

# Study of the thermo-mechanical and flammability properties of PP composites with pyrolytic solid residue from vehicle waste

Jonathan Almirón Baca, Msc.<sup>1</sup>, Danny Tupayachy Quispe, Msc<sup>1</sup>, María Vargas Vilca, Ing.<sup>1</sup>, Francine ROUDET, PhD<sup>2</sup> and Sophie DUQUESNE, PhD<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidad Católica de Santa María, Perú, jalmiron@ucsm.edu.pe, dtupayachy@ucsm.edu.pe, mvargasv@ucsm.edu.pe

<sup>2</sup>University of Lille, France, francine.roudet@univ-lille1.fr, sophie.duquesne@ensc-lille.fr

*Abstract– The final disposal of vehicles out of use gives rise to an environmental issue, so that, in Europe there are companies dedicated to the disassembly and recovery of those components that can be reused, among these components are plastic waste. In the present research, it is proposed to treat those plastics through a pyrolytic process with the purpose of transforming them into solid residue, in order to be used as part of the additives in a flame retardant system in a polypropylene matrix. Vehicle wastes were segregated by relative density method (ASTM D 792-08), characterized and were subsequently incorporated into a process of thermal pyrolysis. Using the resultant pyrolytic solid residue (PSR), a polymer mixture was prepared which had the polypropylene as matrix. Its thermal, mechanical and flammability properties were evaluated through the Thermogravimetric analysis, Modulus of elasticity, Tensile strength, Percentage of deformation and the Limiting oxygen index. Vehicle waste (DPV) are formed by 82.97% of high density residue, which allowed to obtain 32.08% of High density pyrolytic solid residue (HDSR), while using low density waste, 6.69% of Low density pyrolytic solid waste (LDSR) was obtained. Regarding its thermo-mechanical and flammability properties, it was noted that adding the PSR obtained from low density and high density wastes influenced the properties of the polypropylene matrix. As for their mechanical properties, if we compare the matrix formed by polypropylene and retarding additives with and without PSR; the maximum strength in the polypropylene matrix with LDSR showed a slight decrease, while the matrix with HDSR showed a slight increase. In addition, in the LDSR and HDSR samples, the percentage of deformation of the material decreased by 52.02% and 49.17%, respectively. While the modulus of elasticity was increased by 30.12% for the sample with LDSR and 30.73% with HDSR. Likewise, the addition of PSR did not increase its flame retardant activity since the Limiting oxygen index value remained the same as when flame retardant additives were added, in 30%; while with HDSR it decreased to 29%. This indicates that the composition of the above-mentioned solid residues favors to the polypropylene composites considering that the addition of the PSR brought with it the decrease of the concentration of other additives used and of the polypropylene. This due to the chemical composition of the pyrolytic solid residues that act as a source of carbon and flame retardant minerals reinforcing their fireproof properties.*

*Keywords– Pyrolytic solid residues, vehicle wastes, polypropylene, flame retardant.*

Digital Object Identifier (DOI):  
<http://dx.doi.org/10.18687/LACCEI2019.1.1.144>  
ISBN: 978-0-9993443-6-1 ISSN: 2414-6390

# Study of the thermo-mechanical and flammability properties of PP composites with pyrolytic solid residue from vehicle waste

## Estudio de las propiedades termo-mecánicas y de inflamabilidad de mezclas poliméricas de PP con residuos sólidos pirolíticos de desechos vehiculares

Jonathan Almirón Baca, Msc.<sup>1</sup>, Danny Tupayachy Quispe, Msc<sup>1</sup>, María Vargas Vilca, Ing.<sup>1</sup>, Francine ROUDET, PhD<sup>2</sup> and Sophie DUQUESNE, PhD<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidad Católica de Santa María, Perú, [jalmiron@ucsm.edu.pe](mailto:jalmiron@ucsm.edu.pe), [dtupayachy@ucsm.edu.pe](mailto:dtupayachy@ucsm.edu.pe), [mvargasv@ucsm.edu.pe](mailto:mvargasv@ucsm.edu.pe)

<sup>2</sup>University of Lille, France, [francine.roudet@univ-lille1.fr](mailto:francine.roudet@univ-lille1.fr), [sophie.duquesne@ensc-lille.fr](mailto:sophie.duquesne@ensc-lille.fr)

*Abstract– The final disposal of vehicles out of use gives rise to an environmental issue, so that, in Europe there are companies dedicated to the disassembly and recovery of those components that can be reused, among these components are plastic waste. In the present research, it is proposed to treat those plastics through a pyrolytic process with the purpose of transforming them into solid residue, in order to be used as part of the additives in a flame retardant system in a polypropylene matrix. Vehicle wastes were segregated by relative density method (ASTM D 792-08), characterized and were subsequently incorporated into a process of thermal pyrolysis. Using the resultant pyrolytic solid residue (PSR), a polymer mixture was prepared which had the polypropylene as matrix. Its thermal, mechanical and flammability properties were evaluated through the Thermogravimetric analysis, Modulus of elasticity, Tensile strength, Percentage of deformation and the Limiting oxygen index. Vehicle waste (DPV) are formed by 82.97% of high density residue, which allowed to obtain 32.08% of High density pyrolytic solid residue (HDSR), while using low density waste, 6.69% of Low density pyrolytic solid waste (LDSR) was obtained. Regarding its thermo-mechanical and flammability properties, it was noted that adding the PSR obtained from low density and high density wastes influenced the properties of the polypropylene matrix. As for their mechanical properties, if we compare the matrix formed by polypropylene and retarding additives with and without PSR; the maximum strength in the polypropylene matrix with LDSR showed a slight decrease, while the matrix with HDSR showed a slight increase. In addition, in the LDSR and HDSR samples, the percentage of deformation of the material decreased by 52.02% and 49.17%, respectively. While the modulus of elasticity was increased by 30.12% for the sample with LDSR and 30.73% with HDSR. Likewise, the addition of PSR did not increase its flame retardant activity since the Limiting oxygen index value remained the same as when flame retardant additives were added, in 30%; while with HDSR it decreased to 29%. This indicates that the composition of the above-mentioned solid residues favors to the polypropylene composites considering that the addition of the PSR brought with it the decrease of the concentration of other additives*

*used and of the polypropylene. This due to the chemical composition of the pyrolytic solid residues that act as a source of carbon and flame retardant minerals reinforcing their fireproof properties.*

*Keywords- Pyrolytic solid residues, vehicle wastes, polypropylene, flame retardant.*

### I. INTRODUCCIÓN

La adquisición de vehículos se ha incrementado en América Latina siendo el mayor porcentaje de incremento para Ecuador con un 32.7% entre el año 2017 y 2018 [1] y por ende también la cantidad de vehículos fuera de uso. En Europa el incremento de ventas fue mucho mayor siendo 2 425 283 de vehículos puestos en el mercado para el 2016 [2]. Frente a esta situación y a diferencia de los países de Latinoamérica, es que a través de la Agencia Francesa de Gestión del Medio Ambiente y de la Energía (ADEME) se promueve el desmontaje y reutilización de los vehículos en desuso. Es así que, en Francia la ADEME en el 2016 realizó una campaña de desmontaje y molienda de vehículos fuera de uso siendo la tasa de reutilización y de reciclaje para la parte no metálica de los vehículos de 12.3% y la tasa de reutilización y de valorización para la parte no metálica de 16.3% [3].

Los desechos vehiculares están compuestos por metales y plásticos, el primero de ellos puede ser recuperado y reutilizado, mientras que los plásticos requieren de una disposición final que sea amigable y si fuese posible rentable. Por lo que, en la actualidad se busca tecnologías innovadoras y efectivas que permitan proporcionar soluciones que faciliten el desmantelamiento y que se de valor agregado a los desechos vehiculares en su totalidad.

Digital Object Identifier (DOI):

<http://dx.doi.org/10.18687/LACCEI2019.1.1.144>

ISBN: 978-0-9993443-6-1 ISSN: 2414-6390

Para reciclar materiales plásticos se puede aplicar diferentes métodos, siendo el método ideal aquel que permita utilizar el producto en su estructura original. Dentro de los métodos de reciclaje se tiene al reciclaje terciario, es decir, la pirólisis térmica. La pirólisis térmica es una técnica a través de la cual los polímeros orgánicos se descomponen a altas temperaturas en una atmósfera exenta de oxígeno. Este proceso genera gases combustibles, aceites y residuos sólidos [4]. Una de las ventajas de la pirólisis es que permite trabajar con mezclas de plásticos [5], [6].

Considerando que el polipropileno es uno de los plásticos cuyo consumo mundial es alrededor de dos tercios comparados con otros plásticos, debido a que presenta una baja densidad, alta temperatura de fusión, es químicamente inerte y posee un bajo costo de fabricación [7]. Por tal motivo presenta múltiples aplicaciones como en la industria automovilística, textil, médica y en componentes electrónicos. Éstas aplicaciones demandan que sea un polímero resistente al fuego a través de la aplicación de aditivos retardantes de llama en su composición [8], [9], [10]. Estos retardantes de llama son componentes químicos que brindan al polímero una protección frente a la inflamabilidad, de esta manera es que el material adquiere una menor tasa de inflamabilidad [9].

Por lo que, en la presente investigación se propuso el método de pirólisis térmica para tratar los desechos plásticos vehiculares (DPV) y transformarlos en residuos sólidos pirolíticos. Cuya composición permite presumir su acción retardante de llama considerando que no hay investigaciones previas donde los residuos sólidos pirolíticos puedan ser usados como aditivos retardantes de llama. Para lo cual se recuperaron los residuos sólidos pirolíticos para posteriormente ser incorporados en una mezcla polimérica de polipropileno con los aditivos retardantes de llama como el amonio polifosfato (APP) y el pentaeritritol (PER). Se compararon las propiedades mecánicas (máxima resistencia a la tracción, módulo de elasticidad y porcentaje de deformación), térmicas (ATG) y de inflamabilidad (ILO) de las matrices de polipropileno con los aditivos retardantes y con los residuos sólidos pirolíticos.

## II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### A. Recolección, segregación y caracterización de muestras

Las muestras provienen de vehículos fuera de uso, las cuales fueron proporcionadas por la empresa del Grupo COMET (Fig. 1).



Fig. 1 Muestras de plásticos provenientes de desechos vehiculares.

Posteriormente las muestras fueron segregadas según el método de ensayo ASTM D 792-08 (densidad relativa) usando como medio al agua. Seguidamente fueron caracterizadas con la finalidad de identificar su composición, a través de los ensayos de: Espectroscopía Infrarroja (IR) usando un equipo Nicolet Impact FTIR modelo 400D en modo ATR (análisis de sólidos); por Análisis Termogravimétrico (ATG) en un equipo ATG Q5000 de TA Instruments de 50 a 800 °C con una rampa de calentamiento de 10 °C/min bajo una atmósfera inerte de nitrógeno y por Calorimetría Diferencial de Barrido (CDB) en un equipo DSC Q100 de TA Instruments bajo una atmósfera inerte de nitrógeno y una velocidad de calentamiento de 50 °C/min.

### B. Proceso de pirólisis térmica

Los DPV fueron agrupados en dos grupos, los desechos de alta densidad (HDVW) y los desechos de baja densidad (LDVW). El proceso de pirólisis térmica para ambos grupos se llevó a cabo en un horno tubular a una temperatura de reacción de 600 °C bajo una atmósfera libre de oxígeno con circulación de gas nitrógeno y con un tiempo de residencia de 20 minutos. Finalizado el ensayo se recuperó y pesó el residuo sólido obtenido. En la Fig. 2 se muestra el sistema pirolítico térmico para DPV.

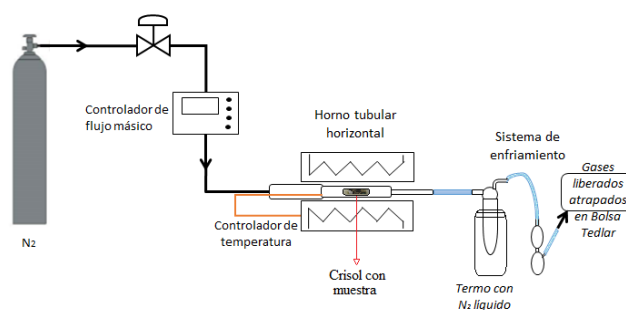


Fig. 2 Sistema pirolítico térmico para DPV

### C. Caracterización de residuos sólidos pirolíticos

La composición química elemental y un mapeo microquímico de los residuos sólidos pirolíticos se realizó por microanálisis por sonda electrónica (MSE) en un sistema

Cameca SX100 bajo una tensión de aceleración de 15 kV y una corriente de sonda de 40 nA equipado con cristales (PC2, LiF, PET y TAP).

La cuantificación de la composición química de los precursores se determinó utilizando un Fluorescencia de Rayos X (FRX) que se llevó a cabo en un espectrómetro NexQC QuantEZ.

Las fases estructurales de los precursores se obtuvieron por Difracción de Rayos X (DRX) utilizando un difractor Bruker (D8 Avance Davinci) con radiación CuK $\alpha$  ( $\lambda = 0,1542$  nm) operada a 40 kV, 40 mA con un rango de  $2\theta$  de 5° a 90° y un 0,6 °/min de tasa de escaneo.

#### D. Preparación de las mezclas poliméricas de PP

La mezcla polimérica estuvo compuesta por polipropileno (PP) el cual fue un producto comercial (PPH 7060 – homopolimero) con un Índice de Flujo de Fusión de 12 g/10 min; los aditivos retardantes (IFR) que se utilizaron fueron el Exolit 422 amonio polifosfato (APP) que fue proporcionado por Clariant y el pentaeritrol (PER) con un tamaño de partícula debajo de 15  $\mu$ m adquirido de Perstorp. El Grupo COMET proporcionó las muestras de desechos vehiculares.

Para su preparación se utilizó una Microextrusora modelo DSM Research micro 15 bi-vis a una temperatura de 185 °C. El PP se mezcló primero durante 4 minutos, después el PER durante 1 minuto, luego el APP durante 2 minutos y finalmente los residuos sólidos pirolíticos durante 5 minutos. La velocidad de mezclado se ajustó a 50 rpm. Finalmente, el material extruido se colocó en la prensa de inyección del sistema de transferencia (modelo DSM) a 90 °C para el molde y a 185 °C para el sistema de transferencia con una presión de 6 bar. La composición de cada muestra se indica en la TABLA I.

TABLA I  
COMPOSICIÓN DE LAS MEZCLAS POLIMÉRICAS DE PP

MUESTRAS	PP	APP	PER	LDSR	HDSR
PP	100.00	-	-	-	-
PP – IFR	66.50	20.00	10.00	-	-
PP - IFR - LDSR	66.50	19.00	9.50	5.00	-
PP - IFR - HDSR	66.50	19.00	9.50	-	5.00

#### E. Caracterización termo-mecánica y de inflamabilidad de las mezclas poliméricas

La caracterización térmica se realizó a través del Análisis Termogravimétrico (ATG) en un equipo ATG Q5000 de TA Instruments de 50 a 800 °C con una rampa de calentamiento de 10 °C/min bajo una atmósfera inerte de nitrógeno.

La caracterización mecánica de las probetas se realizó por ensayos de tracción en una maquina Instron (modelo 4302) a través del cual se determinó la resistencia máxima a la tracción,

porcentaje de deformación y módulo de elasticidad. Las muestras se elaboraron según la norma ISO 527-2 (Tipo 1BA).

Las propiedades de inflamabilidad se determinaron por el índice límite de oxígeno (ILO) que es el porcentaje de concentración mínima de oxígeno que se requiere para que una muestra se mantenga en combustión. Se realizó en función de la norma ASTM D2863 [11]. La medición de ILO se realizó en un instrumento de equipo Fire Testing Technology con probetas de dimensiones 100 x 10 x 3 mm<sup>3</sup>.

### III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### A. Segregación de plásticos

En la Tabla II se muestran la cantidad de plásticos separados por su densidad, donde existe mayor cantidad de HDVW.

TABLA II  
CLASIFICACIÓN DE MATERIALES RECICLADOS SEGÚN SU DENSIDAD

Clasificación de muestras	Cantidad (g)	Porcentaje (%)
HDVW (densidad >1)	2619.48	82.97
LDVW (densidad <1)	537.71	17.03
Total	3157.19	100.00

Estos materiales fueron caracterizados por los ensayos de IR, ATG y CDB cuyos resultados permitieron diferir su composición polimérica mostrada en la TABLA III.

TABLA III  
COMPOSICIÓN DE LOS MATERIALES RECICLADOS

LDVW	Composición (%)	HDVW	Composición (%)
Polipropileno	63.34	Caucho	48.87
Madera	20.82	Caucho con fibras	17.97
Poliuretano de baja densidad	9.02	Cables de cobre	11.9
		Poliamida	11.59
Poliuretano	6.58	Acilonitrilo Butadieno Estireno	7.23
Poliuretano de alta densidad	0.24	Otros	2.44
TOTAL	100	TOTAL	100

Según la TABLA III, el componente más abundante presente en los HDVW son el caucho, caucho con fibras de vidrio y los cables de cobre; mientras que para los LDVW abunda el polipropileno y la madera. Es importante indicar que la madera fue retirada de la muestra antes de realizar el proceso de pirólisis.

### B. Proceso de pirólisis térmica

En la Fig. 3 se observa las muestras colocadas en el crisol antes de ser llevadas al horno tubular (a), los residuos sólidos (b) y residuos líquidos (c) después del proceso de pirólisis.

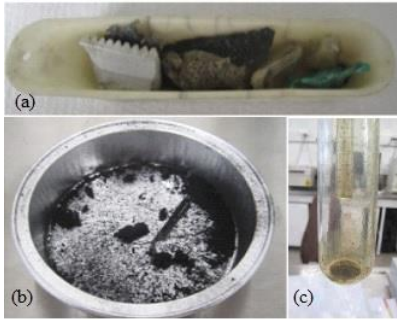


Fig. 3 (a) Muestras de DPV antes del proceso pirolítico, (b) residuos sólidos pirolíticos y (c) residuos líquidos pirolíticos.

Cabe indicar que se observó diferencias en los productos pirolíticos obtenidos al usar materiales de HDVW y LDVW como se observa en la Fig. 4. Los LDVW permitieron obtener mayor cantidad de gases y líquidos, mientras que con los HDVW se obtuvieron mayor cantidad de materiales sólidos y gases.

La proporción del tipo de residuos pirolíticos a obtener depende de la composición de los DPV, este comportamiento también fue indicado en la Ref. [12] quienes obtuvieron distintas proporciones de residuos pirolíticos a partir de desechos plásticos municipales no reciclados de los países de Inglaterra y EEUU; cuyas concentraciones según los tipos de plásticos presentes varió entre ambos países, y para ambas muestras se retiró al PVC y PET. Las muestras recolectadas de Inglaterra estuvieron conformadas por PP (22.2%), PEBD (25%), PEAD (13.5%) y PS (4%) y se obtuvieron residuos líquidos en un 44%, gases en un 39% y sólidos en un 16%; mientras que la muestra proveniente de EEUU estuvo compuesta por PP (13.9%), PEBD (19.6%), PEAD (17.8%) y PS (8.7%) dando como resultado del proceso de pirólisis 26.33% de líquidos, 19.17% de gases y 54.5% de sólidos carbonosos.

Asimismo, en la Ref. [13] realizaron la pirólisis térmica a residuos sólidos municipales donde los metales presentes en las muestras se quedaron depositados en los residuos sólidos y no migraron hacia los líquidos, así como ocurrió en el presente trabajo. Además, a 550 °C obtuvieron 39% de residuos líquidos, 7.3% de sólidos y 53.8% de gases. Cabe indicar que según la Ref. [13] el rendimiento de residuos sólidos, líquidos y gases se encuentran también en función de la temperatura de reacción.

Según la Ref. [14] en el proceso de pirólisis de desechos plásticos municipales a 400°C obtuvieron mayor cantidad de líquidos (76.38%), gases (23.22%) y ceras (0.4%), mas no reportan la obtención de residuos sólidos. Por lo que se podría diferir que la distribución de los productos pirolíticos va a depender de la composición de la materia prima y la temperatura de reacción.

■ HDVW ■ LDVW

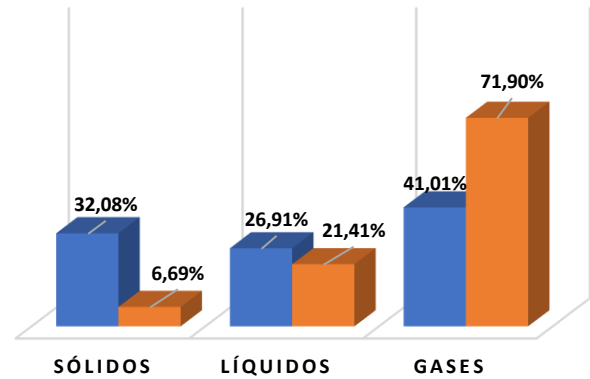


Fig. 4 Rendimiento de residuos sólidos, líquidos y gases obtenidos con materiales plásticos de alta (HDVW) y de baja densidad (LDVW).

### C. Caracterización de residuos sólidos pirolíticos

El MSE permitió determinar la composición química de los residuos sólidos pirolíticos que se muestra en la TABLA IV. La única diferencia observada es que los LDSR presentaron cromo, cobre y no contienen fibra de vidrio. Mientras que los HDSR si cuentan con fibra de vidrio.

TABLA IV  
COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LOS RESIDUOS SÓLIDOS PIROLÍTICOS

Elementos	Muestras	
	LDSR	HDSR
O	x	x
C	x	x
Al	x	x
Ca	x	x
Cl	x	x
Cr	x	-
Cu	x	-
Fe	x	x
K	x	x
Mg	x	x
P	x	x
S	x	x
Si	x	x
Ti	x	x
Zn	x	x
Fibra de vidrio	-	x

Cabe indicar que para ambos tipos de residuos sólidos se observa la presencia de Si, Al, Zn, Fe, Mg que son considerados minerales retardantes de llama por lo que podrían brindarle una actividad ignífuga y se caracterizan debido a su comportamiento a altas temperaturas [15], [16]. Estos minerales retardantes de llama a altas temperaturas se descomponen endotérmicamente y absorben energía liberando moléculas no inflamables ( $H_2O$  y  $CO_2$ ), los cuales diluyen a los gases combustibles y promueven la formación de una capa protectora cerámica o vítrea [15]. Además, durante el proceso de ignición, la formación de la capa protectora carbonizada va a depender de la presencia de un agente carbonizante, el cual durante la descomposición térmica libera carbonos que van a constituir la capa protectora del polímero [15]. La efectividad de dicho agente carbonizante está relacionado con el número de átomos de carbono y con los sitios reactivos hidroxilos que contiene [15]. Es decir, los residuos sólidos pirolíticos le proporcionan una fuente de carbono que puede favorecer a la formación de la capa protectora carbonizada.

En la Fig. 5 y Fig. 6 se muestran las imágenes obtenidas por el ensayo de MSE para las muestras de LDSR y HDSR respectivamente. Con respecto a la imagen de la muestra de LDSR se observa la presencia de C, Fe, Zn, O y P en el punto 1. Cabe resaltar que en los puntos 2, 3, 4 y 5 se observan la presencia de Si, Mg y Al, además de otros elementos químicos. La diferencia con la muestra de HDSR es que en ésta se observa claramente la presencia de fibra de vidrio visualizada en el punto 6; en los puntos 7 y 8 se ha identificado la presencia de Si, Mg, Al, Zn, Fe y C.

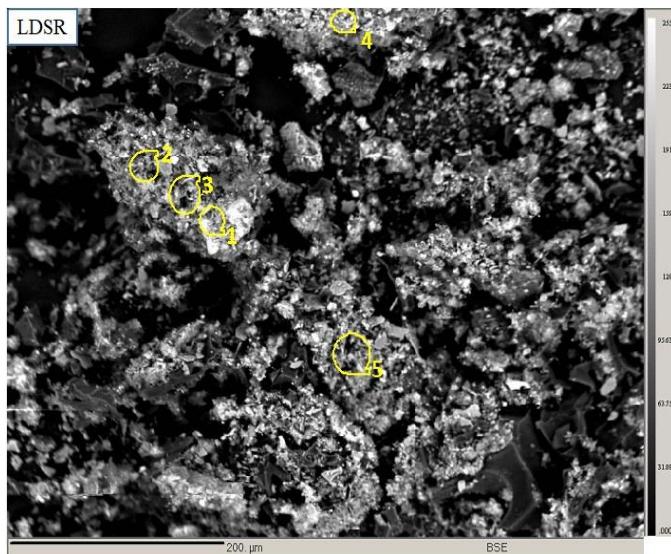


Fig. 5 Microanálisis por sonda electrónica para LDSR

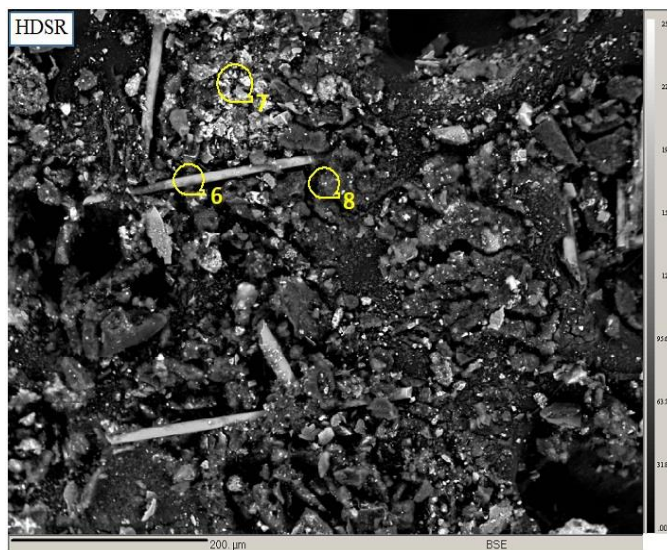


Fig. 6 Microanálisis por sonda electrónica para HDSR

Según el análisis FRX mostrado en la TABLA V, se corrobora la composición química de los residuos sólidos pirolíticos indicados en la TABLA IV.

En la TABLA V, además se observa la presencia en mayor cantidad de los óxidos de silicio, óxido de aluminio, óxido de hierro y óxido de zinc que son considerados minerales retardantes de llama [15].

TABLA V  
COMPOSICIÓN QUÍMICA(ÓXIDOS) DE LOS RESIDUOS SÓLIDOS PIROLÍTICOS

ÓXIDOS	LDSR (%)	HDSR (%)
$SiO_2$	51.5242	35.5748
$Al_2O_3$	12.8883	7.2259
$CaO$	13.6317	40.4302
$Fe_2O_3$	8.7307	1.7254
$TiO_2$	8.8405	5.8610
$ZnO$	2.7077	8.1100
$K_2O$	0.9471	0.7746
Otros	0.7297	0.2980

En la Fig. 7 se muestra el difractograma DRX de las muestras de LDSR y HDSR. En la muestra de LDSR se observan los picos  $2\theta$  a  $26.6^\circ$  [17] y  $28.6^\circ$  que corresponden a la presencia de óxido de silicio. La muestra de HDSR presentó picos a  $27.8^\circ$  que corresponde a  $TiO_2$  [18], a  $48.8^\circ$  que corresponde a óxido de silicio [19] y a  $47.7^\circ$  que indica la presencia de  $ZnO$  [20]. Ambas muestras presentaron picos  $2\theta$  a  $29.5^\circ$  que corresponde a la presencia de calcita ( $CaCO_3$ ) [21]. Lo que permite corroborar la presencia de los minerales retardantes de llama.

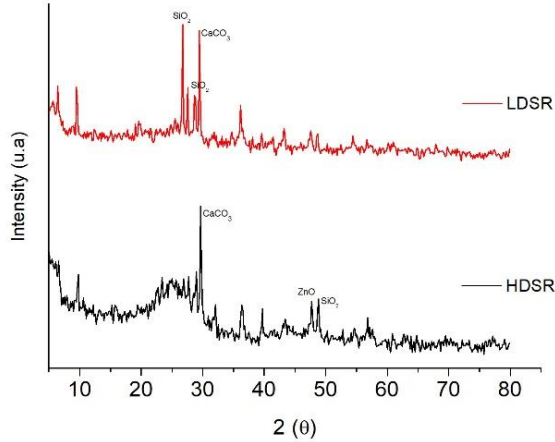


Fig. 7 Difractograma de Rayos X de los residuos sólidos pirolíticos

#### D. Propiedades termo-mecánicas y de inflamabilidad

El ATG permitió observar tres zonas de degradación donde la primera zona corresponde a la degradación del PER, la segunda zona al APP y la tercera al PP, como se puede observar claramente en la Fig. 8. Estas temperaturas características de las zonas de degradación se muestran en la TABLA VI.

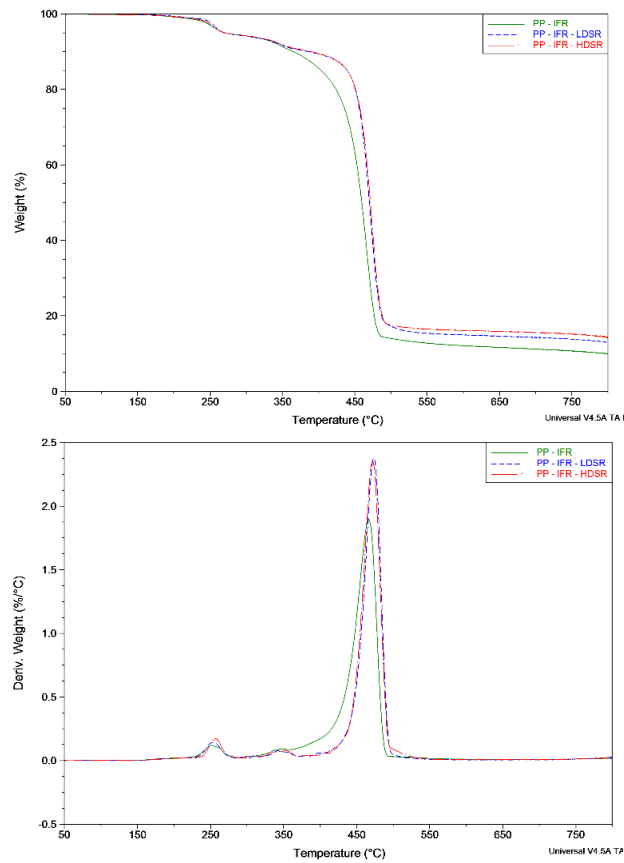


Fig. 8 Análisis Termogravimétrico del PP con los aditivos y residuos sólidos, pérdida de peso (superior) y derivada del peso (inferior).

Asimismo, la presencia de los residuos sólidos ocasionó que la segunda etapa de degradación sea a una temperatura mayor que la formulación PP - IFR y que se genere una menor pérdida de masa (%), es decir la adición de los residuos sólidos afecta a la temperatura de degradación (Fig. 8). Sin embargo, no se observa diferencia significativa entre las muestras con los residuos sólidos pirolíticos.

En la TABLA VI se observa que la mayor temperatura de degradación se consigue con las muestras que contienen a los residuos sólidos llegando hasta 380°C para la muestra de PP-IFR - LDSR y 390°C para la muestra de PP - IFR- HDSR frente al PP - IFR que llegó hasta 360°C.

TABLA VI  
CARACTERÍSTICAS DEL TERMOGRAMA DEL ATG DE LAS PROBETAS

MUESTRAS	1° etapa		2° etapa		3° etapa	
	Temperatura (°C)	Pérdida de masa (%)	Temperatura (°C)	Pérdida de masa (%)	Temperatura (°C)	Pérdida de masa (%)
PP - IFR	220	4.84	285	4.75	360	80.23
PP - IFR - LDSR	220	5.44	290	4.35	390	77.09
PP - IFR - HDSR	220	5.28	320	4.18	380	76.23

Las propiedades mecánicas de las probetas de polipropileno mostradas en la TABLA VII indican que la incorporación de los residuos sólidos pirolíticos conduce a un aumento de la resistencia máxima a la tracción en comparación al polímero virgen. A su vez la muestra PP - IFR - HDSR tiene una resistencia máxima ligeramente superior a la muestra del PP - IFR lo que puede deberse a que el material en su composición tiene fibra de vidrio; sin embargo, la muestra PP - IFR - LDSR presentó una resistencia menor.

El módulo de elasticidad se incrementa ligeramente en las tres formulaciones con los aditivos; pero en las muestras con los residuos sólidos pirolíticos este incremento es más importante, es decir hay un incremento significativo de la rigidez. Asimismo, la deformación disminuye abruptamente al igual que con la muestra PP-IFR. Este comportamiento registrado del PP con IFR y con los residuos sólidos pirolíticos podrían deberse a que la presencia de los minerales retardantes en los residuos sólidos pirolíticos influye en la reacción de los polímeros debido a que modifican su conductividad térmica, así como sus propiedades termofísicas y varían la viscosidad del material resultante [15].

TABLA VII  
PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS PROBETAS

Muestra	Resistencia máxima	Porcentaje de deformación	Módulo de elasticidad
	(MPa)	(%)	(MPa)
PP	41.29	14.55	1715.72
PP - IFR	28.95	4.21	5454.90
PP - IFR - LDSR	23.05	2.02	7097.67
PP - IFR - HDSR	29.75	2.14	7131.13

Los resultados mostrados en Fig. 9 permitieron diferir que las propiedades de inflamabilidad, al incorporárseles los aditivos, causa que se incremente la resistencia al fuego. Sin embargo, los componentes con los residuo solidos pirolíticos no disminuyen ni incrementan la acción retardante de llama. Cabe destacar que dicho comportamiento se debe a que según la composición de los residuos sólidos pirolíticos presentan SiO<sub>2</sub> y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en altas proporciones, ambos son minerales retardantes de llama. Asimismo, se observa que la muestra de PP - IFR-LDSR, la cual posee un 51.52% de SiO<sub>2</sub> y 12.88% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, tuvo un valor de ILO similar a la de PP - IFR; mientras que la muestra PP - IFR- HDSR quien tuvo menor cantidad de SiO<sub>2</sub> (35.57%) y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (7.22%) disminuyó el valor de ILO, lo que explicaría claramente la influencia de la composición de los residuos sólidos pirolíticos en la actividad retardante de llama de la matriz polimérica PP - IFR.

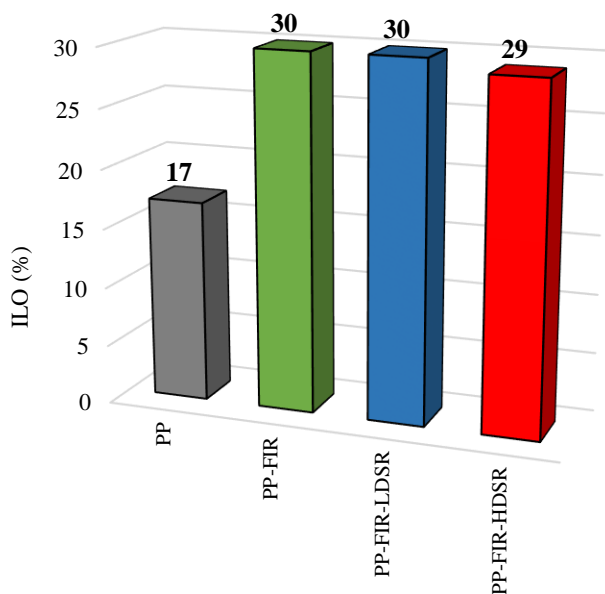


Fig. 9 Valores de ILO (%) de las probetas del PP con aditivos retardantes y residuos sólidos.

Cabe indicar que en la Ref. [22], muestras de PP:APP II:PER 6 (con 30% APP y 8.3% PER) tuvieron un valor de ILO de 39%, cuyo resultado es mayor en comparación a la muestra de PP - FIR debido a que la concentración de APP que utilizaron fue mayor. Además para la muestra PP:APP II:PER 4 (20% de APP y 8.3% de PER) cuya concentración de APP es igual a la nuestra se consiguió un valor de 30.5%, siendo mayor la concentración de polipropileno aplicada en la mezcla (71.7%) comparado a la usado en la presente investigación (67.5%) [22]. Lo reportado en la Ref. [16] donde usaron APP:PER (3:1) para el PP obteniendo un valor de ILO de 32%, este es ligeramente más alto que el nuestro (30%), pero su relación es 3:1 mientras que la aplicada en el presente trabajo es 2:1. Este comportamiento ratifica lo indicado por Ref. [16], es decir, que el valor de ILO se ve incrementado a mayor concentración de APP.

Sin embargo, al adicionársele a la matriz los LDSR y HDSR se disminuye la concentración de APP lo que da como resultado un valor de ILO igual a las muestras sin residuos sólidos pirolíticos, lo que corrobora que la composición química de los residuos sólidos interactúa con los aditivos retardantes (APP y PER) para mantener sus propiedades de llama. Esta interacción ocurre por la presencia de carbono y de los minerales retardantes. Entre los minerales retardantes se tiene a la Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, la cual refuerza la capa protectora formada por el APP y el PER sin reaccionar químicamente con el APP, y al SiO<sub>2</sub> cuyos mecanismos de reducción de la inflamabilidad se producen por procesos físicos y no por reacciones químicas [15].

En la Ref. [23] determinaron que los nanotubos de carbono de multicapa tienen acción sinérgica con aluminosilicatos en la actividad retardante de llama de polímeros, ya que la capa de carbono formada actúa como un aislante y material no inflamable que reduce la emisión de los productos volátiles en el área de la ignición. Sin embargo, en la Ref. [24], nanotubos de carbono han sido modificados por la adición de grupos hidroxilo para que se adhieran a las capas de carbono, lo que ha facilitado la dispersión de los carbonos generados para la formación de la capa protectora, obteniendo una mayor actividad retardante de llama que los nanotubos de carbono sin modificar. Por lo que, se explicaría la actividad retardante de llama de las muestras del PP con los residuos sólidos y aditivos retardantes de llama debido a la presencia de carbono.

#### IV. CONCLUSIONES

Los componentes poliméricos más representativos de materiales plásticos reciclados de vehículos al final de su vida útil son en su mayoría plásticos de alta densidad, estos desechos plásticos conducen a la obtención de una mayor cantidad de residuos sólidos en el proceso de pirólisis térmica.

La resistencia máxima a la tracción de la muestra del PP con los residuos sólidos pirolíticos e IFR presentó una resistencia superior a la del PP - IFR, este comportamiento se



debe a la presencia de fibra de vidrio. Mientras que el porcentaje de deformación disminuyó en un 50% con respecto a la muestra de PP - IFR, lo que trajo como consecuencia que el módulo de elasticidad en las muestras que contienen residuos sólidos pirolíticos se incrementen en un 30% con respecto a la muestra PP - IFR generando un aumento en la rigidez del material.

El análisis de MES de los residuos sólidos pirolíticos permitió destacar la presencia de Si, Mg, Al, Zn, Fe y C, donde se destaca que el C es un elemento importante en los retardantes de llama ya que actuaría como fuente de carbono necesaria para la formación de la capa carbonosa protectora. Asimismo, el ensayo de FRX demostró la presencia que óxidos de silicio, óxido de aluminio, óxido de fierro y óxido de zinc que son considerados minerales retardantes de llama, de ellos los dos primeros son importantes debido a la afinidad que presentan con el APP y PER.

Por lo que, se ha demostrado que los residuos sólidos pirolíticos pueden usarse como carga del sistema retardante de llama del polipropileno, ya que disminuirían las concentraciones de PP, APP y PER y no se alteraría las propiedades retardantes de llama del PP - IFR.

#### AGRADECIMIENTOS

A FONDECYT-CONCYTEC por el soporte financiero y a la Universidad de Lille por su apoyo.

#### REFERENCIAS

- [1] A. A. d. Perú, "AAP-Asociación Automotriz del Perú," 2018. [Online]. Available: <https://aap.org.pe/>. [Accessed 10 01 2019].
- [2] V. Monier, K. Salés, L. Lucet, R. Benhallam, R. Basciano, E. Lecointre and K. Filmon, "Synthèse annuelle de la filière des Véhicules Hors d'Usage - Données 2016," 2016. [Online]. Available: [www.ademe.fr/mediatheque](http://www.ademe.fr/mediatheque). [Accessed 10 01 2019].
- [3] ADEME, "Taux de réutilisation, de recyclage et de valorisation des broyeurs agréés en 2016," 2016. [Online]. Available: <https://www.syderep.ademe.fr/fr/commun/vhu>. [Accessed 10 01 2019].
- [4] R. Miandad , M. A. Barakat , A. S. Aburizaiza , M. Rehan y A. S. Nizami, «Catalytic Pyrolysis of Plastic Waste: A Review,» *Process Safety and Environment Protection*, 2016.
- [5] E. Poblete Olivares, Artist, *Pirólisis catalítica de desechos plásticos mediante zeolitas modificadas con cobre*. [Art]. Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Departamento de Ingeniería Química y Biotecnología, Universidad de Chile, 2013.
- [6] F. E. Contreras Canteros, Artist, *Estudio de la pirólisis catalítica de polietileno en un reactor semi-batch*. [Art]. Departamento de Ingeniería Química y Biotecnología, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Universidad de Chile, 2014.
- [7] A. M. Hisham , "Polypropylene as a Promising Plastic: A Review," *American Journal of Polymer Science*, vol. 6, no. 1, pp. 1-11, 2016.
- [8] A. Younis, "Flammability properties of polypropylene containing montmorillonite and some of silicon compounds," *Egyptian Journal of Petroleum*, vol. 26, pp. 1-7, 2017.
- [9] C. Maier and T. Calafut, *Polypropylene: The Definitive User's Guide And Databook*, Plastics Design Library, 1998.
- [10] S. Ghao, X. Zhao and G. Liu, "Synthesis of an integrated intumescent flame retardant and its flame retardancy properties for polypropylene," *Polymer Degradation and Stability*, 2016.
- [11] "Standard test method for measuring the minimum oxygen concentration to support candle-like combustion of plastics. ASTM D2863/77," 1977.
- [12] S. Sharuddin, F. Abnisa, W. Daud and M. Aroua, "Energy recovery from pyrolysis of plastic waste: Study on non-recycled plastics (NRP) data as the real measure of plastic waste," *Energy Conversion and Management*, vol. 148, pp. 925-934, 2017.
- [13] I. Velghe, R. Carleer, J. Yperman and S. Schreurs, "Study of the pyrolysis of municipal solid waste for the production of valuable products," *Journal of analytical and applied pyrolysis*, vol. 92, p. 366-375, 2011.
- [14] P. Das and P. Tiwari, "Valorization of packaging plastic waste by slow pyrolysis," *Resources, Conservation & Recycling*, vol. 128, p. 69-77, 2018.
- [15] F. Laoutid, L. Bonnaud, M. Alexandre, J.-M. Lopez-Cuesta and P. Dubois, "New prospects in flame retardant polymer materials: From fundamentals to nanocomposites," *Materials Science and Engineering R*, pp. 100-125, 2009.
- [16] H. Demir, E. Arkis, D. Balköse and S. Ülkü, "Synergistic effect of natural zeolites on flame retardant," *Polymer Degradation and Stability*, pp. 478-483, 2005.
- [17] J. Jezreel and R. De Leon, "Properties of silica from tice husk and rice husk ash and their utilization for Zeolite Y synthesis," *Quim. Nova*, pp. 1394-1397, 2011.
- [18] Y. Peralta, E. M. Lizcano-Beltrán, D. Laverde and E. M. Córdoba, "Formation of TiO<sub>2</sub> photoanodes by simultaneous electrophoretic deposition of Anatase and Rutile particles for photoassisted electrolytic copper ions removal," *Quim. Nova*, vol. 35, no. 3, pp. 499-504, 2012.
- [19] "Pozzolanic Characteristics of Palm Oil Waste Ash (POWA) and Treated Palm Oil Fuel Ash (TPOFA)," in *Conference: 2nd International Conference on Civil Engineering and Building Materials (CEBM 2012)*, Hong Kong, 2012.
- [20] N. Sriharan , N. Muthukumarasamy, M. Thambidurai and T. Senthil, "Importance of ZnO nanorods prepared from hydrothermal method for various dyes degradation," *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, vol. 19, no. 9, pp. 634-640, 2017.
- [21] I. Mazali and O. Alves, "Morphosynthesis: high fidelity inorganic replica of the fibrous network of loofa sponge (*Luffa cylindrica*)," *An. Acad. Bras. Ciênc.*, vol. 77, no. 1, pp. 25-31, 2005.
- [22] L. Yang, C. Wenlong, J. Zhou, L. Huilin , W. Xinlong and X. Chen, "Effects of microencapsulated APP-II on the microstructure and flame retardancy of PP/APP - II/PER composites," *Polymer Degradation and Stability*, pp. 150-159, 2014.
- [23] G. Beyer, "Short Communication: Carbon Nanotubes as Flame Retardants for Polymers," *Fire Mater.*, vol. 26, p. 291-293, 2002.
- [24] B. Du and Z. Fang, "The preparation of layered double hydroxide wrapped carbon nanotubes and their application as a flame retardant for polypropylene," *Nanotechnology*, vol. 21, no. 31, 2010.