

Elaboración y caracterización estructural de fibras de tereftalato de polietileno (PET) dopadas con nanocobre (o) utilizando proceso de extrusión

A. Guzmán D.¹, H. Cárcamo C.², O. León M.³

(Recibido: 15/05/2014 / Aceptado: 25/07/2014)

RESUMEN

El presente estudio describe la elaboración y caracterización de una fibra sintética bactericida compuesta por tereftalato de polietileno reciclado (rPET) y nanopartículas de cobre (0), mediante un proceso de extrusión utilizando una extrusora monohusillo. Las nanopartículas empleadas fueron elaboradas utilizando radiación microondas y ultrasonido. Para la elaboración de la fibra se produce un masterbatch de rPET con polvo de cobre nanométrico empleando un solvente de alto punto de fusión (trietilenglicol-295°C) el cual permitió fluidizar la mezcla a través del tornillo y generar un ambiente reductor propiciado por las condiciones críticas de los solventes cuando son sometidos a presiones y temperaturas dentro de sus puntos de ebullición. Adicionalmente, se incorporó un estabilizante orgánico tipo ácido ascórbico, ácido cítrico, ácido fórmico, que debido a sus características se descomponen térmicamente produciendo CO₂ y H₂O, que con el procedimiento anterior se genera una atmósfera reductora durante el proceso de extrusión por el cual fluye rPET, por el efecto del tornillo de la extrusora. El estudio del grado de dispersión de las nanopartículas en la matriz de PET se ha realizado mediante la difracción de rayos X y microscopio electrónico de barrido, se utilizó fluorescencia de rayos X para evidenciar la presencia de cobre en la matriz polimérica de la fibra. A la vez que se evaluaron las propiedades mecánicas de la fibra obtenida.

Palabras clave: rPET, fibra bactericida, extrusión, masterbatch, matriz de PET, nanopartículas de cobre.

Preparation and structural characterization of fiber polyethylene terephthalate (PET) doped nanocopper (o) using extrusion process

ABSTRACT

The present study describes to the elaboration and characterization of a bactericidal synthetic fiber composed by Polyethylene terephthalate recycling (rPET) and nanoparticles of copper (0), by means of an extrusion process using a single screw extruder. The nanoparticles used were prepared using microwave and ultrasound radiation. For the preparation of the fiber one rPET masterbatch produced copper nano powder using a solvent of high melting point (295 °C triethylene glycol) which allowed fluidize the mixture through the screw and generate a reducing environment facilitated by the critical conditions of solvents when subjected to pressures and temperatures within their boiling points. Additionally, an organic stabilizer type ascorbic acid, citric acid, formic acid, which due to their characteristics are decomposed thermally to produce CO₂ and H₂O, that with the above procedure a reducing atmosphere is generated during the extrusion process by which rPET flows, by the effect of the extruder screw. The study of the degree of dispersion of the nanoparticles in the matrix of PET was performed using the X-ray diffraction and Scanning Electron Microscope, X-ray fluorescence was used to detect the presence of copper in the polymer matrix of the fiber. While the mechanical properties of the fiber obtained are evaluated.

Keywords: rPET, antibacterial fiber extrusion, masterbatch, PET matrix, copper nanoparticles.

1. Laboratorio de Química Cuántica y Nuevos Materiales. D.A. Físicoquímica, FQIQ, UNMSM. aldo.guzman@unmsm.edu.pe

2. Facultad de Química e Ing. Química. UNMSM. carcamo.h23@gmail.com

3. Facultad de Química e Ing. Química. UNMSM. oleonm57@gmail.com

I. INTRODUCCIÓN

La resina de tereftalato de polietileno (PET) es usada por la industria textil como una fibra sintética; contribuyen a la producción de diversas prendas de vestir, tales como: sombreros polos, camisas, polares, mandiles, entre otros. Una de las razones por la cual esta fibra es muy atractiva para la industria textil es que ofrece una mejor resistencia a las arrugas en comparación con otras fibras textiles, tales como el algodón, además de ello, el poliéster puede ser tejido junto con fibras naturales, creando una mezcla con la combinación de materiales. Esta fibra también es usada como aislamiento en las casas ya que el relleno de fibra de PET evita intercambios de calor y frío a través de las paredes de los edificios. También se usan de rellenos de cojines y almohadas. Estas son elaboradas mediante métodos de extrusión en filamentos de la masa fundida, utilizando extrusoras de diferentes diseños. El proceso consiste en alimentar la extrusora con pellets del polímero a extruir, por medio de una tolva en un extremo de la máquina, el cual es arrastrado por el husillo de la extrusora y fundido, el polímero fundido es obligado a pasar a través de la boquilla por medio del empuje generado por la acción giratoria del husillo que gira concéntricamente en un cámara (cañón) a temperaturas controladas, con una separación milimétrica entre ambos elementos. Utilizando este proceso se realizan investigaciones para elaborar fibras con propiedades diferenciadas o aumentar sus propiedades, gracias a la incorporación de otro material en su estructura para formar composites^[1], propiedades como mayor durabilidad^[2], resistencia al fuego^[3], anticorrosivo^[4], entre otros. La incorporación de material nanoparticulado a la estructura de esta fibra utilizando técnica de extrusión mediante masterbatch le da a este material propiedades únicas como lo es la propiedad de ser bactericidas al incorporar iones de plata^[5], nanocobre^[6,7], en su estructura.

II. PARTE EXPERIMENTAL

Materiales equipos y reactivos

Se utilizaron escamas de tereftalato de polietileno reciclado (rPET) sin tratar. Las nanopartículas de cobre(0) - NPCu, utilizadas fueron sintetizadas según procedimientos internos y patentes del laboratorio de Química Cuántica y Nuevos Materiales (LQCNM – DAFQ - FQIQ- UNMSM). El solvente para fluidizar la mezcla en el proceso de extrusión fue trietilenglicol (TEG), los agentes estabilizantes utilizados fueron anhídrido maleico (AM) y ácido cítrico (AC). El equipo empleado para la obtención de fibras de rPET reciclado fue una extrusora monohusillo (figura 1), que opera con un husillo helicoidal horizontal de L/D igual a 1:20 (figura 2), capacidad de producción de 10-15 kg por hora, motor eléctrico de 10 HP, que está montado en la parte posterior y transmite el movimiento de giro por medio de un sistema reductor (cadena–catalina) al husillo.



Figura 1. Extrusora monohusillo.

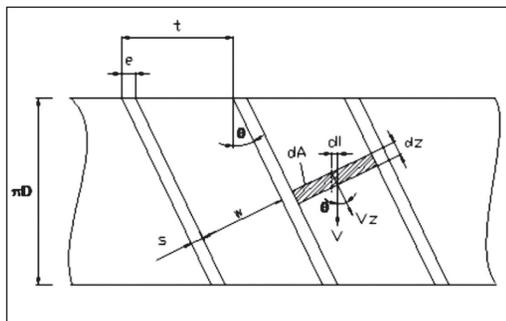


Figura 2. Geometría del tornillo de extrusión.

El husillo es el encargado de recoger el material de la tolva de carga, en forma de escamas, lo mezcla, plastifica termicamente, comprime y desplaza por el canal helicoidal a lo largo del cilindro, para de esta manera forzar la salida del material reciclado por la boquilla.

Extrusión del PET con NPCu(0)

Para obtener las fibras se preparó una mezcla de PET con nanopartículas de co-

bre(0) previamente obtenidas por técnicas microondas, ultrasonido, supercrítico y dispersadas en trietilenglicol (TEG) como solvente, además estabilizadas con ácido cítrico (AC) y anhídrido maleico (AM). Esta mezcla fue alimentada a la extrusora que tiene una gradiente de temperatura entre 200 y 250 °C y velocidad de rotación en 25 RPM, logrando sacar los filamentos de PET con nano partículas de cobre (0), como se muestra en las figuras siguientes.

Tabla1. Parámetros de trabajo de la extrusora.

	Resistencia de la zona de alimentación (°C)	Resistencia de la zona de calentamiento (°C)	Resistencia de la zona de calentamiento (°C)	Resistencia de la zona de salida (°C)
Temperatura	220	250	250	250
Rotación del tornillo (rpm)	25			

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La fibra obtenida presenta una coloración rojiza (figura 3) debido a la incorporación del material nanoparticulado en su estructura.

En la figura 4, se muestra el difractograma de rayos X (DRX) teniendo cada máximo de difracción el correspondiente al plano cristalino específico que se designa para cada especie y se compara con los patrones estándar para la verificación de las estructuras cristalinas, ello confirmó la síntesis exitosa de la cara cúbica centrada (fcc) estructurada cúbica Cu(0). El DRX de las nanopartículas de cobre (0) evidencia dos máximos intensos de sus tres señales en el patrón de difracción característicos para el cobre (0) de $2\theta = 43,37, 50,53$ y $74,12$ grados, lo que corresponde a (111), (200) y (220) planos cristalinos, respectivamente. Esto confirma la formación de nanopartículas de cobre (0) puro de la estructura cubica centrada en la cara (fcc, sistema cúbico, grupo espacial Fm-3m, N° 225, $a=3,6150$ A, $D= 8,950$).

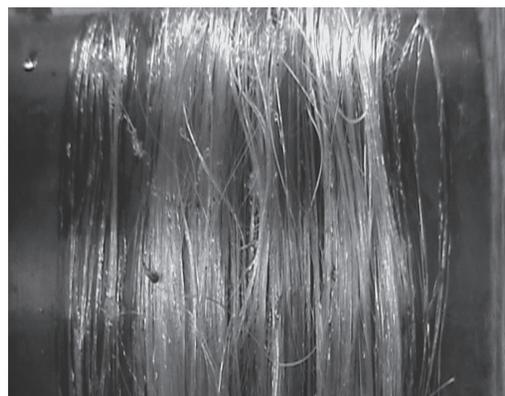


Figura 3. Fibras de PET con NPCu(0).

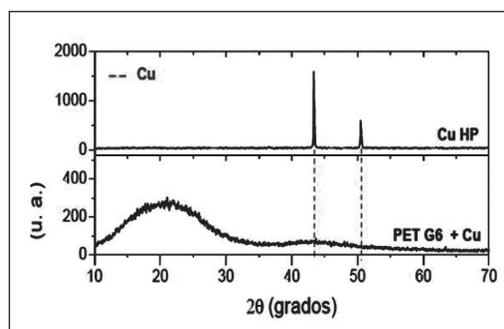


Figura 4. Difracción de Rayos X de polvo cristalino de cobre y fases PET.

La figura 5, muestra el espectro de fluorescencia de rayos X (FRX) del producto obtenido donde se observa los picos correspondientes a los niveles de energía $KL2=8,04780$ y $KM2=8,90530$ los cuales corresponden al cobre.

La figura 6 muestra el espectro de infrarrojo (IR) del PET dopado con NPCu(0) comparado con un espectro de una base de datos. En él se observa la banda característica de $2960,73\text{ cm}^{-1}$ y esta asociada al estiramiento del enlace C-H; la banda de $1712,79\text{ cm}^{-1}$ corresponde al estiramiento C=O; las bandas en $1577,77\text{ cm}^{-1}$ y $1504,48\text{ cm}^{-1}$ corresponden a la tensión del enlace C=C

del anillo aromático, la banda de $1236,37\text{ cm}^{-1}$ corresponde a la tensión asimétrica del enlace =C-O-C.

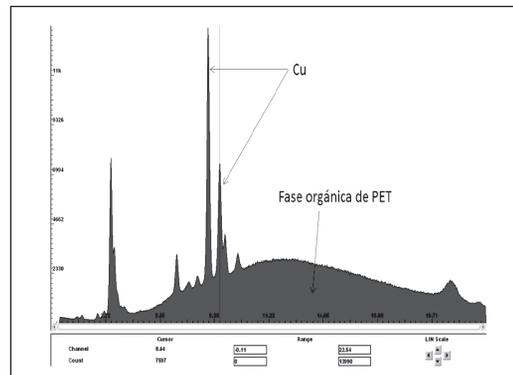


Figura 5. Fluorescencia de rayos X del compuesto PET-Cu.

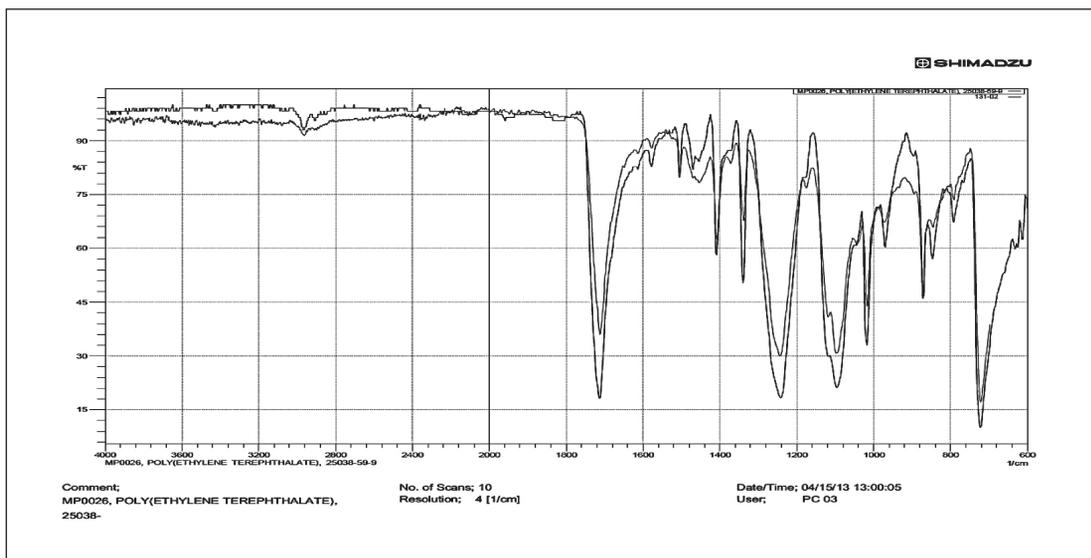


Figura 6. Espectro Infrarrojo por ATR del compuesto PET-Cu, comparado con base de datos

IV. CONCLUSIONES

Los resultados de la caracterización de las fibras obtenidas muestran que en la estructura del tereftalato de polietileno se encuentran las nanopartículas de cobre, demostrando que es factible dopar el PET con nanopartículas de cobre (0) utilizando métodos de extrusión.

V. AGRADECIMIENTOS

Al Ministerio de la Producción por el financiamiento al Proyecto PIPEI 2012, contrato N°057-FINCYT-FIDECOM-PIPEI-2012, en

el marco de colaboración entre la Empresa Samar de Lao y la UNMSM.AI CSI de la UNMSM a través del Proyecto CON-CON 120701021.

Al Laboratorio de Difracción de Rayos X de la Facultad de Física de la UNMSM por el apoyo brindado.

VI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Pfaendner R., Homann K., Herbst H. Mezclas de poliéster/polycarbonato con propiedades mejoradas. ES 2 112 063 T3. 1998.

- [2] Boucher V., Roos A., Duquesne S., Bourbigot S., Maynie L., Cavalier K., Sy D., Lacroix M., Procédé de préparation d'un matériau polymère transparent comprenant un polycarbonate thermoplastique et des nanoparticules minérales. FR 2925060-A1. 2009.
- [3] Nippon Steel Chemical Co. Method of preparation of plastic fire-resistant, WO 03020486 A. 2003.
- [4] Bing X., Yinshan J., Darui L. Preparation and Characterization of a Novel Anticorrosion Material: Cu/LLDPE Nanocomposites. *Mater. Trans.* 2011; 52(1): 96-101.
- [5] Kobayashi Y. Antibacterial resin composition derived from master batch, antibacterial fiber, antibacterial film. EP2530120 A1. 2012.
- [6] Chrissafis K., Pavlidou E., Gkogkou D., Bikiaris D. Effect of Cu-nano fibers and Ag-nanoparticles on syndiotactic polystyrene thermal stability and on its decomposition mechanism. *Thermochim. Acta.* 2013; 561: 26–35.
- [7] Chrissafis K., Pavlidou E., Gkogkou D., Bikiaris D., Preparation, structure and thermal stability of Cu/LLDPE nanocomposites. *Mater. Chem. Phys.* 2006; 95 (1): 122-129.