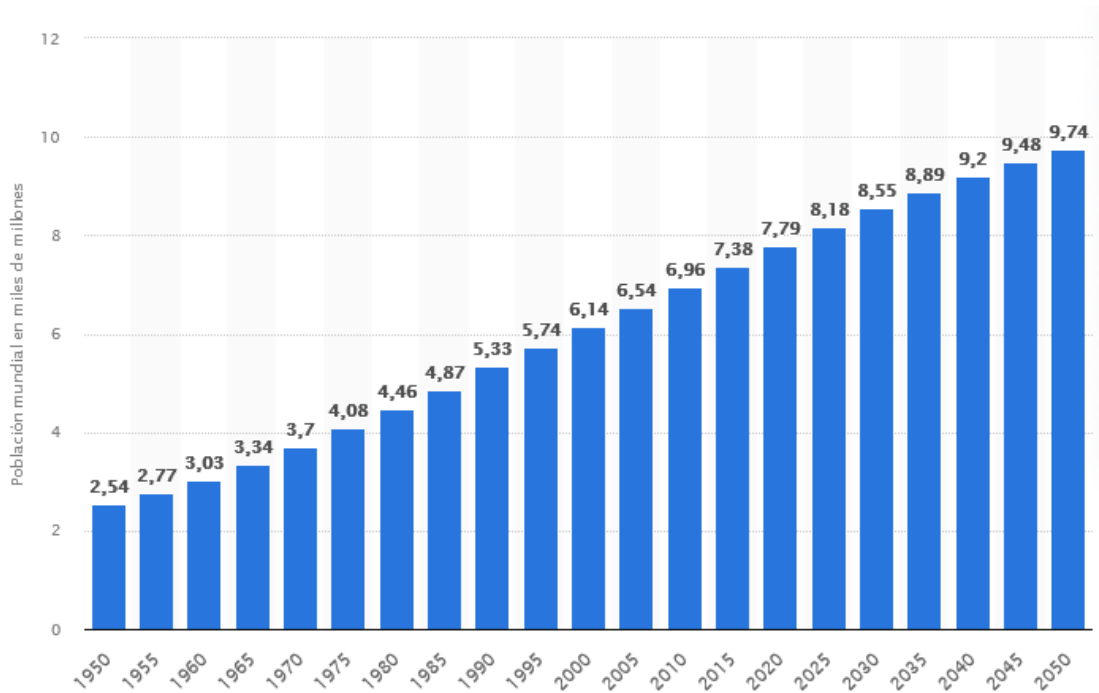


Figura 1. Evolución de la población mundial desde 1950 hasta 2050 (adaptado de Naciones Unidas, Statista).

Este elevado crecimiento ha traído consigo un enorme aumento de la demanda de bienes de consumo, lo cual, a su vez se ha traducido en una mayor demanda de recursos naturales. Dicha demanda se ha vuelto tan elevada en las últimas décadas, que algunos recursos tradicionalmente considerados renovables ya no tienen capacidad para que su tasa de regeneración iguale la tasa de explotación, causando así el agotamiento y extinción de dichos recursos. Así pues, actualmente tenemos numerosas especies de animales y plantas ya extintas y muchas otras en vías de extinción. Esto es, en realidad una consecuencia de la sobreexplotación de hábitats naturales, los cuales el ser humano frecuentemente invade para hacer un uso intensivo de recursos como, el agua, los bosques y los suelos.

Por otro lado, el otro gran problema, ya no es solamente la gran demanda y sobreexplotación de dichos recursos naturales, sino el aprovechamiento que hace el ser humano moderno de ellos y sobre todo la gran cantidad de residuos que se genera durante la producción de los bienes de consumos que demanda la humanidad.

En este contexto, una de las industrias mundiales más contaminantes y con mayor impacto ambiental es el sector de la moda y la industria textil que la rodea. Esta industria ha evolucionado en las últimas décadas hacia una tendencia denominada “fast fashion”, la cual consiste en la producción masiva de ropa, sujeta a tendencias periódicas, que provoca una renovación constante de las prendas antes incluso de que el consumidor las demande.[3]

Este tipo de tendencias consumistas provocan la generación de ingentes cantidades de residuos, los cuales en su mayoría no son bien tratados ni aprovechados. Hecho que agrava todavía más la crítica situación de nuestro medio ambiente.

Como consecuencia de todas estas problemáticas, durante los últimos años los países más desarrollados del mundo han estado impulsando políticas mucho más ecológicas y respetuosas con el medio ambiente. Los gobiernos europeos se han centrado en promover la transición hacia energías limpias y renovables. Además, también han fomentado la revalorización de los residuos generados tanto por la industria como los consumidores para la generación de nuevos productos y materiales ecoeficientes.

A continuación, se expondrá en detalle todas las problemáticas que supone la industria textil actual, en que consiste la denominada revalorización de residuos dentro del contexto de la economía circular, un análisis sobre uno de los principales residuos generados por la industria textil y finalmente, como se producen y que son los denominados materiales ecoeficientes.

1.1 LA INDUSTRIA TEXTIL Y SU IMPACTO MEDIOAMBIENTAL.

La industria textil y de la confección son de vital importancia en la UE. Según *The European Textile and Apparel Confederation* (EURATEX), en 2017 la industria textil y de la confección en la UE tuvo una facturación de 181000 millones de euros y estaba compuesta por 176400 empresas (principalmente PYMES), que empleaban a más de 1,7 millones de personas.[4]

Un estudio realizado por el *European Clothing Action Plan* (ECAP), estima que Europa consume aproximadamente 6,4 millones de toneladas de ropa. La estimación se basa en datos del *Eurostat 2015b*, donde se recopilan estadísticas sobre productos manufacturados, incluida la producción, las exportaciones y las importaciones. En la Tabla 1 y la Figura 2.[5]

Tabla 1. Consumo de fibra textil de la UE (adaptación de tabla 2 del informe *Mapping clothing impacts in europe*)

EU fibre consumption in clothing textiles	Tonnes (2015)	Fibre Type
Cotton	2.767.450	Natural
Wool	579.236	Natural
Silk	64.357	Natural
Flax	128.720	Natural
Viscose*	579.236	Cellulosic
Polyester	1.029.747	Synthetic
Acrylic	579.236	Synthetic
Polyamide / Nylon	514.874	Synthetic
PU / PP / EA	193.077	Synthetic
Total	6.435.933	ALL

*Viscose: consiste en fibras celulósicas regeneradas hechas de fibras vegetales reconstituidas como el bambú, también conocida como rayon.

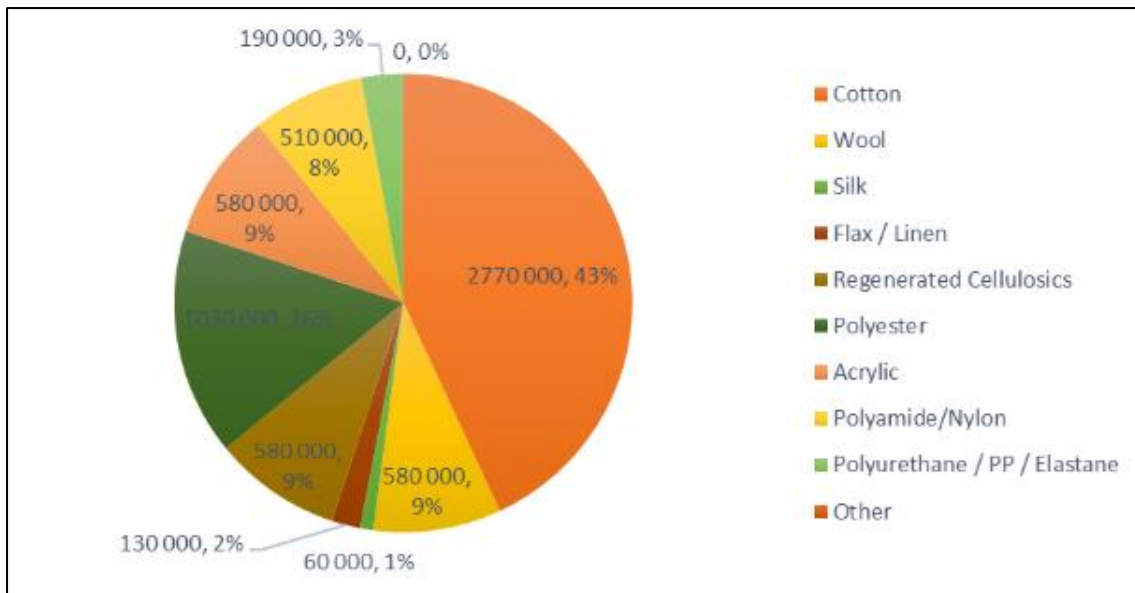


Figura 2. Fibras utilizadas en ropa comprada nueva en la UE en 2015, en toneladas y como porcentaje (adaptación de figura 3 del informe *Mapping clothing impacts in europe*).

Este apabullante consumo de ropa, el cual probablemente haya ido en aumento en los últimos años, supone por contrapartida un enorme impacto ambiental y la generación de gran cantidad de residuos, generados tanto durante la fabricación y confección de los productos, como los residuos remanentes tras la vida útil de las prendas.

No obstante, los impactos ambientales del consumo de textiles y prendas de vestir en la UE son difíciles de estimar debido a su diversidad y al hecho de que ocurren en todo el mundo. Un informe del *Centro Común de Investigación (JRC)* de 2006 estimó que mientras los alimentos y bebidas, el transporte y la vivienda privada representan entre el 70 y el 80 % del impacto medioambiental del consumo en la UE, la ropa domina el resto con una contribución del 2 al 10 % dependiendo del tipo de impacto.[4]

Al evaluar cada una de las etapas necesarias para la producción de una prenda es posible observar cómo afecta cada una de ellas al medio y el impacto ambiental que produce:

1. **Producción de materias primas:** es responsable de una gran parte del impacto ambiental de la Industria textil y de la confección, en particular del cultivo de fibras naturales. El algodón, que como hemos visto en la Figura 2 representa más del 43 % de todas las fibras utilizadas para la ropa en el mercado de la UE, se considera especialmente problemático porque requiere grandes cantidades de tierra, agua, fertilizantes y pesticidas. Las fibras naturales tienen el mayor impacto ambiental, la seda tiene un efecto especialmente perjudicial en cuanto al agotamiento de los recursos naturales y el calentamiento global, el algodón contribuye excesivamente a la escasez de agua y de lana, y a las emisiones de gases de efecto invernadero. Sin embargo, la industria también está probando fibras naturales de uso menos frecuente, como el cáñamo, el lino y la ortiga, que requieren menos agua, fertilizantes y pesticidas.

Otras fibras como el poliéster, que está hecho de combustibles fósiles y no es biodegradable, representó el 16 % de las fibras utilizadas en la ropa según ECAP. Sus principales ventajas son que, a diferencia del algodón, tiene una menor huella hídrica, debe lavarse a temperaturas más bajas, se seca rápidamente y apenas

necesita planchado, además puede reciclarse para producir nuevas fibras. Sin embargo, varios estudios recientes también han demostrado que una carga de ropa de poliéster (también nylon y acrílico) puede soltar 700000 fibras microplásticas, que liberan toxinas en el medio ambiente y pueden terminar en la cadena alimentaria humana. Las estimaciones muestran que cada año, aproximadamente medio millón de toneladas de microfibras plásticas provenientes del lavado de ropa terminan en el océano.[4]

2. **Procesamiento y producción de prendas:** Hilar materias primas en hilos, tejerlos en telas y aplicar técnicas de acabado como teñir o dar a las telas fuerza y brillo son procesos que consumen mucha energía en los que se utilizan grandes cantidades de agua y productos químicos. Más de 1900 productos químicos se utilizan en la producción de ropa, de los cuales 165 la UE clasifica como peligrosos para la salud o el medio ambiente. Según el informe *Pulse of the Fashion Industry de 2017*, el teñido puede requerir hasta 150 litros de agua por kilogramo de tejido y, en los países en desarrollo, donde tiene lugar la mayor parte de la producción y donde la legislación medioambiental no es tan estricta como en la UE, las aguas residuales a menudo se descargan sin filtrar en las vías fluviales. La producción de prendas en sí utiliza una cantidad significativa de energía para equipos de costura, pegado, soldadura y sellado de costuras. Los recortes que quedan después de cortar los patrones de la ropa también son responsables de alrededor del 20 % de los desechos de tela de la industria.[4]
3. **Transporte y distribución:** La mayoría de las materias primas textiles y los productos finales se importan a la UE, lo que significa largas rutas de entrega. Sin embargo, según el informe *Pulse of the Fashion Industry*, esta etapa representa solo el 2 % de los impactos del cambio climático en la industria, ya que la mayoría de los grandes productores han optimizado el flujo de mercancías. Sin embargo, esta fase también se caracteriza por los residuos generados a través de envases, etiquetas, colgadores y bolsas, así como por una gran proporción de productos que nunca llegan a los consumidores ya que los sobrantes no vendidos se tiran a la basura.[4]
4. **Uso del consumidor:** Esta es la fase que el estudio del JRC se estima que tiene la mayor huella ambiental en el ciclo de vida de la ropa, debido al agua, la energía y los productos químicos (principalmente detergentes) que se utilizan para lavar, secar en secadora y planchar, y los microplásticos que se derraman en el agua. El informe concluyó que una de las formas más eficientes de reducir el impacto ambiental de la ropa es persuadir a los consumidores para que realicen pequeños cambios de comportamiento, como reducir la temperatura de lavado, lavar a carga completa, evitar la secadora, comprar fibras ecológicas y donar ropa que ya no utilicen. Los consumidores también pueden reducir el impacto ambiental de sus prendas lavándolas con menos frecuencia (y aireándolas en su lugar) y evitando plancharlas innecesariamente.[4]

Así pues, se puede resumir la huella producida por la ropa en la UE en 2020 mediante la siguiente imagen adjunta en la Figura 3, extraída de un estudio del *European Clothing Action Plan* (ECAP).

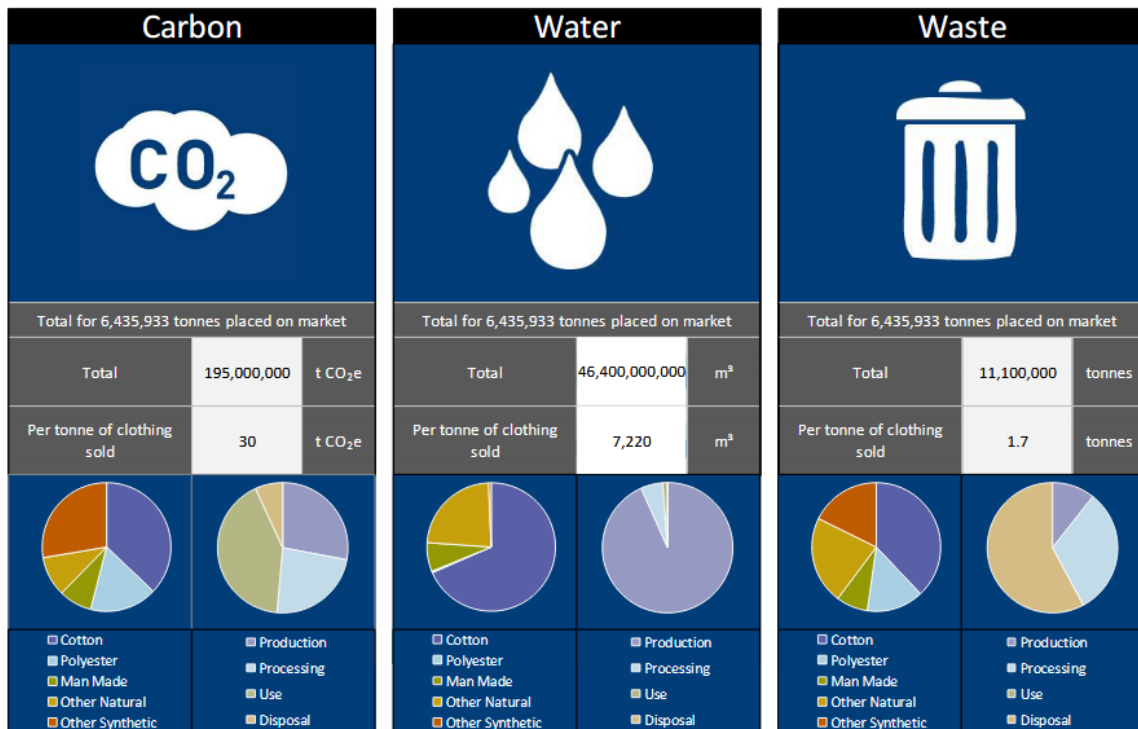


Figura 3. Huella de carbono, agua y residuos debido a la ropa en la UE en 2020 (adaptación de la figura 6 del informe Mapping clothing impacts in europe).

Como se puede observar la huella de carbono de la ropa consumida en un año, 2020, en la UE es de 195 millones de toneladas de CO₂. Se muestra que la fase de uso tiene el mayor impacto de carbono para la UE en su conjunto, aunque la producción también representa casi un tercio de las emisiones de CO₂.

La mayor cantidad de agua se utiliza en la agricultura, es decir, en la fase de producción, y el algodón tiene el mayor impacto de los cultivos para la producción de prendas de vestir, ya que como se ha visto anteriormente en la Figura 2, es una de las fibras más cultivadas. La huella hídrica total de la ropa consumida en un año, 2020, en la UE es de 46.400 millones de m³.

La huella de residuos de todo el ciclo de vida de la ropa consumida en Europa es de 11,1 millones de toneladas. Esto incluye los residuos de la cadena de suministro, así como todas las prendas desechadas al final de su vida útil. Por lo tanto, la eliminación es la fase más importante para la huella de residuos, aunque el procesamiento es de vital importancia cuando se producen grandes cantidades de residuos en la cadena de suministro durante la preparación de hilos y telas, y durante el ensamblaje de prendas.

Verdaderamente, una gran cantidad de fibra se pierde durante la producción de fibras y prendas debido al desprendimiento de fibras naturales. La confección de prendas de vestir, incluidos el corte y la confección, también produce grandes cantidades de desperdicios de tela. Este tejido se puede reutilizar o reciclar si las fábricas lo tienen en cuenta y siempre que se pueda acceder a mercados adecuados. Las rutas existentes para reutilizar y reciclar 'sobras' dejan mucho margen para capturar más valor y reducir los desechos del proceso de producción, reduciendo así la demanda de productos primarios.

Precisamente es esta posibilidad de reutilizar los residuos la que trataremos en el siguiente apartado, mediante un breve análisis del significado y de las posibilidades que nos ofrece la revalorización de residuos.

1.2 REVALORIZACIÓN DE RESIDUOS Y ECONOMÍA CIRCULAR

En el contexto previamente expuesto, es donde adquiere importancia el concepto de la revalorización de residuos como una de las medidas para frenar el impacto ambiental de los diferentes residuos generados por el ser humano.

Según la Directiva 2008/98/CE de residuos, la valorización se define como:

- Operación cuyo resultado principal es que el residuo sirva a una finalidad útil al sustituir a otros materiales que de otro modo se habrían utilizado para cumplir una función particular.
- Preparación del residuo para cumplir una función particular, en la instalación o en la economía en general.

1.2.1 Tipos de valorización de residuos

- **Valorización Energética:** este tipo de valorización consiste en convertir aquellos residuos, que no pueden ser reciclados, en energía para uso doméstico o industrial.

La obtención de dicha energía se lleva a cabo mediante una serie de procesos termoquímicos. Estos procesos consisten en someter la biomasa a la acción de altas temperatura por diversos métodos: combustión, gasificación, pirólisis, etc.

También es posible usar procesos bioquímicos de conversión, basados en la acción de microorganismos sobre los desechos, como la fermentación alcohólica o la digestión anaerobia.

Como resultado de la valorización energética, se puede obtener energía eléctrica, biogás, biometano, hidrocarburos, etc. [6]

- **Valorización Material:** Se obtienen nuevos materiales a través del reciclaje con el fin de evitar el uso de nuevas materias primas.

Los residuos materiales actualmente más empleados para esta clase de revalorización son: envases, papel, cartón, vidrio y la materia orgánica. Esta última se puede hacer mediante el compostaje.

Por ejemplo, también se puede considerar los escombros procedentes de la demolición de edificios, que se utilizan en la producción de cemento, pues contienen los minerales presentes en la materia prima.[7]

1.2.2 Beneficios de la valorización de residuos

Como se ha mencionado al comienzo de este apartado, la gestión de los residuos es uno de los principales retos a los que se enfrenta el ser humano debido al gran crecimiento de las producciones y el impacto de estas a nivel ambiental, económico y social.

La mayor parte de los residuos tienen como destino final los vertederos, aun cuando ya conocemos que esa es la opción menos sostenible a nivel ambiental. Sin embargo, la

revalorización ha permitido crear nuevas alternativas sostenibles tanto desde un enfoque ambiental como económico.[7]

Así pues, podemos resumir los beneficios de la revalorización de residuos en los siguientes puntos:

- **Beneficios medioambientales:** se reduce la cantidad de desechos que llegan a los vertederos y se disminuye la contaminación. Es decir, se optimiza la gestión de los residuos.
La descomposición de basura en los vertederos genera líquidos y gases con efectos nocivos para el medioambiente y la salud. Cuanto menor sea la acumulación de desechos en los mismos, menor será el impacto provocado.
- **Beneficios económicos:** Al producirse la reutilización de materiales, se puede lograr una reducción en los costes de la compra de materia prima. Las empresas pueden producir parte de sus propios materiales y será menor el gasto en sus proveedores. Esto no quita que la valorización de residuos requiera de la inversión de capital, pero esta será preferible a dedicar más dinero a la adquisición de materia prima.
- **Beneficios sociales:** El empleo de la valorización en la gestión de residuos ha aumentado la inversión en las plantas de reciclaje. Y esto se ha traducido en la generación de más puestos de trabajo.
Además, supone una garantía para el suministro de energía para las generaciones futuras y, junto a los beneficios medioambientales, una mejor calidad de vida.

Al final todos estos beneficios dan lugar al fomento de una economía circular, la cual consiste en un sistema en el cual no existe el concepto de desperdicio, pues todo lo que genera la naturaleza es insumo o alimento para otro organismo. Dicho sistema se rige por la siguiente jerarquía de gestión de los residuos:

1. **Prevención:** Consiste en reducir la generación de residuos, mediante la desincentivación de la comercialización de productos de un solo uso.
2. **Reutilización:** Se aplica en función del producto, entre estos encontramos productos del tipo: envases, bolsas de compra, ropa, etc.
3. **Reciclado:** Se produce cuando el producto no se puede reutilizar tal cual, sino que se debe reciclar para darle un tratamiento y así poder darle otro uso. Ejemplos típicos de este son el papel o el vidrio.

Como podemos ver, la economía circular se basa en el máximo aprovechamiento de todos los recursos disponibles, siendo la revalorización de residuos una parte fundamental de este sistema.

A continuación, se muestra de forma esquemática el flujo de materiales en una economía circular.

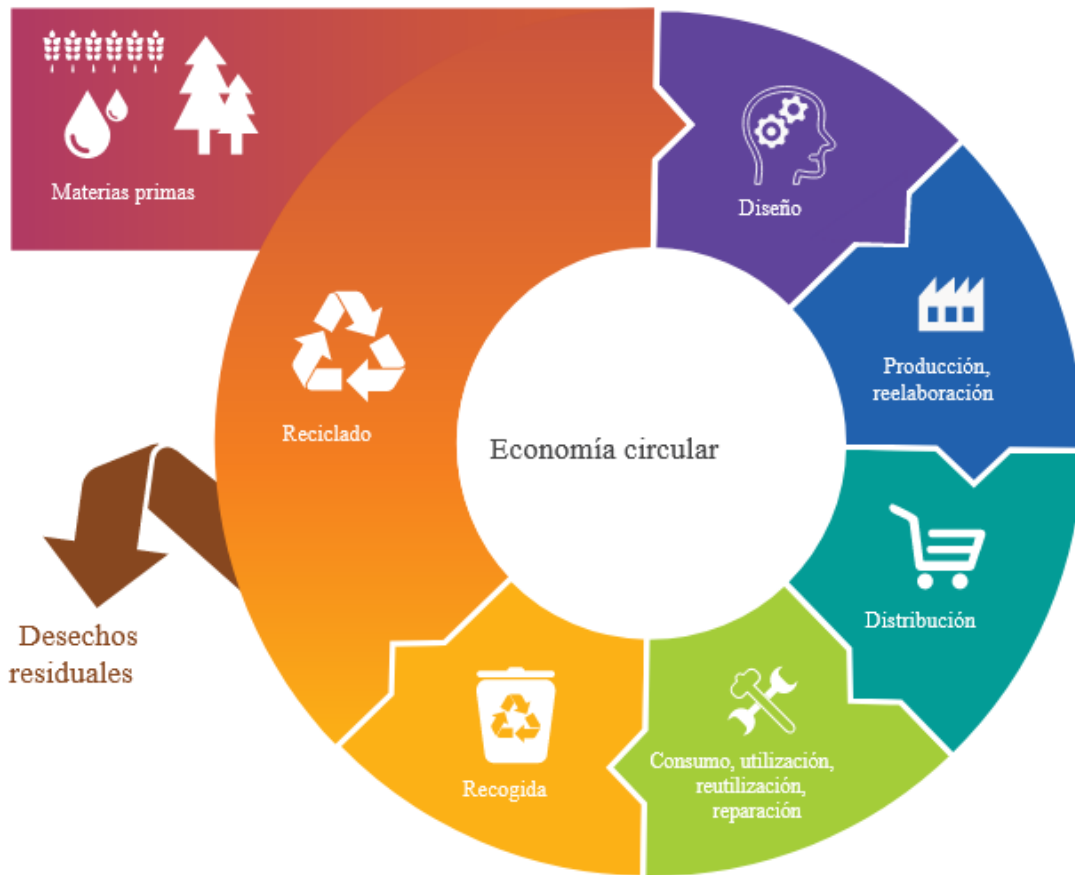


Figura 4. Esquema representativo del flujo de materia prima en un entorno de economía circular (adaptado del noticiario del Parlamento Europeo) [8]

Si es cierto, que en la actualidad la revalorización de residuos ya se ha convertido en un ámbito con importancia, todavía no se ha implementado con eficacia en los procesos de producción de la mayoría de las empresas.

Es por ello que los países más desarrollados están promoviendo nuevas leyes que obligan la reducción de materias primas, mediante la adición de un porcentaje de material reciclado a algunos productos, como por ejemplo los catalogados como envases. Este es el claro ejemplo de España, donde se ha aprobado la ley 7/2022 de residuos y suelos contaminados y un borrador del Real Decreto (RD) de envases y residuos de envase. Esta nueva ley establece una nueva tasa de 0,450€/kg para materiales vírgenes empleados en fabricación de envases de un solo uso, entre muchas otras medidas. Por otro lado, en el real decreto se propone la obligación de implementar para 2025 un mínimo de 20% de material reciclado en todos los productos que se consideran como envases.[9]

Y es precisamente en este contexto, donde adquieren importancia los denominados materiales ecoeficientes, es decir, materiales que derivan de años de investigación en laboratorios de I+D, y que consiguen satisfacer las propiedades necesarias para el correcto funcionamiento del producto a la vez que son más ecológicos con el medio, ya sea por tasas de degradación más rápidas o por el uso de materiales reciclados en su composición.

1.3 RESIDUO TEXTIL: “BORRA”

Considerando el contexto en el que nos encontramos y las tendencias ecológicas de las industrias occidentales, adquiere especial interés un mejor aprovechamiento de los residuos generados en la industria textil.

El residuo textil, también denominado borra, consiste en fibras textiles trituradas fruto del proceso de fabricación y confección de las diferentes prendas introducidas en el mercado.

El proceso de fabricación de las prendas actuales puede resumirse mediante las fases representadas en la Figura 5.[10]

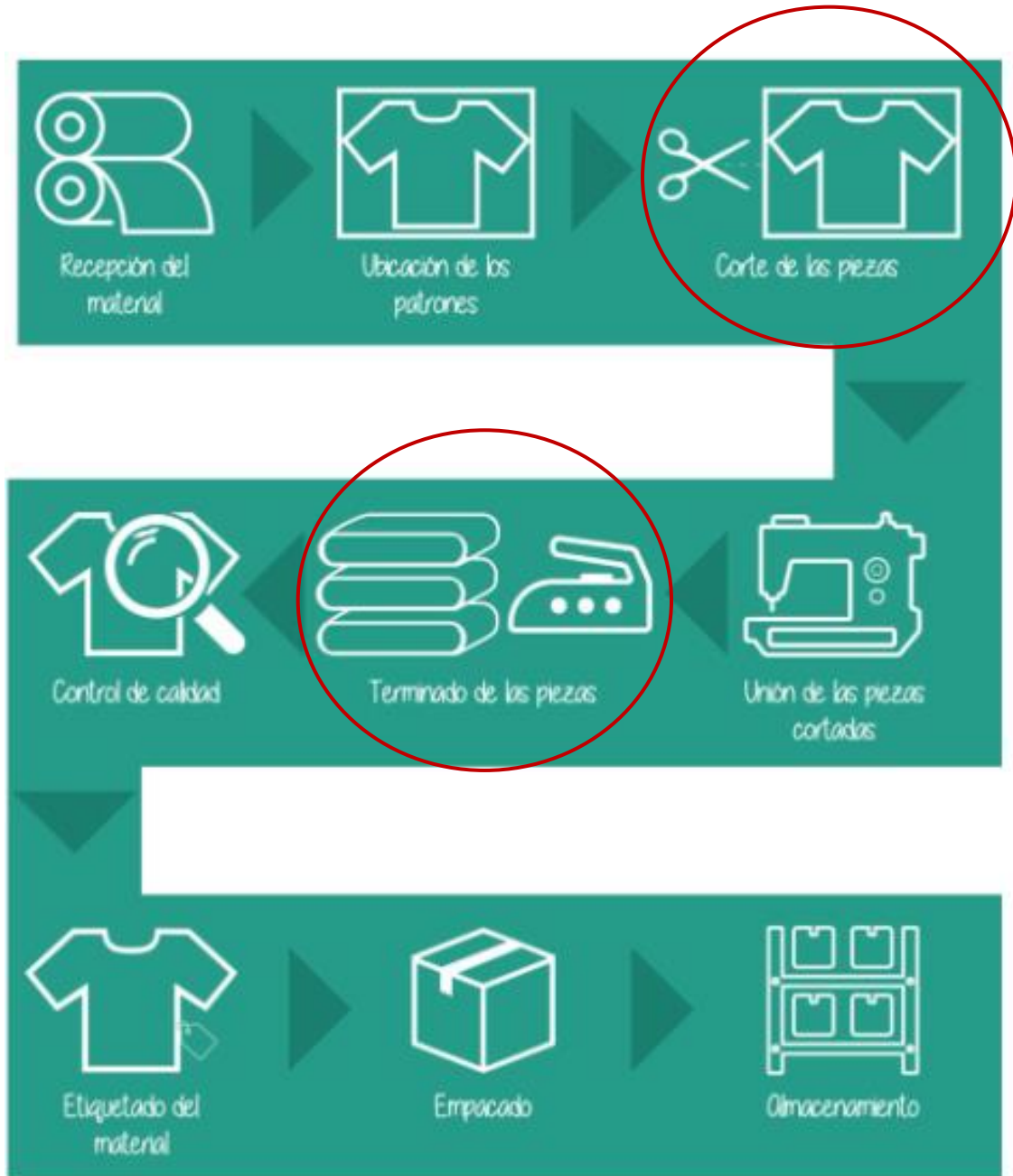


Figura 5. Sistema de producción de prendas textiles (adaptación extraída del proyecto de carrera de Jessica Lorena Henao Ortiz).

Cabe recalcar que dicho proceso puede sufrir variaciones según el país o la empresa de fabricación de ropa. Pero lo importante de dicho esquema, son precisamente las dos fases resaltadas mediante un círculo, ya que, es en estas fases donde se genera el grueso del residuo textil proveniente de la producción, especialmente durante la fase de corte de las piezas, aunque también en la de terminado de piezas, donde por ejemplo se realizan los últimos retoques a los típicos acabados de vaqueros rotos.

Por otro lado, actualmente existe un enorme desperdicio de prendas de ropa ya fabricadas debido a la tendencia “fast fashion” explicada en apartados anteriores, y la cual predomina en nuestras costumbres de consumo. Una consecuencia de esta conducta es la producción de seis mil millones de pantalones vaqueros cada año, de los cuales el 30% (1.8 mil millones) nunca se usan. En España, por ejemplo, se desechan anualmente un millón de toneladas de ropa (cada ciudadano se deshace de entre 30 y 40 kg de textil al año, según datos del Ministerio para la Transición Ecológica), pero apenas un 10% llega a manos de un gestor autorizado [11].

Así pues, los restos postindustriales generados durante las dos etapas de confección anteriores, junto con los residuos post consumo producidos al reutilizar la ropa que nunca ha sido usada, o la ropa desechada son los residuos que denominamos borra, y que servirán de pilar para este estudio. La borra suele llegar en forma de tejido triturado o despedazado tal como se refleja en la Figura 6 [12].



Figura 6. Aspecto industrial de la borra o residuo textil (extraído de la página web de la compañía Texeco).

La composición de esta borra puede ser muy variada, puesto que la industria textil emplea diferentes tipos de fibras para sus prendas. Podemos clasificar dichas fibras en los siguientes 3 grandes grupos:

- **Fibras naturales:** aquellas de origen vegetal o animal. En este grupo destacan el algodón, la lana, la seda y el lino.
- **Fibras artificiales:** elaboradas por polímeros naturales modificados. Las más habituales son el rayón y la fibra de vidrio.
- **Fibras sintéticas:** fabricadas a partir de monómeros provenientes de la transformación del petróleo. Las poliamidas, poliésteres y elastanos son las más frecuentemente utilizadas. [13]

Teniendo en cuenta que la industria textil utiliza en su mayoría fibras como el algodón para la gran mayoría de la producción, tal como ilustraba la Figura 2, y que en los últimos años la tendencia se dirige hacia un aumento del uso de fibras sintéticas como el polyester, tal como se ilustra en la Figura 7. [14] Es posible prever que dicha tendencia de incluir cada vez mayor cantidad de fibras sintéticas en los tejidos irá en aumento, haciendo cada vez más interesantes los residuos textiles generados por la industria para su adición como carga a diferentes matrices de materiales poliméricos. Mejorando así la revalorización actual que se hace de este residuo, el cual se utiliza principalmente para la valorización energética.

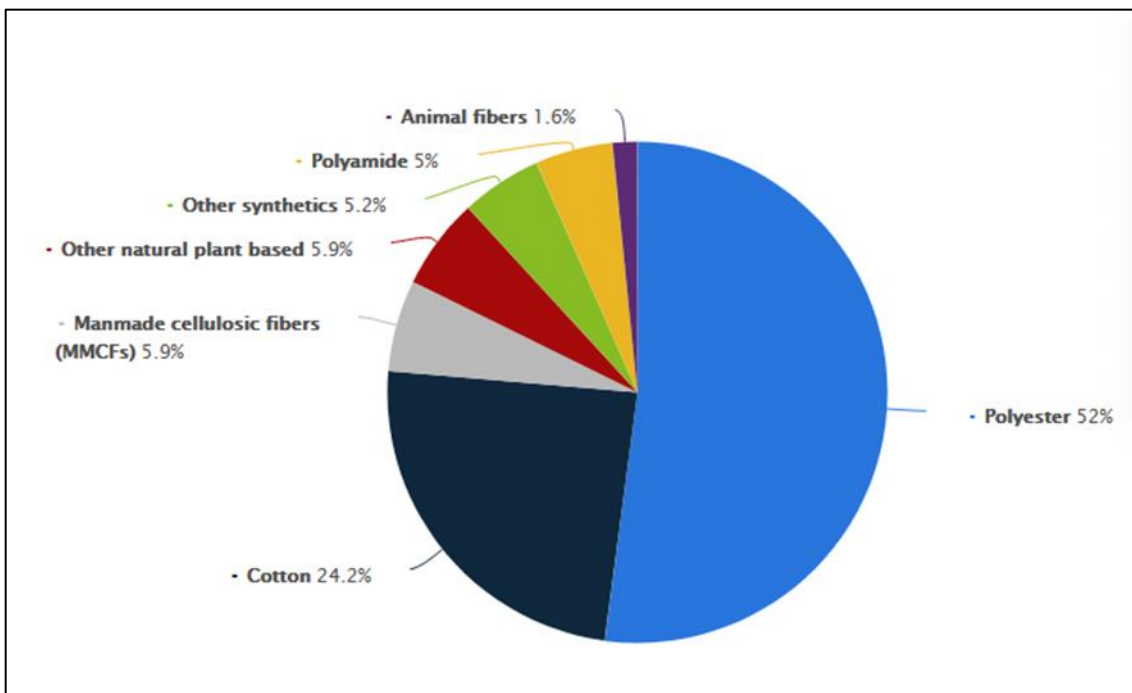


Figura 7. Distribución de la producción de fibras textiles por tipo en 2020 (adaptado de Statista).

1.4 MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA: OTRA FORMA DE REVALORIZACIÓN DE RESIDUOS

La valorización material, tal como se ha definido en el apartado 1.2.1, consiste en obtener nuevos materiales a través del reciclaje con el fin de evitar el uso de nuevas materias primas.

Esta definición aplicada a la realidad suele presentar varios problemas. Por un lado, parte de los residuos que son enviados a las plantas de reciclaje no presentan características suficientes como para transformarlos directamente en un producto nuevo. Por otro lado, pero estrechamente relacionada con el punto anterior, gran parte de los residuos reciclados, especialmente los que han pasado por múltiples ciclos de reciclado, sufren una merma significativa de sus propiedades, lo cual hace imposible su uso como único material de una composición.

Este problema da lugar al desarrollo de una nueva forma de revalorización residuos mediante la creación de materiales compuestos de matriz polimérica, donde un polímero ejerce de matriz y aporta las propiedades principales, y el residuo sirve como carga para abaratar la mezcla sin empeorar significativamente las propiedades globales del compuesto.

1.4.1 Materiales Compuestos

Los materiales compuestos se definen como aquellos cuya estructura está conformada por un elemento que actúa como matriz o base y otros elementos que actúan como refuerzo de manera que las prestaciones obtenidas en el compuesto superan a las de cada elemento por separado [15].

En un material compuesto existen dos fases: el refuerzo y la matriz, por lo tanto, las propiedades del nuevo material no solo dependerán de las características de cada componente, sino también de la interfase, es decir, de la región de composición química variable, donde tiene lugar la unión entre la matriz y el refuerzo, que asegura la transferencia de las cargas aplicadas entre ambos y condiciona las propiedades mecánicas finales de los materiales compuestos.

La matriz de un material compuesto es la fase continua que cumple varias funciones como: sostener, englobar, proporcionar una distribución de carga uniforme a los componentes de refuerzo, así como también de proteger la superficie de los mismos de los daños que pueden ser causados por efectos de abrasión. El material que se utilice como matriz en un material compuesto influye de manera directa en sus propiedades físicas, químicas, mecánicas y eléctricas; en el caso especial de las propiedades mecánicas, la ductilidad, la resistencia a la tracción, la resistencia al impacto, etc., dependerán principalmente del tipo de matriz y de su compatibilidad con el refuerzo [16].

Por otro lado, tenemos una fase dispersa, compuesta por los componentes de relleno o de refuerzo. Los rellenos generalmente se añaden para conseguir una disminución del coste del material compuesto, sin sacrificar las propiedades finales del material. El refuerzo en cambio es la fase encargada de mejorar las propiedades mecánicas del compuesto, repartiendo regularmente los esfuerzos en el material, evitando que se produzcan concentraciones de tensiones y puedan ayudar a la reducción del peso final del material [17].

Teniendo en cuenta estas definiciones, la borra se puede considerar como un componente de relleno, ya que su principal función es abaratar el conjunto de la mezcla de material compuesto, sin llegar a mermar las propiedades de este, e incluso pudiendo mejorar algunas de ellas.

Según la naturaleza de la matriz utilizada, podemos clasificar los materiales compuestos en los siguientes grupos:

- **Compuestos de matriz metálica:** La ventaja que presentan es que el material conserva las prestaciones de la matriz metálica a altas temperaturas.
- **Compuestos de matriz cerámica:** Se utilizan principalmente en entornos donde se necesite una buena resistencia a altas temperaturas o en aplicaciones donde se necesite resistencia al desgaste.
- **Compuestos de matriz orgánica:** Aquellos materiales que utilizan matrices poliméricas junto a fibras de refuerzo tanto de procedencia orgánica como inorgánica. Se trata de materiales cuyas altas prestaciones los convierten en materiales idóneos para aplicaciones donde la ligereza es determinante.[18]

1.4.2 Materiales compuestos de matriz polimérica

Los materiales compuestos de matriz orgánica, por sus características, son los que presentan un mayor interés en aplicaciones con responsabilidad mecánica y necesidad de ligereza. Además, dentro de los grupos expuestos en el apartado anterior, son los que permiten una mayor libertad de moldeo en cuanto formas y facilidad en cuanto al procesado.

Precisamente, se puede establecer una clasificación de las matrices poliméricas de los materiales compuestos según su comportamiento y procesabilidad en dos grandes grupos: matrices termoestables y matrices termoplásticas.

- Se conocen como termoplásticos aquellos polímeros que se ablandan o pasan a un estado viscoso con el aumento de la temperatura, lo que permite moldearlos con distintas formas. Cuando se enfrían, se endurecen, conservando la forma que se les ha dado.

El polietileno, el poliestireno, el PVC o el polipropileno son algunos de los tipos de termoplásticos más comunes.

- Los polímeros termoestables se caracterizan principalmente por estar constituidos de una materia prima generalmente líquida, la cual se mezcla con catalizadores, para ser posteriormente vertida dentro de un molde. En el interior del molde se produce la polimerización de la mezcla, en ocasiones acompañada de calor o presión, obteniéndose una pieza rígida. Esta forma de conformado supone ciertas limitaciones en cuanto al diseño y las formas, puesto que no existe la posibilidad de revertir la polimerización, y por tanto, si la pieza no se obtiene correctamente, la única posibilidad es repetir el proceso.

Los termoestables representan el mayor volumen en relación con el conjunto de polímeros empleados en composites, lo cual se debe a su facilidad de procesado y sus excelentes propiedades adhesivas.

Algunos ejemplos de plásticos termoestables son la resina epoxi, el poliéster insaturado, la baquelita o las melaminas.

1.4.3 Propiedades de las matrices termoplásticas

Están constituidas por moléculas lineales unidas por enlaces sencillos, lo cual es consecuencia de la funcionalidad de estos, la cual es igual a 2.

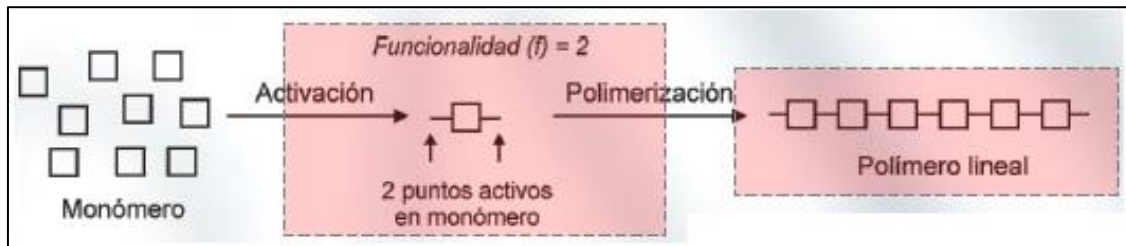


Figura 8. Esquema de obtención de un polímero termoplástico.

Como ya se ha expuesto en el apartado anterior, tienen una temperatura por encima de la cuál empiezan a fluir y al enfriarlos por debajo de esa temperatura vuelven a su estado sólido.

El procesado de los termoplásticos consta de una fase de calentamiento para ablandar el material y realizar el moldeo y una fase de enfriamiento posterior para endurecerlo una vez moldeado en su forma apropiada. Esta facilidad de procesamiento se debe al comportamiento térmico de los polímeros termoplásticos.

El comportamiento viscoelástico de este grupo de materiales está fuertemente influenciado por la temperatura debido al tipo de enlace presente entre las cadenas del polímero, puesto que se ven modificadas las fuerzas de Van der Waals entre las múltiples cadenas poliméricas.

Estos comportamientos aparecen reflejados en la Figura 9, dependiendo de la temperatura y de la estructura, de grupos funcionales y de la cadena del polímero.[19]

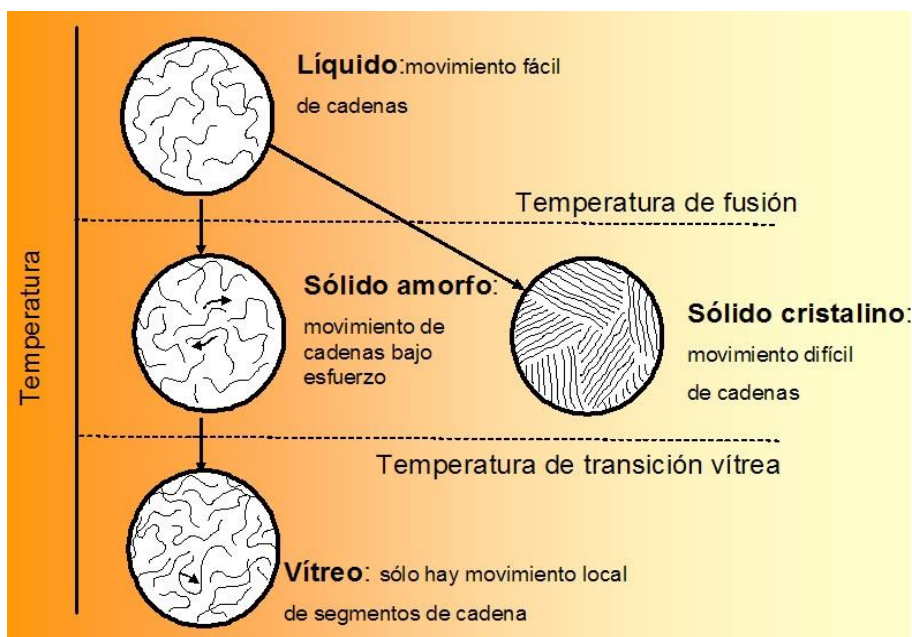


Figura 9. Efecto de la temperatura en la estructura y comportamiento de polímeros termoplásticos. (adaptación de la web de la UPV)

Sin embargo, si se supera cierto nivel de temperatura los enlaces covalentes de la cadena principal pueden destruirse, lo que se traduce en la quema o la carbonización del polímero. Esta temperatura, denominada temperatura de degradación, limita la utilidad del polímero y representa la temperatura superior a la cual el polímero puede ser conformado y procesado de manera útil.

1.4.4 La poliamida (PA) como matriz termoplástica.

Los polímeros termoplásticos se pueden subclasificar en función de sus prestaciones. Según esta clasificación, nos encontramos tres grupos de polímeros: plásticos de alta calidad, plásticos técnicos o de ingeniería y los plásticos de uso común o “commodities”.

Anteriormente, en la definición de los polímeros termoplásticos, se ha mencionado algunos polímeros muy comunes como son el polietileno, el poliestireno, el PVC o el polipropileno, todos ellos pertenecientes al grupo de plásticos de uso común.

Sin embargo, para ser combinado con la borra se ha visto necesario el uso polímeros más técnicos, entre los cuales la poliamida o nylon ha sido el seleccionado para dicho propósito debido a las similitudes en su composición orgánica.

La poliamida, comercialmente conocida como nylon, es un termoplástico desarrollado por la compañía DuPont a mediados de la década de 1930 como fruto de la necesidad de obtener alternativas sintéticas a algunas fibras naturales como la seda o la lana.

Las poliamidas son polímeros que contienen grupos amida (-CONH-) como parte recurrente de su cadena. Atendiendo a los monómeros empleados durante la síntesis, cabe distinguir dos tipos de poliamidas alifáticas: las obtenidas a partir de un aminoácido o lactama y las obtenidas por la policondensación de una diamina con ácidos dicarboxílicos. El empleo de aminoácidos o lactamas da lugar a la familia PA X (Figura 10a), donde X representa el número de -CH₂- entre el grupo ácido y amino del monómero. Por otro lado, la policondensación de diácidos y diaminas da lugar a la familia de las PA XY (Figura 10b), donde X e Y representan el número de -CH₂- en la diamina y el diácido respectivamente. [20]

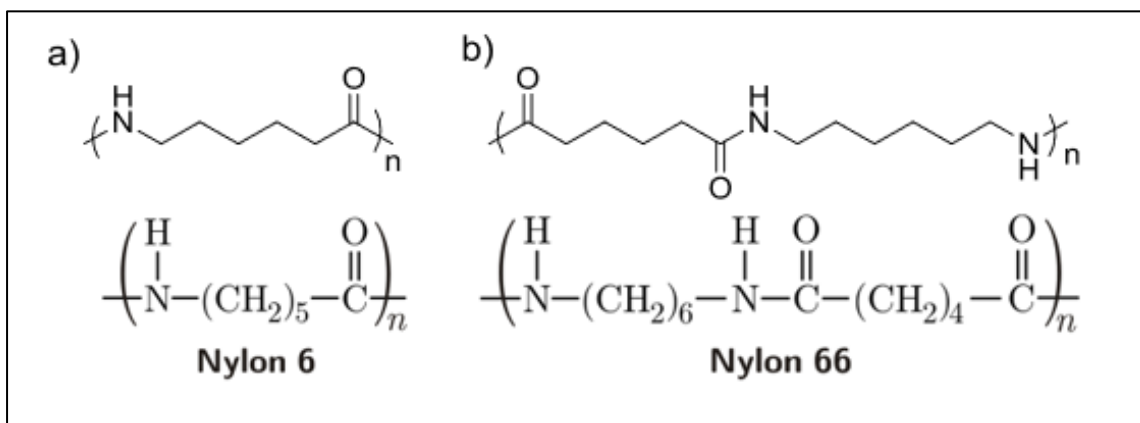


Figura 10. Unidades repetitivas de la PA6 (a) y PA66 (b).
(Adaptado de tesis doctoral de Manuel Herrero Villar)

La poliamida tiene varias ventajas que la convierten en un candidato ideal para una gran variedad de aplicaciones. A continuación, encontrará las principales ventajas y desventajas del material.

Ventajas de la poliamida:

- Alta resistencia a la abrasión, lo cual se traduce en mayores niveles de resistencia al desgaste por acción mecánica.
- Buena resistencia térmica. Algunos grados especiales de nylon pueden tener un punto de fusión de casi 300°C.
- Buena resistencia a la fatiga. Esto la hace ideal para componentes en constante movimiento cíclico como los engranajes.
- Alta capacidad de mecanización. Por lo tanto, los tochos fundidos de poliamida pueden mecanizarse en varios componentes que serían demasiado costosos de fundir en formas intrincadas.
- Amortiguación del ruido. Siendo el nylon un amortiguador del ruido muy eficaz.

Desventajas de la poliamida:

- Absorción de agua. La absorción de agua provoca una disminución de las propiedades mecánicas.
- Resistencia química. Las poliamidas tienen una baja resistencia a las bases y ácidos fuertes.
- Alta contracción. La poliamida se caracteriza por tener unos porcentajes de contracción altos en aplicaciones de fundición.

Adicionalmente, dentro de las propias poliamidas, las propiedades termo-mecánicas de estas vienen determinadas por la longitud de la cadena hidrocarbonada entre los grupos amida.[21] De esta forma, las poliamidas sintetizadas a partir de monómeros de cadena corta presentan mayor cantidad de grupos amida a lo largo de la cadena, lo que les confiere mayor rigidez molecular. Esta rigidez se traduce en temperaturas de servicio más altas y mejores prestaciones mecánicas, que las poliamidas obtenidas a partir de monómeros de cadenas hidrocarbonadas más largas. Sin embargo, la mayor cantidad de grupos amida también presenta algunos efectos adversos importantes. Por un lado, produce un aumento del carácter hidrofílico, provocando mayores pérdidas mecánicas en ambientes de alta humedad. Por el otro, los grupos amida son susceptibles de hidrolizarse, disminuyendo su resistencia frente a algunos ácidos.[20]

En cuanto a las aplicaciones, la cantidad de diferencias entre las propiedades de las distintas poliamidas hacen de este grupo de polímeros uno de los más versátiles en cuanto a aplicaciones. De forma general, este polímero ofrece una combinación óptima de resistencia mecánica, resistencia al desgaste, rigidez, tenacidad y dureza. Además de ser un buen aislante eléctrico. Por todo ello, es un material universal para la fabricación de elementos mecánicos y de mantenimiento industrial, como engranajes, ruedas o almohadillas de desgaste. La PA 6 y la PA 66 son las únicas utilizadas en tejidos. Más de un 60% de las poliamidas producidas son usadas para la fabricación de muebles. En la industria automovilística, son utilizados en recubrimientos de cables, ventiladores, conductos, válvulas o en las cubiertas del motor. También tienen varias aplicaciones

como filmes en envoltorios de comestibles, en electrónica o incluso en medicina, donde son utilizados para la realización de puntos de sutura o de membranas.



Figura 11. Aplicaciones de la poliamida. (adaptación de Google Imágenes)

Como ya se ha expuesto líneas arriba existen dos modos de síntesis de poliamidas, lo cual da lugar a múltiples poliamidas comerciales, según el monómero utilizado en su síntesis. En la Tabla 2 se presentan los monómeros empleados para la obtención de las poliamidas alifáticas comerciales más importantes y los principales productores mundiales.

Tabla 2. Principales poliamidas comerciales y productores mundiales.

Monómeros	PA	Compañía
Caprolactama	PA6	BASF, DuPont, DSM, Ube, Solvay, Toray
Ácido 11-aminoundecanoico	PA11	DSM
Lauro lactama	PA12	DSM, Toray, Ube
Tetrametilendiamina, ácido adípico	PA46	DSM
Hexametildiamina, ácido adípico	PA66	BASF, DSM, Solvay, Toray, Ube
Hexametildiamina, ácido sebácico	PA610	BASF, Toray
Hexametildiamina, ácido dodecanodioico	PA612	DuPont
Dodecametilendiamina, ácido dodecanoico	PA1212	DuPont

Todas estas poliamidas fueron desarrolladas con un propósito y unas características particulares.

El **nylon 6** se desarrolló en un intento de reproducir las propiedades del nylon 66 sin violar la patente. Este grado de nylon es muy resistente y tiene una gran fuerza de tracción.

El **nylon 66** es similar al nylon 6, pero tiene un punto de fusión más alto y es más resistente a los ácidos. Se fabrica a partir de dos monómeros, mientras que el Nylon 6 se fabrica con uno solo.

El **nylon 11** tiene una mayor resistencia a los cambios dimensionales debidos a la absorción de humedad. Esto se debe en parte a la menor concentración de amidas. Hay que tener en cuenta que, por lo general, tiene unas propiedades mecánicas menos deseables que otros tipos de nylon.

El **nylon 12** tiene el punto de fusión más bajo de las principales poliamidas. Se suele utilizar como película o lámina flexible para cubrir alimentos y productos farmacéuticos. También tiene una resistencia relativamente buena a la absorción de agua.

El **nylon 46** se desarrolló principalmente para tener una temperatura de funcionamiento más alta que otros grados de nylon.

A continuación, se muestra una tabla (Tabla 3) comparativa que resume algunas de las propiedades de estas poliamidas comerciales. [22]

Tabla 3. Propiedades de las algunas poliamidas comerciales. (adaptado de trabajo realizado por Marta M^a Bermúdez Hermida)

Poliamida	Punto de fusión (°C)	Densidad (g/cm³)	Absorción de humedad (%)
PA6	220	1,15	8
PA11	190	1,04	2,8
PA12	180	1,01	2,7
PA46	295	1,18	12
PA66	250	1,15	8
PA610	225	1,10	3

A pesar del amplio abanico de posibilidades, para la realización de este trabajo de investigación se ha seleccionado la PA6. Adía de hoy, esta poliamida es una de las más producidas mundialmente debido al equilibrio entre sus propiedades mecánicas, su resistencia térmica, la sencillez de procesado y su precio.

1.5 NUEVO MATERIAL COMPUESTO ECOEFICIENTE Y USO DE COMPATIBILIZANTES

La ecoeficiencia es el proceso mediante el cual se persigue desarrollar una determinada actividad económica, tratando de que esta genere el menor impacto ambiental posible durante el proceso [23].

En este caso, dicha reducción del impacto se pretende conseguir mediante la combinación de un residuo proveniente de la industria textil como material de aprovechamiento para combinar con una matriz compuesta de un polímero termoplástico como la poliamida 6. Consiguiendo de esta manera la denominación de material compuesto ecoeficiente.

A pesar de que la matriz escogida presenta una naturaleza similar a la de la borra, esto no garantiza su miscibilidad, y tampoco el buen comportamiento del material compuesto final. Es en este contexto, donde nace la necesidad de evaluar el uso de los agentes de acoplamiento.

Los agentes de acoplamiento son aditivos que proporcionan un enlace químico estable entre materiales diferentes, generalmente entre productos inorgánicos con productos orgánicos, mejorando así la interacción entre la matriz y las fibras. Esta estabilidad en el enlace conlleva mejoras significativas en las propiedades del compuesto [24].

Los agentes de acoplamiento se caracterizan por presentar funcionalidades químicas capaces de interactuar con los diferentes componentes del compuesto.

En general, los agentes de acoplamiento están formados por una base inorgánica, la cual sirve de base para una estructura de agentes que son reactivos con la fase inorgánica, a la vez que incorpora una estructura de grupos que son reactivos con la fase orgánica, tal como se ilustra en la Figura 12 [25].

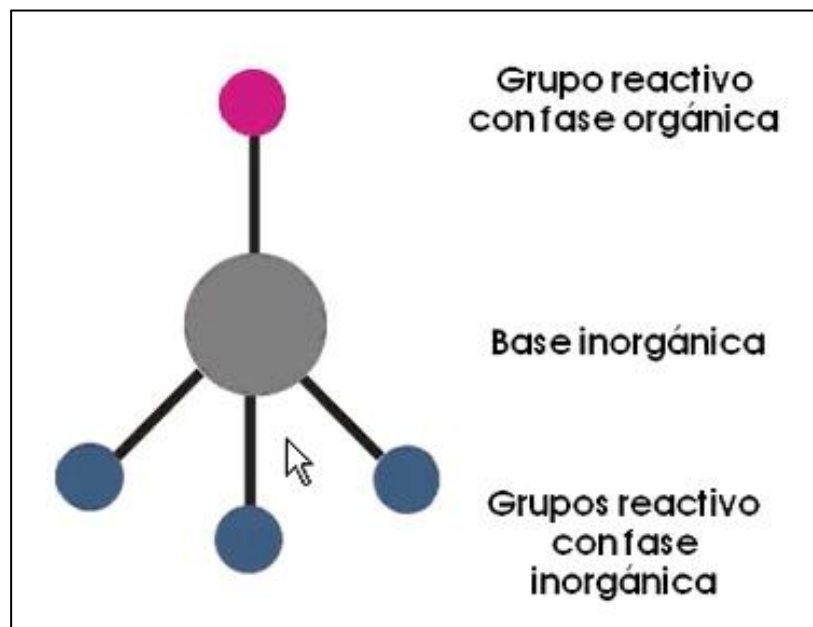


Figura 12. Esquema de la estructura de un agente de acoplamiento. (adaptado de presentación de Rafael Balart Gimeno)

Para este trabajo, al no tener del todo clara la naturaleza y proporción de todas las posibles fibras textiles presentes en la borra, se ha optado por evaluar la adición de silanos como agentes de acoplamiento, ya que son los agentes de acoplamiento más habituales y desarrollados a nivel industrial.

Los silanos pueden presentar diferentes grupos hidrolizables, denominados grupos alcoxi, y estos representan la reactividad que tiene ese silano, y por tanto su capacidad para anclarse a la superficie del componente inorgánico. Dentro de los grupos alcoxi podemos encontrar los siguientes subgrupos; los monoalcoxisilanos, que presentan un único grupo hidrolizable, los dialcoxisilanos, con dos grupos hidrolizables y los trialcoxisilanos presentando tres grupos hidrolizables, quedando esto ilustrado en la Figura 13.

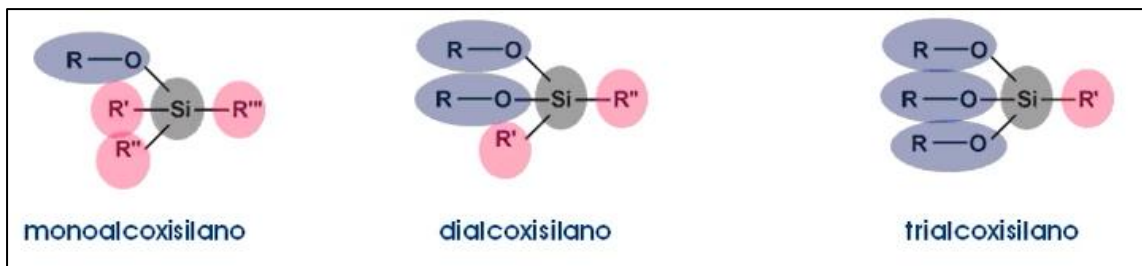


Figura 13. Esquema estructural de los diferentes grupos alcoxi.
(adaptado de presentación de Rafael Balart Gimeno)

En cuanto a la forma de incorporar estos agentes de acoplamiento, existen dos formas de realizar su adición al material compuesto:

- Incorporación previa al sustrato de refuerzo mediante un tratamiento independiente. Este proceso da como resultado un compuesto con mejores prestaciones, pero requiere una serie de etapas previas que encarecen el proceso de fabricación.
- Incorporación del agente de acoplamiento como aditivo a la matriz polimérica. Simplificando así el proceso a costa de unas propiedades no tan óptimas, pero reduciendo el coste de fabricación en comparación al método anterior [25].

OBJETIVOS

OBJETIVOS

2. OBJETIVOS

El objetivo central del presente trabajo final de máster es la formulación, caracterización y optimización de materiales compuestos basados en la incorporación de residuos procedentes del sector textil en una matriz termoplástica de poliamida. La utilización de este tipo de residuo posibilita la obtención de nuevos materiales de carácter ecoeficiente y a la vez, revaloriza un abundante residuo procedente de un importante sector industrial como es el sector de la industria textil. El procesado y caracterización de estos novedosos materiales permitirá finalmente establecer su funcionalidad en el ámbito técnico como materiales industriales.

Para poder alcanzar el objetivo general mencionado anteriormente, ha sido necesario el cumplimiento de los siguientes objetivos parciales:

- I. Estudio y evaluación de la problemática medioambiental actual en lo referente a la generación, gestión y aprovechamiento de los residuos.
- II. Estudio y optimización de diferentes formulaciones, evaluando la adición de compatibilizantes como los silanos.
- III. Caracterización de las distintas propiedades de cada una de las formulaciones anteriores.
- IV. Conclusión sobre las posibles funcionalidades y aplicaciones del mencionado residuo textil.

EXPERIMENTAL

EXPERIMENTAL

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1 MATERIALES

Para desarrollar un material de carácter ecoeficiente se ha realizado un estudio utilizando como material base una matriz de poliamida (PA) a la que se ha ido añadiendo diferentes porcentajes de residuo textil. Adicionalmente, en algunas probetas, también se ha evaluado la adición del silano como agente de acoplamiento, para mejorar la interacción entre la matriz de poliamida y la borra.

3.1.1 Borra

El principal material objeto de estudio de este trabajo es el residuo textil o borra debido al gran interés en mejorar su revalorización y aprovechamiento. Como ya se ha comentado en la introducción del presente trabajo, estamos desaprovechando un material extraído de la naturaleza y que ha costado un montón de recursos ambientales, tirándolo a los vertederos o incinerándolo.

Particularmente para este estudio se recibieron desde el Instituto Tecnológico AITEX (Alcoi, Alicante) tres muestras diferentes de residuos provenientes del post consumo de prendas, las cuales quedan detalladas con sus respectivas composiciones a continuación.

- Residuo textil post consumo de prendas de algodón de tejido de calada.

Tabla 4. Propiedades del residuo proveniente de post consumo de prendas de algodón de tejido de calada.

Aspecto	Composición Media (%)	
	POLIAMIDA	3,3
	LANA	2,8
	ACRÍLICA	1,3
	VISCOSA	4,9
	ALGODÓN	71,5
	POLIÉSTER	16,2

- Residuo textil post consumo de prendas de algodón de género de punto.

Tabla 5. Propiedades del residuo proveniente de post consumo de prendas de algodón de punto.

Aspecto	Composición Media (%)	
	VISCOSA	1,7
	ALGODÓN	96,4
	POLIÉSTER	1,9

- Residuo textil post consumo de prendas de prendas de denim (vaqueros).

Tabla 6. Propiedades del residuo proveniente de post consumo de prendas de algodón de punto.

Aspecto	Composición Media (%)	
	VISCOSA	8,3
	ALGODÓN	83,9
	POLIÉSTER	7,7

Finalmente, tras la evaluación de las diferentes composiciones, el residuo más interesante y por lo tanto el escogido para su combinación con la poliamida fue el residuo de post consumo de prendas de algodón de tejido de calada, ilustrado en la Tabla 4.

3.1.2 Poliamida (PA)

La matriz escogida para combinar con la borra ha sido una poliamida 6 grado GP1100A(W) de baja viscosidad, suministrada por Songhan Plastic Technology Co. (Shanghai, China) y fabricado por LG Chemical (Seul, Corea del Sur). El polímero vino suministrado en formato de granza tal y como se ilustra en la Figura 14.



Figura 14. Granza PA6

Las propiedades del mencionado polímero dadas por el fabricante se especifican a continuación en la Tabla 7.

Tabla 7. Propiedades PA6.

Propiedad	Valor	Norma
Límite elástico a tracción (MPa)	79,4	ASTM D638
Módulo a flexión (GPa)	2,65	ASTM D790
Resistencia a impacto Izod, con entalla (J/cm)	0,490	ASTM D256
Dureza, Rockwell R	120	ASTM D785
Absorción de agua (%)	1,7	ASTM D570
Temperatura de fusión (°C)	240-270	Injection Molding

3.1.3 Silano

El silano empleado en este estudio es el N-(n-butyl)-3-aminopropyltrimethoxysilane cuya fórmula orgánica se representa en la Figura 15. Este aditivo ha sido suministrado por la compañía Evonik Resource Efficiency GmbH (Hanau-Wolfgang, Alemania) bajo el nombre comercial de Dynasytan 1189.

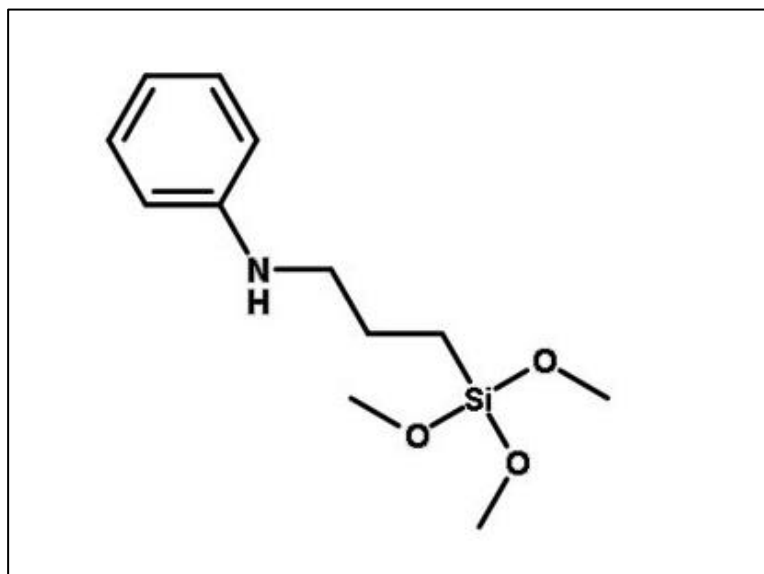


Figura 15. Fórmula orgánica del N-(n-butyl)-3-aminopropyltrimethoxysilane. (ilustración adaptada de médium.com)

Según la ficha técnica, Dynasytan 1189 es un silano bifuncional que posee un amino reactivo secundario y grupos metoxi silílicos hidrolizables. La naturaleza dual de la reactividad permite que este silano se una químicamente tanto con materiales inorgánicos (por ejemplo, vidrio, metales y masillas) como con polímeros orgánicos (materiales termoestables, termoplásticos y elastómeros), funcionando, así como estimulante de la adherencia o modificador de la superficie. Dynasytan 1189 es una solución acuosa entre incolora y levemente amarillenta con olor amino, que es soluble en alcoholes e hidrocarburos alifáticos o aromáticos [26].

Las propiedades de este aditivo vienen detalladas en la siguiente Tabla 8.

Tabla 8. Datos técnicos del Dynasytan 1189 (adaptado de la ficha técnica del fabricante)

Propiedad	Valor	Norma
Densidad a 20 °C (g/cm ³)	0,947	DIN 51757
Punto de ebullición (1013 hPa) (°C)	238	DIN 51751
Viscosidad a 20 °C (mPa.s)	2,5	DIN 53015

3.2 PREPARACIÓN DEL MATERIAL

Con el objetivo de llevar a cabo la caracterización y análisis de diferentes mezclas basadas en los materiales expuestos en el apartado anterior, se fabricaron múltiples probetas de cada una de las formulaciones desarrolladas, incluyendo dos formatos de probeta, unas con una geometría rectangular de 80x10x4 mm, y otras con la geometría normalizada de hueso de perro.

El proceso de preparación de las probetas comenzó con una etapa inicial de secado de cada uno de los componentes que conformarían las diferentes mezclas, sometiéndolos a 60 °C durante 48h. Empleándose para dicho proceso una estufa de secado CARBOLITE Eurotherm 2416 CG (Hope Valley, England) como la que se ilustra líneas abajo en la Figura 16.



Figura 16. Estufa de secado del laboratorio de la EPSA-UPV.

Tras haber realizado el proceso de secado, se procedió a preparar las diferentes mezclas propuestas para su estudio y caracterización. Obteniendo como resultado 6 bolsas tipo ZIP de 800 g con las diferentes mezclas homogeneizadas. Quedando resumidas dichas mezclas con los porcentajes en peso de cada componente en la siguiente Tabla 9.

Tabla 9. Composiciones de las diferentes mezclas de PA6 + Borra.

Formulación	PA6 (%)	Borra (%)	Sil (%)
PA	100	-	-
PA_15B	85	15	-
PA_15B sil	84	15	1
PA_30B sil	69	30	1
PA_45B sil	54	45	1
PA_60B sil	39	60	1

Posteriormente las formulaciones mezcladas homogéneamente se llevaron a una extrusora co-rotativa de doble husillo de la empresa Dupra S.L. (Castalla, España) que se muestra en la Figura 17. El proceso de extrusión se realizó con una velocidad de giro de los usillos de unas 20-25 rpm. Y el perfil de temperaturas de la extrusora se configuró a 220-230-240-250 °C, comenzando desde la zona de la tolva y en dirección a la zona de la boquilla.



Figura 17. Extrusora del laboratorio de la EPSA-UPV.

Durante el proceso de extrusión se obtuvieron filamentos continuos de entre 1-2 mm de diámetro, los cuales fueron posteriormente llevados a la trituradora para conseguir los denominados pellets de cada una de las mezclas.

Tras el triturado de cada una de las mezclas, se procedió con la etapa de inyección llevada a cabo en una inyectora Meteor 270/75 de Mateu & Solé (Barcelona, España). Para llevar a cabo la inyección se configuró un perfil de temperaturas de 235-240-245-250 °C, empezando desde la zona más cercana a la tolva hasta la zona de la boquilla. Y se estableció un tiempo de llenado del molde de 1 segundo, un tiempo de compactación de 10 segundos y finalmente un tiempo de enfriamiento de 10 segundos.



Figura 18. Inyectora Meteor 270/75 del laboratorio de la EPSA-UPV.

Una vez expulsadas las probetas de la inyectora, se llevaron a la máquina de corte para eliminar los restos de los conductos de inyección y las rebabas, obteniendo las probetas normalizadas para los ensayos de impacto (80x10x4 mm) y las probetas normalizadas para el ensayo de tracción (150x10x4 mm) ilustradas en la Figura 19.

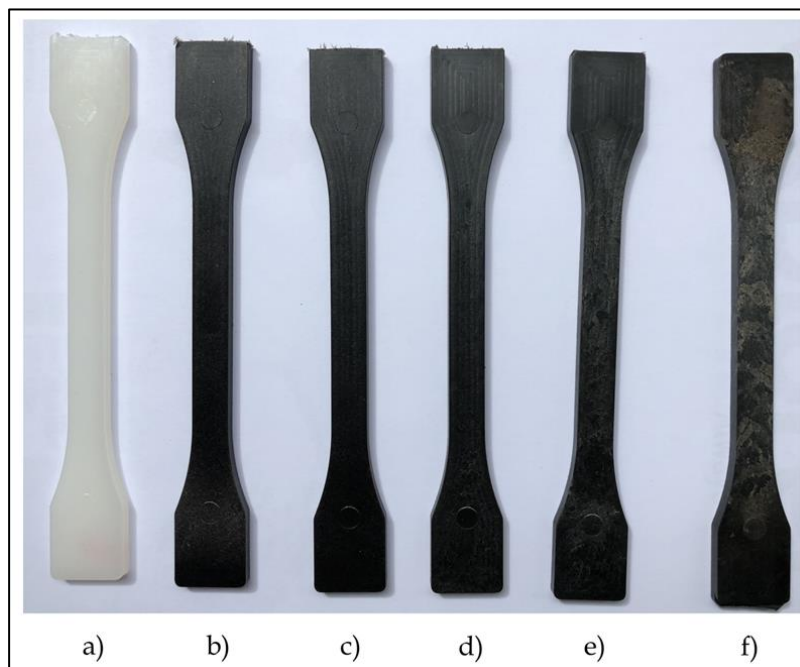


Figura 19. Probetas tracción (150x10x4 mm³); a) PA; b) PA_15B; c) PA_15B sil; d) PA_30B sil; e) PA_45B sil; f) PA_60B sil.

3.3 TÉCNICAS EXPERIMENTALES Y ENSAYOS DE CARACTERIZACIÓN

Con el objetivo de evaluar de forma apropiada las principales propiedades de las diferentes formulaciones propuestas en este estudio, se han realizado diferentes ensayos de caracterización mecánica, térmica, microscópica y otros ensayos para evaluación de las interacciones con el agua. Así pues, para evaluar las características térmicas se realizaron los ensayos de calorimetría diferencial de barrido (DSC) y análisis termogravimétrico (TGA). Por otro lado, para observar el comportamiento resistente de dichas mezclas, se llevaron a cabo ensayos de tracción, ensayos de dureza y ensayos de impacto. Además, las propias probetas fracturadas producidas durante el ensayo de impacto se llevaron a estudio mediante microscopía electrónica de barrido por emisión de campo (FESEM). Finalmente, se puso en marcha un duradero ensayo de absorción de agua o “Water Uptake” a la vez que se evaluó el carácter hidrófilo de las mezclas mediante un ensayo de goniometría.

3.3.1 Técnicas de caracterización térmica

3.3.1.1 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) es una de las técnicas de análisis térmico más utilizadas ya que proporciona un método rápido y fácil de usar para obtener una gran cantidad de información sobre un material, cualquiera que sea el uso final previsto.[27] Aplicada a materiales poliméricos, la técnica permite observar un elevado número de transiciones térmicas asociadas a polímeros de diversa naturaleza.

El principio de funcionamiento de esta técnica trata de evaluar el efecto de la temperatura sobre la variación de la capacidad calorífica (C_p) de un material. La técnica consiste en medir la potencia que hay que aportar o retirar de un sistema para que una muestra y una referencia se mantengan a la misma temperatura cuando dicha muestra se somete a un programa de temperatura en una atmósfera controlada. Este proceso permite identificar las siguientes transiciones térmicas posibles en un polímero:

- **Temperatura de transición vítrea (T_g):** Es la temperatura a la que se produce un cambio en la movilidad de las cadenas poliméricas de un polímero amorfo o semicristalino, cambio que se asocia a la capacidad calorífica del mismo. Por debajo de esta temperatura, el polímero tiene un comportamiento típicamente rígido, en cambio, por encima de este umbral, el material se caracteriza por un comportamiento dúctil. Cabe destacar de que se trata de una transición reversible que se identifica como un salto en la línea base de un DSC.
- **Temperatura de recristalización en frío (T_{cc}):** Se trata de la temperatura a la que parte de las cadenas cristalinas del polímero sufre un rápido ordenamiento, de modo que se produce un rápido enfriamiento del propio polímero. Dicho proceso se identifica en el DSC como un proceso exotérmico, ya que durante el mismo se libera calor.
- **Temperatura de fusión (T_m):** Es la temperatura que indica el estado de la fase cristalina del polímero. Lo cual significa que, por debajo de dicha temperatura, la fase cristalina está en estado sólido, y una vez superada, pasa a un estado líquido. Como es característico de los cambios de estado de la materia, estos necesitan de un aporte de energía para poder llevarse a cabo, lo que queda reflejado mediante picos endotérmicos en la gráfica DSC.

- **Temperatura de degradación (Td):** Es la temperatura asociada al proceso de degradación del material. Este proceso de degradación puede deberse a reacciones de oxidación o combustión del material, identificándose como un proceso exotérmico; o, por el contrario, deberse a la rotura o pirólisis de las cadenas poliméricas, representando estas reacciones un proceso endotérmico en la gráfica DSC.

Otro parámetro muy importante que puede ser obtenido mediante las gráficas DSC de un polímero es su cristalinidad, ya que es un parámetro estrechamente ligado a las entalpías de fusión y de recristalización del polímero, parámetros que a su vez vienen determinados por el área bajo la curva del diagrama DSC en los picos correspondientes a dichas temperaturas. Así pues, la cristalinidad viene dada por la siguiente expresión:

$$X_c(\%) = \frac{|\Delta H_m| - |\Delta H_{cc}|}{w \cdot |\Delta H_{100\%}|} \cdot 100$$

Donde X_c (%) es el porcentaje de cristalinidad del material, ΔH_m (J/g) es la entalpía de fusión, ΔH_{cc} (J/g) es la entalpía de recristalización, $\Delta H_{100\%}$ es la entalpía teórica de fusión del polímero si tuviera un 100% de cristalinidad y w es la fracción másica del polímero.[28]

Para llevar a cabo el ensayo se hizo uso de un calorímetro diferencial de barrido (DSC) modelo Mettler-Toledo 821 (Schwerzenbach, Switzerland) como el que aparece en la Figura 20.



Figura 20. Calorímetro diferencial de barrido Mettler-Toledo 821.

Como ya se ha expuesto al inicio de este apartado, el equipo consiste en medir la potencia que hay que aportar o retirar de un sistema para que una muestra y una referencia se mantengan a la misma temperatura. Por lo tanto, para iniciar el ensayo se emplean dos crisoles de aluminio, de los cuales uno actuará como referencia, dejando este vacío, y en otro se introducirá la muestra.

La normativa indica que la masa de la muestra a colocar en el crisol debe ser de entre 2 mg a 40 mg. Sin embargo, las indicaciones para el equipo empleado en el laboratorio son masa de entre 5 a 10 mg. Dichas muestras deben ser recortadas de las probetas inyectadas y posteriormente pesadas para introducir dicho dato en el equipo de calorimetría con el fin de que este haga una correcta representación de las curvas.

Una vez pesadas, se coloca la muestra en el crisol y se sella adecuadamente. Adicionalmente se realiza dos orificios al crisol para que los gases puedan ser liberados durante el calentamiento.

Tras la preparación de los dos crisoles, estos son colocados en la cámara de calentamiento u hornillo del equipo DSC, debiendo situar la muestra en el lado izquierdo del calefactor y la referencia en el lado derecho (Figura 21).



Figura 21. Cámara de calentamiento, calefactores y esquema de trabajo.

Para iniciar el ensayo, se introduce el dato del peso de la muestra y seguidamente se configuran los ciclos a efectuar. En este caso en cuestión, se configuró un primer ciclo de calentamiento para borrar el historial térmico del material, seguidamente un segundo ciclo de enfriamiento, y para finalizar un tercer ciclo de calentamiento. Quedando los ciclos de la siguiente manera:

- **Ciclo 1º:** 30 °C a 300 °C a una velocidad constante de calentamiento de 10°C/min.
- **Ciclo 2º:** 300 °C a -20 °C a una velocidad constante de enfriamiento de -10°C/min.
- **Ciclo 3º:** -20 °C a 330 °C a una velocidad constante de calentamiento de 10°C/min

Adicionalmente, todos estos ciclos se han realizado en una atmósfera controlada de nitrógeno aplicando un flujo constante de 66 mL/min.

Las normas empleadas referentes a este ensayo fueron la norma UNE-EN ISO 11357.

3.3.1.2 Análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico (TGA) es una técnica eficaz para evaluar y analizar los cambios y transiciones que sufren los materiales al ser expuestos a cambios controlados de temperatura. Se trata de un ensayo muy utilizado para medir diferentes propiedades como la estabilidad térmica, la estabilidad oxidativa, los efectos de diferentes atmósferas, el contenido de humedad y volátiles y, a veces, la composición de sistemas de múltiples componentes [29].

El principio de funcionamiento de esta técnica consiste en el monitoreo constante de la masa de una muestra mientras esta es sometida a variaciones de temperatura o de tiempo a una temperatura constante, todo ello en una atmósfera controlada.

El equipo de análisis termogravimétrico suele constar de una balanza de alta precisión y un plato de muestras. El portamuestras de la microbalanza contiene el material de muestra y se ubica en un horno o estufa que se calienta o enfría durante el experimento. Se utiliza un termopar para controlar y medir con precisión la temperatura dentro del horno. La masa de la muestra se controla constantemente durante el análisis. Se puede usar un gas inerte o reactivo para purgar y controlar el ambiente. El análisis se realiza elevando gradualmente la temperatura y registrando el peso de las sustancias frente a la temperatura. Se utiliza un programa para controlar el instrumento y procesar las curvas de salida (temperatura frente a peso) [30].

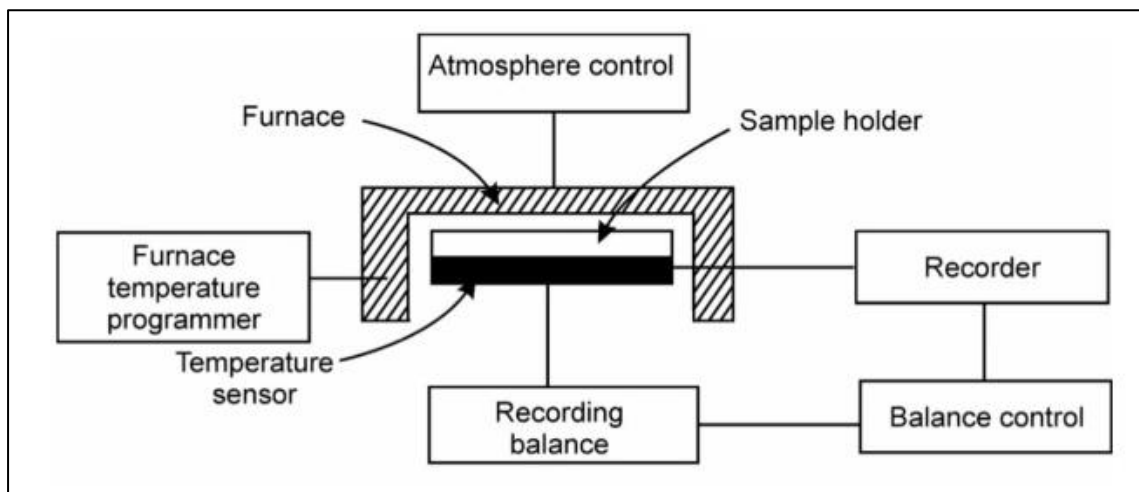


Figura 22. Esquema de funcionamiento del TGA (adaptado artículo de Gossman Forensics)

Para nuestro estudio en particular se ha empleado un equipo con célula de medida modelo Mettler-Toledo TGA 851-E y una microbalanza Mettler MT-1 ambas de la marca Mettler-Toledo Inc. (Schwerzenbach, Switzerland) (Figura 23). Este conjunto venía controlado por el sistema LINSEIS TGA 1000 (Selb, Germany).



Figura 23. Equipo TGA de Mettler – Toledo.

El procedimiento seguido para este estudio consistió en pesar muestras de entre 15-17 mg de cada muestra y se introdujeron en crisoles de aluminio de 70 μ l. A continuación, se estableció un programa térmico dinámico de calentamiento desde 40 hasta 700 °C, con una velocidad de variación de temperatura de 10 °C/min en una atmósfera de gas nitrógeno generada mediante un caudal continuo de 66 ml/min. Con los datos obtenidos, se tomaron las temperaturas correspondientes a una pérdida de masa del 5% como temperatura de inicio de degradación. Adicionalmente, se obtuvieron diagramas correspondientes a la primera derivada de los termogramas, los cuales permitieron extraer las temperaturas de máxima velocidad de degradación a partir de los picos de variación máxima. Finalmente, también se analizaron las masas residuales al finalizar el ensayo [31].

Cabe destacar que para la realización de este ensayo fue consultada la norma UNE-EN ISO 11358-1 de 2015.

3.3.2 Técnicas de caracterización mecánica

3.3.2.1 Ensayo de tracción

El ensayo de tracción es una técnica destructiva que sirve para caracterizar el comportamiento mecánico de los materiales al ser sometidos a esfuerzos de tracción, tal como su nombre indica.

El principio de funcionamiento del ensayo consiste en someter al material a un esfuerzo de tracción, generado mediante una velocidad de separación constante del equipo de tracción, lo cual provoca la deformación de la probeta, generándose como consecuencia un registro de la deformación generada frente a la fuerza aplicada mediante una célula de carga.

En este estudio en particular se empleó una máquina de ensayos universal, concretamente el modelo ELIB 30 proporcionado por la empresa S.A.E. Ibertest (Madrid, España), tal como queda ilustrado en la siguiente figura.



Figura 24. Máquina de ensayos universal.

Para llevar a cabo el ensayo se equipó la máquina de ensayo con la célula de carga de 5 kN, junto con las garras que permiten ejercer una fuerza uniaxial en el mismo sentido que el eje de la muestra, tal como nos indica la norma UNE EN ISO 527-4.

Una vez montados los módulos necesarios, se prosiguió con la preparación de cinco probetas normalizadas con forma de hueso de perro de cada una de las composiciones, y se colocó estas dejando una zona central libre de agarre de 50mm. Posteriormente se introdujo el espesor de la probeta y se estableció una velocidad de aplicación de la carga durante el ensayo de 5 mm/min.

Cada una de las muestras ensayadas generó un gráfico de Fuerza – Deformación, también configurable como Tensión – Deformación, con el que fue posible la obtención de parámetros como el módulo de Young (E), la tensión máxima (σ_{max}) y el porcentaje de alargamiento a la rotura (ε_r). Parámetros que vienen dados por mediante las siguientes expresiones:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}$$

$$\sigma_{max} = \frac{F_{max}}{S_0}$$

$$\varepsilon_r = \frac{\Delta L}{L_0} \cdot 100 = \frac{L_f - L_0}{L_0} \cdot 100$$

Donde σ (MPa) es la tensión, ε (%) es la deformación unitaria, F_{max} (kN) es la carga máxima aplicada, S_0 (mm²) es la sección inicial, L_f (mm) es la longitud final de la probeta y L_0 (mm) es la longitud inicial.

3.3.2.2 Ensayo de impacto – Ensayo Charpy

El ensayo de impacto consiste en una técnica destructiva que tiene como propósito evaluar la tenacidad del material y por ende nos da cierta información sobre su tendencia al comportamiento dúctil o frágil. Precisamente la resistencia al impacto es una medida de la tenacidad de un material, puesto que se define como la capacidad de absorción de energía de un material en condiciones de impacto con la aplicación de una carga antes de la fractura [32].

Existen dos tipos de métodos normalizados; el método Charpy y el método Izod. Para el presente trabajo se ha optado por el método de Charpy, empleando un péndulo de la compañía Metrotec S.A. (San Sebastián, España). Para llevar a cabo el ensayo se ha usado el péndulo con la configuración de 6J, tal como el que se ilustra en la Figura 25.



Figura 25. Péndulo de Charpy

El ensayo se ha realizado siguiendo las indicaciones de la norma UNE-EN ISO 179, por lo que se han empleado las probetas de 80x10x4 mm. Cinco probetas de cada una de las formulaciones fueron sometidas a la realización de una entalla según las indicaciones de la normativa mencionada. Seguidamente se procedió a medir las probetas (espesor y ancho en la zona de entalla) ya entalladas y ejecutar el ensayo mediante la liberación del péndulo, que, tras el impacto contra la probeta en la zona posterior de entalla y su consecuente rotura, registraba la medida de la energía absorbida durante el mismo.



Figura 26. Brochadora vertical para realización de entallas.

3.3.2.3 Ensayo de dureza Shore

La dureza se puede definir en ciencia de los materiales como la resistencia que opone un material a una deformación plástica localizada generada mediante penetración o indentación.

El ensayo de dureza Shore es un método empírico destinado principalmente a fines de control, puesto que no existe ninguna relación simple entre la dureza de penetración determinada por este método y cualquiera de las propiedades fundamentales del material ensayado.

El principio de funcionamiento el ensayo es muy simple, ya que consiste en aplicar un penetrador específico al material de ensayo bajo condiciones específicas y se mide la profundidad de penetración.

Tal como indica la norma UNE-EN ISO 868, la dureza de penetración es inversamente proporcional a la penetración y depende del módulo de elasticidad y de las propiedades viscoelásticas del material. La forma del penetrador, la fuerza aplicada sobre él y la duración de su aplicación influyen sobre los resultados obtenidos, de tal manera que no existe una relación simple entre los resultados obtenidos con un tipo de durómetro y los obtenidos con otro tipo de durómetro o aparato capaz de medir la dureza.[33]

En este caso, el ensayo fue llevado a cabo mediante un durómetro Shore modelo JBA 673-D suministrado por la empresa J. Bot, S.A. (Barcelona, España) (Figura 27).



Figura 27. Durómetro Shore.

Para realizar las mediciones se procedió con el módulo de dureza Shore D y se colocó el durómetro a 2cm del borde de la mesa. Una vez colocado y en una posición estable, se utilizaron las probetas de 80x10x4 mm, realizando 5 mediciones a cada una de las formulaciones en diferentes puntos de la probeta, tomando el valor de dureza una vez transcurridos 15 segundos de estabilización tras la aplicación de la carga.

3.3.3 Técnicas de caracterización morfológica

3.3.3.1 Microscopía electrónica de barrido por emisión de campo (FESEM)

La microscopía electrónica de barrido por emisión de campo (FESEM) es una técnica que aporta una enorme cantidad de información a partir del estudio de la morfología superficial de una muestra. La técnica es muy similar a la microscopía de barrido (SEM) pero con mayor resolución y con un rango de energía bastante superior.

El principio de funcionamiento de esta técnica consiste en el uso de un microscopio que utiliza un haz de electrones en lugar de luz para formar una imagen. Concretamente el equipo cuenta con un cañón de emisión de campo que genera un haz de electrones de alta y baja energía muy focalizados, mejorando la resolución espacial y permitiendo trabajar a muy baja tensión de aceleración, con lo que se minimizan las cargas sobre el espécimen a observar y causa menos daños en muestras sensibles al haz electrónico. Además, la posibilidad de utilizar detectores en el interior de la columna, denominados “in lens”, permiten obtener imágenes de electrones secundarios de baja energía consiguiendo observar a muy alta resolución la ultraestructura superficial de la muestra.

En este caso en particular, las muestras fueron enviadas para su análisis al campus de Vera de la Universidad Politécnica de Valencia, donde se empleó un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FESEM) modelo Zeiss Ultra 55 de la empresa Oxford Instruments (Abingdon, Reino Unido), similar al que aparece en la Figura 28 adjunta líneas abajo [34].



Figura 28. Microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FESEM)

Para este ensayo no existe ningún tipo de normativa que nos dicte la preparación previa del ensayo. Pero el interés del ensayo reside en analizar la morfología de la superficie de fractura generada durante los ensayos de impacto. Por lo tanto, el primer paso en la preparación de dichas muestras es recortar una pequeña muestra de cada una de las formulaciones de la zona de la fractura, obteniendo piezas de tamaño similar en la medida de lo posible. Seguidamente se realizó la adhesión de cada una de las mencionadas muestras a un soporte metálico mediante una cinta de carbono y en la zona superior se creó una especie de puente de unión de todas las muestras mediante un proceso de recubrimiento metálico o “sputtering”. Este proceso es muy importante puesto que debemos darle propiedades conductoras a la muestra para que el equipo funcione correctamente.

3.3.4 Técnicas de caracterización de la interacción con agua

3.3.4.1 Goniometría

La goniometría es una técnica que nos permite determinar el carácter hidrofílico o hidrofóbico de la superficie de un material. Esta técnica consiste en determinar el ángulo de contacto que se genera en la superficie de un material al depositar gotas de un disolvente líquido sobre él. En este caso, únicamente se empleó agua destilada como disolvente.

El ángulo de contacto que forma la gota de disolvente sobre la superficie de la muestra es el parámetro que determinará la humectabilidad y hidrofiliidad de dicha muestra, teniendo en cuenta que se habla de hidro ya que precisamente el disolvente empleado es el agua. Así pues, un material con carácter hidrofóbico presentará un ángulo de contacto muy elevado ($>90^\circ$) y por tanto la energía superficial será muy baja, mientras que un material hidrofílico tendrá un ángulo de contacto pequeño ($<90^\circ$) y por tanto la energía superficial será elevada. En la Figura 29 se ilustra un resumen de dicha clasificación [35].

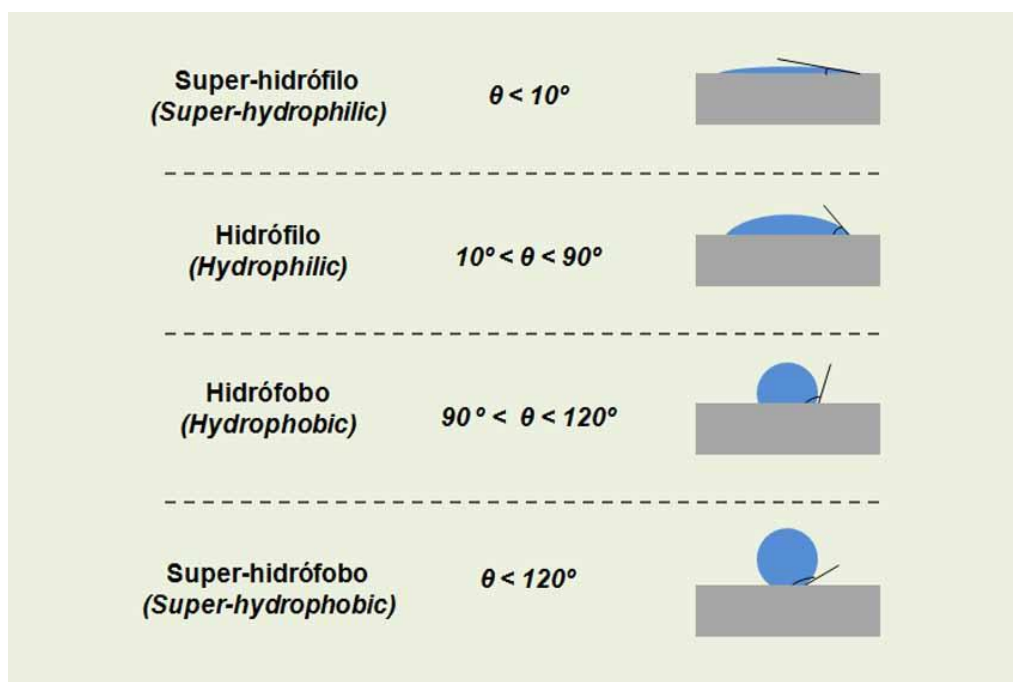


Figura 29. Clasificación según el ángulo de contacto.

El equipo empleado para llevar a cabo el ensayo fue un goniómetro EasyDrop Standard modelo FM140 (KRÜSS GmbH, Hamburg, Deutschland) como el de la Figura 30. El equipo está formado por una jeringuilla que sirve para depositar las gotas de agua sobre la muestra, una cámara de alta definición y enfoque y una base sobre la que colocar las probetas. Adicionalmente, la cámara está conectada a un ordenador acompañado de un software específico denominado Drop Shape Analysis capaz de procesar las imágenes y calcular de forma automática los ángulos de contacto.



Figura 30. Equipo de goniometría.

En cuanto a la preparación de las muestras, se escogió una probeta normalizada de hueso de perro de cada una de las formulaciones. Seguidamente se fueron midiendo cada una de ellas, para lo cual se fueron colocando sobre la base de una en una, ajustando su posición y la de la cámara para asegurar un correcto enfoque. Una vez colocadas, se depositó cuidadosamente una única gota de agua mediante la jeringuilla y se tomó la medida del ángulo de contacto tras haber transcurrido un tiempo de estabilización de 20s, la medida se realizó mediante el software de imagen mencionado. Dicho proceso de medición se repitió 5 veces para cada una de las muestras.

3.3.4.2 Estudio de absorción de agua

El ensayo de absorción de agua, comúnmente conocido como “Water Uptake”, es un ensayo que nos permite evaluar la capacidad de absorción de agua de un material. Su principio de funcionamiento es muy simple, ya que consiste básicamente en sumergir unas probetas en agua durante un periodo prolongado de tiempo, realizando comprobaciones periódicas de la masa de la muestra y comparándolas con los valores de la muestra inicial.

El ensayo fue realizado consultando las indicaciones de la norma ASTM D570-98(2018).

El procedimiento experimental seguido durante el presente estudio consistió en los siguientes pasos:

1. Selección de una probeta de 80x10x4 mm para cada una de las diferentes mezclas.
2. Secado previo de las muestras n una estufa para eliminar la humedad residual.
3. Anotación de la masa de cada una de las muestras mediante una balanza de precisión. Y posterior etiquetado de las mencionadas probetas.
4. Identificación y sujeción de cada probeta mediante el uso de etiquetas, alambre e hilos para una fácil extracción durante futuras mediciones.
5. Introducción de las probetas en agua durante 12 semanas, realizándose una medición de la masa de cada una de ellas una vez a la semana, intentando siempre realizar la medición el mismo día y a la misma hora.

En la Figura 31 queda ilustrado el montaje seguido para la realización de este ensayo.



Figura 31. Montaje del ensayo de absorción de agua.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 CARACTERIZACIÓN TÉRMICA DE MATERIALES COMPUESTOS DE PA6 Y RESIDUO TEXTIL

En este apartado se exponen los resultados referentes a las propiedades térmicas de nuestras muestras, evaluadas mediante los ensayos de calorimetría diferencial de barrido (DSC) y termogravimetría (TGA).

4.1.1 Calorimetría diferencial de barrido para diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil

El ensayo de calorimetría diferencial de barrido (DSC) es realmente útil para identificar los principales parámetros de caracterización térmica que sufre un polímero dentro de un determinado rango de temperaturas, estudiando su comportamiento mediante las variaciones de entalpía que experimenta el material durante los cambios de fase y las modificaciones en la movilidad de sus cadenas.

Como se ha comentado en el anterior apartado de procedimiento experimental, será necesario someter a las diferentes formulaciones a 3 ciclos, compuestos por una primera etapa de calentamiento, un segundo ciclo de enfriamiento, y un último ciclo de calentamiento. Esto sirve para eliminar la memoria térmica presente en los polímeros que componen la mezcla y conseguir así unas propiedades térmicas más precisas. Esto se debe a que durante el conformado los materiales poliméricos están sometidos a cambios de temperatura y presión muy rápidos e intensos, lo que no permite una adecuada reordenación de las cadenas poliméricas, obteniendo como consecuencia picos poco definidos, menores grados de cristalinidad, etc.

Como paso previo al análisis de las distintas formulaciones, se hizo un análisis mediante DSC de una muestra sin inyectar de la propia borra para obtener sus propiedades térmicas. Como el residuo textil es un material con una composición heterogénea de fibras fue necesaria la evaluación de tres muestras distintas de la misma bolsa. Como resultado de estos DSC se obtuvieron tres graficas DSC con un comportamiento muy similar entre ellas, tal como el que se ilustra en la Figura 32, perteneciente a la segunda muestra de borra.

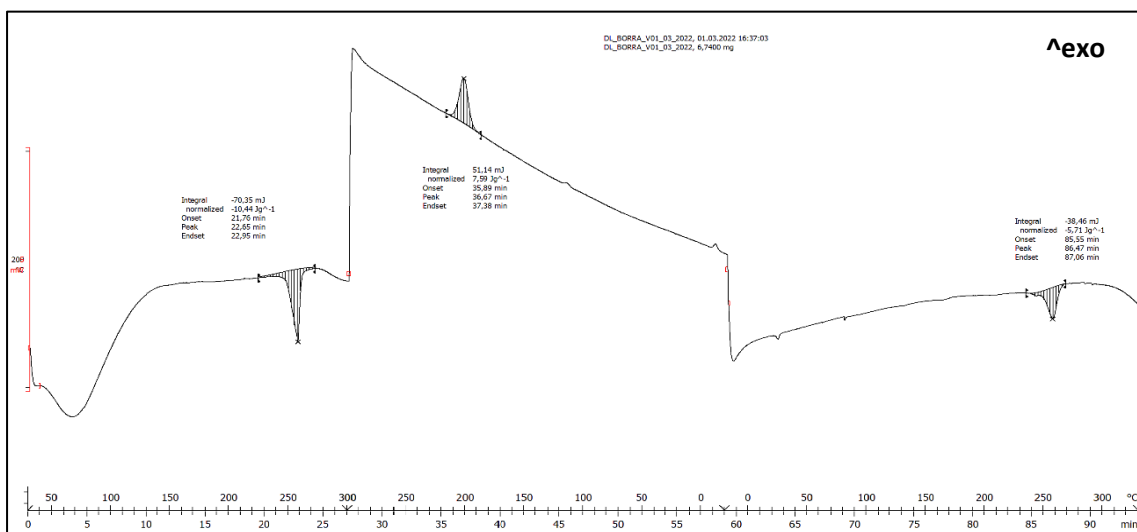


Figura 32. Ciclo DSC completo de la Borra.

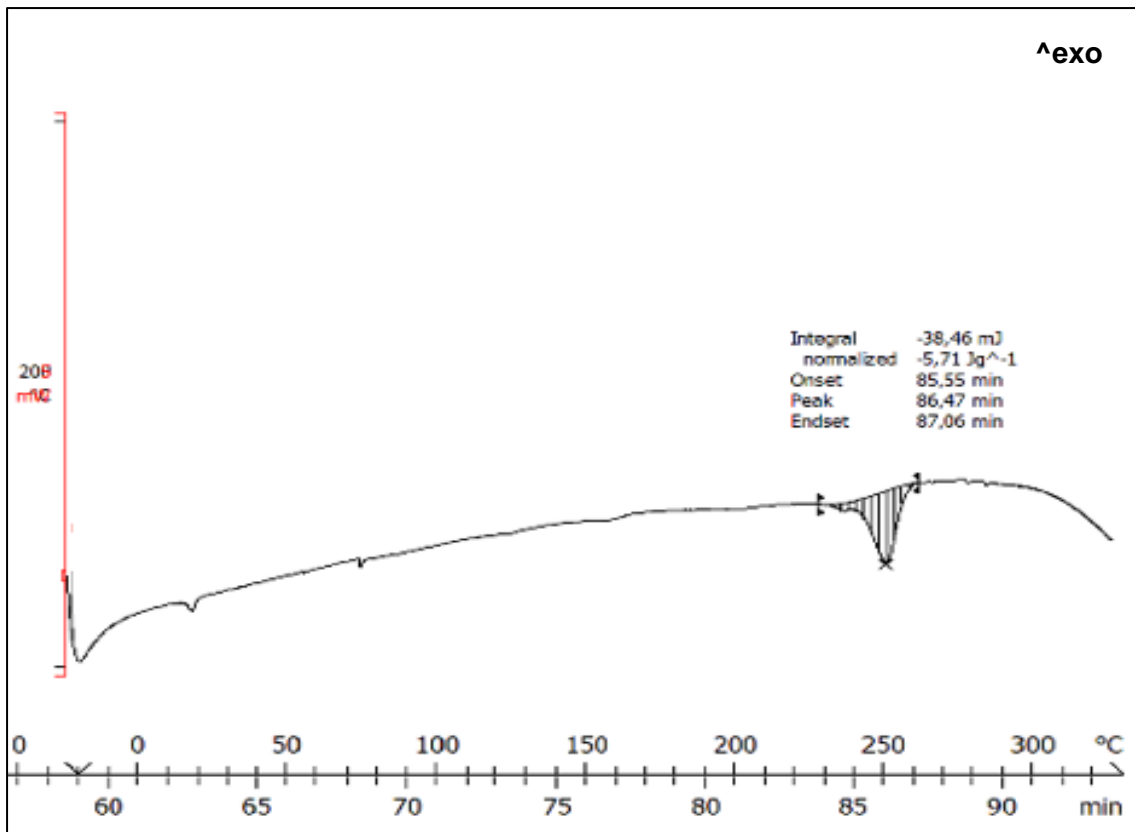


Figura 33 Segundo ciclo de calentamiento de la Borra.

Como podemos observar en la Figura 32, y especialmente en la Figura 33, que es donde se observa con detalle el ciclo de calentamiento de la muestra de residuo textil, podemos apreciar cómo se produce un pico endotérmico a una temperatura de 254,65 °C. Este pico endotérmico representa un aporte de energía a la muestra de 5,71 J/g necesario para producirse un cambio de estado de sólido a líquido característico de la fusión de la fracción cristalina del polímero presente en la borra, por lo tanto, estaríamos frente al pico correspondiente a la temperatura de fusión del polímero. Dicha temperatura de fusión puede corresponderse con gran probabilidad al porcentaje de poliéster presente en los residuos textiles utilizados, tal como se mostraba en la Tabla 4, ya que según observaron D. Cayuela y J. Gacén [36], el punto de fusión del poliéster se encuentra en torno a los 260 °C. Y según otro estudio de Ping Zhu et. al. en el que se analiza una muestra de algodón, este no presenta picos similares a dicha temperatura durante el análisis DSC [37].

Una vez analizada la borra, se procedió a realizar el análisis de las diferentes composiciones, siendo de especial relevancia la curva obtenida en el ciclo de enfriamiento y sobre todo la obtenida el segundo ciclo de calentamiento de cada una de las composiciones, quedando todas estas curvas ilustradas en la Figura 34 y 35 adjuntas líneas abajo.

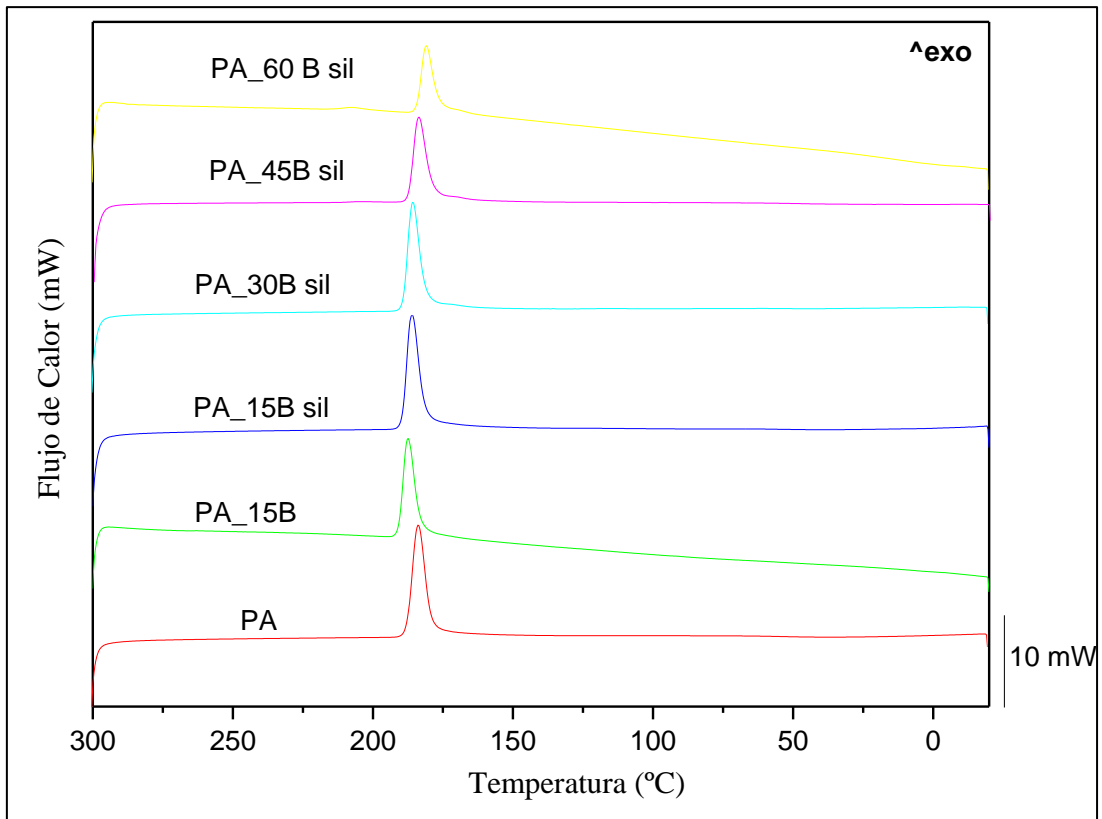


Figura 34. Ciclo DSC de enfriamiento de cada una de las formulaciones.

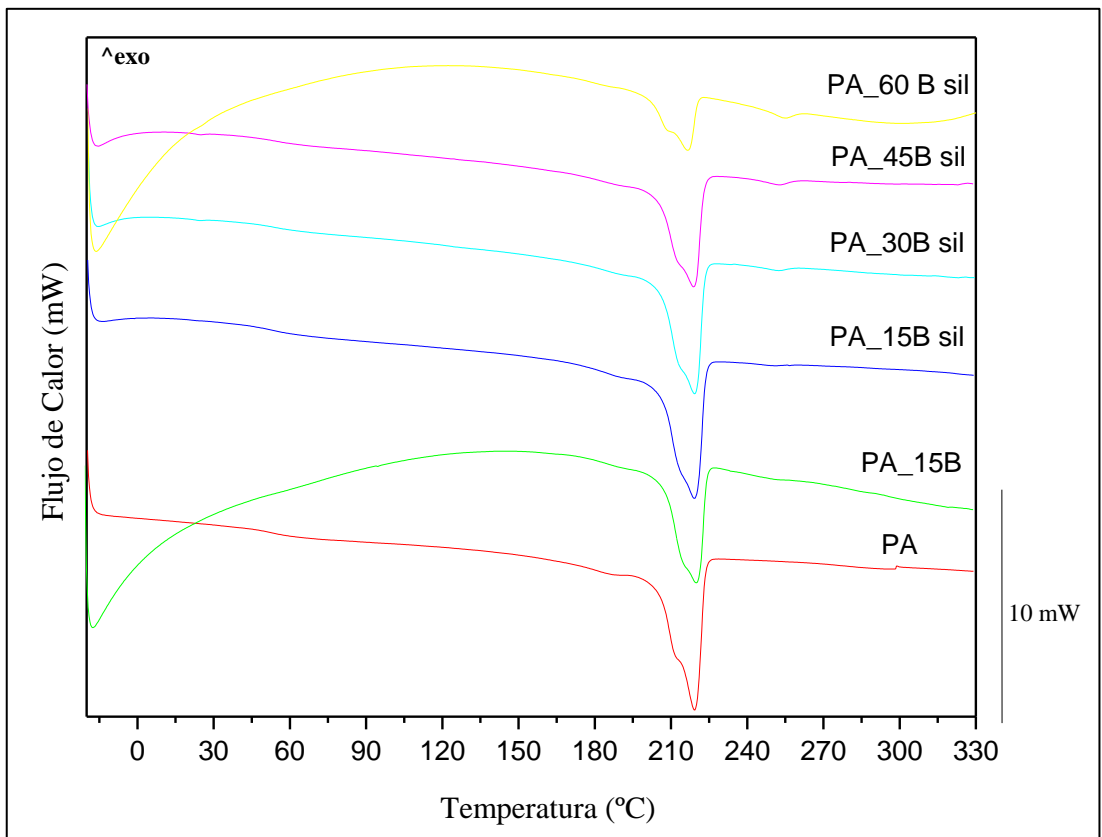


Figura 35. Segundo ciclo DSC de calentamiento de cada una de las formulaciones.

En la Figura 34, correspondiente al ciclo de enfriamiento, se puede observar un pico exotérmico prácticamente en la misma temperatura para todas las muestras, este pico se debe a la liberación de energía durante el proceso de ordenación de cristales de la PA6 gracias a que las condiciones de enfriamiento son lentas y permiten dicha ordenación de la parte cristalina del polímero.

La Figura 35, todavía es de mayor interés, ya que se pueden observar tres fenómenos diferentes. En primer lugar, se observa un ligero cambio de nivel en algunas de las curvas, este desnivel supone la absorción de energía por parte de la muestra para llevar a cabo una transición vítrea, la cual no se considera un como un cambio de estado de la materia, pero si una transformación en la que el material pasa de estar rígido a un estado viscoelástico. Esta transformación que observamos entre los 55 °C y los 60 °C, es típica de las estructuras amorfas, pero en este caso es muy sutil, lo que nos podría estar indicando de que estamos ante un polímero semicristalino. Esto se verificará mediante el cálculo de la cristalinidad (X_c), la cual deberá ser inferior a 100% para poder afirmar que es un polímero semicristalino.

En segundo lugar, podemos observar un pico endotérmico agudo en todas las muestras a una temperatura cercana a los 220 °C, este pico se representa un cambio de la fase de la proporción cristalina de la PA6. Si revisamos los datos expuestos en la introducción veremos que el valor obtenido se corresponde con la información ilustrada en la Tabla 3 de este trabajo. Adicionalmente, si integramos cada uno de estos picos, podremos obtener la energía absorbida por cada una de las muestras al realizar dicho cambio de estado, de sólido a líquido, quedando este valor expuesto en la Tabla 10.

Por último, el tercer fenómeno destacable, pero sutil, es la presencia de un segundo pico de fusión muy pequeño. Si prestamos atención a las curvas con residuo textil, veremos que aparece un diminuto pico a una temperatura cercana a los 260 °C, y que además es más notorio a medida que aumenta el contenido en borra en la muestra. Aunque también es bastante notorio en la muestra sin silanos, lo cual puede ser un indicio del efecto de la compatibilización entre los dos compuestos. Además, la presencia de dicho pico tiene gran sentido si volvemos a revisar la curva DSC de la muestra de borra al 100%, ya que probablemente se deba a la presencia de poliéster, ya comentada, en la composición de este material.

Adicionalmente, es relevante destacar que en este caso no se aprecia la presencia de ningún proceso exotérmico al finalizar el calentamiento, lo cual es un indicio de que a 300 °C ninguno de los componentes del compuesto ha alcanzado el punto de degradación.

Todas estas curvas DSC han posibilitado la recopilación de los principales parámetros térmicos de las diferentes mezclas en la siguiente tabla adjunta (Tabla 10) líneas abajo. Donde el % de cristalización se ha calculado con la fórmula expuesta en el apartado 3.3.1.1, la cual ha quedado simplificada a la siguiente expresión debido a la ausencia de una temperatura de recristalización en frío (T_{cc}):

$$X_c(\%) = \frac{|\Delta H_m|}{w \cdot |\Delta H_{100\%}|} \cdot 100$$

Siendo en el caso de la PA6, $\Delta H_{100\%} = 230\text{J/g}$ según indica E. Kalta et. al. [38]

Tabla 10. Principales parámetros térmicos de las diferentes mezclas obtenidas gracias a las curvas DSC.

Muestra	T _g (°C)	T _m (°C)	ΔH _m (J g ⁻¹)	X _c (%)
Borra		254,65	5,71	-
PA	58,92	219,22	65,61	28,53
PA_15B	-	220,41	52,48	26,84
PA_15B sil	53,05	219,13	66,10	34,21
PA_30B sil	56,38	218,85	47,80	30,12
PA_45B sil	53,24	219,25	34,60	27,86
PA_60B sil	-	215,82	22,59	25,18

Nuevamente se puede observar que la temperatura de transición vítrea se produce cerca de los 55 °C, seguida de la temperatura de fusión de la PA6, la cual se manifiesta cerca de los 220 °C. Además, es destacable el hecho de que la entalpía absorbida durante la fusión de la poliamida es menor según aumenta el contenido de borra, lo cual es lógico, puesto que disminuye el contenido de PA6 y por lo tanto el contenido de estructura cristalina que absorbe energía para cambiar de estado. Por el contrario, vemos que el % de cristalinidad aumenta en cierta medida con la adición del residuo, especialmente cuando va acompañado de silanos, lo que demuestra el efecto compatibilizante de los mismos. Sin embargo, dicho aumento de la cristalinidad no es lineal, sino que tiene un máximo en la mezcla con un 30% de borra, a partir de la cual se va reduciendo, incluso por debajo de la cristalinidad de la poliamida. Esto puede deberse a que en este punto ocurre una saturación del contenido de fibras textiles, imposibilitando un correcto enlace entre estas y la matriz de poliamida, produciendo como resultado una disminución de la cristalinidad de la mezcla.

4.1.2 Caracterización termogravimétrica para diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil

El análisis termogravimétrico es un ensayo que se complementa muy bien con el ensayo DSC, puesto que ofrece una información adicional sobre el comportamiento y estabilidad térmica del material, correspondiente a la etapa de degradación de este.

En nuestro caso, se ha obtenido en primer lugar una gráfica que ilustra la variación de la masa de las diferentes muestras con la temperatura, alcanzando precisamente temperaturas muy superiores a los 330 grados del DSC. Dicha gráfica con las diferentes curvas de variación de masa queda reflejada en la Figura 36.

Adicionalmente, se ha obtenido una gráfica que representa la derivada primera de las curvas anteriores, lo cual nos indica la velocidad de degradación de las diferentes composiciones. Esta gráfica corresponde con la Figura 37, ilustrada líneas abajo.

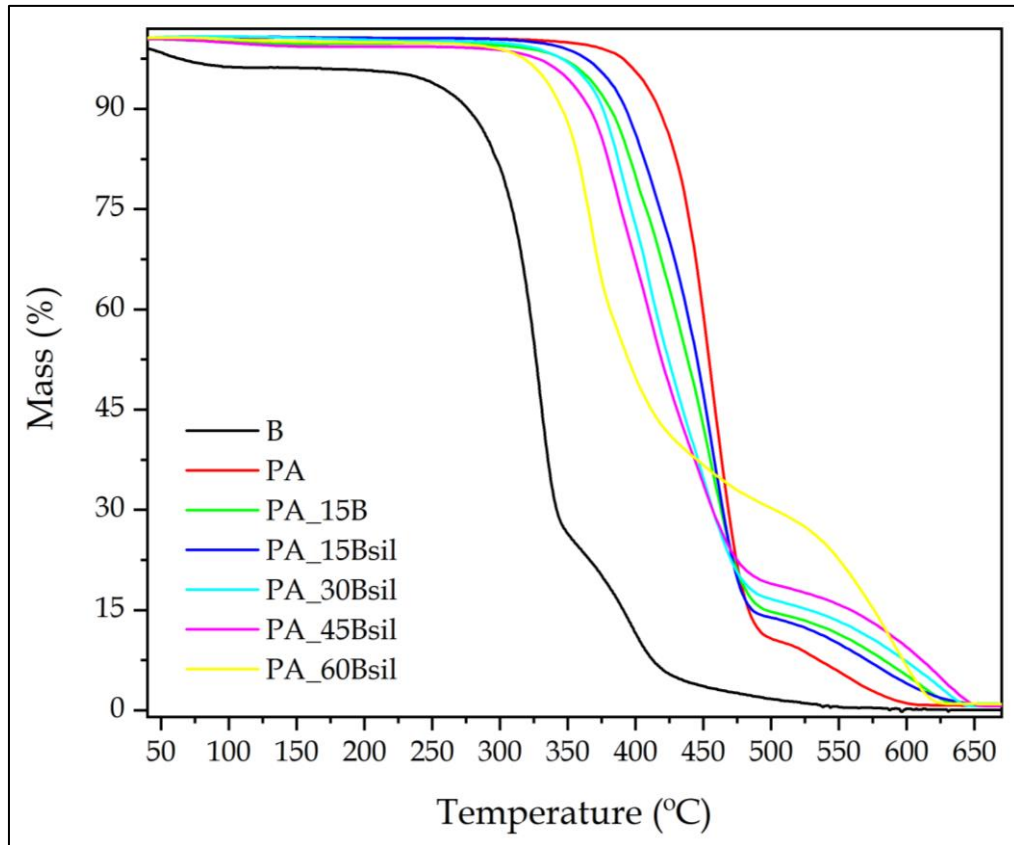


Figura 36. Gráfico TGA de la variación de la masa de las muestras con la temperatura.

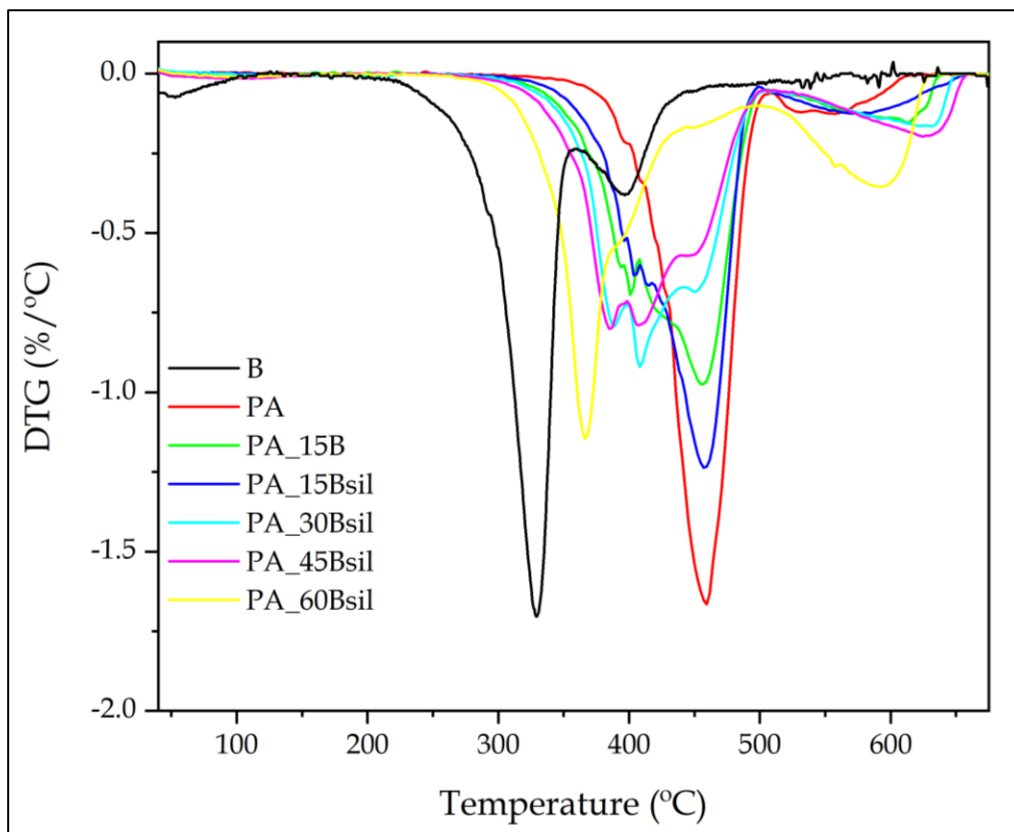


Figura 37. Gráfico de la primera derivada de la TGA.

De estas dos gráficas se observa que la descomposición de la PA ocurre en dos pasos, la degradación principal ocurre en el primer paso entre los 350 °C y 500 °C donde se pierde aproximadamente un 85% de masa, y tiene su temperatura de degradación máxima a los 459 °C. En la literatura se ha indicado que la degradación que sufre en esta etapa corresponde a un mecanismo de transferencia β -C-H, donde se genera cetoamidas como principal producto de descomposición [39, 40]. En el segundo paso, que va desde los 500 °C hasta los 600 °C corresponde a una pérdida del 15% de masa, pérdida que se le puede atribuir a la oxidación de los residuos transitorios [41]. Cabe recalcar que no se observó ningún contenido de humedad en la muestra, ya que no se produjo ninguna pérdida de peso apreciable alrededor de los 100 °C.

En cuanto a la borra, se puede observar cómo nada más empieza el ciclo de degradación, se observa una ligera pérdida de masa cercana al 3%, esta pérdida de masa alcanza su pico al acercarse la muestra a la temperatura de 100°C, llegando a completarse tras superar los 120 °C, esta primera pérdida de masa es debida al contenido de humedad de la borra, puesto que esta se compone mayoritariamente de algodón, el cual suele presentar valores cercanos al 3% de humedad, tal como reporta Arzu Kanca [42]. Una vez perdido el contenido de humedad, se puede apreciar una descomposición de la borra en dos fases, la primera fase, en la que se degrada aproximadamente el 67% de la borra, en un rango de temperatura desde los 220 °C y los 350 °C, siendo el pico de máxima degradación a los 329 °C. Este primer paso, se corresponde con la degradación del algodón, el cual es el componente mayoritario de la borra utilizada, tal como se observaba en la Tabla 4. Concretamente lo que se produce en este pico es la degradación de la hemicelulosa y de la celulosa presente en el algodón, ya que según indican otros estudios sobre el algodón la hemicelulosa se descompone por debajo de los 350 °C, mientras que la degradación de la celulosa se produce a temperaturas entre 250 °C y 500 °C [37, 42]. En el segundo paso se juntan dos procesos, en primer lugar, la llamada segunda pirólisis del algodón debida a la descomposición de la lignina a temperaturas superiores de 400 °C [42]. En segundo lugar, la degradación del poliéster presente en el algodón, cuya degradación también se produce en el rango de temperaturas cercano a los 400 °C, lo cual se corresponde con otros estudios realizados sobre la estabilidad térmica del politereftalato de etileno (PET), siendo este uno de los poliésteres más conocidos [43-45]. Durante este segundo paso, se degrada el 30% de la masa restante.

Respecto a la degradación de las diferentes mezclas, podemos apreciar como aparentemente se producen en dos fases, pero posteriormente si analizamos el gráfico de la derivada, podemos identificar la presencia de tres o hasta cuatro picos de velocidad de degradación. Produciéndose la degradación principal en un rango de temperaturas intermedio entre la temperatura de degradación principal de la PA6 y la temperatura de degradación de la celulosa de la borra.

Además, es destacable que la adición de silanos en este caso no marca un cambio muy significativo. Sin embargo, si comparamos las formulaciones con un 15% de borra veremos que los compatibilizantes producen un aumento de la velocidad de degradación de la PA6, lo cual es un indicio de que existe una mejor miscibilidad en la mezcla, reduciéndose así ligeramente el contenido de residuos transitorios oxidados.

Finalmente, se ha reflejado todos estos parámetros correspondientes a las distintas degradaciones en la Tabla 11. Donde también se ha detallado la temperatura de inicio de la degradación, correspondiente a una pérdida de masa del 5%.

Tabla 11. Propiedades termogravimétricas de las diferentes formulaciones.

Muestra	T _{5%} (°C)	T _{deg_max} (°C)	
		Borra	PA
Borra	235,00	329/396,5	-
PA	403,30	-	459
PA_15B	363,67	/401	457
PA_15B sil	377,67	/403,3	457
PA_30B sil	361,33	389/408	450
PA_45B sil	347,33	384/405	445
PA_60B sil	333,33	366/	-

4.2 PROPIEDADES MECÁNICAS DE MATERIALES COMPUESTOS DE PA6 Y RESIDUO TEXTIL

En este segundo apartado se presentan los resultados de las propiedades mecánicas de nuestras formulaciones, obtenidas mediante los ensayos tracción, dureza e impacto.

4.2.1 Ensayo de tracción para diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil

El ensayo de tracción es precisamente uno de los ensayos que más información nos aporta sobre las propiedades mecánicas de un material, ya que con este ensayo podemos obtener propiedades como el módulo elástico, la tensión máxima y el alargamiento a rotura. Tras el ensayo de 5 muestras de cada una de las formulaciones, se ha obtenido una media de dichas propiedades en la siguiente Tabla 12.

Tabla 12. Resultados de las propiedades mecánicas obtenidas mediante el ensayo de tracción.

Muestra	Módulo elástico E (MPa)	Resistencia a tracción σ_{max} (MPa)	Elongación de rotura ϵ_r (%)
PA	582,35 ± 35,61	53,16 ± 1,60	141,85 ± 46,72
PA_15B	633,75 ± 27,36	49,98 ± 1,00	8,03 ± 0,54
PA_15B sil	697,87 ± 25,37	49,02 ± 2,12	8,47 ± 0,20
PA_30B sil	837,97 ± 89,33	52,55 ± 4,14	6,89 ± 0,27
PA_45B sil	712,45 ± 36,58	55,26 ± 2,74	6,25 ± 0,81
PA_60B sil	692,76 ± 19,25	63,34 ± 1,93	6,01 ± 0,89

Como podemos observar en la tabla resumen, partimos de una poliamida cuyo módulo de elasticidad es de 582 MPa, partiendo de este valor como base vemos como la rigidez del material compuesto va variando en función del contenido de borra. Precisamente esto es lo que se ve en la Tabla 12. Podemos observar cómo al añadir un 15% de borra el material se vuelve más rígido, incrementando el módulo elástico hasta los 633 MPa, lo que supone un aumento del 8,76% respecto al 100% de PA6.

Todavía es más interesante la siguiente muestra, en la que al 15% de borra se ha añadido silanos, observándose su función como compatibilizantes, puesto que se observa una mejora de la rigidez del 19,76% respecto de la PA6, alcanzando 697 MPa de módulo elástico.

Esta tendencia alcista se cumple también para la muestra de 30% de borra, alcanzando una media de 838 MPa, lo que se traduce en un aumento del 43,9% respecto del módulo elástico inicial. Las muestras con esta composición presentan además una gran dispersión, alcanzando para algunas muestras valores superiores a los 850 MPa.

A partir de ese punto, se observa un detrimento de la rigidez en las siguientes composiciones, obteniéndose un valor de 712 MPa para un 45% de borra, donde volvemos a observar una notable dispersión de los resultados. Seguidamente, para la muestra con una adición del 60% de borra se consigue un módulo de 692 MPa, el cual es significativamente inferior del máximo módulo obtenido en las mezclas con un 30% de borra, pero sigue estando por encima de la PA6 al 100%, siendo superior a este en un 18,9%.

Todos estos resultados han sido representados en la Figura 38, donde se observa además las dispersiones mencionadas. También se ha representado los valores medios de la tensión máxima alcanzada, y la de la elongación unitaria en %.

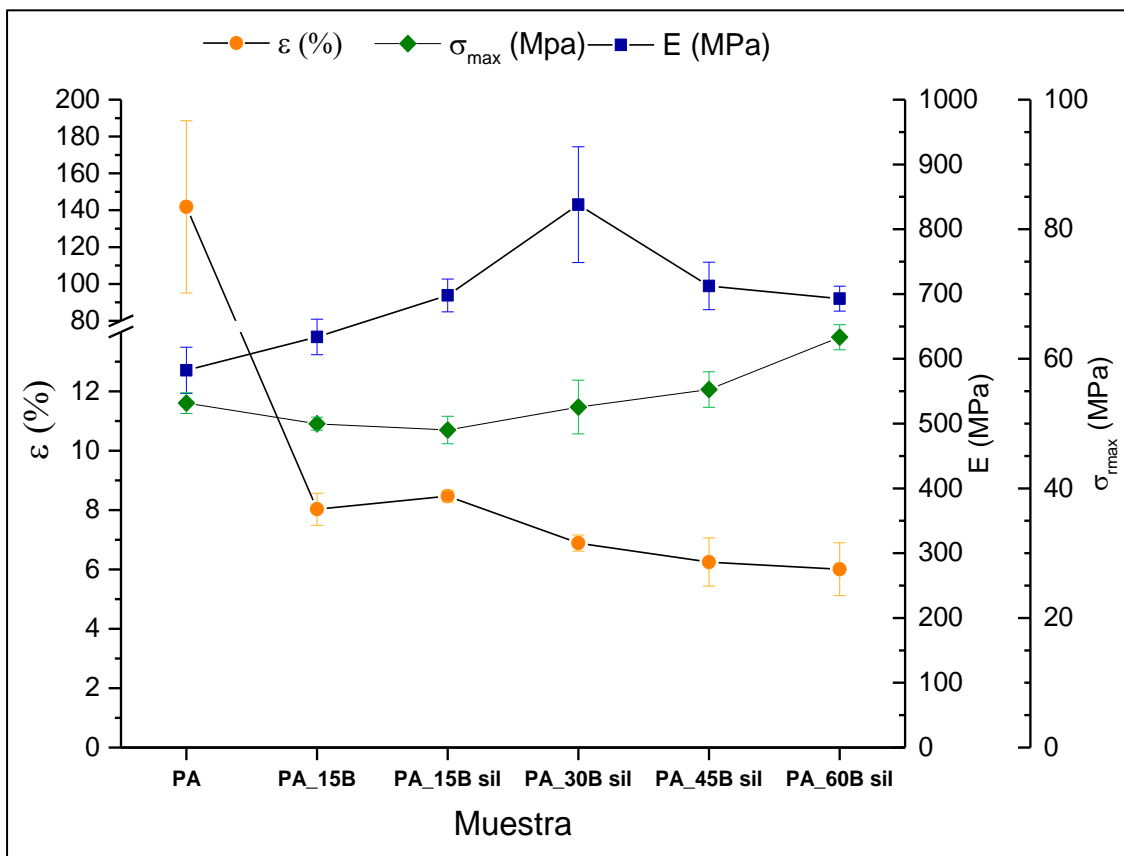


Figura 38. Gráfico comparativo de las propiedades mecánicas obtenidas mediante tracción de las distintas formulaciones de PA6/Borra/Sil.

Analizando el valor de la tensión máxima, denominada como resistencia a la tracción, podemos observar un valor medio de partida de 53,16 MPa para la PA6.

Se puede observar que el incremento de rigidez visto anteriormente supone un leve decremento de la resistencia a la tracción y que precisamente la adición de silanos en este caso hace que dicha disminución se acentúe ligeramente. A pesar de esta disminución inicial de la resistencia al añadir borra, en la gráfica de la Figura 38 se puede observar que la borra en su conjunto aporta resistencia a la mezcla, ya que conforme se va incrementando su contenido la resistencia comienza a aumentar a partir del 30% hasta obtener un valor de 64,5 MPa para la muestra con un 60% de borra. Esto se debe a que como ya hemos visto anteriormente la borra está formada por fibras de algodón las cuales tienen una resistencia a la tracción bastante alta, habiéndose reportado en algunos estudios valores de entre 100 a 600 MPa para esta fibra [46, 47].

Finalmente, si nos fijamos en el alargamiento a la rotura, podremos ver que la PA6 sola presenta valores incluso superiores al alargamiento del 100% detallado en su ficha técnica, obteniéndose un valor medio de 141,85 % acompañado de una gran desviación de los resultados. Esta increíble ductilidad se ve enormemente mermada, incluso con la adición de 15% de borra, decreciendo este valor hasta un 8,03% de alargamiento, lo que se traduce en una disminución del 94,3% de la ductilidad del material.

Dicha disminución del carácter dúctil de la poliamida no se soluciona con la adición de silanos, los cuales, sí que provocan una ligera mejora del alargamiento, pero que en este caso no resulta remarcable en comparación con los valores iniciales de la PA6 empleada.

En definitiva, los efectos del residuo textil empleado sobre la poliamida le confieren cierta mejora de la rigidez, sobre todo para la mezcla con el 30% de borra, y un incremento de la resistencia a tracción, especialmente en las mezclas con porcentajes mayoritarios de borra. Dichas mejoras tienen como contrapartida, la pérdida casi total del carácter dúctil de la poliamida, haciéndolo mucho más frágil con cualquier % de borra añadido.

4.2.2 Ensayo de dureza para diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil

En este apartado se exponen los resultados obtenidos tras medir la dureza Shore D de varias muestras de cada una de las formulaciones. Para ello se hace uso de la Tabla 13, acompañada de la Figura 39 para visualizar la tendencia.

Tabla 13. Valores promedio de dureza en escala Shore D para las distintas formulaciones

Muestra	Dureza HS _D
PA	76,4 ± 0,4
PA_15B	78,6 ± 0,4
PA_15B sil	78,6 ± 0,7
PA_30B sil	79,0 ± 0,2
PA_45B sil	79,8 ± 0,4
PA_60B sil	81,5 ± 0,7

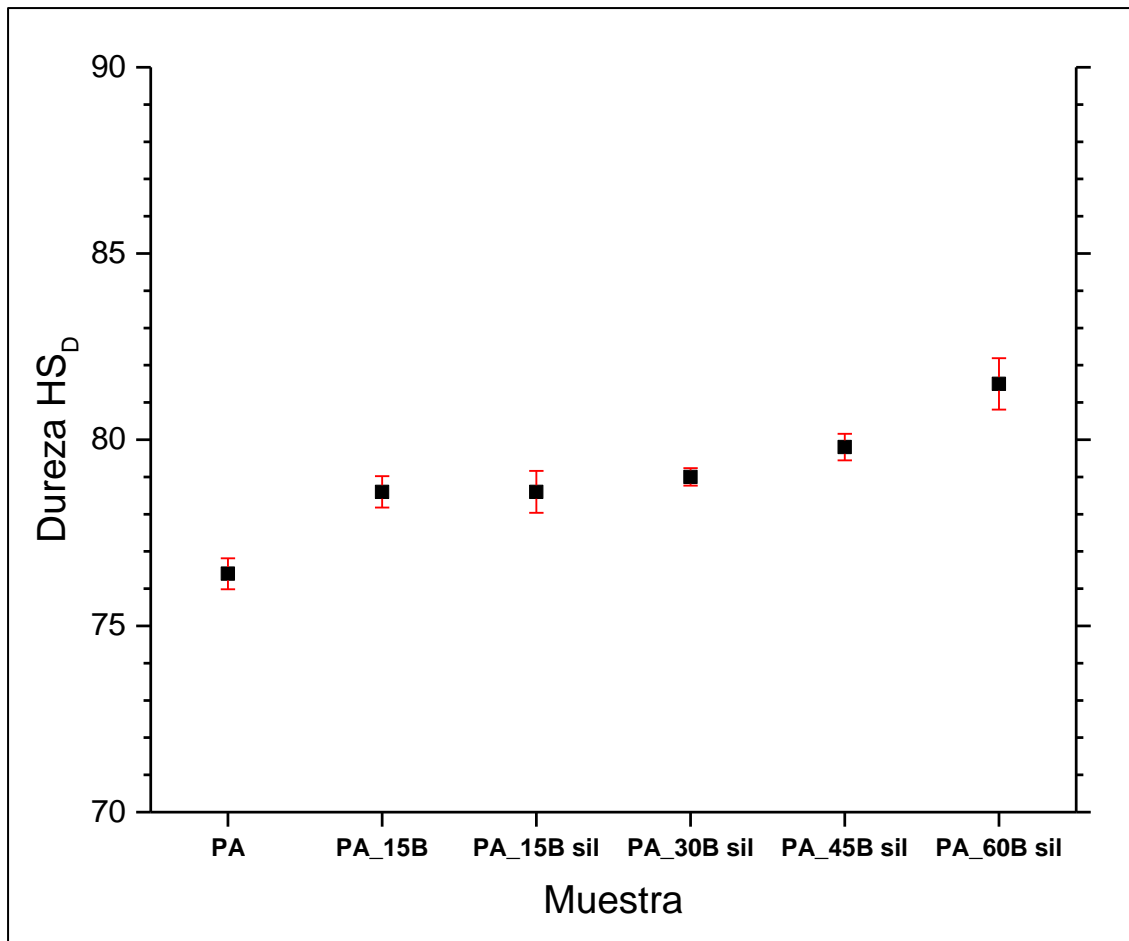


Figura 39. Representación de los resultados obtenidos en la medición de la dureza en escala Shore D de las diferentes formulaciones de PA6/Borra/sil.

Con estos resultados se puede observar claramente que la adición de borra a la poliamida le otorga un ligero incremento de la dureza. Observándose una tendencia creciente casi lineal en función del contenido de borra, alcanzando su máximo con un valor de 81,5 HS_D para la muestra con un contenido del 60% de residuo textil, lo cual supone un incremento del 6,7% respecto al valor inicial obtenido para la poliamida, la cual tenía una dureza de 76,4 HS_D.

Adicionalmente se puede observar, que en este caso no se observan diferencias significativas tras la adición de silanos, puesto que el valor medio de dureza obtenido para las muestras con un 15% de borra es el mismo, siendo dicho valor de 78,6 HS_D. Esto resulta de gran interés, ya que, si repasamos los resultados obtenidos hasta el momento, podremos darnos cuenta de que la adición de silanos, a pesar de no ser despreciable, no llega a marcar un cambio sustancial en el comportamiento de las mezclas. Dicho comportamiento puede deberse a lo explicado en el apartado 1.5, donde se exponía que los silanos son agentes de acoplamiento que proporcionan enlaces químicos estables entre productos orgánicos con productos inorgánicos, especialmente fibras inorgánicas como puede ser la fibra de vidrio. En este caso nos encontramos con la mezcla de dos productos orgánicos, lo que puede suponer una mejor interacción base entre los dos componentes, viéndose en cierta medida eclipsado el efecto compatibilizador de los silanos, siendo quizás interesante en futuros estudios, la compatibilización mediante otros agentes que estén diseñados para compatibilizar dos productos orgánicos.

4.2.3 Ensayo de impacto para diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil

En este último apartado correspondiente a las propiedades mecánicas se ha evaluado la resiliencia de las diferentes formulaciones a través de la medición de la energía absorbida en la rotura por impacto, mediante el ensayo Charpy. Tras la realización del ensayo se ha obtenido la siguiente tabla de resultados (Tabla 14), acompañada de un gráfico que permite ver la tendencia de la energía absorbida en el impacto en función del contenido de borra (Figura 40).

Tabla 14. Propiedades obtenidas tras el ensayo de impacto de las distintas formulaciones.

Muestra	Resistencia al impacto (kJ/m ²)
PA	6,90 ± 1,62
PA_15B	3,78 ± 0,46
PA_15B sil	4,20 ± 0,58
PA_30B sil	4,25 ± 0,37
PA_45B sil	3,72 ± 0,54
PA_60B sil	3,32 ± 0,69

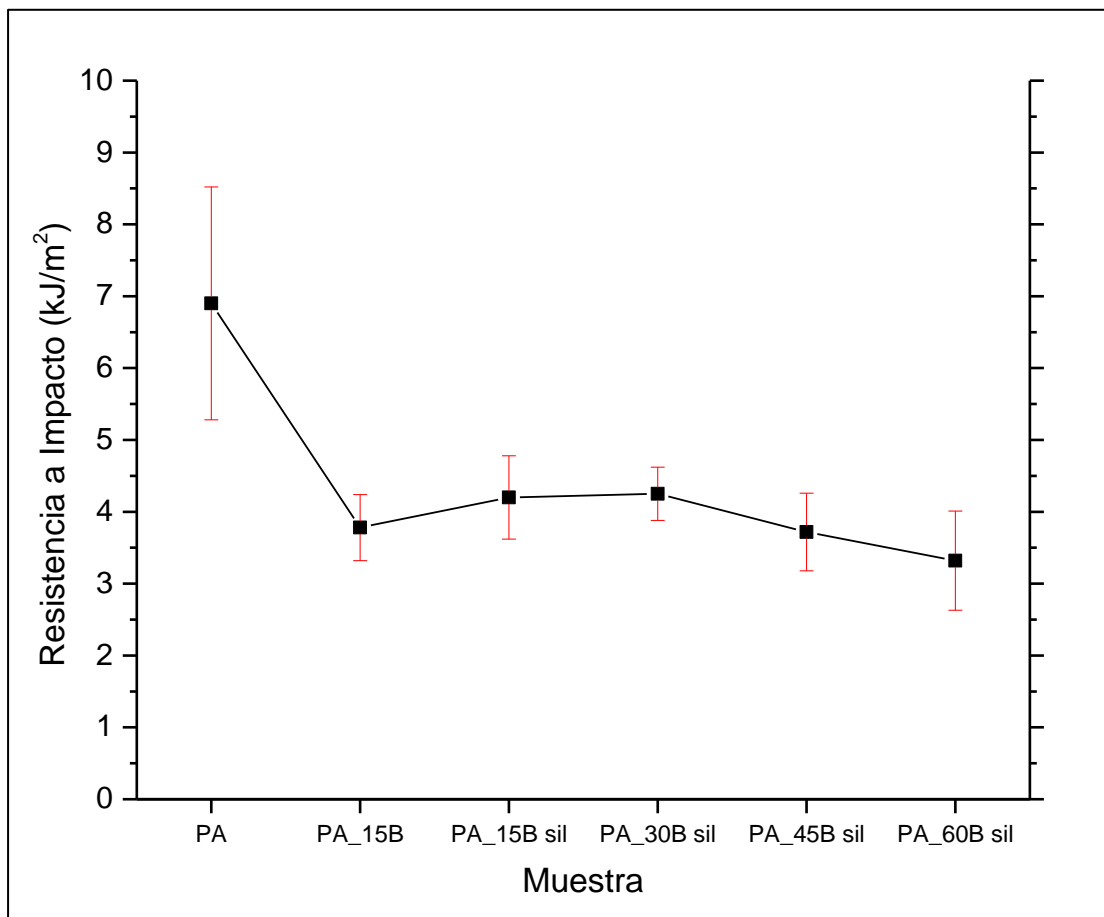


Figura 40. Representación de los resultados obtenidos en la medición de la energía absorbida en el impacto para las diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil.

Este ensayo muestra unos valores estrechamente relacionados a los del ensayo de tracción, en especial con los valores obtenidos para la elongación unitaria.

En este caso, se obtiene una absorción de energía media de $6,9 \text{ kJ/m}^2$ para la poliamida sola. Lo que se observa una vez añadido cierto contenido de residuo textil a la mezcla es una reducción significativa de la capacidad de absorber energía, experimentado la muestra con un 15% de borra una reducción del 45,2% en la energía absorbida en el impacto.

En este caso, resulta más apreciable el efecto acoplante de los silanos, siendo su capacidad de absorción de energía de impacto superior en un 11,1% respecto a la muestra de 15% de borra sin adición de silanos. Sin embargo, este efecto acoplante no es suficiente para atenuar la evidente fragilización de la mezcla PA_15B sil, la cual experimenta un decremento del 39,1% respecto a la PA6 sin aditivar.

Resulta por lo tanto evidente que la inclusión de residuo textil produce una clara fragilización del material compuesto, corroborando los resultados obtenidos durante el ensayo de tracción. Observándose un comportamiento linealmente decreciente a medida que se ve incrementado el contenido en borra, alcanzándose el valor mínimo de $3,32 \text{ kJ/m}^2$ para la muestra con un 60% de borra, lo cual supone una disminución del 51,9% respecto a la energía absorbida por la poliamida.

4.3 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE LAS SUPERFICIES DE FRACTURA POR IMPACTO DE LOS MATERIALES COMPUESTOS DE PA6 Y RESIDUO TEXTIL

En este apartado se exponen las imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido por emisión de campo a partir de las probetas fracturadas obtenidas en el ensayo de impacto. Este ensayo complementario nos permite identificar la estructura interna y la interacción entre los diferentes compuestos que componen nuestras mezclas.

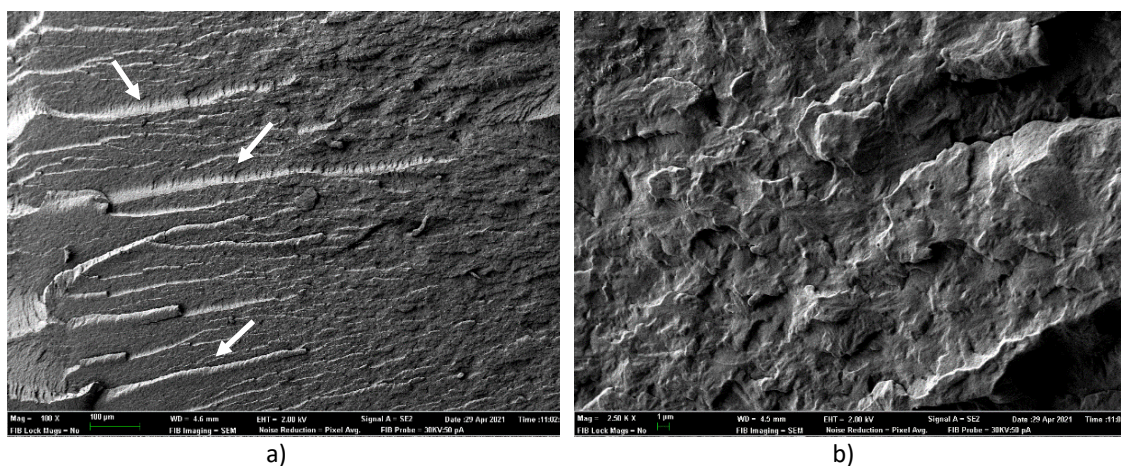


Figura 41. Imagen FESEM de la morfología de la superficie de fractura por impacto de la muestra de PA6. a) 100 X b) 2500 X

La morfología de la superficie de fractura tras el ensayo de impacto Charpy, para las muestras de poliamida PA6 analizadas, muestra un aspecto homogéneo sin rugosidad pronunciada y con la formación de frentes de grietas, como se observa en la micrografía a bajos aumentos (Figura 41a). La absorción de la energía de impacto por parte de la poliamida favorece la formación de frentes de grieta, de rápido crecimiento, que son los causantes de la rotura de este polímero en el ensayo de impacto, y que se pueden identificar como una especie de formaciones rectilíneas marcadas con una flecha blanca. A mayores aumentos (Figura 41 b) se observa con detalle como al absorberse la energía de impacto durante la rotura del polímero, se genera cierta microrrugosidad que correspondería con la deformación plástica que presenta el polímero antes de la rotura. Topográficamente es una microrrugosidad homogénea, sin grandes diferencias de altura. La energía necesaria para provocar este efecto corresponderá con el comportamiento cuantificado para la poliamida, que ha sido $6,9 \text{ kJ/m}^2$.

El estudio del efecto sobre la estructura interna de los materiales compuestos, por la incorporación del residuo textil o borra a la matriz de PA, se analiza en las micrografías siguientes, correspondientes a las superficies de rotura por impacto Charpy de las muestras con adición del 15% en peso de borra (Figura 42 a, c, e) y con adición del 15% en peso de borra más silano como agente de acoplamiento (Figura 42 b, d, f). De esta manera, se puede analizar el efecto del agente de acoplamiento sobre la estructura interna del material compuesto.

A bajos aumentos (100X) se observa una estructura bifásica formada por una matriz continua de PA y fase dispersa de pequeño tamaño correspondiente a la borra, marcada con flechas blancas. Para las dos muestras analizadas, se observa una dispersión homogénea, bastante regular y uniforme, sin aglomeraciones, del residuo textil. Además, debido a su naturaleza de fibra textil procedente de un tejido, sus formas son alargadas.

Al analizar con mayor detalle las mismas superficies de fractura (1000X), se observa la existencia de huecos con forma redondeada, presentes en ambas muestras. Estos huecos han sido provocados por el arranque de la fibra textil durante la rotura. La falta de una buena adherencia entre las fibras y la matriz polimérica de PA, provoca que, durante el proceso de rotura, algunas de estas fibras sean arrancadas dejando el hueco correspondiente, y que por eso tiene la misma forma redonda de la sección de la fibra textil. (marcado con círculo blanco). Además, en estas mismas micrografías se observa como alrededor del perímetro de la fibra textil existe un microhueco (flecha blanca). Este microhueco indica una importante falta de continuidad en la estructura interna de este tipo de compuestos. Este efecto debilita la respuesta mecánica del material, ya que la fase matriz del mismo no puede transmitir los esfuerzos a la fibra, que podría actuar como refuerzo. La falta de la formación de una interfase entre la matriz y la fibra provoca que el material compuesto sea menos resistente. Además, hay que tener en cuenta que el microhueco actúa como un concentrador de tensiones enfragilizando de forma considerable al material. Esta estructura interna formada, corrobora los datos obtenidos anteriormente en la caracterización mecánica de los materiales PA/Borra. Por ejemplo, el valor del alargamiento a la rotura de las probetas de PA puro es del 122%, con una adición del 15% en peso de residuo textil, este parámetro ha disminuido hasta 8% para la muestra PA_15B y 8,5% para la muestra PA_15B sil.

Esta cierta diferenciación entre la muestra sin agente de acoplamiento y con agente de acoplamiento (1% wt) es debida a que la incorporación de este agente favorece la adhesión entre la matriz de PA y la fibra de tejido. Las micrografías a 2500 aumentos permiten ver cómo la muestra PA_15B sil presenta un menor tamaño del microhueco en

el perímetro de la fibra, que es indicativo de una mejor adherencia entre la matriz polimérica y la fibra.

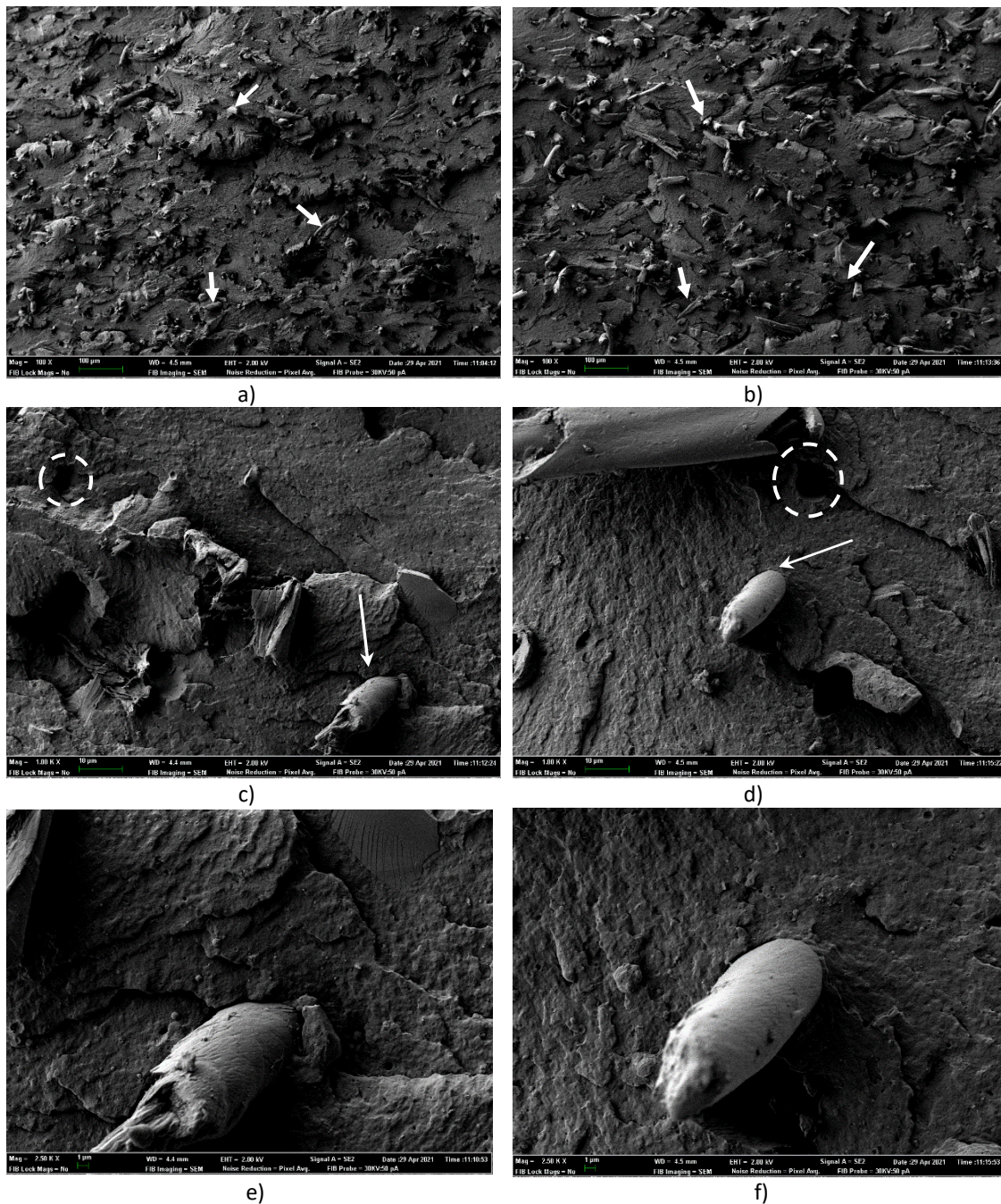


Figura 42. Imagen FESEM de la morfología de la superficie de fractura por impacto. a) PA_15B 100 X, b) PA_15B sil 100 X, c) PA_15B 1000 X, d) PA_15B sil 1000 X, e) PA_15B 2500X, f) PA_15B sil 2500 X

Las micrografías de la Figura 43, muestran con mayor detalle la mejora de la adhesión entre la fibra de borra y la PA matriz. La incorporación de silano actúa como agente de acoplamiento creando una interfase matriz/fibra que permite una mejor transmisión de esfuerzos externos y disminuye ligeramente el exceso de fragilidad el material compuesto por la adición de fibras de residuo textil.

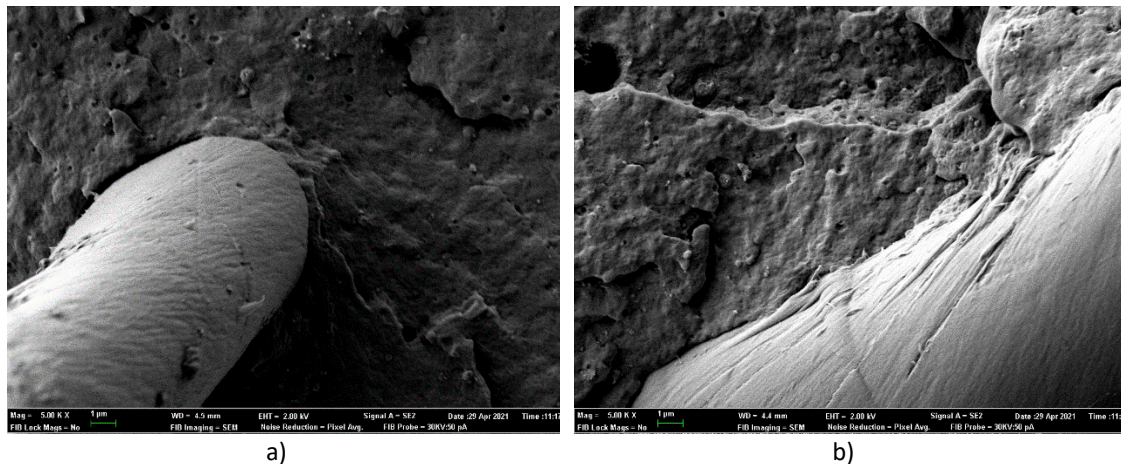


Figura 43. Imagen FESEM de la morfología de la superficie de fractura por impacto. a) muestra 01 - PA_15B sil 5000 X, b) muestra 02 - PA_15B sil 5000 X

En las micrografías de la figura siguiente (Figura 44) se compara el efecto sobre la estructura interna del material compuesto de la adición de distintas cantidades de residuo textil o borra en la matriz de PA. La columna de la izquierda corresponde a bajos aumentos (100X) y las de la derecha a mayores aumentos (1000X) que permiten analizar con detalle la interacción fibra/matriz.

Como se comentaba líneas arriba, para la muestra PA_15B sil a bajos aumentos (100X) se observa una estructura bifásica formada por una matriz continua de PA y una fase dispersa de pequeño tamaño correspondiente a la borra, apreciándose una dispersión homogénea de la borra en la matriz, sin llegar a observarse aglomeraciones del residuo textil.

Al aumentar el residuo textil hasta un 30% observamos que la muestra PA_30B sil, presenta un evidente incremento de la concentración de la fase dispersa compuesta por las fibras textiles, esto también se traduce en un incremento de los huecos generados por el arranque de las fibras durante la rotura. Todo esto repercute en la imagen a pequeños aumentos (100X) dando lugar a una mayor cantidad de puntitos blancos (fibras) y puntitos negros (huecos), cuya morfología se aprecian con mayor detalle en la Figura 44 d. Dicho aumento de los huecos puede explicar la bajada del alargamiento de rotura sufrido por estas muestras. Cabe destacar que, a pesar de duplicar el contenido de borra, la distribución de la borra en la matriz de PA6 sigue siendo muy homogénea, sin apreciarse aglomeraciones de fibra en ninguna de las imágenes.

Para la muestra de PA_45B sil, se vuelve a observar un aumento de la concentración de fibra textil en la matriz de poliamida, como consecuencia la presencia de los frentes de grieta presentes en la poliamida de la Figura 41 se vuelven prácticamente inapreciables.

Finalmente, en la muestra PA_60B sil se observa el predominio total de la borra, la cual sigue presentando una distribución bastante homogénea, a pesar de la elevada concentración de fibras. Esta enorme concentración de fibras produce a su vez la generación de una gran cantidad de huecos. Esta gran cantidad de fibras se traduce en un material más resistente, pero a la vez más frágil, tal como se observaba en los ensayos de tracción e impacto, donde se vio una mejora de la resistencia a la tracción del 19,1% respecto a la PA6 y una disminución del alargamiento de rotura del 95,8%.

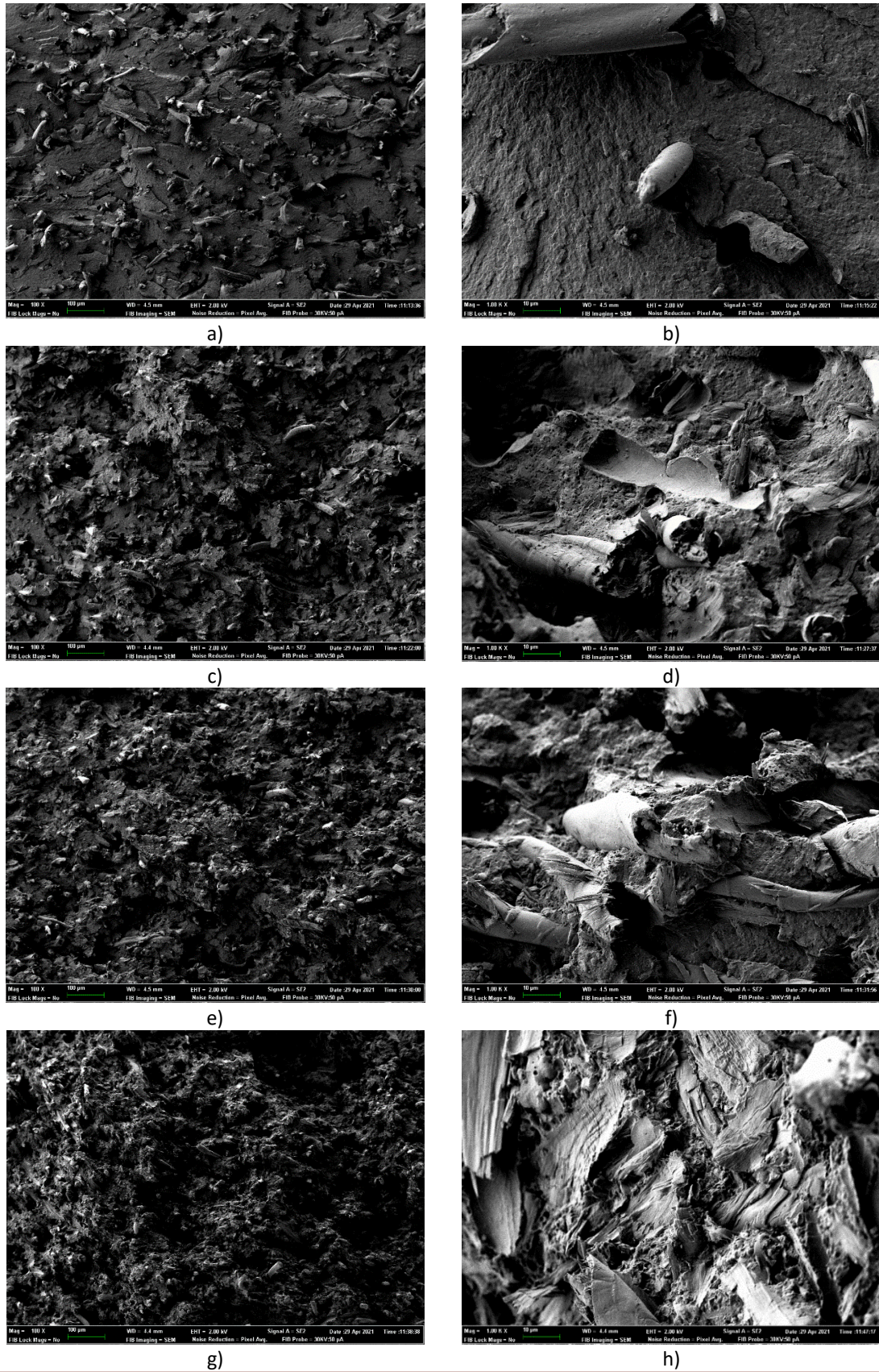


Figura 44. Imagen FESEM de la morfología de la superficie de fractura por impacto. a) PA_15B sil 100 X, b) PA_15B sil 1000 X, c) PA_30B sil 100 X, d) PA_30B sil 1000 X, e) PA_45B sil 100 X, f) PA_45B sil 1000 X, g) PA_60B sil 100 X, h) PA_60B sil 1000 X.

4.4 CARACTERIZACIÓN DE LA INTERACCIÓN CON EL AGUA DE MATERIALES COMPUESTOS DE PA6 Y RESIDUO TEXTIL

Este cuarto apartado incluye los ensayos relativos al comportamiento frente al agua de las distintas formulaciones de PA6/Borra/Sil. Por un lado, midiendo la interacción superficial con el agua mediante goniometría, por otro evaluando su tendencia a la absorción.

4.4.1 Caracterización mediante goniometría de las formulaciones de PA6/Borra/Sil

La goniometría es una técnica que permite obtener el carácter hidrófilo de un material mediante la medición del ángulo que forma una gota de agua con la superficie del material, ya que dicho ángulo es indicativo de la energía superficial del material. Cumpliéndose que para materiales hidrófilos el ángulo de contacto es $< 90^\circ$, lo que se traduce en una elevada energía superficial. Y para ángulos $> 90^\circ$ la energía superficial es baja y, por lo tanto, se trata de un material hidrófobo.

La tabla adjunta líneas abajo (Tabla 15) muestra los valores medios del ángulo de contacto tras la medición de cinco puntos distintos de una misma muestra para cada una de las formulaciones.

Tabla 15. Resultados del ensayo de goniometría para las diferentes formulaciones de PA/Borra/Sil

Muestra	Angulo de contacto θ (deg)
PA	$66,84 \pm 1,26$
PA_15B	$65,42 \pm 1,13$
PA_15B sil	$66,88 \pm 0,61$
PA_30B sil	$64,94 \pm 1,57$
PA_45B sil	$60,52 \pm 1,94$
PA_60B sil	$56,10 \pm 1,29$

Se puede observar que la poliamida parte de un valor medio del ángulo de contacto de $66,84^\circ$, lo que significa que estamos ante un material hidrófilo, es decir, un material con alta energía superficial. Esto confirma el carácter humectante de la poliamida expuesto en el apartado 1.4.4. La explicación a este carácter hidrofílico de la poliamida está en sus enlaces, ya que las poliamidas contienen grupos polares amida, los cuales tienden a reaccionar con el agua [48].

En cuanto a la adición de borra, se puede observar claramente una tendencia decreciente del ángulo de contacto a medida que aumenta el contenido de borra (Figura 45), obteniéndose el valor mínimo de $56,10^\circ$ de ángulo de contacto para un contenido de residuo textil del 60%, lo que supone una disminución del 16,1%. Esto significa que el carácter hidrófilo de la borra es todavía superior al de la poliamida, lo cual quedaba de manifiesto en el análisis termogravimétrico de la muestra de borra analizada, donde se observaba cierto contenido de agua durante la degradación. En este caso, dicho comportamiento se puede atribuir a la acción de los grupos hidroxilo y carbonilo presentes en la celulosa, la hemicelulosa y la lignina que conforman las fibras de algodón. Estos

grupos dan polaridad a la mezcla y pueden formar puentes de hidrógeno con las moléculas de agua, que es un disolvente polar [49].

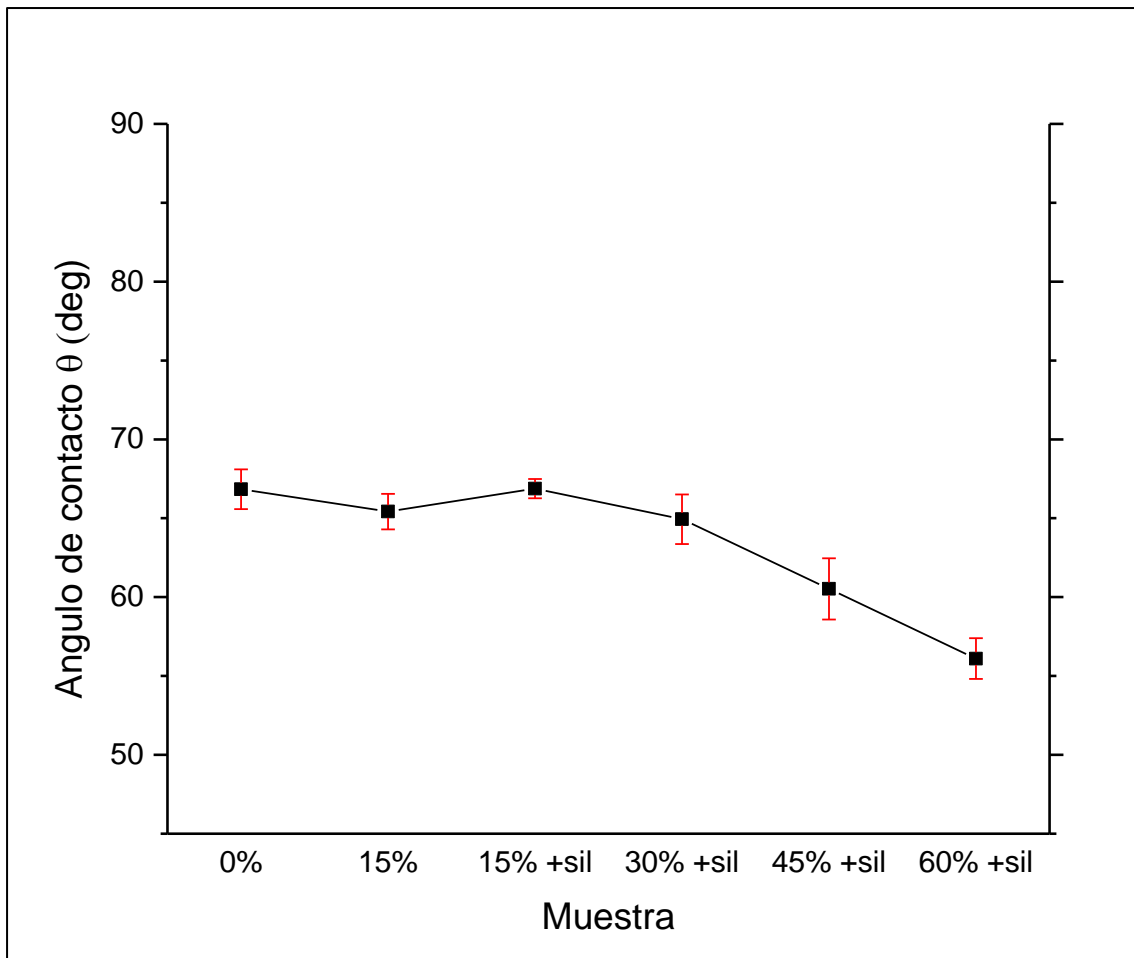


Figura 45. Representación de los resultados obtenidos en la medición del ángulo de contacto con agua de las diferentes formulaciones de PA6/Borra/Sil.

Finalmente, lo que respecta la adición de silanos, se puede observar una ligera disminución del carácter hidrofílico de la mezcla al añadir los silanos, lo cual puede deberse a una mejor interacción entre los enlaces de poliamida y borra, solapándose levemente el carácter hidrófilo del algodón, el cual es todavía superior al de la PA6.

4.4.2 Ensayo de absorción de agua de las formulaciones de PA6/Borra/Sil

El ensayo de absorción de agua está estrechamente relacionado con el ensayo de goniometría, pero a diferencia de aquel, en este caso se estudia la capacidad de los materiales para absorber agua cuando estos están en contacto total con este disolvente durante un periodo prolongado de tiempo.

En este caso el ensayo duró 11 semanas durante las cuales se anotó la masa de cada una de las muestras de PA6/Borra/Sil quedando estas medidas expuestas en la Tabla 16 y representándose el incremento de masa experimentado por las distintas muestras de PA6/Borra/sil en la Figura 46.

Tabla 16. Masa de las muestras de PA6/Borra/Sil al ser sumergidas en agua durante 11 semanas.

Semanas	PA m (g)	PA_15B m (g)	PA_15B sil m (g)	PA_30B sil m (g)	PA_45B sil m (g)	PA_60B sil m (g)
Inicial	3,538	3,668	3,650	3,801	4,015	4,241
1	3,674	3,807	3,788	3,952	4,180	4,436
2	3,717	3,858	3,837	4,007	4,241	4,514
3	3,747	3,892	3,870	4,044	4,279	4,566
4	3,774	3,923	3,900	4,076	4,319	4,615
5	3,798	3,950	3,925	4,107	4,351	4,649
6	3,820	3,976	3,951	4,133	4,380	4,663
7	3,844	3,997	3,972	4,149	4,398	4,675
8	3,865	4,013	3,991	4,165	4,409	4,681
9	3,882	4,022	4,001	4,168	4,411	4,681
10	3,893	4,025	4,004	4,169	4,412	4,683
11	3,901	4,027	4,007	4,170	4,411	4,680

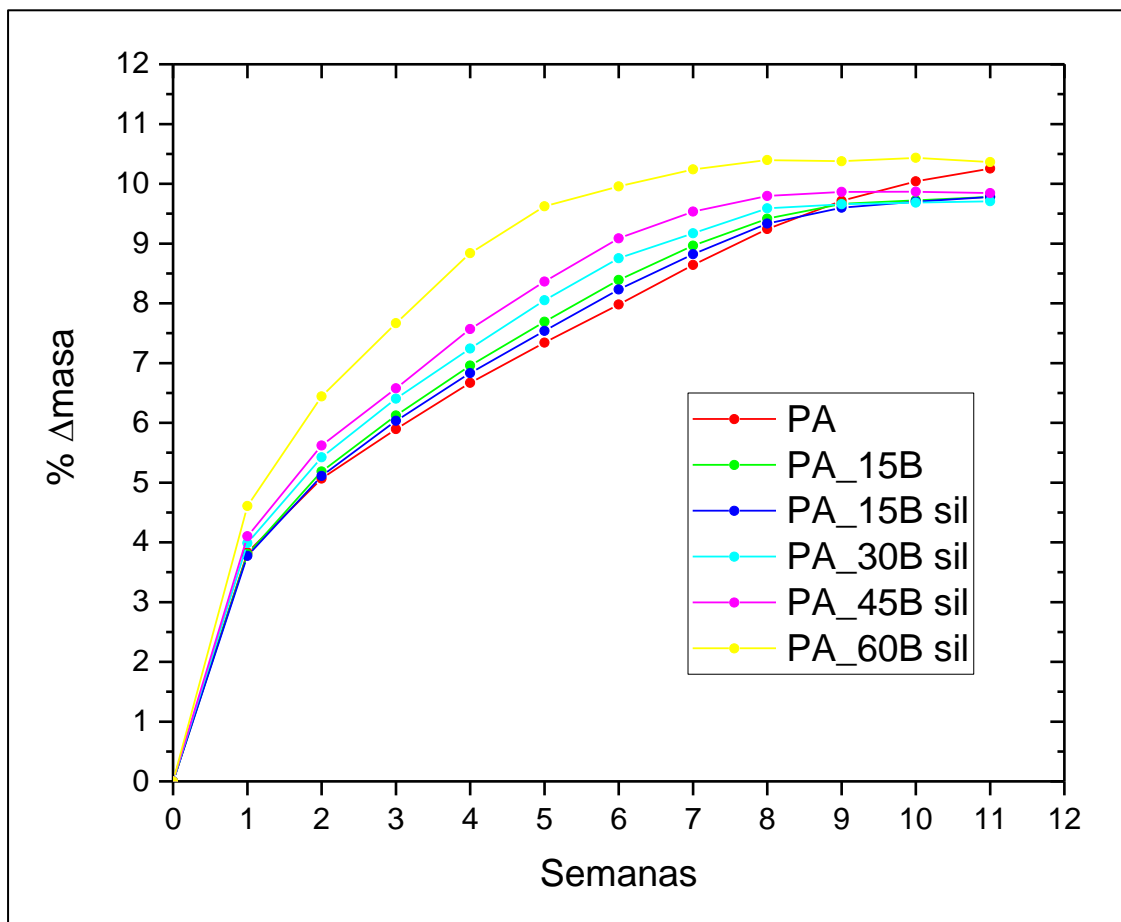


Figura 46. Gráfico del estudio de la absorción de agua de las muestras de PA6/Borra/Sil.

Los resultados vuelven a mostrar un carácter completamente hidrófilo para todas las formulaciones, lo que corrobora los resultados obtenidos en el ensayo de goniometría.

En este caso, se puede observar que todas las muestras experimentan una absorción de agua exponencial convexa (Figura 46), puesto que durante las primeras semanas la absorción que presentan es muy grande y se va disminuyendo a medida que pasa el tiempo, estabilizándose cerca de la semana 11 para la mayoría de las muestras.

Además, se vuelve a observar como el carácter hidrofílico de la borra es superior al de la poliamida durante las primeras 8 semanas, cumpliéndose que cuanto mayor es el contenido de esta, mayor es el porcentaje de agua absorbida. Sin embargo, a partir de la semana 8 ocurre un fenómeno bastante interesante, ya que se observa como las muestras con mayores porcentajes de borra comienzan a estabilizar su absorción de agua, alcanzando la saturación entre la semana 10 y 11, con un valor de agua absorbida del 9,5% para la muestra PA_45B sil y un valor cercano al 10,5% de agua absorbida para la muestra PA_60B sil. No ocurre lo mismo las muestras con porcentajes pequeños de borra, observándose para las muestras con un 15% de borra que, a pesar de disminuir considerablemente la absorción de agua, todavía presentan una pendiente ligeramente positiva. Esto aún se observa con mayor detalle en la PA6, la cual en las últimas tres semanas de ensayo consigue alcanzar contenidos de agua similares a la muestra de 60% de borra y sigue presentando una pendiente positiva, lo que indica que no se ha alcanzado el máximo contenido de agua absorbida. Dicho comportamiento se debe a lo comentado en el apartado anterior, puesto que el agua produce enlaces polares con el grupo amida, y las pequeñas moléculas de agua ocupan espacio entre las moléculas de nylon.

CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

5. CONCLUSIONES

El presente trabajo finaliza cumpliendo el objetivo inicial planteado, ya que se ha conseguido desarrollar varias formulaciones de un material compuesto ecoeficiente a partir de una matriz de poliamida 6 combinada con un residuo textil, compuesto principalmente de fibras de algodón.

En primer lugar, se ha verificado la correcta procesabilidad del material mediante un proceso de extrusión y posterior inyección de probetas de caracterización, en rango de temperaturas entre 220-250 °C.

Seguidamente la caracterización térmica de las muestras ha demostrado el carácter semicristalino de nuestra matriz de poliamida y el carácter hidrofílico de las fibras de algodón. Además, se ha verificado que la fusión de las distintas formulaciones se produce en un rango cercano a los 220 °C, y que la degradación de las diferentes mezclas no comienza hasta alcanzar los 300 °C, lo que nos confirma una ventana de procesado segura desde los 220°C hasta los 250°C.

En la caracterización mecánica se ha visto resultados muy prometedores. Se ha observado que las propiedades óptimas se alcanzan mediante la adición de un 30% de residuo textil y 1% de silanos como agente de compatibilización. Para esta formulación se ha observado un incremento notable de la rigidez, y un mantenimiento de la resistencia a la tracción, en comparación con el material de partida (PA6). Como contrapartida, la adición de borra supone un decremento sustancial del comportamiento plástico del material, haciéndolo significativamente más frágil. La formulación con un 60% de borra también resulta de especial interés, puesto que supone el aprovechamiento de cantidades ingentes de residuo sin llegar a mermar las propiedades mecánicas del material compuesto. A pesar de no obtener los valores óptimos, se observa para estas muestras el máximo valor de resistencia a la tracción, llegando hasta los 63 MPa de tensión de rotura, y muy buenos resultados de rigidez. Pero, de igual forma que en el caso anterior, el incremento en la resistencia trae consigo una gran disminución de la tenacidad.

En cuanto a la caracterización morfológica, podemos confirmar que todas las muestras presentan una distribución bastante homogénea de la fibra textil en la matriz de poliamida. También se observa detalladamente el efecto compatibilizante de los silanos, los cuales aminoran el efecto de los microhuecos presentes alrededor de la fibra en la muestra sin silanos. Aun que, en este punto cabe destacar que posiblemente los silanos no son los compatibilizantes óptimos para esta aplicación, siendo interesante la evaluación en futuros estudios de otros agentes de acoplamiento de dos productos orgánicos, como se produce en este caso.

Por último, el ensayo de goniometría y el de absorción de agua nos confirman, por un lado, el carácter hidrófilo de la poliamida, sobre todo en comparación con el resto de los polímeros termoplásticos. Por otro lado, también se confirma el carácter hidrófilo de la borra, el cual es superior a la poliamida. Como consecuencia se obtiene un material compuesto altamente hidrofílico, lo que imposibilita su aplicación en ambientes húmedos o en contacto con el agua.

Todas estas características, hacen del nuevo material compuesto desarrollado, una opción muy interesante para su aplicación en algunos componentes de la industria automovilística, donde puede ser usado para la fabricación de piezas del interior del vehículo. También puede ser interesante su aplicación para la fabricación de componentes electrónicos siempre que se asegure la estanqueidad de la pieza.

También destaca la posibilidad de ser usado para la fabricación de elementos decorativos y de mobiliario del hogar, como pueden ser estanterías, peanas, lámparas o marcos entre muchas otras posibilidades.

Otras posibles aplicaciones son: la fabricación de material deportivo, su uso para embalajes de productos farmacéuticos, o como piezas de recubrimiento.

Como se puede observar, el nuevo material compuesto desarrollado presenta numerosas posibilidades de uso, pero su interés no reside únicamente en las propiedades obtenidas, las cuales han experimentado notables mejoras en algunos casos. Otro de los grandes beneficios del desarrollo de este material, es precisamente la posibilidad más que tangible de utilizar desde un 30% hasta un 60 % de residuo textil, lo que supondría un enorme aprovechamiento de este tipo de desperdicios y significaría un gran abaratamiento en cuanto al coste de las materias primas.

Finalmente, cabe destacar que, ante los resultados obtenidos, resulta muy interesante proponer como futuras líneas de investigación, la combinación de este tipo de residuos a otros polímeros de uso común como puedan ser el polietileno (PE) o el polipropileno (PP).

REFERENCIAS

REFERENCIAS

REFERENCIAS

1. Vicent, S., *Revolución Industrial*, Economipedia.com, Editor. 2016.
2. Unidas, N., *Evolución de la población mundial desde 1950 hasta 2050 (en miles de millones)*. 2019: Statista.
3. Breeam. *Los sectores más contaminantes del planeta y sus soluciones*. 2021 junio 23, 2021; Available from: <https://breeam.es/sectores-mas-contaminantes-del-planeta/>.
4. Nikolina, S., *Environmental impact of the textile and clothing industry*, Environment, Editor. 2019, European Parliament: Think Tank. p. 2-6.
5. Gray, S., *Mapping clothing impacts in Europe: the environmental cost*, ECAP, Editor. 2017: Banbury.
6. Bioenergy, C.d.G., *Valorización de residuos: qué es y qué beneficios aporta*. 2020.
7. INCINEROX, C.d. *¿Cómo funciona la revalorización de residuos?* 2021; Available from: <https://incinerox.com.ec/como-funciona-la-revalorizacion-de-residuos/>.
8. Guillot, J.D., *Economía circular: ¡Utilízame otra vez!*, Economía, Editor. 2015: Parlamento Europeo.
9. Estado, J.d., *Ley 7/2022, de 8 de abril, de residuos y suelos contaminados para una economía circular*, J.d. Estado, Editor. 2022: «BOE» núm. 85, de 9 de abril de 2022, páginas 48578 a 48733 (156 págs.).
10. Ortiz, J.L.H., *APROVECHAMIENTO DEL RESIDUO TEXTIL COMO MATERIA PRIMA PARA LA CREACIÓN DE NUEVOS PRODUCTOS*. 2015, Jessica Lorena Henao Ortiz: repositorio.ucp.ed.
11. Anónimo, *Solo entre el 10 y el 12% de los residuos textiles se recoge para su reutilización o reciclado*. RETEMA, 2021.
12. Texeco, T.d., *BORRA REGENERADA*. 2017: Google Imagenes.
13. Chobotov, L.G.-S., *Residuo textil: Diagnostico actual y perspectiva de futuro sostenible*. 2020, Universidad del País Vasco.
14. Fernández, L., *Distribution of textile fibers production worldwide in 2020, by type* 2021: Statista.com.
15. Balart Gimeno Rafael, A.N.G., Lourdes Sánchez Nácher, Juan López Martínez, *Introducció als materials polimèrics i compostos*. 2003, Monografies de la Universitat Politècnica de València.
16. Akovali, G., *Handbook of Composite Fabrication*. 2001: RAPRA Technology ltd., Telford, UK.
17. Besednjak, A., *Materiales compuestos; Procesos de fabricación de embarcaciones*. 2005, Google Books.

18. Carbonell, A.R., *Estudio técnico-económico para el desarrollo y fabricación de punteras de calzado de seguridad con materiales compuestos eco-eficientes*, in *Ingeniería Mecánica*. 2020, Universidad Politécnica de Valencia: Riunet UPV.
19. UPV, P.d.I., *Unidad 15. Materiales Poliméricos y Compuestos*. 4. Efectos de la temperatura en termoplásticos.
20. Villar, M.H., *Desarrollo de nanocompuestos de poliamida/sepiolita para aplicaciones industriales*, in *Ingeniería Industrial*. 2018, Universidad de Valladolid: Repositorio Documental de la Universidad de Valladolid.
21. Aharoni, S.M., *n-Nylons: Their Synthesis, Structure, and Properties*. 1997: Chichester.
22. Hermida, M.M.B., *Estudio estructural de nylons N, 2/N Y N,N+2*. 1998, Universitat Politècnica de Catalunya.
23. Westreicher, G., *Ecoeficiencia*. Economipedia, 2021.
24. QuimiNet, C.d. *Agentes de Acoplamiento de última generación*. 2019; ¿Qué es un agente de acoplamiento? ¿Qué aditivos se pueden incluir en una formulación, gracias a los agentes de acoplamiento?]. Available from: <https://www.quiminet.com/articulos/agentes-de-acoplamiento-de-ultima-generacion-4415020.htm>.
25. Balart Gimeno, R.A., *Optimización del comportamiento de materiales poliméricos. Agentes de acoplamiento*. 2014.
26. Dynasylan, *Dynasylan® 1189*, E.R.E. GmbH, Editor. 2018: www.ulprospector.com.
27. Gabbott, P., *Principles and Applications of Thermal Analysis*. 2008.
28. Anil N. Netravali, K.L.M., *Interface / Interphase in Polymer Nanocomposites*. 2017, Google Books.
29. Weibing Xu, S.L., Nathan Whitely and Wei-Ping Pan, *Fundamentals of TGA and SDT*, in *Materials Characterization Center*. Western Kentucky University.
30. Forensics, G., *How Does Thermogravimetric Analysis Work?* 103 South Main Street, Maquoketa.
31. Caturla, J.G., *Desarrollo, compatibilización y caracterización de plásticos que imitan la madera con matriz de biopolietileno y harina de cáscara de argán*, in *Departamento de MAteriales*. 2021, EPSA-UPV.
32. UPV, P.d.I. *Unidad 2. Características mecánicas de los materiales - 5. Ensayo de resiliencia*. Available from: https://www.upv.es/materiales/Fcm/Fcm02/fcm2_5.html.
33. AENOR, *UNE EN ISO 868 Plásticos y ebonita. Determinación de la dureza de indentación por medio de un durómetro (dureza Shore)*. 2003.
34. UPV, *Microscopio Electrónico de Barrido de Emisión de Campo (FESEM)* M.E.d.B.d.E.d.C. (FESEM), Editor.: <http://www.upv.es>.
35. INNOVATION, A., *¿Qué es el ángulo de contacto?* 2016, Editores de Atria Innovation: www.atriainnovation.com.

36. Gacén, D.C.y.J., *Calorimetía diferencial de barrido de sustratos de polieste y poliamida 6 tratados térmica e hidrotérmicamente*. Tekstil, 2005.
37. Ping Zhua, S.S., Bing Wanga & Kai Sunb Gang Sunc, *A study of pyrolysis and pyrolysis products of flame-retardant cotton fabrics by DSC, TGA, and PY-GC-MS*. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 2004.
38. E.Klata, K.V.d.V.I.K., *DSC investigations of polyamide 6 in hybrid GF/PA 6 yarns and composites*, in *Department of textiles*. 2003, Ghent University: elsevier.
39. Rezende, E.C.B.a.M.C., *Monitoring of Carbon Fiber=Polyamide Composites Processing by Rheological and Thermal Analyses*. Polymer-Plastics Technology and Engineering, 2006.
40. Quiles-Carrillo, L., et al., *Evaluation of the engineering performance of different bio-based aliphatic homopolyamide tubes prepared by profile extrusion*. Elsevier, 2017.
41. Mathieu Coquelle, S.D., Mathilde Casetta, Jun Sun, Sheng Zhang & Serge Bourbigot *Investigation of the decomposition pathway of polyamide 6/ammonium sulfamate fibers*. Elsevier, 2013.
42. Kanca, A., *Investigation on pyrolysis and combustion characteristics of low quality lignite, cotton waste, and their blends by TGA-FTIR*. Elsevier, 2020.
43. Tiwari, P.D.P., *Thermal degradation study of waste polyethylene terephthalate (PET) under inert and oxidative environments*. Elsevier, 2019.
44. DéboraSorolla-Rosario, e.a., *Study of microplastics with semicrystalline and amorphous structure identification by TGA and DSC*. Elsevier, 2022.
45. al., J.W.d.S.F.e., *The feasibility of recycled micro polyethylene terephthalate (PET) replacing natural sand in hot-mix asphalt*. Elsevier, 2022.
46. Jochen Gassan, A.K.B., *Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibres*. Composites Science and Technology, 1999.
47. C.Z Paiva Júnior, L.H.d.C., V.M Fonseca, S.N Monteiro, J.R.M d'Almeida, *Analysis of the tensile strength of polyester/hybrid ramie-cotton fabric composites*. Elsevier, 2004.
48. López, M.T., *Poliamidas aromáticas con heterociclos en la cadena principal y lateral. Aplicación a la extracción/eliminación de cationes contaminantes en medios acuosos.*, in *Departamento de Química*. 2010, Universidad de Burgos.
49. Gómez Caturra, J., *Desarrollo, compatibilización y caracterización de plásticos que imitan la madera con matriz de biopolietileno y harina de cáscara de argán*. 2021.