



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**“COMPARACIÓN DEL GRADO DE INSERCIÓN EN  
POLIPROPILENO (PP), ENTRE ANHÍDRIDO ACÉTICO Y  
ANHÍDRIDO MALEICO PARA SU UTILIZACIÓN EN MEZCLAS  
DE PLÁSTICO.”**

**Trabajo de titulación**

**TIPO: Proyecto investigación**

**Presentado para optar al grado académico de:**

**INGENIERA QUÍMICA**

**AUTORA: LOZANO OLMEDO CARMEN ESTEFANIA**

**TUTORA: ING. PAUL GUSTAVO PALMAY**

**Riobamba-Ecuador**

**2018**

**© 2018, Carmen Estefania Lozano Olmedo**

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

El Tribunal de Trabajo de Titulación certifica que: El Trabajo de Investigación: COMPARACIÓN DEL GRADO DE INSERCIÓN EN POLIPROPILENO (PP), ENTRE ANHIDRIDO ACÉTICO Y ANHIDRIDO MALEICO PARA SU UTILIZACIÓN EN MEZCLAS DE PLÁSTICO, de responsabilidad de la señorita Carmen Estefania Lozano Olmedo, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal de Titulación, quedando autorizada a su presentación.

Ing. Paul Palmay

**DIRECTOR DE  
TRABAJO DE TITULACIÓN**

\_\_\_\_\_

Ing. Janneth Jara

**MIEMBRO Del TRIBUNAL**

\_\_\_\_\_

“Yo CARMEN ESTEFANIA LOZANO OLMEDO, soy responsables de las ideas, doctrinas y resultados expuestos en este trabajo de titulación, y el patrimonio intelectual del trabajo de titulación que pertenece a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO”.

-----  
CARMEN ESTEFANIA LOZANO OLMEDO

## **DECLARACIÓN DE AUTENTICIDAD**

Yo, CARMEN ESTEFANIA LOZANO OLMEDO, declaro que el presente trabajo de titulación es de mi autoría y que los resultados del mismo son auténticos y originales. Los textos constantes en el documento que provienen de otra fuente están debidamente citados y referenciados.

Como autora, asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este trabajo de titulación.

---

CARMEN ESTEFANIA LOZANO OLMEDO

CI: 080278824-0

## **DEDICATORIA**

La presente investigación está dedicada a Dios por darme la fuerza necesaria, sabiduría e iluminarme con su gracia divina para culminar mi carrera.

A mis padres Gustavo Lozano y Aida Olmedo guías indiscutibles de mi formación académica, quienes supieron darme valor, esperanza y compañía, para cumplir mis metas, pues son ellos quienes deben ver reflejado el fruto de su esfuerzo y paciencia durante todo mi camino estudiantil.

*Estefania*

## **AGRADECIMIENTO**

A Dios, por regalarnos el soplo de vida y por hacer posible este sueño.

A mis padres, por todo su amor, paciencia, bondad y sacrificio para culminar con mi carrera, gracias por todo, todo lo que soy es porque ustedes lo hicieron posible.

Al Ing. Paul Palmay Director del proyecto de titulación por su esfuerzo y dedicación quien con sus conocimientos, experiencia, paciencia y motivación ha logrado en mí que pueda terminar mi trabajo con éxito.

A la Dra., Janneth Jara Colaboradora, quienes me han orientado, apoyado y corregido en mi labor científica con un interés y una entrega excepcional.

A mi novio Dicxón Nazareno por su apoyo, amor y espera incondicional durante toda mi carrera profesional.

Gracias también aquellas personas que ayudaron de manera directa e indirecta en la realización de este proyecto.

Estefania

## TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN.....	xviii
ABSTRACT.....	xix
INTRODUCCIÓN .....	1
IDENTIFICACIÓN DEL PROBLEMA.....	1
JUSTIFICACIÓN DEL PROYECTO .....	3
OBJETIVOS .....	4
Objetivo General.....	4
Objetivos Específicos .....	4
CAPÍTULO I.....	5
1. MARCO TEÓRICO .....	5
1.1 Antecedentes de la Investigación.....	5
1.2 Marco Conceptual o Glosario .....	6
1.2.1 Anhídrido acético .....	6
1.2.2 Anhídrido maleico .....	7
1.2.3 Calor específico .....	7
1.2.4 Capacidad Calorífica .....	7
1.2.5 Compatibilización.....	8
1.2.6 Copolímero .....	8
1.2.7 Cristalización.....	8
1.2.8 Densidad .....	9
1.2.9 Espectroscopia Infrarroja .....	9
1.2.10 Plástico .....	9
1.2.11 Polimerización.....	9
1.2.12 Polímeros.....	10

1.2.13	<i>Polipropileno</i> .....	10
1.2.14	<i>Reciclaje</i> .....	11
1.2.15	<i>Reciclaje mecánico</i> .....	11
1.2.16	<i>Termoplásticos</i> .....	12
1.2.17	<i>Tratamiento del polipropileno</i> .....	12
<b>CAPÍTULO II</b> .....		14
<b>2.</b>	<b>METODOLOGÍA</b> .....	14
<b>2.1</b>	<b>Hipótesis y Especificación de las variables</b> .....	14
2.1.1	<i>Hipótesis General</i> .....	14
2.1.2	<i>Hipótesis Específica</i> .....	14
2.1.3	<i>Identificación de Variables</i> .....	14
2.1.3.1.	<i>Variable Dependiente</i> .....	14
2.1.3.2.	<i>Variable Independiente</i> .....	15
2.1.4	<i>Operacionalización de Variables</i> .....	16
2.1.5	<i>Matriz de Consistencia</i> .....	17
<b>2.2</b>	<b>Tipo y Diseño de Investigación</b> .....	19
2.2.1	<i>Inductivo</i> .....	19
2.2.2	<i>Experimental</i> .....	19
<b>2.3</b>	<b>Unidad de Análisis</b> .....	19
<b>2.4</b>	<b>Población de Estudio</b> .....	19
<b>2.5</b>	<b>Tamaño de Muestra</b> .....	20
<b>2.6</b>	<b>Selección de muestra</b> .....	20
<b>2.7</b>	<b>Técnicas de Recolección de Datos</b> .....	20
2.7.1	<i>Fuentes de información primaria</i> .....	20
2.7.2	<i>Fuentes de información secundaria</i> .....	21
2.7.3	<i>Diseño Experimental</i> .....	21
2.7.4	<i>Caracterización física del polipropileno</i> .....	21

2.7.4.1	<i>Procedimiento de la densidad</i> .....	21
2.7.4.2	<i>Procedimiento del poder calorífico</i> .....	22
2.7.5	<b><i>Investigación de la formulación</i></b> .....	23
2.7.5.1	<i>Desarrollo de la formulación para el anhídrido acético</i> .....	24
2.7.5.2	<i>Desarrollo de la formulación para el anhídrido maleico</i> .....	24
2.7.6	<b><i>Determinación del índice de inserción</i></b> .....	25
2.7.7	<b><i>Rendimiento del tratamiento del polipropileno</i></b> .....	27
 <b>CAPÍTULO III</b> .....		29
 <b>3.</b>	<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b> .....	29
<b>3.1</b>	<b>Análisis de resultados</b> .....	29
<b>3.1.1</b>	<b><i>Resultados de la caracterización física del polipropileno</i></b> .....	29
<b>3.1.1.1</b>	<b>Resultados de la densidad</b> .....	29
<b>3.1.1.2.</b>	<b>Resultados del poder calorífico</b> .....	30
<b>3.1.2</b>	<b><i>Resultados de la investigación de la formulación</i></b> .....	31
3.1.2.1	<i>Resultados del desarrollo de la formulación para el anhídrido acético</i> .....	31
3.1.2.2	<i>Resultados del desarrollo de la formulación para el anhídrido maleico</i> .....	33
<b>3.1.3</b>	<b><i>Resultados de la determinación del índice de inserción</i></b> .....	34
<b>3.1.3.1</b>	<b>Resultados de la espectroscopia de infrarrojo para el polipropileno (banco) ....</b>	35
<b>3.1.3.2</b>	<b>Resultados del índice de carbonilo para anhídrido acético</b> .....	35
<b>3.1.3.3</b>	<b>Resultados del índice de carbonilo para anhídrido maleico</b> .....	38
<b>3.1.4</b>	<b><i>Resultados del rendimiento del tratamiento del polipropileno</i></b> .....	41
3.1.4.1	<i>Resultados del rendimiento de anhídrido acético</i> .....	41
3.1.4.2	<i>Resultados del rendimiento de anhídrido maleico</i> .....	42
<b>3.2</b>	<b>Prueba de Hipótesis</b> .....	43
<b>3.2.1</b>	<b><i>Hipótesis 1</i></b> .....	43
<b>3.2.2</b>	<b><i>Hipótesis 2</i></b> .....	44
<b>3.2.3</b>	<b><i>Hipótesis 3</i></b> .....	46

3.2.4	<i>Hipótesis 4</i> .....	47
3.3	<b>Discusión de Resultados</b> .....	48
<b>CAPÍTULO IV</b> .....		51
4.	<b>IMPLEMENTACIÓN DEL PROYECTO</b> .....	51
4.1	<b>Propuesta para la solución del proyecto</b> .....	51
4.2	<b>Costos de implementación de la propuesta del proyecto</b> .....	52
<b>CONCLUSIONES</b> .....		54
<b>RECOMENDACIONES</b> .....		55
<b>BIBLIOGRAFÍA</b> .....		56
<b>ANEXOS</b> .....		60

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1-2:</b> Operacionalización de variables.....	16
<b>Tabla 2-2:</b> Matriz de Consistencia .....	17
<b>Tabla 1-3:</b> Tabla de muestras del PP para determinar la densidad del polipropileno .....	29
<b>Tabla 2-3:</b> Tabla de muestras del PP para determinar.....	31
<b>Tabla 3-3:</b> Formulación general para el tratamiento del PP.....	31
<b>Tabla 4-3:</b> Formulación variando cetona para el tratamiento del PP .....	32
<b>Tabla 5-3:</b> Formulación al variar peróxido de benzoilo.....	32
<b>Tabla 6-3:</b> Formulación para el tratamiento del PP con anhídrido acético. ....	33
<b>Tabla 7-3:</b> Formulación variando cetona para el tratamiento .....	33
<b>Tabla 8-3:</b> Formulación al variar peróxido de benzoilo.....	34
<b>Tabla 9-3:</b> Formulación para el tratamiento d.....	34
<b>Tabla 10-3:</b> Muestras al variar cetona en el tratamiento del PP con anhídrido acético. ....	35
<b>Tabla 11-3:</b> Muestras al variar cetona en el tratamiento del PP con anhídrido maleico. ....	39
<b>Tabla 12-3:</b> Muestras al variar peróxido de benzoilo.....	41
<b>Tabla 13-3:</b> Porcentaje de injerto para el anhídrido acético.....	42
<b>Tabla 14-3:</b> Porcentaje de injerto para el anhídrido maleico. ....	43
<b>Tabla 15-3:</b> Valores de densidad en el laboratorio y norma .....	43
<b>Tabla 16-3:</b> Valores de capacidad calorífica en el laboratorio y norma.....	44
<b>Tabla 17-3:</b> Cantidad de reactivos utilizados para el tratamiento del PP con anhídrido acético y maleico.....	44
<b>Tabla 18-3:</b> Formulación del tratamiento del PP con anhídrido maleico.....	45
<b>Tabla 19-3:</b> Formulación del tratamiento del PP con anhídrido acético. ....	46
<b>Tabla 1-4:</b> Cantidades de los componentes del tratamiento del PP para 1 Kg.....	53
<b>Tabla 2-4:</b> Precio de los componentes del tratamiento del PP para 1Kg .....	53

## ÍNDICE DE FIGURA

<b>Figura 1-1:</b> Formula general del polipropileno.....	10
<b>Figura 2-1:</b> Esquema de la reacción de escisión debida a la descomposición .....	13
<b>Figura 3-1:</b> Estructura química del copolímero de .....	13
<b>Figura 1-2:</b> Procedimiento de la densidad .....	22
<b>Figura 2-2:</b> Procedimiento de capacidad calorífica .....	23
<b>Figura 3-2:</b> Procedimiento para la formulación con anhídrido acético.....	24
<b>Figura 4-2:</b> Procedimiento para la formulación con anhídrido maleico .....	25
<b>Figura 5-2</b> Correlación para las bandas de absorción de PP .....	26
<b>Figura 6-2:</b> Bandas de absorción del grupo carbonilo .....	27
<b>Figura 7-2:</b> Procedimiento para el porcentaje de injerto del polipropileno. ....	28

## ÍNDICE DE GRÁFICOS

<b>Gráfico 1-3:</b> Espectro IR del PP.....	35
<b>Gráfico 2-3:</b> Espectro IR: 25 ml de acetona, anhídrido acético, POB, xileno, PP.....	36
<b>Gráfico 3-3:</b> Espectro IR: 30 ml de acetona, anhídrido acético, POB, xileno, PP.....	36
<b>Gráfico 4-3:</b> Espectro IR: 35 ml de acetona, anhídrido acético, POB, xileno, PP.....	37
<b>Gráfico 5-3:</b> Espectro IR: 30 ml de acetona, anhídrido acético, 0.07 POB, xileno, PP.....	38
<b>Gráfico 6-3:</b> Espectro IR: 25 ml de acetona, anhídrido maleico, peróxido de benzoilo, xileno, PP.....	39
<b>Gráfico 7-3:</b> Espectro IR: 30 ml de acetona, anhídrido maleico, peróxido de benzoilo, xileno, PP.....	40
<b>Gráfico 8-3:</b> Espectro IR: 35 ml de acetona, anhídrido maleico, peróxido de benzoilo, xileno, PP.....	40
<b>Gráfico 9-3:</b> Espectro IR: 35 ml de acetona, anhídrido maleico, POB, xileno, PP.....	41
<b>Gráfico 10-3:</b> Formulación óptima para anhídrido maleico.....	45
<b>Gráfico 11-3:</b> Formulación óptima para anhídrido acético.....	46
<b>Gráfico 12-3:</b> Índice de carbonilo de anhídrido acético y anhídrido maleico.....	47
<b>Gráfico 13-4:</b> Rendimiento del injerto del tratamiento del polipropileno.....	48

## ÍNDICE DE ANEXOS

**Anexo A.** Norma ASTM D-792 Método para determinar densidad y densidad específica del plástico

**Anexo B.** Norma ASTM C-351 Método de prueba estándar para calor específico medio del aislamiento térmico

**Anexo C:** Muestras obtenidas del tratamiento del PP del Anhídrido Acético.

**Anexo D:** Muestras obtenidas del tratamiento del PP del Anhídrido Maleico

**Anexo E:** Muestras del tratamiento del PP con 0,07 de peróxido de benzoilo con anhídrido acético y anhídrido maleico

## SIMBOLOGÍA

HCL	Ácido clorhídrico
AM	Anhídrido maleico
C <sub>p</sub>	Calor específico
S	Calor específico del sólido
P	Densidad
FTIR	Espectrofotómetro de infrarrojo
CO	Grupos carboxilo
KOH	Hidróxido de potasio
IC	Índice de carbonilo
N	Normalidad
POB	Peróxido de benzoilo
PA	Poliamida
PP	Polipropileno
MAPP	Polipropileno-co-anhídrido maleico
G	Porcentaje de injerto
PET	Tereftalato de polietileno
PS	Poliestireno

PVC	Cloruro de polivinilo
PEAD	Polietileno de alta densidad
PEBD	Polietileno de baja densidad

## RESUMEN

Se comparó el grado de inserción en polipropileno (*PP*), entre anhídrido acético y anhídrido maleico para su utilización en mezclas de plástico. Las mezclas de polímeros son importantes tanto a nivel doméstico como industrial ya que mediante estas podemos mejorar propiedades de materiales ya conocidos, se ha seleccionado este caso específico del polipropileno y sus posibles mezclas con tereftalato de polietileno con el antecedente que según estadísticas del INEN Residuos Sólidos (2014) el 60% del total de plásticos que se encuentran en los residuos sólidos urbanos lo constituyen el PP y el tereftalato de polietileno (PET) haciendo de esto una necesidad inmediata de su posible reutilización, optando por un reciclaje secundario mediante extrusión. El primer punto fue la caracterización del polipropileno virgen, analizando la densidad y poder calorífico logrando cumplir con los parámetros establecido en las Normas ASTM D-792 y ASTM C-351. Posterior se realizaron formulaciones variando cada uno de los componentes con el fin obtener la mejor formulación para el tratamiento del polipropileno con anhídrido acético y anhídrido maleico. Criterio que se adoptó discutiendo los resultados del estudio de mezclas de polímeros reciclados para el mejoramiento de sus propiedades. Las muestras fueron analizadas mediante dos métodos de análisis como espectroscopia de infrarrojo y retro titulación volumétrica determinando grupos funcionales como carbonilos. Con la espectroscopia de infrarrojo se determinó el índice de carbonilo analizando las bandas de absorción dando valores de 2,37 para anhídrido acético y 2,44 anhídrido maleico, mediante la retro titulación se determinó el porcentaje de injerto con valores de 1,63 para el anhídrido acético y 2,0 anhídrido maleico. Se recomienda que se hagan mezclas de polipropileno tratado con anhídrido acético y anhídrido maleico.

**PALABRAS CLAVES:** <INGENIERÍA Y TECNOLOGÍA QUÍMICA>, <POLIPROPILENO>, <ANHÍDRIDO ACÉTICO>, <ANHÍDRIDO MALEICO>, <INJERTO>. <ÍNDICE DE CARBONILO>, <MEZCLAS DE PLÁSTICOS>

## **ABSTRACT**

The main purpose of this study is to analyze the insertion degree in propylene (pp), compared to acetic anhydride and maleic anhydride to be used in plastic mixtures. The mixtures of polymers are important for both, domestic and industrial level since they make possible to improve the properties of already known materials. This specific case of the polyethylene terephthalate and its possible mixtures has been selected according to the statistics of the INEN solid waste (2014), 60% of the total plastics found in urban solid waste are PP and polyethylene terephthalate (PET), which enables its possible reuse, opting for secondary recycling by extrusion. The first point was the characterization of unspoiled propylene, analyzing the density and calorific value, achieving compliance with the parameters established in Standards ASTM D-792 and ASTM C-351. Subsequently, formulations were made by varying each of the components in order to obtain the best formulation for the treatment of propylene with acetic anhydride and maleic anhydride. This criterion was adopted after discussing the results of the study of mixtures of recycled polymers for the improvement of their properties. The samples were analyzed by using two analytical methods, such as infrared spectroscopy and retro-titration, determining functional groups such as carbonyls. With infrared spectroscopy the carbonyl index was determined by analyzing the absorption bands giving values of 2.37 for acetic anhydride and 2.44 anhydride maleic, by retro-titration the percentage of grafting was determined with values of 1.63 for the anhydride acetic and 2.0 for the maleic anhydride. As final recommendation, it is important to make mixtures of polypropylene treated with acetic anhydride and maleic anhydride.

## **KEYWORDS:**

<ENGINEERING AND CHEMICAL TECHNOLOGY>, <POLYPROPYLENE>, <ACETIC ANHYDRIDE>, <MALEIC ANHYDRIDE>, <GRAFT>, <CARBONYL INDEX>, <PLASTIC MIXTURES>

## **INTRODUCCIÓN**

### **IDENTIFICACIÓN DEL PROBLEMA.**

Las mezclas de polímeros permiten la obtención rápida y económica de nuevos materiales con mejores características que los materiales individuales, son importantes debido a la posibilidad de mejorar las propiedades funcionales de un material.

El mayor problema de las mezclas poliméricas es la inmiscibilidad intrínseca debida a su poca compatibilidad termodinámica. Se busca entonces mejorar la miscibilidad, intensificando las interacciones entre los polímeros para lograr el reforzamiento de las propiedades. El polipropileno (PP) es uno de los termoplásticos de mayor demanda; es común el mezclarlo con otros polímeros con el fin de mejorar sus propiedades finales, especialmente la resistencia al impacto a bajas temperaturas.

Para lograr un material mezclado que posea buenas características, usualmente se insertan grupos funcionales sobre el PP en forma de copolímero de injerto, que permiten mayor interacción con otros polímeros y disminución de la tensión superficial entre las fases de los componentes de una mezcla. (GALLEGOS K & GARTNERB C, 2006)

Para que las mezclas inmiscibles sean resistentes, hay que utilizar un compatibilizante, es decir algo que ayuda a unir las dos fases de una manera más compacta.

Entre las vías llevadas a cabo en la industria para producir nuevos materiales poliméricos, se encuentra la introducción de monómeros en las cadenas moleculares del polímero mediante un injerto químico. Este injerto conlleva la reacción entre un polímero y un monómero que contenga un grupo funcional vinilo, que sea capaz de formar injertos en la cadena molecular en presencia de radicales libres, generados por grupos peróxido. En este sentido, está generalmente aceptado que el mecanismo que tiene lugar en la modificación del polipropileno se inicia por la escisión de cadenas moleculares vía peróxido, aunque el mecanismo completo de reacción, sigue siendo hasta hoy en día motivo de controversia. En la presente investigación se ha empleado un copolímero de injerto polipropileno-co-anhídrido maleico. (OZUNA D, 2002)

El objetivo del presente trabajo es comparar el índice de inserción en polipropileno entre anhídrido acético y anhídrido maleico para su utilización en mezclas de plástico, con el fin de mejorar las propiedades de dichas mezclas.

Dado que son incompatibles se necesitará de compatibilizadores que mejoren la inserción de los anhídridos en el PP, tales como: peróxido de benzoilo es el iniciador de radicales libres, anhídridos donadores de grupos funcionales, cetona precipita la mezcla.

## JUSTIFICACIÓN DEL PROYECTO

El polipropileno (PP) es el polímero termoplástico, parcialmente cristalino, que se obtiene de la polimerización del propileno (o propeno). Perteneció al grupo de las poliolefinas y es utilizado en una amplia variedad de aplicaciones que incluyen empaques para alimentos, tejidos, equipo de laboratorio, componentes automotrices y películas transparentes. Tiene gran resistencia contra diversos solventes químicos, así como contra álcalis y ácidos. (SALGUERO V, 2013)

Debido a su baja polaridad y a la ausencia de grupos funcionales, es difícil encontrar agentes de acoplamiento. De entre los posibles copolímeros de polipropileno se encuentran aquellos que contienen grupos maleimida, acrilamida, así como ácidos o anhídridos. Cabe destacar que en muchas ocasiones solamente es necesaria una pequeña cantidad de compatibilizante para alcanzar una mejora significativa de la transmisión de esfuerzos entre las fases. (OZUNA D, 2002)

Las mezclas más investigadas en las dos décadas anteriores fueron las de polipropileno-poliamida (PP-PA). Las investigaciones sobre las mezclas polipropileno-tereftalato de polietileno (PP-PET) han mostrado que presentan problemas entre las interfases; por este motivo se ha discutido profundamente sobre los efectos de la compatibilización en las características morfológicas y mecánicas de las mezclas inmiscibles. También se ha investigado cómo el tamaño y la forma de las partículas en la fase dispersa afectan las características de la mezcla final. (GALLEGOS K & GARTNERB C, 2006)

Las propiedades de las mezclas miscibles pueden ser las propiedades intermedias entre los componentes individuales, en otros casos, las propiedades de la mezcla pueden exhibir una desviación positiva o negativa de la regla de la adición.

## **OBJETIVOS**

### **Objetivo General**

- Comparar el grado de inserción en polipropileno (*PP*), entre anhídrido acético y anhídrido maleico para su utilización en mezclas de plástico.

### **Objetivos Específicos**

- Realizar la caracterización física del polipropileno utilizado para la investigación.
- Desarrollar la formulación óptima para el tratamiento del polipropileno.
- Cuantificar el grado de inserción mediante el índice de carbonilo en el polipropileno tratado con anhídrido acético y anhídrido maleico.
- Determinar el rendimiento de injerto del polipropileno tratado a partir del anhídrido acético y del anhídrido maleico.

# CAPÍTULO I

## 1. MARCO TEÓRICO

### 1.1 Antecedentes de la Investigación

La industria del plástico es una industria joven que en el año 2004 cumplió 94 años de edad. Los primeros 50 años correspondieron a la investigación y la implementación de los descubrimientos realizados, los siguientes veinte años en la difusión de información y aprovechamiento de ellos y los últimos veinte años en optimizar el uso de los mismos. (INFANZON E, 2012)

Los plásticos se caracterizan por una alta relación resistencia/densidad, que son propiedades excelentes para el aislamiento térmico y eléctrico y de buena resistencia a los ácidos, álcalis y solventes. Las enormes moléculas de las que están integradas pueden ser lineales, ramificadas o entrecruzadas, dependiendo del tipo de plástico, los productos termoestables, los cuales consisten inicialmente de moléculas lineales que por calentamiento forman irreversiblemente una red de enlaces cruzados, dan un producto final generalmente más duro, fuerte y resistente al calor que un termoplástico polímero de adición.

Las reacciones de condensación producen diferentes longitudes de polímeros y generan pequeñas cantidades de subproductos, como agua, amoníaco y etilenglicol mientras que las reacciones de adición producen longitudes específicas y no producen ningún subproducto; las masas moleculares medias de los polímeros de adición son generalmente mayores que las de los polímeros de condensación. Algunos polímeros típicos de condensación son el nylon, los poliuretanos y los poliésteres. Entre los polímeros de adición se encuentran el polietileno, el polipropileno, el policloruro de vinilo y el poliestireno. (FRÍAS A & LEMAC, 2003)

Dada la naturaleza de las mezclas poliméricas, en función de la estructura de los materiales que las integran, pueden dar diferentes fenómenos de compatibilidad/interacción que intervienen de forma decisiva en las prestaciones finales de la mezcla, estas situaciones son consecuencia directa de la naturaleza de los polímeros que se someten al proceso de mezclado.

Otra situación completamente diferente es cuando los dos polímeros que constituyen la mezcla son inmiscibles, formando un sistema bifásico. Uno actúa como matriz y el otro como fase

dispersa. En general se trata de mezclas con peores propiedades mecánicas que los sistemas miscibles, ya que la adhesión entre las fases no es siempre óptima. La situación más habitual que se da en las mezclas de materiales poliméricos es la miscibilidad parcial tanto en sistemas bifásicos como en trifásicos, y en muchas ocasiones, la inmiscibilidad total. (VARÒN D & FERRÀNDIZ S, 2015)

## **1.2 Marco Conceptual o Glosario**

### ***1.2.1 Anhídrido acético***

El anhídrido acético es un líquido coloreado con un olor acre similar al ácido acético, tiene la fórmula empírica  $C_4H_6O_3$  y la fórmula estructural  $(CH_3CO)_2O$ . Con frecuencia se abrevia  $Ac_2O$  y, ha sido referido por los sinónimos "óxido de acetilo", "anhídrido etanoico", "óxido de acetilo" y "anhídrido de acetilo".

Desde el punto de vista de la reactividad, el anhídrido acético se considera estable. Es incompatible con materiales oxidantes fuertes y tiene la capacidad de inflamabilidad de un líquido combustible. Es ligeramente soluble en agua y puede reaccionar violentamente después de un período de inducción para producir ácido acético a medida que se desarrolla el calor.

Este efecto de inducción está probablemente relacionado con la formación del ácido acético.

A medida que se produce la hidrólisis, el ácido acético tiende a actuar como un codisolvente, lo que permite que se disuelva más anhídrido. (AGREDA V & ZOELLER J, 1993)

El anhídrido acético se ha producido por la acción de oxiclорuros de fósforo o compuestos de fósforo similares de ácido acético o sales de ácido acético; de acuerdo con el otro proceso por la acción de monoclорuro de azufre o compuestos similares o acetato sódico anhídrido u otras sales adecuadas de ácido acético. También se ha propuesto en las especificaciones de patentes producir anhídrido acético a partir de ácido acético y acetileno.

De acuerdo con la presente invención, el anhídrido acético se forma en una etapa mediante la acción de gas acetileno sobre ácido acético glacial comercial en presencia de una sal de mercurio finamente dividida. El acetileno puede usarse a presión atmosférica o superatmosférica. El ácido se calienta a temperatura de 60 a 200°C según la presión bajo la cual la reacción especificada en las letras de patente. (GRATTAN G & HOWARD M, 1922)

### **1.2.2 Anhídrido maleico**

Anhídrido maleico es un sólido cristalino incoloro o blanco de olor acre, irritante y muy corrosivo. En solución con Agua es un ácido fuerte que reacciona de forma violenta con bases y oxidantes fuertes. La alta reactividad del anhídrido maleico se debe a la presencia del doble enlace en la estructura. La adición de sustancias halógenas permite la formación de anhídridos maleicos succínicos mono o di halogenados, dependiendo de las condiciones de reacción. El anhídrido maleico es utilizado para reacciones de homo polimerización y copolimerización. (WOLFGANG G & GAIL S, 1996)

Es un compuesto orgánico de fórmula, reconocido como anhídrido butanodioco, anhídrido tóxico 2,5-dioxofurano. En su estado puro es un sólido blanco o incoloro con olor acre, es un sólido a temperatura ambiente por encima de 52,9°C se convierte en un líquido claro incoloro de baja viscosidad.

Es soluble en agua, formando ácido maleico. El anhídrido maleico es un subproducto de la producción de anhídrido ftálico. Es un fuerte irritante de la piel, los ojos y las membranas mucosas del sistema respiratorio. (ARELI D, 2016)

### **1.2.3 Calor específico**

La cantidad de calor requerida para cambiar la temperatura de una unidad de masa de una sustancia. La unidad de la medida es  $J / kg \cdot K$ . (ASTM C- 351, 1999)

Es el cociente entre su capacidad calorífica y su masa. Depende de la temperatura, pero en un intervalo pequeño de temperatura se puede considerar constante. (CROMER A, 1986)

### **1.2.4 Capacidad Calorífica**

Es una medida de la elevación de la temperatura que se produce cuando la sustancia se calienta. Sin embargo, la elevación de la temperatura y por consiguiente la capacidad calorífica depende de las condiciones en las cuales tiene lugar el calentamiento porque, a presión constante, parte del calor se utiliza para realizar el trabajo de expansión y no para elevar la temperatura del sistema. (ATKIN P & JONES L, 2006)

Cantidad de calor absorbida o emitida por el mismo sistema cuando su temperatura varía en un grado. (ROLLER D & BLUM R, 1986)

### **1.2.5 Compatibilización**

Es el proceso de convertir una mezcla de polímeros multifase en un producto comercial útil. La compatibilización puede involucrar la adición de otro ingrediente, usualmente un polímero o la aplicación de un proceso o una técnica de procesado. (RAMIREZ T, 1998)

Permiten la dispersión de una fase en la matriz continua, mejorando la estabilidad contra la separación de fases y, en general, mejoran las propiedades mecánicas de las mezclas inmiscibles. Modifican los componentes de tal manera que reacciona con la funcionalidad del otro componente durante el proceso, formando un copolímero de bloque o injerto. (DEL CASTILLO L, 2013)

### **1.2.6 Copolímero**

Son cadenas de adición lineal compuestas de dos o más tipos de moléculas. (ASKELAND D, 2009)

Es cuando en un proceso de polimerización se utilizan dos o más monómeros químicamente diferentes. (BELTRAN M & MARCILLA A, 2012)

### **1.2.7 Cristalización**

Es el proceso en el que una estructura ordenada se genera a partir de una fase desordenada, usualmente un fundido o una disolución. Cuando la temperatura de un polímero en estado fundido se reduce hasta la temperatura de fusión, existe una tendencia por parte de las cadenas enmarañadas del fundido a alinearse y formar regiones ordenadas llamadas núcleos, en el proceso conocido como nucleación. (OZUNA D, 2002)

Los polímeros que forman fibras cristalinas presentan una gran resistencia a la rotura en la dirección de la propia fibra, pero son fácilmente separables unas fibras de otras. (ROMERO J, 2009)

### **1.2.8 Densidad**

La densidad es la masa por unidad de volumen de un material. La gravedad específica es una medida de la relación de masa de un volumen dado de material a 23°C con el mismo volumen de agua desionizada. La densidad y densidad específica son especialmente relevantes porque el plástico se vende a un costo por libra y una menor densidad o gravedad específica significa más material por libra o peso variado. (ASTM C- 351, 1999)

Es la cantidad de masa por unidad de volumen de una sustancia. Por tanto se denomina con la letra griega  $\rho$ . (MOTT R, 2006)

### **1.2.9 Espectroscopia Infrarroja**

Es uno de los métodos instrumentales de mayor uso para análisis de plástico por su amplio rango de registro de absorción de energía. (VARGAS R, 1997)

Es un tipo de radiación electromagnética de mayor longitud de onda que la luz visible. La región infrarroja del espectro incluye la radiación con números de onda comprendidos entre los 12800 y los  $10 \text{ cm}^{-1}$ , lo que corresponde a longitudes de onda de 0.78 a 1000  $\mu\text{m}$ . (RAHETA S, 2012)

### **1.2.10 Plástico**

Los plásticos son aquellos materiales que, compuestos por resinas, proteínas, y otras sustancias son fáciles de moldear y pueden modificar su forma de manera permanente a partir de una cierta compresión y temperatura. Un elemento plástico, por lo tanto, tiene características diferentes a un objeto elástico. (GARDEY A & PERÈZ J, 2013)

Son un gran grupo de materiales orgánicos que contienen como elemento principal el carbono, combinado con otros ingredientes como el hidrógeno, oxígeno y nitrógeno. Es sólido en su estado final, pero en alguna etapa de su manufactura es suficientemente suave para ser moldeado por muchos sistemas por medio de calor y/o presión. (ALVAREZ M, 1997)

### **1.2.11 Polimerización**

El proceso químico que permite combinar un conjunto de monómeros en una larga cadena. (ECHEVERRÌA M, 2005)

Es una reacción que posee funcionalidad capaz de proceso indefinido en relación con la repetición de sus unidades estructurales. Combinación de un número de moléculas iguales que forman una molécula única. (MARVEL C, 1962)

### 1.2.12 Polímeros

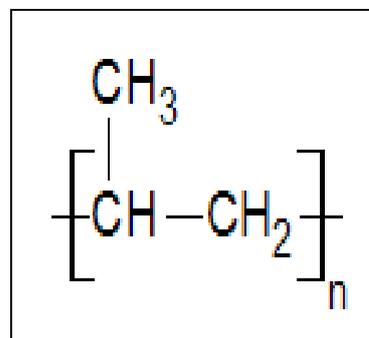
Es una molécula grande formada por unidades mucho más pequeñas que se repiten (monómeros) uniéndose entre ellas. Los alquenos sirven como monómeros para algunos de los polímeros más frecuentes, como el polietileno, poliestireno, poli- (cloruro de vinilo) y muchos otros. (RAIMOND S & CARRAHE C, 1995)

Macromolécula o molécula gigante constituida por una multitud de unidades de repetición, como por ejemplo el poliestireno, en el cual están unidas por enlaces covalentes por lo menos mil unidades de etileno (-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-). La palabra proviene de las palabras griegas que significan “muchos” y “partes”. (MORRISON R, 1987)

### 1.2.13 Polipropileno

Es un termoplástico perteneciente a la familia de las poliolefinas, obtenido por la polimerización del gas propileno. Su presentación comercial es en forma de gránulos blancos translucidos y con apariencia cerosa. (VARGAS R, 1997)

Es uno de los plásticos más importantes y de mayor crecimiento, es liviano y tiene alta resistencia tanto mecánica como química y gran versatilidad. (ECHEVERRÍA M, 2005)



**Figura 1-1:** Formula general del polipropileno

**Fuente:** (Anon., 2010)

### **1.2.14 Reciclaje**

Es un proceso que consiste en someter de nuevo una materia o un producto ya utilizado a un ciclo de tratamiento total o parcial para obtener una materia prima y a su vez la posibilidad de elaborar un nuevo producto el reciclaje; es por tanto una de las alternativas utilizadas en la reducción del volumen de los desperdicios, el cual consiste en volver a utilizar materiales que fueron desechados y que aún son aptos para elaborar otros productos o volver a elaborar los mismo. (RAMOS D, 2010)

Esta actividad implica las siguientes acciones: la separación y recolección de materiales residuales; la preparación de estos materiales para la reutilización, el procesamiento, y transformación en nuevos productos; y la reutilización, reprocesamiento y nueva fabricación de productos. El reciclaje es un factor importante para ayudar a reducir la demanda de recursos y la cantidad de residuos que requieren la evacuación mediante vertido. (BASTIDAS S, 2012)

### **1.2.15 Reciclaje mecánico**

Es un proceso físico que consiste en la transformación de materiales post consumo en materias primas secundarias con propiedades físicas y químicas similares a las del material virgen, permitiendo su posterior utilización. El reciclaje mecánico es aplicable a los diferentes plásticos denominados termoplásticos, estos son: Polipropileno (PP), Poliestireno (PS), Cloruro de polivinilo (PVC), Polietileno de alta densidad (PEAD), Polietileno de baja densidad (PEBD). (GUITIERREZ N, 2014)

El reciclaje mecánico es un proceso físico mediante el cual el plástico post- consumo o el industrial (scrap) es recuperado, permitiendo su posterior utilización.

Los plásticos que son reciclados mecánicamente provienen de dos grandes fuentes:

- Los residuos plásticos proveniente de los procesos de fabricación, es decir, los residuos que quedan al pie de la máquina. A esta clase de residuos se la denomina scrap. El scrap es más fácil de reciclar porque está limpio y es homogéneo en su composición, ya que no está mezclado con otros tipos de plástico.
- Los residuos plásticos proveniente de la masa de residuos sólidos urbanos. Estos se dividen a su vez en tres clases:
  1. Residuos plásticos de tipo simple: han sido clasificados y separados entre sí los de distintas clases.
  2. Residuos mixtos: los diferentes tipos de plásticos se hallan mezclados entre sí.

3. Residuos plásticos mixtos combinados con otros residuos: papel, cartón, metales. (PALMA E, 2013)

#### ***1.2.16 Termoplásticos***

Se compone de largas cadenas producidas al unir moléculas pequeñas o monómeros y típicamente se comportan de una manera plástica y dúctil. Al ser calentados a temperaturas elevadas, estos polímeros se ablandan y se conforman por flujo viscoso. Los polímeros termoplásticos se pueden reciclar con facilidad. (ASKELAND D, 2009)

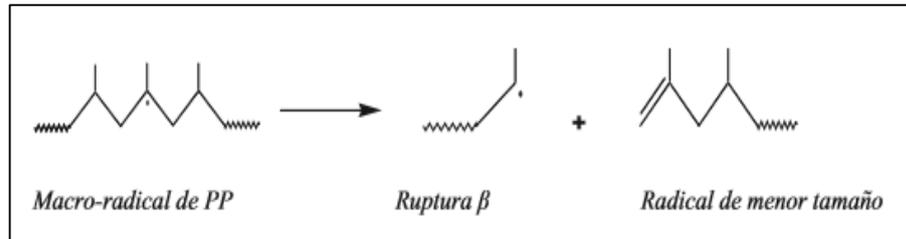
Los termoplásticos se ablandan al calentarse (a veces funden) y se endurecen al enfriarse (estos procesos son totalmente reversibles y pueden repetirse). Estos materiales normalmente se fabrican con aplicación simultánea de calor y de presión. A nivel molecular, a medida que la temperatura aumenta, la fuerza de los enlaces secundarios se debilita (porque la movilidad molecular aumenta) esto facilita el movimiento relativo de las cadenas adyacentes al aplicar un esfuerzo. (CALLISTER W, s.f.)

#### ***1.2.17 Tratamiento del polipropileno***

La introducción de grupos funcionales polares en las cadenas del PP permite mejorar la compatibilidad con el refuerzo polar y alcanzar una dispersión homogénea de aditivos, cargas y refuerzos. La introducción de grupos polares en las cadenas de PP se lleva a cabo mediante reacciones con especies que contienen grupos funcionales polares en sus estructuras, tales como grupos éster, ácido carboxílico y anhídrido. Uno de los métodos más utilizados actualmente para funcionalizar el PP es mediante reacciones de injerto de un monómero polar en sus cadenas, empleando un peróxido orgánico como iniciador radical. Las reacciones de funcionalización se realizan generando en primer lugar “sitios” activos en las cadenas del polipropileno, mediante la adición de iniciadores radicalarios, y posteriormente permitiendo que estos “sitios” activos sirvan para reaccionar con el monómero. Mediante las reacciones de funcionalización, el componente injertado queda unido por un enlace covalente a la poliolefinas como una cadena lateral. (VALLEJOS M, 2006).

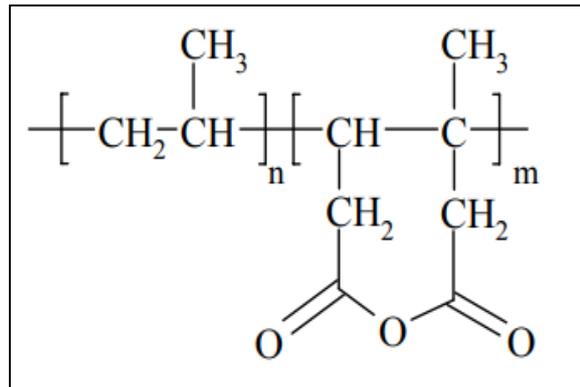
Entre las vías llevadas a cabo en la industria para producir nuevos materiales poliméricos, se encuentra la introducción de monómeros en las cadenas moleculares del polímero base mediante injerto químico. Este injerto conlleva la reacción entre un polímero y un monómero que contenga un grupo funcional vinilo, que sea capaz de formar injertos en la cadena molecular en presencia de radicales libres, generados por grupos peróxido. En este sentido, el injerto de anhídrido maleico

vía radicales libres en poliolefinas ha ganado en los últimos años una gran aceptación. Las poliolefinas con anhídrido maleico injertado son hoy en día parte esencial de muchas formulaciones poliméricas, siendo usadas como agentes de acoplamiento, modificadores de impacto y como compatibilizante de sistemas poliméricos cargados. (OZUNA D, 2002)



**Figura 2-1:** Esquema de la reacción de escisión debida a la descomposición térmica del PP

**Fuente:** (GALLEGOS K & GARTNERB C, 2006)



**Figura 3-1:** Estructura química del copolímero de injerto polipropileno-co-anhídrido maleico (MAPP).

**Fuente:** (OZUNA D, 2002)

## CAPÍTULO II

### 2. METODOLOGÍA

#### 2.1 Hipótesis y Especificación de las variables

##### 2.1.1 *Hipótesis General*

- Mediante la determinación del índice de inserción comparar el efecto del anhídrido acético y maleico como agente donador de grupos funcionales en la utilización del polipropileno en mezclas de plásticos.

##### 2.1.2 *Hipótesis Específica*

- Mediante la caracterización física del polipropileno se determinarán métodos de análisis tales como: densidad, poder calorífico.
- Mediante el uso de diferentes cantidades de reactivos se desarrollará la mejor formulación para el tratamiento del polipropileno, tanto con el anhídrido acético como el maleico.
- Mediante el índice de carbonilo en el polipropileno tratado con anhídrido acético y anhídrido maleico cuantificará el grado de inserción.
- Se logrará obtener igual rendimiento de injerto del producto obtenido del polipropileno tratado con anhídrido acético y el anhídrido maleico.

##### 2.1.3 *Identificación de Variables*

###### 2.1.3.1. Variable Dependiente

- ✓ Índice de inserción
- ✓ Porcentaje de rendimiento

### 2.1.3.2. Variable Independiente

- ✓ Temperatura de reacción
- ✓ Porcentaje de reactivos

### 2.1.4 Operacionalización de Variables

**Tabla 1-2:** Operacionalización de variables

CATEGORÍA	CONCEPTO	DIMENSIONES	VARIABLES	INDICADORES	ÍNDICE
CARACTERIZACIÓN DEL POLIPROPILENO (PP)	El polipropileno (PP) es el polímero termoplástico, que se obtiene de la polimerización del propileno (o propeno).	1.- Caracterización del polipropileno	Densidad Capacidad calorífica	$g/cc^2$ Kcal/Kg °C	Norma ASTM D-792 Norma ASTM C-351
		2.- Investigación de la formulación	Porcentaje de reactivo	%	- -
TRATAMIENTO DEL POLIPROPILENO	Para que las mezclas inmiscibles sean resistentes, es utilizando un compatibilizante. Un compatibilizante es algo que ayuda a unir las dos fases de una manera más compacta.	3.- Determinación del índice de inserción.	Índice de carbonilo	$cm^{-1}$	-
		4.- Rendimiento del tratamiento del polipropileno.	Porcentaje de anhídrido acético y anhídrido maleico.	%	-

Responsable de elaboración: Lozano Carmen, 2017

## 2.1.5 Matriz de Consistencia

**Tabla 2-2:** Matriz de Consistencia

<b>PROBLEMA GENERAL</b>		<b>OBJETIVO GENERAL</b>	<b>HIPÓTESIS GENERAL</b>	
<p>Las mezclas de polímeros son importantes debido a la posibilidad de mejorar las propiedades funcionales de un material.</p> <p>El mayor problema de las mezclas poliméricas es la inmiscibilidad intrínseca debida a su poca compatibilidad termodinámica. Se busca entonces mejorar la miscibilidad, intensificando las interacciones entre los polímeros para lograr el reforzamiento de las propiedades.</p>		<p>Comparar el grado de inserción en polipropileno (PP), entre anhídrido acético y anhídrido maleico para su utilización en mezclas de plástico.</p>	<p>Mediante la utilización de anhídrido acético y anhídrido maleico se comparará el índice de inserción del polipropileno para mezclas de plástico</p>	
<b>PROBLEMAS ESPECÍFICOS</b>	<b>OBJETIVOS ESPECÍFICOS</b>	<b>HIPÓTESIS ESPECÍFICAS</b>	<b>VARIABLES ESPECÍFICAS</b>	<b>MÉTODOS DE ANÁLISIS</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• ¿Será que el polipropileno cumple con lo establecido en las normas?</li> <li>• ¿Cuáles serán las cantidades de reactivo para desarrollar la formulación del</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Realizar la caracterización física del polipropileno utilizado para la investigación.</li> <li>• Desarrollar la formulación óptima para el tratamiento del polipropileno.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Mediante la caracterización física del polipropileno se determinarán métodos de análisis tales como: densidad, poder calorífico y humedad.</li> <li>• Mediante el uso de diferentes cantidades de reactivos se desarrollará la formulación</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Temperatura</li> <li>• Porcentaje de reactivo</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Calorímetro</li> <li>• Probeta</li> <li>• Método experimental</li> </ul>

<p>tratamiento de polipropileno?</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• ¿Qué anhídrido proporcionara mayor cantidad de grupo carbonilo?</li> <li>• ¿Cuál será el anhídrido que se obtendrá mayor rendimiento?</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Cuantificar el grado de inserción mediante el índice de carbonilo en el polipropileno tratado con anhídrido acético y anhídrido maleico.</li> <li>• Determinar el rendimiento del polipropileno tratado a partir del anhídrido acético y del anhídrido maleico.</li> </ul>	<p>óptima para el tratamiento del polipropileno.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Mediante el índice de carbonilo en el polipropileno tratado con anhídrido acético y anhídrido se cuantificará el grado de inserción.</li> <li>• Se logrará obtener igual rendimiento del polipropileno tratado a partir del anhídrido acético y del anhídrido maleico.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Grupos funcionales</li> <li>• Porcentaje de polipropileno tratado</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Espectrofotometría de infrarrojo.</li> <li>• gramos</li> </ul>
--	---	---	---	---

Responsable de elaboración: Lozano Carmen, 2017

## **2.2 Tipo y Diseño de Investigación**

La investigación fue de tipo explorativa debido a que la propuesta no contiene una exhaustiva información, motivo por el cual no es muy conocida, es decir, no se profundizó demasiado, dejando este campo abierto a futuras investigaciones relacionadas.

El proceso se basó en la comparación del índice de carbonilo presente en las muestras de anhídrido acético y anhídrido maleico.

### **2.2.1 Inductivo**

La investigación se apoyó en indagaciones anteriores, las mismas que sirvieron como guía para la utilización de la metodología apropiada para llevar a cabo el proceso de obtención del tratamiento del polipropileno.

Para realizar el estudio se tomaron 25 muestras, con el propósito de conocer las bandas de los grupos carbonilos, en el espectrofotómetro de infrarrojo.

### **2.2.2 Experimental**

El diseño experimental de la investigación se efectuó mediante ensayos de laboratorio como densidad y capacidad calorífica del polipropileno, además de las distintas formulaciones realizadas para determinar cuál de éstas fue la de mayor índice de carbonilo presente en las muestras.

## **2.3 Unidad de Análisis**

El objeto de estudio son las muestras obtenidas en el proceso de fundición del polipropileno y y las de su posterior de su tratamiento, las mismas que fueron analizadas en el espectrofotómetro de infrarrojo (FTIR), para determinar los grupos funcionales en las muestras con la finalidad de que sea miscible con mezclas poliméricas.

## **2.4 Población de Estudio**

La población que se considerara en la presente investigación es el polipropileno reciclado proporcionado por la empresa TUBASEC.

## **2.5 Tamaño de Muestra**

Para el tratamiento del polipropileno a partir de anhídrido acético y anhídrido maleico se desarrollará 25 muestras las cuales fueron:

- ❖ En función de la cantidad de polipropileno, anhídrido acético y anhídrido maleico, peróxido de benzoilo, xileno y cetona, son 9 muestras debido a que se varía la cantidad de cetona y 3 muestras variando la cantidad de peróxido de benzoilo.
- ❖ En función de la cantidad de polipropileno, anhídrido acético y anhídrido maleico, cetona, xileno, son 9 muestras debido a que se varía la cantidad de cetona y 3 muestras variando la cantidad de peróxido de benzoilo.
- ❖ Blanco que es el polipropileno.

## **2.6 Selección de muestra**

El polipropileno usado en la investigación debe cumplir con los parámetros establecidos en la Norma ASTM D-792 de densidad y la Norma ASTM C-351 capacidad calorífica.

Las muestras obtenidas deben ser prensadas y compactadas para posteriormente ser llevadas a la estufa y secar a 60 °C para ser analizadas en el espectrofotómetro de infrarrojo y determinar sus grupos funcionales.

## **2.7 Técnicas de Recolección de Datos**

### ***2.7.1 Fuentes de información primaria***

En la presente investigación las fuentes primarias están conformadas por datos obtenidos en las pruebas experimentales preliminares de este proyecto de investigación, llevadas a cabo en el laboratorio de Físico-Química y Termodinámica de la Facultad de Ciencias de la Escuela de Ingeniería Química de la ESPOCH.

Durante estas pruebas se desarrollaron diferentes formulaciones para el tratamiento del polipropileno en función de las cantidades de anhídrido acético, peróxido de benzoilo, xileno y acetona. Las muestras obtenidas fueron analizadas en el espectrofotómetro de infrarrojo de marca Jasco y modelo T/IR-4100, para determinar que formulación fue la más óptima.

### **2.7.2 Fuentes de información secundaria**

Se realizó una revisión bibliográfica y de artículos de revistas científicas indexadas. De estas fuentes se obtuvo información concreta sobre los principales componentes utilizados en la formulación del tratamiento del polipropileno, así como las cantidades porcentuales de los mismos, según diferentes bases de cálculo tales como masa o índice de inserción del producto que se pretende obtener.

### **2.7.3 Diseño Experimental**

Este estudio se basó en la elaboración del tratamiento del polipropileno para mejorar las propiedades de las mezclas. Se manipuló la concentración de cetona y peróxido de benzoilo, con el fin de cuantificar el efecto de estos factores sobre el índice de carbonilo.

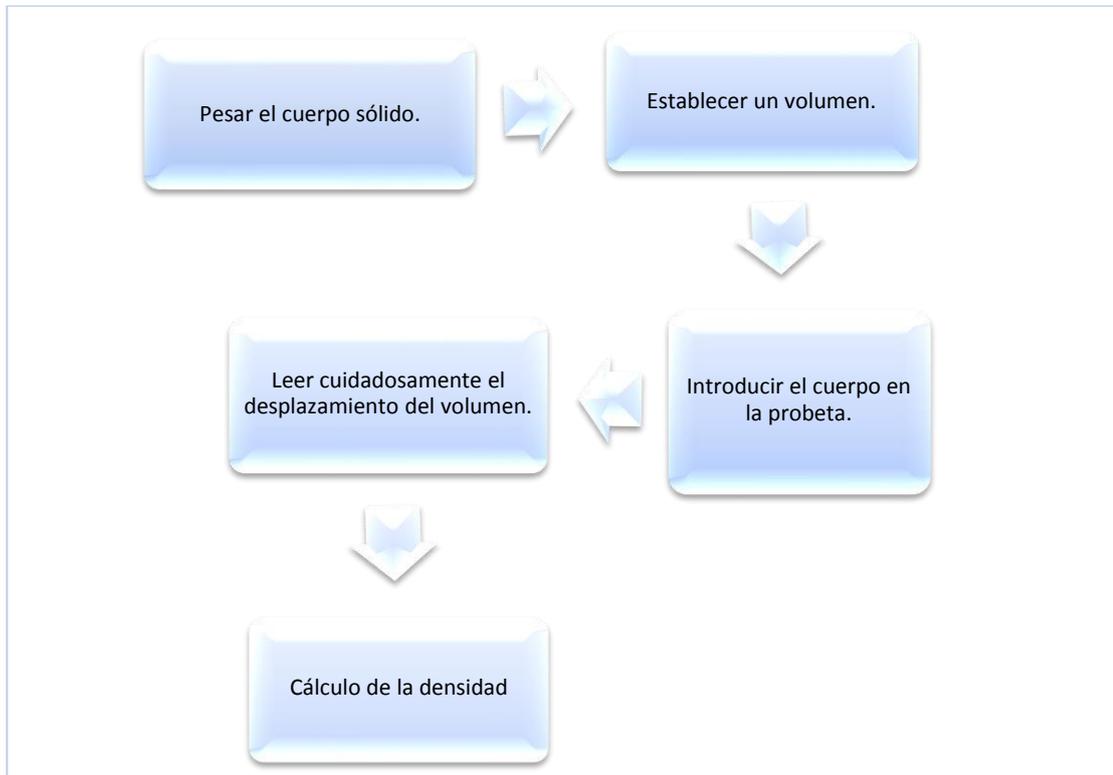
El diseño se realizó de forma que se pueda manipular cada reactivo para obtener la formulación óptima y de esta manera se mantenga constante uno de los reactivos y los otros varíen; con la finalidad de obtener un producto con buenas características. Para el estudio se va a tomar como referencia dos tipos de anhídridos: maleico y acético, los cuales van a actuar como agentes que suministran grupos funcionales.

Las muestras fueron analizadas por espectrofotometría de infrarrojo para cuantificar el grado de inserción mediante el índice de carbonilo.

### **2.7.4 Caracterización física del polipropileno**

#### **2.7.4.1 Procedimiento de la densidad**

Para la determinación de la densidad se llevó a cabo el siguiente procedimiento:



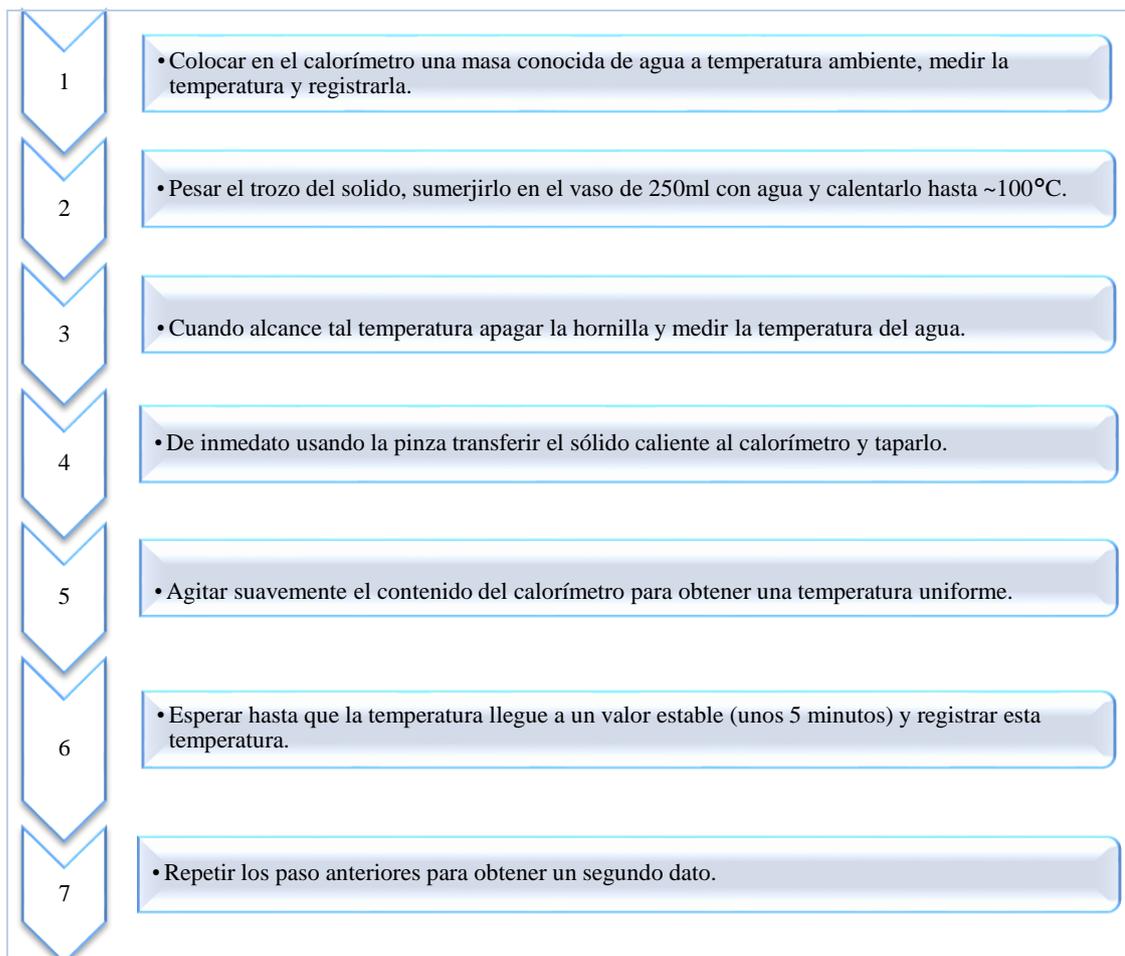
**Figura 1-2:** Procedimiento de la densidad

**Fuente:** (GUARNIZO A & VILLAMIZAR R, 2008)

**Realizado por:** Lozano Carmen, 2018

#### 2.7.4.2 Procedimiento del poder calorífico

De la misma manera se determinó el poder calorífico mediante el calorímetro para lo cual se realizó el siguiente procedimiento:



**Figura 2-2:** Procedimiento de capacidad calorífica

**Fuente:** (COLLIEU A & POWNEY D, 1977)

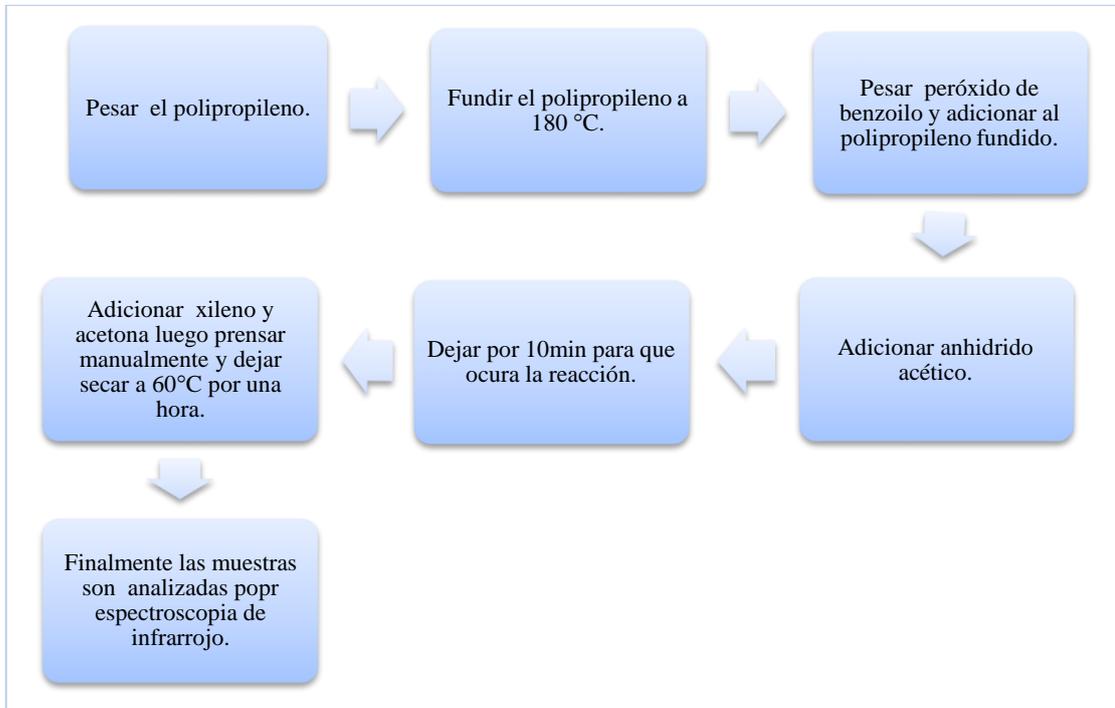
**Realizado por:** Lozano Carmen, 2018

### **2.7.5 Investigación de la formulación**

La realización de la formulación se basó en artículos científicos y se procedió a la realización de los procedimientos.

### 2.7.5.1 Desarrollo de la formulación para el anhídrido acético

Para el desarrollo de la formulación con anhídrido acético se realizó mediante el siguiente procedimiento:



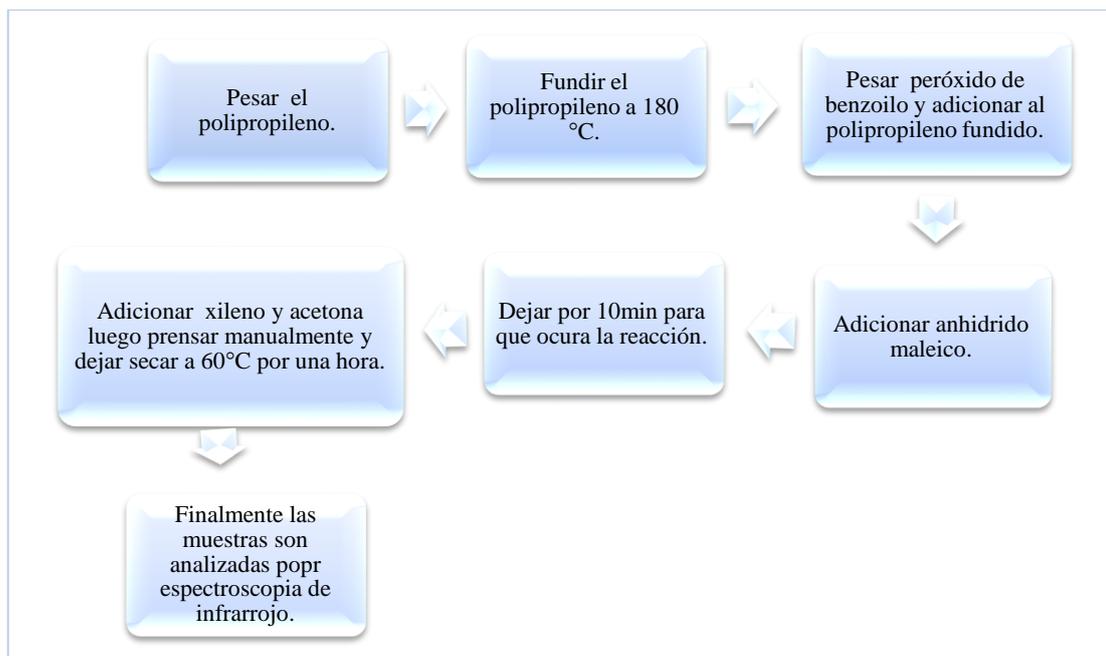
**Figura 3-2:** Procedimiento para la formulación con anhídrido acético

**Fuente:** (GALLEGOS K & GARTNERB C, 2006)

**Realizado por:** Lozano Carmen, 2018

### 2.7.5.2 Desarrollo de la formulación para el anhídrido maleico

El siguiente procedimiento se basó en la formulación para el tratamiento del polipropileno con anhídrido maleico:



**Figura 4-2:** Procedimiento para la formulación con anhídrido maleico

**Fuente:** (GALLEGOS K & GARTNERB C, 2006)

**Realizado por:** Lozano Carmen, 2018

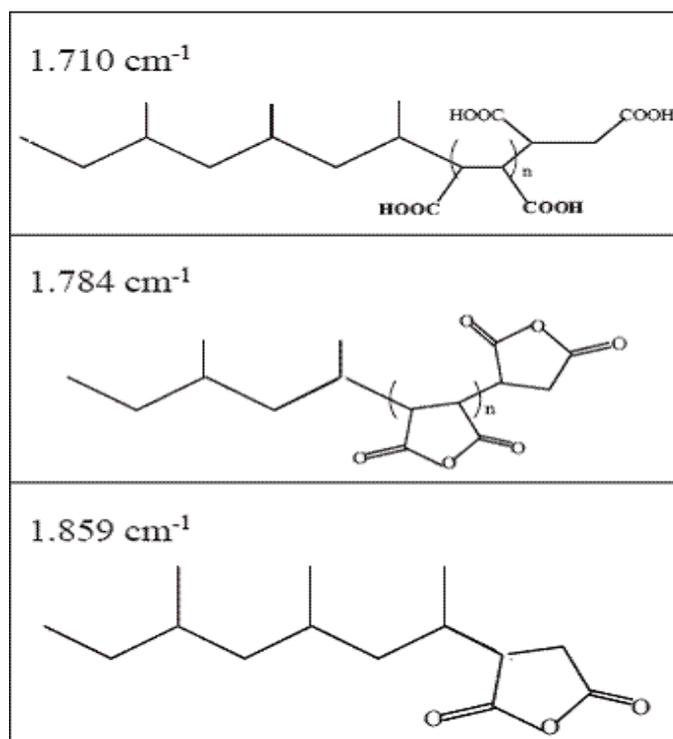
### 2.7.6 Determinación del índice de inserción

El índice de inserción se determinó mediante el análisis de las muestras en el espectrofotómetro de infrarrojo (FTIR), analizando la cantidad de grupos funcionales presentes en el tratamiento del polipropileno en anhídrido acético y anhídrido maleico.

Para determinar el índice de carbonilo se cumplió con las siguientes características:

- $1710\text{ cm}^{-1}$  correspondiente a vibraciones de estiramiento de los grupos CO en el carboxilo que se ha injertado como ácido sobre el PP.
- $1784\text{ cm}^{-1}$  y  $1859\text{ cm}^{-1}$  que corresponden a grupos carbonilo que se injertan como un anillo de 5 eslabones en el PP.
- $1460\text{ cm}^{-1}$  y  $1377\text{ cm}^{-1}$  debidos a vibraciones de deformación  $\text{CH}_2$  asimétrica y simétrica, respectivamente y la del  $1164\text{ cm}^{-1}$  correspondiente a vibraciones de flexión de los grupos  $\text{CH}_3$  característicos del PP (VALEA A & GONZÁLEZ M, 2008).

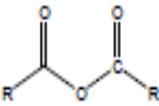
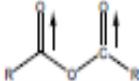
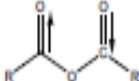
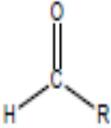
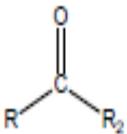
Para conocer la presencia de grupos carbonilos, las muestras realizadas fueron llevadas al espectrofotómetro de infrarrojo.



**Figura 5-2** Correlación para las bandas de absorción de PP y anhídrido maleico

Fuente: (GALLEGOS K & GARTNERB C, 2006)

GRUPO	Frecuencia ( $\text{cm}^{-1}$ )	NOTAS	ORIGEN
Ácidos carboxílicos 	1725-1700	Señal intensa, característica del grupo carbonilo	Estiramiento del carbonilo 
	3000-2200	Señal ancha por puentes de hidrógeno, con patrón de sobretonos de la torsión entre 2800-2200.	Estiramiento del OH 
	1420-1200	Dos señales, una ancha en 1320-1200, otra más débil en 1440-1390	Torsión/estiramiento del carboxilo 
	960-875	Ancha, mediana	Torsión fuera del plano del dímero del carboxilo 
Ésteres 	1750-1715	Señal intensa, característica del grupo carbonilo	Estiramiento del carbonilo 
	1300-1050	Dos bandas, una de mayor intensidad: Formiato 1214-1180 Acetato 1260-1230 Alquil ester 1220-1160	Estiramientos simétrico y asimétrico. Mayor $\nu$ e intensidad:  menor $\nu$ : 

<p>Anhidridos</p> 	1850-1770	<p><b>Doble banda de carbonilo</b> Normalmente el simétrico (mayor <math>\nu</math>) es mas intenso que el antisimétrico, excepto en anhidridos cíclicos</p>	Estiramiento simétrico de los carbonilos: 
	1790-1760		Estiramiento antisimétrico de los carbonilos: 
	1310-1020		Uno o dos bandas intensas. Estiramientos simétrico y asimétrico de los enlaces C-CO-O-CO-C
<p>Aldehidos</p> 	1740-1645	Señal intensa, característica del grupo carbonilo	Estiramiento del carbonilo 
	2900-2800 y 2775-2695	Dos señales, la primera puede estar muy cerca de metilos y metilenos	Resonancia de Fermi
	1410-1380		Torsión de los C-H
<p>Cetonas</p> 	1765-1540	Señal intensa, característica del grupo carbonilo	Estiramiento del carbonilo 
	1100 y 1300	Señales pequeñas en alifáticos, más intensas y finas en aromáticos	Torsión del carbonilo

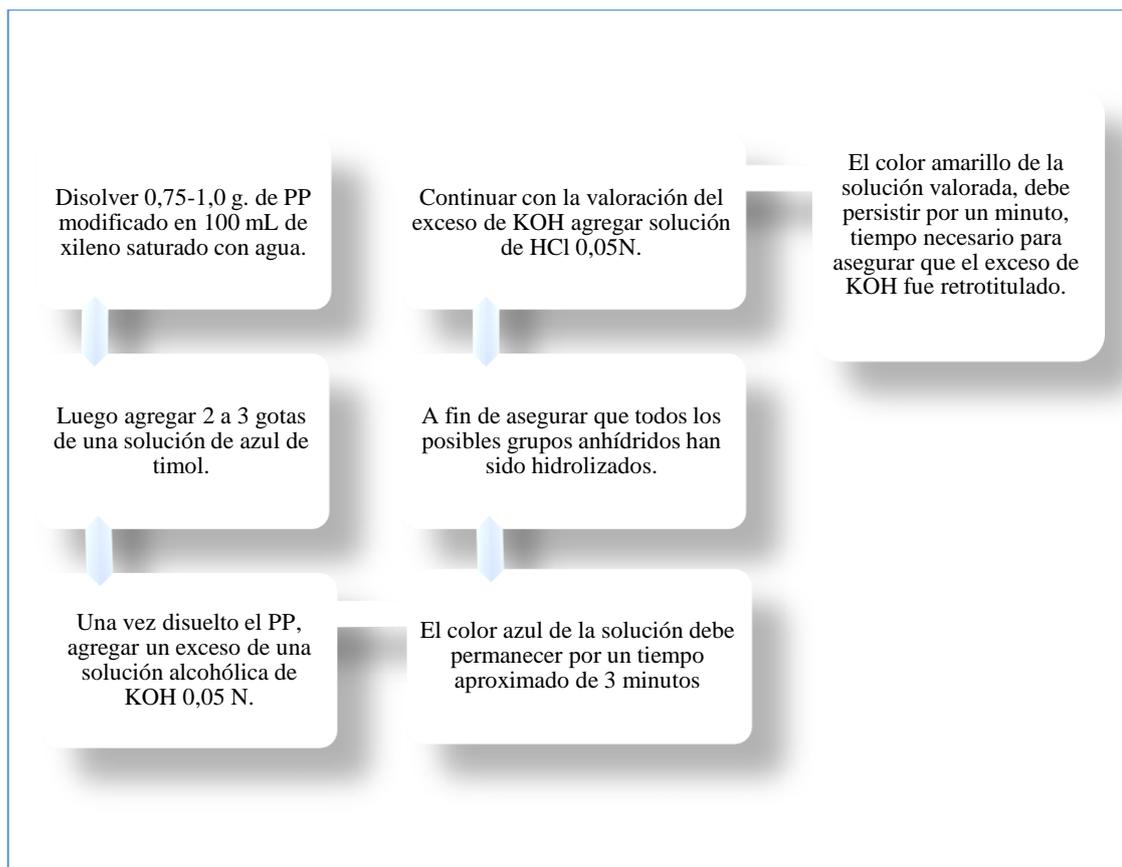
**Figura 6-2:** Bandas de absorción del grupo carbonilo

Fuente: (ROJO C, 2000)

### 2.7.7 Rendimiento del tratamiento del polipropileno

El injerto del polipropileno se realizó mediante retrotitulación volumétrica es un método de determinación de la concentración de una sustancia a través de la medida del volumen de otra sustancia denominada patrón, de la que se conoce su concentración y que reacciona con una cantidad fija de la sustancia problema. La sustancia patrón se dejó caer gota a gota mediante una bureta a la solución que se va a valorar.

Para determinar el porcentaje de injerto se basó mediante el siguiente procedimiento:



**Figura 7-2:** Procedimiento para el porcentaje de injerto del polipropileno.

Fuente: (MEHRDAD Y & CALDERON K, 2000)

## CAPÍTULO III

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1 Análisis de resultados

##### 3.1.1 Resultados de la caracterización física del polipropileno

###### 3.1.1.1 Resultados de la densidad

Para determinar la densidad del polipropileno se llevó a cabo mediante la siguiente fórmula:

$$\rho = \frac{m}{v} \quad \text{Ecuación 1}$$

Dónde:

$\rho$ : densidad

m: masa

v: volumen

Resolviendo:

$$\rho = \frac{7,2196g}{8ml}$$

$$\rho = 0,90245g/ml$$

**Tabla 1-3:** Tabla de muestras del PP para determinar la densidad del polipropileno

Masa (g)	Volumen Inicial (ml)	Volumen Final (ml)	Desplazamiento (ml)	Densidad (g/ml)
7.219	132	140	8	0.902375
7.201	130	138	8	0.900125
7.204	100	108	8	0.9005

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

### 3.1.1.2. Resultados del poder calorífico

Para determinar el poder calorífico del polipropileno en el calorímetro, primero se estableció el Cp del calorímetro.

#### ➤ Capacidad calorífica del calorímetro

$$Cp = \frac{m_1 \rho_{H_2O} (T_f - T_i) + m_2 \rho_{H_2O} (T_f - T_2)}{(T_1 - T_f)} \quad \text{Ecuación 2}$$

Dónde:

Cp: capacidad calorífica

$m_1$ : Masa del agua fría

$\rho_{H_2O}$ : Densidad del agua 4,184

$T_f$ : Temperatura que alcanza el agua

$T_i$ : Temperatura inicial

$m_2$ : Masa del agua caliente

$T_2$ : Temperatura del calorímetro

$T_1$ : Temperatura ambiente

Resolviendo:

$$Cp = \frac{61,9668 * 4,184(39 - 19) + 41,933 * 4,184(70 - 39)}{(19 - 39)}$$
$$Cp = 11,68 \frac{J}{g \text{ } ^\circ C}$$

#### ➤ Capacidad calorífica del polipropileno

Se determinó con la siguiente fórmula:

$$S = \frac{(T_3 - T_1) * (m_1 \delta_{H_2O} + C)}{(T_3 - T_2) * m_2} \quad \text{Ecuación 3}$$

Dónde:

Resolviendo:

$$S = \frac{(84 - 18) * (96,392 * 4,184 + 11,68)}{(84 - 23) * 6,2196}$$

$$S = 1,230 \frac{J}{g \text{ } ^\circ c}$$

**Tabla 2-3:** Tabla de muestras del PP para determinar la capacidad calorífica

Muestras	Cp
1	1,023
2	1,023
3	1,016

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

### 3.1.2 Resultados de la investigación de la formulación

Para la realización de la formulación se basó mediante artículos científicos, donde se determinaron las cantidades adecuadas para el tratamiento del polipropileno.

**Tabla 3-3:** Formulación general para el tratamiento del PP.

Formulación		
Nombre	Cantidad	Unidad
Polipropileno	5	g
Peróxido de benzoilo	0,5	%
Anhídrido maleico	6,1	%

Fuente: (VALEA A & GONZÁLEZ M, 2008)

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

#### 3.1.2.1 Resultados del desarrollo de la formulación para el anhídrido acético

Para determinar la formulación de anhídrido acético se varió las concentraciones de acetona y xileno con el fin de conseguir la mejor formulación para el estudio.

**Tabla 4-3:** Formulación variando cetona para el tratamiento del PP con anhídrido acético.

Formulación		
Nombre	Cantidad	Unidad
Polipropileno	10	g
Peróxido de benzoilo	0,05	g
Anhídrido acético	7,598	ml
Xileno	15	ml
	18	
	20	
Acetona	25	ml
	30	
	35	

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

- Luego se varió la cantidad de peróxido de benzoilo (POB) con el fin de mejorar el índice de carbonilo.

**Tabla 5-3:** Formulación al variar peróxido de benzoilo

Formulación		
Nombre	Cantidad	Unidad
Polipropileno	10	g
Peróxido de benzoilo	0,07	g
	0,05	
Anhídrido acético	7,598	ml
Xileno	15	ml
Acetona	30	ml

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

Se desarrolló la mejor formulación obteniendo resultados con acetona a 35 ml y xileno a 15 ml en el espectrofotómetro de infrarrojo. Debido a que la cantidad de cetona que se precipita no es total se decidió trabajar con la cantidad de 30 ml ya que estos resultados son casi similares.

**Tabla 6-3:** Formulación para el tratamiento del PP con anhídrido acético.

Formulación		
Nombre	Cantidad	Unidad
Polipropileno	10	g
Peróxido de benzoilo	0,05	g
Anhídrido acético	7,598	ml
Xileno	15	ml
Acetona	30	ml

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

### 3.1.2.2 Resultados del desarrollo de la formulación para el anhídrido maleico

La formulación con anhídrido maleico se realizó variando acetona y xileno.

**Tabla 7-3:** Formulación variando cetona para el tratamiento del PP con anhídrido maleico.

Formulación		
Nombre	Cantidad	Unidad
Polipropileno	10	g
Peróxido de benzoilo	0,05	g
Anhídrido maleico	16,39	g
Xileno	15	ml
	18	
	20	
Acetona	25	ml
	30	
	35	

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

Luego de determinar la mejor formulación para el tratamiento del polipropileno se decidió variar la cantidad de peróxido de benzoilo a 0,07 g con el fin de generar más radicales libres para mejorar el índice de carbonilo.

**Tabla 8-3:** Formulación al variar peróxido de benzoilo

Formulación		
Nombre	Cantidad	Unidad
Polipropileno	10	g
Peróxido de benzoilo	0,05	g
	0,07	
Anhídrido maleico	16,39	g
Xileno	15	ml
Acetona	30	ml

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

- Fórmula óptima para el tratamiento del PP con anhídrido maleico.

**Tabla 9-3:** Formulación para el tratamiento del PP con anhídrido maleico.

Formulación		
Nombre	Cantidad	Unidad
Polipropileno	10	g
Peróxido de benzoilo	0,05	g
Anhídrido maleico	16,39	g
Xileno	15	ml
Acetona	30	ml

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

### 3.1.3 Resultados de la determinación del índice de inserción

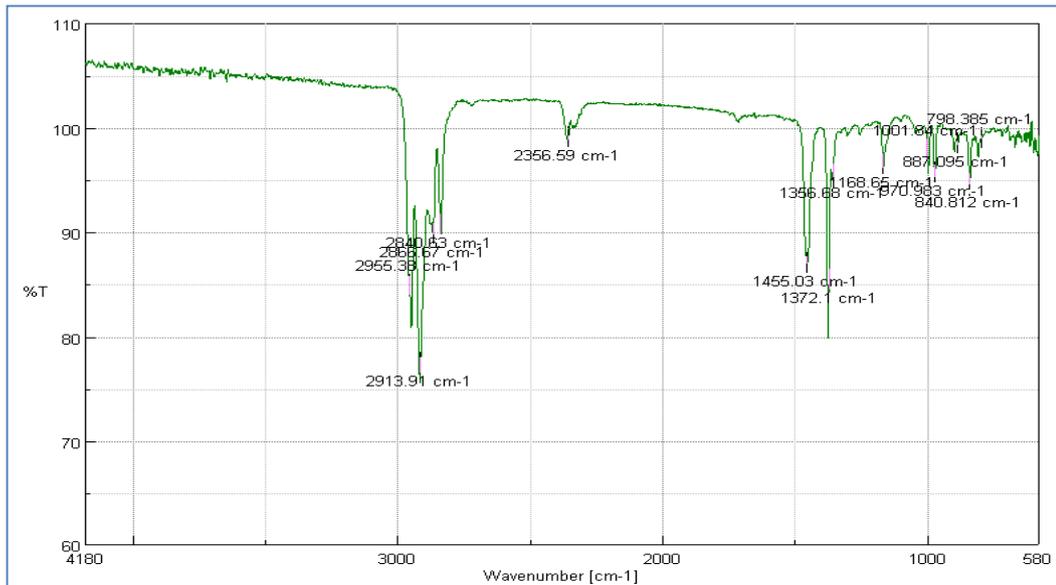
El índice de inserción se realizó basándose en la siguiente fórmula:

$$IC = \frac{\text{altura de la banda de } 1784\text{cm}^{-1} + \text{altura de la banda } 1710\text{cm}^{-1}}{\text{altura de la banda } 1460\text{cm}^{-1}} \quad \text{Ecuación 4}$$

### 3.1.3.1 Resultados de la espectroscopia de infrarrojo para el polipropileno (banco)

La muestra tomada como blanco se analizó en el espectrofotómetro de infrarrojo para analizar las cantidades de grupos carbonilos y el estiramiento del CH<sub>2</sub>

#### Prueba 1: Espectroscopia de infrarrojo del polipropileno



**Gráfico 1-3:** Espectro IR del PP

Realizado por: Lozano Carmen, 2017

### 3.1.3.2 Resultados del índice de carbonilo para anhídrido acético

El índice de carbonilo para el tratamiento del PP con anhídrido acético se determinó mediante las bandas de absorción de los grupos carbonilos que estén presentes en las muestras.

$$IC = \frac{1721,16 + 1644,98}{1455,96}$$

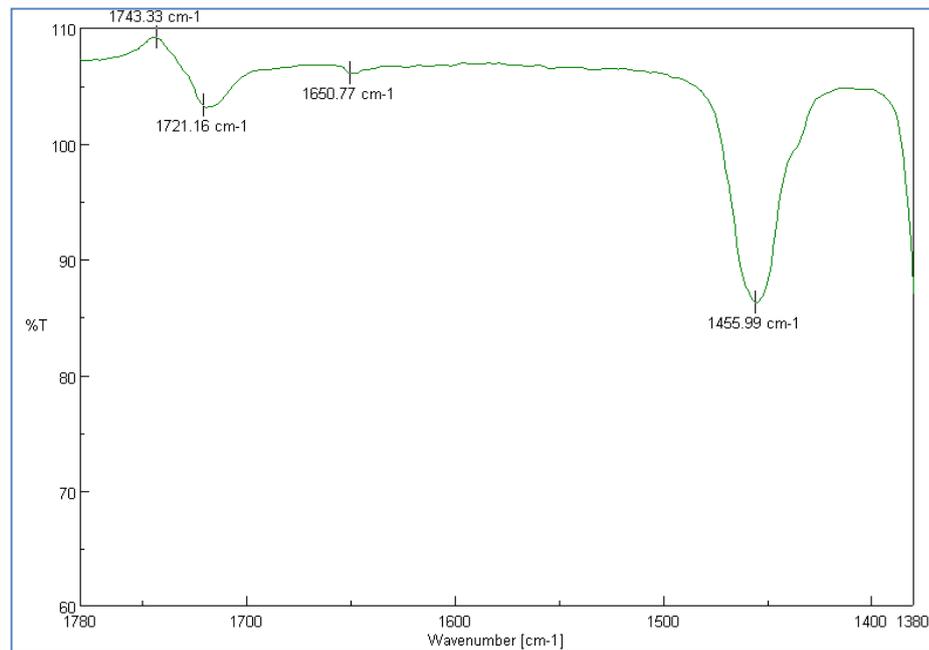
$$IC = 2,31$$

**Tabla 10-3:** Muestras al variar cetona en el tratamiento del PP con anhídrido acético.

Muestras	25ml de Acetona	30ml de Acetona	35ml de Acetona
Muestra 1	2,31	2,37	2,37
Muestra 2	2,37	2,37	2,38
Muestra 3	2,37	2,37	2,38

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

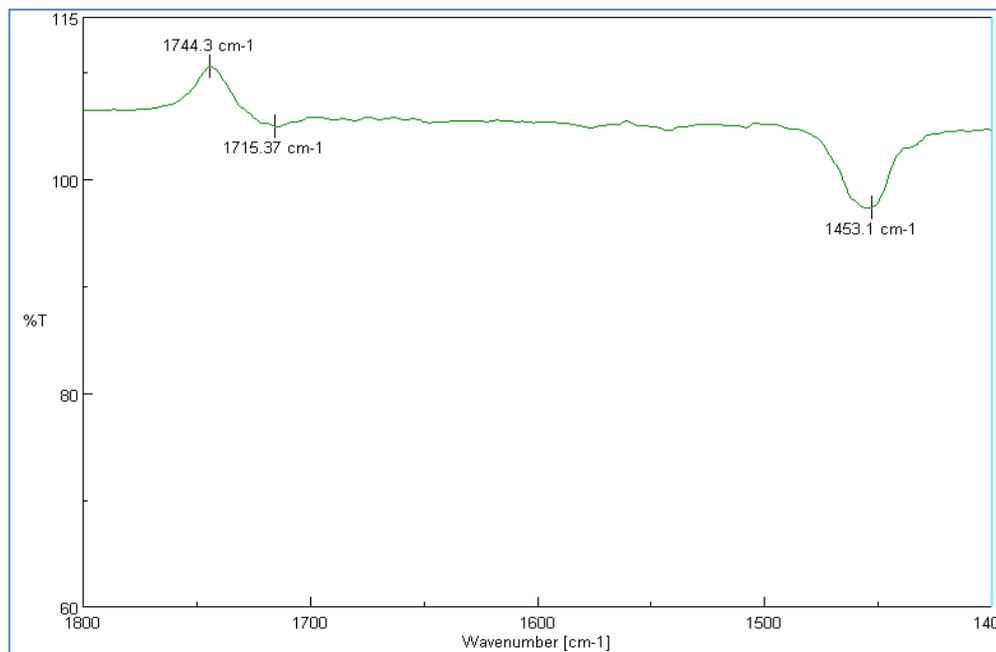
**Prueba 2:** Tratamiento del polipropileno con anhídrido acético con 25 ml de acetona



**Gráfico 2-3:** Espectro IR: 25 ml de acetona, anhídrido acético, POB, xileno, PP

**Realizado por:** Lozano Carmen, 2017

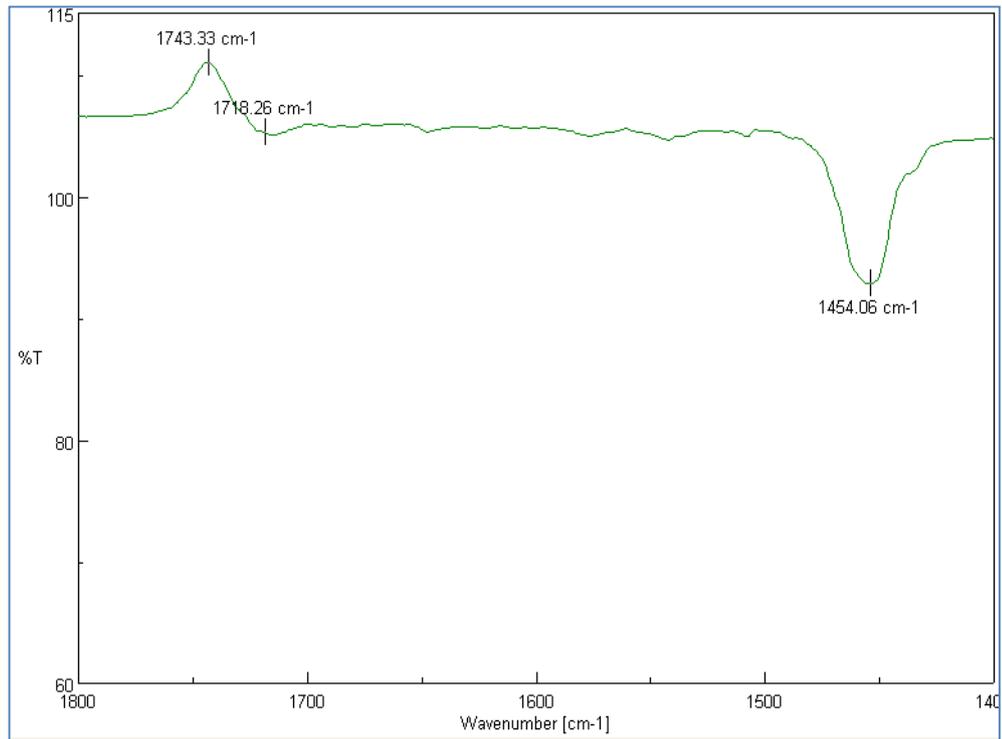
**Prueba 3:** Tratamiento del polipropileno con anhídrido acético con 30 ml de acetona



**Gráfico 3-3:** Espectro IR: 30 ml de acetona, anhídrido acético, POB, xileno, PP

**Realizado por:** Lozano Carmen, 2017

**Prueba 4:** Tratamiento del polipropileno con anhídrido acético con 35 ml de acetona



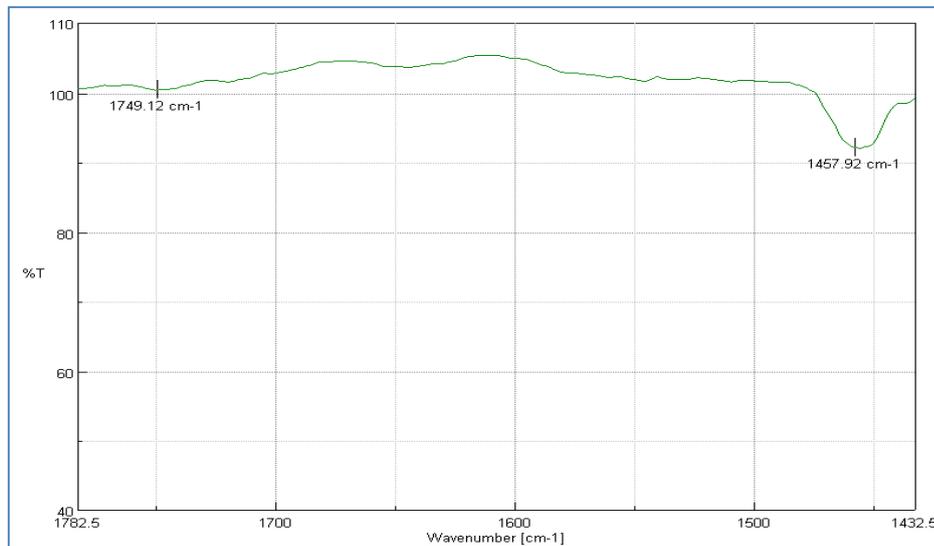
**Gráfico 4-3:** Espectro IR: 35 ml de acetona, anhídrido acético, POB, xileno, PP

**Realizado por:** Lozano Carmen, 2017

- Índice de carbonilo para muestras con 0,07 de peróxido de benzoilo.

Las muestras con 0,07g de peróxido de benzoilo no reflejan bandas de grupos carbonilos presentes en cada una de las muestras que fueron analizadas.

**Prueba 5:** Tratamiento del polipropileno con anhídrido acético con 30 ml de acetona, 0,07 de peróxido de benzoilo.



**Gráfico 5-3:** Espectro IR: 30 ml de acetona, anhídrido acético, 0.07 POB, xileno, PP

**Realizado por:** Lozano Carmen, 2017

### 3.1.3.3 Resultados del índice de carbonilo para anhídrido maleico

El índice de carbonilo se analizó con las bandas de absorción específicas para muestras con anhídrido maleico.

$$IC = \frac{1854,22 + 1705,73}{1465,96}$$

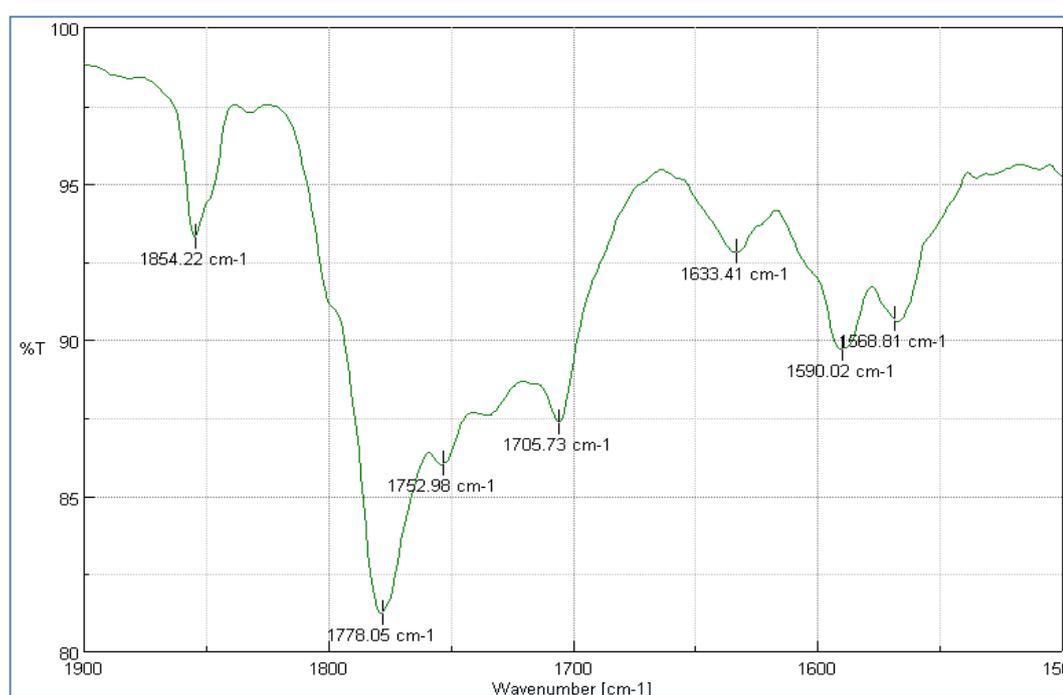
$$IC = 2,44$$

**Tabla 11-3:** Muestras al variar cetona en el tratamiento del PP con anhídrido maleico.

Muestras	25 ml Acetona	30 ml Acetona	35 ml Acetona
Muestra 1	2,44	2,44	2,40
Muestra 2	2,43	2,44	2,39
Muestra 3	2,43	2,44	2,40

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

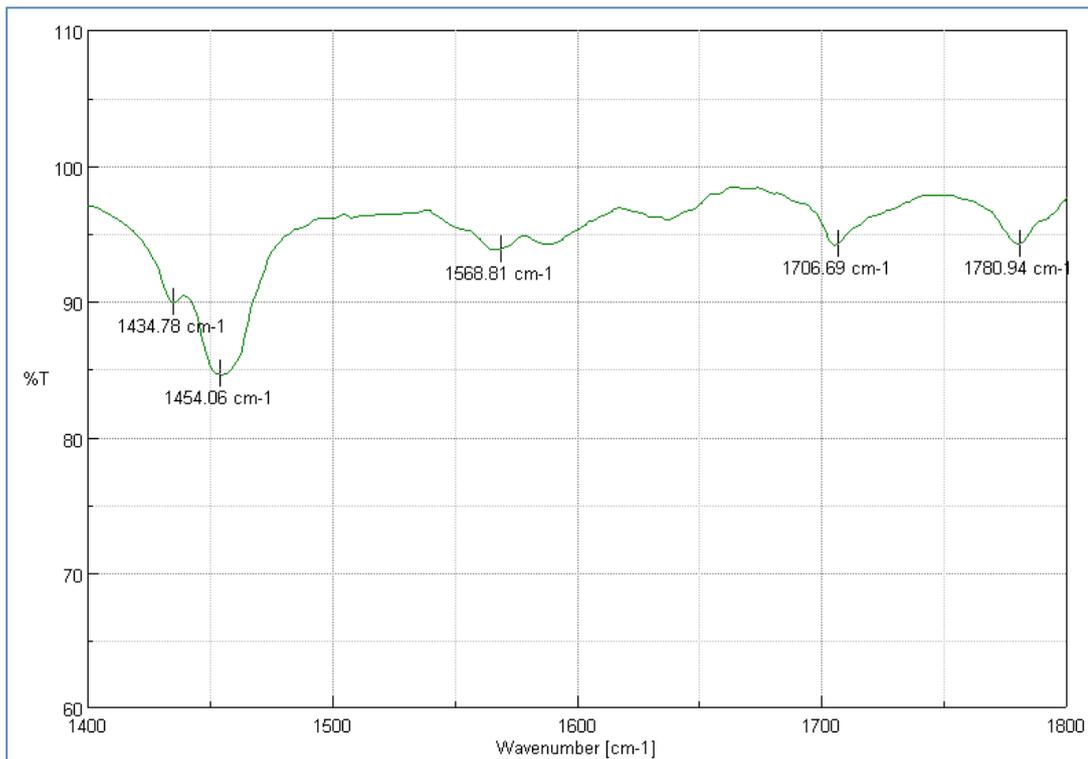
**Prueba 6:** Tratamiento del polipropileno con anhídrido maleico con 25 ml de acetona



**Gráfico 6-3:** Espectro IR: 25 ml de acetona, anhídrido maleico, peróxido de benzoilo, xileno, PP

Realizado por: Lozano Carmen, 2017

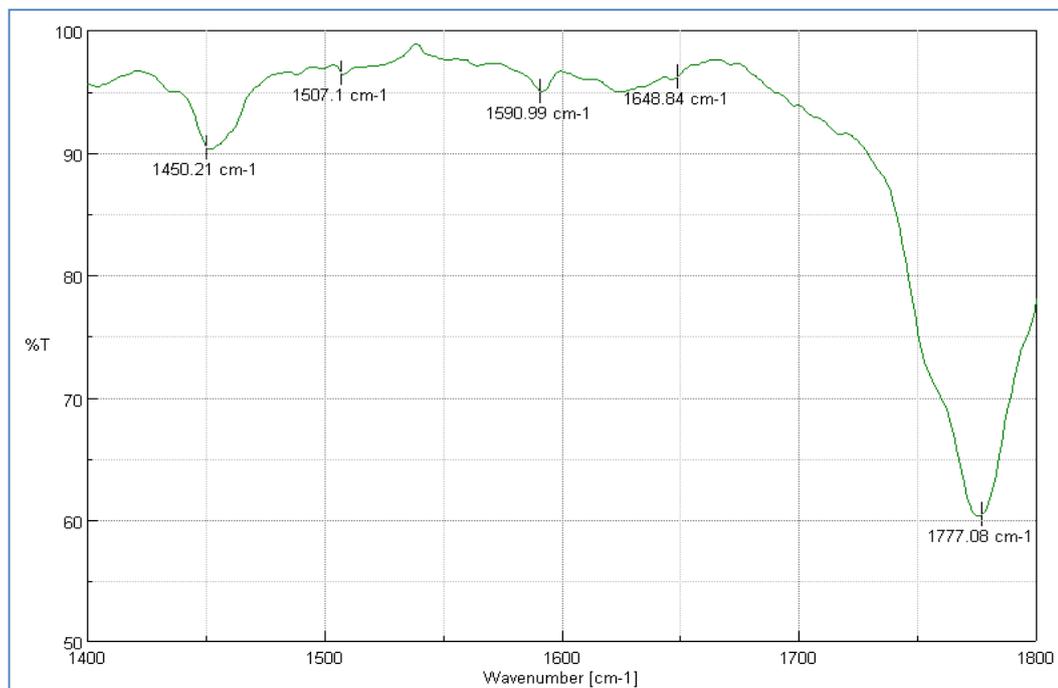
**Prueba 7:** Tratamiento del polipropileno con anhídrido acético con 30 ml de acetona



**Gráfico 7-3:** Espectro IR: 30 ml de acetona, anhídrido maleico, peróxido de benzoilo, xileno, PP

Realizado por: Lozano Carmen, 2017

**Prueba 8:** Tratamiento del polipropileno con anhídrido maleico con 30 ml de acetona



**Gráfico 8-3:** Espectro IR: 35 ml de acetona, anhídrido maleico, peróxido de benzoilo, xileno, PP

Realizado por: Lozano Carmen, 2017

- Índice de carbonilo para muestras con 0.07 de peróxido de benzoilo

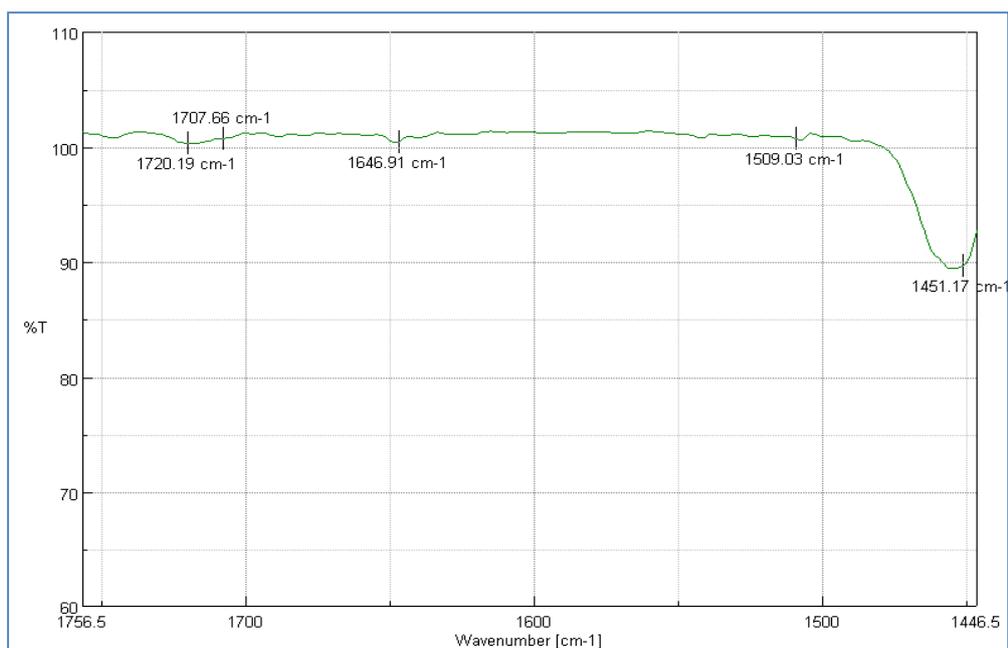
Muestras con 0.07g de peróxido de benzoilo reflejan grupos carbonilo en el tratamiento con anhídrido maleico.

**Tabla 12-3:** Muestras al variar peróxido de benzoilo en el tratamiento del PP con anhídrido maleico.

Muestras	30ml de acetona
Muestra 1	2.36
Muestra 2	2.37
Muestra 3	2.36

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

**Prueba 9:** Tratamiento del polipropileno con anhídrido maleico con 30 ml de acetona, 007 de peróxido de benzoilo.



**Gráfico 9-3:** Espectro IR: 35 ml de acetona, anhídrido maleico, POB, xileno, PP

Realizado por: Lozano Carmen, 2017

### 3.1.4 Resultados del rendimiento del tratamiento del polipropileno

#### 3.1.4.1 Resultados del rendimiento de anhídrido acético

La ecuación del porcentaje de injerto se basó mediante siguiente fórmula:

$$G = \frac{[(N * V)_{KOH} - (N * V)_{HCL} - (N * V)_{KOH,BLANCO}] * Peq_{monòmero}}{Peso_{muestra}} * 100\% \text{ Ecuaciòn 5}$$

Dónde:

G: porcentaje de injerto.

N: concentración de las soluciones de KOH y HCL, expresadas en normalidad.

V: volumen gastado de solución titulante (ml).

Peq<sub>monòmero</sub>: peso equivalente del AM (48g/mol).

Peso<sub>muestra</sub>: peso de la muestra (mg).

Resolviendo:

$$G = \frac{[(0,05 * 40) - (0,05 * 14) - (0,05 * 20)] * 48}{1000} * 100\%$$

$$G = 1,44\%$$

**Tabla 13-3:** Porcentaje de injerto para el anhídrido acético.

Muestras	G
25 Acetona	1,44
	1,44
	1,37
30 Acetona	1,68
	1,52
	1,68
35 Acetona	1,72
	1,68
	1,70

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

#### 3.1.4.2 Resultados del rendimiento de anhídrido maleico

Para el rendimiento del injerto del polipropileno con anhídrido maleico se realizó con la siguiente fórmula:

$$G = \frac{[(0,05 * 42) - (0,05 * 18) - (0,05 * 20)] * 48}{1000} * 100\%$$

$$G = 1,92\%$$

**Tabla 14-3:** Porcentaje de injerto para el anhídrido maleico.

Muestras	G
25 Acetona	188
	1,88
	1,88
30 Acetona	1,92
	1,92
	1,96
35 Acetona	2,02
	2,01
	1,98

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

## 3.2 Prueba de Hipótesis

### 3.2.1 Hipótesis 1

Mediante la caracterización física del polipropileno se determinaron métodos de análisis como densidad y poder calorífico.

Los datos obtenidos en el laboratorio para la densidad se compararon con la Norma ASTM D-792 MÉTODO PARA DETERMINAR DENSIDAD Y DENSIDAD ESPECIFICA DEL PLÁSTICO ver Anexo A y la capacidad calorífica con la Norma ASTM C-351 MÉTODO DE PRUEBA ESTÁNDAR PARA CALOR ESPECÍFICO MEDIO DEL AISLAMIENTO TÉRMICO ver Anexo B.

Se comprobó que lo valores están dentro de los parámetros establecidos.

**Tabla 15-3:** Valores de densidad en el laboratorio y norma

Norma ASTM D-792	Densidad	Unidad
0,90 - 0,92	0,90	g/cc <sup>2</sup>

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

**Tabla 16-3:** Valores de capacidad calorífica en el laboratorio y norma

Norma ASTM C-351	Calor Especifico	Unidad
0,90 - 0,92	0,48	Kcal/°C Kg

**Realizado por:** Lozano Carmen, 2018

### 3.2.2 Hipótesis 2

Para desarrollar la formulación óptima del tratamiento del polipropileno con anhídrido acético y anhídrido maleico se varió las cantidades de acetona, peróxido de benzoilo y xileno para observar cómo reaccionaba cada reactivo en el polipropileno, estas muestras fueron analizadas en el espectrofotómetro de infrarrojo para determinar la cantidad de grupos carbonilos presentes en ellas.

**Tabla 17-3:** Cantidad de reactivos utilizados para el tratamiento del PP con anhídrido acético y maleico

Componentes	Formulación con anhídrido acético	Formulación con anhídrido maleico	Unidad
	Cantidad	Cantidad	
Acetona	25	25	ml
	30	30	ml
	35	35	ml
Xileno	15	15	ml
	20	20	ml
	25	25	ml
Peróxido de Benzoilo	0.05	0.05	g
	0.07	0.07	g
Anhídrido acético	7,59		ml
Anhídrido maleico		16,39	g
PP	10	10	g

**Realizado por:** Lozano Carmen, 2018

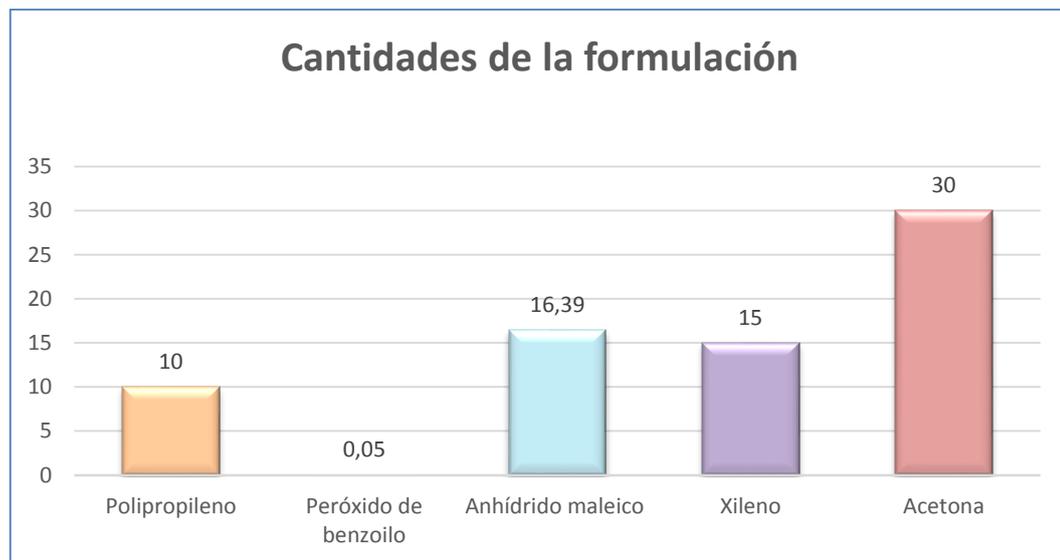
Al analizar las muestras de cada uno de los reactivos que se varió, se logró desarrollar la formulación óptima para el tratamiento del polipropileno con anhídrido maleico.

**Tabla 18-3:** Formulación del tratamiento del PP con anhídrido maleico

Formulación Anhídrido Maleico		
Nombre	Cantidad	Unidad
Polipropileno	10	g
Peróxido de benzoilo	0,05	g
Anhídrido maleico	16,39	g
Xileno	15	ml
Acetona	30	ml

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

Distribución de los componentes para la formulación óptima del tratamiento del PP con anhídrido maleico.



**Gráfico 10-3:** Formulación óptima para anhídrido maleico.

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

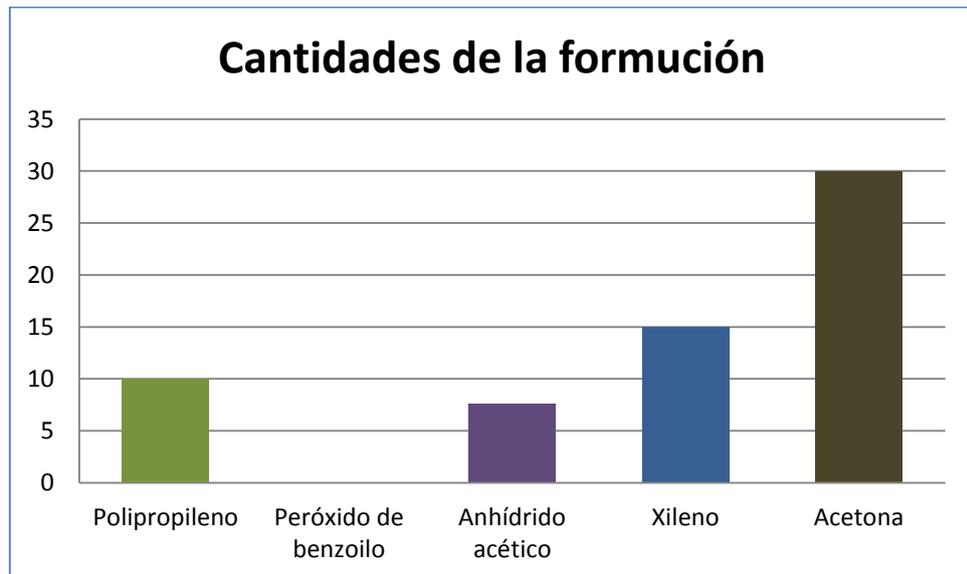
Formulación óptima para el tratamiento del polipropileno con anhídrido acético

**Tabla 19-3:** Formulación del tratamiento del PP con anhídrido acético.

Formulación Anhídrido Acético		
Nombre	Cantidad	Unidad
Polipropileno	10	g
Peróxido de benzoilo	0,05	g
Anhídrido acético	7,598	ml
Xileno	15	ml
Cetona	30	ml

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

Distribución de los componentes para la formulación óptima del tratamiento del PP con anhídrido acético.

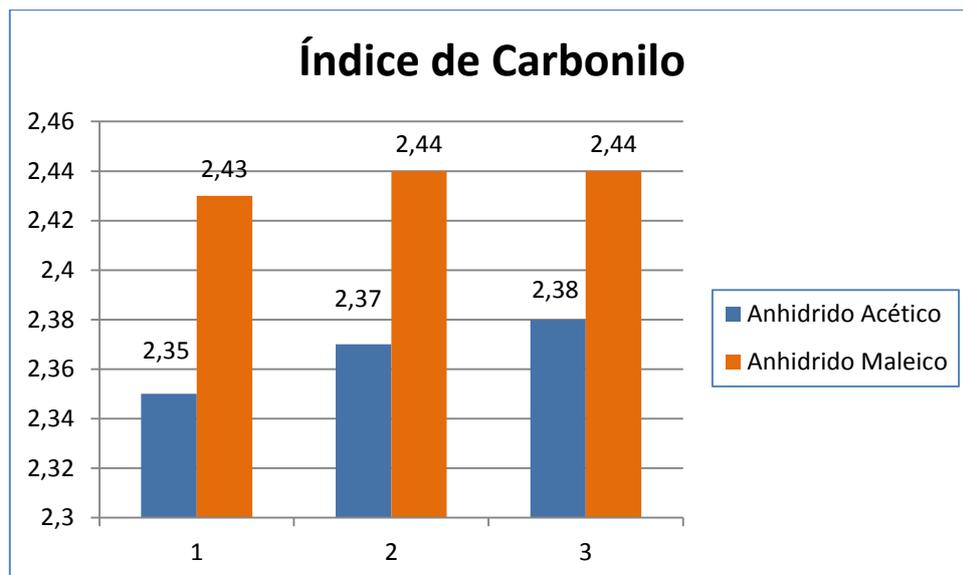


**Gráfico 11-3:** Formulación óptima para anhídrido acético.

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

### 3.2.3 Hipótesis 3

Mediante la ecuación 3, se determinó grupos funcionales presentes en las muestras.



**Gráfico 12-3:** Índice de carbonilo de anhídrido acético y anhídrido maleico

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

En el gráfico se puede apreciar que el índice de carbonilo es superior para el anhídrido maleico ya que en este tratamiento hay mayores bandas que corresponde a las del tratamiento con el mismo citado en revistas científicas.

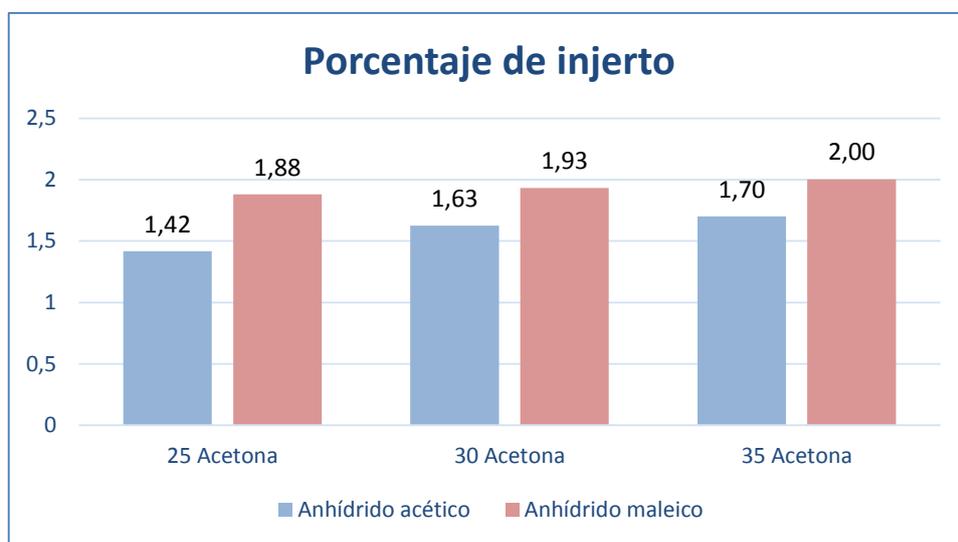
Esto es debido a que el anhídrido maleico en su estructura tiene dobles enlaces lo que hace que sea más reactivo con respecto al anhídrido acético, esto hace que se rompa el doble enlace y se inserte en el radical libre que se genera en el polipropileno.

Las muestras que se analizaron al variar las cantidades de peróxido de benzoilo en el anhídrido acético no se observan bandas para los grupos carbonilos, pero para el anhídrido maleico se aprecia un valor de 2.36 de índice de carbonilo tabla 13-4, esto debido a que el anhídrido maleico es el que proporciona grupos funcionales.

#### 3.2.4 Hipótesis 4

Mediante la retro titulación volumétrica realizada al tratamiento del polipropileno se determinó el porcentaje de injerto mediante la identificación de grupos carbonilos mediante una prueba de ph que se realiza con un indicador que fue el azul de timol presentando una coloración azul que es la purificación de la muestra eliminando excesos de anhídrido, cetona y xileno que contenía la muestra por último se añadió una solución de ácido clorhídrico al 0,05 N el cual presentó una coloración amarilla identificando grupos carbonilos que se insertaron e el polipropileno.

Mediante la gráfica nos podemos dar cuenta que el porcentaje de injerto es mayor para el anhídrido maleico debido a su alta reactividad del doble enlace.



**Gráfico 13-4:** Rendimiento del injerto del tratamiento del polipropileno

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

Se puede evidenciar que el rendimiento del tratamiento del anhídrido maleico en cada una de las variaciones de las cantidades de acetona, es mayor que en el anhídrido acético.

### 3.3 Discusión de Resultados

El objetivo principal fue comparar el grado de inserción en polipropileno, entre anhídrido acético y anhídrido maleico para su utilización en mezclas de plástico, llegando a cumplir con lo estipulado, se logró comparar el grado de inserción mediante dos métodos que fue la espectroscopia de infrarrojo y retro titulación volumétrica identificando grupos funcionales carbonilos que son los que se insertaron el polipropileno.

Según (VALEA y colaboradores) da como variables para el estudio el peróxido de benzoilo, anhídrido maleico y tiempo dando como resultado 2,88% de injerto, para nuestro estudio se tomó como variables para el tratamiento del polipropileno el peróxido de benzoilo, xileno y cetona dándonos como resultado un valor de 2,03% de injerto, es decir mayoral cual se está comparando.

Los resultados de la caracterización física del polipropileno obtenidos en el Laboratorio de Física-Química y Termodinámica revelaron valores de 0,90 g/cc<sup>2</sup> para la densidad y 0,48 m Kcal/°C Kg para la capacidad calorífica, cumpliendo con los parámetros establecidos en las Norma ASTM D-792 MÉTODO PARA DETERMINAR DENSIDAD Y DENSIDAD ESPECÍFICA DEL

## PLÁSTICO y la Norma ASTM C-351 MÉTODO DE PRUEBA ESTÁNDAR PARA CALOR ESPECÍFICO MEDIO DEL AISLAMIENTO TÉRMICO.

En la formulación del tratamiento del polipropileno se varía las cantidades de acetona, xileno y peróxido de benzoilo para determinar el índice de carbonilo y obtener la formulación óptima para el anhídrido acético y anhídrido maleico como resultado del tratamiento, teniendo en cuenta que la cantidad de acetona no se debe exceder ya que afecta al producto porque no se precipita completamente y queda en el envase restos de residuos, además de que no hay presencia de grupos carbonilos. Estas variaciones se realizaron para obtener la formulación óptima para el tratamiento del PP con anhídrido acético y anhídrido maleico.

Las muestras del tratamiento con anhídrido acético y anhídrido maleico deben presentar las siguientes características:

- intensidad de absorción 1377 a 1460  $\text{cm}^{-1}$  vibraciones de deformación  $\text{CH}_2$  asimétrica y simétrica.
- 1784  $\text{cm}^{-1}$  y 1859  $\text{cm}^{-1}$  que corresponden a grupos carbonilo que se injertan como un anillo de 5 eslabones en el PP.
- 1770 a 1850  $\text{cm}^{-1}$  estiramiento simétrico de los grupos carbonilos.
- 1700 a 1715  $\text{cm}^{-1}$  estiramiento del carbonilo.
- 1715 a 1750  $\text{cm}^{-1}$  estiramiento del carbonilo.

Estos valores corresponden a los rangos de las bandas de absorción que deben tener las muestras analizadas con anhídrido acético y maleico para determinar su índice de inserción.

Estas muestras presentaron cantidades de índice de carbonilo grafico 1-4, según (GALLEGOS Kelly) establece que los valores de índice de inserción es de 2.39, en comparación con los datos obtenidos experimentalmente obtenidos fueron de 2,43 para el anhídrido maleico y 2,37 del anhídrido acético, siendo el anhídrido maleico el de mayor índice de carbonilo ya que es el que proporciona grupos funcionales debido a su alta reactividad del doble enlace y es usado para copolímeros de igual manera mayor a lo que está en la referencia esto es porque la banda de absorción de 1710  $\text{cm}^{-1}$  para grupos carbonilos a diferencia de las muestras se obtuvo un valor de 1708  $\text{cm}^{-1}$  es una característica del estiramiento del grupo carbonilo del ácido maleico. La presencia de esta señal, puede ser debida a que parte del AM fue hidrolizado (se formó ácido maleico).

A pesar que el anhídrido acético no tiene dobles enlaces se obtuvieron bandas de absorción para grupos carbonilos similares dando como resultado un alto índice, debido a que el anhídrido maleico es sólido y no se compacta tan rápido en el polipropileno como el acético que es líquido, ya que al adicionar cetona de igual manera hay diferencias porque en el anhídrido acético se precipita totalmente en cambio en el maleico no.

(GUZMAN Manuel) a medida que incrementa la cantidad de POB de igual manera lo hace el porcentaje de injerto del AM, este comportamiento es debido a que con el incremento en la concentración de POB, se aumenta la concentración de radicales libre. Por lo tanto, hay una mayor probabilidad de que estos radicales puedan atacar las moléculas de AM y/o puedan abstraer un protón del carbono terciario del PP e incrementarse así el injerto del AM en el PP, a diferencia de las muestras obtenidas aumentando la cantidad de POB disminuyo la cantidad de grupos carbonilos por ende el porcentaje de injerto es menor de igual manera para el anhídrido acético no hubo bandas de absorción para grupos carbonilos.

Se puede esperar también, que durante la reacción de injerto ocurra la homopolimerización del monómero vinílico, quedando éste sin injertarse a la cadena de PP. Esto ocurrirá cuando el monómero vinílico sea polimerizable por radicales libre. Este mecanismo ha sido discutido en un estudio sobre la funcionalización de PP con anhídrido maleico en fase fundida concluyendo que predomina la ruptura b en reacciones de injerto en fase fundido. En reacciones realizadas en solución o estado sólido predomina el injerto del monómero en el macroradical antes de que ocurra su ruptura. Trabajos anteriores han demostrado la posibilidad de funcionalizar el PP tanto en solución como también en estado fundido

El rendimiento de injerto obtenido en las muestras para el tratamiento del polipropileno, se obtuvieron valores de porcentaje de injerto 1,58% para el anhídrido acético y 1,94% para anhídrido maleico mediante una retro titulación volumétrica identificando grupos carbonilos con una coloración amarilla, según (MEHRDAD y colaboradores) mencionó anteriormente el porcentaje de injerto fue evaluado tanto por retro titulación como también mediante análisis FT-IR. Aunque la tendencia observada para ambos métodos es similar a los porcentajes de injertos obtenidos difieren hasta en un 45%. Este hecho ha sido informado por (ROOVER y colaboradores) en un estudio sobre la evaluación del porcentaje de injerto de anhídrido maleico en muestras de PP comercialmente disponibles. Estos autores llegaron a la conclusión que los porcentajes de injerto obtenidos por retro titulación y análisis FT-IR pueden llegar a tener una diferencia de hasta un 40%.

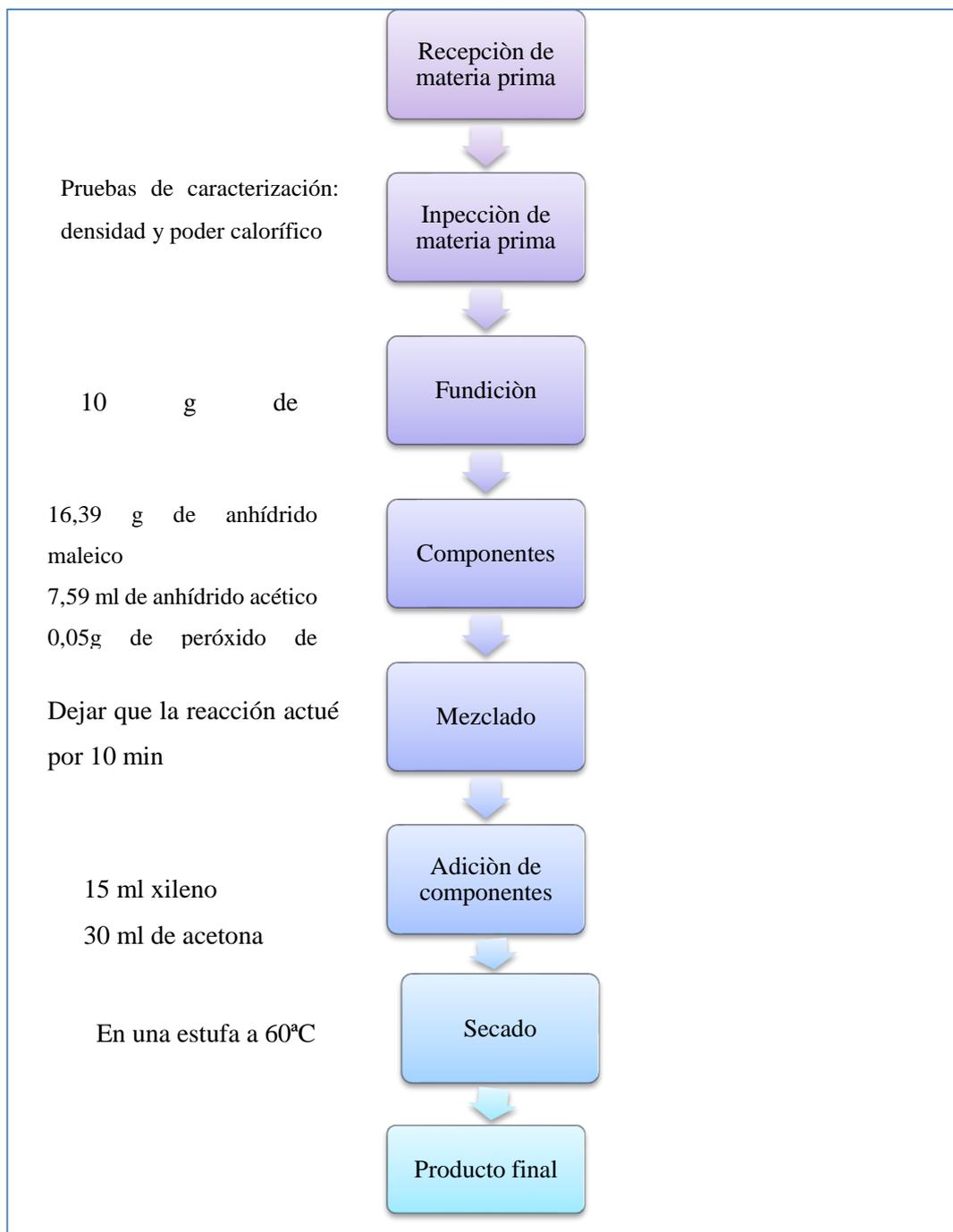
## CAPÍTULO IV

### 4. IMPLEMENTACIÓN DEL PROYECTO

#### 4.1 Propuesta para la solución del proyecto

En base a los resultados obtenidos se propone experimentar con varios anhídridos para el tratamiento del polipropileno percatándose de que no se altere la dosificación adecuada del resto de los reactivos para así poder observar la presencia de grupos funcionales en el polipropileno midiendo su índice de carbonilo.

Se presenta en el diagrama de flujo el procedimiento para el tratamiento del polipropileno con anhídrido acético y anhídrido maleico:



**Figura 1-4:** Propuesta

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

#### 4.2 Costos de implementación de la propuesta del proyecto

En caso de que se pusiera en marcha el tratamiento de polipropileno utilizado en mezclas de plásticos, se ha hecho una proforma real de los precios de los reactivos utilizados en la investigación. En la extrusora que se encuentra en la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Escuela de Ingeniería Química del Laboratorio de Procesos Industriales se

utiliza como entrada de materia prima 2 kg, para el porcentaje de mezclas con el polipropileno tratado es de 50/50, 70/30, 80/20 debido a estos porcentajes se va hacer la formulación de 1 kg.

**Tabla 1-4:** Cantidades de los componentes del tratamiento del PP para 1 Kg

Componentes	Cantidad	Unidad
Polipropileno	1	Kg
Peróxido de Benzoilo	5	g
Anhídrido Acético	759,8	ml
Anhídrido Maleico	1639	ml
Xileno	1500	ml
Acetona	3000	ml

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

**Tabla 2-4:** Precio de los componentes del tratamiento del PP para 1Kg

Componentes	Precio
Peróxido de Benzoilo	300
Anhídrido Acético	759,8
Anhídrido Maleico	917,84
Xileno	55,53
Acetona	55,54

Realizado por: Lozano Carmen, 2018

## CONCLUSIONES

- Mediante el índice de carbonilo del tratamiento con anhídrido acético y anhídrido maleico se cuantificó el grado de inserción mediante dos métodos, la espectrofotometría de infrarrojo y retro titulación volumétrica con valores similares diferendo en un 40% para cada método.
- Los resultados obtenidos para la densidad y capacidad calorífica fueron comparados con la NORMA ASTM D-792:2015 y la NORMA DIN C-351:1999 dando como resultado los valores para densidad 0,90 g/cc<sup>2</sup> y capacidad calorífica 0,48 mKcal/°C Kg, cumpliendo con lo establecido en la norma.
- Para el desarrollo de la formulación del tratamiento de polipropileno se estudiaron artículos científicos referentes al tema de investigación, conociendo cada uno de los reactivos y las cantidades adecuadas, logrando obtener la formulación óptima para la investigación con las cantidades de 30 ml de acetona, 10 g de polipropileno, 15 ml de xileno, 16,39 de anhídrido maleico y 0,05 g de peróxido de benzoilo.
- Con las pruebas de laboratorio, se evidencio que hay poca presencia de grupos carbonilos en el tratamiento con anhídrido acético debido a la ausencia de dobles enlaces lo que hace más reactivo al compuesto, además que las bandas que corresponden a grupos carbonilo que se injertan como un anillo de 5 eslabones en el PP llegan a un valor de 1784 cm<sup>-1</sup> y 1859 cm<sup>-1</sup> lo que no se dio con el anhídrido acético.

El índice de carbonilo para el tratamiento con anhídrido maleico fue mayor con un valor de 2,43 cm<sup>-1</sup> porque es el que suministra grupos carbonilos además de su alta reactividad al doble enlace.

- Mediante la retro titulación volumétrica realizada al tratamiento del polipropileno se evidencia mayor rendimiento de injerto ara el anhídrido maleico con un valor de 1,94%.

## RECOMENDACIONES

- Es recomendable que se realicen estudios de tratamientos del polipropileno con diferentes anhídridos para determinar los grupos carbonilos que se inserten en el PP.
- Es necesario mantener constante la temperatura para que no existan la oxidación de los anhídridos.
- Se recomienda que se hagan mezclas de polipropileno tratado y analizar la absorción al agua, dureza fuerzas de tracción ya que este tratamiento tiene como objetivo mejorar las características de las mezclas.
- Es recomendable realizar mezclas con PP injertado con otras formulaciones, pero cercanas a la formulación encontrada experimentalmente como óptima.

## BIBLIOGRAFÍA

1. **AGREDA V & ZOELLER J**, *Acetic acid and its derivatives*.. New York: s.n. 1993.
2. **ALVAREZ M**, *El ABC de los plásticos*. Mexico D.F: Universidad Iberoamericana. 1997.
3. **ANON.**, *Textos científico*. [En línea] 2010. [Consulta 18 Octubre 2017]. Disponible en: <https://www.textoscientificos.com/>
4. **ANON.**, s.f. *Métodos de prueba estándar para densidad y gravedad específica (densidad relativa) de plásticos por desplazamiento*. s.l.:s.n.
5. **ARELI D**, *Importancia de la química verde y su aplicación en la simulación del proceso para la producción de anhídrido maleico*. Mexico: s.n. 2016.
6. **ASKELAND D**, *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. México: PWS Publishing Company, 2009.
7. **ASTM C- 351**, *Método de prueba estándar para Calor específico medio del aislamiento térmico*. s.l.:s.n, 1999.
8. **ATKIN P & JONES L**, *Principios de la Química los caminos del descubrimiento*. Tercera edición ed. Argentina: Medica Panamericana , 2006.
9. **BASTIDAS S**, *Diseño de un proyecto de gestión integral de residuos sólidos domésticos para la parroquia de Guayllabamba*.. Quito: s.n , 2012.
10. **BELTRAN M & MARCILLA A**, *Tecnología de polímeros. Procesado y propiedades*. Primera Edición ed. España: Universidad de Alicante, 2012.
11. **CALLISTER W**, *Ciencia e Ingeniería de los materiales*. Barcelona: Reverte, s.f.
12. **COLLIEU A, C. & POWNEY D**, *Propiedades mecánicas y térmicas de los materiales*. Primera ed. España: Reverte S.A, 1977.

13. **CROMER A**, *Física en la Ciencia y en la Industria*. Primera edición ed. España: Reverte, 1986.
14. **DEL CASTILLO L**, *Estudio del efecto de fibras de politereftalato de etileno (PET) reciclado como agentes de refuerzo en una matriz de polietileno de alta densidad (HDPE)*. Mexico: s.n, 2013.
15. **ECHEVERRÍA M**, *Texto Básico de la Cátedra de Polímeros*. Riobamba: Identi Card, 2005.
16. **FRÍAS A & LEMAC**, La situación de los envases plásticos en Mexico. *Redalyc*, 1(3), pp. 1-17, 2003.
17. **GALLEGOS K, Betty, L. & Carriña, G.**, Estudio de mezclas de polímeros reciclados. *Redalyc*, 1(4), pp. 1-13, 2006.
18. **GARDEY A & PERÈZ J**, *Definición*. 2013. [En línea] [Consulta: 17 Octubre 2017]. Disponible en : <https://definicion.de/plastico/>
19. **GRATTAN G & HOWARD M**, *Cánada*, Patente nº US1425500 A, 1922.
20. **GUARNIZO A, N, M. & R, V.**, *Química General Practica*. Armenia: Eliizcon, 2008.
21. **GUITIERREZ N**, *Caracterización del polipropileno reciclado disponible a partir de tapas, para reincorporarlos en procesos productivos, mezclado con polipropileno virgen.*. Medellín: s.n, 2014.
22. **GUZMÁN, M. M. E.**, Funcionalización de polietileno de baja densidad con anhídrido maleico en estado fundido. *Scielo*, 4(15), pp. 1-18, 2006.
23. **INFANZON E**, *Antecedentes Históricos de los Plásticos*. Primera edición ed. Barcelona: Reverte, 2012.
24. **MARVEL C**, *Introducción a la Química Orgánica de las macromoléculas de síntesis.*. Barcelona: Reverte S.A, 1962.

25. **MEHRDAD Y, K, C. & R, Q.**, Funcionalización de polipropileno en solución mediante injerto de monometil itaconato. *SciELO*, 2(11), pp. 1- 16, 2000.
26. **MORRISON R**, *Química orgánica*. Mexico: pearson, 1987.
27. **MOTT R**, *Mecánica de fluidos*. Sexta edición ed. Mexico: Cámara nacional de la industria, 2006.
28. **OZUNA D**, *Efectos de la incorporación de polietilenterftalato sobre la estructura y propiedades mecánicas de materiales compuestos polipropileno- vidrio*. España: s.n, 2002.
29. **PALMA E**, *Análisis del impacto económico ambiental en las industrias plásticas del Ecuador: Diseño de una planta reprocesadora de residuos plásticos PET uque impulse el consumo local.*. Guayaquil: s.n, 2013.
30. **RAHETA S**, *Caracterización de los polímeros utilizados para envasar agua en presentación de bolsas que se comercializan en el interior y los alrededores de la universidad de el Salvador por espectrofotometría de infrarrojo.*. Cárcas: s.n, 2012.
31. **RAIMOND S, R. & CARRAHE C**, *Introducción a la química de los polímeros*. Barcelona: Editorial Reverte S.A, 1995.
32. **RAMIREZ T**, *Compatibilización de materiales plásticos mezclas de PET-HDPE*. Mexico: s.n, 1998.
33. **RAMOS D**, *Reciclaje en la Sociedad Actualidad*. Primera edición ed. España: Wanceulen S.L, 2010.
34. **ROJO C**, *Tablas de Espectroscopía Infrarrojo*. Mexico: s.n, 2000.
35. **ROLLER D & BLUM R**, *Física Mecánica, ondas y termodinámica*. Primera edición ed. España: Reverte, 1986.
36. **ROMERO J**, *Transformación de materiales plásticos*. Primera edición ed. Quito: Innovación y Cualificación S.L, 2009.

37. **SALGUERO V**, *Adoquines modificados con fibra de polipropileno para el uso en vías de la de la ciudad de Quito..* Quito: s.n, 2013.
38. **VALEA A & GONZÁLEZ M**, *Aleaciones de polipropileno (PP) y politereftalato (PET) reciclado PET*. España: s.n, 2008.
39. **VALLEJOS M**, *Aprovechamiento integral del Cannabis sativa como material de refuerzo/carga del olipropileno*. Girona: s.n, 2006.
40. **VARGAS R**, *Manual de Identificación de Plásticos*. Mexico D.F: Instituto Mexicano del Plástico, 1997.
41. **VARÒN D, S, F. & R, G.**, *Análisis del estado del arte de elastómeros termoplásticos y mejora del confort térmico*. Primera edición ed. España: Área de Innovación y Desarrollo, S.L, 2015.
42. **WOLFGANG G & GAIL S**, *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. New York: VCH, 1996.

# ANEXOS

## Anexo A. Norma ASTM D-792 Método para determinar densidad y densidad específica del plástico.



### Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 792; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last approval. A superscript symbol (<sup>n</sup>) indicates an editorial change since the last revision or approval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

#### 1. Scope<sup>a</sup>

1.1 These test methods describe the determination of the specific gravity (relative density) and density of solid plastics in forms such as sheets, rods, tubes, or molded items.

1.2 Two test methods are described:

- 1.2.1 *Test Method A*—For testing solid plastics in water, and
- 1.2.2 *Test Method B*—For testing solid plastics in liquids other than water.

*Note 1*—Alternatively, Test Method D 1505 may be applied to many such forms, as well as to films and sheeting.

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as the standard.

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

*Note 2*—This standard is not equivalent to ISO 1183 Method A.

#### 2. Referenced Documents

##### 2.1 ASTM Standards:

- D 618 Practice for Conditioning Plastics and Electrical Insulating Materials for Testing<sup>2</sup>
- D 891 Test Methods for Specific Gravity, Apparent, of Liquid Industrial Chemicals<sup>3</sup>
- D 1505 Test Method for Density of Plastics by the Density-Gradient Technique<sup>2</sup>
- D 1622 Test Method for Apparent Density of Rigid Cellular Plastics<sup>2</sup>
- D 1898 Practice for Sampling of Plastics<sup>4</sup>

D-4968 Guide for Annual Review of Test Methods and Specifications for Plastics<sup>2</sup>

E 1 Specification for ASTM Thermometers<sup>5</sup>

E 12 Terminology Relating to Density and Specific Gravity of Solids, Liquids, and Gases<sup>6</sup>

E 380 Practice for Use of the International System of Units (SI) (the Modernized Metric System)<sup>7</sup>

E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method<sup>7</sup>

#### 3. Terminology

3.1 *General*—The units, symbols, and abbreviations used in these test methods are in accordance with Practice E 380.

##### 3.2 Definitions:

3.2.1 *specific gravity (relative density)*—the ratio of the mass in air of a unit volume of the impermeable portion of the material at 23°C to the mass in air of equal density of an equal volume of gas-free distilled water at the same temperature; the form of expression shall be:

$$\text{Specific gravity (relative density) } 23/23^{\circ}\text{C} \\ (\text{or sp gr } 23/23^{\circ}\text{C})$$

*Note 3*—This definition is essentially equivalent to the definition for apparent specific gravity and apparent density in Terminology E 12, because the small percentage difference introduced by not correcting for the buoyancy of air is insignificant for most purposes.

3.2.2 *density*—the mass in air in kilograms per cubic metre of impermeable portion of the material at 23°C. The form of expression shall be:

$$D^{23}, \text{ kg/m}^3 \text{ (Notes 3-5)}$$

*Note 4*—The SI unit of density, as defined in Practice E 380 is kg/m<sup>3</sup>. To convert density in g/cm<sup>3</sup> to density in kg/m<sup>3</sup>, multiply by 1000.

*Note 5*—Specific gravity 23/23°C can be converted to density 23°C, kg/m<sup>3</sup>, by use of the following equation:

$$D^{23}, \text{ kg/m}^3 = \text{sp gr } 23/23^{\circ}\text{C} \times 997.5$$

<sup>1</sup> These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D20 on Plastics and are the direct responsibility of Subcommittee D20.70 on Analytical Methods (Section D20.70.01).

Current edition approved Dec. 10, 2000. Published March 2001. Originally published as D 792 - 01. Last previous edition D 792 - 99.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.01.

<sup>3</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 15.05.

<sup>4</sup> Discontinued. See 1995 Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.01.

<sup>5</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.03.

<sup>6</sup> Discontinued. See 1995 Annual Book of ASTM Standards, Vol 15.05.

<sup>7</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

<sup>a</sup>A Summary of Changes section appears at the end of this standard.

#### 4. Summary of Test Method

4.1 Determine the mass of a specimen of the solid plastic in air. It is then immersed in a liquid, its apparent mass upon immersion is determined, and its specific gravity (relative density) calculated.

#### 5. Significance and Use

5.1 The specific gravity or density of a solid is a property that can be measured conveniently to identify a material, to follow physical changes in a sample, to indicate degree of uniformity among different sampling units or specimens, or to indicate the average density of a large item.

5.2 Changes in density of a single specimen may be due to changes in crystallinity, loss of plasticizer, absorption of solvent, or to other causes. Portions of a sample may differ in density because of difference in crystallinity, thermal history, porosity, and composition (types or proportions of resin, plasticizer, pigment, or filler).

*Note 6*—Reference is made to Test Method D 1672.

5.3 Density is useful for calculating strength-weight and cost-weight ratios.

#### 6. Sampling

6.1 The sampling units used for the determination of specific gravity (relative density) shall be representative of the quantity of product for which the data are required, in accordance with Practice D 1898.

6.1.1 If it is known or suspected that the sample consists of two or more layers or sections having different specific gravities, either complete finished parts or complete cross sections of the parts or shapes shall be used as the specimens, or separate specimens shall be taken and tested from each layer. The specific gravity (relative density) of the total part cannot be obtained by adding the specific gravity of the layers, unless relative percentages of the layers are taken into account.

#### 7. Conditioning

7.1 *Conditioning*—Condition the test specimens at  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  and  $50 \pm 5\%$  relative humidity for not less than 40 h prior to test in accordance with Procedure A of Practice D 618, unless otherwise specified by the contract or relevant material specifications. In cases of disagreement, the tolerances shall be  $\pm 1^\circ\text{C}$  and  $\pm 2\%$  relative humidity.

7.2 *Test Conditions*—Conduct tests in the standard laboratory atmosphere of  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  and  $50 \pm 5\%$  relative humidity, unless otherwise specified in this specification or by the contract or relevant material specification. In cases of disagreement, the tolerances shall be  $\pm 1^\circ\text{C}$  and  $\pm 2\%$  relative humidity.

### TEST METHOD A FOR TESTING SOLID PLASTICS IN WATER (SPECIMENS 1 TO 50 g)

#### 8. Scope

8.1 This test method involves weighing a one-piece specimen of 1 to 50 g in water, using a sinker with plastics that are lighter than water. This test method is suitable for plastics that are wet by, but otherwise not affected by water.

#### 9. Apparatus

9.1 *Analytical Balance*—A balance with a precision within 0.1 mg, accuracy within 0.05 % relative (that is, 0.05 % of the mass of the specimen in air), and equipped with a stationary support for the immersion vessel above the balance pan ("pan straddle").

*Note 7*—Assurance that the balance meets the performance requirements should be provided by frequent checks on adjustments of zero point and sensitivity and by periodic calibration for absolute accuracy, using standard masses.

9.2 *Sample Holder*, corrosion-resistant (for example, wire, gemholder, etc.)

9.3 *Sinker*—A sinker for use with specimens of plastics that have specific gravities less than 1.000. The sinker shall: (1) be corrosion-resistant; (2) have a specific gravity of not less than 7.0; (3) have smooth surfaces and a regular shape; and (4) be slightly heavier than necessary to sink the specimen. The sinker should have an opening to facilitate attachment to the specimen and sample holder.

9.4 *Immersion Vessel*—A beaker or other wide-mouthed vessel for holding the water and immersed specimen.

9.5 *Thermometer*—A thermometer with an accuracy of  $\pm 0.1^\circ\text{C}$  is required.

#### 10. Materials

10.1 *Water*—The water shall be substantially air-free and distilled or demineralized water.

*Note 8*—Water may be rendered substantially air-free by boiling and cooling or by shaking under vacuum in a heavy-walled vacuum flask. (**Precaution:** Use gloves and shielding.) If the water does not wet the specimen, a few drops of a wetting agent shall be added. If this solution does not wet the specimen, Method B shall be used.

#### 11. Test Specimen

11.1 The test specimen shall be a single piece of the material under test of any size and shape that can conveniently be prepared and tested, provided that its volume shall be not less than  $1\text{ cm}^3$  and its surface and edges shall be made smooth. The thickness of the specimen should be at least 1 mm for each 1 g of weight. A specimen weighing 1 to 5 g usually will be found convenient, but specimens up to approximately 50 g may be used (Note 9). Care should be taken in cutting specimens to avoid changes in density resulting from compressive stresses or frictional heating.

*Note 9*—Specifications for certain plastics require a particular method of specimen preparation and should be consulted if applicable.

11.2 The specimen shall be free from oil, grease, and other foreign matter.

#### 12. Procedure

12.1 Measure and record the water temperature.

12.2 Weigh the specimen in air to the nearest 0.1 mg for specimens of mass 1 to 10 g or to the nearest mg for specimens of mass more than 10 to 50 g.

12.3 If necessary, attach to the balance a piece of fine wire sufficiently long to reach from the hook above the pan to the support for the immersion vessel. In this case attach the

specimen to the wire such that it is suspended about 25 mm above the vessel support.

**Note 10**—If a wire is used the specimen may be weighed in air after hanging from the wire. In this case, record the mass of the specimen,  $a$  = (mass of specimen + wire, in air) – (mass of wire in air).

12.4 Mount the immersion vessel on the support, and completely immerse the suspended specimen (and sinkers, if used) in water (10.1) at a temperature of  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ . The vessel must not touch sample holder or specimen. Remove any bubbles adhering to the specimen, sample holder, or sinker, paying particular attention to holes in the specimen and sinker. Usually these bubbles can be removed by rubbing them with a wire. If the bubbles cannot be removed by this method or if bubbles are continuously formed (as from dissolved gases), the use of vacuum is recommended (Note 12). Determine the mass of the suspended specimen to the required precision (12.2) (Note 11). Record this apparent mass as  $b$  (the mass of the specimen, sinker, if used, and the partially immersed wire in liquid). Unless otherwise specified, weigh rapidly in order to minimize absorption of water by the specimen.

**Note 11**—It may be necessary to change the sensitivity adjustment of the balance to overcome the damping effect of the immersed specimen.

**Note 12**—Some specimens may contain absorbed or dissolved gases, or irregularities which tend to trap air bubbles; any of these may affect the density values obtained. In such cases, the immersed specimen may be subjected to vacuum in a separate vessel until evolution of bubbles has substantially ceased before weighing (see Test Method II). It must also be demonstrated that the use of this technique leads to results of the required degree of precision.

12.5 Weigh the sample holder (and sinker, if used) in water with immersion to the same depth as used in the previous step (Notes 13 and 14). Record this weight as  $w$  (mass of the sample holder in liquid).

**Note 13**—If a wire is used, it is convenient to mark the level of immersion by means of a shallow notch filed in the wire. The finer the wire, the greater the tolerance which may be permitted in adjusting the level of immersion between weighings. With wire *App No. 36* or finer, disregard its degree of immersion and, if no sinker is used, use the mass of the wire in air as  $w$ .

**Note 14**—If the wire is used and is left attached to the balance arm during a series of determinations, the mass  $a$  may be determined either with the aid of a wire on the other arm of the balance or as in Note 11. In such cases, care must be taken that the change of mass of the wire (for example, from visible water) between readings does not exceed the desired precision.

12.6 Repeat the procedure for the required number of specimens. Two specimens per sample are recommended.

Determine acceptability of number of replicate test specimens by comparing results with precision data given in Tables 1 and 2. Additional specimens may be required to give the desired precision.

### 13. Calculation

13.1 Calculate the specific gravity of the plastic as follows:

$$\text{sp gr } 23/23^\circ\text{C} = a/(a + w - b)$$

where:

- $a$  = apparent mass of specimen, without wire or sinker, in air,
- $b$  = apparent mass of specimen (and of sinker, if used) completely immersed and of the wire partially immersed in liquid, and
- $w$  = apparent mass of totally immersed sinker (if used) and of partially immersed wire.

13.2 Calculate the density of the plastic as follows:

$$D^{23^\circ\text{C}}, \text{ kg/m}^3 = \text{sp gr } 23/23^\circ\text{C} \times 997.5$$

13.3 If the temperature of the water is different than  $23^\circ\text{C}$ , the following equations will be used:

$$M = \Delta\rho/\Delta t \quad (1)$$

$$D = (\text{conversion to } 23^\circ\text{C}), \text{ kg/m}^3 \\ = \text{sp gr } t_w/t_w \times [997.5 + (t_w - 23) \times M] \quad (2)$$

$$\text{sp gr } 23/23 = D (\text{conversion to } 23^\circ\text{C})/997.5 \quad (3)$$

where:

- $M$  = slope,
- $\Delta\rho$  = difference between the lowest and highest temperature tolerance for the standard density of water ( $D @ 21^\circ\text{C} - D @ 25^\circ\text{C}$ ),
- $\Delta t$  = difference between the highest and lowest temperature tolerance recommended,
- $t_a$  = temperature of air, and
- $t_w$  = temperature of water.

### 14. Report

14.1 Report the following information:

14.1.1 Complete identification of the material or product tested, including method of specimen preparation and conditioning.

14.1.2 Average specific gravity (relative density) for all specimens from a sampling unit corrected to  $23.0^\circ\text{C}$  (Table 3)

TABLE 1 Test Method A. Specific Gravity Tested in Water

Material	Mean	$\Sigma^*$	$\Sigma_w^*$	$R^*$	$R^*$
Polypropylene	0.9027	0.00166	0.00297	0.00222	0.00241
Cellulose Acetate Butyrate	1.1670	0.00222	0.00304	0.00427	0.00460
Polyphenylene Sulfide	1.1726	0.00240	0.00736	0.01526	0.00266
Thermocast	1.0126	0.00271	0.00313	0.00767	0.00771
Polyvinyl Chloride	1.3266	0.00343	0.00412	0.00666	0.01447

\*  $\Sigma$  = within laboratory standard deviation for the individual material. It is obtained by pooling the within-laboratory standard deviations of the test results from all of the participating laboratories:

$$\Sigma = \left[ \sum_{i=1}^n (s_i)^2 + (n-1)(s_0)^2 \right]^{1/2}$$

\*  $\Sigma_w$  = between-laboratories reproducibility, expressed as standard deviation:  $\Sigma_w = (\Sigma^2 - \Sigma_i^2)^{1/2}$  where  $\Sigma_i$  is the standard deviation of laboratory means.

\*  $R$  = within-laboratory critical interval between two test results =  $2.8 \times \Sigma$ .

\*  $R$  = between-laboratories critical interval between two test results =  $2.8 \times \Sigma_w$ .



Designation: C 351 – 92b ( Reapproved 1999)

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS  
100 Barr Harbor Dr., West Conshohocken, PA 19380  
Reprinted from the Annual Book of ASTM Standards. Copyright ASTM

## Standard Test Method for Mean Specific Heat of Thermal Insulation<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation C 351; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

### 1. Scope

1.1 This test method covers the determination of mean specific heat of thermal insulating materials. The materials must be essentially homogeneous and composed of matter in the solid state.

1.2 This test method employs the classical method of mixtures. This provides procedures and apparatus simpler than those generally used in scientific calorimetry, an accuracy that is adequate for most thermal insulating purposes, and a degree of precision that is reproducible by laboratory technicians of average skill. While this test method was developed for testing thermal insulations, it is easily adaptable to measuring the specific heat of other materials.

1.3 The test procedure provides for a mean temperature of approximately 60°C (100 to 20°C temperature range), using water as the calorimetric fluid. By substituting other calorimetric fluids the temperature range may be changed as desired.

1.4 The values stated in SI units are to be regarded as the standard.

1.5 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:

E 1 Specification for ASTM Thermometers<sup>2</sup>

### 3. Terminology

#### 3.1 Definitions:

3.1.1 *mean specific heat*—the quantity of heat required to change the temperature of a unit mass of a substance one degree, measured as the average quantity over the temperature range specified. (It is distinguished from true specific heat by being an average rather than a point value.) The unit of measurement is J/kg·K.

3.1.2 *thermal capacity*—the amount of heat necessary to change the temperature of the body one degree. For a homo-

geneous body it is the product of mass and specific heat. For a nonhomogeneous body it is the sum of the products of mass and specific heat of the individual constituents. Thermal capacity has the units of J/K.

3.1.3 *thermal diffusivity*—the ratio of thermal conductivity of a substance to the product of its density and specific heat. Common unit for this property is m<sup>2</sup>/s.

3.1.4 *water equivalent*—the mass of water that requires the same amount of heat as the given body in order to change its temperature by an equal amount.

### 4. Summary of Test Method

4.1 The method of mixtures used in this test method consists essentially of adding a known mass of material at a known high temperature to a known mass of water at a known low temperature and determining the equilibrium temperature that results. The heat absorbed by the water and the containing vessel can be calculated and this value equated to the expression for the heat given up by the hot material. From this equation<sup>3</sup> the unknown specific heat can be calculated.

### 5. Significance and Use

5.1 Mean specific heat is an essential property of a thermal insulating material when the latter is used under conditions of unsteady or transient heat flow. It is a part of the parameter, thermal diffusivity, which governs the rate of temperature diffusion through insulation. It is a basic thermodynamic property of all substances, the value of which depends upon chemical composition and temperature.

NOTE 1—Specific heat of insulations, as measured by this test method, using small specimens of a multi-component composite or of a low-density product that has to be highly compressed, may not be directly applicable for use in calculations involving transient thermal response. The applicability of the results will depend upon a system being analyzed, the desired accuracy, and the relative amounts, and specific heats of the various solid or fluid components, or both, of the thermal insulation.

### 6. Apparatus

6.1 The typical apparatus is shown schematically in Fig. 1. It consists of the following:

6.1.1 *Calorimeter and Accessories*—The calorimeter shall be an unlagged Dewar flask with a maximum capacity of not less than 500 mL nor more than 750 mL. The flask shall have

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-16 on Thermal Insulation and is the direct responsibility of Subcommittee C16.30 on Thermal Measurements.

Current edition approved Aug. 15, 1992. Published October 1992. Originally published as C 351 – 54 T. Last previous edition C 351 – 92a.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.05.

<sup>3</sup> Weber, R. L., *Heat and Temperature Measurement*, Prentice-Hall, New York, NY, 1950.

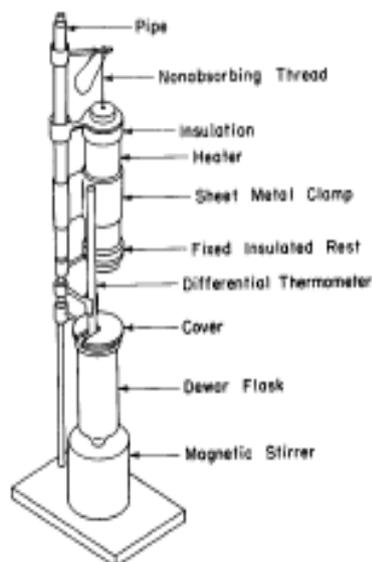


FIG. 1 Specific Heat Calorimeter

an insulated cover or stopper. Other accessories shall include a magnetic stirrer equipped with a speed-regulating device.

**6.1.2 Differential Temperature Sensor**—An appropriate temperature difference sensor, such as a Beckmann differential thermometer or a suitable equivalent, preferably with a magnifier, and having a range of at least  $5^{\circ}\text{C}$  and a sensitivity of no less than  $0.01^{\circ}\text{C}$  shall be used to determine the rise in temperature of the calorimetric fluid during test. Where a differential thermometer is used, it shall be set with its lowest temperature division at the approximate room temperature, and the setting point checked with a precision-type temperature sensor (such as Thermometer 632C, preferably with a magnifier, described in Specification E 1).

**6.1.3 Heater**—The heater shall be of the open-end radiation type similar to the cylindrical device shown in Fig. 1. It may be heated by electricity or steam. The relative dimensions of the heater and the capsule shall be such that the specimen will be heated to a uniform and constant temperature as required. A maximum variation of  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  over the length of the heater is permitted. The heater shall be provided with an insulated removable top cover designed both to permit passage of the leads of the temperature sensor and to suspend the capsule. The bottom shall be closed with a removable insulated cover to permit free dropping of the capsule. The heater assembly shall be mounted so it can be swung quickly into place over the calorimeter.

**6.1.3.1** A convenient form of electric heater can be constructed by covering a 254-mm length of 38-mm diameter brass pipe with asbestos paper, winding about 70 turns of 22-gage (0.64 mm) Nichrome wire over the paper, and insulating the assembly with 25.4-mm thick pipe insulation. It is necessary that the end turns be closer together than those over the center portion of the heater to compensate for end heat loss. The heater temperature is controlled by regulating the electric current to the heater with a variable transformer or resistor. A constant voltage source of power within  $\pm 1\%$  maximum

voltage variation is necessary to minimize temperature fluctuations.

**6.1.4 Capsule**—The capsule shall comprise a hollow cylinder of brass approximately 25.4 mm in diameter by 50.8 mm long. It shall have a removable cap and a thermocouple well extending into the cavity space to accommodate the temperature sensor. It is imperative that the capsule assembly be absolutely watertight, as no leakage can be tolerated. The completed capsule, including cap, gasket, and suspension loop, shall have a thermal capacity not exceeding  $10.5\text{ J/K}$ . A capsule design meeting the above requirements is shown in Fig. 2.

**6.1.5 Temperature Sensor**—A suitable, calibrated temperature sensor and associated read-out equipment of suitable range and precision to permit reading temperatures to an accuracy of  $0.1^{\circ}\text{C}$  shall be used. If a thermocouple is used, the wire size should be small to limit the error caused by thermal conductance losses along the length. Thermocouples can be made from any of the standard pairs registered with the National Institute of Standards and Technology.<sup>4</sup> A particular suitable thermocouple is chromel/constantan, fabricated from wires having a diameter no greater than No. 30 B & S gage (0.265 mm). The pair combines the attributes of reduced heat leakage and a higher emf than copper/constantan.

**6.1.6 Test Room**—The temperature of the room in which the test is conducted shall be reasonably constant during the test period. The test room temperature control is satisfactory if the time-temperature curve is a straight line (within the allowable experimental error) for a 10-min period before the dropping of the capsule and for a 10-min period just prior to the termination of the test.

**6.1.7 Specific Heat Standard**—Electrolytic copper (commercial electrical bus bar copper) shall be used as a specific heat standard. A standard specimen as shown in Fig. 3 shall be used to determine the water equivalent of the calorimeter flask and its accessories. For the temperature range covered (between  $100$  and  $20^{\circ}\text{C}$ ) the mean specific heat of copper shall be taken as  $390.0\text{ J/(kg}\cdot\text{K)}$ .

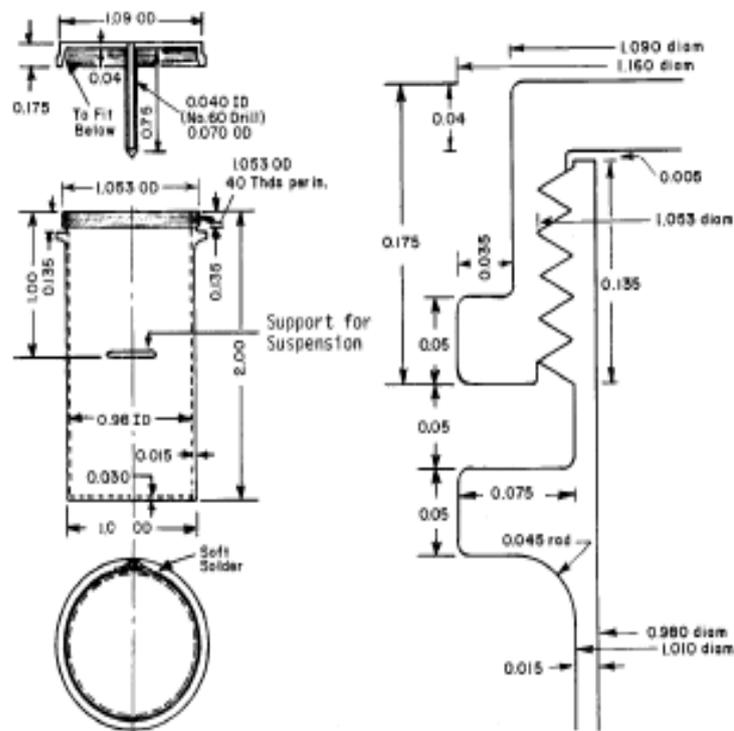
## 7. Test Specimens

**7.1** Specimens shall be selected at random as required to provide test material representative of the lot sampled. The number of specimens may be determined by agreement but shall be not less than three.

**7.2** The specimens shall be tested in the compressed form, since it is desirable to have as large a mass as possible. A specimen press consisting of a hollow cylinder with a close-fitting plunger used in conjunction with a bench vise or small hydraulic press has been found convenient.

**7.3** Prior to test, all specimens shall be dried to constant mass in an oven at a temperature of  $102$  to  $120^{\circ}\text{C}$ . If the specimen is likely to be damaged by this temperature, it may be dried in a desiccator at a lower temperature. If the specimens are dried at temperatures lower than  $102^{\circ}\text{C}$ , this fact shall be reported.

<sup>4</sup> "Reference Table for Thermocouples," Circular No. 508, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD 20899.



All Dimensions in Inches

(a) Capsule Assembly		(b) Screw-Cap Assembly (Enlarged)	
Inch-Pound Units	SI Equivalents	Inch-Pound Units	SI Equivalents
0.005 in.	0.13 mm	0.175 in.	4.45 mm
0.015 in.	0.38 mm	0.75 in.	19.1 mm
0.030 in.	0.76 mm	0.98 in.	25.1 mm
0.035 in.	0.89 mm	1.00 in.	25.4 mm
0.040 in.	1.0 mm	1.010 in.	25.65 mm
0.045 in.	1.14 mm	1.053 in.	26.75 mm
0.05 in.	1.3 mm	1.090 in.	27.68 mm
0.070 in.	1.8 mm	1.160 in.	29.48 mm
0.135 in.	3.43 mm	40 thds/in.	1.575 thds/mm

NOTE 1—In addition to the dimensional requirements shown on the drawing, the capsule assembly shall conform to the following requirements:  
 Material—Brass, (nominal composition 65 to 75 % Cu, 35 to 25 % Zn) except as noted on drawing.  
 Mass (total)—less than 26 g  
 Volume—3.084 cm<sup>3</sup>  
 Specific heat of brass—410 J/kg·K, M<sub>p</sub>C<sub>p</sub> 10.66 J/K

FIG. 2 Capsule

### 8. Calibration

8.1 Determine the water equivalent of the calorimeter and its accessories, following the same procedure as described for the specific heat determination in Section 9, except to substitute the specific heat standard (6.1.7) for the capsule and specimen. Determine the thermal capacity of the capsule assembly by the same procedure except to leave the capsule empty (Note 2). It is extremely important that all the test details and the procedure followed be precisely the same in all particulars for the specific heat determinations, the water equivalent determinations, and the thermal capacity determinations. Capsule transit time, radiation losses, and evaporation must be held constant by strict routines, and their evaluations

will thus be included in the water equivalent and the heat capacity.

NOTE 2—It may be desirable to weight the empty capsule with a known quantity of bus bar copper to facilitate the transfer to the calorimeter. If this is done it must be taken into account in the subsequent calculations.

### 9. Procedure

9.1 Place a dried specimen of as large a mass as practical in the capsule and screw the cap on tightly. Determine the mass of the dried specimen, to the nearest 0.001 g, as the difference between the total mass of the specimen plus capsule assembly and the mass of the empty capsule assembly. Suspend the capsule containing the specimen in the heater by means of

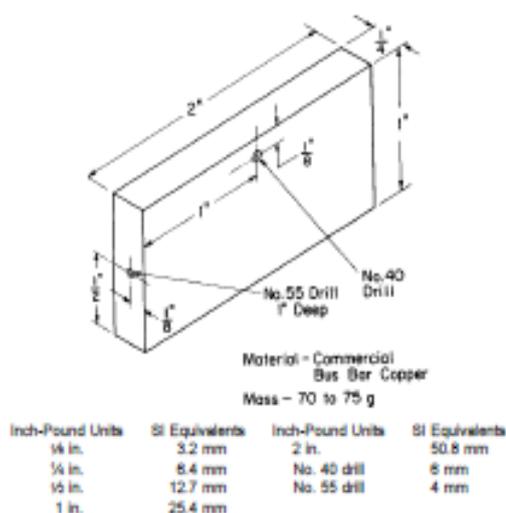


FIG. 3 Specific Heat Standard

nonabsorbing thread (Note 3), with the temperature sensor inserted to the full depth of the well in the capsule. Care must be taken to see that the leads are not shorted by contact with the capsule or heater. If a thermocouple is used, it is also desirable to keep the lead wires together to minimize Thomson effects. Regulate the heater power so that the temperature of the specimen, when heated, will be between 95 and 100°C. Adjust the total length of the thread so that when the capsule is dropped into the calorimeter flask the thread will hold it suspended entirely submerged in the fluid. It should be noted that the capsule is in a vertical position while in the heater, and horizontal in the flask. This latter position minimizes the amount of water needed in the flask.

NOTE 3—Nylon and orlon acrylic fiber have been found satisfactory for this purpose.

9.2 When the capsule and specimen are in thermal equilibrium in the heater, with the temperature within the capsule changing not more than 0.1°C over three successive 5-min readings, pour  $300 \pm 5$  g of distilled water (Note 4) at a temperature of approximately 20°C into the flask. Determine the exact mass of water, to the nearest 0.1 g, as the difference between the mass of the flask with water and the mass of the empty flask. Place the flask with the water, and the differential temperature sensor, in position (Fig. 1) and set the stirrer in motion. Keep the flask covered at all times except when the capsule is actually being dropped into the flask. It is also important that a moderate stirring rate be used, note being made of the speed setting, and care taken that the same setting be used during all determinations. An appreciable amount of heat is introduced by the agitation of the water. In order to secure greatest accuracy, the rate of introduction of heat should be as low as possible and particularly, as constant as possible.

NOTE 4—This test method specifies a temperature range of approximately 100°C to 20°C. When specific heat information is needed at other temperatures, a similar test procedure should be followed. In general, distilled water is suitable as a calorimetric fluid for capsule temperatures

up to 150°C. Where the upper limit of the temperature range is greater than 150°C, a liquid with a high boiling point having a mean specific heat (over the temperature range  $T_m - T_c$ ) known to an accuracy of  $\pm 1\%$  and a flash point above the temperature of the heated capsule,  $T_h$ , must be used. This liquid shall be noncorrosive to the apparatus, essentially nontoxic, and nonirritating to the skin and should have a low vapor pressure to minimize volatilization losses. Where the lower limit of the temperature range is below 0°C, the calorimeter bath must be a low freezing point liquid having a mean specific heat (over the temperature range  $T_m - T_c$ ) known to an accuracy of  $\pm 1\%$ . It must be noncorrosive to the apparatus, essentially nontoxic, nonirritating to the skin, and resistant to hydrolysis.

9.3 After approximately 10 min, when a constant thermal exchange exists between the calorimeter and the environment, start observations of the temperature of the calorimeter. Since the calorimeter is close to ambient temperature, the rate of thermal exchange will be small. Record the temperature of the calorimeter (estimated to the nearest 0.001°C) at the end of 1-min intervals for a period of 9 min. Immediately before the end of the tenth minute, swing the heater over the top of the calorimeter and remove the cover of the calorimeter. Precisely at the end of the tenth minute, lower the capsule rapidly into the calorimeter (Note 5), replace the calorimeter cover, and swing the heater back into position. Beginning with the eleventh minute, resume temperature readings and continue them at 1-min intervals until the slope of the temperature-time curve is constant over a 10-min interval. Generally, this means through about the thirtieth minute.

NOTE 5—If the transfer of the capsule is not completed precisely at the end of the tenth minute, the actual time shall be noted and used in the extrapolation determination of  $T_c$  and  $T_m$ .

9.4 Upon completion of a test, reweigh the capsule and specimen. Discard any test run that shows an increase in mass of the specimen greater than 0.001 g due to water leakage into the capsule.

## 10. Calculation

10.1 Plot the temperature of the bath against time, and determine the value of  $T_m$  and  $T_c$  by extrapolation as illustrated in Fig. 4. The thermal exchange that takes place in the tenth minute is considered instantaneous and is proportional to the temperature difference,  $T_m - T_c$ , which is read from the graph.

10.2 Calculate the water equivalent,  $E$ , of the calorimeter flask and its accessories, to the nearest 0.1 g, as follows:

$$E = [M_c C_c (T_h - T_m) C_c (T_m - T_c)] - M_w \quad (1)$$

Take as the value of  $E$ , the average of at least three satisfactory determinations.

10.3 Calculate the thermal capacity of the capsule, to the nearest 0.05 J/K, as follows:

$$M_c C_c = (M_w + E) C_w (T_m - T_c) / (T_h - T_m) \quad (2)$$

Take as the value of  $M_c C_c$ , the average of at least three satisfactory determinations.

10.4 Calculate the specific heat of the specimen as follows:

$$C_s = \frac{[(M_w + E) C_w (T_m - T_c) / (T_h - T_m)] - M_c C_c}{M_s} \quad (3)$$

10.5 Symbols—The symbols used in Eq 1, Eq 2, and Eq 3 have the following significance:

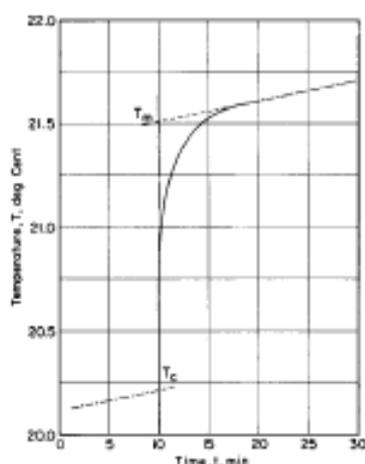


FIG. 4 Curve Showing Relation of Temperature to Time for a Typical Specific Heat Determination

- $E$  – water equivalent of the calorimeter and its accessories, kg.
- $M_s$  – mass of the specific heat standard, kg.
- $C_s$  – mean specific heat of the specific heat standard over the temperature range from  $T_h$  to  $T_m$ , J/(kg·K) (– 390.0 J/(kg·K) for electrolytic copper over the temperature range from 100 to 20°C)
- $T_h$  – temperature of the capsule and specimen, capsule, or standard after heating, °C.
- $T_m$  – temperature of the mixture extrapolated back to time – 10 min, °C.
- $C_w$  – mean specific heat of calorimeter water (Note 6), J/(kg·K).
- $T_c$  – temperature of the calorimeter water before capsule or standard is dropped, extrapolated ahead of time – 10 min, °C.
- $M_c C_c$  – thermal capacity of the capsule assembly, J/K.

- $M_w$  – mass of calorimeter water, kg.
- $C_r$  – mean specific heat of test specimen over the temperature range from  $T_h$  to  $T_m$ , J/(kg·K), and
- $M_s$  – mass of the specimen, kg.

NOTE 6—In Eq 1, Eq 2, and Eq 3, the specific heat of distilled water may be taken as 4186 J/(kg·K). If other calorimetric fluids are substituted for distilled water, the calculations must be modified to include the specific heat of the substituted calorimetric fluid.

## 11. Report

11.1 Report the following information:

11.1.1 Mean specific heat of the material tested, taken as the average of the three determinations on each specimen, and expressed to two significant figures.

11.1.2 Results given in SI units and in inch-pound units (4186 J/(kg·K) = 1 Btu/(lb·°F)).

11.1.3 Average temperature range of the test, and

11.1.4 Any deviation from the standard test procedure, including the use of a calorimetric fluid other than distilled water.

## 12. Precision and Bias

12.1 For the general range and form of thermal insulations currently available, there is a wide variation in the mass-specific heat product. For this reason, it is difficult to state an absolute bias to cover measurement on all materials without possible modification in the apparatus for each material. The results of a limited round-robin study<sup>6</sup> on one material indicated that a bias of ±10 % with comparable precision can be obtained, but that a higher bias is attainable.

## 13. Keywords

13.1 calorimeter; electrolytic copper; method of mixtures; specific heat; thermal capacity; thermal diffusivity; water equivalent

<sup>6</sup> Spear, Norman, A., "A Proposed Method of Test for Specific Heat of Thermal Insulating Materials," *ASTM Bulletin*, September 1950, pp. 79-82.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.

**Anexo C:** Muestras obtenidas del tratamiento del PP del Anhídrido Acético.

25ml de Cetona			
30ml de Cetona			
35ml de Cetona			

**Anexo D:** Muestras obtenidas del tratamiento del PP del Anhídrido Maleico.

25ml de Cetona			
30ml de Cetona			
35ml de Cetona			

**Anexo E:** Muestras del tratamiento del PP con 0,07 de peróxido de benzoilo con anhídrido acético y anhídrido maleico.

Anhídrid o Maleico			
Anhídrid o Acético			