

Análisis de los productos generados durante la pirólisis de residuos de poliestireno expandido

Juan Esteban Delgado Vargas y Dayana Alejandra Niño Avendaño

Trabajo de Grado para Optar al Título de Ingeniero Químico

Modalidad trabajo de investigación

Director

Giovanni Morales Medina

PhD en Ingeniería Química

Codirector

Adán Yovani León Bermúdez

PhD en Ingeniería Química

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas

Escuela de Ingeniería Química

Bucaramanga

2023

### Dedicatoria

*Este trabajo de grado se lo dedico a Dios por la vida, por la habilidad y la capacidad de tomar libre y voluntariamente decisiones que han forjado mi carácter durante este proceso académico.*

*A mi madre por su amor, apoyo incondicional, entrega e infinidad de virtudes brindadas en los momentos difíciles y en los logros alcanzados.*

*A mi padre por las buenas enseñanzas y el ejemplo que me otorgó como persona y como hombre.*

*A mi familia por siempre creer en mí, por guiarme en mi crecimiento personal y profesional durante mi vida universitaria.*

*A mis amigos y cada una de las personas que fueron parte de esta importante etapa en mi vida.*

*A mí por la constancia, perseverancia y por mantenerme siempre enfocado en lograr mis objetivos. Además, por permitirme sorprender y aprender de personas y experiencias maravillosas.*

*¡Mantente avanzando!*

Juan Esteban Delgado Vargas

*Este trabajo de grado se lo dedico a Dios, primeramente, por guiarme y darme sabiduría en los momentos que más necesite y por estar siempre a mi lado en cada paso que doy.” No temas ni te desalientes, porque el propio Señor irá delante de ti. Él estará contigo; no te fallará ni te abandonará”. Deuteronomio 31:8*

*A mi madre, Zulma Milena Avendaño Flechas, por estar presente en cada una de mis decisiones y sacarme adelante a través de sus valores, trabajo, entrega y sacrificio como la mujer excepcional que es, siendo un ejemplo a seguir, sin rendirse en cualquier adversidad.*

*A mi abuelito Carlos Arturo Avendaño Torres, por ser un extraordinario hombre que desde pequeña me acompañó con su amor, su ternura, su ejemplo y enseñanza.*

*A mi papá Abdon Niño Moreno, por su entrega, alegría y confianza sobre mí.*

*A mis hermanos, Laura Daniela Niño Avendaño y Sergio Danilo Niño Avendaño, porque, aunque somos personas muy diferentes, siempre me han acompañado en este camino, sintiéndose orgullosos de lo que he logrado.*

*A mi abuelita Luz Mery Flechas, por su cariño, ayuda y su amor de querer lo mejor para mí y a mi tío Carlos Mauricio Avendaño Flechas, por brindarme su ayuda y sus conocimientos.*

Dayana Alejandra Niño Avendaño

### **Agradecimientos**

Al doctor **GIOVANNI MORALES MEDINA**, director de nuestro proyecto, por su constante colaboración y gestión en los recursos necesarios para el desarrollo del proyecto.

Al doctor **ADAN YOVANI LEÓN BERMÚDEZ**, codirector de nuestro proyecto, por su orientación, disposición y apoyo brindado durante el desarrollo del proyecto.

Al grupo de investigación **GIC** por la disposición de sus materiales y equipos, y a sus integrantes por el acompañamiento en la fase experimental.

Al doctor **DARIO YESID PEÑA BALLESTEROS**, director del GIC, por su colaboración durante el desarrollo del proyecto.

A **ANDREY JIMENEZ**, químico y auxiliar del GIC, por su acompañamiento durante el desarrollo del proyecto.

Al doctor **HUMBERTO ESCALANTE HERNÁNDEZ**, por la caracterización de los productos gaseosos obtenidos.

A la **UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER** por la formación académica y personal en estos años de carrera universitaria.

Al **LABORATORIO DE ESPECTROSCOPIA ATÓMICA Y MOLECULAR (LEAM)**, por las mediciones de espectroscopía infrarroja (FT-IR).

Al **LABORATORIO DE MICROSCOPIA**, por la caracterización por medio de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

A **JOAQUÍN OROZCO**, químico del laboratorio la Escuela de Ingeniería Química por su colaboración para la caracterización de las materias primas y productos del proyecto.

**Tabla de contenido**

Introducción.....	12
1. Objetivos.....	14
1.1.Objetivo General.....	14
1.2.Objetivos Específicos.....	14
2. Marco conceptual.....	15
3. Estado del arte.....	18
4. Metodología.....	21
4.1.Fase I: Caracterización de los residuos de poliestireno expandido.....	21
4.2.Fase II: Desarrollo de un diseño de experimentos para el tratamiento por pirólisis.....	22
4.3.Fase III: Análisis de los productos resultantes del diseño de experimentos.....	24
5. Resultados.....	24
5.1.Caracterización de los residuos de poliestireno expandido.....	24
5.1.1. Termogravimetría.....	24
5.1.2. Calorimetría diferencial de barrido.....	25
5.2.Resultados diseño de experimentos de la pirólisis.....	27
5.3.Caracterización de los productos de la pirólisis.....	31
5.3.1. Caracterización de los productos líquidos.....	31
5.3.2. Caracterización de los productos sólidos.....	37
5.3.3. Caracterización de los productos gaseosos.....	41

6. Conclusiones ..... 43

7. Recomendaciones ..... 44

Referencias bibliográficas..... 45

**Lista de tablas**

<b>Tabla 1.</b> Rango de los factores empleados en la pirólisis de poliestireno expandido. ....	23
<b>Tabla 2</b> Rendimientos de productos líquidos del proceso de pirólisis del poliestireno expandido. .....	28
<b>Tabla 3.</b> Grupos funcionales y longitudes de onda presentes en los residuos de la pirólisis de poliestireno expandido por espectroscopia de Infrarrojo. ....	33
<b>Tabla 4.</b> Resultados TGA de los productos sólidos de la pirólisis del poliestireno. ....	38
<b>Tabla 5</b> Caracterización de los productos gaseosos por cromatografía de gases. ....	41

**Lista de Figuras**

<b>Figura 1.</b> Obtención del poliestireno.....	16
<b>Figura 2.</b> Poliestireno expandido. ....	16
<b>Figura 3.</b> Fase metodológica del proyecto. ....	21
<b>Figura 4.</b> Tipo de reactor utilizado.....	23
<b>Figura 5.</b> Montaje experimental. Baño térmico .....	23
<b>Figura 6.</b> Termograma de los residuos de EPS con velocidad de calentamiento de 15°C/min. ..	25
<b>Figura 7.</b> Diagrama DSC del Poliestireno Expandido. ....	26
<b>Figura 8.</b> Capacidad calorífica del poliestireno expandido tratado a distintas temperaturas.....	27
<b>Figura 9.</b> Diagrama de Pareto estandarizado para el rendimiento de los productos líquidos.....	29
<b>Figura 10.</b> Efecto de los factores sobre el rendimiento de los líquidos. ....	30
<b>Figura 11.</b> Efecto de las interacciones sobre el rendimiento de los productos líquidos. ....	31
<b>Figura 12.</b> Espectroscopía infrarroja de poliestireno expandido. ....	32
<b>Figura 13.</b> Comparación de los picos de absorbancia del poliestireno expandido y las corridas de mayor, intermedias y menor rendimiento de líquidos. ....	35
<b>Figura 14.</b> % peso de líquidos obtenidos de pirólisis de poliestireno expandido. ....	35
<b>Figura 15.</b> Termogramas de los productos sólidos de las pruebas 1 y 5.....	37
<b>Figura 16.</b> Resultado del análisis próximo de los productos sólidos de la pirólisis de poliestireno expandido.....	38
<b>Figura 17.</b> Morfología del producto sólido de la pirólisis de poliestireno a 470 °C, 80min, 435psi.....	39
<b>Figura 18.</b> Morfología del polietileno de baja densidad a 776 °C. ....	39
<b>Figura 19.</b> % en peso de elementos en sólidos obtenidos de la pirolisis de poliestireno	

expandido..... 40

**Lista de apéndices**

<b>Apéndice A.</b> Pretratamiento del Poliestireno expandido recolectado. ....	49
<b>Apéndice B.</b> Equipo de caracterización del poliestireno expandido .....	51
<b>Apéndice C.</b> TGA de los productos sólidos de la pirólisis de poliestireno expandido. ....	51
<b>Apéndice D.</b> Calorimetría diferencial de barrido. ....	52

## Resumen

**Título:** Análisis de los productos generados durante la pirólisis de residuos de poliestireno expandido\*

**Autor:** Juan Esteban Delgado Vargas y Dayana Alejandra Niño Avendaño\*\*

**Palabras Clave:** Pirólisis, residuos, poliestireno expandido, biodegradación, combustibles.

**Descripción:** En la actualidad, el manejo de residuos sólidos es inadecuada e incide en problemas ambientales, sociales, económicas y de salud, con un porcentaje de reciclaje de plásticos no mayor al 30%. El poliestireno expandido es un plástico con un ciclo de vida corto, un proceso de biodegradación lento; genera residuos nocivos con agentes tóxicos y ocupa un gran volumen en los rellenos sanitarios; por lo anterior, una opción a la degradación de este plástico corresponde a la aplicación de un método que contribuya a disminuir su impacto, como lo es el reciclaje químico llamado pirólisis. Este proyecto de investigación analizó los productos generados durante la pirólisis de residuos de poliestireno expandido, caracterizando los productos por medio de técnicas analíticas y comparando sus composiciones respecto al residuo inicial. Se recolectaron residuos de poliestireno expandido de distintos sitios de acumulación de materiales no aprovechables y se trataron mediante un proceso de dilución en diclorometano, reduciendo su volumen previo al tratamiento por pirólisis.

La pirólisis fue aplicada en un montaje a escala laboratorio, utilizando atmósfera inerte, en un reactor tipo *Batch*, donde se desarrolló un diseño de experimentos. Según los resultados, el mayor rendimiento de productos líquidos de pirólisis, con un rendimiento de 94,25 %, se obtuvo a condiciones de 40 min, 430 °C y 750 psi.

Asimismo, las caracterizaciones de los productos en estado líquido reportaron compuestos con estructura aromática, propias de estructuras de disolventes o constituyentes de la gasolina. Para los productos en estado sólido, se caracterizaron por residuos carbonosos, con morfología de tipo esférico y para los productos gaseosos, el compuesto metano (CH<sub>4</sub>), alcanzando un 78,273 % molar, siendo el más predominante.

---

\* Trabajo de Grado

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Programa académico. Director: Giovanni Morales. PhD en Ingeniería Química. Codirector: Adán Yovani León Bermúdez. PhD en Ingeniería Química.

### Abstract

**Title:** Analysis of the products generated during the pyrolysis of expanded polystyrene waste\*

**Author(s):** Juan Esteban Delgado Vargas y Dayana Alejandra Niño Avendaño\*\*

**Key Words:** Pyrolysis, waste, expanded polystyrene, biodegradation, fuels.

**Description:** Currently, solid waste management is inadequate and affects environmental, social, economic and health problems, with a plastic recycling percentage of no more than 30%. Expanded polystyrene is a plastic with a short life cycle, a slow biodegradation process; it generates harmful waste with toxic agents and occupies a large volume in sanitary landfills; Therefore, an option to the degradation of this plastic corresponds to the application of a method that contributes to reduce its impact, such as chemical recycling called pyrolysis. This research project analyzed the products generated during the pyrolysis of expanded polystyrene residues, characterizing the products through analytical techniques and comparing their compositions with respect to the initial residue. Expanded polystyrene waste was collected from different accumulation sites of non-usable materials and treated by means of a dichloromethane dilution process, reducing its volume prior to treatment by pyrolysis.

Pyrolysis was applied in a laboratory scale assembly, using an inert atmosphere, in a Batch reactor, where an experiment design was developed. According to the results, the highest yield of liquid pyrolysis products, with a yield of 94.25 %, was obtained at conditions of 40 min, 430 °C and 750 psi.

Likewise, the characterizations of the products in the liquid state reported compounds with an aromatic structure, typical of solvent structures or constituents of gasoline. For the products in the solid state, they were characterized by carbonaceous residues, with spherical-type morphology and for the gaseous products, the methane compound (CH<sub>4</sub>), reaching 78.273 molar %, being the most predominant.

---

\* Degree Work

\*\* Faculty of Physicochemical Engineering. School of Chemical Engineering. Academic Program. Director: Giovanni Morales. PhD in Chemical Engineering. Co-director: Adán Yovani León Bermúdez. PhD in Chemical Engineering.

### **Introducción.**

En las últimas décadas, el aumento en el consumo de los productos plásticos ha crecido exponencialmente, provocando consecuencias ambientales como la acumulación de residuos plásticos. En la actualidad se han formado siete islas de residuos plásticos, de las cuales la más grande ocupa un área de 10 millones de km<sup>2</sup>, conocida como *Great Pacific* (Trabucchi, 2019). En Colombia, según datos del DANE, el consumo de material plástico fue de 1,25 Mton para el 2019. De estos, solo un 17% de residuos plásticos fueron reciclados (Green Peace, 2019). El poliestireno expandido es uno de los plásticos de tipo espumoso más comercial en Colombia; se caracteriza por ser un plástico de un solo uso, lo que conlleva a que se descarte rápidamente, ocupando un 13% de todos los plásticos que se disponen en los rellenos sanitarios (Narváez & Manrique, 2021).

En lo que respecta a la disminución de su impacto postconsumo, varios departamentos han avanzado en la prohibición de su uso, como es el caso de Boyacá en el municipio de Iza, en donde se implementó su cambio por envases de fécula de maíz y material biodegradable (Reyes, 2020). Asimismo, a nivel país, la ley de plásticos de un solo uso establece medidas tendientes a la reducción gradual de la producción y consumo de ciertos productos plásticos de un solo uso y se dictan otras disposiciones (Congreso de Colombia, 2022)

No obstante, estos avances, los residuos de poliestireno ya formados seguirán impactando al ambiente, con las consecuencias durante su periodo de degradación natural. Como alternativa, la pirólisis de los residuos de este plástico puede ser aplicada para su descomposición en una atmósfera que puede estar libre de oxígeno (Riesco-Ávila et al., 2019). Dependiendo del nivel de rendimiento y la composición, los productos líquidos de la pirólisis de los residuos de poliestireno pueden ser utilizados como combustibles en motores de combustión interna (Saldaña & Riesco, 2015),

Por lo anterior, la pregunta de investigación corresponde a, ¿cuál es la influencia de los factores de experimentación en los rendimientos y la composición de los productos generados durante la pirólisis de residuos de poliestireno?

## **1. Objetivos.**

### **1.1. Objetivo General.**

Analizar los productos generados durante la pirólisis de residuos de poliestireno expandido, por medio de un diseño de experimentos, definiendo el rendimiento en productos líquidos, gaseosos y sólidos.

### **1.2. Objetivos Específicos.**

- ✓ Caracterizar los residuos de poliestireno expandido recolectados de diferentes desechos sólidos, aplicando técnicas instrumentales como la espectroscopia de infrarrojo, TGA y calorimetría diferencial de barrido, determinando los principales aspectos estructurales.
- ✓ Desarrollar un diseño de experimentos dirigido al análisis de la influencia de los factores en la pirólisis de los residuos de poliestireno expandido, determinando los rendimientos de los productos líquidos, sólidos y gaseosos.
- ✓ Comparar la composición de los productos generados durante la pirólisis, con respecto al residuo inicial, por medio de técnicas instrumentales especificando la influencia de los factores en las características de los productos.

## 2. Marco conceptual.

**Plásticos:** Los plásticos son materiales poliméricos orgánicos que pueden deformarse hasta conseguir una forma deseada por medio de extrusión, moldeo, hilado, etc. (Castillo, 2017). Son compuestos muy resistentes y sostenibles para que perduren en el tiempo como principal problema ambiental.

**Termoplásticos:** Se caracterizan por ser polímeros que pueden estar ramificados o no, su estructura molecular no presenta entrecruzamientos por lo que son solubles en algunos disolventes orgánicos. Su estructura no se encuentra entrecruzada, son libres de moverse y son solubles en algunos disolventes orgánicos, capaces de fundir, por tanto, reciclables (Beltrán & Marcilla, 2011b). Su comportamiento de forma plástica es a elevadas temperaturas sin afectar su conducta.

**Poliestireno:** Es el poliestireno, un plástico celular, compuesto por una cadena de monómeros de estireno, es un líquido transparente de baja viscosidad. Se obtiene por reacción del benceno con el etileno, dando origen al etilbenceno, posteriormente, se deshidrogena y purifica (Barrera, 2016). Es un material espumoso con características como baja conductividad térmica, peso ligero, resistente al sonido, poca absorción al agua y un costo reducido. Presenta una estructura celular cerrada y relleno de aire (Figura 1). Se encuentran dos tipos de poliestireno; poliestireno expandido y poliestireno rígido.

**Figura 1.**

*Obtención del poliestireno.*

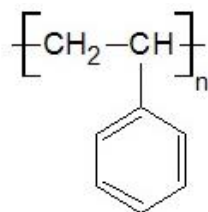


*Nota.* Adaptada de (*Poliestireno / Tecnología de Los Plásticos*, n.d.)

***Poliestireno expandido:*** El poliestireno expandido (Figura 2), mejor conocido como unicel, es un material liviano que deriva de un polímero del estireno obtenido del petróleo y que no es degradable (Valdés-Rodríguez, 2021). Su consistencia es semiviscosa, su proceso de polimerización consta de un plástico en forma de esferas que se expanden por medio de calor. (Pérez García et al., 2016).

**Figura 2.**

*Poliestireno expandido.*



*Nota.* Adaptada de (*Propiedades y Características Del Poliestireno Expandido (EPS) / Almacenes Adda*, n.d.)

***Pirólisis:*** La pirólisis es la degradación térmica o volatilización de la biomasa, por lo general, en ausencia de oxígeno y aire (A.D & WILKINSON, 1997). Esta degradación puede ser efectuada con ayuda de un catalizador. El proceso consiste en el rompimiento de la estructura

molecular de los compuestos, evitando la combustión a condiciones de temperatura y presión moderadas. En la pirólisis de polímeros, el proceso de separación de las moléculas se da por aumento de la presión y temperatura, y se genera una mezcla de hidrocarburos en los tres estados sólido, líquido y gaseoso (Paradela et al., 2009). La pirólisis puede ser categorizada en: pirólisis lenta, media y rápida, lo cual depende de la velocidad de transferencia de calor y el tiempo de residencia del vapor de productos gaseosos calientes en la zona de reacción (Agrowaste, 2013).

***Pirólisis térmica:*** La pirólisis térmica de plásticos como Polipropileno (PP) y Poliestireno (PS) reciclado da como resultado combustible, ésta es una manera de aprovechar el poder calórico y valor energético de este tipo de residuos (Zambrano, 2021). Los productos obtenidos de la pirólisis térmica (descomposición en ausencia de oxígeno) se puede dividir en fracción de gas no condensable, fracción líquida (que consiste en parafinas, olefinas, naftenos y aromáticos), residuos sólidos y gases.

***Reactor Batch:*** Son reactores discontinuos, en donde no existe flujo de entrada ni salida y son utilizados para estudiar la cinética de reacciones químicas. Este tipo de reactor permite trabajar a un menor volumen de fabricación con pequeñas muestras, adaptándose a nuevas producciones sin realizar grandes cambios. (Vega et al., 2020).

***Espectroscopia infrarroja (FTIR):*** Es una técnica analítica fundamentada en las moléculas, se basa en absorber la luz en la región infrarroja del espectro electromagnético, convirtiéndola en vibración molecular (IR). Permite obtener información estructural de la materia con el haz de luz que incide sobre la materia, provocando vibraciones específicas de los átomos de las moléculas a determinadas frecuencias de los enlaces químicos, permite conocer de forma rápida las distintas clases de polímeros (Velandia Cabra, 2018).

***Análisis de termogravimetría (TGA):*** La termogravimetría permite analizar el

comportamiento del material frente a la temperatura, obteniendo la temperatura de inicio y de final para la degradación del material (Parres, 2005). Esta técnica presenta información detallada sobre procesos que conducen a cambio de peso; entre estos procesos se tienen: descomposición, absorción, reducción. En la curva TGA se representa en el eje de ordenada el peso y en las abscisas la temperatura o el tiempo.

***La calorimetría diferencial de barrido (DSC):*** Es una técnica experimental dinámica a temperatura constante y con un tiempo determinado, en el que una sustancia absorbe o libera calor a una velocidad constante, en un límite de intervalo de temperaturas. (SURINACH et al., 1992). Es útil para someter materiales a una tasa de calefacción, para determinar parámetros termofísicos como las transiciones en cambio de estado (vítrea) y las que se producen en el mismo estado; capacidades caloríficas y entalpía en ciertas reacciones. (Varón et al., 2014)

***La cromatografía de gases:*** Es un método analítico usado para cuantificar y separar compuestos orgánicos de mezclas simples y complejas. La técnica de pirólisis- cromatografía de gases (Py-GC) es empleada en polímeros sintéticos y naturales (Savage Gómez, 2004). Asimismo, la pirólisis con cromatografía de gases y espectroscopia de masas (Py-GC/MS) permite que las moléculas degradadas en fragmentos pequeños se analicen por GC/MS, para obtener información de la estructura, composición de la materia orgánica estudiada. (Campo et al., 2008)

### **3. Estado del arte.**

Verma *et al* (2021) utilizaron el reciclaje terciario de los residuos de poliestireno expandido (WEPS), para la generación de estireno, etilbenceno y tolueno. Los autores utilizaron 4 tipos de arreglos de reactores para la pirólisis catalítica y térmica, además de un análisis TGA con un rango de temperaturas, en un flujo de nitrógeno para observar la composición de aceite de pirólisis con cromatógrafo de gases; los grupos funcionales presentes se estudiaron mediante el FTIR; el estudio

proximal de poliestireno expandido fue efectuado con pruebas de la ASTM. Según los autores, las curvas de TGA reportaron un rendimiento máximo líquido de un 94,37%, en un tiempo de 30 minutos.

Jan *et al.*, en 2019 aplicaron la degradación termocatalítica de residuos de poliestireno a bajas temperaturas, en un horno de fabricación casera, caracterizando el aceite con distintas técnicas. Los autores aplicaron caracterización por microscopía electrónica de barrido y TGA a una mezcla de 7 mg de residuos de poliestireno y el catalizador. Los autores aplicaron las técnicas TG/DTG al poliestireno, y sus productos de pirólisis con catalizador (óxido de cobre dopado con níquel) y sin catalizador. Según los autores, la temperatura máxima de degradación con catalizador fue 408 °C. Asimismo, los autores aplicaron cromatografía de gases/espectrometría de masas (GC/MS), reportando compuestos de bajo peso molecular en la fracción líquido y monómeros de estireno.

Manigandan *et al.* (2021) aplicaron pirólisis (catalítica y térmica) a residuos sólidos plásticos, incluyendo residuos de poliestireno, polietileno y polipropileno, con el fin de obtener aceite de pirólisis y verificar sus propiedades de combustión en motores Diésel. Según los autores, a medida que aumenta la temperatura de la pirólisis, el porcentaje de los residuos sólidos disminuye; por ejemplo, a 700 K la tasa de rendimiento de sólido, líquido y gas es 78%, 10% y 11% y cuando incrementa a 800 K la tasa cambia a 45%, 40% y 36%, respectivamente.

Onwudili *et al.* (2009), estudiaron los métodos de procesamiento alternativos de los polímeros plásticos como el poliestireno para producir productos de mayor valor con el reciclaje de estos residuos. Mediante tratamientos de hidrogenación y pirólisis en una atmósfera inerte, en los que se evidenciaron parámetros importantes como los rangos de temperatura, de la presión, el tiempo de residencia y el tipo de reactor para el rendimiento y la composición de los productos. Se

llevó a cabo el experimento en un reactor autoclave presurizado discontinuo, con un análisis de gases, sólidos y líquidos en técnicas como cromatografía de gases. Este proyecto contribuye a la esquematización del tipo de diseño de experimentos en el rango de temperatura, tiempo y presión. Además, a la comparación de los principales componentes líquidos producto de la pirolisis en aceites principalmente en compuestos aromáticos ligeros como benceno, tolueno, etilbenceno, estireno, tolueno, etc.

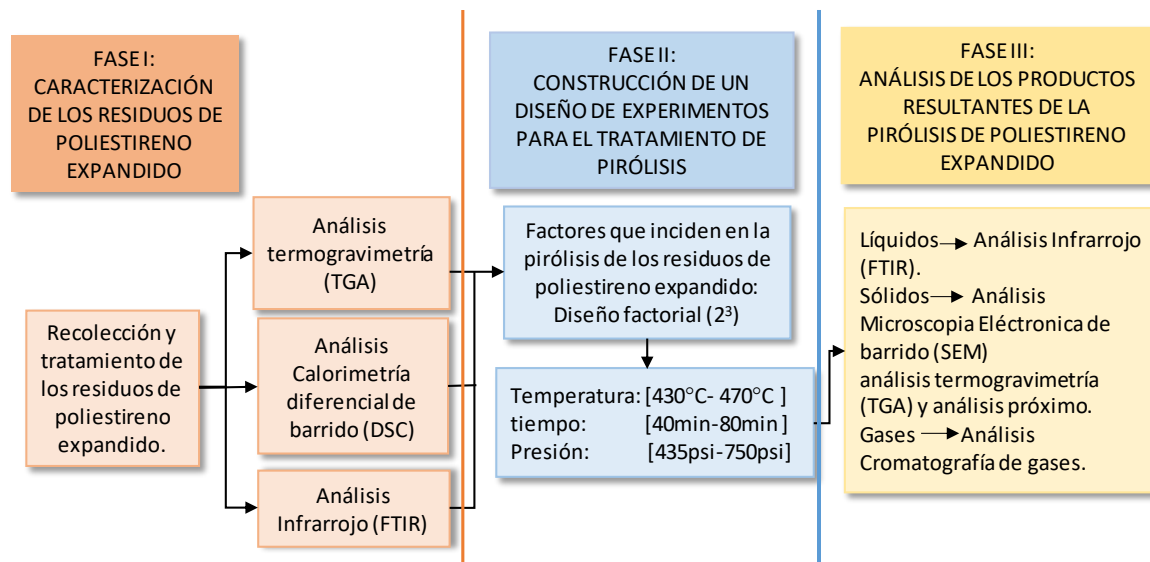
León *et al* (2020), analizaron el efecto de la hidroconversión en un poliestireno reciclado. Para esto, los autores efectuaron un proceso de dilución en diclorometano, seguido de secado y trituración para obtener pellets uniformes. La pirólisis fue desarrollada en un microrreactor *batch*, observando un rendimiento de los productos líquidos superior al 90%. Los autores afirman que la hidroconversión del poliestireno generó compuestos de interés para la industria petroquímica.

#### 4. Metodología.

La metodología aplicada fue dividida en 3 fases. La Figura 3 ilustra las fases y las actividades de la metodología.

**Figura 3.**

*Fase metodológica del proyecto.*



##### 4.1. Fase I: Caracterización de los residuos de poliestireno expandido

**Actividad 1:** Las muestras de poliestireno expandido fueron pretratadas por medio de dilución en diclorometano, con relación 2:1 en peso, en un sistema de agitación constante a temperatura ambiente, hasta alcanzar su punto de saturación. Lo anterior generó un poliestireno desgasificado húmedo con diclorometano.

**Actividad 2:** Las muestras de poliestireno desgasificado fueron secadas en un horno de convección (equipo UN 110) a una temperatura de 105°C con el fin de obtener un poliestireno desgasificado sólido.

**Actividad 3:** El poliestireno sólido fue sujeto a molienda y tamizado, obteniendo un tamaño de grano entre 1 y 5 mm; lo anterior, según recomendación de Pintoja (2018), para

muestras a procesar con pirólisis.

**Actividad 4:** Las muestras fueron caracterizadas por análisis TGA (La curva TGA fue obtenida definiendo una velocidad de calentamiento de 15 °C/min, en una atmósfera de nitrógeno (50 ml/min), DSC (La curva DSC obtenida definiendo una velocidad de calentamiento de 5°C/min, en una atmósfera de nitrógeno y FTIR (en un rango de adquisición de 4000-400cm<sup>-1</sup>)

#### **4.2. Fase II: Desarrollo de un diseño de experimentos para el tratamiento por pirólisis.**

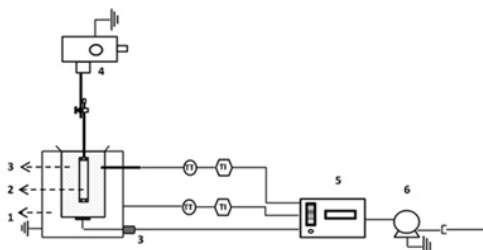
**Actividad 5:** Los factores considerados en la pirólisis del poliestireno correspondieron a: la temperatura, presión y tiempo de residencia, con base a los estudios de (Onwudili et al., 2009a).

**Actividad 6:** El montaje experimental utilizado correspondió a un reactor *batch* y a un baño térmico. El reactor contó con una capacidad de 168 cm<sup>3</sup> y un diámetro interno de 3.8cm, de acero inoxidable AISI 316 con accesorios *Swagelok*. El recipiente cilíndrico del reactor reportó un peso de 1278,5 g, con una tapa inferior con roscado de 697,04 g, y una válvula para el acople a los sistemas de presurización y de agitación mecánica. Por su parte, el baño térmico de marca *Techne-calibration* consistió de un sistema de arena fluidizada, diseñado para trabajar con el suministro de un sistema térmico, un sistema mecánico y un sistema de suministro de aire. El sistema térmico, constituido por resistencias eléctricas, mantiene la temperatura del reactor hasta valores de 600°C; el sistema mecánico, compuesto por una biela conectada al brazo de reactor, define la agitación mecánica, a las revoluciones por minuto definidas en el tablero de control, el sistema de suministro de aire define la atmósfera en el reactor durante el proceso de pirólisis.

En la Figura 4, se presenta el reactor utilizado, mientras la Figura 5 ilustra el montaje del reactor y el baño térmico. El montaje experimental fue ubicado en las instalaciones del Parque Tecnológico Guatiguará, adjunto al Grupo de Investigaciones en Corrosión (GIC).

**Figura 4.**

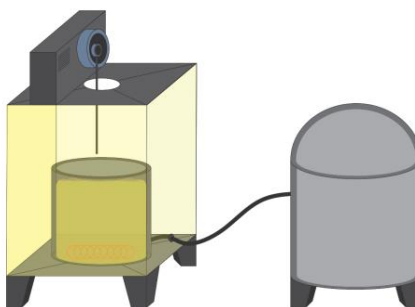
*Tipo de reactor utilizado.*



*Nota.* Adaptada de (Salas Chía & Nuñez Méndez, 2020).

**Figura 5.**

*Montaje experimental. Baño térmico*



*Nota.* Adaptado a (Salas Chía & Nuñez Méndez, 2020)

**Actividad 7:** El diseño experimental utilizado fue de tipo factorial  $2^3$ , considerando duplicados. Los rangos de los factores empleados se muestran en la Tabla 1; estos valores fueron establecidos con base en los estudios de (Onwudili et al., 2009b). Los experimentos fueron desarrollados en el equipo de la Figura 5, con la variable de respuesta definida como el rendimiento de los productos líquidos.

**Tabla 1.**

*Rango de los factores empleados en la pirólisis de poliestireno expandido.*

<b>Factor</b>	<b>-</b>	<b>+</b>
Tiempo pirólisis [min]	40	80

Temperatura [°C]	430	470
Presión [Psi]	435	750

**Actividad 8:** Los resultados del diseño experimental fueron analizados, con ayuda de los códigos del software Statgraphics.

### 4.3. Fase III: Análisis de los productos resultantes del diseño de experimentos.

**Actividad 9:** Las muestras de productos líquidos fueron analizadas por FTIR (en un rango de adquisición de 4000-400 $\text{cm}^{-1}$ ). Las muestras de productos sólidos fueron analizadas por TGA (La curva TGA fue obtenida definiendo una velocidad de calentamiento de 15 °C/min, en una atmósfera de nitrógeno (50 ml/min), análisis próximo con un flujo de N<sub>2</sub> de 50 ml/min y tasas de calentamiento de 50 °C/min, 100°C/min y 10 °C/min. La primera tasa se empleó hasta 110 °C, luego hubo una isoterma de 20 min, y desde 110 °C hasta 900 °C, la tasa de calentamiento fue de 100 °C/min. Finalmente, desde 900 °C hasta 950 °C, se utilizó una tasa de 10 °C/min. y SEM (electrones secundarios (SE) y electrones retrodispersados (BSE)). Mientras que las muestras de productos gaseosos fueron sometidas a cromatografía de gases.

**Actividad 10:** Los diferentes resultados de las pruebas de caracterización fueron analizados, proponiendo los distintos compuestos constituyentes, según el estado del producto de pirólisis.

## 5. Resultados.

### 5.1. Caracterización de los residuos de poliestireno expandido.

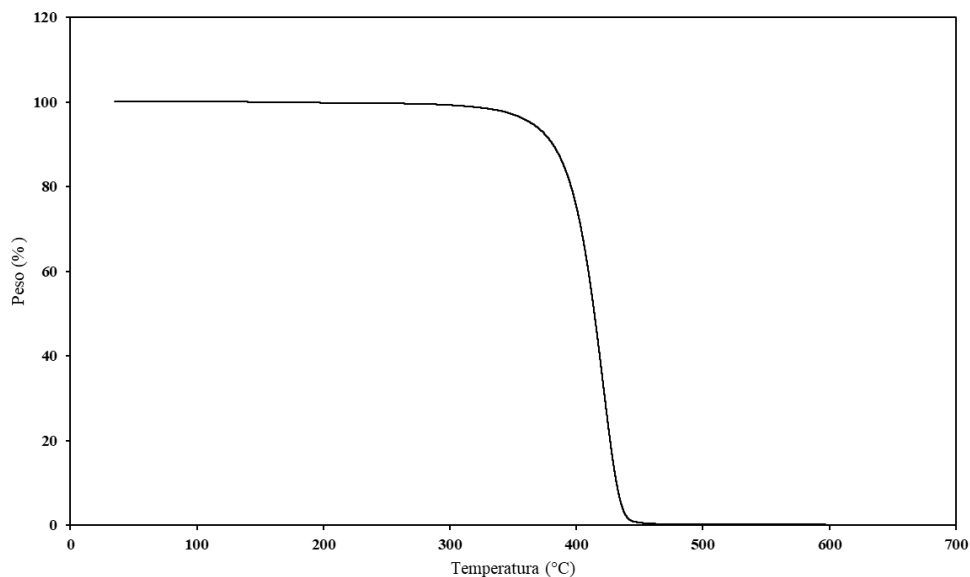
#### 5.1.1. Termogravimetría

La curva resultante de la caracterización por TGA se muestra en la Figura 6. El ensayo se realizó siguiendo las condiciones establecidas en otras investigaciones (Ng et al., 2018, G. Barrera

Castro et al., 2017)(Chipara et al., 2022). Según la Figura 6, la degradación de la muestra comienza aproximadamente en 346 °C, reportando un 98,7% de pérdida de masa para una temperatura de 395,9 °C; la descomposición de la muestra hasta los 470 °C, donde ocurre aproximadamente el 100 % en peso de pérdidas de masa debido a las reacciones generadas. Lo anterior indica que el intervalo de temperatura seleccionado (430, 470 °C) para las pruebas experimentales es adecuado para el análisis de los fenómenos de la pirolisis del poliestireno. El TGA de la figura coincide con lo reportado por (Yu et al., 2018) y (Verma et al., 2021), confirmando la similitud del mecanismo de degradación.

### Figura 6.

*Termograma de los residuos de EPS con velocidad de calentamiento de 15°C/min.*



#### 5.1.2. Calorimetría diferencial de barrido.

Los resultados obtenidos por DSC para el poliestireno desgasificado son presentados en la Figura 7. Según esta figura, en el tramo de la curva entre 101 y 107°C se presenta un proceso endotérmico asociado a la transición vítrea del material (temperatura de transición vítrea,  $T_g$ ); la  $T_g$  del material fue definido en el valor de 104,23 °C, debido a que es el valor aproximado del

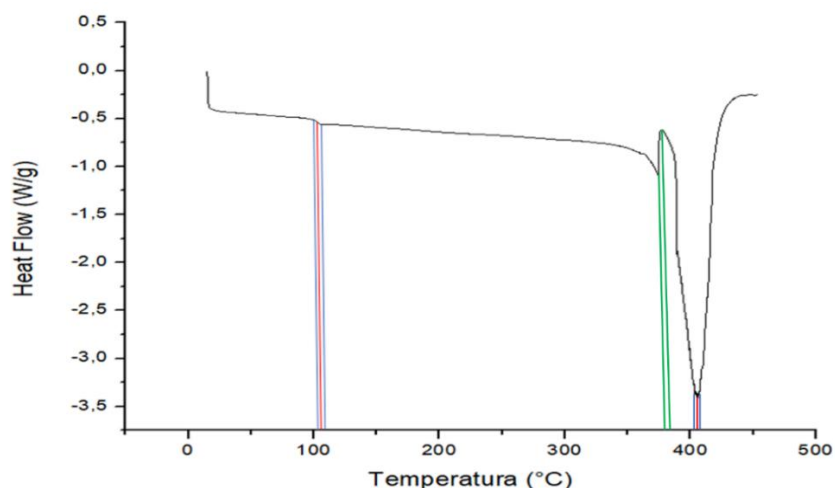
punto de inflexión del tramo señalado. Este valor de  $T_g$  es similar al reportado por (Vanessa & Barreiro, n.d.) de 108 °C. El menor valor del  $T_g$  obtenido en el presente trabajo puede ser consecuencia de algún aditivo de la fabricación del poliestireno expandido, remanente de la dilución con diclorometano.

Asimismo, en la Figura 7 se expone un pico endotérmico irregular entre 350 °C y 380 °C, resultante del efecto del diclorometano en la estructura del poliestireno desgasificado; de este pico se infiere que parte del solvente quedó atrapado en la estructura del poliestireno desgasificado. Este proceso también ha sido descrito en el análisis del polimorfismo de la estructura del ácido octadecanoico (Silva et al., 2019).

Sin considerar el pico endotérmico del solvente, la estructura no presenta más variaciones entre 100 a 350 °C, por lo cual el poliestireno utilizado corresponde con una estructura de tipo atáctico. Lo anterior concuerda con lo reportado por (Pierella et al., 2005).

### Figura 7.

*Diagrama DSC del Poliestireno Expandido.*

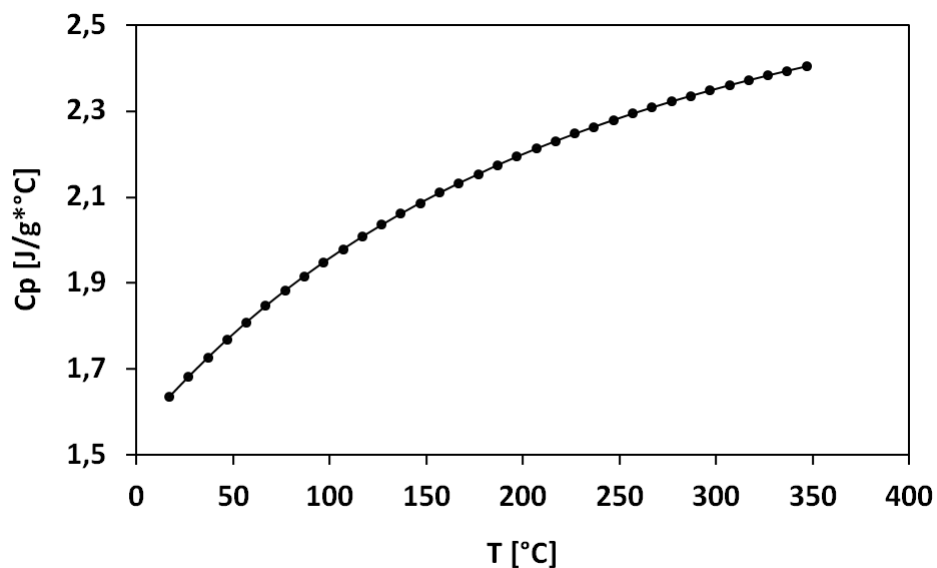


Por otra parte, la Figura 8 presenta la variación de la capacidad calorífica del poliestireno

expandido a distintas temperaturas dentro del rango analizado por DSC; el cálculo de la capacidad calorífica fue realizado con base a la norma ASTM-E1269. Los resultados obtenidos en el rango de 16 a 350°C, reportan valores de la capacidad calorífica del poliestireno expandido comprendidos desde 1,64 hasta 2,40 J/g/°C. Los resultados obtenidos de la capacidad calorífica a distintas temperaturas (Figura 8) son similares a los reportados en el análisis de las propiedades hidrotérmicas, mecánicas y morfológicas de un mortero a base de poliestireno expandido de (Maaroufi et al., 2021).

### Figura 8.

*Capacidad calorífica del poliestireno expandido tratado a distintas temperaturas.*



### 5.2. Resultados diseño de experimentos de la pirólisis

La Tabla 2 presenta los resultados del diseño experimental factorial  $2^3$  con valores duplicados (Tabla 1). Según los resultados de esta tabla, el mayor porcentaje de rendimientos de líquidos corresponde a 97,97 %, evidenciable en la quinta prueba y resultante de operar a una temperatura de 430 °C, un tiempo de 80 min y una presión de 750 psi. El menor rendimiento de líquidos se obtuvo en la cuarta prueba, con temperatura de 430 °C, un tiempo de 80 min y una

presión de 435 psi.

**Tabla 2**

*Rendimientos de productos líquidos del proceso de pirólisis del poliestireno expandido.*

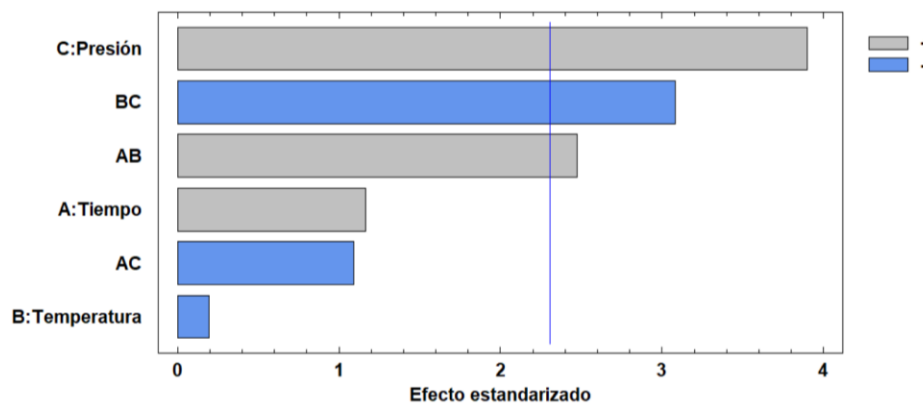
<b>Experimento</b>	<b>Tiempo [min]</b>	<b>Temperatura [°C]</b>	<b>Presión [psi]</b>	<b>Rendimientos líquidos [%]</b>
1	40	430	435	92,98
2	40	470	435	91,80
3	80	470	435	96,63
4	80	430	435	90,81
5	80	430	750	97,97
6	40	430	750	97,09
7	40	470	750	94,34
8	80	470	750	96,48
DUPLICADOS				
1	40	430	435	91,25
2	40	470	435	93,12
3	80	470	435	94,80
4	80	430	435	93,24
5	80	430	750	94,25
6	40	430	750	98,64
7	40	470	750	93,12
8	80	470	750	94,65

Por su parte, la Figura 9 presenta los resultados del diagrama de Pareto, reportado por el programa Statgraphics. Con el diagrama de Pareto de la Figura 9 (A corresponde al tiempo, B a la temperatura y C a la presión) es posible la identificación de los factores estadísticamente significativos que afectan la pirólisis (línea vertical azul). Según la Figura 9, el factor que presenta mayor influencia en los rendimientos de líquidos, a las condiciones planteadas en la Tabla 1, corresponde a la presión (factor A). Este resultado coincide con una investigación previa desarrollada por los autores (Urricelqui, 2021) de estudio de hidrocraqueo de plásticos

(polimetacrilato y tereftalato de polietileno) mezclados con VGO (gasóleo de vacío). En la investigación los autores reportan que “las altas presiones, favorecen la formación de fracción líquida disminuyendo la fracción LPG (Gases de petróleo licuados) y DG (gases secos), además de la hidrogenación y de los compuestos aromáticos y su posterior craqueo”. Adicionalmente, en el estudio de la degradación del poliestireno realizado por (Onwudili et al., 2009), se infiere la relación de un efecto significativo de la presión en la formación de mayores rendimientos de productos líquidos.

**Figura 9.**

*Diagrama de Pareto estandarizado para el rendimiento de los productos líquidos.*



*Nota.* Adaptado de Statgraphics Centurion XVI (Versión libre).

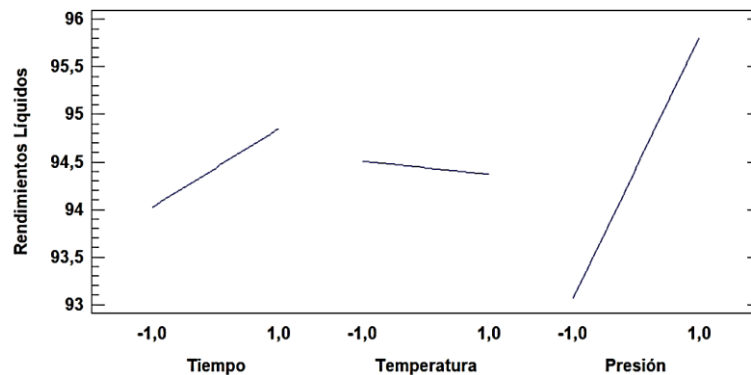
Además, de la Figura 9 es posible inferir que las interacciones de temperatura – presión (Factores BC) y tiempo – temperatura (Factores AC) presentan una influencia importante en la variable de respuesta.

Por su parte, la Figura 10 presenta el efecto de los factores individuales con el rendimiento. De esta figura se puede inferir que la presión es el factor más influyente en la obtención de un mayor porcentaje de rendimientos de líquidos, seguidamente está el tiempo y por último la

temperatura. Asimismo, de esta figura se infiere que el aumento de la temperatura disminuye el rendimiento de los líquidos debido a la transformación hacia gases y sólidos.

### Figura 10.

*Efecto de los factores sobre el rendimiento de los líquidos.*



*Nota.* Adaptado de Statgraphics Centurion XVI (Versión libre).

De otro lado, la Figura 11 ilustra el efecto de las interacciones sobre la variable de respuesta. Según esta figura, la interacción entre los factores tiempo y temperatura (AB), generan un efecto significativo en el rendimiento de los líquidos. La interacción indica que a medida del transcurso del tiempo y del incremento de la temperatura se obtendrá mayor rendimiento de líquidos. La siguiente interacción de importancia corresponde a la de los factores tiempo y presión (AC), donde se cumple que, a mayor presión, mayores rendimientos de líquidos. La influencia del tiempo en conjunto con los otros factores concuerda con lo expuesto por (Costa et al., 2010), quienes afirman que, a mayor tiempo de reacción disminuye la fracción sólida.

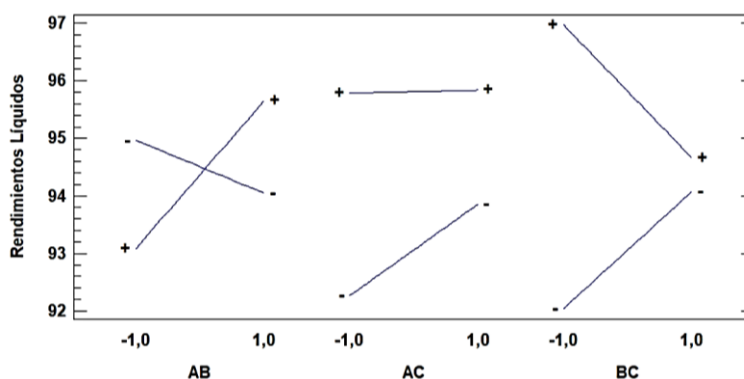
La última interacción es entre la temperatura y la presión (BC), en la cual se analiza que a una presión constante de 435 psi y un incremento de la temperatura desde 430 °C hasta 470 °C, permite que aumente el rendimiento de los productos líquidos.

En la misma interacción temperatura y presión (BC) se presenta otro caso, en donde la

presión sigue siendo constante, pero para este caso es a 750 psi y el incremento de la temperatura sigue siendo el mismo que el caso anterior (430 °C a 470 °C). A estas condiciones se muestra que el rendimiento de los productos líquidos es inversamente proporcional a la temperatura.

### Figura 11.

*Efecto de las interacciones sobre el rendimiento de los productos líquidos.*



*Nota.* Adaptado de Statgraphics Centurion XVI (Versión libre).

## 5.3. Caracterización de los productos de la pirólisis.

### 5.3.1. Caracterización de los productos líquidos.

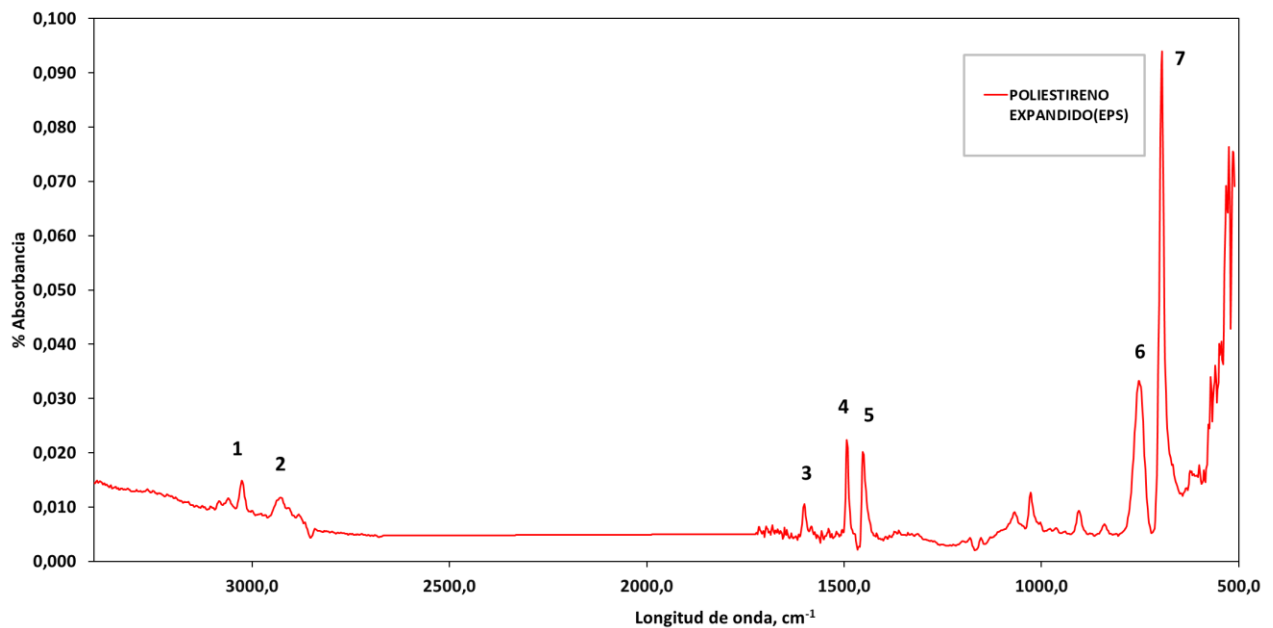
Los resultados de la caracterización por FTIR (Shimadzu IRTracer-100) son presentados en la Figura 12. En la Figura 12a se presenta el espectro del poliestireno expandido, mientras la Figura 12b compara los espectros del poliestireno expandido y del líquido de pirólisis resultante de la corrida 5 (80min, 430 °C, 750psi); la corrida 5 presenta el mayor rendimiento de líquidos. En esta Figura 12a, se observa los espectros obtenidos experimentalmente y los picos de absorbancia de las vibraciones correspondientes a los múltiples movimientos de tensión entre las bandas  $3022,5\text{ cm}^{-1}$  y  $1600\text{ cm}^{-1}$  a las cadenas aromáticas de C-H y =C-H de los esquemas aromáticos, entre  $1450,5\text{ cm}^{-1}$  y  $694,4\text{ cm}^{-1}$  se presentan bandas fuera del plano de flexión con una conjugación en el anillo, deformación de tijera de  $\text{CH}_2$  en  $1491\text{ cm}^{-1}$ . Según la literatura, estas

frecuencias hacen referencia a la estructura vibracional del poliestireno expandido (Castellanos & Navarro, 2013).

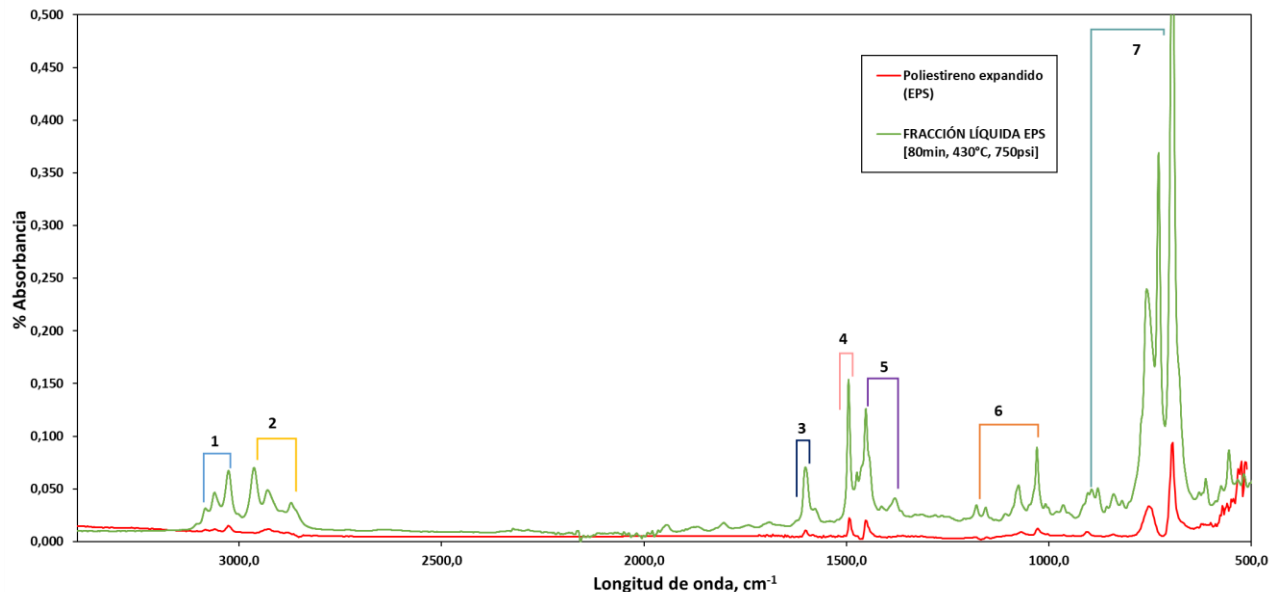
### Figura 12.

*Espectroscopía infrarroja de poliestireno expandido.*

*a) Espectroscopia infrarroja de poliestireno expandido tratado.*



*b) Espectroscopia infrarroja de pirólisis de residuos de poliestireno expandidos (40min, 430°C, 750psi).*



**Tabla 3.**

*Grupos funcionales y longitudes de onda presentes en los residuos de la pirólisis de poliestireno expandido por espectroscopia de Infrarrojo.*

Número	Número de onda [cm <sup>-1</sup> ]	Tipo de vibración
1	3074,2 - 3058,6 - 3028,9	Estiramiento de los enlaces CH-aromáticos.
2	2959,8 - 2935,5 - 2856,2	Estiramiento simétricos y asimétricos de CH de CH <sub>2</sub> .
3	1600,1	Estiramiento C=C sistemas aromáticos.
4	1495,6	Estiramiento del enlace C-C en el plano del anillo
5	1450,7 - 1367,4	Estiramiento del anillo C-H
6	1175,4-1151,3-1069,3-1027,9	Bandas de flexión en el plano del anillo C-H.
7	898,7 - 836,6 - 754 - 690,4	Bandas vibratorias de "flexión" fuera del plano características de CH en el anillo aromático.

---

En la Figura 12b y la Tabla 3, se evidencia que los productos líquidos son compuestos aromáticos, comprendidos entre longitudes de onda de 3074,2 y 2856,2  $\text{cm}^{-1}$ , con distintos estiramientos simétricos y asimétricos, entre 1600  $\text{cm}^{-1}$  con estiramiento C=C aromáticos, en 1495  $\text{cm}^{-1}$  y 1450 deformación de tijera y compuestos de doble enlace unidos a un anillo aromático y tensiones del anillo aromático entre 700-800  $\text{cm}^{-1}$  (Braulio & Pinos, 2020).

Se puede determinar, que los residuos de poliestireno expandido utilizado y sus productos líquidos generados, concuerdan con las características propias del mismo polímero.(Barrera Castro et al., 2017)

Asimismo, en la Figura 13 se evidencian los picos del poliestireno expandido tratado y las corridas realizadas de mayor rendimiento de líquidos (80min, 430 °C, 750psi), intermedias (40min, 430°C, 435psi) (80min, 470 °C, 750psi) y menor rendimiento (80min, 430 °C,435psi), con sus picos de absorbancia de los componentes obtenidos. En la prueba de menor rango de los factores (40min, 430°C, 435psi), se evidencia la descomposición del poliestireno con una longitud de onda 690,4  $\text{cm}^{-1}$ , conformada por compuestos del anillo aromático y en la prueba (80min, 430 °C, 750psi), mayor extensión de la pirólisis en la longitud de onda en 754  $\text{cm}^{-1}$ .

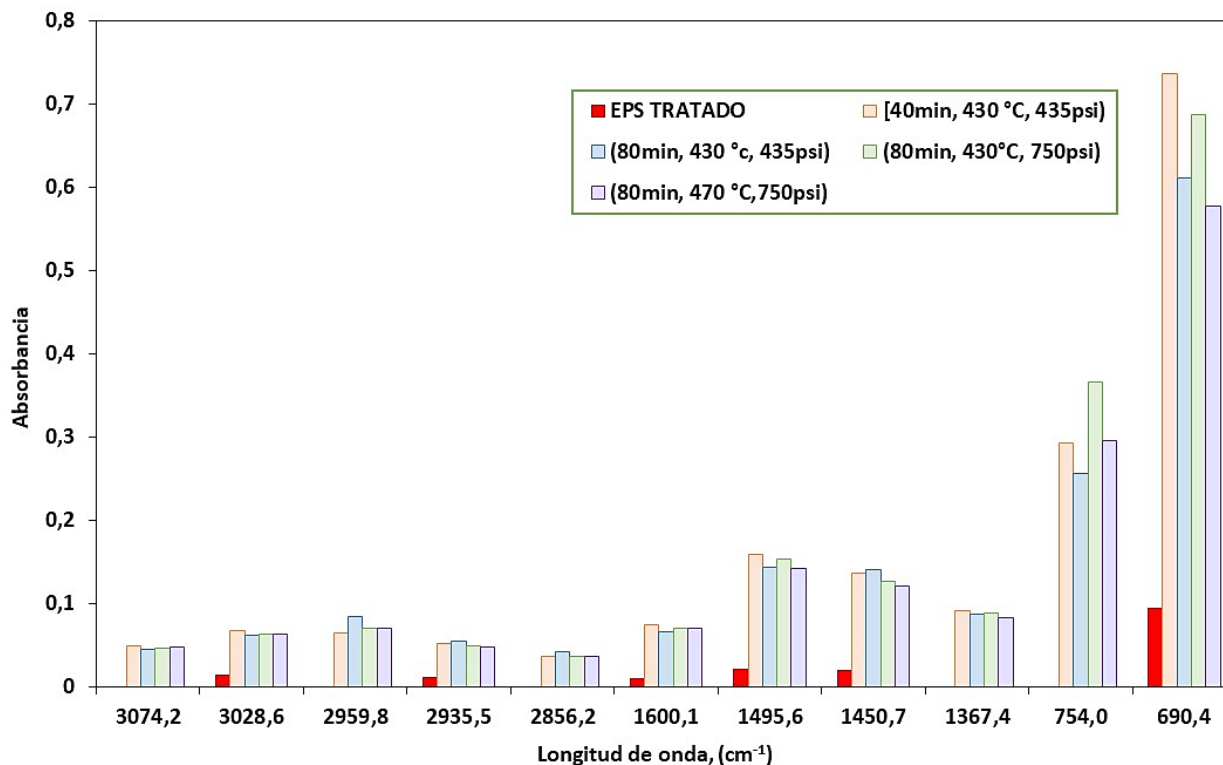
A lo antes expuesto, en la Figura 13 se observa la degradación de los productos líquidos de la pirólisis del poliestireno expandido con la generación de nuevos picos respecto al poliestireno desgasificado. En la pirólisis se evidencia la recuperación de los monómeros como estireno, alcanzando un elevado rendimiento de aromáticos (Ipiales, 2018).

Adicionalmente, se realizó un análisis comparativo con relación a los productos líquidos obtenidos de la pirólisis de poliestireno usando la información de otros autores (Onwudili et al., 2009,Achilias et al., 2007a,Maafa, 2021). Con el propósito de interpretar la información de la

composición de los líquidos obtenidos en la presente investigación fue necesario desarrollar regresiones en función del tiempo, temperatura y presión para cada uno de los componentes. La predicción en la composición de los líquidos, con base en el trabajo Onwundili *et al.* (2009) fue realizada por medio de una regresión lineal. Los resultados expuestos en la Figura 14, permiten evidenciar que el w/w% en peso representa productos líquidos formados por aromáticos, expuestos de forma creciente sus principales rendimientos que incluyen etilbenceno > tolueno > cumeno > trifenilbenceno > estireno según las condiciones establecidas en la Tabla 1.

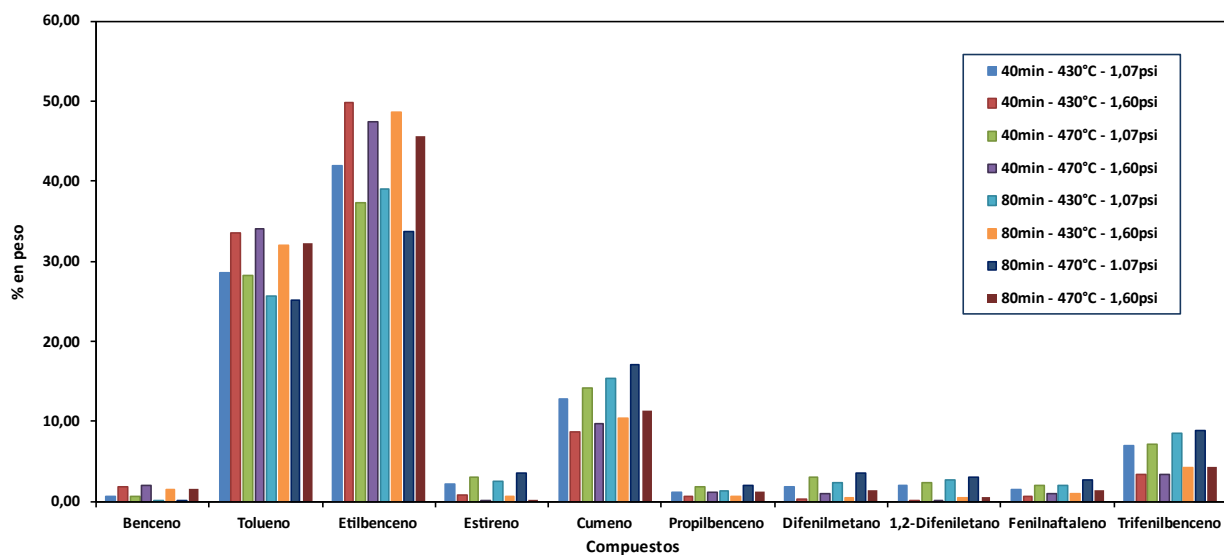
**Figura 13.**

*Comparación de los picos de absorbanza del poliestireno expandido y las corridas de mayor, intermedias y menor rendimiento de líquidos.*



**Figura 14.**

*% peso de líquidos obtenidos de pirólisis de poliestireno expandido.*



Los componentes con más % peso son los compuestos ligeros como el Etilbenceno y el Tolueno debido al factor más significativo que es la presión, como lo informa la literatura el auto (Pinto et al., 1999), al someter a una presión experimental de 3.5 Mpa, hay una conversión de más del 90% en peso en aceite. A diferencia del Trifenilbenceno, con menor peso molecular que se comportó de forma decreciente respecto a la presión y a las interacciones expuestas en la Figura 11, entre las variables A, B y C las cuales comprenden menor rendimientos de los líquidos.

El estireno, con un 2,18 % en peso, se redujo en la interacción a 0.52% de forma descendiente al aumento de la presión, debido a la descomposición del monómero estireno por su alta reactividad en un reactor discontinuo y sus bajos niveles de moléculas de estireno en los aceites. (Onwudili et al., 2009),

Asimismo, según la literatura, el estireno a medida que aumenta la temperatura y la presión establecida, evidenciando la primera reacción pirólítica de producción de etilbenceno o tolueno (Onwudili et al., 2009); esto concuerda con lo obtenido de reducción de peso a 0.16% y 0.29%. El tolueno y el etilbenceno a medida que aumenta la presión, alcanza valores de 34, 06 % en peso y

49, 89 % en peso respectivamente, como variable influyente para la formación de compuestos ligeros.

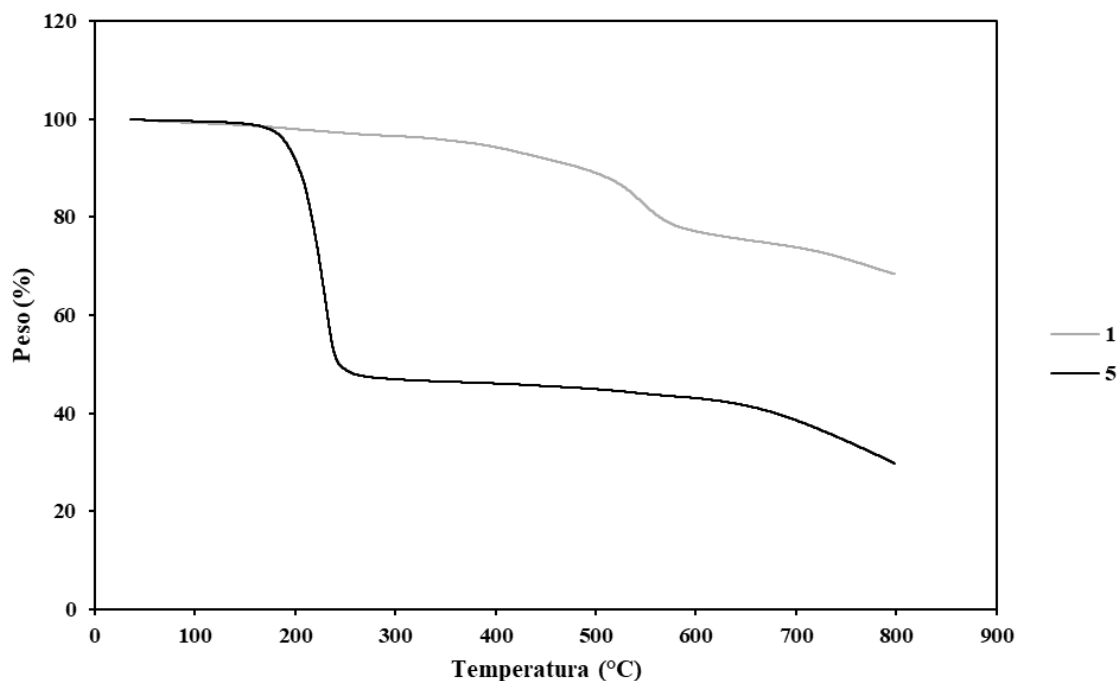
El cumeno aumento debido a bajas presiones y los altos tiempo de residencia más largos, el benceno, propilbenceno, difenilmetano, 1.2-difeniletano y fenilnaftaleno obtuvieron % pesos inferiores a los ya nombrados, con características propias de aromáticos.

### 5.3.2. Caracterización de los productos sólidos.

Los productos sólidos resultantes de la pirólisis del poliestireno fueron caracterizados por TGA. La Figura 15 muestra los termogramas correspondientes para los productos sólidos de los experimentos 1 y 5. También se realizó el análisis próximo de estas pruebas y en la Figura 16 se muestra este análisis para la prueba 5. En este análisis se identificaron las zonas de compuestos volátiles altos, volátiles medios, carbón fijo y residuo, cuyos porcentajes están en la Tabla 4.

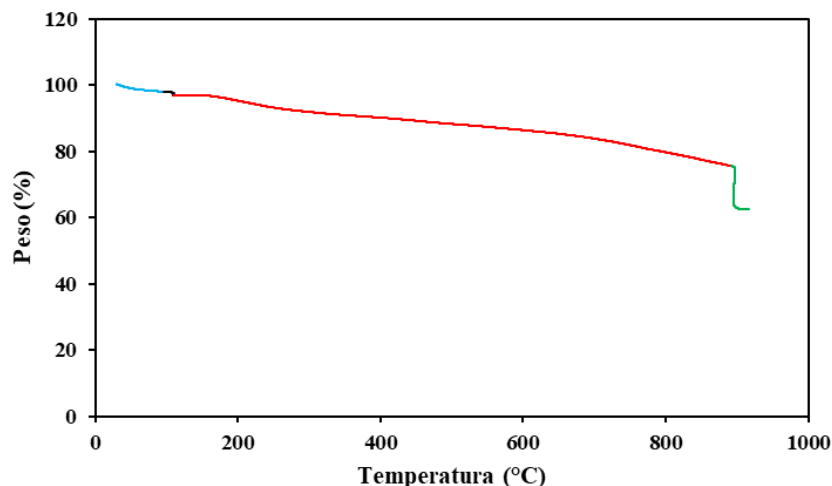
#### Figura 15.

*Termogramas de los productos sólidos de las pruebas 1 y 5.*



**Figura 16.**

*Resultado del análisis próximo de los productos sólidos de la pirólisis de poliestireno expandido.*



En la Tabla 4 se presentan los resultados obtenidos del análisis próximo, ejecutado a los productos sólidos de la pirólisis del poliestireno. Según esta tabla, la masa de carbón fijo de la prueba 1 es levemente mayor que la masa de carbón fijo de la prueba 5. Aunque ambas pruebas se realizaron a la misma temperatura, la prueba 5 experimentó un mayor tiempo a una mayor presión. De lo anterior se infiere que, el incremento del tiempo y de la presión permite una disminución de la masa en el producto sólido; esta reducción a las condiciones referidas es consistente con un incremento en el rendimiento de productos líquidos (Tabla 2).

**Tabla 4.**

*Resultados TGA de los productos sólidos de la pirólisis del poliestireno.*

<b>Prueba</b>	<b>1</b>		<b>5</b>	
Condiciones de operación	40 min - 430 °C - 435 psi		80 min - 430 °C - 750 psi	
Unidades	mg	%	mg	%
Masa inicial	9,026	100	7,143	100
Volátiles altos	0,098	1,086	0,161	2,253
Volátiles medios	2,113	23,41	1,618	22,647

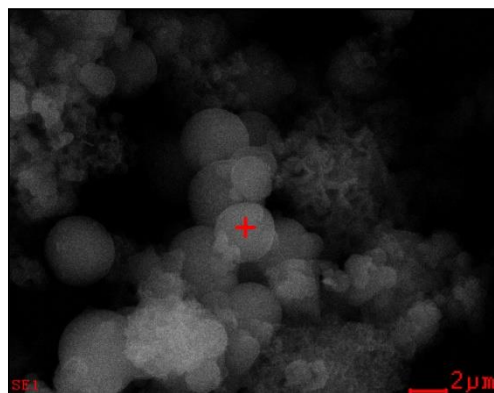
Carbón fijo	1,145	12,69	0,916	12,827
Residuos	5,049	55,94	4,471	62,594

Complementariamente, la morfología del producto sólido, obtenida por SEM (QUANTA FEG 650), es expuesta en la Figura 17. Según la Figura 17, la morfología del producto sólido obtenido a 470 °C es de tipo esférico. Esta morfología es semejante a la del producto sólido de la pirólisis del polietileno de baja densidad (LDPE), reportada por (Alonso, 2018), la cual es presentada en la Figura 18. (Alonso, 2018) afirma que la formación de esferas corresponde al resultado de la degradación térmica, acontecida por medio de reacciones secundarias y terciarias que dan lugar a sólidos carbonosos.

*Morfología de productos sólidos del tratamiento por pirólisis.*

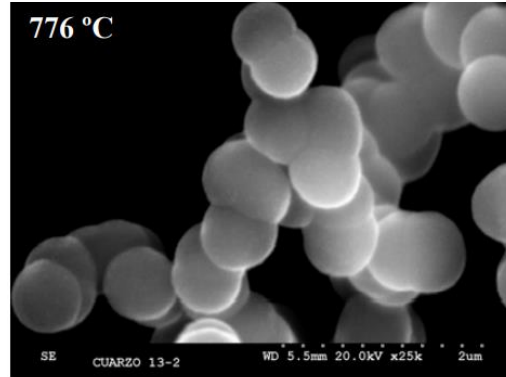
**Figura 17.**

*Morfología del producto sólido de la pirólisis de poliestireno a 470 °C, 80min, 435psi.*



**Figura 18.**

*Morfología del polietileno de baja densidad a 776 °C.*

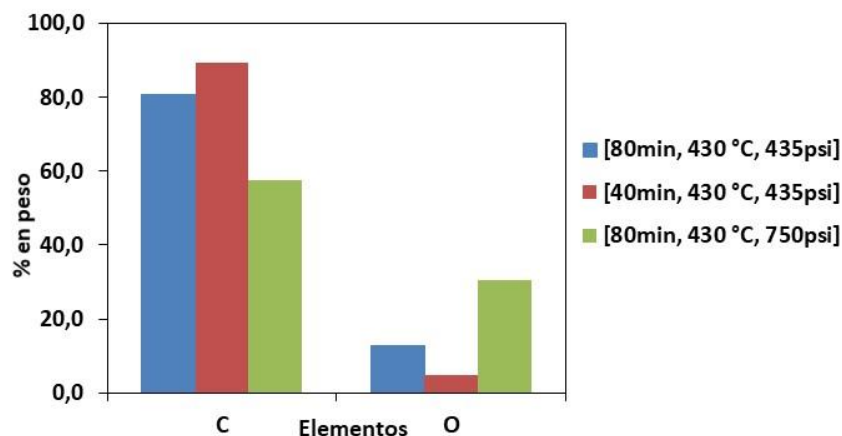


*Nota. Adaptada de obtención de sólidos carbonosos mediante pirólisis de polietileno de baja densidad, Madrid 2018.*

La Figura 19, ilustra los contenidos de C y O en los productos sólidos de la pirólisis del poliestireno para los experimentos 4(80min, 430 °C, 435psi) 1 (40min, 430 °C, 435psi) y 5(80min, 430 °C, 750psi) de la Tabla 2 . Según esta figura, el experimento 1 reporta el mayor porcentaje de C, lo cual puede deberse al menor tiempo definido en la pirólisis. Lo anterior coincide con el reporte de literatura dado por (Verma et al., 2021). Por otra parte, el contenido de O en los sólidos puede ser el resultado de la contaminación de las muestras, ya que la molécula de poliestireno no presenta átomos de oxígeno y la pirólisis fue desarrollada en atmósfera inerte; este resultado también fue notado por (Achilias et al., 2007b).

**Figura 19.**

*% en peso de elementos en sólidos obtenidos de la pirólisis de poliestireno expandido.*



### 5.3.3. Caracterización de los productos gaseosos.

La Tabla 5 presenta los resultados de la caracterización de los productos gaseosos de la pirólisis de poliestireno; esta caracterización fue efectuada por GC. Según los resultados de esta tabla, la cantidad de CH<sub>4</sub> aumenta con la severidad del proceso; esto es, el aumento de CH<sub>4</sub> comparado con el experimento 4(80min, 430°C, 435psi) y 5 (80min, 430 °C, 750psi) se debe al aumento de presión, la cual pasa de 435 a 750psi. El aumento de CH<sub>4</sub> del experimento 5 (80min, 430 °C, 750psi) al 7(40min, 470 °C, 750psi), se debe principalmente al aumento de temperatura, la cual pasa de 430 °C a 470 °C y el aumento de CH<sub>4</sub> del experimento 7 (40min, 470 °C, 750psi) al 8 (80min, 470 °C, 750psi), es la consecuencia del aumento en el tiempo de la pirólisis, ya que la temperatura y presión permanece constante. El aumento en el contenido de CH<sub>4</sub> especialmente es debido a la temperatura, (Honus et al., 2018) cuando esta se vuelve constante predominan los otros factores.

#### Tabla 5

*Caracterización de los productos gaseosos por cromatografía de gases.*

ID muestra	Componente	% molar
Experimento 4	CH <sub>4</sub>	24,68
	Otros gases	75,32
Experimento 5	CH <sub>4</sub>	44,1
	Otros gases	55,9
Experimento 7	CH <sub>4</sub>	65,052
	Otros gases	34,958
Experimento 8	CH <sub>4</sub>	78,273
	Otros gases	21,727

Los productos gaseosos no condensables que se esperaban obtener según (Onwudili *et al.*, 2009 y Díaz Caleño, 2020), son todos los gases de hidrocarburos C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, alcanos, alquenos y trazas de hidrogeno gaseoso. No obstante, las condiciones del cromatógrafo utilizado indican sólo CH<sub>4</sub> y otros gases desconocidos, debido a que su porcentaje de componente normalizado, desestima los otros gases que no fueron analizados.

Respondiendo a la pregunta de investigación, los resultados determinaron que la presión tiene un efecto significativo sobre los rendimientos de los productos líquidos, en el cual se obtuvieron mayores rendimientos en el intervalo de (80min, 430 °C, 750 psi); el incremento del tiempo y la temperatura se evidenció en el aumento de reacciones secundarias hacia sólidos y gases. A partir de las técnicas de caracterización se pudo evidenciar que la composición de los líquidos está conformada principalmente por compuestos aromáticos, los gases por metano y los sólidos de acuerdo al análisis SEM por estructuras con carbonos y oxígeno en menor proporción.

## 6. Conclusiones.

En el análisis de TGA realizado al poliestireno expandido tratado, se infirió que la degradación de la muestra empieza en 346 °C y a una temperatura de aproximadamente 395,9 °C, ocurrió el degradado total de la muestra. Finalmente, de los análisis de TGA desarrollado a los productos sólidos obtenidos de la pirólisis en las pruebas 1 (40 min; 430 °C; 435 psi) y 5 (80 min; 430 °C; 750 psi), se deduce que para la primer prueba aún es posible seguir degradando más productos sólidos en comparación del experimento 5, puesto que para la prueba 1 se degradó aproximadamente un 30 %, en cambio para la 5 se degradó cerca del 70 %.

El análisis por DSC del poliestireno expandido tratado, permite observar la energía absorbida o producida en función de la temperatura. Por consiguiente, se evidencia el tipo de transiciones que tiene el polímero, dependiendo de los aditivos en la fabricación y la solubilidad del tipo de diluyente utilizado, produciendo cambios ligeros en sus transiciones y en las temperaturas de degradación. Sumado a, el cálculo de la capacidad calorífica entre un rango de 16 y 350 °C, encontrándose dichos valores entre 1,64 hasta 2,40 J/g\* °C.

La espectroscopia infrarroja (FTIR-ATR) del poliestireno expandido, se muestra los rangos de longitud de onda y los picos característicos con su rango de grupos funcionales entre 4000 cm<sup>-1</sup> y 400cm<sup>-1</sup>. Permitiendo comprobar los enlaces en su mayoría de compuestos aromáticos.

Según los resultados, la presión resultó el factor más importante para el rendimiento de productos líquidos de la pirólisis de poliestireno, a las condiciones planteadas en el diseño de experimentos.

Las condiciones para mayor rendimiento de líquidos resultaron en 80min, 430 °C, 750psi; las condiciones de mayor rendimiento de sólidos resultaron en la prueba con 80min, 430 °C, 435psi; respecto a los gases, la prueba fue la de condiciones 80min, 430 °C, 435psi.

## **7. Recomendaciones.**

Se recomienda realizar un correcto tratamiento del poliestireno expandido con el diclorometano, para obtener los resultados esperados.

Se recomienda realizar un análisis instrumental debido a la composición de los líquidos es sugerido en trabajos futuros con el objetivo de comprobar las predicciones realizadas.

Se recomienda rangos de los factores utilizados para el diseño de experimentos, con un ajuste del delta, de tal manera que no sea tan abrupta, para posibles cambios en las composiciones.

Se recomienda desarrollar pruebas con catalizadores en condiciones de hidrogenación, para comparar el rendimiento y la calidad de los productos obtenidos.

Se recomienda llevar el proceso realizado a escala piloto, implementando los resultados obtenidos en la presente investigación para el desarrollo de futuras investigaciones y de esta manera aprovechar los residuos plásticos y disminuir su impacto ambiental.

**Referencias bibliográficas.**

- Achilias, D. S., Kanellopoulou, I., Megalokononimos, P., Antonakou, E., & Lappas, A. A. (2007). Chemical recycling of polystyrene by pyrolysis: Potential use of the liquid product for the reproduction of polymer. *Macromolecular Materials and Engineering*, 292(8), 923–934. <https://doi.org/10.1002/mame.200700058>
- A.D, MCNAUGHT. (Ed), & WILKINSON, A. (Ed). (1997). IUPAC Compendium of Chemical Terminology. UK: Royal Society of Chemistry. *UK: Royal Society of Chemistry*.
- Alonso, M. N. (2018). *OBTENCIÓN DE SÓLIDOS CARBONOSOS MEDIANTE PIRÓLISIS DE POLIETILENO DE BAJA DENSIDAD*.
- Barrera Castro, G. P., Olaya Florez, J. J., & Ocampo Carmona, L. M. (2017). Production and characterization of the mechanical and thermal properties of expanded polystyrene with recycled material. *Ingeniería y Universidad*, 21(2). <https://doi.org/10.11144/javeriana.iyu21-2.pcm>
- Barrera, G. (2016). Caracterización de las propiedades mecánicas y térmicas de muestras de EPS pos consumo, utilizadas en la industria de alimentos y sometidas a un proceso de recuperación. *Universidad Nacional de Colombia*, 143. <https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/55471>
- Beltrán, M., & Marcilla, A. (2011). Tema 2. tipos de plásticos, aditivación y mezclado. In *Tecnología de polímeros* (pp. 44–62). [https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/16893/1/Tema\\_2\\_Tipos\\_de\\_plasticos\\_aditivacion\\_y\\_mezclado.pdf](https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/16893/1/Tema_2_Tipos_de_plasticos_aditivacion_y_mezclado.pdf)
- Braulio, I. J., & Pinos, A. (2020). *Obtención de combustibles a partir de Tereftalato de Polietileno (PET) a escala de laboratorio mediante procesos de pirólisis y gasificación*.
- Campo, J., Cammeraat, E., Andreu, V., & Rubio, J. L. (2008). *Utilización de Pirólisis con Cromatografía de Gases y Espectrometría de Masas ( Py-GC / MS ) para el estudio de la composición química de la materia orgánica de un suelo mediterráneo sometido a diferentes temperaturas*. 2, 4.
- Castellanos, Y. R., & Navarro, S. J. (2013). *ELABORACIÓN Y CARACTERIZACIÓN FÍSICO-MECÁNICA DE PRE-PREGS UTILIZANDO POLIESTIRENO EXPANDIDO POST-CONSUMO REFORZADO CON FIBRAS DE FIQUE*.
- Castillo, F. (2017). Conformado de materiales plásticos. *Universidad Nacional Autónoma de México*, 86. [http://olimpia.cuautitlan2.unam.mx/pagina\\_ingenieria/mecanica/mat/mat\\_mec/m6/conformado\\_de\\_plasticos.pdf](http://olimpia.cuautitlan2.unam.mx/pagina_ingenieria/mecanica/mat/mat_mec/m6/conformado_de_plasticos.pdf)
- Chipara, M., Lozano, K., Chipara, D., Delgado, C., & Padilla, V. (2022). On a novel approach to the thermogravimetric analysis of polymers: Polystyrene. *MRS Communications*, 12(5),

917–923. <https://doi.org/10.1557/s43579-022-00274-6>

Congreso de Colombia. (2022). *Ley 2232 2022*.

Costa, P., Pinto, F., Ramos, A. M., Gulyurtlu, I., Cabrita, I., & Bernardo, M. S. (2010). Study of the pyrolysis kinetics of a mixture of polyethylene, polypropylene, and polystyrene. *Energy and Fuels*, 24(12), 6239–6247. <https://doi.org/10.1021/ef101010n>

Green Peace, C. J. de M. A. Y. salud pública (MASP). (2019). Situación actual de Colombia y su impacto en el medio ambiente. *Green Peace*, 14. [http://greenpeace.co/pdf/2019/gp\\_informe\\_plasticos\\_colombia\\_02.pdf](http://greenpeace.co/pdf/2019/gp_informe_plasticos_colombia_02.pdf)

Honus, S., Kumagai, S., Fedorko, G., Molnár, V., & Yoshioka, T. (2018). Pyrolysis gases produced from individual and mixed PE, PP, PS, PVC, and PET—Part I: Production and physical properties. *Fuel*, 221, 346–360. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.02.074>

Ipiiales, P. (2018). *DESARROLLO DE UNA INGENIERÍA CONCEPTUAL PARA EL PROCESO DE PIRÓLISIS CATALÍTICA DE RESIDUOS PLÁSTICOS DE POLIPROPILENO Y POLIESTIRENO*.

Maafa, I. M. (2021). Pyrolysis of polystyrene waste: A review. In *Polymers* (Vol. 13, Issue 2, pp. 1–30). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/polym13020225>

Maaroufi, M., Belarbi, R., Abahri, K., & Benmahiddine, F. (2021). Full characterization of hygrothermal, mechanical and morphological properties of a recycled expanded polystyrene-based mortar. *Construction and Building Materials*, 301. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124310>

Narváez Suarez, L. C., & Manrique Hernández, J. L. (2021). *Formulación de una propuesta de gestión de residuos de poliestireno expandido. Caso de estudio. Empresa dedicada a la importación de alimentos*.

Ng, H. M., Saidi, N. M., Omar, F. S., Ramesh, K., Ramesh, S., & Bashir, S. (2018). Thermogravimetric Analysis of Polymers. In *Encyclopedia of Polymer Science and Technology* (pp. 1–29). John Wiley & Sons, Inc. <https://doi.org/10.1002/0471440264.pst667>

Onwudili, J. A., Insura, N., & Williams, P. T. (2009). Composition of products from the pyrolysis of polyethylene and polystyrene in a closed batch reactor: Effects of temperature and residence time. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 86(2), 293–303. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2009.07.008>

Paradela, F., Pinto, F., Gulyurtlu, I., Cabrita, I., & Lapa, N. (2009). Study of the co-pyrolysis of biomass and plastic wastes. *Clean Technologies and Environmental Policy*, 11(1), 115–122. <https://doi.org/10.1007/s10098-008-0176-1>

- Parres, F. J. (2005). *Research on the limiting parameters of the upgrading process for polystyrene wastes coming from packing industries*. 385.
- Pérez García, N., Garnica Anguas, P., Pérez Salazar, A., Juárez Hidalgo, R., & Castro Mondragón, F. (2016). Evaluación de las propiedades mecánicas del poliestireno expandido. *Instituto Mexicano Del Transporte*, 476, 1–79. <https://trid.trb.org/view/1457221>
- Pierella, L. B., Soledad Renzini, M., Anunziata, O. A., Renzini, S., & Cayuela, D. (2005). *CATALYTIC DEGRADATION OF POLYSTYRENE OVER ZSM-11 MODIFIED MATERIALS* Synthesis and characterization of nanostructured materials View project Methane activation to higher hydrocarbons View project *CATALYTIC DEGRADATION OF POLYSTYRENE OVER ZSM-11 MODIFIED MATERIALS*. <https://www.researchgate.net/publication/239607373>
- Pinto, F., Costa, I., Gulyurthu, I., & Cabrita, J. (1999). *Anal. aplicación pirolol* (No. 51).
- Poliestireno | Tecnología de los Plásticos*. (n.d.). <https://tecnologiadelosplasticos.blogspot.com/2011/06/poliestireno.html>
- Propiedades y Características del Poliestireno Expandido (EPS) | almacenes adda*. (n.d.). <https://www.almacenesadda.net/blog/propiedades-y-caracteristicas-del-poliestireno-expandido-eps/>
- Reyes, C. (2020). Boyacá, departamento pionero en prohibir el plástico de un solo uso. In *Gobernación de Boyacá*. [https://www.boyaca.gov.co/boyaca-departamento-pionero-en-prohibir-el-plastico-de-un-solo-uso/#:~:text=Tunja%2C 3 de julio de,en los diferentes procesos de](https://www.boyaca.gov.co/boyaca-departamento-pionero-en-prohibir-el-plastico-de-un-solo-uso/#:~:text=Tunja%2C%203%20de%20julio%20de,de,en%20los%20diferentes%20procesos%20de)
- Riesco-Ávila, J. M. A, Rodríguez-Valderrama, C. -Gutiérrez, G. -Ordaz, and R.-G. A. G. A, M.-M. (2019). “*Tema A4 Termofluidos: Combustibles alternativos Obtención de combustible alternativo para motores de combustión interna mediante pirólisis de aceite lubricante residual.*”
- Salas Chía, L., & Nuñez Méndez, K. (2020). Efecto de la concentración de catalizador sobre la acuatermolisis catalítica en procesos de inyección continua de vapor. *Molecules*, 2(1), 1–12. <http://clik.dva.gov.au/rehabilitation-library/1-introduction-rehabilitation%0Ahttp://www.scirp.org/journal/doi.aspx?DOI=10.4236/as.2017.81005%0Ahttp://www.scirp.org/journal/PaperDownload.aspx?DOI=10.4236/as.2012.34066%0Ahttp://dx.doi.org/10.1016/j.pbi.201>
- Saldaña, E., & Riesco, J. (2015). *ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO DE UN MOTOR DE COMBUSTIÓN INTERNA ALIMENTADO CON COMBUSTIBLE OBTENIDO DE RESIDUOS PLÁSTICOS* (Vol. 1, Issue 2).
- Savage Gómez, A. G. (2004). Análisis Y Caracterización De Polímeros Por Cromatografía De Gases Presentado Como Requisito Parcial Para Obtener El Grado De: Especialización En Ouímica Aplicada Opción: Química Analítica Presentada Por: Saltillo, Coahuila. *Centro De Investigacion En Química Aplicada*, 1–120.

- Silva, L. F. L., Paschoal, W., Pinheiro, G. S., da Silva Filho, J. G., Freire, P. T. C., de Sousa, F. F., & Moreira, S. G. C. (2019). Understanding the effect of solvent polarity on the polymorphism of octadecanoic acid through spectroscopic techniques and DFT calculations. *CrystEngComm*, 21(2), 297–309. <https://doi.org/10.1039/c8ce01402g>
- SURINACH, S., BARO, M., BORDAS, S., CLAVAGUERA, N., & CLAVAGUERA-MORA, M. (1992). La calorimetría diferencial de barrido y su aplicación a la ciencia de materiales. *Boletín de La Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 31(1), 11–17.
- Trabucchi, M. (2019). Las 7 islas de plástico más grandes del mundo. *Revista GQ*. <https://www.revistagq.com/noticias/articulo/7-islas-de-plastico-mas-grandes-del-mundo>
- Urricelqui, D. (2021). *Efecto de las condiciones de operación en el hidrocraqueo conjunto de gasóleo de vacío (VGO) y polímeros oxigenados no olefínicos*.
- Valdés-Rodríguez, O. A. (2021). Poliestireno expandido: un estudio bibliométrico para comparar sus avances e investigaciones en los idiomas español e inglés. *Revista de La Alta Tecnología y Sociedad*, 13(1), 62–68. <https://static1.squarespace.com/static/55564587e4b0d1d3fb1eda6b/t/60675e911c473310b54a11c0/1617387154533/ValdesRodriguez+-+ATS+V13N1+-+62-68.pdf>
- Varón, D., Ferrándiz, S., Peydró, M., & Recuerda, A. (2014). ANÁLISIS DSC PARA LA CARACTERIZACIÓN TÉRMICA DE MEZCLAS DE POLÍMEROS PARA INYECCIÓN. <https://www.3ciencias.com/wp-content/uploads/2014/02/AN%C3%81LISIS-DSC1.pdf>
- Vega, S. I., Berbel, N., Co-, A., & Lis, M. (2020). *SISTEMAS DE CONTROL “ON LINE” DE REACTORES QUIMICOS BATCH*.
- Velandia Cabra, J. R. (2018). Identificación de polímeros por espectroscopía infrarroja. *Revista Ontare*, 5. <https://doi.org/10.21158/23823399.v5.n0.2017.2005>
- Verma, A., Sharma, S., & Pramanik, H. (2021). Pyrolysis of waste expanded polystyrene and reduction of styrene via in-situ multiphase pyrolysis of product oil for the production of fuel range hydrocarbons. *Waste Management*, 120, 330–339. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2020.11.035>
- Yu, C., Ke, Y., Deng, Q., Lu, S., Ji, J., Hu, X., & Zhao, Y. (2018). Synthesis and characterization of polystyrene-montmorillonite nanocomposite particles using an anionic-surfactant-modified clay and their friction performance. *Applied Sciences (Switzerland)*, 8(6). <https://doi.org/10.3390/app8060964>
- Zambrano, M. (2021). *ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO OBTENCION DE COMBUSTIBLE A PARTIR DE LA PIROLISIS TERMICA DE MEZCLAS DE POLIPROPILENO Y POLIESTIRENO RECICLADOS*.

## Apéndices

### Apéndice A. *Pretratamiento del Poliestireno expandido recolectado.*

#### Figura A1.

*Poliestireno expandido recolectado.*



#### Figura A2.

*Poliestireno expandido diluido con diclorometano, con cierto punto de saturación.*



#### Figura A3.

*Poliestireno expandido pretratado después de sacarlo del horno.*



**Figura A4.**

*Muestras de poliestireno expandido pretratado secadas.*



**Figura A5.**

*Molienda y tamizado del poliestireno sólido.*



**Figura A6.**

*Poliestireno expandido pretratado.*



**Apéndice B.** *Equipo de caracterización del poliestireno expandido*

**Figura B1.**

*TGA 5500.*

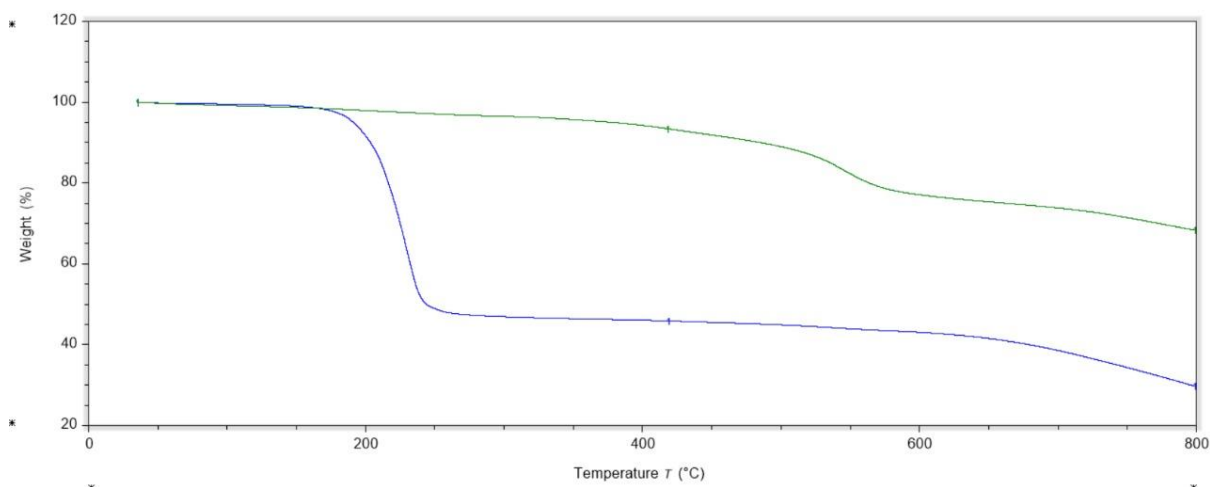


**Apéndice C.** *TGA de los productos sólidos de la pirólisis de poliestireno expandido.*

En la Figura C1, se observa las tendencias de la corrida 1 (40 min, 430 °C y 435 psi) de color verde y la corrida 5 (80min, 430 °C y 750 psi) de color azul con distinta presión y tiempo de residencia según los rangos en el diseño de experimentos de operación establecidas.

### Figura C1.

*Termograma de la corrida 1(40 min, 430 °C y 435 psi) y la corrida 5 (80min, 430 °C y 750 psi) de productos sólidos de pirólisis de poliestireno expandido.*



Nota: Adaptado de Statgraphics Centurion XVI (Versión libre).

En la corrida 5 (80min, 430 °C y 750 psi), existe mayor degradación térmica para la muestra obtenida a mayor presión y tiempo de reacción para las pruebas de pirolisis. Los resultados indican que los sólidos formados presentan composición diferente. Sin embargo, los sólidos formados a partir de la muestra 1(40 min, 430 °C y 435 psi) pueden favorecer la formación de líquidos y gases para una segunda etapa de pirolisis.

### Apéndice D. Calorimetría diferencial de barrido.

En la Tabla D1 se asocia la capacidad calorífica del poliestireno expandido tratado a diferentes temperaturas calculado por medio de la norma ASTM-E1269.

**Tabla D1.**

*Capacidad calorífica del poliestireno expandido a distintas temperaturas.*

Temperatura [°C]	Cp [J/g*°C]
16,85	1,63
26,85	1,68
36,85	1,73
46,85	1,77
56,85	1,81
66,85	1,85
76,85	1,88
86,85	1,92
96,85	1,95
106,85	1,98
116,85	2,01
126,85	2,04
136,85	2,06
146,85	2,09
156,85	2,11
166,85	2,13
176,85	2,15
186,85	2,17
196,85	2,19
206,85	2,21
216,85	2,23
226,85	2,25
236,85	2,26
246,85	2,28
256,85	2,29
266,85	2,31
276,85	2,32
286,85	2,34
296,85	2,35
306,85	2,36
316,85	2,37

326,85	2,38
336,85	2,39
346,85	2,40

---