



**UNIVERSIDAD MICHOACANA  
DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO**



**FACULTAD DE BIOLOGÍA  
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL  
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**PROGRAMA DE MAESTRÍA EN CIENCIAS  
EN INGENIERÍA AMBIENTAL**

**Obtención del ácido tereftálico a partir de residuos de PET**

**TESIS**

que para obtener el grado de:

**MAESTRA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL**

presenta la

***I.Q. María Auxilio Loeza Medina***

Directora de Tesis:

***Dra. María Ilya Espítia Cabrera***

**Morelia, Michoacán, Febrero del 2011**

## ÍNDICE

**RESUMEN**

**ABSTRACT**

**LISTA DE CUADROS**

**LISTA DE FIGURAS**

**AGRADECIMIENTOS**

### **Capítulo 1. INTRODUCCIÓN**

|                   |   |
|-------------------|---|
| 1.1 Generalidades | 2 |
| 1.2 Objetivos     | 4 |
| 1.3 Justificación | 5 |
| 1.4 Hipótesis     | 6 |

### **Capítulo 2. MARCO TEÓRICO**

|  |    |
|--|----|
| 2.1 Propiedades del PET                        | 7  |
| 2.2 Reacciones con catalizador                 | 10 |
| 2.3 Técnicas analíticas instrumentales         | 11 |
| 2.3.1 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) | 11 |
| 2.3.2 Espectroscopia de Infrarrojo (IR).-      | 14 |
| 2.3.3 Difracción de Rayos X (DRX)              | 17 |

### **Capítulo 3. ANTECEDENTES**

|                         |    |
|-------------------------|----|
| 3.1 Marco de referencia | 20 |
| 3.2 Aplicaciones        | 24 |

|   |    |
|---|----|
| <b>Capítulo 4. METODOLOGÍA</b>  |    |
| 4.1 Torno Prototipo para la trituración de las botellas de PET            | 27 |
| 4.2 Reactor Prototipo para la degradación del PET                         | 27 |
| 4.3 Metodología de obtención de ácido tereftálico (ATP)                   | 27 |
| 4.4 Recuperación de los residuos de la reacción                           | 31 |
| <b>Capítulo 5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>                                 |    |
| 5.1 Diseño del torno prototipo para la trituración de las botellas de PET | 33 |
| 5.2 Diseño del reactor prototipo para la degradación del PET              | 34 |
| 5.3 Determinación del tamaño de partícula del PET y su morfología         | 35 |
| 5.4 Obtención del ácido tereftálico (ATP)                                 | 37 |
| 5.5 Morfología de las muestras obtenidas de ATP a través del MEB          | 37 |
| 5.6 Análisis elemental (EDS) de la muestra M-50 en el MEB                 | 41 |
| 5.7 Espectroscopia de infrarrojo (IR) para muestras de ATP                | 42 |
| 5.8 Difracción de Rayos X de ATP  | 47 |
| 5.9 Recuperación del catalizador  | 49 |
| 5.10 Espectroscopia del IR para el catalizador recuperado                 | 49 |
| <b>Capítulo 6. CONCLUSIONES</b>   | 51 |
| <b>Capítulo 7. RECOMENDACIONES</b>  | 52 |
| <b>Capítulo 8. BIBLIOGRAFÍA</b>   | 53 |

## RESUMEN

### OBTENCIÓN DEL ÁCIDO TEREFTÁLICO A PARTIR DE RESIDUOS DE PET

Para llevar a cabo la degradación a cielo abierto de los residuos de PET (polietileno-tereftalato) es necesario que transcurran cientos de años. En la actualidad se ha reciclado físicamente el PET mediante su fundición, la disminución de propiedades termoplásticas por medio de éste proceso propicia que se elaboren solo artículos que no requieren de estas propiedades, lo cual limita su aplicación. El volumen de almacenamiento requerido para el PET es extenso además de que estos residuos llegan hasta los cuerpos de agua provocando un sin fin de problemas.

En este proyecto de investigación se estableció una ruta para obtener ácido tereftálico (monómero que da origen al PET) a partir de residuos de PET. Se inicia con el diseño un equipo para cortar el PET en hojuelas a tamaño microscópico y con ello, se aumentó la superficie de contacto en la reacción de hidrólisis alcalina del PET en presencia de un catalizador. Para degradar el PET, también se diseñó un reactor que trabajó a condiciones de temperatura de 80° C y presión de 30 kg cm<sup>-2</sup>. Se obtuvo el ácido tereftálico (ATP) y el etilenglicol (EG). Posteriormente se llevó a cabo la caracterización de la materia prima y los productos obtenidos: Se determinó la morfología del PET y del ATP en el microscopio electrónico de barrido (MEB), los grupos funcionales del PET y ATP en el espectrofotómetro de infrarrojo (IR) y la fase cristalina del ATP en el difractómetro de rayos X (DRX). Se encontró que con la ruta experimental propuesta se obtuvo el ATP.

Los residuos sólidos y líquidos generados en el proceso de degradación del PET se recuperaron y se estabilizaron para evitar la contaminación de los efluentes y con ello lograr que los subproductos de la reacción puedan utilizarse en otros procesos industriales, con lo cual se cumplen las expectativas del desarrollo autosustentable.

## ABSTRACT

### OBTAINING TEREPHTHALIC ACID FROM PET (POLYETHYLENE TEREPHTHALATE) RESIDUALS

By

María Auxilio Loeza Medina

PET residuals degradation, under open sky conditions, takes hundreds of years. Currently, physical recycling of PET is made by melting it. A reduction in the thermoplastic properties through this process, causes articles not requiring such properties to be made, which limits its application. Generally, a considerable space volume for stocking the PET is required. Furthermore, PET residuals might reach the water bodies causing countless problems.

In this research project, a path for obtaining terephthalic acid (TPA) from PET (polyethylene terephthalate) residuals has been established. First, an equipment to cut the PET in slices at a microscopic size has been designed, increasing the contact surface in the reaction of the PET alkaline hydrolysis in the presence of a catalyzer. A reactor, working with temperature conditions of 80 °C and at a 30 kgcm<sup>-2</sup> pressure, was designed to degrade the PET. The terephthalic acid, monomer which forms PET and etylenglicon, was obtained. The morphology of PET and TPA was determined using a scanning electron microscope (SEM) as well as the functional groups for the PET and TPA using the infrared spectrophotometer (IRS), and also the crystalline phase for the TPA in the X ray diffractometer (XRD). It was found that in the experimental path the TPA was really obtained.

Solid residuals and liquids generated during the PET`s degradation process were recovered and stabilized to avoid the pollution of effluents, achieving this way the integration of the reaction sub products into other industrial processes, in order to accomplish our self sustaining development expectations.

## LISTA DE CUADROS

|              |   |    |
|--------------|---|----|
| Cuadro 2.1   | Propiedades físicas del PET                                 | 8  |
| Cuadro 4.3.3 | Reactivos utilizados en la obtención de ATP                 | 29 |
| Cuadro 4.3.4 | Codificación de la obtención de ATP                         | 30 |
| Cuadro 4.4   | Codificación de muestras en la recuperación del catalizador | 32 |
| Cuadro 5.3   | Distribución del tamaño de partícula: del PET               | 35 |
| Cuadro 5.4   | Conversión de la reacción de degradación del PET            | 37 |
| Cuadro 5.7.1 | Bandas características relacionadas con ATP y PET en IR     | 42 |
| Cuadro 5.7.2 | Bandas en IR para las muestras de ATP obtenidas             | 43 |
| Cuadro 5.9   | Recuperación del catalizador en el líquido residual         | 49 |
| Cuadro 5.10  | Bandas de IR presentes en el catalizador recuperado         | 49 |

## LISTA DE FIGURAS

|               |   |    |
|---------------|---|----|
| Figura 2.1    | Fórmula química del PET   | 7  |
| Figura 2.3.1  | Diagrama esquemático del cañón electrónico del MEB                              | 13 |
| Figura 2.3.2  | Movimiento armónico simple  | 15 |
| Figura 2.3.3  | Fenómeno de difracción de un haz de luz   | 18 |
| Figura 4.3.3  | Ruta experimental de obtención del ATP  | 28 |
| Figura 4.4    | Ruta experimental de recuperación del catalizador                               | 31 |
| Figura 5.1    | Torno prototipo para la trituración de las botellas de PET                      | 33 |
| Figura 5.2    | Reactor prototipo para la degradación de PET                                    | 34 |
| Figura 5.3    | Morfología del PET a diferentes magnificaciones                                 | 36 |
| Figura 5.5.1  | Morfología de muestra MSC   | 38 |
| Figura 5.5.2  | Morfología de muestra M-30  | 38 |
| Figura 5.5.3  | Morfología de la muestra de ATPSTD  | 39 |
| Figura 5.5.4  | Morfología de muestra obtenida de ATP M-50 a diferentes magnificaciones         | 40 |
| Figura 5.6    | Espectro de energía dispersiva de M-50 en el Microscopio electrónico de barrido | 41 |
| Figura 5.7.1  | Espectro de IR del PET  | 43 |
| Figura 5.7.2  | Espectro de IR de muestra ATPSTD  | 44 |
| Figura 5.7.3  | Espectro de IR de muestra M-50  | 44 |
| Figura 5.7.4  | Espectro de IR de muestra M-30  | 45 |
| Figura 5.7.5. | Espectro de IR de muestra MSC   | 45 |
| Figura 5.8.1  | Difractograma de la muestra ATPSTD  | 47 |
| Figura 5.8.2  | Difractograma de la muestra M-50 obtenida de ATP                                | 48 |

Figura 5.10 Espectro del IR de la muestra del catalizador std y del catalizador recuperado

50

## **AGRADECIMIENTOS**

**A Dios por ser el creador de todo este universo tan exacto; por darme las facultades para pensar, amar y soñar.**

**A mi esposo Felipe Camarillo Leyva por brindarme su valioso apoyo y a mis hijos León Felipe y Julieta del Rocío Camarillo Loeza por ser mi impulso en la vida.**

**A mi madre Ruth Medina Castro y a mi padre José Amparo Loeza Martínez, por ser los formadores de mi persona.**

**A mis hermanos José Amparo, Martín, Héctor, Ruth, Verónica y Juan Manuel Loeza Medina que gracias a su ánimo y amor he logrado metas importantes.**

**A mi asesora, la Dra. María Ilya Espitia Cabrera por haber confiado en mí, por su paciencia, por compartirme sus conocimientos y por su atinada dirección en este proyecto.**

**A mis maestros por sus conocimientos que me compartieron.**

**A mis compañeros por brindarme su apoyo, amistad, respeto y cariño**

**A la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo y a CONACYT por la trascendencia y proyección en mi vida profesional.**

## 1.-INTRODUCCIÓN

### 1.1 Generalidades

El polietilén-tereftalato ó politereftalato de etileno (PET) es un producto obtenido del petróleo (*recurso no renovable*) cuya fórmula química (Figura 2.1) corresponde a un poliéster aromático es termoestable, lo que lo hace apto para ser transformado mediante proceso de extrusión, inyección, inyección-soplado y termo formado. Fue preparado por primera vez en 1941 por los científicos británicos Whinfield y Dickson [1].

El PET es un poliéster obtenido a partir de reacciones de poli-condensación del **ácido tereftálico (ATP) y etilenglicol (EG)**, se obtuvo por primera vez en la década de los 50 en forma industrial y aunque su primera aplicación fue la fabricación de fibras sintéticas y posteriormente se dedicó a la producción de láminas y botellas. El peso molecular promedio de la cadena polimérica puede variar entre 15,000 y 30,000 g mol<sup>-1</sup> [2].

En los últimos 20 años ha aumentado el uso del PET desplazando a materiales como el aluminio, cartón, vidrio y metales con una gran variedad de aplicaciones desde contenedores de líquidos (botellas), instrumentos eléctricos y electrónicos, ensamblajes automotrices y de la industria de la aviación, enseres domésticos y productos para iluminación [3], herramientas en general y artículos deportivos. Las películas de PET son usadas en aplicaciones fotográficas, placas de rayos X, cinta para casetes y empaques para comida. Firas Awaja y Dumitru Pavel reportaron que el PET está considerado como uno de los polímeros más importantes en la ingeniería, debido a que es de bajo costo de fabricación con respecto a otros polímeros, es de fácil manejo y su uso ha crecido rápidamente [4].

Dada la versatilidad del PET, su uso es amplísimo, de modo que la generación de residuos ha crecido vertiginosamente en los últimos años, lo que constituye un problema tal que ha obligado a todos los países a desarrollar políticas de

reciclado. Así, según el Petcore (PET Container Recycling Europe), en 2006 se espera que se reciclen 700000 t de PET en Europa [2]. Se han propuesto varios tipos de reciclados: primario (reutilización de las botellas), secundario ó mecánico (fundición del PET), terciario ó químico (glicolisis, metanólisis, hidrólisis: ácida, neutra ó básica, aminolisis), valoración energética (variante de la incineración, muy favorable ya que el PET posee capacidad calorífica de  $33 \text{ MJ k}^{-1}$  semejante a la del gas natural de  $44 \text{ MJ k}^{-1}$ ) sin embargo, los aditivos incorporados al plástico como los plastificantes y metales pesados suelen ser tóxicos al arrojarse al medio ambiente.

La incineración de los residuos poliméricos incluido el PET, es una opción para la recuperación de energía, una de las formas efectivas de reducir el volumen de residuos plásticos sin embargo, este método es inaceptable en el ámbito ecológico. En contraste el reciclado químico es más apropiado de acuerdo con los principios de desarrollo sustentable [4]. Los primeros procesos de reciclado de residuos de PET fueron realizados por Miller en 1977 [5].

## **1.2 OBJETIVOS**

### **General**

Obtener el ácido tereftálico mediante la hidrólisis alcalina a partir de residuos del PET.

### **Particulares**

1.2.1 Diseñar un prototipo para triturar las botellas del PET

1.2.2. Diseñar un prototipo de reactor tipo batch para la degradación del PET

1.2.3. Degradar el PET mediante hidrólisis alcalina utilizando el catalizador bromuro de tributylhexadecilfosfonium y obtener el ácido tereftálico

1.2.4. Encontrar las condiciones de reacción para un mayor rendimiento de la degradación del PET

1.2.5. Caracterizar el ácido tereftálico obtenido en la degradación alcalina mediante técnicas analíticas instrumentales

1.2.6. Recuperar el catalizador usado en la reacción de degradación alcalina y reducir los residuos generados en éste proceso.

### 1.3 JUSTIFICACIÓN

Utilizar los grandes volúmenes de residuos del PET para la obtención del ácido tereftálico mediante la degradación del mismo a sus compuestos de origen. Esto contribuirá en la reducción del volumen de residuos poliméricos y en la conversión de materiales de bajo costo a otros de alto valor, en cumplimiento con la norma NOM-083 para el manejo de Residuos Sólidos Urbanos [6].

## **1.4 HIPÓTESIS**

Es posible alcanzar una conversión de la reacción de degradación de hidrólisis alcalina del PET al menos del 75 % con el reactor prototipo diseñado.

## 2. MARCO TEÓRICO

### 2.1 Propiedades del PET

El enlace químico del PET está considerado como el responsable de su temperatura de transición cristalina ( $T_g$ ) que no presentan otros polímeros (Figura 2.1). La baja flexibilidad del enlace es el resultado de la naturaleza del grupo etileno y la presencia del grupo p-fenilo, lo cual afecta la relación estructural del PET y sus propiedades como la transición térmica. El índice de refracción del PET es de  $n=1.725$  (relativamente alto) este hace que no sea fácil de tintar con los pigmentos habituales para tal efecto. No ocurre así con los aditivos denominados tintes, cuya única condición para ser utilizados es que sean compatibles con el polímero y se disuelvan en su masa sin originar discontinuidades que produzcan la dispersión de las radiaciones no absorbidas y que reduzcan la transparencia. La utilización de los plásticos en el envasado de líquidos que deben mantener disueltos gran cantidad de gases (como las bebidas carbonatadas) obliga a considerar el fenómeno de la permeabilidad de los gases y vapores a través de las películas de materiales plásticos [2]

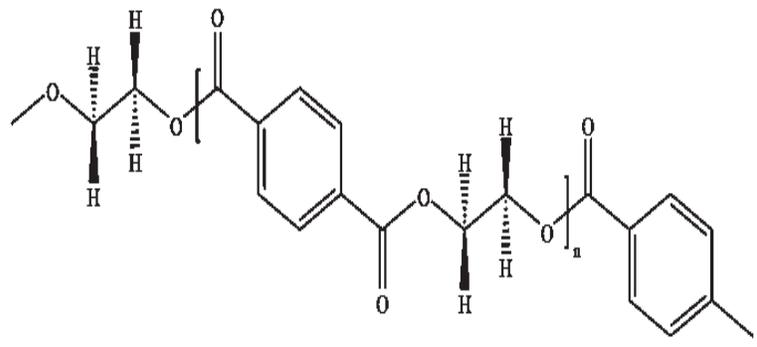


Figura 2.1 Fórmula química del PET

El PET es extremadamente duro al impacto (Cuadro 2.1), resistente al desgaste y a varios productos químicos, y posee buenas propiedades dieléctricas. Los principales usos que se le dan al PET son en forma de botella, textil y películas [3]. El PET es una buena barrera para gases y vapor de agua ya que las moléculas de gas no se disuelven con facilidad en el seno del polímero, por lo tanto su difusión a través de la estructura polimérica está restringida. De ahí que se encuentra generalizado su uso como envase de bebidas [2]. Este material tiene una gama de solubilidad muy reducida, algunos solventes orgánicos disuelven al PET a temperaturas altas: dimetilsulfona, óxido de difenilo, cetonas aromáticas, butanol y p-clorofenol. Es resistente a los hidrocarburos y aceites minerales aún a altas temperaturas, pero se disuelve con facilidad, incluso a temperatura ambiente en las siguientes sustancias: ácido cloro-acético, fenol y ácido fluorhídrico. Las bases fuertes provocan su saponificación tanto en medio acuoso como en ciertos disolventes orgánicos.

Cuadro 2.1 Propiedades físicas del PET

| Propiedad física                   | Valor                             |
|------------------------------------|-----------------------------------|
| Peso molecular (unidad repetitiva) | 192 g mol <sup>-1</sup>           |
| Densidad                           | 1.41 g cm <sup>-3</sup>           |
| Temperatura vítrea de transición   | 69 °C-115 °C                      |
| Temperatura de fusión              | 265 °C                            |
| Peso molecular promedio            | (30-80) x 10 <sup>3</sup> (g mol) |
| Rompimiento a la tensión           | 50 MPa                            |
| Impacto al esfuerzo                | 90 J m <sup>-2</sup>              |
| Absorción de agua después de 24 h  | 0.05%                             |

En la actualidad el PET es sintetizado mediante las siguientes rutas:

1ª Esterificación del ácido tereftálico y del etilenglicol a una temperatura entre 240°C-260 °C y una presión de 300 KPa-500 KPa.

2<sup>a</sup> Trans-esterificación del dimetil-tereftalato con etilglicol (150 °C) [7] y [8].

Las dos razones más importantes para el reciclado de polímeros son:

- 1) Reducir el constante aumento de los volúmenes de residuos poliméricos procedentes de distintas fuentes: contenedores de líquidos, material de envoltura.
- 2) Para la conversión de materiales de bajo costo (residuos) a sus materiales de origen con un alto valor.

“El PET encabeza la lista de los polímeros más reciclados por su facilidad de manejo con diferentes métodos” [4]. El reciclado químico o despolimerización se lleva a cabo por degradación química como glicólisis, hidrólisis y amino-lisis. La metanolisis es otra vía de reciclado químico del PET en donde se utiliza el trisopropóxido de aluminio como promotor de la reacción para llegar a sus monómeros: dimethylterephthalate (BMT) y etilenglicol (EG) en una proporción equimolar [9].

Actualmente, existe un crecimiento en el empleo de la hidrólisis para el reciclado químico del PET [10]. En este proceso, el consumo de energía y el impacto ambiental son bajos y la recuperación de materiales estará listo para asimilarse a la tecnología de síntesis de polímeros. El grupo carboxilo del grupo fenilo, mediante la presencia de la solución de NaOH logra la degradación de los polímeros” [11]. El reciclado de los residuos de PET como una tecnología de síntesis de polímeros es una práctica interdisciplinaria que requiere de los conocimientos de química y de física de polímeros, de ingeniería de procesos e ingeniería de manufactura [4].

Otro reciclado químico del PET es mediante glicólisis con exceso de etilenglicol en presencia de sales de metales pesados de alto impacto ambiental entre ellos acetato de zinc, carbonato de sodio y sulfato de potasio [12].

## 2.2 Reacciones con catalizador

El catalizador es una sustancia que aumenta la velocidad de una reacción química, tomando parte en ella, pero sin llegar a ser un producto. Los catalizadores generalmente reaccionan con uno o más de los reactivos para formar productos intermedios que, posteriormente, conducen al producto final de reacción. En el proceso se regenera el catalizador [13].

El siguiente esquema es típico de una reacción catalítica, donde **c** representa el catalizador, **x** e **y** son reactivos, y **z** es el producto de la reacción de **x** e **y**:



Aunque el catalizador es consumido por la Reacción(1), posteriormente es producido por la Reacción (4). La reacción global se muestra en la Reacción (5)



El catalizador es una sustancia que aumenta la velocidad de una reacción química, tomando parte en ella, pero sin llegar a ser un producto. De acuerdo con la teoría del compuesto intermedio puede interpretarse que el catalizador forma con alguno de los reactantes, un complejo que altera la energía libre de activación de la transformación y facilita caminos de reacción que en su ausencia serían de escaso significado. La ruptura del complejo debe liberar el catalizador en un estado tal que siga funcionando, estado que en general no corresponde al que tenía el catalizador al inicio de la reacción. “El conocimiento científico y el control del fenómeno catalítico, llevarán a resultados incalculables en el desarrollo de procesos tecnológicos” (Guillermo Ostwald, 1909) [13]. En el presente trabajo, la

reacción de hidrólisis alcalina se realiza en presencia de un catalizador. “El catalizador promueve la de-polimerización del polímero a sus monómeros” [14]

## 2.3 Técnicas analíticas instrumentales

Las técnicas analíticas instrumentales son los procedimientos usados en el laboratorio para identificar, cuantificar y caracterizar diversas muestras. Las siguientes técnicas analíticas instrumentales se utilizaron en este trabajo de tesis.

**2.3.1 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).**- En esta técnica se requiere de un microscopio, sistema óptico que transforma un objeto en una imagen, la cual amplifica las características del objeto proporcionando información morfológica superficial de materiales inorgánicos y orgánicos. Se ha diseñado principalmente para estudiar las superficies de los sólidos a grandes aumentos, que en comparación con el microscopio óptico, el MEB posee una resolución y profundidad de foco más grandes. Con el microscopio óptico se resuelven detalles del orden del micrón, mientras que con el MEB son de angstrom. En el microscopio electrónico, un haz de electrones incide sobre una muestra y de la interacción de los átomos de ésta con los electrones, surgen señales que son captadas por algún detector o bien, proyectadas sobre una pantalla.

El MEB provee información sobre morfología, composición química y características de la superficie [15].

**Fundamento de la Naturaleza ondulatoria de los electrones [15].** De Broglie mostró que una partícula moviéndose a una velocidad cercana a la de la luz tenía una forma de radiación asociada con ella y formuló la ecuación fundamental de la mecánica cuántica que relaciona la longitud de onda de una partícula en movimiento en función de su velocidad y de su masa.

$$\lambda = h/mv \quad (\text{Ec. 1})$$

Donde:  $\lambda$  es la longitud de onda,  $h$  la constante de Plank,  $m$  la masa de la partícula y  $v$  su velocidad. La ecuación fundamental de la mecánica cuántica expresa que la longitud de onda de una partícula en movimiento es función de su velocidad y de su masa:

Si la partícula es un electrón y su velocidad  $1/3$  de la velocidad de la luz es igual a  $0.05 \text{ \AA}$ . que es  $100000$  veces más corta que la luz verde. Por lo tanto, la resolución de un microscopio que emplee este tipo de radiación será mucho mejor que la de un microscopio de luz. La naturaleza precisa de estas ondas de electrones es difícil de entender en términos de la física clásica y su descripción se hace mediante la mecánica cuántica.

Las ondas de electrones se pueden pensar como un quantum o paquete de radiación que acompaña a cada electrón en su trayectoria, es parte de el y permanece con el. Las características de estas ondas dependen de la posición exacta de un dado electrón en el espacio y en el tiempo; puede expresarse como la probabilidad de encontrar al electrón en esa posición.

El funcionamiento del MEB es similar al microscopio electrónico de transmisión (MET). Ambos tienen características en común tales como el cañón generador del haz de electrones, los lentes condensadores, el objetivo, y el sistema de vacío. La diferencia principal entre ellos es la manera en que forman y aumentan la imagen.

## DESCRIPCIÓN DE LOS COMPONENTES DEL MEB

Un cañón electrónico (Figura 2.3.1) consiste en una fuente emisora de electrones que en general es un filamento de tungsteno que sirve de cátodo con cubierta de metal (cilindro de wehenelt) para el filamento, y un ánodo. Los electrones que salen del filamento son acelerados a gran velocidad por el par de electrones a los que les aplica diferentes de potencial de hasta  $50 \text{ kv}$ . La diferencia de potencial entre el filamento y el ánodo es igual al voltaje aceleración.

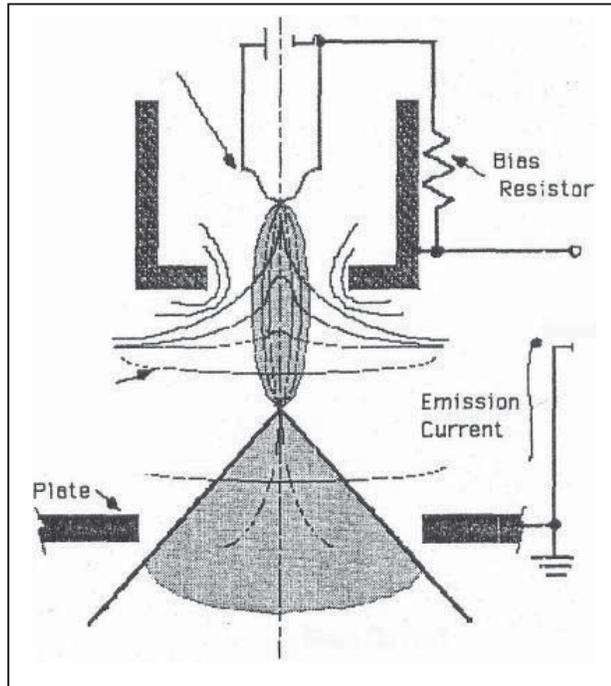


Figura 2.3.1 Diagrama esquemático del cañón electrónico del MEB

Sistema de Lentes Electrónicas. Al salir los electrones del cañón electrónico lo hacen como un fino haz divergente. El propósito del sistema de lentes es formar una electrosonda tan pequeña como sea posible.

Sistema de Barrido. Consiste en unas bobinas deflectoras que hacen barrer el haz electrónico sobre la superficie de la muestra en las direcciones x e y.

Platina. Las muestras se colocan en un portamuestras el cual a su vez se pone en la platina.

Sistema de detección. Es una combinación de un centellador y un fotomultiplicador. Sistema de Proyección de imágenes. Las imágenes se proyectan en dos tubos de rayos catódicos de alta resolución, que funcionan en sincronización con el barrido electrónico de la muestra.

Sistema de vacío. Como los electrones solo pueden viajar a distancias razonables en vacío, se necesitan presiones del orden de  $10^{-4}$  –  $10^{-6}$  Torr, de ahí que la

columna por donde tiene que viajar los electrones debe ser evacuada especialmente donde está la platina.

**Preparación de muestras para observación en el MEB.** La preparación de muestras para el MEB no requieren ser tan especiales y delgadas como para el MET, y si sobrepasa las medidas de los porta-muestras se pueden hacer réplicas. Un requerimiento que sí debe cumplir es que sea capaz de tolerar los altos vacíos dentro del instrumento y aceptar la corriente de electrones incidentes sin cargarse, de lo contrario, causaría efectos serios y a veces impredecibles sobre la trayectoria del haz incidente, y de los electrones secundarios. Para evitar lo anterior, la muestra debe ser conductora eléctrica y en caso de no serlo, se le puede cubrir con una capa delgada de metal, como el Al, Au, Pb-Pd ó Au-Pd. Ésta capa se deposita por evaporación para ser lo más delgada posible. Para obtener un recubrimiento perfecto, la muestra se sombrea primero con carbono, ya que con solo 10 °A de película de carbono se tiene una coherencia completa, con la cual existe la seguridad de que al evaporar el metal no queden sitios sin recubrir en la muestra.

Para hacer las réplicas, se aplica un barniz nitro celulósico sobre la superficie a replicar y se deja secar, luego se retira y se metaliza para hacerla conductora. Una vez lista la réplica, ésta se adhiere al porta-muestras por medio de un adhesivo que nos asegure que la muestra no quedará aislada eléctricamente.

**2.3.2. Espectroscopia de Infrarrojo (IR).**- La espectroscopia IR es una de las técnicas analíticas más poderosas para resolver problemas de estructura molecular e identificación química. Aunque en general se estudian los compuestos orgánicos, los inorgánicos contienen cationes o aniones que dan espectros útiles. El IR se encuentra en la región de microondas, entre los 750 nm (0.75  $\mu\text{m}$ ) y los 1000  $\mu\text{m}$ . La longitud de onda (micrómetros) y el número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ ) son utilizadas para caracterizar la radiación IR [16]. En el cercano IR, la mayoría de las bandas de absorción se deben a sobretonos de las vibraciones de alargamiento

de hidrógeno, las cuales son útiles en el análisis cuantitativo de varios grupos funcionales. La mayor parte de instrumentos para IR cubre un intervalo limitado ( $4000\text{ cm}^{-1}$  a  $667\text{ cm}^{-1}$ ). La región del lejano IR ( $400\text{-}10\text{ cm}^{-1}$ ) proporciona información sobre las transiciones rotacionales, formas vibracionales de los retículos cristalinos y vibraciones estructurales de moléculas grandes.

Como un contraste muy marcado con las regiones ultravioleta y visible, casi todas las sustancias muestran absorción en la región IR, excepto las moléculas monoatómicas y homopolares como el He, Ne,  $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$  e  $\text{H}_2$ . Además, ningún par de compuestos con diferente estructura tiene el mismo espectro IR, excepto para isómeros ópticos y ciertos polímeros de alto peso molecular, los cuales no pueden ser diferenciables con instrumentos de fácil adquisición. Por otra parte, los límites de detección y sensibilidad de la espectrofotometría IR son más bajos que los de espectrofotometría ultravioleta y visible. En general, los componentes presentes en una mezcla menor de 1% no son detectables [16].

La espectroscopia IR se fundamenta en la absorción de la radiación IR por las moléculas en vibración. Esto es lo que se conoce como un *oscilador armónico simple*. (Figura 2.3.2)



Figura 2.3.2 Movimiento armónico simple

La descripción a la Figura 2.3.2 nos muestra que las esferas puestas en movimiento, comenzarán a oscilar, o vibrar de aquí para allá a lo largo del resorte, a una cierta frecuencia que dependerá de las masas de las esferas y de la rigidez del resorte. Una esfera de masa pequeña se moverá con mayor facilidad que otra de masa mayor. Por lo tanto, las masas más pequeñas oscilan a mayor frecuencia que las masas más grandes

A cualquier temperatura por encima del cero absoluto, todos los pequeños osciladores armónicos simples que constituyen una molécula se encuentran en vigorosa vibración. Da la casualidad de que la luz infrarroja está en el mismo rango de frecuencia que la molécula en vibración. De modo que si irradiamos una molécula en vibración con luz infrarroja, absorberá aquellas frecuencias de la luz que sean exactamente iguales a las frecuencias de los distintos osciladores armónicos que constituyen dicha molécula. Una molécula absorberá la energía de un haz de luz del IR cuando dicha energía incidente sea igual a la necesaria para que se dé una transición vibracional de la molécula.

Toda onda electromagnética está constituida por una onda eléctrica y una onda magnética. Cada onda electromagnética posee un valor de energía (E), así como de frecuencia ( $\nu$ ), longitud de onda ( $\lambda$ ) y un número de ondas ( $u$ ); los que se relacionan entre sí a través de las siguientes ecuaciones:

$$E = h\nu \quad (\text{Ec. 2})$$

$$\nu = c/\lambda \quad (\text{Ec. 3})$$

$$E = h(c/\lambda) \quad (\text{Ec. 4})$$

$$u = 1/\lambda \quad (\text{Ec. 5})$$

Existen dos requerimientos para la absorción de la radiación electromagnética por la materia:

- 1) La radiación debe tener precisamente la energía correcta para satisfacer los requerimientos de energía del material y
- 2) Debe haber una interacción entre la radiación y la materia.

La radiación en la región IR tiene la magnitud apropiada de energía para causar transiciones vibracionales en las moléculas. El primer requerimiento para la absorción se satisface si a una frecuencia dada de radiación IR corresponde una frecuencia de vibración fundamental de una molécula dada. Para satisfacer el segundo requerimiento, la molécula debe sufrir un cambio en el momento dipolar. Si no ocurre cambio en dicho momento cuando la molécula vibra, no habrá

interacción entre la radiación electromagnética y la molécula, y no habrá absorción. A tal vibración se le llama inactiva en el IR.

El momento dipolar es una propiedad vectorial, es decir, tiene magnitud y dirección, y resulta de la desigual compartición de electrones entre átomos. Aunque es una magnitud vectorial, el momento dipolar es una propiedad estacionaria y no dinámica de la molécula. Las propiedades estacionarias deben permanecer invariables en cada operación de simetría de la molécula, y para que el vector momento dipolar permanezca invariable, éste debe encontrarse sobre cada uno de los elementos de simetría. Para dilucidar la caracterización de un grupo funcional es necesario consultar en la bibliografía o en base de datos las resoluciones de las diferentes bandas a longitudes específicas de onda.

**Preparación de la muestra para análisis en el IR.** La preparación dependerá del equipo a utilizar así como del estado físico de la muestra; si se tratará de gases en lo general se utiliza una celda (5 cm-10 cm), ya que los gases muestran absorbancias relativamente débiles. Para sólidos se preparan pastillas con bromuro de potasio finamente triturados con el objeto de remover efectos dispersores de cristales grandes. Para líquidos también se provee de una celda especial constituida de sales de alta pureza (bromuro de potasio) para eliminar interferencias

**2.3.3 Difracción de Rayos X (DRX).**- Los rayos X son una forma de radiación electromagnética de energía alta y longitud de onda pequeña del orden de los espacios interatómicos de los sólidos.

**Fundamento.** Cuando un haz de luz de rayos-X incide en un material sólido, parte de este haz se dispersa en todas direcciones a causa de los electrones asociados a los átomos o iones que encuentra en el trayecto y el resto del haz puede dar lugar al fenómeno de difracción de rayos-X, que tiene lugar si existe una disposición ordenada de átomos y si se cumplen las condiciones dadas por la Ley

de Bragg que establece que la interferencia es constructiva cuando la diferencia de fase entre la radiación emitida por diferentes átomos es proporcional a  $2\pi$ .

(Ec.6)

Donde:  $n$  es un número entero,  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X,  $d$  es la distancia entre los planos de la red cristalina y  $\theta$  es el ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión. Relacionando la longitud de onda de dichos rayos-X y la distancia interatómica del ángulo de incidencia con el ángulo del haz difractado. Si no se cumple la Ley de Bragg, la interferencia es de naturaleza no constructiva y el campo del haz difractado es de intensidad muy baja [17].

En la Figura 2.3.3 se muestra el fenómeno de difracción de un haz de luz conformada por planos de átomos distanciados a una longitud  $d$ . Para el primer plano, los rayos 1 y 1a golpean los átomos K y P los cuales son dispersados en todas las direcciones; pero para cierta dirección, estos rayos (1' y 1a') se encuentran en fase y por lo tanto se cumple que:  $QK - PR = PK\cos\theta - PK\cos\theta = 0$

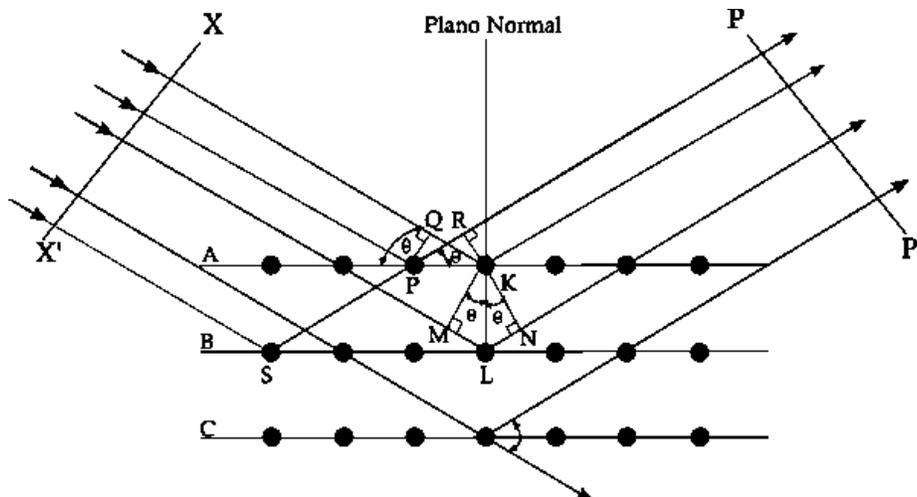


Figura 2.3.3 Fenómeno de difracción de un haz de luz

**Preparación de las muestras y tipos de análisis.** Las muestras que se someten a los rayos-X deben estar en forma de polvo fino, policristalino, compacto soportado en láminas delgadas. La identificación de fases cristalinas se realiza mediante comparación de los difractogramas con la base de datos *Powder Diffraction file* del soft-ware del equipo.

El análisis cuantitativo mineralógico se realiza por el método de Rietveld. El análisis cuantitativo de fases amorfas, mediante el método de Rietveld añadiendo estándar interno. Para identificación y caracterización de materiales también existen los siguientes tipos de análisis: cuantificación de polimorfos y pseudo-polimorfos de fármacos sólidos cristalinos; afinamiento de estructuras cristalinas y resolución ab-initio de estructuras cristalinas ambos por el método de Rietveld.

Análisis microestructural (tamaños y formas de partículas/dominios coherentes de difracción). Análisis de capas delgadas. Transiciones de fase a procesos de calentamiento/enfriamiento

### 3 ANTECEDENTES

#### 3.1 Marco de referencia

Alrededor del mundo se producen 140 millones de toneladas anuales de polímeros sintéticos, los cuales son extremadamente estables y sus ciclos de degradación a cielo abierto se logran en cientos de años. La degradación de polímeros puede llevarse a cabo mediante calor, radiación o tratamientos bioquímicos. La degradación química resulta de tratar los residuos poliméricos con ácidos y álcalis. En el reciclado de polímeros, el PET representa uno de los más utilizados y explotados. De acuerdo con la asociación Petcore (PET Container Recycling Europe) en Europa, el PET post-consumo recolectado en peso en el año 2006 fue de 944000 t con incremento de 18.5% con respecto al año anterior. De éste total 38.6% corresponde a la presentación en botella de PET [18]. En Australia, el consumo total en peso de PET en el año 2000 fue de 88258 t, de las cuales 28113 t, se reciclaron, lo cual representa 32 % del consumo total en ese país [19]. "Los residuos de PET siguen en aumento y por ello, es importante reducir el uso de los recursos naturales mediante el reciclaje físico, térmico y químico de este residuo plástico" [20]. En Estados Unidos, a finales de 1994, 40 estados de la unión americana legislaron en favor del proceso de reciclado del PET. Al inicio de 1994, en el estado de Florida se legisló para que 25% de los materiales de botellas post-consumo se reciclaran [21]. En Canadá, Firas Awaja y en Australia, Dumitru realizaron trabajos sobre el reciclado de residuos de PET [4]. En España, se trabaja en el reciclado de los polímeros "los plásticos son la fuente más importante de los residuos sólidos no-biodegradables, su destrucción es un gran problema, ellos representan de 6% a 7% en peso total de los residuos sólidos. Además, ocupan grandes espacios que es necesario reducir para eliminar la contaminación del medio ambiente" [10].

En México, la problemática ambiental ocasionada por la generación de Residuos Sólidos Urbanos (RSU), muestra una marcada relación entre los niveles de contaminación y la situación geográfica, el tamaño y la dinámica del asentamiento

humano y el crecimiento económico. La presión ejercida por el crecimiento demográfico, industrial y la carencia de planeación integral del uso del suelo y sus recursos han dado lugar a un desarrollo ambiental desequilibrado [22].

El INEGI (Instituto Nacional de Estadística y Geografía Integral) no cuenta con información precisa sobre los montos del reciclado de PET. Existe la norma NOM-083 para el manejo de Residuos Sólidos Urbanos [6] que en su artículo quinto especifica la obligación de reducir, reutilizar y reciclar los volúmenes de PET y darles otros usos, ésta es una razón de peso del presente trabajo. El inadecuado manejo y disposición final de los RSU en el presente es uno de los problemas de contaminación de más gravedad, en el ámbito social, económico y político, que afectan a un número cada vez mayor de habitantes, mermando su calidad de vida, lo cual provoca enfermedades y focos de infección en donde proliferan plagas nocivas para el ser humano y su comunidad.

El manejo de los residuos en vertederos a cielo abierto y la incineración son las prácticas más usadas en el territorio nacional en lugar del reciclaje fraccionado y el compostaje. Esto da origen a la contaminación ambiental en forma visual y de los mantos acuíferos por los lixiviados, lo que representa un riesgo potencial para la salud humana y demás seres vivos. Actualmente, los escasos mecanismos para evaluar el deterioro ambiental en México y la insuficiencia de estudios o proyectos formales en materia de contaminación de RSU se concluye que las autoridades municipales en general, no han participado en forma adecuada en la prestación de los servicios públicos de limpieza, principalmente en lo que se refiere a disposición final de dichos residuos. De acuerdo con la Dirección de Aseo Público de la ciudad de Morelia, Mich., el problema de los RSU se agudizó en la última década, por lo que se requiere de replanteamiento de la política ambiental y se deslinde este problema de intereses políticos. Con el fin de que la vigilancia de las normas y la legislación vigente se vuelva más eficaz y se cumpla, es necesaria la participación de los diferentes sectores de la sociedad, a partir de una cultura de concientización respecto al medio ambiente. Estos pasos tendrán que darse paulatinamente, mediante un plan a mediano plazo y evitar caer en acciones

precipitadas que ocasionen el gasto de recursos económicos, el sobreendeudamiento del municipio, casos de corrupción y, la ejecución de obras y proyectos que resulten inviables [23].

Existe la urgencia de promover la concientización del manejo de RSU de una comunidad generadora (toda persona física o moral que produce residuos a través del desarrollo de procesos productivos o de consumo) según se define en el Artículo quinto Fracción novena de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos (LGPGIR). En cada uno de los miembros que conforman la comunidad se encuentra la solución a este manejo adecuado, siendo la selección en el origen la que proporcionará calidad en los materiales clasificados para su reciclo y/o reutilización. Otros factores que favorecen la calidad de los materiales para reciclar son el tipo y capacidad de los contenedores y su localización a una distancia conveniente para su almacenamiento temporal. La consecuencia de esto, dará un valor agregado a la salud pública y estética del paisaje. En relación con la legislación, la formulación y ejecución de planes de manejo de residuos sólidos urbanos, químicos peligrosos y biológico-infecciosos, generados en las comunidades, se basa en las disposiciones de la LGPGIR y la norma oficial mexicana (NOM-083-ECOL-93) que establece las características de los residuos peligrosos, el listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente. A esto se le conoce como prueba CRETIB (corrosivo, reactivo, tóxico, inflamable y biológico infeccioso) así como la NOM-087-ECOL-SSA1-2002 para la Protección ambiental - Salud ambiental - Residuos peligrosos biológico infecciosos.

En lo referente a los RSU, la LGPGIR en su Artículo quinto Fracción treinta y tres, se entiende por residuos sólidos urbanos, a aquéllos generados en las casas habitación que resultan de la eliminación de los materiales utilizados en sus actividades domésticas, de los productos que consumen y *de sus envases (PET)*, embalajes o empaques; los residuos sólidos que provienen de cualquiera otra actividad dentro de los establecimientos o en la vía pública que generen residuos

con características domiciliarias y, los resultantes de la limpieza en la vía y lugares públicos. En la Fracción treinta y cuatro para efectos de esta Ley, se entiende por **responsabilidad compartida**, al principio mediante el cual se reconoce que los RSU y de manejo especial son generados de las actividades que satisfacen necesidades de la sociedad, mediante cadenas de producción, proceso, envasado, distribución, consumo de productos y que en consecuencia, su manejo integral es una corresponsabilidad social que requiere la participación conjunta, coordinada y diferenciada de productores, distribuidores, consumidores, usuarios de subproductos y de los tres órdenes de gobierno según corresponda, de acuerdo con un esquema de factibilidad de mercado y eficiencia ambiental, tecnológica, económica y social [23].

La LGPGIR en su Artículo quinto Facción diecisiete para efectos de esta Ley, se entiende por Manejo Integral a las actividades de reducción de la fuente, separación, reutilización, reciclaje, co-procesamiento, tratamientos biológico, químico, físico y disposición final de residuos, individualmente realizadas o combinadas de manera apropiada, para adaptarse a las condiciones y necesidades de cada lugar, con el fin de cumplir con objetivos de valorización, eficiencia sanitaria, ambiental, tecnológica, económica y social [23].

De acuerdo con los tratados internacionales en los que participa México y en apego a la norma oficial mexicana NOM-083-ECOL-93. Los productos que se obtengan mediante reacciones químicas como sólidos y líquidos deben estabilizarse antes de desecharlos al medio ambiente y de ser posible, reintegrarlos a los procesos químicos industriales en donde se puedan utilizar [24].

Los materiales peligrosos procedentes de diversos procesos industriales no han recibido mucha atención en su manejo. Esto es especial cuando se considera que el volumen de material peligroso que transita en el Norte de América y Europa es de alrededor de 140 millones de toneladas [25].

De una forma responsable, todo profesional que realice la transformación de recursos naturales en bienes de consumo para el hombre dentro de su quehacer

debe confinar ó reducir los residuos peligrosos generados durante cualquier proceso industrial y prevenir posibles afectaciones al medio ambiente (suelo, aire y agua) con el fin de preservar la vida animal y la calidad de vida humana.

### **3.2 Aplicaciones**

La obtención de carbón activado mediante los residuos de PET en un proceso de pirolisis es una de las aplicaciones que se ha desarrollado como reciclado terciario para éste material, ya que el carbón activado se aplica para la purificación de agua [2].

Una aplicación de los residuos del PET (botellas) fragmentados en 5% en peso de agregados finos (arena natural) es presentado en sustitución de éstos agregados finos en el concreto logrando similares características de trabajo, esfuerzo a la compresión y baja diferenciación en esfuerzo a la tensión con referencia al concreto tradicional [26].

Una de las ventajas de usar el PET reciclado en la producción de concreto polimérico es que los residuos del PET no se purifican, incluyendo la remoción del color que lo exenta de otras aplicaciones de reciclados del PET que sí lo requieren (recubrimientos, almohadas y carpetas, entre otras), lo cual deberá disminuir los costos en el uso de la resina base en el reciclado del PET. El reciclado del PET en aplicación de concretos poliméricos también ayuda en rescatar la energía y propiciar un largo periodo de disposición de residuos del PET, una importante consideración en la aplicación de reciclados. En este proceso, el PET reciclado de residuos es des-polimerizado por medio de glicolisis hasta producir resina de poliéster insaturada (UPER), que esta resina es usada como un agente blindado para producir polímero mortero (PM) y concreto polimérico (CP). El PM y el CP ambos formados por enlaces cruzados de estireno con el UPER en presencia de radicales libres. El estireno también ayuda a reducir la viscosidad del UPER [27].

Otro trabajo de aplicación de residuos de PET es el de “Recubrimientos de PET depositados en acero al carbono por aspersion térmica a partir de residuos de

PET de garrafas”. En este trabajo se presentan micrografías en donde se visualiza la morfología del PET triturado a magnificaciones microscópicas en el MEB [28].

En el trabajo intitulado “Modificación Química del PET post-consumo en reacción con el ácido sulfúrico” se perciben cambios en la estructura y propiedades del PET en donde se especifican las bandas de absorción de éste en la longitud de onda de  $1710\text{ cm}^{-1}$  a  $1660\text{ cm}^{-1}$  típicas del grupo carboxílico presente en el PET [29].

Una Empresa embotelladora de bebidas carbonatadas [30] crea la única botella con plástico rediseñado que utiliza hasta 30% de material renovable proveniente de plantas y que es 100% reciclable. No hay diferencia entre la vida útil, peso, composición química o apariencia de ésta botella Plantbottle y la botella de PET tradicional. La diferencia estriba en que desde el cultivo de las materias vegetales para la elaboración de esta botella hasta la producción de la resina, la huella de carbono de los envases es 20% menor. El polímero PET se forma de dos componentes el monoetilenglicol (MEG) que conforma 30% del PET en peso, y el *ácido tereftálico purificado (ATP)* que conforma 70% en peso restante. La tecnología existente en la actualidad, sólo permite sustituir el componente MEG de origen vegetal. Sin embargo, se hacen investigaciones para desarrollar tecnologías que permitan sustituir ambos componentes a partir de materias primas de origen vegetal no comestible. La finalidad de la empresa embotelladora es desarrollar empaques sustentables y reciclables hechos de fuentes renovables, mediante uso de desechos no alimenticios de origen vegetal, tales como trozos de madera o tallos de maíz demostrando que las empresas pueden colaborar a reducir el impacto ambiental, al mismo tiempo de asegurar los recursos naturales en beneficio de las próximas generaciones.

Durante el presente año 2010 en su etapa de lanzamiento de la botella Plantbottle se pretende una producción de 2000 millones de piezas, esto significa reducir la cantidad de petróleo en un equivalente similar al que se requiere para producir más de 11 millones de litros de gasolina. El objetivo de esta empresa es que todas las botellas de plástico de los empaques se elaboren con 100% de materias

primas renovables manteniendo las características de reciclaje de las botellas PET en el mercado. En México como en Dinamarca, E.U.A., Canadá, Japón y Brasil, estas botellas innovadoras serán introducidas en el año 2010 en presentaciones de 400 y 600 ml con la pretensión de que en un futuro todas las botellas de PET de sus bebidas se distribuyan en empaques Plantbottle. Esta empresa siempre ha apostado al desarrollo de nuevas tecnologías para aligerar, reciclar y reutilizar empaques, por lo cual es la primera compañía en el mundo en lanzar una botella de bebida elaborada con PET reciclado.

La empresa embotelladora propone una filosofía de vida que se suma a todos los esfuerzos que buscan hacer de nuestro planeta un mejor lugar para vivir, apuntando a la sustentabilidad como el mejor lugar para vivir. La empresa se sitúa firmemente en la sustentabilidad como la mejor vía para promover la adopción de una actitud positiva, así como generar un compromiso colectivo que motive a colaboradores y socios de negocios a marcar una diferencia tangible en beneficio de las comunidades a las que se sirven y se pertenecen.

Por consecuencia la reutilización, reciclado o **degradación** de los residuos poliméricos (entre ellos el PET) conduce al uso racional de los recursos naturales, al ahorro de energía y por ende a frenar el deterioro ambiental.

## 4. METODOLOGÍA

En el presente capítulo se detalla la metodología para desarrollar esta investigación

**4.1 Torno Prototipo.** Después de realizar varias pruebas para el corte de las botellas de PET (entre ellas pruebas criogénicas; que no fueron favorables) se adaptó un motor tipo doméstico (taladro) de la marca DeWALT modelo DW5085-B3 de corriente AC de 5.5 A, con voltaje de 120 V, de frecuencia de 50Hz-60Hz (Figura 5.1) a un soporte de madera, el taladro se fijo en un extremo del soporte y en el extremo opuesto se instaló un clavo de donde se sujetaban las botellas de PET con lo cual se logró el funcionamiento de un torno, y con una segueta estándar se trituraron las botellas de forma manual.

**4.2 Reactor Prototipo.** Se adaptó una olla de presión marca ECKO con capacidad de 5 L, de acero inoxidable que trabaja hasta una presión de cuatro atmósferas, a la cual se le adaptaron 2 válvulas una de llenado de gas y otra de barrido, el barómetro tiene un rango de presión de (0 a 4lbplg<sup>-2</sup>) y un termómetro que oscila (0 a 150 °C). A éste equipo se hará referencia en lo sucesivo como el reactor-batch (Figura 5.2). Al reactor-batch se le adaptó un recipiente de aluminio con capacidad de 5L (baño de aceite) con la finalidad de proporcionarle un calor constante al reactor-batch). El aceite utilizado en el baño fue aceite reciclado de automóvil.

### 4.3 Metodología de Obtención de ácido tereftálico (ATP)

Los pasos seguidos para la obtención del ATP desde la selección del PET tratado hasta la identificación del ATP se muestran en la ruta experimental (Figura 4.3.3).

Se seleccionó como materia prima, envases de PET procedentes de bebidas carbonatas de marca conocida, con una capacidad de 2 L y un peso de 80g cada una. A los envases de PET se les retiraron las etiquetas y tapaderas que corresponden a otros polímeros. Se lavaron con detergente y agua. Por cada envase fue posible obtener 35g de PET cortado a tamaño micrométrico.

**4.3.1 Determinación del tamaño de partícula del PET.** Se determinó el tamaño de partícula del PET en el equipo Horiba modelo Capa 300. La muestra de PET

triturada se colocó en una celda de vidrio y se diluyó en agua des-ionizada para la determinación del tamaño de partícula.

4.3.2 Morfología del PET.- La morfología se realizó en el MEB de marca JEOL, modelo (JMS 6400), para ello las muestras sólidas se metalizaron con cobre y se observaron a diferentes magnificaciones: 200x 100 micras ( $\mu$ ) y 1000x 10 micras ( $\mu$ ).

4.3.3 Ruta experimental para obtención del ácido tereftálico. El proceso de obtención comienza utilizando las partículas del PET trituradas en el torno prototipo (Figura 5.1) y dando seguimiento al diagrama de flujo que se muestra en la Figura 4.3.3.

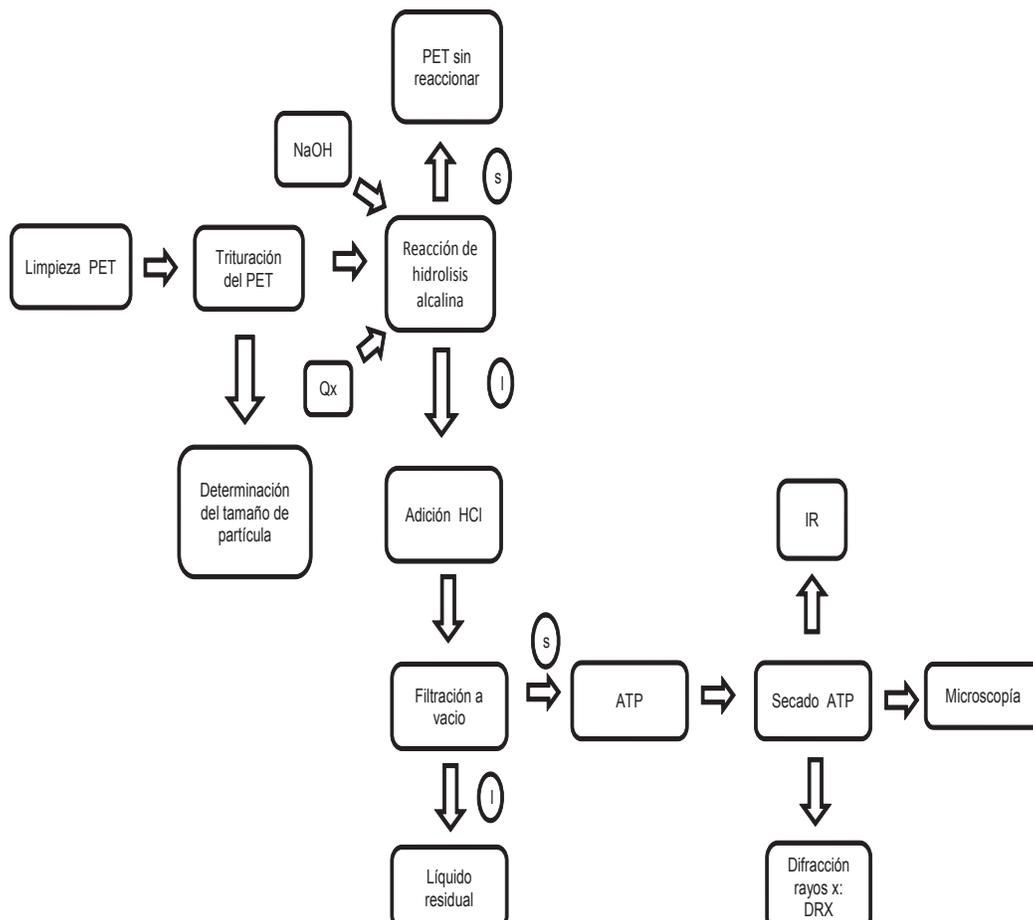


Figura 4.3.3 Ruta experimental de obtención del ácido tereftálico

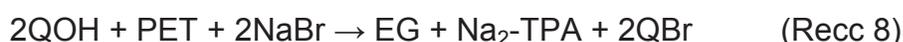
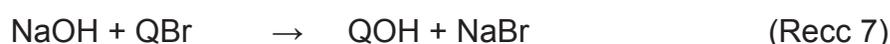
Donde se usó la siguiente codificación: PET (polietileno-tereftalato), Qx (tributylhexadecylphosphonium), tereftalato de sodio ( $\text{Na}_2\text{-TPA}$ ), etilenglicol (EG), ATP (ácido

terftálico), IR (espectrofotómetro de infrarrojo), DRX (difracción de rayos X), l (liquido), s (sólido).

Una vez cortado el PET se colocó en el reactor batch y se hidrolizó con una solución de NaOH en presencia del 3Bu6Dpb (bromuro de tributylhexadecylfosfonium: QBr) como catalizador, produciendo la sal de Na<sub>2</sub>-TPA, NaBr y etilenglicol (EG) de acuerdo con la reacción 6.



El proceso de la reacción continúa de acuerdo con las reacciones 7 y 8



La relación de pesos entre los reactivos utilizados se muestra en el Cuadro 4.3.3

Cuadro 4.3.3 Reactivos utilizados en la obtención de ATP

| Reactivos            | Concentración       | Peso  |
|----------------------|---------------------|-------|
|                      | Mol L <sup>-1</sup> | g     |
| PET                  | 292.10              | 28.16 |
| NaOH                 | 1666.70             | 33.40 |
| Catalizador(3Bu6Dpb) | 73.00               | 18.02 |

El reactor batch se sumergió en el baño de aceite, con lo cual se mantuvo un control de temperatura adecuado para la reacción, para ello se utilizó una parrilla eléctrica con agitación magnética marca Jenway modelo 1103, una vez alcanzada la temperatura de 80 °C, se mantuvo una atmósfera inerte de N<sub>2</sub> de 30 kg cm<sup>-2</sup>, condiciones que se aplicaron durante 2 h a una velocidad de agitación de 600 rpm.

Una vez concluido el tiempo de 2 h se suspendió tanto la reacción de manera drástica como la agitación, el calentamiento con aceite y el suministro de N<sub>2</sub> en el reactor. Posteriormente al reactor batch se le sometió en un baño de hielo (hielo con sal común: NaCl), posteriormente la fase líquida obtenida se separa el PET que no reaccionó.

Luego a la fase líquida se le adicionó ácido clorhídrico concentrado para precipitar el ATP y la solución obtenida que se percibió espesa se filtró al vacío para obtener la fase sólida que es el ATP y la fase líquida que resultó como producto de los lavados al que denominaremos líquido residual el cual se depositó en un frasco color ámbar (posteriormente será procesado; será de inicio en el proceso de recuperación del catalizador). Después el ATP se llevó al proceso de secado en la estufa a una temperatura de 90 °C por 48 h y al término se transfirió la muestra al desecador.

Se pesó la cantidad de ATP obtenida y se obtuvo el porcentaje de conversión mediante la Ec 1

$$Y\% = ((W_{ATP} / MW_{ATP}) / (W_{PET} / MW_{PET})) \dots (Ec 1)$$

Donde:  $W_{ATP}$  (peso del ácido tereftálico sintetizado),  $MW_{ATP}$  (peso molecular del ATP: 166.20 g mol<sup>-1</sup>),  $W_{PET}$  (peso del PET al iniciar la reacción),  $MW_{PET}$  (peso molecular del PET 192 g mol<sup>-1</sup>)

Se realizaron cuatro corridas para la obtención del ATP por triplicado variando la cantidad de catalizador (Cuadro 4.3.4). Al ácido tereftálico usado como referencia se le denominó ATPSTD.

Cuadro 4.3.4 Codificación de la obtención de ATP

| Código de muestra | Catalizador | Concentración     |
|-------------------|-------------|-------------------|
|                   | %           | g L <sup>-1</sup> |
| MSC               | 0.0         | 0.0               |
| M-30              | 30.0        | 10.80             |
| M-40              | 40.0        | 14.00             |
| M-50              | 50.0        | 18.00             |

La caracterización del ATP se realizó mediante técnicas analíticas instrumentales.

4.3.5 Morfología del ATP.- La morfología se realizó en el MEB marca JEOL, modelo (JMS 6400), para ello las muestras sólidas se metalizaron con cobre y se colocaron adheridas con cinta de carbón al porta-muestra del equipo, se observaron a diferentes magnificaciones: 200x 100 μ y 1000x 10 μ.

4.3.6 IR de las muestras de ATP se corrieron en el espectroscopio de infrarrojo marca Perkin-Elmer modelo 400 para lo cual las muestras fueron pulverizadas y con una espátula se colocó la muestra en el ojillo de observación del equipo.

4.3.7 DRX de las muestras de ATP las muestras se corrieron en el equipo Siemens modelo 5000 y se prepararon en forma de una capa delgada en la celda del equipo.

#### 4.4 Recuperación de los residuos de la reacción

**Aportación a las expectativas del desarrollo autosustentable del Medio Ambiente.** Se dio inicio a la recuperación del catalizador con el líquido residual procedente de la Obtención del ATP (Figura 4.40) y dar seguimiento a la ruta experimental de recuperación de los residuos de la reacción

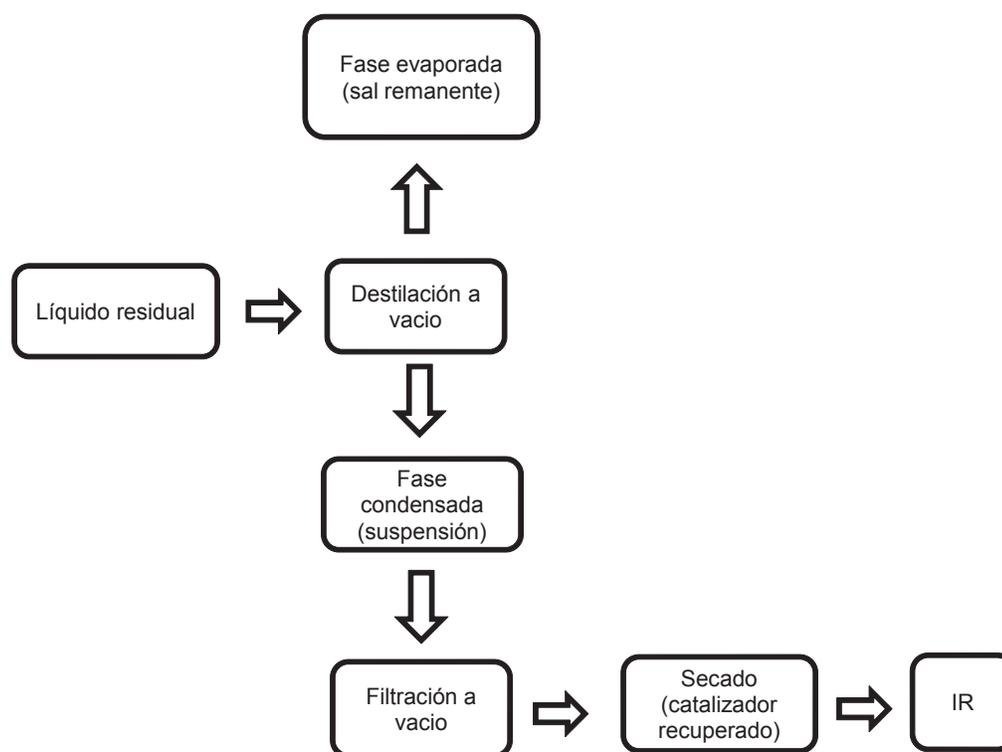


Figura 4.4 Ruta experimental de recuperación del catalizador.

El líquido residual se destiló al vacío y se obtuvieron dos fases, una evaporada y otra condensada. El equipo utilizado en la destilación al vacío fue un rota-vapor Büchi modelo R-215, el cual cuenta con un matraz de bola en donde se colocaron

550 mL del líquido residual el cual se sumergió en un baño de agua a 80 °C a una velocidad de rotación de 130 rpm con una presión de vacío de 0.45 kg cm<sup>-2</sup> y una temperatura de vapor de 48 °C. Después de 2 h de destilación se obtuvo un volumen de 330mL de una solución turbia debido a la presencia del catalizador (fase condensada) y en un recipiente color ámbar se guardó la fase evaporada para su posterior caracterización. La fase condensada se filtró al vacío y se lavó con agua caliente dando origen a la formación de una suspensión que se filtró y secó a 90 °C durante 8 h. Una vez que la sal se seca se procede a la caracterización en el IR. Como resultado de este proceso se recuperó el catalizador que se sometió a un secado para su posterior caracterización en el espectroscopio del infrarrojo.

Cuadro 4.4 Codificación de muestras en la recuperación del catalizador.

| Reactivo                       | Fase           |
|--------------------------------|----------------|
| Catalizador recuperado         | Sal recuperada |
| Cloruro de sodio               | Sal remanente  |
| Catalizador estándar (3Bu6Dpb) | Catalizador    |

4.4.1 Determinación del catalizador a través de IR. El catalizador recuperado y el cloruro de sodio se pulverizaron y con una espátula se colocaron por separado en el ojillo de observación del equipo del espectrofotómetro de IR marca Perkin-Elmer modelo 400.

## 5 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos en la degradación alcalina de residuos de PET. Comenzando con la presentación del torno prototipo utilizado como equipo de corte para las botellas de PET.

### 5.1 Diseño del torno prototipo para la trituración de las botellas de PET

El prototipo de torno diseñado que se utilizó para cortar las botellas de PET se muestra en la Figura 5.1

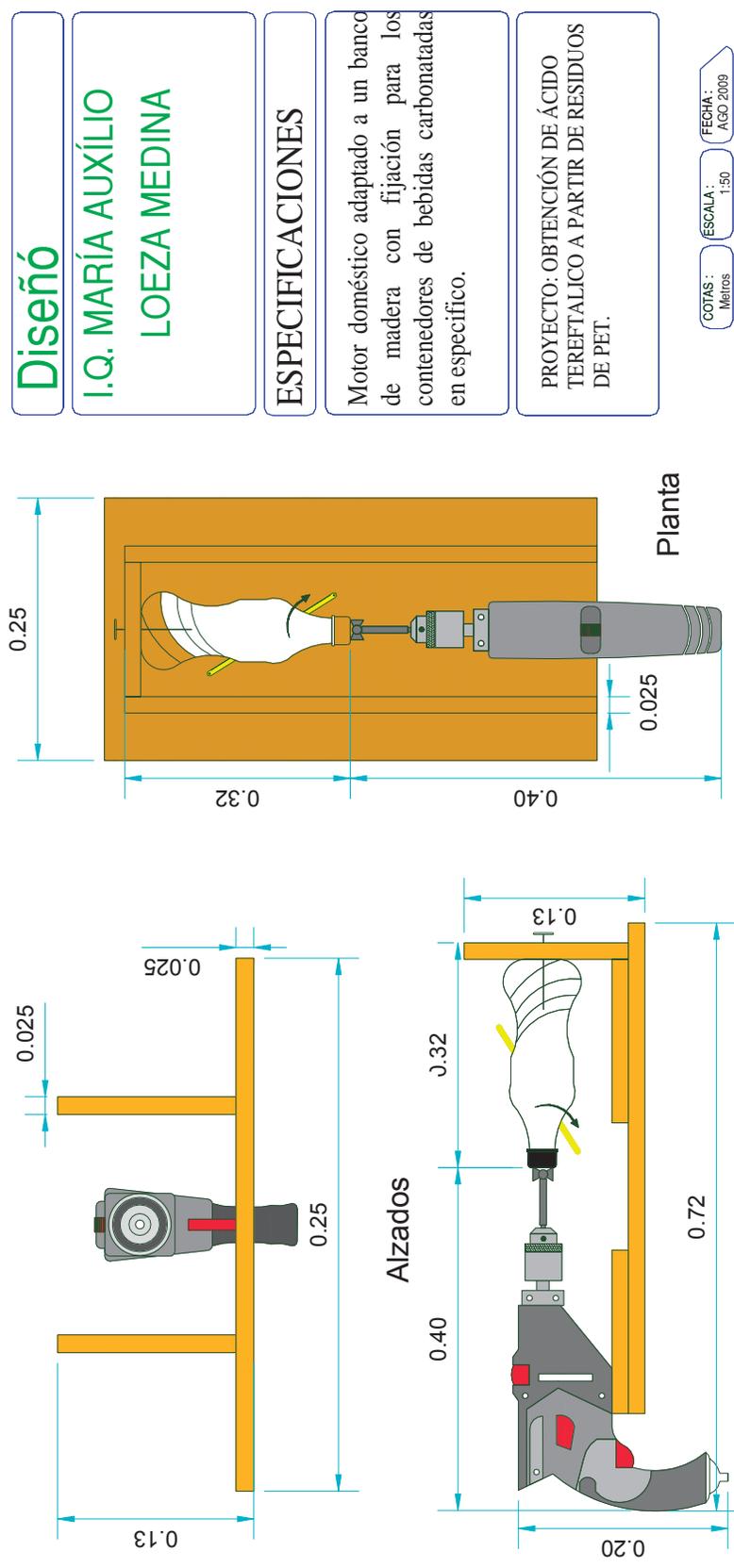


Figura 5.1 Torno Prototipo para la trituración de las botellas de PET

Se realizaron pruebas previas para intentar el corte de las botellas de PET entre ellas, pruebas criogénicas que no fueron favorables para realizar el corte a tamaño microscópico, sin embargo, con un motor doméstico de marca comercial que se realizó dicho, con una eficiencia óptima para trabajos que demandan cantidades cercanas a los 1000 g, es decir a escala de laboratorio. Cada botella cortada dio 35g de hojuelas micrométricas. Para lograr una mayor cantidad de trituración, lo anterior es posible escalarse, siempre y cuando se use un motor de mayor capacidad.

### 5.2 Diseño del reactor prototipo batch para la degradación del PET

El reactor prototipo batch de acero inoxidable diseñado para degradar el PET (Figura 5.2)

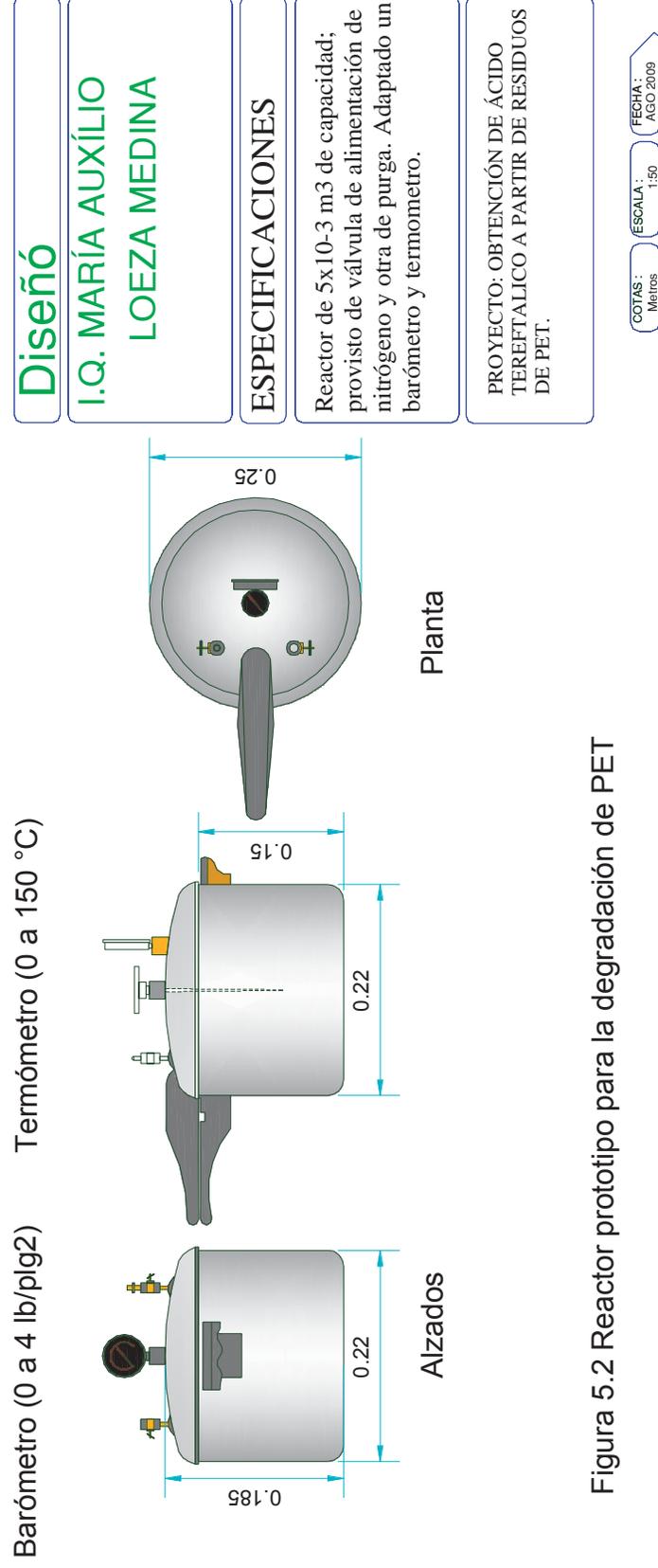


Figura 5.2 Reactor prototipo para la degradación de PET

El reactor prototipo diseñado resultó eficiente para la hidrólisis alcalina de los residuos de PET

### 5.3 Determinación del tamaño de partícula del PET y su morfología

**Determinación del tamaño de partícula.** Con el equipo prototipo diseñado para el corte del PET se requirieron 10 botellas de PET de 2 L de capacidad para lograr triturar 350 g de PET. La distribución del tamaño de las partículas de PET se muestra en el Cuadro 5.3

Cuadro 5.3 Distribución del tamaño de partícula del PET

| Diámetro promedio de partícula<br>$\mu$ | Frecuencia    |                |
|---|---------------|----------------|
|   | Relativa<br>% | Acumulada<br>% |
| 3.00                                    | 27.10         | 27.10          |
| 2.50                                    | 3.40          | 30.50          |
| 2.00                                    | 3.30          | 33.80          |
| 1.50                                    | 10.30         | 44.10          |
| 1.00                                    | 12.20         | 56.30          |
| 0.50                                    | 15.10         | 71.40          |
| 0.00                                    | 28.60         | 100.00         |
| 1.26                                    | —             | —              |

De acuerdo con la información que se obtuvo en esta determinación se concluye que las frecuencias acumuladas suman más del 50% en el rango en donde los diámetros son menores a 1.5  $\mu$ . y el diámetro promedio se encuentra específicamente en 1.26  $\mu$ .

**Morfología del PET a través del MEB.-** En relación con la morfología de las partículas de PET, éstas se observaron en el MEB en una variedad de tamaños irregulares que de acuerdo con las acotaciones de 100  $\mu$  , las partículas en promedio miden 300  $\mu$  de longitud (Figura 5.3 a y b).

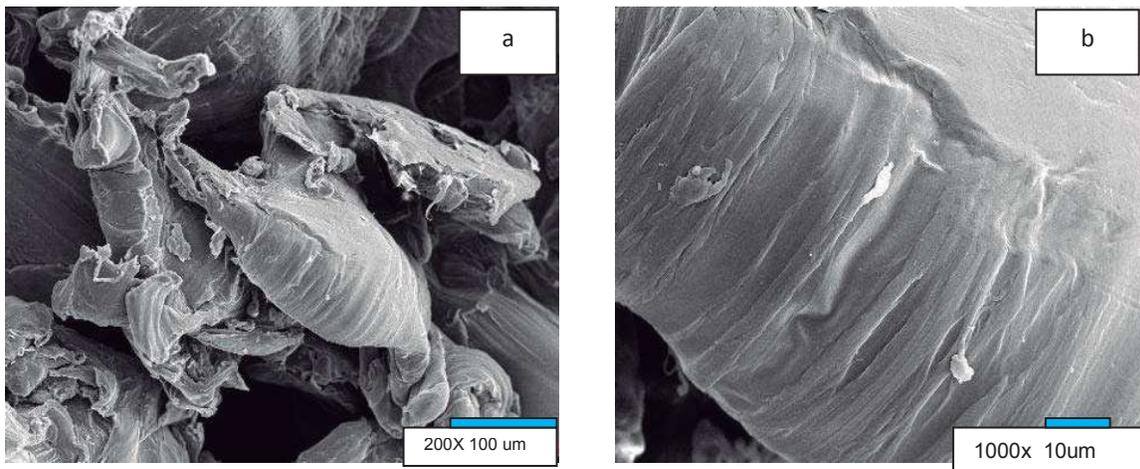


Figura 5.3 Morfología del PET a magnificaciones de 200x y acotaciones de 100 micras (a) y, a 1000x y acotaciones de 10 micras (b).

En la Figura 5.3 (b) se observa que el material sufrió una fractura de aproximadamente 70  $\mu$  al momento del corte, debido a la naturaleza de éste material plástico (amorfo) y presenta en lo general formas cuneiformes. En las Figuras 5.3 (a) y (b) se observan formas de vástago de tamaños longitudinales similares a las presentadas en el trabajo sobre recubrimientos de Polietilen-tereftalato (PET), depositados en acero al carbón a través de una técnica de aspersión térmica en donde los residuos de PET provenían de envases para agua [28].

## 5.4 Obtención del ácido tereftálico

**Conversión de la reacción.** La cantidad de ATP obtenido en las cuatro corridas de la ruta experimental (Figura 4.3.3) se resume en el Cuadro 5.4.

La cantidad de **PET** utilizada en las cuatro corridas para la obtención del ATP fue constante (**28.16 g**) y lo que varió fue la concentración del catalizador

Cuadro 5.4 Conversión de la reacción de degradación del PET

| Concentración del catalizador | PET sin reaccionar | ATP sintetizado | Conversión |
|-------------------------------|--------------------|-----------------|------------|
|                               | g                  | g               | %          |
| MSC                           | 14.95              | 02.85           | 11.76      |
| M-30                          | 04.95              | 19.70           | 81.34      |
| M-40                          | 03.95              | 20.04           | 82.75      |
| M-50                          | 02.47              | 21.88           | 90.34      |

La conversión fue favorable con la adición del catalizador en la muestra M-50 (que contiene  $18 \text{ g L}^{-1}$  de catalizador), debido a una mayor concentración del catalizador en comparación con la muestra que no lo contenía (MSC). La conversión para la muestra M-30 y M-40 son muy semejantes con una variación mínima entre las dos muestras

## 5.5 Morfología de las muestras obtenidas de ATP a través del MEB

Las muestras obtenidas MSC (Figura 5.5.1), M-30 (Figura 5.5.2), M-50 (Figura 5.5.4) y ATPSTD (Figura 5.5.3) se observaron en el MEB a diferentes magnificaciones. Se excluye la M-40 por ser de conversión semejante con M-30.

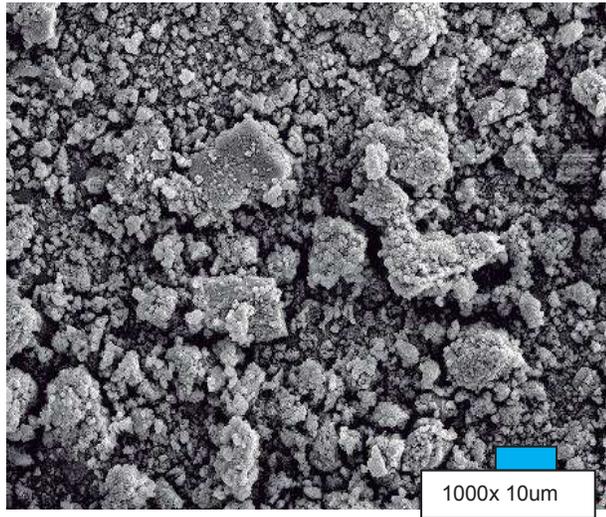


Figura 5.5.1 Morfología de muestra MSC obtenida de ATP a magnificación de 1000x y acotación de 10 μ.

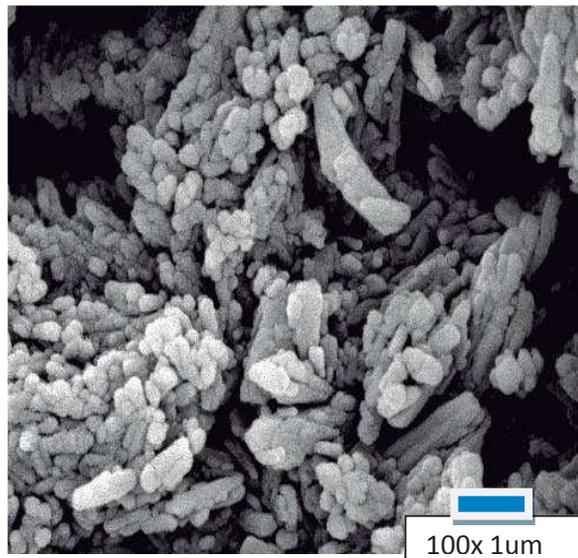


Figura 5.5.2 Morfología de muestra M-30 obtenida de ATP a magnificación de 1000x y acotación de 1 nm.

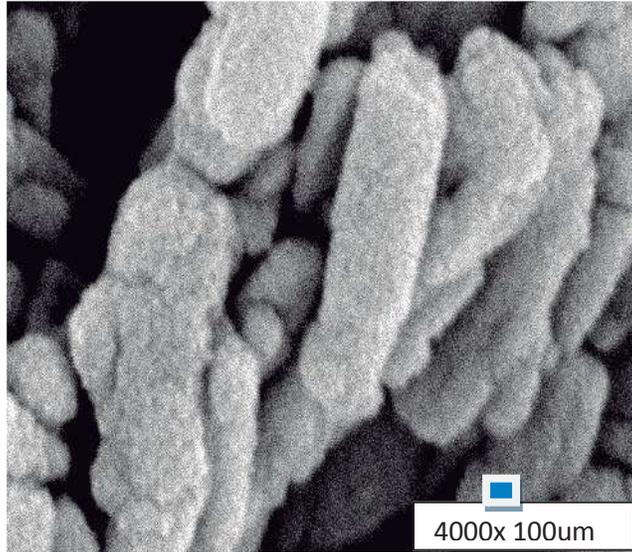


Figura 5.5.3 Morfología de la muestra de ATPSTD a magnificación de 40000x y 100 nm.

En las Figuras: 5.5.1, 5.5.2, 5.5.3 existen similitudes que se presentan en las micrográficas de la muestra M-50 (Figura 5.5.4.). En la Figura 5.5.4(a) se observan formas irregulares que se aglutinan dando aspecto de islas similares a las de MSC (Figura 5.5.1). En Figura 5.5.4 (b) se definen perfectamente las partículas aglutinadas de ATP semejantes a las de M-30 (Figura 5.5.2). En la Figura 5.5.4(c) se observan aglomerados formados de tubos de diferentes tamaños semejantes a los de ATPSTD (Figura 5.5.3), los cuales tienen un tamaño promedio aproximado de 900 nm que recuerdan la lana de un borrego.

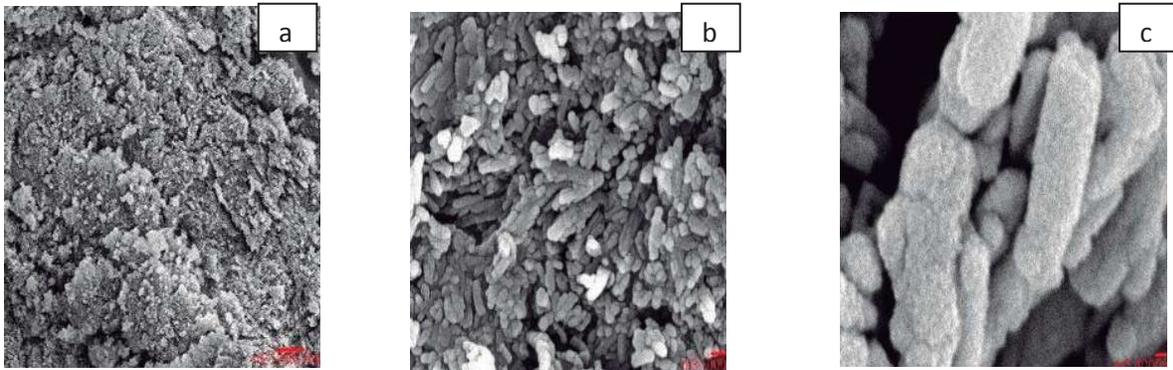


Figura 5.5.4 Morfología de muestra obtenida de ATP M-50 a magnificaciones de 1000x y acotación de 10  $\mu$  (a), a magnificación 1000x y acotación de 1nm (b) y a magnificación de 40000x y acotación de 100 nm (c).

**5.6 Análisis elemental (EDS) de la muestra M-50 en el MEB.** El espectro de energía dispersiva obtenido en el MEB para la muestra M-50 (por ser la de mayor conversión de acuerdo con el Cuadro 5.4) se localiza en la Figura 5.6.

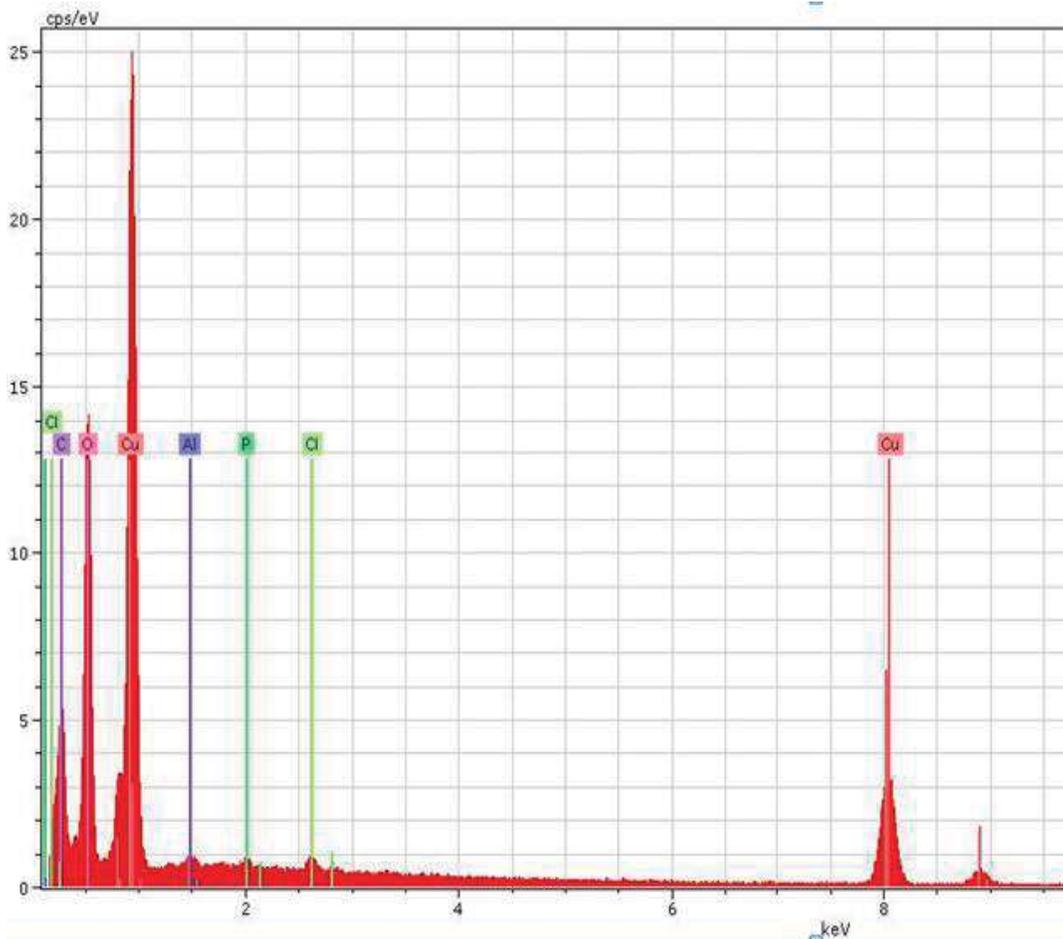


Figura 5.6 Espectro de energía dispersiva de M-50 en el microscopio electrónico de barrido.

En el espectro anterior se observan los picos correspondientes al carbono y oxígeno que forman la molécula de ATP y además se perciben rastros de cloro que corresponden al ácido clorhídrico que se utilizó en la ruta de obtención del ATP. También se percibe cobre, debido a que la muestra se metalizó con este material para su observación en el MEB.

## 5.7 Espectroscopía de infrarrojo (IR) para muestras de ATP

Los resultados de las bandas encontradas en los espectros de acuerdo con las citas consultadas [31, 32, 33, 34] para las muestras obtenidas se resumen en el Cuadro 5.7.1

Cuadro 5.7.1 Bandas características relacionadas con ATP y PET en IR

| Grupo funcional                         | Longitud de onda<br>cm <sup>-1</sup> | Referencia |
|---|--------------------------------------|------------|
| Esfuerzos CH y OH                       | 3500-2800                            | [31]       |
| Enlaces de hidrógeno                    | 3100-2400                            | [32]       |
| C=O                                     | 1691-1629                            | [31]       |
| COH (enlace), CO estiramiento           | 1500-1250                            | [31]       |
| Anillo aromático (ftalatos y benzoatos) | 1280-1250                            | [34][33]   |
| C-H (enlace)                            | 940                                  | [34]       |
| C-COOH (enlace)                         | 799,743,724                          | [31]       |

El grupo de ésteres C=O conjugados con grupo C=C o anillos aromáticos absorben entre 1740 cm<sup>-1</sup> y 1715 cm<sup>-1</sup>. Los ésteres conjugados con un anillo aromático, tales como ftalatos y benzoatos con frecuencia tuvieron definición intensa en la banda cercana a 1280 cm<sup>-1</sup> similares a lo indicado en [33]. Los ácidos y fuertes enlaces de hidrógeno aparecen en la región 3100 cm<sup>-1</sup> y 2400 cm<sup>-1</sup> similar a lo reportado en [32]. El espectro de IR reportado en la obtención del compuesto de Cu-ácido tereftálico reveló la presencia de bandas en la región 2800 cm<sup>-1</sup> y 3500 cm<sup>-1</sup> asignada a los esfuerzos en los grupos CH y OH del grupo bencénico presente en la referencia [31], así mismo para el ácido tereftálico (C=O) entre 1691.7 cm<sup>-1</sup> y 1629.8 cm<sup>-1</sup>, (CH) en 818.6 cm<sup>-1</sup> y (C-COOH) en 799.6 cm<sup>-1</sup>, 743.6 cm<sup>-1</sup> y 724.3 cm<sup>-1</sup> fueron los modos observados. La vibración de estiramiento C-O y la vibración de enlace COH del ácido tereftálico se encontraron entre 1200 cm<sup>-1</sup> y 1500 cm<sup>-1</sup>. Las bandas del 940 cm<sup>-1</sup> corresponden al enlace CH de acuerdo con la referencia [34].

Las resoluciones obtenidas en las muestras de PET de ATPSTD, M-50, M-30 y MSC se muestran en el Cuadro 5.7.2) presentes en los picos de cada uno de los espectros de IR correspondientes se observan en las Figuras 5.7.1 a 5.7.5 .

Cuadro 5.7.2. Bandas en IR para las muestras de ATP obtenidas

| PET   | ATP STD        | M-50           | M-30           | MSC            |
|-------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| ----- | 3099,3066      | 3099,3066      | 3099,3066      | 3099,3066      |
| ----- | 2813,2665,2544 | 2813,2664,2547 | 2818,2664,2546 | 2813,2665,2544 |
| 1712  | 1673           | 1677           | 1675           | 1677           |
| ----- | 1422           | 1422           | 1422           | 1422           |
| 1242  | 1280           | 1280           | 1280           | 1280           |
| 1094  | 1111           | 1111           | 1111           | 1111           |
| ----- | 1020           | 1020           | 1020           | 1020           |
| 721   | 779,723        | 782,725        | 779,725        | 779,725        |

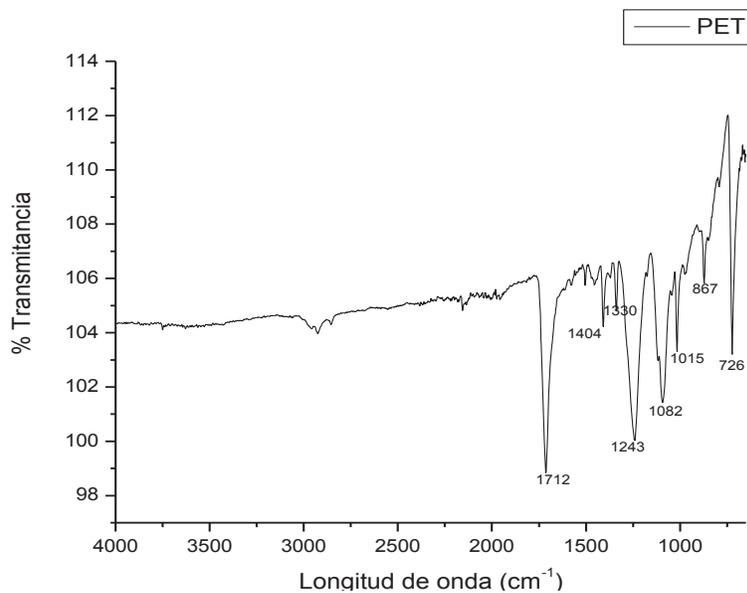


Figura 5.7.1 Espectro de IR del PET

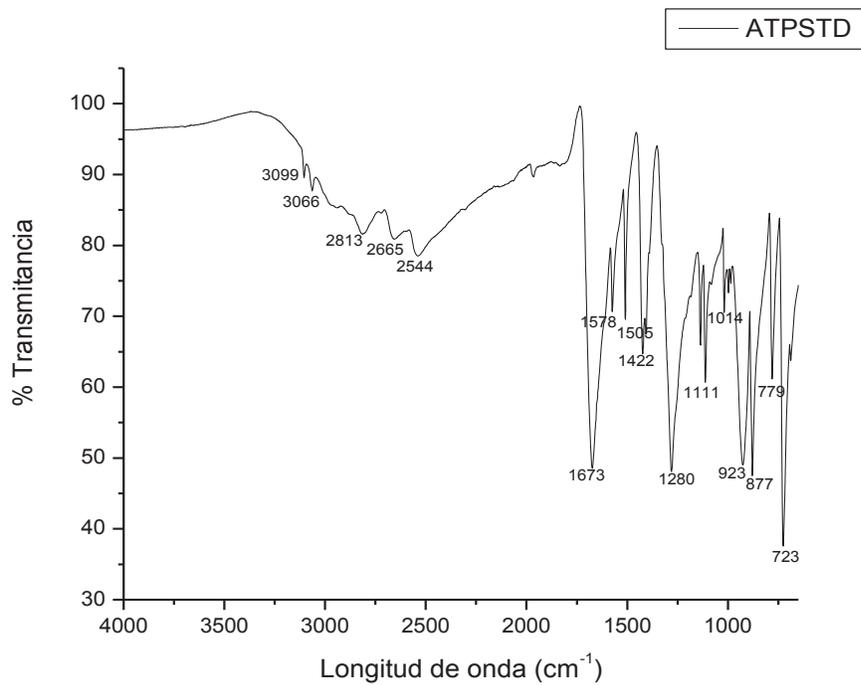


Figura 5.7.2 Espectro de IR de muestra ATPSTD

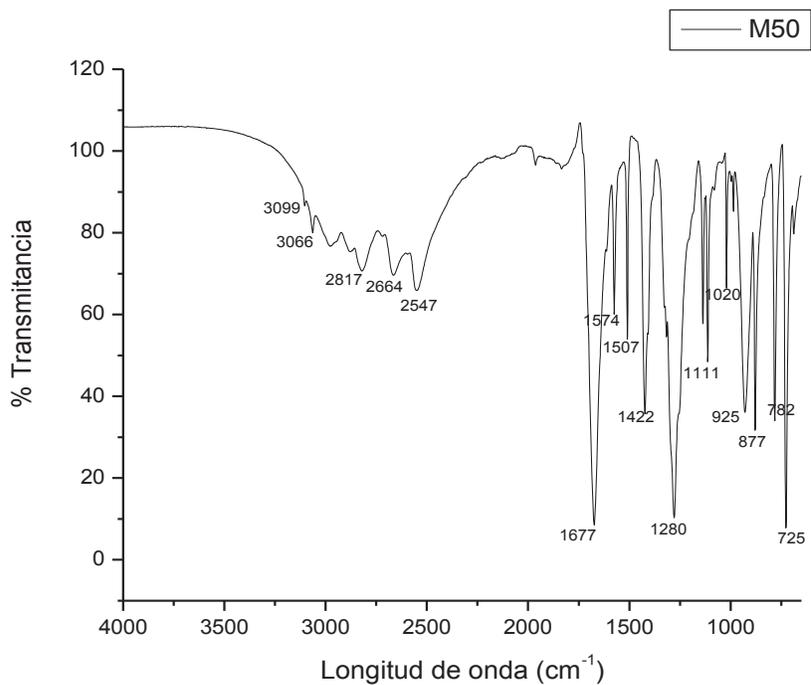


Figura 5.7.3 Espectro de IR de muestra M-50

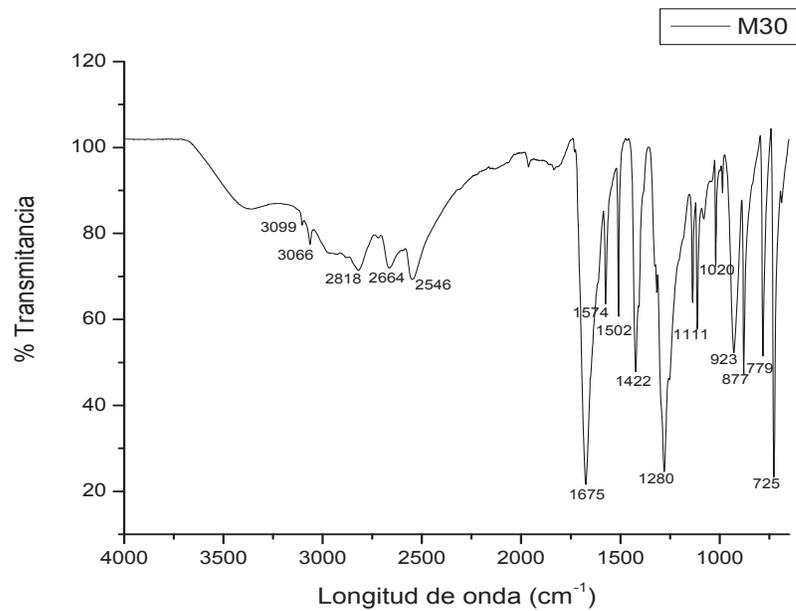


Figura 5.7.4 Espectro de IR de muestra M-30

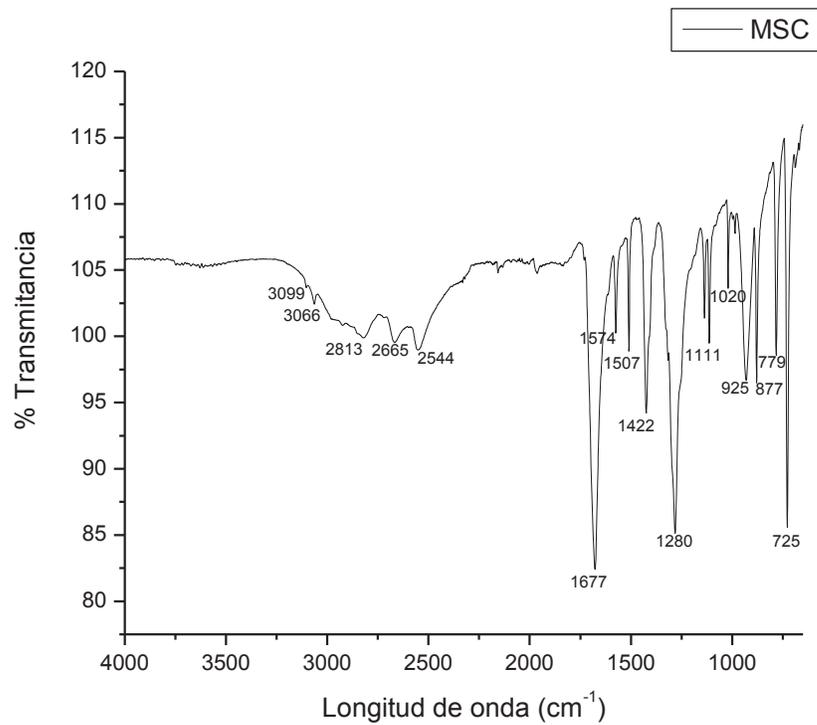


Figura 5.7.5. Espectro de IR de muestra MSC

Las bandas encontradas en los espectros de IR para el PET se definen muy bien en  $1712\text{ cm}^{-1}$ ,  $1242\text{ cm}^{-1}$  típico de esteres y tereftalatos, respectivamente. Así mismo para el ATPSTD y las muestras obtenidas de ATP: M-50, M-30 y MSC que definieron los picos de los esfuerzos CH y OH así como los enlaces de hidrógeno del grupo carboxílico concuerda con lo reportado en las referencias [31, 32, 33 y 34], de lo cual se concluye que la obtención del ATP a partir de residuos de PET fue exitosa. Además, se encontró que el pico de  $1280\text{ cm}^{-1}$  indica la presencia del tereftalato que es un subproducto de la reacción de degradación de hidrólisis alcalina correspondiente al tereftalato de sodio

## 5.8 Difracción de Rayos X de ATP

Los difractogramas de ATPSTD y de la muestra de ATP obtenida M-50 (se seleccionó la M-50 por ser la de mayor conversión de acuerdo con el cuadro 5.4) se presentan en la Figura 5.8.1 y en la Figura 5.8.2, respectivamente, en los cuales se observa que los picos en los espectros son muy similares.

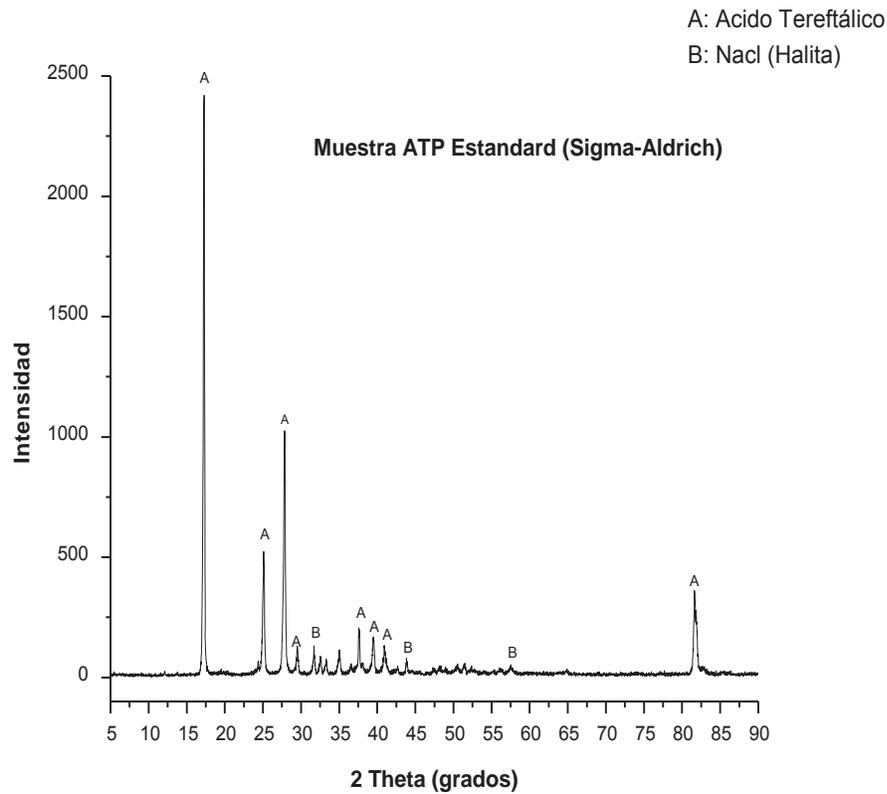


Figura 5.8.1 Difractograma de la muestra ATPSTD . Donde (ua) unidades arbitrarias.

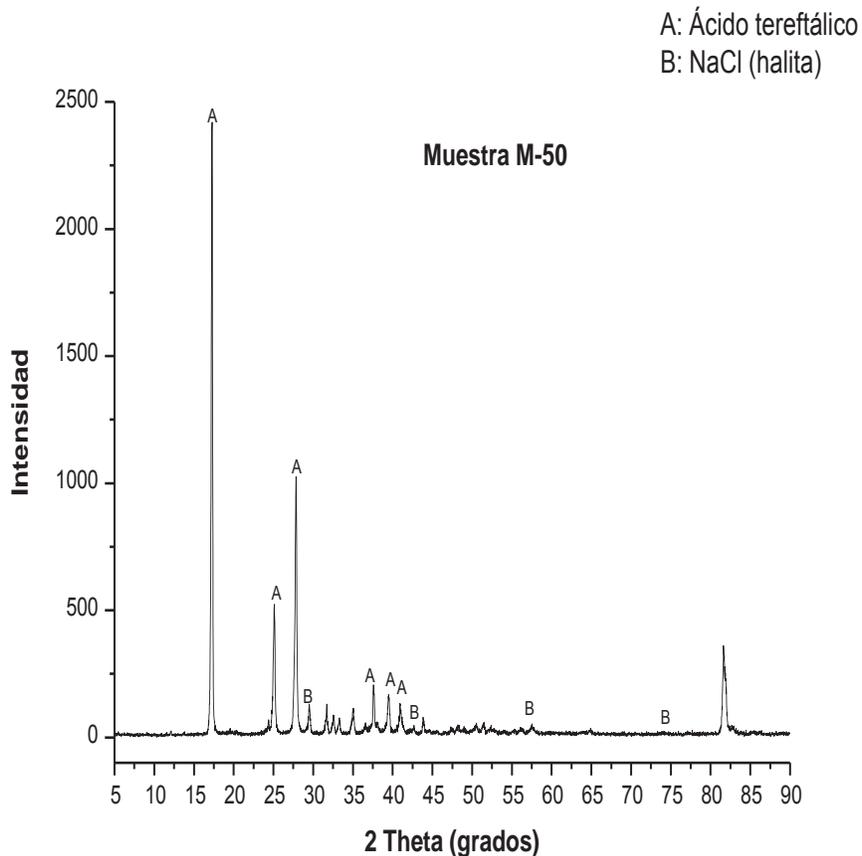


Figura 5.8.2 Difractograma de la muestra M-50 obtenida de ATP. Donde ua (unidades arbitrarias)

En los dos difractogramas se definieron fases A y B entre los 15 y 45 grados con la misma intensidad, lo cual corresponde a una resolución semejante en los dos espectros de rayos- x tanto en ATPSTD como en la muestra obtenida de ATP M-50 .

## 5.9 Recuperación del catalizador

La solución residual proveniente de la obtención de ATP en cada una de las cuatro corridas se sometió a destilación a vacío y se obtuvieron los datos mostrados en el Cuadro 5.9

Cuadro 5.9 Recuperación del catalizador en el líquido residual.

| Concentración del catalizador | Catalizador inicial | Catalizador recuperado (sal recuperada) | Recuperación |
|-------------------------------|---------------------|---|--------------|
|                               | g                   | g                                       | %            |
| MSC                           | 0.0                 | 0.00                                    | 00.0         |
| M-30                          | 2.7                 | 1.98                                    | 73.0         |
| M-40                          | 3.5                 | 2.40                                    | 69.0         |
| M-50                          | 4.5                 | 3.50                                    | 77.7         |

La recuperación del catalizador en general fue mayor de 70% para la mayoría de las corridas, por lo tanto, la ruta experimental mostrada en la Figura 4.4 fue favorable para la recuperación del catalizador usado en el proceso de obtención del ATP.

## 5.10 Espectroscopía del IR para el catalizador recuperado

Al catalizador recuperado se le practicó un análisis de espectrofotometría de IR. Las resoluciones obtenidas en las muestras de catalizador recuperado y el catalizador *std* (de referencia) se muestran en el Cuadro 5.10 presentes en los picos de cada uno de los espectros de IR correspondientes se observan en la Figura 5.10.

Cuadro 5.10 Bandas de IR presentes en el catalizador recuperado

| Grupo funcional (longitud de onda) | Catalizador <i>std</i> | Catalizador recuperado |
|------------------------------------|------------------------|------------------------|
| ---                                | cm <sup>-1</sup>       | ---                    |
| Alcanos (2600-3000)                | 2921                   | 2921                   |
| C-C (1300-800)                     | 1097                   | 1097                   |

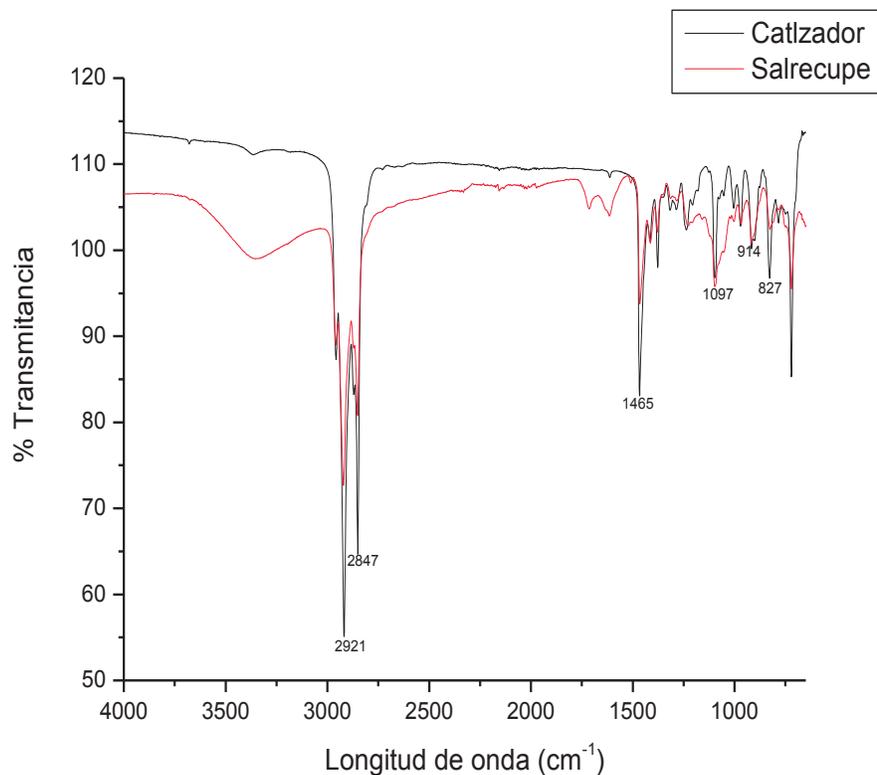


Figura 5.10 Espectro del IR de la muestra del catalizador *std* en con el catalizador recuperado.

La información presentada en el Cuadro 5.10 indica la existencia de picos semejantes en ambos espectros similares a lo referido en [32].

De acuerdo con los picos que se definen muy bien tanto en el catalizador recuperado como en el catalizador *std* se concluye que el catalizador recuperado en los líquidos residuales corresponde al catalizador utilizado en las corridas de la obtención del ATP.

La sal de NaCl, obtenida en la ruta de recuperación del catalizador en la fase evaporada fue de 1.5 g.

## 6. CONCLUSIONES

Se logró obtener ácido tereftálico mediante la hidrólisis alcalina de residuos de PET.

La mayor conversión en la reacción de degradación del PET para obtener ATP se logra con una concentración de catalizador de  $18 \text{ g L}^{-1}$ , logrando una conversión de PET en ATP del 90%.

Se diseñó un torno prototipo adecuado para triturar el PET al tamaño de micras

Se diseñó un reactor prototipo mediante el cual se degrada de manera eficiente el PET.

La presencia del ácido tereftálico se corroboró mediante las técnicas de espectroscopía de Infrarrojo y Difracción de rayos X logrando una determinación similar a la de otros autores.

El catalizador utilizado en las diferentes corridas de la síntesis de ATP se recuperó de manera eficiente en 70% a partir de la destilación a vacío. Esto se corroboró mediante espectroscopia del IR.

Los residuos de la hidrólisis alcalina del PET se estabilizaron mediante una ruta ecológica que cumple las expectativas del desarrollo autosustentable.

Se propuso una opción viable para reducir y reciclar el PET

## 7. RECOMENDACIONES

Utilizar otro catalizador como el acetato de cadmio con la misma ruta de la hidrólisis alcalina del PET, por ser de más bajo costo que el bromuro de tributilhexadecilfosfonium

Degradar el PET por alcoholisis, metanolisis o mediante una degradación ácida y evaluar sus porcentajes de conversión con respecto de ésta degradación.

Proponer a las empresas consumidoras de envases de PET, el uso de envases con características biodegradables que respondan al desarrollo autosustentable del medio ambiente.

Hacer cumplir las Normas de la SEMARNAT a todas las empresas productivas para que confinen sus residuos generados durante los procesos y les practiquen tratamientos tales que, esos residuos no resulten dañinos al medio ambiente disminuyendo las afectaciones al mismo.

Involucrar a la sociedad para que forme parte de la solución del problema que genera la acumulación de los residuos sólidos aplicando la filosofía de reducir, reciclar y reutilizar. Es decir cumplir la Norma 083 de la SEMARNAT.

## 8. BIBLIOGRAFÍA

- [1] **The Merk Index and Enciclopedia of Chemicals, Drugs and biological, 1989**, Susan budavarin Editor, p. 1204, 1205.
- [2] **Almazán Almazán María del Carmén 2006** “Carbones activos a partir de Residuos de Polietilen-tereftalato (PET).” Tesis Doctoral de la Universidad de Granada. Editorial de la Universidad de Granada p.3-15.
- [3] **Carraher CE, 1991**, Polymer Chemistry. New Cork, USA: Marcell Dekker Inc; 2000, Carrier JM. Polymeric materials and Processing. New York, USA: Hanser Publisher; p. 406.
- [4] **F. Awaja and Dumitru Pavel, 2005**, Eur. Polym. J. 41, p. 1453-1477.
- [5] **Miller C, 2002**, Polyethylene terephthalate, Waste Age, p. 33(5):102-6.
- [6] **Ley General para la Prevención y Gestión de los Residuos (SEMARNAT)**. <http://semarnat.gob.mx> (noviembre de 2006).
- [7] **Brydson J.A., 1995**, Plastics materials, Oxford, Ok: Butterworth-Heinemann, p 45-76.
- [8] **Olabasi O. ,1997**, Handbook of thermoplastics. New York, USA: Marcel Dekker Inc, p. 300-305.
- [9] **Hideki Kurokawa, Masa-aki ohshima, Kazuo Sugiyana and Hiroshi Miura., 2003**, “Methanolysis of polyethylene terephthalate and etyleneglycol”, Polymer Degradation and Stability, Vol 79, p. 529-533.
- [10] **R. López-Fonseca, J.R.González–Velasco and J.I. Gutiérrez-Ortiz, 2008**,”A Shrinking core model for the alkaline hydrolysis of PET assisted by tributylhexadecyphosphonium bromide”, España, p. 3-23.
- [11] **Carapanga Alvin R., Basilia Blesie, A. Dagbay Kevin, and Jonattan W.L.,2009**, “Factors affecting degradation of polyethylene terephthalate during preflotation conditioning”, Waste Management: Filipinas, Vol 29, p. 2425-2428.

- [12] **I. Duque-Inguza, R. López-Fonseca, B. de Rivas, S. Arnaiz and J.I. Gutiérrez-Ortiz**; “Chemical recycling of post-consumer PET wastes by glycolysis in the presence of metal salts”(en edición 2010).
- [13] **Blanco Jesús, Linarte Ricardo, 1976**, Catálisis. Fundamentos y aplicaciones industriales. Editorial Trillas, México, p. 13-39.
- [14] **Kurokawa Hikedí, Ohshimamasa-Aki, Sugiyama Kazuo, Miura Hiroshi., 2003**, ”Metanolysis of Poliethylene-terephthalate under tiisopropoxide catalyst to form Dimetil-terephthalato “ Japan, Vol 79, p 529-533.
- [15] **J. I. Goldstein “ Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis”**, 1992, Ed Plenum Press, New York, p. 100-115.
- [16] **Amezquita Fernando de Jesús, 2000**,”Fundamentos de la Espectroscopia aplicada a la Química “ Ed Univ. Guanajuato, México, p 45-65.
- [17] **Cullity B.D., 1956**, “Elements of x-ray diffraction”, Ed Addison-Wesley. Massachussets, p.300-305
- [18] **PETCORE (PET Containers recycling Europe)**, Available from: <http://www.petcore.com> (26-10-09 )”.
- [19] **Pacia, Pacia National Plastics Recycling Survey, 2002**, Available from: <http://www.pacia.org.au> (2002).
- [20] **Yusuke Asakuma, Kyuya Nakagawa, Kouji Maeda, Keisuke Fukui, 2008**, ”Theoretical study of the transesterification reaction of polyethylene terephthalate under Basic conditions”, Japan, p. 671-683.
- [21] **Richardson, Lokensgard, 1996**, Industrial Plastics Theory and Aplications Estados Unidos de Norteamérica p 13-32.
- [22] **Buenrostro, Delgado Otoniel, 2001**, “Los Residuos Sólidos Municipales Perspectivas desde la Investigación interdisciplinaria”, Tesis de la Facultad de Biología. Editorial Universitaria de la UMSNH, Morelia, Michoacán, México, p. 25-30.

[23] **Pedraza Murillo Francisca, Solari Vicente Andrés, 2004**, “Manejo de los Residuos Sólidos Generados en la ciudad de Morelia, Michoacán”, Tesis de Licenciatura de la Facultad de Economía. Universidad Michoacana. Morelia, Michoacán, México, p. 4-20.

[24] **Alan Sherman, Sharon J. Sherman, Leonard Russikoff, 2004**, Conceptos Básicos de Química, Primera Edición en Español, Editorial Continental, México, p. 395.

[25] **Manish Verma, 2009**, “A cost and excepted consequence approach to planning and managing railroad transportation of hazardous materials”. Transportation Research Part D: Transport an Environment, Vol. 14 p. 300-308.

[26] **Mariaenrica Frigione, 2010**, “Recycling of PET of bottles as fine aggregate in concrete”, Waste Managent, Vol. 30, p. 1101-1106.

[27] **F. Mahdi, H. Abbas, A.A. Khan, 2010**, “Strength characteristics of polymer mortar and concrete using different compositions of resins derived from post-consumer PET bottles”, Construction and Building Materials, 24. India, p 25-36.

[28] **Luciana T. Duarte, Vanessa de F:C. Lins, Cesar Mariano, José Roberto T. Branco, Magno P. Collares, Roberto Galery, 2003**, “Recobrimentos de poli(tereftalato de etileno depositados em ACO por aspersão térmica a partir de pós obtidos em diferentes condições de moagem”. Polímeros: Ciencia e Tecnologia, julho-setembro, año/vol. 13, número 003, Associação Brasileira de Polimeros, Sao Carlos, Brasil, p. 198-204.

[29] **Janaína G. Alonso, Elizabeth C. Molina, Edvani C. Muniz, Adley F. Rubira, Gízelene M. de Carvalho, 2005**, “Modificação Química de poli (tereftalato de etileno) pós-consumo por reação com ácido sulfúrico: estrutura e propiedades. Polímeros. Ciencia e Tecnologia”, año/vol. 15, número 001, Associação Brasileira de Polímeros São Carlos, Brasil, p. 27-32

[30] **Productos (coca-cola femsa)**. Available from: [http:// www.cocacola.com](http://www.cocacola.com)(20-07-2010 ).”

[31] **Ren M. J. – Zhang J.- Zhao P. – Zhang Z., 2008**, “An Infinite Sandwich-Type Copper(I) Coordination Polymer Containing 2-D Double Chains Layers Structure Intercalated with the Terephthalic Acid Layers”. *Journal Inorganic Polymer*, Vol. 18 p.284-289.

[32] **Thorton Morrison Robert. Química Orgánica, 1998**, Quinta Edición. Ed Pearson Education, p. 559-599, 816-835.

[33] **Colthup Norman B., Daly H. Lawrence, 1990**, Introduction to Infrared and Raman Spectroscopy. Third Edition. Ed Academic Press, inc., p. 301, 305, 389.

[34] **S. G. Kazarian and G. G. Martirosyan, 2002**, “IR spectroscopy of superheated water and *in situ* study of Endothermal decomposition of poly(ethylene terephthalate)”. *J.Phys. Chem. Chem. Phys.*, p. 3759-3763.