



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO.

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE CIUDAD MADERO

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA QUÍMICA



"POR MI PATRIA Y POR MI BIEN"

TESIS

Evaluación de materiales compuestos base polipropileno-partículas de sargazo aplicados en impresión 3D

Que para obtener el grado de
Maestro en Ciencias en Ingeniería Química

Presenta
Ing. Carlos Alberto Montaña Salazar
G17071548
No. CVU 1270816

Director de Tesis
Dr. José Luis Rivera Armenta
No. CVU 121513

Co-director de Tesis
Dra. Cynthia G. Flores Hernández



Instituto Tecnológico de Ciudad Madero
Subdirección Académica
División de Estudios de Posgrado e Investigación

Ciudad Madero, Tamaulipas, **14/Octubre/2025**

Oficio No. U1.183/2025

ASUNTO: Autorización de Impresión

C. CARLOS ALBERTO MONTAÑO SALAZAR
No. DE CONTROL G17071548
P R E S E N T E

Me es grato comunicarle que después de la revisión realizada por el Jurado designado para su Examen de Grado de la Maestría en Ciencias en Ingeniería Química, el cual está integrado por los siguientes catedráticos:

PRESIDENTE :	DR. JOSÉ LUIS RIVERA ARMENTA
SECRETARIO:	DRA. CYNTHIA GRACIELA FLORES HERNÁNDEZ
VOCAL :	DRA. ANA BEATRIZ MORALES CEPEDA
SUPLENTE:	DRA. MARÍA YOLANDA CHÁVEZ CINCO

Se acordó autorizar la impresión de su tesis titulada:

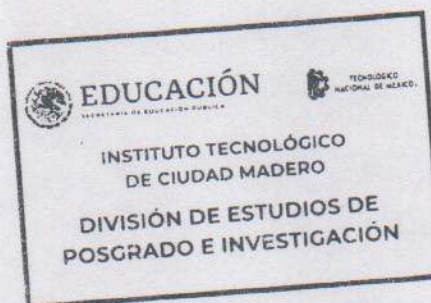
"EVALUACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS BASE POLIPROPILENO – PARTÍCULAS DE SARGAZO APLICADOS EN IMPRESIÓN 3D"

Es muy satisfactorio para esta División compartir con Usted el logro de esta meta. Espero que continúe con éxito su desarrollo profesional y dedique su experiencia e inteligencia en beneficio de México.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica®
"Por Mi Patria y Por Mi Bien"®

RAFAEL CASTILLO GUTIÉRREZ
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



ccp. Archivo
RCG/DVV/aapl



2025
Año de
La Mujer
Indígena

Av. 1° de Mayo y Sor Juana I. de la Cruz S/N Col. Los Mangos
C.P. 89440 Cd. Madero, Tam. Tel. (833) 3574820 ext. 3110
e-mail: depi_cdmadero@tecnm.mx www.tecnm.mx
www.cdmadero.tecnm.mx



Dedicatorias

A mis padres, Alberto y Beatriz, por ser siempre un pilar incondicional en mi vida, brindarme su apoyo en todo momento y enseñarme, con su ejemplo, a soñar en grande, nada de lo que he alcanzado habría sido posible sin la educación, el amor y los valores que me inculcaron.

A mis compañeros y amigos de la licenciatura, por compartirme su experiencia en el ámbito laboral y mostrarme cómo se aplican los conocimientos adquiridos durante esta maestría.

A mis compañeros de generación, por permitirme conocer y aprender de sus proyectos y procesos experimentales, en especial, a Nochebuena, Abigail y Mónica, por su generosidad al compartirme fuentes de información clave y orientarme en temas de investigación específicos.

A mis asesores, el Dr. José Luis, por brindarme la libertad y el respaldo necesarios para desarrollar esta investigación de forma cómoda y autónoma; y la Dra. Cynthia, por su valiosa orientación y aportes en la redacción y justificación científica de este trabajo.

Agradecimientos

Primeramente, quisiera agradecer el excelente trabajo de profesores que me acompañaron durante estos dos años:

A mi asesor de Tesis, el Dr. José Luis Rivera Armenta, por su consejo y guía durante todo el proceso de experimentación y redacción por permitirme experimentar con ideas nuevas en la realización del proyecto.

A mi cooasesor de Tesis, la Dra. Cynthia G. Flores Hernández, por ser enfática y específica en compartirme sus conocimientos en impresión 3D y una mejor explicación de la experimentación realizada, por siempre estar atenta de cualquier duda o inquietud que tuviera respecto a este proyecto.

A la Dra. Marina Vega, del CGEO-UNAM campus Juriquilla, por el apoyo brindado en la caracterización mediante microscopía electrónica de barrido, cuya colaboración fue de gran utilidad para el desarrollo de este trabajo.

A la Dra. Nancy Patricia Díaz Zavala por siempre estar disponible para brindar apoyo y consejo sobre cualquier tema relacionado al programa de posgrado.

Al Instituto Tecnológico de Ciudad Madero por ofrecer sus instalaciones y equipos especializados para el desarrollo del proyecto.

Finalmente, quiero agradecer al CONACyT (No. de beca 841649) por promover la curiosidad e interés en la ciencia a todos los mexicanos y por brindar el apoyo de manutención que permite a incontables personas realizar la noble tarea de generar nuevo conocimiento.

Índice general

Dedicatorias.....	II
Agradecimientos	III
Índice general	IV
Índice de figuras.....	VI
Resumen.....	VII
Abstract	VIII
Introducción.....	1
1. Antecedentes	2
1.1. Antecedentes de la impresión 3D y materiales compuestos	2
1.2. Polipropileno (PP)	10
1.3. Los materiales compuestos.....	11
1.3.1. Fibras.....	12
1.3.2. Partículas	12
1.3.3. Laminas	13
1.4. Procesamiento de materiales poliméricos.....	13
1.4.1 Procesamiento de polímeros	14
1.4.1.1 Extrusión.....	14
1.4.1.3 Impresión 3D (FDM).....	15
1.4.2 Relevancia del procesamiento de polímeros en la industria	16
1.5. El polipropileno y su uso en la impresión 3D.....	18
1.5.1. Efecto del índice de fluidez en FDM.....	19
1.6. El sargazo	19
1.6.1 Composición del sargazo.....	22
1.6.2 Impacto ambiental del sargazo	23
1.6.1 Aprovechamiento del sargazo	24
1.7. Principales propiedades térmicas, mecánicas y termo-mecánicas y sus caracterizaciones en los polímeros.....	24
1.7.1. Análisis mecánico dinámico (DMA).....	24
1.7.1.1. Módulo de almacenamiento.....	25
1.7.1.2. Módulo de pérdida.....	26
1.7.1.3. Factor de amortiguamiento Tan Delta	27
1.7.2. Análisis termogravimétrico (TGA)	27
1.7.2.1. Estabilidad térmica	28
1.7.2.2. Pérdida de peso	28
1.7.3. Prueba de impacto izod	28
1.7.3.1. Resistencia al impacto	29
1.7.4. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	29
1.7.4.1. Temperatura de fusión	30

1.7.4.2.	Temperatura de transición vítrea	30
1.7.5.	Difracción de rayos X (DRX).....	31
1.7.5.1.	Grado de cristalinidad.....	31
1.7.5.2.	Fases cristalinas	32
1.7.6.	Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)	33
1.7.6.1.	Grupos funcionales	34
1.7.7.	Microscopia electrónica de barrido (SEM).....	34
1.7.7.1.	Tamaño y dispersión de las partículas de refuerzo	35
2.	Metodología.....	36
2.1	Preparación de materiales.....	36
2.1.1	Polipropileno	36
2.1.2	Sargazo	37
2.1.3	Filamento de PVA.....	38
2.2	Equipos de Procesamiento.	38
2.2.1	Extrusor	38
2.2.2	<i>Extrusión de filamentos</i>	39
2.2.3	Matriz experimental	40
2.2.4	Impresora 3D.....	41
2.2.5	<i>Condiciones y Parámetros de impresión</i>	42
2.3	Análisis dinámico mecánico (DMA).....	46
2.4	Análisis termogravimétrico (TGA)	47
2.5	Prueba de Impacto IZOD	48
2.6	Difracción de rayos X	49
2.7	Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).....	49
2.8	Microscopia electrónica de barrido (SEM).	50
3.	Resultados	52
3.1	<i>Filamentos del PP y material compuesto.</i>	52
3.2	<i>Impresión 3D de probetas de PP y compuestos PP- sargazo.</i>	54
3.3	<i>Análisis Mecánico Dinámico (DMA)</i>	57
3.4	<i>Análisis Termogravimétrico</i>	63
3.5	<i>Prueba de impacto izod</i>	67
3.6	<i>Difracción de rayos X</i>	70
3.7	<i>Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)</i>	74
3.8	<i>Microscopia electrónica de barrido (SEM)</i>	78
4	Conclusiones	84
	Bibliografía.....	87

Índice de figuras

Figura 1-1 Estructura molecular del PP en ordenamiento isotáctico	10
Figura 1-2 Estructura molecular del PP en ordenamiento sindiotáctico.....	10
Figura 1-3 Estructura molecular del PP en ordenamiento atáctico.....	11
Figura 1-4 Esquemización de un material compuesto reforzado con fibras, de manera isotrópica.	12
Figura 1-5 Esquemización de un material compuesto reforzado con partículas, de manera isotrópica.	13
Figura 1-6 Esquemización de un material compuesto reforzado con láminas, de manera anisotrópica.	13
Figura 1-7 a) Sargassum Natans con acercamiento. b) Sargassum Flutains con acercamiento.	21
Figura 2-1 Equipo de extrusión Beutelspacher modelo E1930.....	39
Figura 2-2 Arreglo final del equipo de extrusión junto al sistema de jalado para la obtención de filamentos.	39
Figura 2-3 Equipo FDM Creality Ender 3 V2 con especificaciones de fábrica.....	42
Figura 2-4 Modelo 3D de base de adhesión para las probetas.....	42
Figura 2-5 Modelo 3D de probeta para los especímenes a caracterizar.....	43
Figura 2-6 Parámetros de impresión utilizados en el programa Ultimaker Cura correspondientes a la a) Calidad, b) Paredes y c) Superficie y fondo.....	43
Figura 2-7 Parámetros de impresión utilizados en el programa Ultimaker Cura correspondientes a la a) Relleno y b) Temperatura de trabajo.....	44
Figura 2-8 Esquemización de la deposición del material fundido con un parámetro de líneas al 100% donde se visualiza el intercalado de líneas.	45
Figura 2-9 a) Equipo DMA Modelo TA instruments Q-800 b) abrazadera dual cantilever para geometrías rectangulares.....	47
Figura 2-10 Equipo TGA modelo TA Instruments Q-600.	48
Figura 2-11 Medidor de impacto Izod, modelo Tinius Olsen IT 503.	49
Figura 2-12 a) Equipo FTIR Spectrum one, Perkin Elmer, b) Instrumento ATR para el equipo FTIR Spectrum One Perkin Elmer.	50
Figura 2-13 a) Microscopio electronico SEM TM-1000 modelo Hitachi, b) Pulverizador catodico Denton Vacuum Desk VHP.....	51
Figura 3-1 Filamentos del PP y material compuesto obtenidos mediante extrusión con la propuesta planteada. 53	
Figura 3-2 Apreciación de la rugosidad presente en los filamentos obtenidos, ordenado del PP puro y aumentando de 0.5 PHR conforme se descende en la figura.	53
Figura 3-3 Base de adhesión de PLA propuesta en primera instancia.....	55
Figura 3-4 Apreciación de la fusión entre el PLA y el PP en las probetas obtenidas.	55
Figura 3-5 Probetas del PP y material compuesto obtenidas mediante FDM.....	57
Figura 3-6 Termograma de Modulo de almacenamiento obtenido por DMA.	58
Figura 3-7 Termograma de factor de perdida obtenido por DMA.....	61
Figura 3-8 Termograma de Porcentaje de peso con respecto la temperatura por medio de TGA.	64
Figura 3-9 Termograma de la Derivada de peso con respecto la temperatura por medio de TGA.....	64
Figura 3-10 Resultados de Resistencia al impacto izod de la matriz experimental.	68
Figura 3-11 Difractograma de DRX.....	71
Figura 3-12 Espectrograma FTIR de muestras de blanco y de 1-5phr.	75
Figura 3-13 Espectrograma FTIR de muestras de blanco y de 3-5 phr.	75
Figura 3-14 Microscopia SEM de la zona de fractura de una probeta del PP prístino.	79
Figura 3-15 Microscopia SEM de la zona de fractura de la probeta PP-1 phr.	80
Figura 3-16 Microscopia SEM de la zona de fractura de la probeta PP-2 phr.	81
Figura 3-17 Microscopia SEM de la zona de fractura de la probeta PP-3 phr.	81
Figura 3-18 Microscopia SEM de la zona de fractura de la probeta PP-4 phr.	81
Figura 3-19 Microscopia SEM de la zona de fractura de la probeta PP-5 phr.....	82
Figura 3-20 Identificación de las partículas de sargazo, en las probetas de a) Blanco, b) PP-1.0S, c) PP-2.0S, d) PP-3.0S, e) PP-4.0S, f) PP-5.0S.	83

Resumen

El presente trabajo evalúa el comportamiento termo-mecánico de materiales compuestos a base de polipropileno (PP) reforzados con partículas de sargazo, procesados mediante impresión 3D por deposición fundida (FDM). Se elaboraron filamentos compuestos con diferentes concentraciones de refuerzo (0.5–5.0 phr), los cuales fueron caracterizados mediante DMA, TGA, ensayos de impacto Izod, difracción de rayos X (DRX), espectroscopía FTIR y microscopía SEM. Los resultados muestran que la adición de sargazo modifica significativamente las propiedades térmicas, mecánicas y estructurales del PP, observándose incrementos de hasta un 35 % en el módulo de almacenamiento (E') para concentraciones intermedias (1.5–2.5 phr). Asimismo, se registró un aumento de hasta 50 °C en la temperatura de inicio de descomposición térmica, mientras que el grado de cristalinidad y la resistencia al impacto presentaron variaciones no lineales atribuibles a la dispersión heterogénea del refuerzo. Las observaciones por SEM revelaron aglomeraciones y cavidades asociadas al proceso FDM, que afectan la integridad estructural del material. Se concluye que la incorporación moderada de partículas de sargazo (2–3 phr) mejora la rigidez y estabilidad térmica del PP, confirmando su viabilidad para aplicaciones sostenibles de fabricación aditiva, siempre que se optimicen la formulación del filamento y los parámetros de impresión.

Abstract

This study evaluates the thermo-mechanical behavior of polypropylene (PP) composites reinforced with Sargassum particles processed by fused deposition modeling (FDM) 3D printing. Composite filaments containing different reinforcement concentrations (0.5–5.0 phr) were produced and characterized using DMA, TGA, Izod impact tests, XRD, FTIR, and SEM analyses. The incorporation of Sargassum significantly altered the thermal, mechanical, and structural properties of PP, yielding up to a 35 % increase in storage modulus (E') at intermediate concentrations (1.5–2.5 phr) and a 50 °C rise in the onset decomposition temperature. Crystallinity and impact resistance varied nonlinearly, mainly due to heterogeneous filler dispersion. SEM micrographs revealed agglomerations and voids typical of FDM-processed composites, affecting interfacial adhesion and dimensional stability. Moderate reinforcement levels (2–3 wt%) improved rigidity and thermal stability, demonstrating the feasibility of Sargassum-based PP composites for sustainable additive manufacturing, provided that filament formulation and printing parameters are properly optimized.

Introducción

En el cambiante campo de la tecnología actual, la impresión 3D se ha exhibido con una gran fuerza e innovación transformadora, permitiendo la materialización de ideas con una precisión sin precedentes y un manejo de materiales muy amplio. Sin embargo, a medida que esta revolucionaria tecnología continúa expandiendo sus fronteras, se hace evidente que la calidad y la diversidad de los materiales disponibles son cruciales para maximizar su potencial. En este contexto, la versatilidad del polipropileno (PP) ha captado la atención, destacándose como un material con propiedades excepcionales, pero no exento de desafíos para su procesamiento por impresión 3D.

En la actualidad ya se cuenta con filamentos del PP y reforzados con una diversidad muy amplia de materiales, sin embargo, dado que se ha demostrado que la utilización del alga holopelágica de sargazo mejora las propiedades termo-mecánicas cuando se emplea como refuerzo en matrices poliméricas, incluyendo aquellas del PP, surge la iniciativa de evaluar si estas mejoras se mantienen o incluso se potencian al someterse a un procesamiento del material mediante impresión 3D.

Aunque esta investigación se centró en la evaluación de las propiedades termo-mecánicas del compuesto del PP con sargazo al someterse a un procesamiento por impresión 3D la versatilidad del PP y las propiedades únicas del sargazo se combinaron con el objetivo de desarrollar un filamento innovador que no solo capitalice las características del sargazo para mejorar el PP, sino que también optimice la impresión 3D de este compuesto.

Además, con la finalidad de evaluar las propiedades termo-mecánicas del compuesto del PP con sargazo en el contexto de la impresión 3D, se realizó una exploración detallada de los conceptos esenciales que permitirán sentar las bases de la metodología utilizada para llevar a cabo esta investigación.

1. Antecedentes

1.1. Antecedentes de la impresión 3D y materiales compuestos

La impresión 3D, también conocida como fabricación por adición de material (FAM), ha sido objeto de estudio durante más de tres décadas. Charles W. Hull, fue pionero en este campo y obtuvo la primera patente relacionada con la impresión 3D en 1986 con su invento "Apparatus for Production of Three-Dimensional Objects by Stereolithography" [1]. Esta patente describe el proceso fundamental de la impresión 3D mediante estereolitografía (SLA), que consiste en la solidificación selectiva de material líquido mediante radiación láser, en este proceso, cada capa del objeto tridimensional se forma al exponer una fina capa del material líquido a la radiación láser, solidificándola selectivamente, posteriormente, la plataforma se mueve hacia abajo, sumergiendo la capa solidificada en el material líquido restante, y el proceso se repite para cada capa hasta completar la construcción del objeto deseado.

Más tarde, en 1996, Scott Crump, obtuvo una patente relacionada con el proceso de fabricación por deposición fundida (FDM), con su invento "Apparatus and Method for Creating Three-Dimensional Objects" [2] en la cual describe el proceso de fabricación de piezas tridimensionales mediante la deposición de capas de material termoplástico fundido, en este proceso, un filamento de material termoplástico se alimenta a través de una boquilla que se calienta para fundir el material, la boquilla se mueve según un patrón controlado por computadora sobre una plataforma, depositando capas de material fundido que se solidifican rápidamente para construir el objeto tridimensional deseado.

Estas patentes marcan las primeras referencias a la FAM y las especificaciones técnicas de las tecnologías de estereolitografía SLA y FDM, que desde sus inicios demostraron un gran potencial en el prototipado de piezas, estas tecnologías aceleraron el proceso y desarrollo de productos, permitiendo una personalización masiva en las piezas fabricadas y una reducción considerable de residuos, no fue hasta 2012, con la expiración de la patente estadounidense de Scott Crump, que se logró un crecimiento exponencial en la tecnología de FDM. Esto permitió una mayor difusión y adopción de la tecnología de impresión 3D en una variedad de industrias y aplicaciones.

Las primeras máquinas funcionaban de manera similar a la desarrollada por Scott Crump. Al paso del tiempo, se le implementaron mejoras sustanciales en el proceso de deposición de material para aumentar la eficiencia y la calidad de impresión tal y como lo indica M. Gonzales en su revisión sobre los avances de las tecnologías de impresoras 3D comerciales a lo largo del tiempo [3].

Una de las mejoras clave se centró en la precisión y velocidad de impresión, se implementaron ajustes en el diseño de la boquilla y el sistema de alimentación del filamento para permitir una deposición más precisa y rápida de material termoplástico fundido [4]. Además, se realizaron mejoras en el control de la temperatura y la velocidad de movimiento de la boquilla, lo que resultó en una mayor consistencia en la calidad de las capas impresas [5].

Aunado a esto, desde sus inicios se han estado desarrollando innovaciones exponenciales en el ámbito de materiales para su procesamiento por impresión 3D, desde el primer termoplástico implementado para la FDM, siendo este el acrilonitrilo butadieno estireno (ABS) y siendo remplazado posteriormente por el ácido poliláctico (PLA) al ser una alternativa más ecológica y fácil de usar en comparación con el ABS, obteniendo una gran aceptación y popularidad en el mercado de materiales para su procesamiento por FDM. Sin embargo, el PLA no supera las propiedades del ABS como la durabilidad y resistencia [6].

Buscando combinar las mejores propiedades tanto del PLA como del ABS, se introdujo el tereftalato de polietileno glicol-modificado (PETG) a inicios del 2010, el cual cuenta con una gran facilidad para ser procesado por FDM y sus propiedades como durabilidad y resistencia a productos químicos lo hacen una gran opción para prototipado técnico.

En el mismo periodo otros materiales comenzaron a ganar relevancia en el mercado de FDM como el nylon que a partir del 2013 destacó por sus propiedades como la alta resistencia y durabilidad, así como una mayor flexibilidad y resistencia al impacto en comparación con el PETG y PLA [6].

El auge del nylon se vio opacado por la introducción del poliuretano termoplástico (TPU) en el 2015, el cual presentó una mayor flexibilidad y resistencia al impacto, mientras que el nylon se utilizaba idealmente para aplicaciones que requieren piezas fuertes y resistentes al desgaste, el TPU se convirtió en la opción preferida para componentes que requieren una mayor absorción de impactos, como protectores y dispositivos médicos [7].

En ese mismo año se realizaron los primeros estudios con fines de introducir el PP al mercado del FDM, donde se apreciaron las dificultades de procesamiento que este material presenta, en un estudio llevado a cabo por Carneiro y col., se abordó el potencial del PP como candidato para la técnica de FDM, evaluando toda la cadena de producción del filamento, desde los pellets de PP hasta la impresión de muestras de prueba, los resultados mostraron que, aunque el PP tiene un alto coeficiente de expansión térmica que provoca distorsiones y desprendimientos del lecho de impresión durante el enfriamiento, se obtienen piezas con un rendimiento mecánico adecuado mediante la optimización de las condiciones de impresión [8].

Este desarrollo condujo posteriormente a la comercialización del filamento de PP para FDM por parte de marcas pioneras como Taulman 3D y Verbatim, siendo estas de las primeras en introducirlo al mercado, sin embargo, enfrentaron grandes desafíos en la materialización de las piezas diseñadas con estos filamentos, ya que las condiciones adecuadas para su impresión en máquinas FDM generalizadas aún no estaban completamente desarrolladas, no fue hasta 2021 que, a través de modificaciones en el proceso de producción, la marca Braskem logró desarrollar un filamento de PP apto para su procesamiento en cualquier impresora FDM, esta innovación facilitó su uso, permitiendo una mejor adhesión a la cama de impresión y reduciendo problemas de deformación y contracción típicos del PP [9].

No obstante, como ocurre en muchas de las investigaciones actuales se ha buscado el mejorar las propiedades de los filamentos utilizados en FDM, basándose en investigaciones previas en las cuales se han visto mejoras en las propiedades de los materiales reforzados, siendo estos procesados por medio de técnicas convencionales como moldeo por inyección, compresión o extrusión.

Dentro de las principales investigaciones orientadas a mejorar las propiedades del PP, se ha reportado su refuerzo con materiales sintéticos, como la fibra de vidrio (FV), mediante modificaciones en la superficie de dicha fibra, por un lado, se han empleado agentes de acoplamiento (silanos organofuncionales) y, por otro, se han realizado reacciones de polimerización in situ sobre la FV previamente tratada, lo que ha resultado en mejoras sustanciales en la adhesión interfacial, estas modificaciones han permitido incrementos en propiedades mecánicas, como el módulo elástico (aproximadamente un 9 %), la resistencia a la tracción (aproximadamente un 3 %) y la tenacidad (aproximadamente un 205 %), concluyendo que el refuerzo con FV genera mejoras sustanciales en las propiedades mecánicas de los compuestos [10].

Así mismo, se han elaborado refuerzos con fibras de aramida (FA) en las que se encontraron que las mejores proporciones de refuerzo en la matriz polimérica del PP fueron las de 10% de FA mostrando mejoras en la resistencia a la tracción con un aumento del 43 %, en la resistencia a la flexión con un aumento del 31 % y con un aumento de la energía absorbida en pruebas de resistencia al impacto de peso caído en un 20 % [11]. De igual manera se han visto mejoras en las propiedades de la matriz al reforzarla con fibras de carbono (FC) en las cuales se han presentado mejoras en su resistencia a la tracción aumentando en un 95 %, aumentando de igual manera su resistencia a la flexión en un 81 % y la resistencia al impacto de peso caído en un 105 %, en concentraciones de refuerzo de 30 % en volumen [11].

Otro compuesto, el cual se ha desarrollado e investigado, es el refuerzo del PP con fibras de Basalto (FB), en el cual se encontraron mejoras en las propiedades de resistencia a la tracción, módulo de tracción, resistencia a la flexión y módulo de flexión, donde las mejores propiedades se obtuvieron al reforzar la matriz polimérica del PP en un 30 % de contenido de fibra, aumentando sus propiedades hasta en un 64 % en la resistencia a la tracción y hasta un 48 % en su resistencia a la flexión [12].

Todas estas investigaciones son de las principales mejoras que se han realizado al PP en cuanto a materiales compuestos se refieren y donde estos refuerzos sean de origen sintético, pero desde el inicio del siglo XXI se ha visto un aumento en la cantidad de publicaciones

relacionadas con el refuerzo de matrices poliméricas con materiales naturales y polímeros biodegradables en las que se busca mejorar tanto las propiedades físicas de los materiales como el impacto ambiental de estos mismos.

Un ejemplo es el trabajo realizado por Vallejos y col. en 2023, en el cual realizó un estudio de un material compuesto del PP- fibras de cáñamo (FCA) donde a la matriz polimérica se le adicionaron refuerzos de fibras en concentraciones de 20, 30 y 40% y se añadió diferentes concentraciones del PP modificado con ácido maleico (MAPP) como agente de acoplamiento, siendo estas de 0,2,4,6 y 8% en peso. En este estudio se encontró una variación en las mejores concentraciones tanto de porcentaje de refuerzo como de agente de acoplamiento mostrando que en las pruebas de caracterización de resistencia al impacto se obtuvieron los mayores valores de energía absorbida en las probetas de 20-30% de FCA con un 8% de MAPP, obteniendo hasta 397% de aumento, mientras que en las probetas con muesca se obtuvieron los mayores valores en las concentraciones de 40% de FCA y 4% de MAPP, aumentando la energía absorbida hasta un 53%. Al igual que en el impacto Izod donde se obtuvo un aumento del 79% para la misma concentración [13].

Se han realizado investigaciones sobre el refuerzo del PP, como la llevada a cabo por Akhtar y col. en 2016, utilizando fibras de kenaf (*Hibiscus cannabinus*), en dicho estudio, se evaluaron concentraciones de refuerzo del 10, 20, 30, 40 y 50 % en peso, determinando que la mejor concentración fue del 40 %. Lo que permitió obtener un aumento del 18 % en la resistencia a la tracción, un 110 % en el módulo de Young de tracción, un 6 % en la resistencia a la flexión y un 96 % en el módulo de Young de flexión [14].

En otro estudio realizado por Goncalves Mothé en 2016, se utilizaron fibras de residuos de hojas de palmeras, específicamente de la especie *Syagrus romanzoffiana*, para reforzar la matriz del PP reciclado (PPr), manejando proporciones de 1, 5, 10 y 15% en peso. Llegando a la conclusión de que la mejor concentración de refuerzo fue la de 1 y 5% en donde las propiedades como el módulo de almacenamiento aumentaron en un 2% en ambas proporciones mientras que en el módulo de pérdida la proporción que mostro un cambio más significativo fue la de 5% obteniendo un aumento del 28% [15].

Por otro lado, como se ha comentado acerca de residuos de origen natural como las hojas de palma, que se han utilizado como refuerzos en matrices poliméricas de PP, se han hecho investigaciones sobre las propiedades del PP al reforzarlo con una gran variedad de materiales naturales; algas verdes, algas pardas [16], bambú [17], madera, algodón, seda [18], entre otros, pero no solo con fibras si no también con partículas de residuos naturales. Un ejemplo de esto son los trabajos de investigación como el de Tasdemir en 2017, donde se elaboró el reforzamiento de una matriz del PP con partículas de polvo de hueso de aceituna y partículas de cascara de almendra (PCA) manejando diferentes concentraciones de refuerzo de 10, 20, 30 y 40 % en peso. Encontrando que para las probetas reforzadas con 40 % del polvo de hueso se obtuvo un aumento del módulo de elasticidad del 72 %, un aumento del 9 % en la dureza mientras que la resistencia al impacto decreció en un 65 % y la elongación a la rotura disminuyó en un 88 %, de igual manera las mejores concentraciones para las probetas reforzadas con PCA fueron las del 40 %, presentando un aumento en su módulo de elasticidad del 86 %, del 12 % en su dureza, mientras que la resistencia al impacto disminuyó en un 80 % y la elongación a la rotura disminuyó en un 90% [19].

Salazar Cruz y col. (2022), realizó una investigación donde utilizó la matriz del PP con partículas de cascara de pistache (PCP), las cuales se trataron con lavados de hidróxido de sodio (NaOH) con la finalidad de aislar la celulosa de las partículas y obtener una mejor integración dentro de la matriz polimérica, manejaron proporciones de PCP de 2, 4, 6, 8 y 10 partes por cada cien de resina (PHR) obteniendo los mejores resultados en las probetas de 4 y 6 phr. Encontrando que la cristalinidad aumento en un 9 % en las probetas de 6 phr, mientras que en el módulo de almacenamiento se observó que se obtuvo mejores resultados con las probetas de 4 phr aumentando aproximadamente un 15 % [20].

Como se ha analizado anteriormente, existe un creciente interés en mejorar las propiedades de los materiales con un enfoque en la sostenibilidad y el respeto al medio ambiente. Sin embargo, es importante destacar que la contaminación no se limita a los residuos de origen antropogénico; también existe contaminación derivada de residuos naturales, al combinar las iniciativas de los Acuerdos de París y los objetivos de desarrollo sostenible (ODS)

con la resolución de problemáticas de contaminación natural, como las mareas doradas presentadas en el Caribe Mexicano, surgen investigaciones de gran impacto.

Un ejemplo destacado es el refuerzo de matrices del PP con partículas de sargazo, que no solo aborda el problema del sargazo invasivo, sino que también mejora las propiedades mecánicas y sostenibles del PP, En el cual se evaluó el refuerzo de una matriz del PP con partículas de sargazo, utilizando proporciones de refuerzo de 2, 4, 6, 8 y 10 phr. Los resultados mostraron que las menores concentraciones de refuerzo producían mejoras notables en las propiedades del material. En particular, las concentraciones de 2 y 4 phr mostraron mejoras notables en el módulo de almacenamiento, con la muestra de 4 phr exhibiendo un aumento del 15-20 %, además, la proporción de 2 phr fue la que presentó la mayor cristalinidad, con un incremento de aproximadamente 10-15 % [21].

A partir de los resultados obtenidos en esta investigación y junto con el trabajo de investigación de Khairul Izwan y col. en 2022, en donde explica que se ha buscado mejorar las propiedades de las piezas obtenidas por medio de FDM, mediante el refuerzo con fibras o partículas de diversos materiales, donde el refuerzo se integra durante el proceso de extrusión para la obtención de los filamentos utilizados en FDM (ex situ) o modificarse el procesamiento de FDM para depositar el refuerzo simultáneamente con las capas de polímero (in situ) [22]. Surge la iniciativa de trasladar esta propuesta al ámbito del FDM.

Los trabajos previos en donde exploraron la mejora en las propiedades de los modelos impresos por medio de reforzar dichas piezas con materiales compuestos o desde filamentos de material compuesto, como las investigaciones que dieron lugar a los filamentos más renombrados en cuestión de materiales compuestos se refiere como el de PLA con fibras de carbono (FC), el cual es altamente comercializado en la actualidad. Pero su primera incorporación al mercado fue debido a investigaciones como las de Nanya Li y col. en 2016, donde exploraron el uso de compuestos de PLA, un termoplástico ampliamente utilizado en impresión 3D, reforzados con fibras de carbono continuas, en esta investigación adoptaron un enfoque in situ, innovador para la época, al modificar la boquilla de extrusión para permitir la adición continua de fibras de carbono durante la impresión 3D. Este enfoque mejoró

considerablemente las propiedades termo mecánicas del material, con incrementos del 13.8 % en la resistencia a la tracción y un aumento del 164 % en la resistencia a la flexión [23].

De igual manera, el mercado de filamentos para impresión 3D ha visto la introducción del PP tanto de manera individual, así como de material compuesto en las tecnologías FDM, destacando especialmente el filamento del PP reforzado con fibra de vidrio (FV). La investigación con más notoriedad para su comercialización es la realizada por Carneiro y col. en 2015, quien demostró que el refuerzo con FV mejora notablemente las propiedades mecánicas del PP, haciéndolo más adecuado para aplicaciones de impresión 3D, la incorporación de FV no solo incrementa la resistencia y rigidez del material, sino que también mejora su estabilidad dimensional, reduciendo problemas como el desprendimiento de la cama de impresión durante la impresión [8].

En este contexto, al igual que se busca reforzar matrices poliméricas con materiales biodegradables en procesos convencionales como moldeo por extrusión, inyección y compresión, han surgido investigaciones que exploran el uso de materiales elaborados con refuerzos biodegradables en la tecnología FDM. Un ejemplo de ello es el refuerzo del PP con fibras de cáñamo, donde se utilizaron proporciones de 10 %, 20 % y 30 % de refuerzo, en este caso, la concentración de 20% mostró el mejor rendimiento en las piezas impresas, con un aumento del 49 % en la resistencia a la tracción y una mejor fusión entre capas [24].

Otro estudio en FDM, utilizando PP reforzado con fibras de harakeke, también empleó proporciones de 10 %, 20 % y 30 % de refuerzo, donde la mejor concentración se obtuvo con un 20%. Sin embargo, en este caso, se observó una disminución del 18 % en el módulo de tracción [24]. Asimismo, en una investigación en la que se reforzó PP con cáscara de arroz, procesado mediante FDM, se emplearon proporciones de 5 % y 10 %, los resultados mostraron mejoras evidentes en las propiedades del compuesto con una concentración de 10%, donde la cristalinidad aumentó del 37 % al 43 %, reduciendo el efecto de deformación por contracción térmica del modelo impreso. Además, se observó un incremento del 204 % en la ductilidad, en cuanto a la resistencia a la tracción, la mejor concentración se encontró con un 5 % de refuerzo, logrando un aumento del 82 % [25].

Por ello, la presente investigación propone el desarrollo de una matriz polimérica del PP reforzada con sargazo, diseñada específicamente para ser procesada mediante la tecnología de FDM.

1.2. Polipropileno (PP)

Uno de los polímeros *comodity* con mayor rentabilidad en el mercado global es el PP el cual se deriva del monómero del propeno. Este polímero se obtiene por medio de reacciones de polimerización catalítica, a partir del propeno, las cuales pueden ser en fase líquida o gaseosa, utilizando catalizadores Ziegler-Natta o de Metalloceno. Dependiendo de la ruta que se tome para la obtención del PP, se obtienen variaciones notables de las propiedades termo-mecánicas, siendo un factor fundamental para determinar estas mismas, la tacticidad del PP, las cuales presentan los siguientes ordenamientos [26]:

- **Polipropileno Isotáctico (iPP):** La forma más común y comercialmente utilizada, donde los grupos metilo están orientados en la misma dirección a lo largo de la cadena como se muestra en la Figura 1-1.

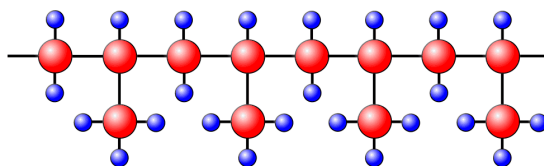


Figura 1-1 Estructura molecular del PP en ordenamiento isotáctico

- **Polipropileno Sindiotáctico (sPP):** Tiene una disposición alternada de los grupos metilo, lo que le confiere propiedades diferentes como mayor flexibilidad Figura 1-2.

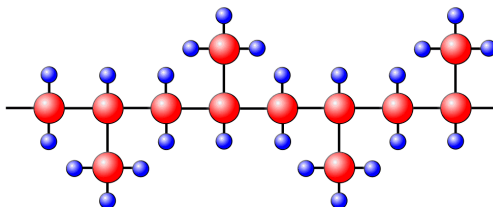


Figura 1-2 Estructura molecular del PP en ordenamiento sindiotáctico.

- **Polipropileno Atáctico (aPP):** Es un subproducto del proceso de polimerización, donde los grupos metilo están desordenados, este tipo del PP no es cristalino y se utiliza principalmente como aditivo en productos del PP o en adhesivos Figura 1-3.

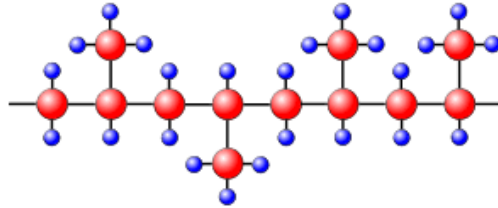


Figura 1-3 Estructura molecular del PP en ordenamiento atáctico.

Siendo el iPP el más comúnmente utilizado, es el de mayor relevancia para la mejora de sus propiedades, las cuales por lo general tienen un rango como se muestra en la Tabla 1.1.

Tabla 1.1 Propiedades físicas, térmicas y mecánicas del PP isotáctico [26].

Propiedades generales del polipropileno isotáctico		
Físicas	Densidad (g/cm ³)	0.90-0.91
	Cristalinidad (%)	50-70
	Indice de fluidez (g/10min)	1-40
	Transparencia	Opaco
	Absorción de agua (%)	≤0.02
Térmicas	Temperatura de fusión (°C)	160-170
	Temperatura de transición vítrea (°C)	-10
	Temperatura de deflexión térmica bajo carga (°C)	
	A 0.45 Mpa	90-105
	A 1.8 Mpa	45-65
	Indice de inflamabilidad	HB (UL94)
Mecánicas	Conductividad térmica (W/m°K)	0.1-0.22
	Modulo de elasticidad en tracción (MPa)	1200-1800
	Resistencia a la tracción (MPa)	25-40
	Resistencia al impacto sin muesca a 23°C (J/m)	50-150
	Elongación a la rotura (%)	100-700
	Modulo de flexión (MPa)	1100-1600
	Resistencia a la compresión (MPa)	20-25

1.3. Los materiales compuestos

Los materiales compuestos son una combinación de dos o más materiales que buscan mejorar las propiedades de los componentes individuales, generando un material con mejores características mecánicas, térmicas o de algún otro tipo, generalmente, los compuestos están

formados por una matriz continua (polímero) y un material de refuerzo que proporciona rigidez, resistencia o estabilidad dimensional.

Dependiendo del tipo de refuerzo y de los objetivos que se requieran del material compuesto, estos se clasifican como fibras, partículas, laminas y estructurados.

1.3.1. Fibras

En este tipo de materiales compuestos, el agente reforzante de la matriz se presenta en forma de fibras que en esencia se trata de un filamento largo y delgado con una relación de aspecto alta (es decir, su longitud es mucho mayor que su diámetro), las fibras se presentan como continuas (largas) o discontinuas (cortas) y son uno de los refuerzos más utilizados en materiales compuestos, las fibras se incorporan en la matriz poliméricas de manera organizada o desorganizada como se muestra en la Figura 1-4, con la finalidad de mejorar las propiedades mecánicas, como la resistencia a la tracción y la rigidez de una manera isotrópica o anisotrópica.

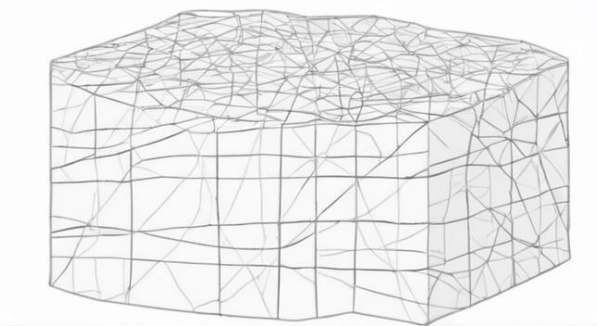


Figura 1-4 Esquematización de un material compuesto reforzado con fibras, de manera isotrópica.

1.3.2. Partículas

Por otro lado, en los materiales compuestos reforzados con partículas, el refuerzo consiste en pequeñas porciones de material, generalmente de forma irregular o esférica, con dimensiones relativamente similares en todas las direcciones como se muestra en la Figura 1-5, a diferencia de las fibras, las partículas no presentan una orientación preferente, solo son capaces de proporcionar un refuerzo isotrópico, es decir, uniforme en todas las direcciones, un ejemplo claro de este tipo de material compuesto es la mezcla de grava, cemento y arena utilizada en la construcción, en este caso, la disposición final de la mezcla resulta en una matriz compuesta por cemento y arena, que es reforzada con partículas de grava.

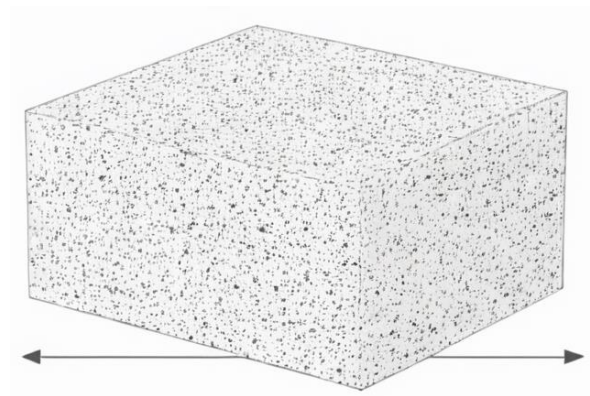


Figura 1-5 Esquematización de un material compuesto reforzado con partículas, de manera isotrópica.

1.3.3. Láminas

En esta clasificación de refuerzo la estructura del material compuesto consiste en múltiples capas de materiales que se unen, como se muestra en la Figura 1-6 para mejorar las propiedades estructurales, como la resistencia o la rigidez, se utilizan en aplicaciones donde la resistencia a la tracción y a la compresión es importante.

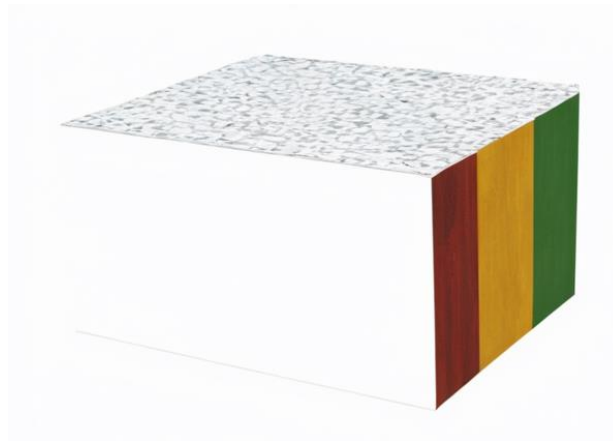


Figura 1-6 Esquematización de un material compuesto reforzado con láminas, de manera anisotrópica.

1.4. Procesamiento de materiales poliméricos

El procesamiento de materiales poliméricos es una etapa clave en el ciclo de vida de los plásticos, ya que determina en gran medida su desempeño, funcionalidad y viabilidad en aplicaciones específicas, este proceso no solo transforma las materias primas poliméricas en

productos finales, sino que también optimiza sus propiedades mecánicas, térmicas, químicas y estéticas, permitiendo satisfacer las necesidades de diversas industrias.

Un procesamiento adecuado permite adaptar los polímeros a una amplia variedad de usos, que van desde aplicaciones cotidianas hasta soluciones de alta tecnología, este proceso implica la aplicación de técnicas físicas, químicas y térmicas para convertir los polímeros en objetos útiles, los materiales poliméricos destacan por propiedades únicas como su baja densidad, alta resistencia a la corrosión y flexibilidad, características que los hacen ideales para aplicaciones tan diversas como envases y dispositivos médicos, no obstante, para aprovechar al máximo su potencial, es fundamental comprender las técnicas de procesamiento y su impacto en las propiedades finales del material.

En el ámbito industrial y científico, el procesamiento de polímeros no se limita a métodos tradicionales como la extrusión o el moldeo por inyección y compresión, también abarca tecnologías emergentes como la manufactura aditiva (impresión 3D) y la modificación de materiales mediante refuerzos naturales o sintéticos, ampliando así las posibilidades de aplicación y mejora de estos materiales.

1.4.1 Procesamiento de polímeros

1.4.1.1 Extrusión

La extrusión es un proceso continuo ampliamente utilizado en la industria para fabricar productos de polímeros con formas definidas, como tuberías, perfiles, y filamentos para impresión 3D, consiste en alimentar el material polimérico, generalmente en forma de gránulos o polvo, a una máquina extrusora, este material es introducido en un barril donde un tornillo helicoidal giratorio lo transporta hacia adelante, durante este recorrido, el material se calienta mediante resistencias externas y la fricción generada por el propio movimiento del tornillo, lo que provoca su fusión [27].

Mientras avanza, el material fundido se homogeniza, asegurando una mezcla uniforme tanto en temperatura como en composición, lo cual es esencial para obtener un producto de calidad, a medida que se acerca al extremo del barril, el diseño del tornillo genera presión suficiente para forzar el material a pasar a través de un dado o molde, este dado define la forma del producto

final, que varían desde una abertura circular para tuberías hasta formas específicas para perfiles o filamentos, este tipo de procesamiento tiene tanto sus ventajas como sus parámetros clave que se aprecian en la Tabla 1.2.

Una vez que el material sale del dado, aún en estado fundido, se enfría rápidamente para solidificarlo y mantener su forma, el enfriamiento debe realizarse mediante aire, agua o rodillos enfriados, dependiendo del diseño del producto y el tipo de polímero utilizado, finalmente, el producto se corta en piezas de tamaño específico o, en el caso de los filamentos para impresión 3D, se enrolla en bobinas, asegurando un diámetro constante y listo para su uso [27].

Tabla 1.2 Principales ventajas y parámetros clave del procesamiento de polímeros por extrusión.

Ventajas	Parámetros Importantes
• Alta eficiencia en la producción continua. • Capacidad de trabajar con una variedad de polímeros y aditivos.	• Temperatura de fusión. • Velocidad del tornillo. • Diseño del dado.

1.4.1.3 Impresión 3D (FDM)

La manufactura aditiva ha revolucionado la forma en que se diseñan y fabrican productos en múltiples industrias y dentro de las tecnologías de impresión 3D la FDM destaca por ser una de las técnicas más accesibles y utilizadas debido a su simplicidad, bajo costo y capacidad para producir piezas personalizadas con alta precisión en un tiempo relativamente corto, el proceso de FDM se basa en la deposición capa por capa de un filamento termoplástico que se funde al pasar por una boquilla calentada, este filamento, generalmente compuesto por polímeros como el PP, PLA o ABS, es alimentado continuamente desde un carrete y extruido a una temperatura controlada, la boquilla sigue un patrón predeterminado según el diseño de la pieza, que se genera mediante software de modelado asistido por computadora (CAD) y se convierte en instrucciones de impresión (G-code) mediante un programa de laminado [28].

El material fundido se deposita sobre una plataforma de construcción donde se solidifica rápidamente al enfriarse, formando una capa sólida, este proceso se repite de manera secuencial

hasta completar la pieza tridimensional, la precisión del FDM depende de diversos parámetros, entre ellos la temperatura de extrusión, la velocidad de impresión, el grosor de capa, la adherencia entre capas y las características del material utilizado, como su índice de flujo de fusión y su capacidad de cristalización [28].

Uno de los mayores beneficios del FDM es su capacidad para procesar una amplia gama de materiales poliméricos, desde polímeros básicos hasta compuestos avanzados reforzados con fibras naturales o sintéticas. Sin embargo, presenta limitaciones, como la necesidad de ajustar cuidadosamente los parámetros de impresión para garantizar la calidad dimensional, que se describen en la Tabla 1.3, destacando, la resistencia mecánica y la adherencia entre capas, especialmente en piezas fabricadas con materiales semicristalinos como el polipropileno.

En el contexto de la investigación y el desarrollo, el FDM se ha convertido en una herramienta clave para la experimentación con nuevos materiales y compuestos poliméricos, en particular, su aplicación en la manufactura de biocompuestos y materiales sostenibles, como matrices poliméricas reforzadas con partículas de sargazo o fibras naturales, ha abierto nuevas oportunidades en la creación de piezas funcionales y ecológicas.

Tabla 1.3 Ventajas y parámetros importantes en impresión 3D FDM.

Ventajas	Parámetros Importantes
• Reducción de residuos de material. • Fabricación de geométricas complejas. • Versatilidad de materiales • Reducción de costos. • Eficiencia en el tiempo. • Sostenibilidad.	• Temperatura del extrusor • Temperatura de la cama de impresión. • Velocidad de impresión. • Grosor de capa. • índice de fluidez del material. • Tipo de boquilla y diámetro.

1.4.2 Relevancia del procesamiento de polímeros en la industria

El procesamiento de polímeros constituye un pilar fundamental para la industria moderna, ya que transforma materias primas en productos funcionales que responden a diversas

necesidades industriales y comerciales, este proceso integra el diseño del producto, la selección de materiales, la implementación de métodos de transformación y la caracterización de las propiedades del material, asegurando que cada etapa contribuya al propósito de la aplicación final.

El desarrollo de productos con aplicaciones específicas comienza siempre con una idea clara de su función o mercado objetivo, a partir de esta premisa, el enfoque se dirige hacia la selección de materias primas adecuadas, evaluando sus propiedades intrínsecas y su capacidad para ser optimizadas mediante el procesamiento, en este sentido, el análisis de las necesidades del producto ya sea en términos de desempeño o sostenibilidad, guía la elección del método de procesamiento de polímeros más eficiente, desde la extrusión hasta tecnologías emergentes como la impresión 3D (FDM), es ahí donde la relevancia del procesamiento de polímeros toma una mayor relevancia.

Además, el proceso de caracterización juega un papel esencial en garantizar la calidad y funcionalidad del material transformado, mediante técnicas como pruebas mecánicas, térmicas y análisis estructurales, se valida el cumplimiento de las especificaciones requeridas para la aplicación, asegurando un producto confiable y competitivo en el mercado, el procesamiento de materiales poliméricos ha revolucionado múltiples industrias, aportando soluciones innovadoras, sostenibles y eficientes, su relevancia se observa en sectores clave como:

- **Automotriz:** Desarrollo de piezas ligeras, resistentes y eficientes en consumo energético.
- **Médico:** Producción de dispositivos desechables y biocompatibles, que garantizan seguridad y asepsia.
- **Empaque:** Innovaciones en materiales reciclables y flexibles que optimizan la logística y minimizan el impacto ambiental.
- **Tecnología:** Fabricación de componentes electrónicos precisos que integran funcionalidad y miniaturización.

1.5. El polipropileno y su uso en la impresión 3D

Así como se mencionó anteriormente el PP es uno de los polímeros termoplásticos más utilizados a nivel industrial debido a su bajo costo, su resistencia química, su baja densidad, y su estabilidad térmica, estas propiedades lo hacen altamente atractivo para diversas aplicaciones, incluyendo envases, componentes automotrices, y bienes de consumo. Sin embargo, su introducción en la tecnología de impresión 3D ha sido relativamente reciente en comparación con otros materiales como el PLA y el ABS, debido a ciertos retos inherentes a su naturaleza física, uno de los principales desafíos del PP en la FDM radica en su alta propensión al encogimiento y a la deformación durante el enfriamiento, lo que afecta negativamente la precisión dimensional y la calidad superficial de las piezas impresas, este comportamiento se debe, en gran medida, a su alto coeficiente de expansión térmica (CET), que es el grado en el que un material se expande al aumentar su temperatura y se contrae al enfriarse [29].

En el caso del polipropileno, su CET es relativamente alto en comparación con otros polímeros comúnmente usados en impresión 3D, como el PLA o el ABS, durante el proceso de impresión por FDM, el material fundido es depositado capa por capa, y al enfriarse rápidamente, las diferencias de temperatura entre las capas generan contracciones desiguales, este fenómeno provoca tensiones internas en la pieza, lo que da lugar a deformaciones como el "*pandeo*" (desprendimiento y curvado de las esquinas de la pieza), y afecta de forma negativa tanto la calidad superficial como la integridad dimensional del objeto final.

La alta expansión térmica del PP es un reto crucial por considerar cuando se utiliza en impresión 3D, ya que la falta de un control adecuado de las temperaturas y los tiempos de enfriamiento resultan en una pieza con características mecánicas y dimensionales inferiores, sin embargo, investigaciones recientes sugieren que el uso de refuerzos, como fibras naturales, conducen a mitigar estos efectos al mejorar la estabilidad dimensional del PP y reducir los problemas asociados a su alto coeficiente de expansión térmica [24] [25].

1.5.1. Efecto del índice de fluidez en FDM

Al igual que en todos los polímeros utilizados en la industria, existe una gran variedad de variantes con diferentes propiedades, una de las más importantes es el índice de fluidez (MFI, por sus siglas en inglés). El MFI de un polímero determina la facilidad con la que este fluye bajo condiciones específicas de temperatura y presión, en la tecnología FDM, este parámetro es crucial para garantizar un flujo continuo y uniforme del material a través de la boquilla, los polímeros con un MFI alto presentan una menor viscosidad, lo que facilita su extrusión y permite un mejor control durante la deposición de capas finas, como lo destaca el estudio realizado en 2023 por Acierno y Patti [30].

Sin embargo, un MFI demasiado alto presenta desventajas, ya que una menor viscosidad conlleva una reducción en la cohesión entre capas, afectando negativamente la resistencia mecánica de las piezas impresas, por lo tanto, es necesario ajustar este parámetro cuidadosamente para lograr un equilibrio entre la facilidad de flujo y las propiedades mecánicas de las piezas, un MFI bajo, por ejemplo, mejora la integridad estructural de la pieza impresa, pero complica el flujo del material, especialmente en impresoras con sistemas de extrusión menos robustos [30].

En cuanto a la densidad del PP, aunque parezca un factor secundario, tiene un impacto considerable en el proceso, un PP de alta densidad (en el rango de 0.9 g/cm^3) tiende a ser más resistente y a presentar una contracción menor durante el enfriamiento, lo que es particularmente útil para aplicaciones en las que la estabilidad dimensional es crítica, como en prototipos estructurales o piezas funcionales, no obstante, un PP de menor densidad, aunque más fácil de procesar, requiere de mayores controles durante el enfriamiento para evitar deformaciones, ya que tiende a tener una mayor tasa de contracción térmica.

1.6. El sargazo

El sargazo es un género de algas pardas flotantes que pertenece al orden fucales y a la clase *Phaeophyceae*, estas algas se encuentran predominantemente en el océano atlántico, en particular en la región conocida como el mar de los sargazos, siendo transportadas por las corrientes marítimas hacia el caribe mexicano, este tipo de alga se caracterizan por su capacidad

para flotar en la superficie del agua debido a vesículas llenas de gas, lo que les permite formar grandes masas flotantes las cuales son un fenómeno natural que desempeña un papel ecológico clave en los ecosistemas marinos. Sin embargo, desde el 2014, se ha observado un incremento considerable en la acumulación de sargazo en las costas del caribe mexicano.

Este fenómeno, causado por la proliferación masiva de algas del género *Sargassum*, tiene profundas implicaciones ecológicas, sociales y económicas, aunque históricamente ha sido considerado un desecho costero, estudios recientes destacan su potencial para ser transformado en un recurso valioso dentro de un marco de economía azul sostenible [31] [32].

El *Sargassum*, principalmente *S. natans* y *S. fluitans*, que se origina en el mar de los sargazos tiene su representación que se aprecia en la Figura 1-7 y se clasifican por sus características morfológicas y química como se mencionan a continuación:

➤ ***Sargassum natans***

- **Características morfológicas:** Presenta ejes lisos, hojas lineales con bordes dentados y vesículas esféricas u ovaladas que le permiten flotar, es una especie pelágica sin estructuras de fijación, formando grandes masas flotantes.
- **Distribución y abundancia:** Se encuentra ampliamente distribuido en el atlántico norte, incluyendo el mar de los sargazos y costas del Caribe.
- **Composición química:** El *sargazo natans* se compone de alginatos (~30%) y fucoidanos (~8%), pigmentos como fucoxantina y clorofilas, y florotaninos con propiedades antioxidantes, en sus paredes celulares predominan la celulosa, hemicelulosa y pequeñas cantidades de lignina, que contribuyen a su rigidez estructural. así mismo tiene la capacidad de acumular minerales como hierro y arsénico, útiles para biorremediación, pero con implicaciones para el consumo directo, su relación C/N (26-29) es ideal para compostaje, y sus lípidos tienen aplicaciones en biotecnología y nutrición [31].

➤ *Sargassum fluitans*

- **Características morfológicas:** Tiene ejes espinosos, hojas ovoides y vesículas suaves y ovoides, estas diferencias en la estructura la hacen fácilmente distinguible de otras especies pelágicas.
- **Distribución y abundancia:** Es la especie más común y abundante, representando entre el 41% y el 91% de la biomasa fresca total en las acumulaciones estudiadas, su dominio varía según las condiciones ambientales locales.
- **Composición química:** Similar a *S. natans*, tiene una alta capacidad de acumulación de metales como hierro y arsénico, lo que se relaciona con la edad del tejido y su historia nutricional, su contenido de alginato (29.8%-33.9%) es particularmente relevante para aplicaciones industriales, así como celulosa y hemicelulosa en sus paredes celulares, que son clave para su rigidez estructural [32].

La proliferación general del sargazo ha sido atribuida al aumento de nutrientes en el agua debido a la actividad agrícola, así como al calentamiento global, que incrementa la temperatura superficial del océano [32].

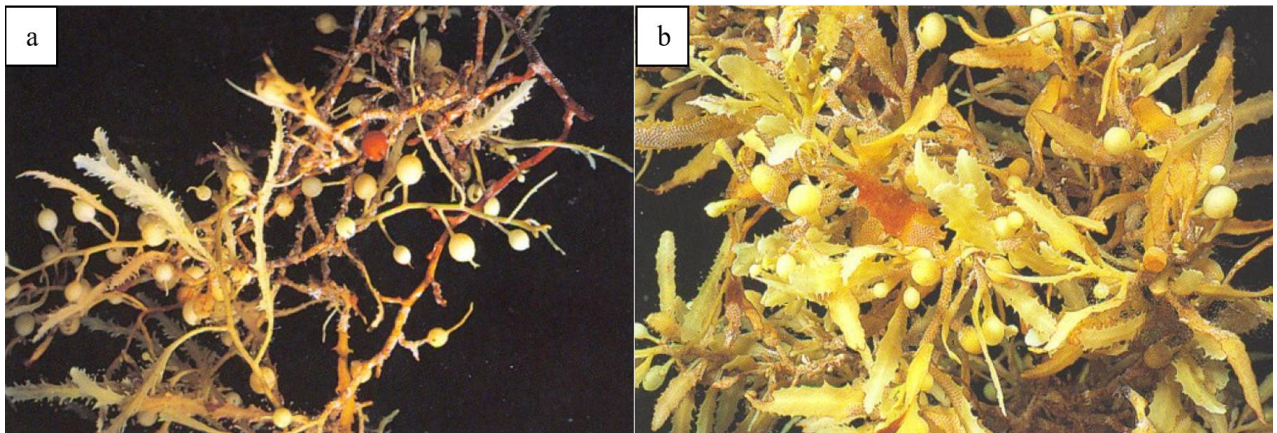


Figura 1-7 a) *Sargassum Natans* con acercamiento. b) *Sargassum Flutains* con acercamiento.

1.6.1 Composición del sargazo

El sargazo es una macroalga marina que destaca por contener biomoléculas de alto valor, convirtiéndolo en un recurso atractivo para diversas aplicaciones industriales y científicas, su composición química incluye carbohidratos en concentraciones que oscilan entre el 5.4% y el 7.2% en peso seco, lo que lo hace una fuente potencial para la producción de biopolímeros y bioenergía. Asimismo, presenta un contenido de proteínas considerable, que varía entre el 8.8% y el 11.1%, lo que abre posibilidades para su uso en sectores como la alimentación animal o el desarrollo de fertilizantes ricos en nitrógeno, además, contiene lípidos y compuestos fenólicos totales en un rango de 0.2 a 2.3 mg GAE/g, los cuales tienen propiedades antioxidantes y se emplean en la industria cosmética y farmacéutica [32].

El sargazo también es rico en minerales esenciales y otros elementos traza, como hierro (16.5-45.0 ppm), fósforo (197-472 ppm) y arsénico (30.6 - 146.3 ppm), estos componentes le otorgan un perfil químico diverso y multifuncional, aunque el contenido de arsénico representa un desafío en términos de manejo y seguridad ambiental, especialmente si se busca su aplicación en productos destinados al consumo humano o animal [32].

Desde una perspectiva estructural, el sargazo se caracteriza por su composición lignocelulósica, que incluye celulosa en proporciones de hasta un 40%, hemicelulosa entre un 20% y un 25%, y lignina en un rango del 5% al 10%, estos compuestos no solo contribuyen a su resistencia mecánica y estabilidad estructural, sino que le otorgan una estructura altamente cristalina, lo que lo convierte en un material adecuado para su uso como refuerzo en polímeros.

La celulosa, uno de sus principales componentes, es conocida por su alta resistencia mecánica, y por contar con una temperatura de descomposición en un rango de 250 °C a 350 °C, así también la hemicelulosa, al ser un polímero menos ordenado y de menor peso molecular, presenta temperaturas de degradación inicial más baja, típicamente entre 180 °C y 250 °C [33] [32].

Mientras que el alginato, un polisacárido presente en grandes cantidades en el sargazo, es responsable de su capacidad para interactuar favorablemente con matrices poliméricas [21], lo

cual hace del sargazo, un recurso potencial para la elaboración de materiales compuestos, biocombustibles, y productos derivados como fibras naturales reforzantes para polímeros [32].

1.6.2 Impacto ambiental del sargazo

El impacto ambiental del sargazo es un tema complejo que presenta tanto desafíos como oportunidades, su llegada masiva a las costas tiene efectos significativos sobre los ecosistemas marinos y costeros, la acumulación de grandes volúmenes de sargazo genera zonas anóxicas al descomponerse, lo que afecta gravemente a la biodiversidad marina, este proceso. Además, libera gases tóxicos como sulfuro de hidrógeno y amoníaco, que no solo resultan perjudiciales para los ecosistemas, sino que también representan un riesgo para la salud humana debido a su toxicidad y a los malos olores que producen [32]. Adicionalmente, el sargazo bloquea la luz solar necesaria para la fotosíntesis en los arrecifes de coral y pastos marinos, causando una alteración considerable en las cadenas tróficas y afectando especies marinas clave, su acumulación en las playas también acelera la erosión costera al impedir la estabilización de los sedimentos, mientras que su capacidad para absorber metales pesados, como el arsénico, plantea riesgos de contaminación si no se gestiona adecuadamente [32].

Sin embargo, el sargazo también presenta un potencial ambiental positivo si se maneja de manera efectiva, su capacidad para absorber metales pesados y otros contaminantes lo convierte en una herramienta útil para la biorremediación de ecosistemas acuáticos, además, el aprovechamiento del sargazo para la producción de bioplásticos, fertilizantes y bioenergía transforma este desafío en una oportunidad para fomentar una economía sostenible y circular [32].

En resumen, el impacto ambiental del sargazo depende en gran medida de las estrategias implementadas para su manejo, mientras que sus efectos negativos son potencialmente devastadores si se ignoran, una gestión adecuada tiene el potencial de mitigar estos impactos y convertir al sargazo en un recurso valioso para la sostenibilidad ambiental y económica.

1.6.1 Aprovechamiento del sargazo

Una de las principales propiedades del sargazo es su biodegradabilidad, lo que lo convierte en un recurso atractivo desde el punto de vista ambiental, además, es un material renovable y abundante, características clave que han despertado el interés en su uso como refuerzo en materiales compuestos.

En términos de aplicaciones industriales, el sargazo ha sido investigado para mejorar las propiedades mecánicas, térmicas y de barrera de polímeros como el PP [21], demostrando su potencial como un aditivo de refuerzo natural.

1.7. Principales propiedades térmicas, mecánicas y termo-mecánicas y sus caracterizaciones en los polímeros.

Todo material, objeto o artículo diseñado para cumplir objetivos específicos, en cuanto a propiedades mecánicas o térmicas se refiere, debe someterse a una serie de caracterizaciones detalladas que permitan registrar los rangos de sus propiedades finales.

Esto es aplicable tanto a materiales metálicos como a los de origen orgánico o polimérico, garantizando que cada uno cumpla con los estándares necesarios para su aplicación, en el caso de los materiales poliméricos, sus propiedades varían en función del método de procesamiento empleado, y cada una de estas propiedades se determina mediante técnicas de caracterización específicas, algunas de las técnicas de caracterización más relevantes en polímeros y realizadas en esta investigación se citan a continuación.

1.7.1. Análisis mecánico dinámico (DMA)

En la técnica de caracterización de DMA se somete una muestra de polímero o material compuesto a una deformación oscilatoria bajo la aplicación de una fuerza alterna controlando la temperatura de la atmosfera de la muestra. Esto con la finalidad de evaluar las propiedades viscoelásticas de la muestra analizada, lo cual permite estudiar la respuesta del material a diferentes frecuencias y temperaturas, determinando parámetros como el módulo de almacenamiento (E'), que refleja la rigidez del material, y el módulo de pérdida (E''), relacionado con la disipación de energía interna.

El DMA resulta particularmente útil para caracterizar el comportamiento mecánico de los materiales en función de la temperatura y para identificar transiciones térmicas importantes, como la temperatura de transición vítrea (T_g) [34].

1.7.1.1. Módulo de almacenamiento

El Módulo de Almacenamiento o E' , es un parámetro fundamental en el análisis de los polímeros que mide la capacidad del material para almacenar energía cuando se le somete a deformación, esta propiedad es crucial para entender el comportamiento viscoelástico del material, especialmente bajo condiciones de carga dinámica o cíclica, en otras palabras, se refiere a la porción de energía que no se disipa en forma de calor, sino que se retiene y se recupera cuando se libera la tensión aplicada, este parámetro es especialmente relevante en aplicaciones donde el material experimenta cargas repetitivas o fluctuantes, como en componentes estructurales sometidos a vibraciones o fatiga [34].

En los polímeros, el E' está altamente influenciado por la temperatura y la frecuencia de la deformación aplicada, a bajas temperaturas o altas frecuencias, los polímeros tienden a comportarse de manera más rígida, lo que se traduce en un mayor E' . Esto se debe a que las cadenas poliméricas no tienen suficiente movilidad para deslizarse entre sí, lo que resulta en una mayor capacidad de almacenamiento de energía, en contraste, a temperaturas más altas o frecuencias más bajas, el E' disminuye, ya que las cadenas poliméricas ganan movilidad y se desplazan más fácilmente, lo que reduce la capacidad del material para almacenar energía de manera elástica [34].

Además, en materiales compuestos, como es el caso del PP reforzado con partículas de sargazo, la presencia de refuerzos conlleva a incrementar notablemente el E' , ya que las partículas rígidas restringen el movimiento de las cadenas poliméricas, aumentando la rigidez global del material.

1.7.1.2. Módulo de pérdida

Esta propiedad al igual que la anterior, es la energía necesaria para superar el módulo de almacenamiento y generar una deformidad en la estructura interna y física del material. El módulo de pérdida, o E'' , es otro parámetro clave en el análisis termo mecánico de los polímeros, este mide la capacidad del material para disipar energía en forma de calor cuando se deforma, lo que está directamente relacionado con el comportamiento viscoelástico del polímero. En otras palabras, el E'' refleja la fricción interna y los mecanismos de relajación que ocurren a nivel molecular dentro del material cuando este es sometido a cargas cíclicas.

Cuando un polímero es sometido a una fuerza, parte de la energía se almacena (E') y otra parte se disipa (E''), esta última se debe a la resistencia interna al flujo o movimiento de las cadenas poliméricas, así como a las interacciones intermoleculares, a mayores valores del E'' , mayor será la cantidad de energía que el material disipa durante su deformación, lo que generalmente indica que el material es más flexible o tiene una mayor capacidad para absorber impactos sin sufrir daños catastróficos [34], el E'' también está relacionado con fenómenos como la relajación mecánica y la amortiguación, que son de gran importancia en aplicaciones donde se busca minimizar las vibraciones o las fluctuaciones de carga, como en dispositivos de absorción de energía o componentes sometidos a fatiga cíclica, al igual que el E' , el E'' varía con la temperatura y la frecuencia de carga, alcanzando su máximo valor cerca de la temperatura de transición vítrea del material, donde el polímero pasa de un comportamiento rígido a uno más elástico y flexible.

En el caso de compuestos poliméricos como el PP reforzado con sargazo, el análisis del E'' ofrece información valiosa sobre cómo las partículas de refuerzo afectan la disipación de energía dentro de la matriz polimérica, por ejemplo, un aumento en el E'' indica que las partículas de refuerzo están interfiriendo con el movimiento de las cadenas poliméricas, aumentando la fricción interna y, por lo tanto, la disipación de energía, este tipo de comportamiento es deseable en aplicaciones donde se requiere una mayor capacidad de amortiguación, como en componentes de automóviles o dispositivos de protección contra impactos [34].

1.7.1.3. Factor de amortiguamiento Tan Delta

La Tan delta, o $Tan \delta$, es la relación entre el módulo de pérdida (E'') y el módulo de almacenamiento (E'). Es una medida directa del comportamiento viscoelástico de los polímeros, el valor de Tan delta proporciona información sobre el equilibrio entre la energía almacenada y la energía disipada en el material durante la deformación, matemáticamente, se expresa como la

Ecuación 1.

Ecuación 1 Relación de factor de amortiguamiento, Tan delta.

$$Tan \delta = \frac{E''}{E'}$$

Cuando el valor de Tan delta es bajo (generalmente menor a 1), indica que el material tiene un comportamiento más elástico, es decir, la mayor parte de la energía se almacena y solo una pequeña parte se disipa, esto es típico de materiales rígidos o duros, en cambio, cuando el valor de Tan delta es alto (mayor a 1), significa que el material tiene un comportamiento más viscoso, lo que implica que una mayor cantidad de energía se disipa como calor en lugar de almacenarse, el análisis de Tan delta es especialmente útil en la determinación de la temperatura de transición vítrea (T_g) del material, ya que este valor suele alcanzar un máximo en dicha temperatura [34].

1.7.2. Análisis termogravimétrico (TGA)

Otra técnica de gran relevancia es el TGA en la cual una masa específica de muestra ya sea de cualquier origen, en este caso, polimérica reforzada con partículas orgánicas, es sometida a un calentamiento controlado y progresivo, mientras se registra la variación de peso en función de la temperatura, este análisis permite obtener información crucial sobre los cambios térmicos del material, como la pérdida de masa debido a la descomposición de componentes volátiles, la temperatura de degradación, y la resistencia a altas temperaturas, los datos generados a través de TGA son particularmente útiles para identificar la composición de los materiales, detectar fases o componentes inestables, y evaluar la idoneidad del material para aplicaciones a temperaturas elevadas [35].

1.7.2.1. Estabilidad térmica

La estabilidad térmica es una propiedad clave que indica la capacidad de un material para mantener sus características estructurales y funcionales a elevadas temperaturas sin sufrir degradación o descomposición de manera apreciable, para polímeros como el polipropileno, la estabilidad térmica es crítica en aplicaciones que involucran exposición prolongada al calor, como componentes automotrices o industriales, una mayor estabilidad térmica implica que el material resiste la oxidación, la descomposición térmica y la pérdida de propiedades mecánicas a temperaturas más altas, en materiales compuestos, el tipo y la cantidad de refuerzo también influyen en la estabilidad térmica, por ejemplo, el uso de partículas naturales, como el sargazo, conlleva a mejorar o comprometer esta propiedad dependiendo de las interacciones entre la matriz polimérica y el refuerzo [35].

1.7.2.2. Pérdida de peso

La pérdida de peso es un indicador clave en estudios de degradación térmica y estabilidad, y se refiere a la cantidad de masa que un material pierde cuando se expone a incrementos controlados de temperatura, este fenómeno ocurre cuando las moléculas del polímero se descomponen debido al calor, liberando productos volátiles que causan la reducción de masa.

En polímeros como el polipropileno, el análisis de la pérdida de peso es esencial para determinar las temperaturas a las que comienza a descomponerse y en qué medida, un mayor porcentaje de pérdida de peso a temperaturas bajas indica una baja estabilidad térmica, en los materiales compuestos, la presencia de refuerzos, como las partículas de sargazo, implica afectar la tasa de degradación y, por ende, la pérdida de peso, dependiendo de la compatibilidad entre la matriz polimérica y el refuerzo [35].

1.7.3. Prueba de impacto izod

Al igual que las técnicas de caracterización de DMA, la técnica de impacto izod es una prueba que contribuye a la caracterización mecánica integral de un material, la cual se utiliza para evaluar la tenacidad de los materiales, es decir, su capacidad para resistir impactos

repentinos sin fracturarse, en esta técnica de caracterización se coloca una muestra estandarizada en posición vertical y golpeándola con un péndulo de energía controlada, el péndulo rompe la muestra, y la energía absorbida en el proceso se mide para determinar la resistencia al impacto del material.

Este ensayo es particularmente útil en el desarrollo de compuestos y polímeros, ya que permite analizar la influencia de refuerzos y aditivos en la capacidad de absorción de energía, proporcionando datos relevantes sobre la durabilidad y aplicabilidad del material en condiciones de estrés [35].

1.7.3.1. Resistencia al impacto

La resistencia al impacto es una medida de la capacidad de un material para absorber energía de choque sin fracturarse, este parámetro es crucial para evaluar el comportamiento de los polímeros en aplicaciones donde están sujetos a golpes o colisiones.

En polímeros como el polipropileno, la resistencia al impacto está directamente relacionada con su estructura interna, nivel de cristalinidad y presencia de refuerzos, en los materiales compuestos, la adición de partículas de refuerzo, como el sargazo, conlleva a mejorar o reducir la resistencia al impacto dependiendo de la compatibilidad entre el refuerzo y la matriz, un análisis detallado de esta propiedad es importante para asegurar que los materiales compuestos cumplan con los requisitos de resistencia mecánica en aplicaciones que requieren durabilidad y seguridad [35].

1.7.4. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

En la técnica de caracterización por DSC, al igual que en el TGA, una muestra de material es sometida a un calentamiento progresivo, solo que con la diferencia que este equipo está diseñado para registrar la variación de energía absorbida o emitida por la muestra, en la cual es de suma importancia tener una noción de la temperatura de fusión promedio del material, ya que previo a la lectura final de la muestra, es necesario realizar un reseteo de la temperatura

de procesamiento del material por medio de un calentamiento súbito de la muestra para posteriormente registrar correctamente los datos obtenidos del análisis, a este procedimiento se le denomina reseteo del historial térmico [36].

Con la eliminación del historial térmico esta técnica nos proporciona datos de las propiedades térmicas del material como su temperatura de fusión, temperatura de transición vítrea y grado de cristalinidad.

1.7.4.1. Temperatura de fusión

La temperatura de fusión es la temperatura a la cual un material pasa de un estado sólido a uno líquido, en los polímeros, esta propiedad está relacionada con el punto en el que las cadenas poliméricas alcanzan la energía suficiente para superar las fuerzas intermoleculares que las mantienen en una estructura ordenada o semicristalina, para el polipropileno, la temperatura de fusión suele estar alrededor de los 160 a 170°C, dependiendo del grado de cristalinidad del material

En el caso de materiales compuestos, la presencia de refuerzos afecta la temperatura de fusión, ya que las partículas de refuerzo alteran la estructura cristalina de la matriz, modificando su comportamiento térmico, un estudio detallado de la temperatura de fusión es crucial para aplicaciones de procesamiento, como la impresión 3D, donde el control de la temperatura es esencial para la calidad del producto final [36].

1.7.4.2. Temperatura de transición vítrea

La temperatura de transición vítrea (T_g) es la temperatura a la cual un polímero pasa de un estado rígido y vítreo a uno más gomoso y flexible, es un parámetro crítico para materiales termoplásticos como el polipropileno, ya que marca el límite entre el comportamiento frágil y elástico del material.

Por debajo de T_g , las cadenas poliméricas tienen muy poca movilidad, lo que resulta en un material rígido y, a menudo, quebradizo, por encima de T_g , las cadenas ganan movilidad,

permitiendo que el material sea más flexible y resistente a deformaciones, en los compuestos poliméricos reforzados, como el PP con partículas de sargazo, la T_g es afectada por la interacción entre la matriz polimérica y las partículas de refuerzo, lo que altera la movilidad de las cadenas poliméricas en ciertas condiciones [37].

1.7.5. Difracción de rayos X (DRX)

El DRX es una técnica de caracterización estructural ampliamente utilizada en el estudio de materiales sólidos, especialmente en el ámbito de los polímeros, compuestos, cerámicos y materiales cristalinos, esta técnica permite identificar la disposición atómica y las fases cristalinas presentes en un material mediante la interacción de rayos X con su estructura interna.

En esta técnica un haz de rayos X incide sobre una muestra de material, donde parte de estos rayos se difractan en distintas direcciones debido a la interacción de los rayos X con los planos atómicos que constituyen el material, los cuales actúan como redes de difracción.

La DRX se basa en la ley de Bragg, que relaciona los ángulos de difracción con las distancias entre los planos cristalinos, permitiendo obtener un patrón específico que funciona como "huella dactilar" del material analizado [38].

El patrón de difracción se representa en un difracto grama, el cual muestra picos de intensidad en función del ángulo de difracción, cada pico corresponde a una distancia entre planos atómicos particulares, lo que permite identificar las fases cristalinas presentes en el material, la anchura y posición de estos picos también proporcionan información sobre el tamaño de los cristalitos, el grado de cristalinidad, y posibles deformaciones de la estructura [38].

1.7.5.1. Grado de cristalinidad

La cristalinidad se refiere al grado en que las cadenas poliméricas están ordenadas en estructuras cristalinas dentro del material, los polímeros semicristalinos, como el polipropileno, tienen regiones tanto amorfas como cristalinas, lo que afecta sus propiedades mecánicas, térmicas y ópticas, un mayor grado de cristalinidad generalmente se traduce en un material más rígido, con una mayor resistencia mecánica y estabilidad térmica, pero con menor flexibilidad.

La cristalinidad es controlada durante el procesamiento del material, y en el caso de los compuestos, la presencia de refuerzos como el sargazo implica que influye en la formación de estructuras cristalinas, alterando las propiedades del material.

En la técnica DSC, el grado de cristalinidad se calcula mediante la integración del calor de fusión registrado durante el análisis térmico, este cálculo se realiza comparando la entalpía de fusión obtenida experimentalmente para la muestra con un valor de referencia correspondiente a la entalpía de fusión teórica de un material completamente cristalino (100% de cristalinidad), la relación se expresa generalmente como un porcentaje, utilizando la Ecuación 2 [36].

Ecuación 2 Cálculo del grado de cristalinidad en DSC.

$$\text{Grado de cristalinidad (\%)} = \left(\frac{\Delta H_{\text{fusión}}}{\Delta H_{\text{fusión, 100\%}}} \right) \times 100$$

1.7.5.2. Fases cristalinas

Las fases cristalinas en un polímero representan las distintas formas en las que las cadenas poliméricas se organizan de manera ordenada dentro de la matriz semicristalina, influyendo directamente en las propiedades del material, en el caso del PP, estas fases principales incluyen la fase alfa (α), beta (β) y gamma (γ), cada una con características mecánicas, térmicas y estructurales específicas [38].

La fase alfa, con estructura monoclinica, es la más común y termodinámicamente estable, ofreciendo alta rigidez y estabilidad térmica, predominando en productos comerciales cuando el material se enfría lentamente, la fase beta, con estructura hexagonal, destaca por su excelente resistencia al impacto y menor rigidez, formándose bajo enfriamiento rápido o en presencia de nucleantes específicos y por último, la fase gamma, con estructura ortorrómbica, es menos común, presenta propiedades intermedias y suele aparecer en copolímeros de PP o bajo condiciones específicas de alta presión y temperatura.

Las fases cristalinas en el PP se caracterizan y cuantificarse mediante la técnica de DRX, que permite identificar las diferentes fases cristalinas presentes y calcular sus porcentajes relativos en el material, el porcentaje de cada fase cristalina en el PP se determina utilizando las intensidades de los picos de difracción más característicos de cada fase, aplicando la Ecuación 3 [38].

Ecuación 3 Calculo de las fases cristalinas por DRX.

$$\text{Porcentaje de fase} = \frac{I_{\text{fase}}}{\sum I \text{ todas las fases}} \times 100$$

Donde:

- I_{fase} : Intensidad del pico de difracción correspondiente a la fase específica (α , β o γ).
- $\sum I$ todas las fases: Suma de las intensidades de los picos de todas las fases presentes.

1.7.6. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

La técnica de caracterización de FTIR, es utilizada para identificar y caracterizar grupos funcionales y enlaces químicos presentes en un material, esta técnica es particularmente útil en el análisis de materiales orgánicos, polímeros, y compuestos, ya que permite obtener información detallada sobre la composición química y las estructuras moleculares.

El principio de funcionamiento de la FTIR se basa en la interacción de la radiación infrarroja con las moléculas de una muestra, cuando un haz de luz infrarroja incide sobre el material, ciertos enlaces químicos vibran y absorben energía a frecuencias específicas, cada enlace tiene una frecuencia de vibración única, lo que se traduce en picos característicos en el espectro infrarrojo, conocido como espectro FTIR o espectrograma, este espectro funciona como una "huella dactilar" molecular del material, permitiendo identificar y analizar los tipos de enlaces y grupos funcionales presentes en la muestra.

El resultado de una prueba FTIR se presenta en forma de espectro, donde los picos de absorción se muestran en función del número de onda (cm^{-1}), cada pico representa una absorción particular asociada a un tipo de enlace molecular, como C-H, C=O, O-H, y N-H, entre otros,

esto permite identificar los componentes químicos del material y realizar análisis comparativos entre diferentes muestras [39].

1.7.6.1. Grupos funcionales

Los grupos funcionales son las estructuras químicas específicas presentes en las cadenas poliméricas que determinan su comportamiento y reactividad, en el caso del PP, que es un polímero apolar y químicamente inerte, los grupos funcionales característicos son principalmente los grupos alquilo presentes en sus cadenas de hidrocarburos, debido a su estructura molecular simple, el PP presenta una baja cantidad de grupos funcionales reactivos, lo que le otorga sus propiedades típicas de resistencia química y estabilidad [39].

La adición de un refuerzo, como partículas naturales o sintéticas, introduce nuevos grupos funcionales en el material compuesto, estos nuevos grupos funcionales provienen del refuerzo y generan una mayor diversidad de interacciones químicas dentro de la matriz polimérica, por ejemplo, refuerzos de origen natural, como fibras vegetales, añaden grupos funcionales como hidroxilos ($-OH$) o carbonilos ($C=O$), lo que altera la superficie química del material compuesto.

La presencia de estos nuevos grupos funcionales influye en el resultado del espectrograma obtenido con picos característicos de los enlaces moleculares que están presentes dentro de la estructura del refuerzo [39].

1.7.7. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

La técnica de SEM es ampliamente utilizada para estudiar la morfología y topografía de superficies con alta resolución, este instrumento emplea un haz de electrones en lugar de luz visible para explorar la superficie de una muestra, lo que permite observar detalles estructurales y obtener información sobre su composición, su principio, se basa en la interacción de un haz de electrones acelerados con los átomos de la muestra, cuando los electrones del haz inciden sobre la superficie, generan una variedad de señales que incluyen electrones secundarios, electrones retrodispersados y rayos X característicos, estas señales se detectan y procesan para

formar imágenes de alta resolución y, en algunos casos, para realizar análisis composicionales [40].

1.7.7.1. Tamaño y dispersión de las partículas de refuerzo

El tamaño y la dispersión de las partículas de refuerzo en un material compuesto son factores críticos que afectan directamente las propiedades finales del material, un tamaño de partícula más pequeño, en general, ofrece una mayor superficie de contacto con la matriz polimérica, lo que mejora la transferencia de carga y, por ende, las propiedades mecánicas del compuesto.

La dispersión uniforme de las partículas es igualmente importante, ya que una mala dispersión conlleva a la formación de aglomerados que actúan como puntos débiles en el material, reduciendo su resistencia, en el caso del PP reforzado con sargazo, controlar el tamaño y la dispersión de las partículas de refuerzo es crucial para asegurar una mejora homogénea en las propiedades termomecánicas del material [41].

2. Metodología

El propósito de este capítulo es proporcionar una estructura detallada para la obtención, procesamiento y análisis del filamento del PP con sargazo, esto incluye la preparación de los materiales, la extrusión de los filamentos, la impresión de probetas y la caracterización de las propiedades del material compuesto.

2.1 Preparación de materiales

2.1.1 Polipropileno

El primer paso en la metodología es la preparación de los materiales compuestos, para esto, se utilizó una matriz del PP comercial, profax 6331, producida por Indelpro S.A. de C.V., este material presenta propiedades técnicas específicas como se muestra en la Tabla 2.1 [42], que lo hacen adecuado para su uso generalizado y aplicaciones de fibra. El material está diseñado para ser procesado mediante técnicas de moldeo por inyección o extrusión, lo que lo convierte en una elección versátil para diferentes aplicaciones industriales.

Tabla 2.1 Propiedades físicas del Polipropileno 6331 Indelpro S.A de C.V.

Propiedades físicas	Valor específico
Índice de fluidez (g/10min)	12
Resistencia a la tensión en el punto de cadencia, MPa (PSI)	32 (4,640)
Alargamiento en el punto de cadencia %	10
Resistencia al impacto Izod con muesca a 23°C J/m (ft-lb/in)	21.3 (0.4)
Módulo de flexión MPa (PSI)	1,350 (195,750)
Densidad g/cm ³	0.9
Temperatura de flexión a 0.46 MPa (66PSI), °C (°F)	100 (212)

Este material se eligió con base a los resultados obtenidos en las investigaciones de Carneiro y col. [8] y Vallejo y col. [21] donde se utilizaron PP con un MFI de 3 y $25 \frac{g}{10 \text{ min}}$ respectivamente, al considerar un punto medio entre ambas investigaciones, se decidió trabajar con un material cuyo índice de fluidez se encuentre entre estos dos valores, optimizando así las propiedades del compuesto para su aplicación en impresión 3D.

2.1.2 Sargazo

El sargazo utilizado en este estudio fue recolectado exclusivamente en la playa Miramar, ubicada en Ciudad Madero, Tamaulipas. Para garantizar la calidad del material, la recolección se realizó dentro de un periodo máximo de un día desde su encallamiento con la finalidad de evitar su degradación y replicar el proceso que realizan en estudios del sargazo recolectado en la Riviera Maya, esto se debe a que en la región existe un programa de limpieza de playas que opera diariamente para retirar cualquier material ajeno a la arena, incluyendo el sargazo, este enfoque no solo asegura la calidad del sargazo recolectado, sino que también contribuye a mitigar el impacto ambiental y visual que estas algas generan en las playas turísticas [43].

El sargazo que arriba a las costas de la Riviera Maya está constituido principalmente por la presencia de las especies *sargasumm natans* y *sargasumm flutains*, aunque el aislamiento de las especies es un trabajo arduo debido a su similitud, se ha observado que predomina una mayor concentración de *Sargassum natans* en comparación con *Sargassum fluitans*. De igual manera en las costas de la playa Miramar se encuentra la especie *Sargassum natans* predominantemente, esta composición tiene implicaciones importantes para su uso como refuerzo natural en materiales poliméricos, ya que las propiedades específicas de cada especie influyen en el desempeño del material compuesto [33] [31].

El sargazo recolectado se sometió a un proceso de lavado primario con agua potable para eliminar los minerales o material ajeno a este proveniente de la arena y posteriormente secado por exposición solar por un periodo de 24 h, continuando por un lavado con agua destilada y un secado constante en una estufa a 60°C por 12 h, posteriormente, el sargazo fue pulverizado para obtener un polvo fino, el cual se tamizó mecánicamente utilizando una malla número 270, Este procedimiento aseguró que el tamaño de las partículas de sargazo no excediera las 53 micras, garantizando así una homogeneidad óptima para su uso en la preparación de materiales compuestos.

2.1.3 Filamento de PVA

Para replicar esta investigación en una amplia gama de impresoras 3D, incluidas aquellas de bajo costo, se ha diseñado el estudio para evitar la necesidad de utilizar equipos FDM sofisticados para imprimir el PP de manera óptima ya que este mismo presenta una baja adherencia a las superficies típicas de las impresoras 3D que suelen recomendarse en investigaciones previas [8] y con la primicia de la compatibilidad de materiales semejantes en la soldadura térmica de PP [29] se propuso utilizar un filamento altamente soluble que hiciese la función de soporte durante la deposición del material compuesto.

El filamento utilizado fue de polivinilo alcohol (PVA), comercializado por la marca Plasticueva S.A. de C.V. Este PVA es completamente hidrolizado, lo que significa que su solubilidad se activa mediante baños en agua a temperaturas superiores a 80 °C, esta propiedad lo convierte en un material ideal para aplicaciones que requieren solubilidad controlada en entornos acuosos.

2.2 Equipos de Procesamiento.

2.2.1 Extrusor

El punto clave del procesamiento del material es la obtención del filamento por medio de extrusión, en este proyecto se utilizó un equipo de extrusión mono husillo de la marca Beutelspacher modelo E1930, el cual cuenta con su sistema de calentamiento controlado, compuesto por cuatro resistencias, en las cuales se configuro con un perfil de temperatura de 160-180°C como se muestra en la Figura 2-1.

A este sistema se le adjunto una banda sin fin de la marca Brabender, en la cual con ayuda de un contrapeso se logró adaptar dicho equipo como un sistema de control de jalado para el control del diámetro del filamento obtenido, el arreglo final del equipo de extrusión con el sistema de jalado se observa en la Figura 2-2. Las condiciones empleadas en el extrusor incluyeron una velocidad de 30 rpm y una temperatura inicial de 160 °C en la zona de alimentación, incrementándose gradualmente en 5 °C por cada sección de calentamiento en la zona de transporte teniendo una temperatura de 165°C y en la zona de compresión de 175°C hasta alcanzar 180 °C en la salida del dado. Además, las revoluciones de la banda sin fin se

ajustaron manualmente mediante un potenciómetro con la finalidad de controlar el diámetro del filamento obtenido manualmente.



Figura 2-1 Equipo de extrusión Beutelspacher modelo E1930.



Figura 2-2 Arreglo final del equipo de extrusión junto al sistema de jalado para la obtención de filamentos.

2.2.2 Extrusión de filamentos

Se propuso la pulverización de los pellets con el fin de mejorar la dispersión de las partículas de refuerzo dentro de la matriz polimérica, para ello, se realizó una pulverización en un molino de aspas de propela de la marca IKA, enfriando con nitrógeno líquido los pellets del PP lo que volvió más frágil la estructura molecular del PP y permitió una pulverización sin provocar soldaduras térmicas entre los pellets, obteniendo un menor tamaño de partícula.

Esta propuesta buscaba evitar problemas en la alimentación del extrusor debidas a la segregación por tamaño de partícula que es un efecto físico que se presenta en mezclas de polvos con diferentes tamaños de partículas. Sin embargo, al comparar el proceso de alimentación utilizando una mezcla de pellets con refuerzo frente a una mezcla de polvo del PP con refuerzo, se encontró que la diferencia en las características físicas del filamento obtenido era mínima, por esta razón, se decidió trabajar con una mezcla de pellets del PP con refuerzo, ya que simplificaba el proceso sin comprometer la integridad del filamento obtenido.

El perfil de calentamiento se utilizó como se menciona en la sección 2.2.1 aunque en contraste con la literatura de procesamiento de polímeros, en la cual se visualiza un aumento de 30°C en comparación al perfil utilizado [44] [45], se decidió utilizar este mismo, debido a las temperaturas de degradación térmica que presentan las macromoléculas presentes en las partículas de sargazo de las cuales la celulosa, hemicelulosa y lignina son las de mayor relevancia y sus temperaturas de degradación se encuentran descritas en el capítulo 1-6. Todas las corridas de filamento se realizaron en el extrusor mono husillo de Beutelspacher, utilizando un perfil de temperatura definido con anterioridad.

2.2.3 Matriz experimental

Para realizar un análisis amplio en cuanto a las concentraciones optimas de refuerzo, en esta experimentación se propuso la matriz experimental que se muestra en la Tabla 2.2, en la cual se propuso una preparación en total de 11 mezclas, para calcular la cantidad de masa total necesaria se partió del cálculo de masa aproximada que proporciona el software laminador UltiMaker Cura, en la cual por cada probeta elaborada se utilizó un cantidad de 3 gramos de material y aunado a las probetas necesarias para cada una de las caracterizaciones que resultan en una cantidad total de 9 probetas para todas las pruebas, si bien la matriz experimental requiere inicialmente 27 gramos de material, se decidió utilizar 100 gramos con el fin de garantizar una mezcla más homogénea, minimizar las pérdidas durante el proceso de preparación, y disponer de material suficiente para réplicas y análisis adicionales.

Tabla 2.2 Diseño de matriz experimental.

TAG	Concentracion de particulas de sargazo	Masa total (gramos)
PP-0S	0 PHR	100.0
PP-0.5S	0.5 PHR	100.5
PP-1.0S	1.0 PHR	101.0
PP-1.5S	1.5 PHR	101.5
PP-2.0S	2.0 PHR	102.0
PP-2.5S	2.5 PHR	102.5
PP-3.0S	3.0 PHR	103.0
PP-3.5S	3.5 PHR	103.5
PP-4.0S	4.0 PHR	104.0
PP-4.5S	4.5 PHR	104.5
PP-5.0S	5.0 PHR	105.0

2.2.4 Impresora 3D

El equipo de FDM utilizado en esta investigación fue una impresora 3D Creality Ender 3 V2, con sus especificaciones de fábrica. Esta impresora cuenta con un sistema de extrusión tipo Bowden y una cama de impresión de 230 mm x 230 mm como se muestra en la Figura 2-3. Sin embargo, se reemplazó la cama cerámica original por una placa de vidrio de 3 mm de espesor para facilitar la limpieza de la base de impresión, este equipo es una de las impresoras más asequibles del mercado, contando con características básicas y accesibles para la impresión 3D. El equipo fue elegido para demostrar que el filamento elaborado en esta investigación es imprimible en cualquier impresora FDM, sin necesidad de equipos con características más sofisticadas y por ende un mayor costo en el mercado, asegurando así su amplia aplicabilidad, las condiciones generales de impresión propuestas fueron de 215°C en la boquilla de deposición del material y 60°C [30] en la cama de impresión haciendo más énfasis en las condiciones del software laminador en la sección 2.2.5.



Figura 2-3 Equipo FDM Creality Ender 3 V2 con especificaciones de fábrica.

2.2.5 Condiciones y Parámetros de impresión

Para la impresión de cada una de las probetas de la matriz experimental se manejaron las siguientes condiciones definidas a partir de las condiciones recomendadas de los filamentos comerciales de PP como el de la marca Braskem y de la investigación de Carneiro y col. [8], encontrando que los parámetros clave para un comportamiento óptimo del material en el proceso de impresión se encontraban a una temperatura de 215 °C y una velocidad de impresión de $60 \frac{mm}{s}$, para el modelado de la pieza en 3D, así también como para el diseño de la base de adhesión propuesta. Se utilizó el programa de Autodesk Fusion 360, desarrollando el siguiente modelo 3D que se muestra en la Figura 2-4. Así mismo en la Figura 2-5 se muestra el modelo de la probeta espécimen de interés.

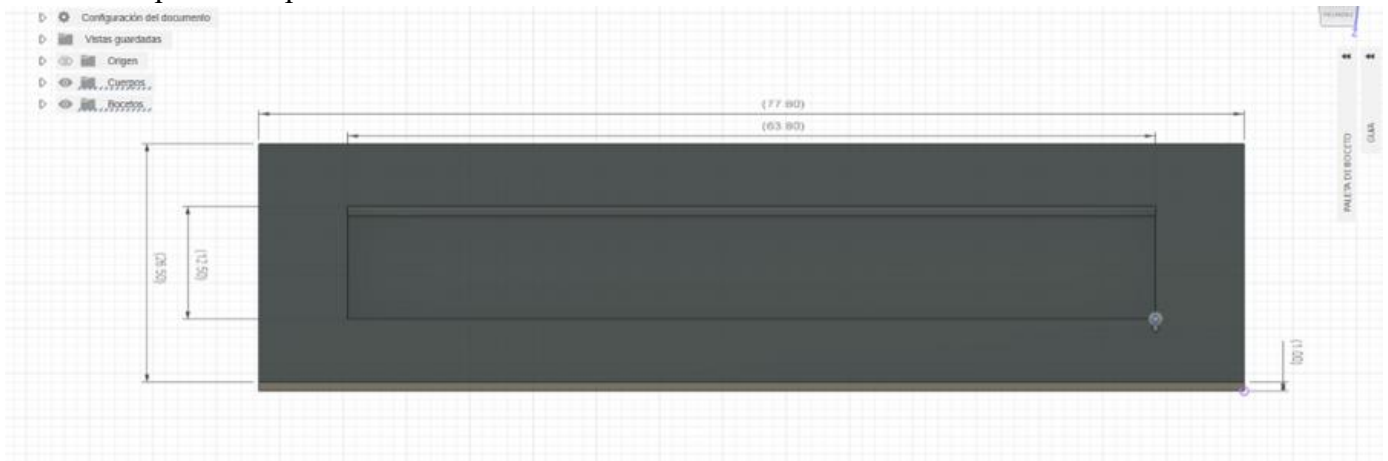


Figura 2-4 Modelo 3D de base de adhesión para las probetas.

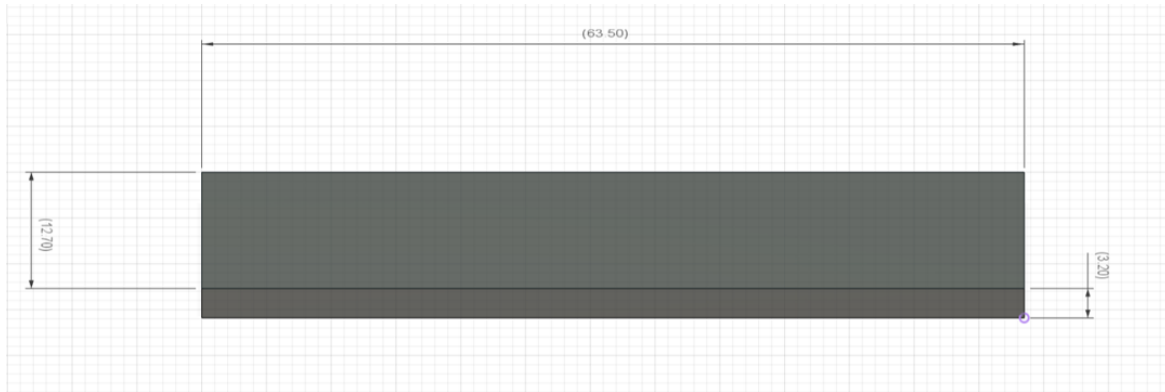


Figura 2-5 Modelo 3D de probeta para los especímenes a caracterizar.

Para el proceso de impresión se utilizó el programa de laminado de Ultimaker Cura Slicer , en el cual se manejaron las condiciones de impresión que se aprecian en la Figura 2-6 y Figura 2-7, resaltando los parámetros de mayor relevancia cómo se explican a continuación;

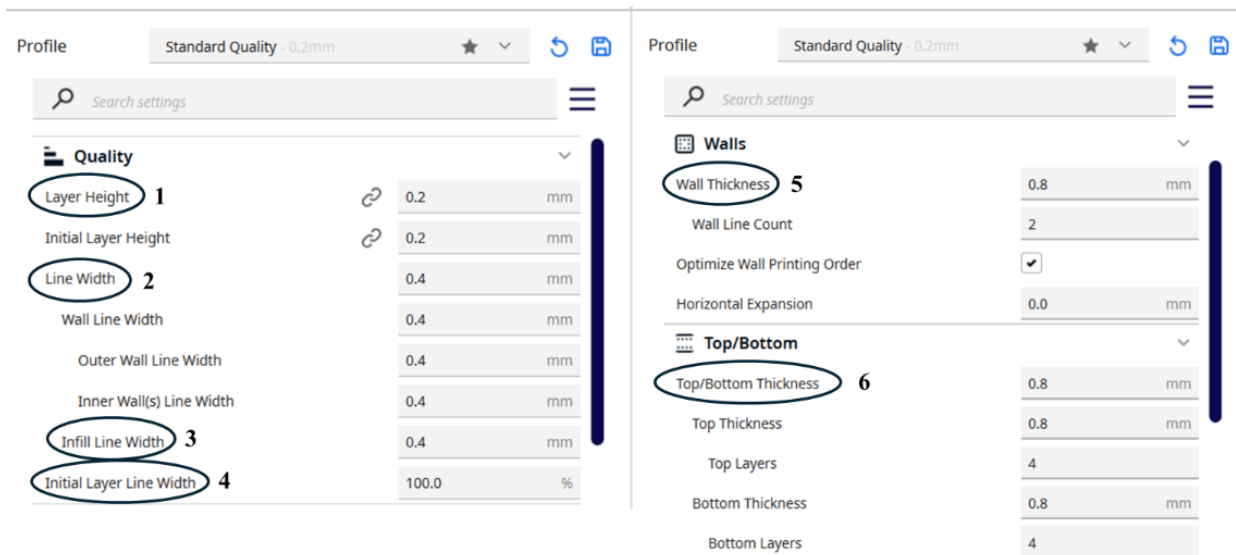


Figura 2-6 Parámetros de impresión utilizados en el programa Ultimaker Cura correspondientes a la a) Calidad, b) Paredes y c) Superficie y fondo.

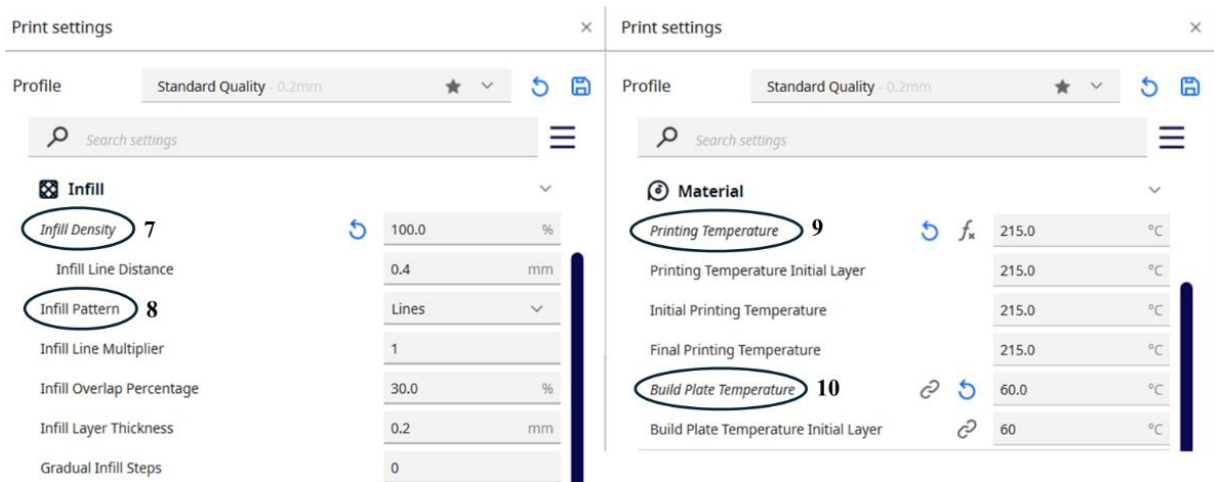


Figura 2-7 Parámetros de impresión utilizados en el programa Ultimaker Cura correspondientes a la a) Relleno y b) Temperatura de trabajo.

- 1) **Altura de capa:** Este parámetro modifica la altura de cada una de las capas a imprimir, la cual se estableció en 0.2 mm, siendo clasificada por el mismo programa como una calidad de impresión estándar, y siendo este mismo utilizado por investigaciones como la de Carneiro [8], evitando así un aumento en el tiempo de procesamiento del material.
- 2) **Ancho de línea:** Este parámetro que permite ajustar el ancho de las líneas depositadas en cada capa, se estableció en 0.4 mm, basándose en la regla general de la relación entre el ancho de línea y la altura de capa, la cual debe de ser de 1.2 – 2. Así mismo, siendo esta relación la mayor posible, aumenta la fusión entre líneas de impresión adyacentes evitando problemas como huecos y contribuyendo a formar una base sólida en cada capa [46].
- 3) **Ancho de línea de relleno:** Este parámetro que está directamente relacionado con el ancho de línea, se estableció de igual manera en 0.4 mm, con la finalidad de homogenizar los parámetros de impresión.
- 4) **Ancho de línea de la capa inicial:** Este parámetro que está directamente relacionado con la base de adhesión, se propuso trabajarla con el 100 %, para homogenizar los parámetros en todo el modelo impreso.
- 5) **Espesor de pared:** Este parámetro que determina la magnitud de las paredes horizontalmente, que conforman el modelo 3D impreso, se especificó en 0.8 mm, al mismo tiempo este parámetro especifica la cantidad de trayectos de la boquilla necesarios para completar el espesor especificado, siendo este de 0.8 mm, el número de trayectos que realizar el extrusor se optimiza a 2.

- 6) **Espesor de superficie y fondo:** Este parámetro al igual que el anterior determina la magnitud del espesor de las capas iniciales y superiores del modelo impreso y al igual que con las paredes, se estableció en 8 mm, aunque está directamente relacionado con la altura de capa y la densidad de relleno.
- 7) **Densidad de relleno:** Este parámetro que determina el porcentaje de relleno de la pieza modelada sin tomar en cuenta el espesor de las paredes o de las capas superiores y del fondo, se definió en un 100% para homogenizar la estructura interna de la probeta impresa y que sea representativa.
- 8) **Patrón de relleno:** Este parámetro que determina la trayectoria de deposición del material fundido se estableció en un patrón de líneas, que se deposita intercaladamente como se muestra en la Figura 2-8, aunque con densidades del 100 % todos los tipos de patrones adquieren el mismo patrón de líneas.

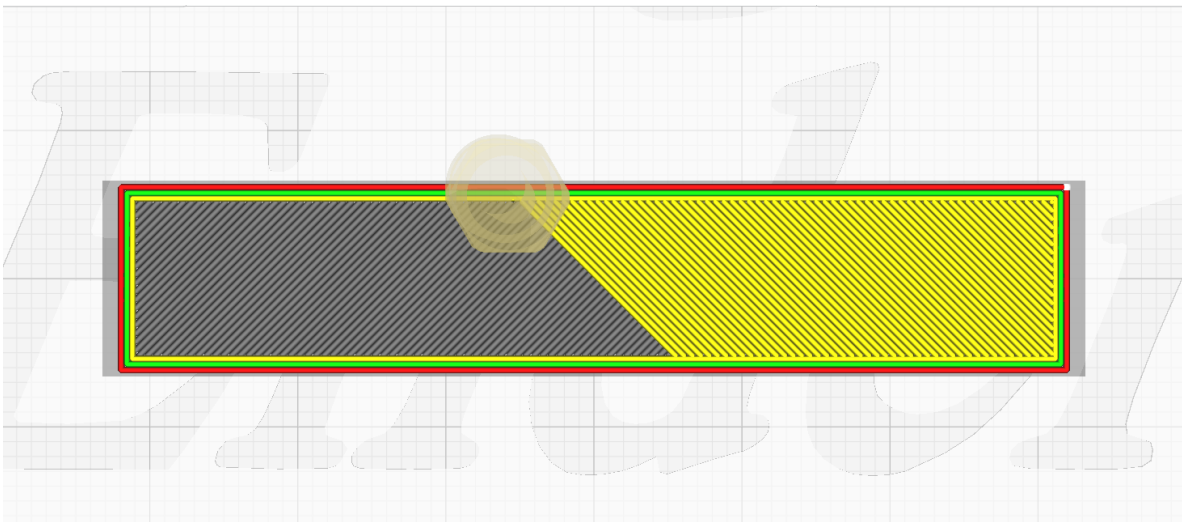


Figura 2-8 Esquematización de la deposición del material fundido con un parámetro de líneas al 100% donde se visualiza el intercalado de líneas.

- 9) **Temperatura de impresión:** Este parámetro que determina la temperatura a la cual se encuentra la boquilla del extrusor, se estableció en 215 °C.
- 10) **Temperatura de cama de impresión:** Este parámetro que determina la temperatura a la cual se encuentra la cama de impresión, la cual se cambió por la placa de vidrio de 3 mm de espesor, se estableció en 60 °C.

Para automatizar el proceso de cambio de material durante la impresión, se utilizaron las herramientas del programa Ultimaker Cura, específicamente la función de cambio de filamento

disponible en la sección de post-procesado, este proceso se configuró a una altura de capa de 0.6 mm. Durante el cambio de filamento, se aplicó un planchado sin deposición de material, lo cual permitió obtener una superficie con un acabado liso y uniforme

Este procedimiento garantizó que la probeta del PP, con o sin refuerzo, tuviera una base completamente lisa y sólida, asegurando que no existiera fusión entre los diferentes materiales de la base de adhesión y el material de interés.

A continuación, en la Tabla 2.3, se detallan los parámetros de mayor relevancia utilizados para lograr dicho acabado en la superficie de las probetas, y la mejor optimización en el proceso de impresión de estas.

Tabla 2.3 Parámetros de mayor relevancia utilizados en el proceso de FDM.

Parametro de Impresión	Valor
Altura de Capa	0.2 mm
Ancho de linea	0.4 mm
Ancho de linea de relleno	0.4 mm
Ancho de linea de capa inicial	100%
Ancho de paredes	0.8 mm
Ancho de capas superior/inferior	0.8 mm
Densidad de relleno	100%
Patron de relleno	Lineas
Temperatura de Impresión	215 °C
Temperatura de cama de impresión	60°C
Velocidad de impresión	60 mm/s
Capa de cambio de Filamento	6ta Capa
Alisado de capa	6ta Capa

2.3 Análisis dinámico mecánico (DMA)

La técnica de caracterización de DMA se utilizó para analizar las propiedades mecánicas de los materiales en función de la temperatura y el tiempo, utilizando el equipo DMA modelo TA Instruments Q-800 como se muestra en la Figura 2-9, el cual por medio de un termograma proporciona información detallada sobre cómo los materiales responden a los esfuerzos mecánicos en función de la temperatura.

El comportamiento viscoelástico se determinó en función de la temperatura usando una abrazadera dual-cantiléver para una geometría rectangular como se muestra en la Figura 2-9. El estudio se realizó en el rango de temperatura de $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ con una rampa de $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ y una frecuencia de 1 Hz .

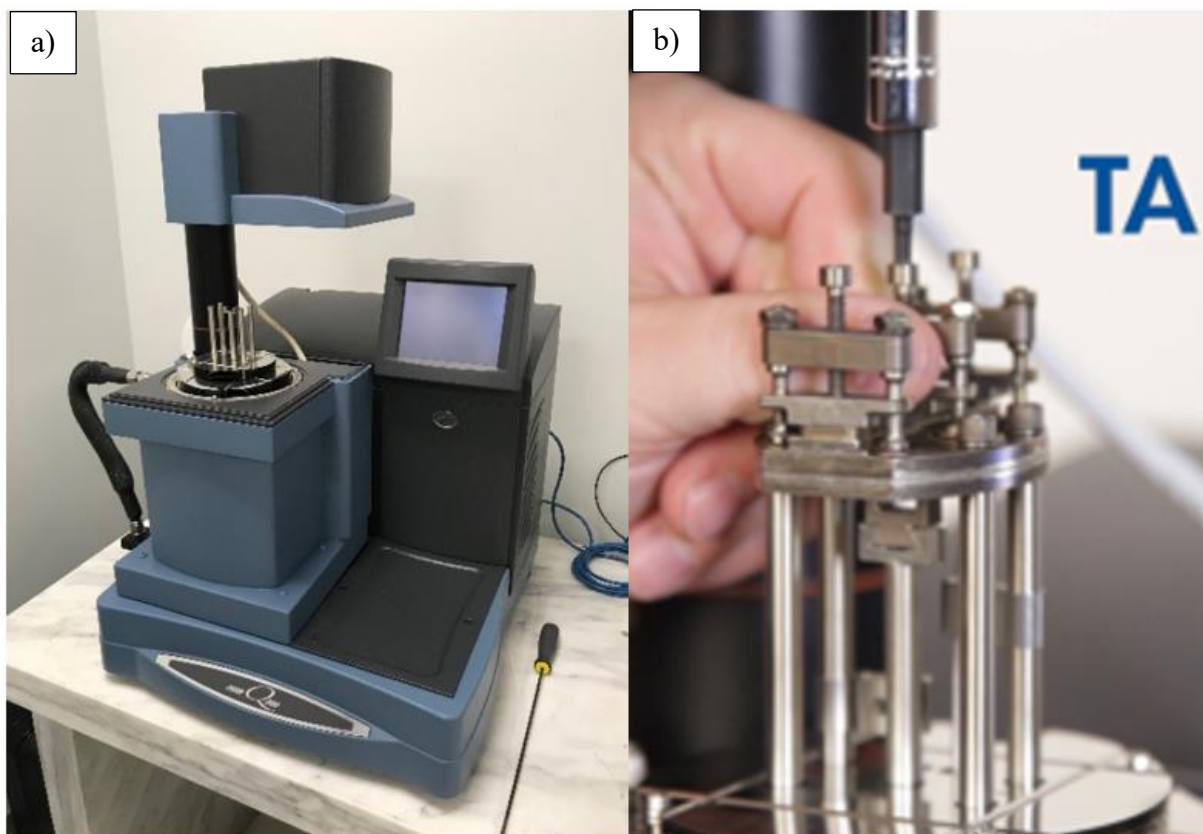


Figura 2-9 a) Equipo DMA Modelo TA instruments Q-800 b) abrazadera dual cantilever para geometrías rectangulares.

2.4 Análisis termogravimétrico (TGA)

La técnica de TGA se utilizó para analizar cambios en la masa y el flujo de calor en las muestras de materiales compuestos en función de la temperatura y el tiempo, la caracterización se realizó en un equipo especializado, TGA-DSC TA-Instruments Q-600 como se muestra en la Figura 2-10. Este equipo permitió llevar a cabo mediciones precisas bajo condiciones controladas, para evaluar los cambios en la masa de la muestra a medida que se calienta, esto con el fin de revelar información sobre la descomposición térmica, la desorción de gases, la pérdida de humedad y otros procesos que afectan la masa de la muestra.

Las condiciones de operación a las cuales se realizaron las pruebas fueron en una atmosfera controlada de nitrógeno, con una ambientación de la muestra a una temperatura de 30 °C por 2 min, y con una rampa de 10 °C/min hasta una temperatura final de 600 °C, utilizando una cantidad de muestra de 10 más menos 2 mg.

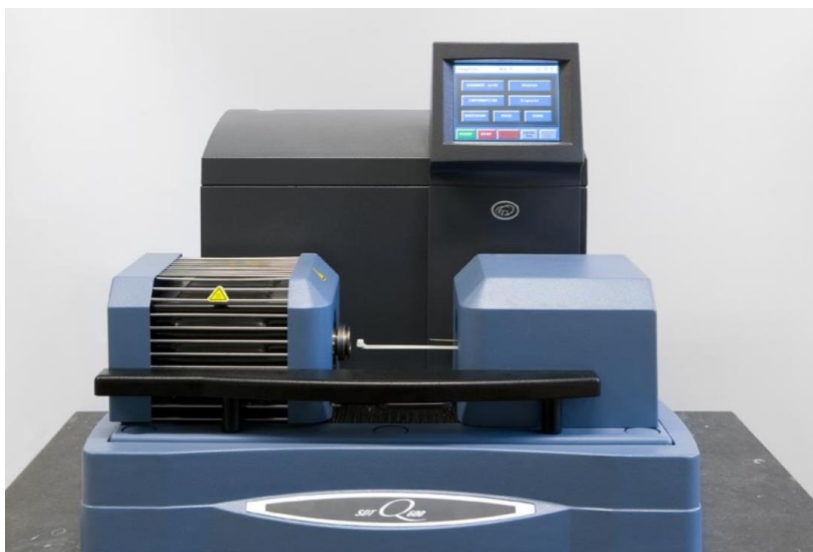


Figura 2-10 Equipo TGA modelo TA Instruments Q-600.

2.5 Prueba de Impacto IZOD

La evaluación de la resistencia al impacto de las muestras del PP con refuerzo de partículas de sargazo se llevó a cabo utilizando la prueba de impacto Izod, con base en la norma ASTM D256, las pruebas de impacto se realizaron utilizando un péndulo Izod, modelo Tinius Olsen IT 503 como se muestra en la Figura 2-11, que permite medir la energía absorbida por la muestra al ser fracturada bajo condiciones controladas.

El equipo fue calibrado antes de cada sesión de prueba para asegurar la precisión de los resultados, las condiciones de operación se establecieron a una energía inicial de 2.21 J, conforme a los requerimientos de la norma ASTM D256, la prueba se llevó a cabo a una temperatura ambiente de 23 ± 2 °C y una humedad relativa de $50 \pm 5\%$, siguiendo las recomendaciones de la norma para asegurar la reproducibilidad de los resultados, para cada formulación, se analizaron cinco réplicas, y el valor reportado corresponde al promedio de la energía absorbida por las muestras.

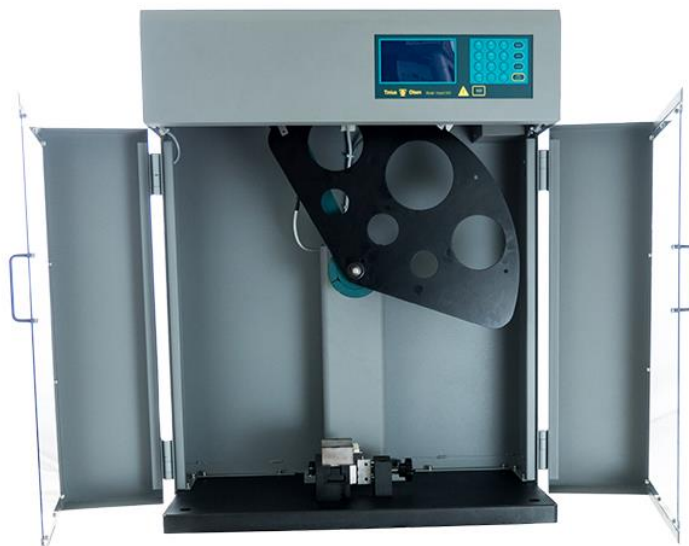


Figura 2-11 Medidor de impacto Izod, modelo Tinius Olsen IT 503.

2.6 Difracción de rayos X

La caracterización de las muestras mediante difracción de rayos X se realizó utilizando un difractómetro Empyrean de la marca Malvern-Panalytical, equipado con un detector PIXel 1D-Medipix3, el análisis se llevó a cabo en el intervalo de 4 a 60 ° 2 θ , empleando la configuración Bragg-Brentano y la radiación de CuK α 1 con una longitud de onda de 1.5406 Å.

Las condiciones de operación del equipo fueron de 45 kV y 40mA, las muestras se prepararon para ser analizadas en una estación de trabajo para muestras planas, con un tamaño y tiempo de paso de 0.0263° 2 θ y 96.39 s, respectivamente, la óptica del haz incidente incluyó una rejilla soller de 0.04 rad, una máscara fija de 10 mm, rejillas fijas de divergencia de 1/2° y rejillas antidispersión de 2°, para el haz difractado, se utilizó una rejilla soller de 0.04 rad y una rejilla antidispersión de 7.5 mm.

2.7 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

En esta técnica, la caracterización de las probetas se realizó en un equipo Perkin Elmer, modelo Spectrum One, como se muestra en la Figura 2-12, este equipo está equipado con un accesorio de reflectancia total atenuada (ATR), como se observa en la Figura 2-12, que permite realizar la caracterización de piezas sólidas, abarcando una zona puntual de una probeta

voluminosa que sería inaccesible para otros accesorios, el agente de recepción de señal utilizado es una placa de diamante/zinc seleniuro (ZnSe), lo cual garantiza una alta sensibilidad y precisión en la medición. las condiciones de operación que se utilizaron fue un espectro en el rango de 4000 a 600 cm^{-1} utilizando el factor de transmitancia con un total de 16 barridos por muestra.



Figura 2-12 a) Equipo FTIR Spectrum one, Perkin Elmer, b) Instrumento ATR para el equipo FTIR Spectrum One Perkin Elmer.

2.8 Microscopia electrónica de barrido (SEM).

Para el análisis de las morfologías de los compuestos, se empleó microscopía SEM utilizando un microscopio modelo TM-1000 de Hitachi como se muestra Figura 2-13, operando a un voltaje de aceleración de 15 kV. Las muestras que se utilizaron fueron previamente fracturadas mediante el ensayo de impacto Izod, montadas en soportes metálicos y recubiertas con una fina capa de oro en vacío, utilizando un equipo de pulverización catódica (Denton Vacuum VHP) Figura 2-13, este procedimiento garantizó la conductividad y permitió una observación detallada de las superficies de las muestras.

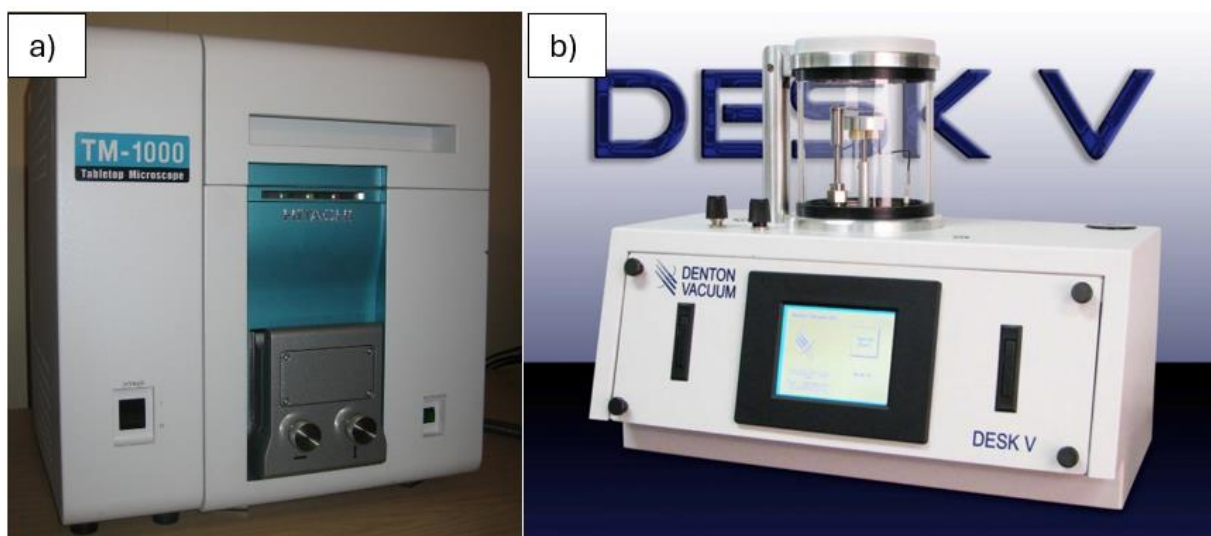


Figura 2-13 a) Microscopio electrónico SEM TM-1000 modelo Hitachi, b) Pulverizador catódico Denton Vacuum Desk VHP.

3. Resultados

3.1 Filamentos del PP y material compuesto.

A continuación, se presentan los filamentos obtenidos por extrusión (Figura 3-1). Los cuales, al momento de la obtención, las concentraciones que presentaron un mejor comportamiento sin ningún inconveniente en el momento de su procesamiento por extrusión fueron las del PP prístino y aquellas con contenido de refuerzo entre 0.5 y 2.5 phr, siendo esta última la primera de la matriz experimental en presentar una notoria rugosidad en su presentación final. Por otro lado, como se aprecia en la Figura 3-2, a la salida del proceso de extrusión, las muestras con concentraciones de refuerzo superiores a 2.5 phr también presentaron rugosidad en su superficie, aumentando proporcionalmente con la concentración de refuerzo, este efecto generó, en ciertos tramos del filamento, interrupciones en el flujo de salida y rupturas abruptas del mismo, provocadas por atascamientos con la banda de jalado. Estas rupturas se refieren a cortes repentinos en el filamento que pudieran ser causadas por la acumulación de partículas de sargazo en la matriz, lo cual obstruye parcialmente el canal de extrusión, reduciendo la continuidad del flujo, dicho comportamiento está relacionado con las temperaturas de procesamiento utilizadas, ya que, para evitar la degradación térmica de los componentes lignocelulósicos del sargazo, como la hemicelulosa, se optó por utilizar temperaturas por debajo del perfil típico de procesamiento del PP prístino. Aunque diversos estudios indican que el PP se extruye entre 170 y 180 °C en contextos experimentales como los reportados por Hernandez y col [47]., Taheri y col. (2014) [48], entre otros, en aplicaciones industriales de producción continua se utilizan comúnmente temperaturas superiores a 190 °C para asegurar una adecuada fluidez y estabilidad del fundido como se reportan en las hojas de sugerencia de procesamiento por productores de estas resinas como Phillips 66 (2019) [49] y estudios como los de Yul Lim y col. (2002) [50] y Crabtree y col. (2008) [51] que buscaron optimizar el procesamiento de PP para la obtención de monofilamentos.

Al operar con temperaturas reducidas, la viscosidad del fundido aumenta, dificultando su flujo por el canal del extrusor, ya que la viscosidad de los polímeros fundidos es inversamente proporcional a la temperatura de procesamiento, como lo establece la teoría reológica de materiales termoplásticos.

El aumento de la viscosidad dificulto el mantenimiento de un flujo homogéneo dentro del extrusor, lo que genero fluctuaciones en la presión interna y provocar una salida irregular del material a través de la boquilla de extrusión, contribuyendo a la formación de irregularidades en la superficie del filamento. Por otro lado, el polímero extruido experimentó el fenómeno de hinchamiento del extrudado, un comportamiento normal en polímeros viscoelásticos, donde el material tiende a expandirse tras ser sometido a esfuerzos de cizalla dentro del dado de extrusión. Sin embargo, la presencia de partículas de sargazo dentro de la matriz polimérica habría acentuado este efecto si su distribución no fue homogénea, generando zonas con expansiones descontroladas y, en consecuencia, una rugosidad no uniforme en el filamento. Por lo mismo la presencia de rugosidad en el filamento obtenido sugiere que no se logró una perfecta distribución de las partículas a través de toda la sección longitudinal del filamento obtenido.

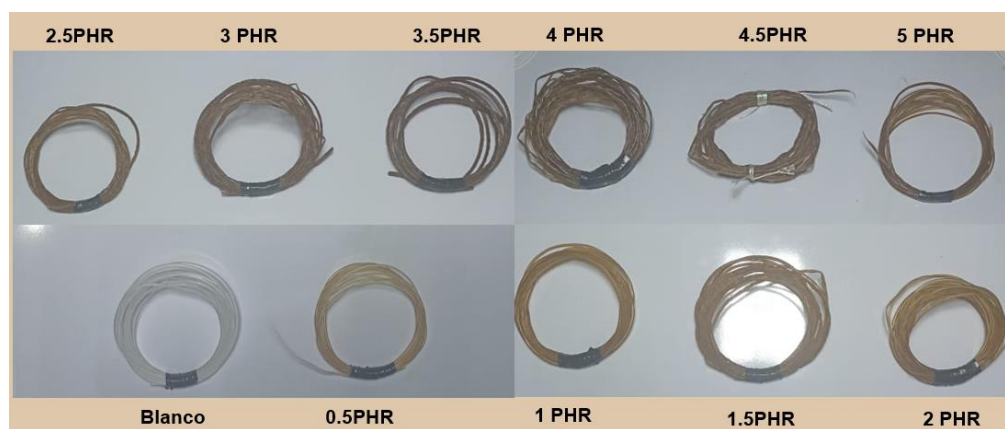


Figura 3-1 Filamentos del PP y material compuesto obtenidos mediante extrusión con la propuesta planteada.



Figura 3-2 Apreciación de la rugosidad presente en los filamentos obtenidos, ordenado del PP puro y aumentando de 0.5 PHR conforme se descende en la figura.

3.2 Impresión 3D de probetas de PP y compuestos PP- sargazo.

Una vez obtenida la extrusión de todos los filamentos de la matriz experimental, se procedió con el procesamiento mediante FDM, conforme a lo especificado en el capítulo 2.1.4. Sin embargo, antes de abordar los resultados de este proceso, es fundamental presentar los resultados obtenidos respecto a las estrategias de deposición del espécimen sobre una base de adhesión previamente aplicada, esto se debe a que, en los ensayos iniciales, las piezas fabricadas con el material prístino y compuesto no lograban una deposición completa del modelo tridimensional debido al desprendimiento de las estructuras del PP prístino, causado por una adhesión deficiente en la base.

Tras la determinación de las condiciones óptimas de impresión y considerando la tendencia del PP a desprenderse de la cama de impresión debido a su alto coeficiente de expansión térmica (CET), se realizaron pruebas con diversas bases de adhesión. Este comportamiento ha sido reportado por Kristiawan y col. (2021) [28], quienes señalan que la contracción térmica y la deformación dimensional en PP se deben a su elevado CET, lo cual provoca desprendimientos y deformaciones durante el enfriamiento en la impresión FDM.

Estas pruebas se fundamentaron en la teoría de soldadura térmica del PP, según la cual los materiales poliméricos con propiedades similares tienden a presentar una mayor adhesión por su compatibilidad química y las fuerzas de Van der Waals [29]

La primera estrategia la cual consistió en utilizar PLA como base de adhesión, aplicada sobre la cama de la impresora 3D Creality Ender 3, cuya superficie de fábrica es de cerámica, como se observa en la Figura 3-3, permitió generar una mejor adhesión en la deposición en la primera capa de la probeta del espécimen, lo que mejoró significativamente la fijación del PP en las capas subsecuentes y redujo de manera considerable el desprendimiento total o parcial de la pieza.



Figura 3-3 Base de adhesión de PLA propuesta en primera instancia.

En las pruebas iniciales de impresión, se identificaron dificultades relacionadas con la fusión entre las capas de distintos materiales, lo que impedía la obtención de probetas homogéneas compuestas exclusivamente del PP prístino, como se muestra en la Figura 3-4. Lo anterior, comprometía la precisión de las caracterizaciones, ya que las probetas resultantes no eran representativas del comportamiento del PP prístino en estado puro.

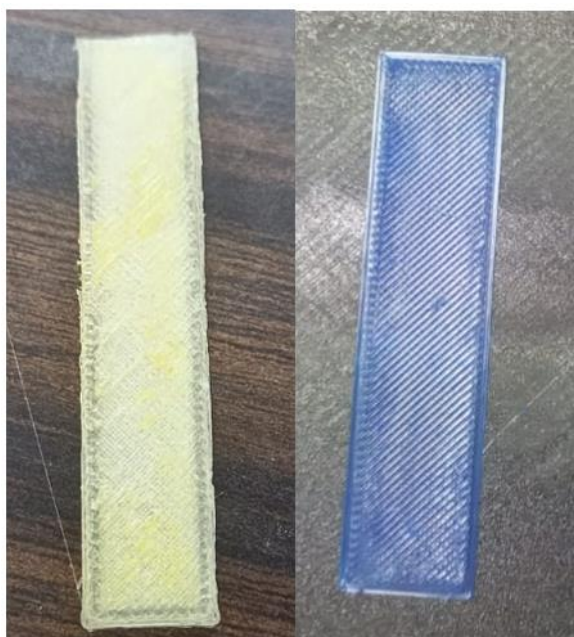


Figura 3-4 Apreciación de la fusión entre el PLA y el PP en las probetas obtenidas.

Para solucionar este inconveniente, se ajustaron los parámetros de impresión mencionados en la sección 2.2.5, logrando una separación clara entre las capas de PLA y PP. Lo cual permitió obtener probetas compuestas exclusivamente del PP prístino, asegurando que

las lecturas de caracterización fueran precisas y representativas del material, como resultado, se obtuvieron probetas completamente limpias del PP prístino.

Además, el filamento de PLA utilizado como base de adherencia fue reemplazado por filamento de PVA, un material altamente polar debido a la presencia de numerosos grupos hidroxilo (-OH) en su estructura. Aunque el PP es apolar, los grupos polares del PVA interactúan con las cadenas del PP mediante fuerzas de Van der Waals o enlaces de puente de hidrógeno débiles, lo que mejoró sustancialmente la adherencia, a esta ventaja se suma la solubilidad del PVA en agua a 80°C, permitiendo la eliminación de cualquier fusión entre estos materiales mediante un simple lavado con agua caliente.

Los resultados finales de la obtención de las probetas se presentan en la Figura 3-5. En esta imagen se observa que, a medida que aumenta la concentración de refuerzo, el tono marrón de las probetas se intensifica, este color se atribuye al contenido de sargazo que va aumentando. Asimismo, la textura del material en los filamentos presenta una rugosidad leve, pero perceptible en las probetas con concentraciones de 4.0, 4.5 y 5.0 phr.

Sin embargo, todas las probetas impresas mostraron un grado considerable de pandeo debido a la alta tendencia del PP a contraerse al enfriarse, consecuencia de su elevado CET. Este comportamiento se debe a que las cadenas poliméricas del PP experimentan una marcada contracción al disminuir la temperatura, lo que afecta la estabilidad dimensional de las piezas.

Si bien la propuesta de impresión permitió fabricar con éxito estas probetas, no logró eliminar por completo el pandeo debido a la necesidad de emplear un 100% de relleno para obtener datos representativos del material fabricado mediante FDM. Por otra parte, se apreció una disminución en el grado de pandeo de manera proporcional conforme se aumenta la concentración de refuerzo.

Cabe destacar que la incorporación de las partículas de sargazo como refuerzo en el PP contribuye a mitigar este efecto, ya que dichas partículas actúan como barreras térmicas, reduciendo las tensiones internas y limitando el crecimiento de cristales durante la

solidificación, esto da lugar a piezas más estables dimensionalmente y con menor tendencia al pandeo, especialmente cuando se optimizan parámetros como la temperatura de impresión y el diseño interno de la pieza [52].

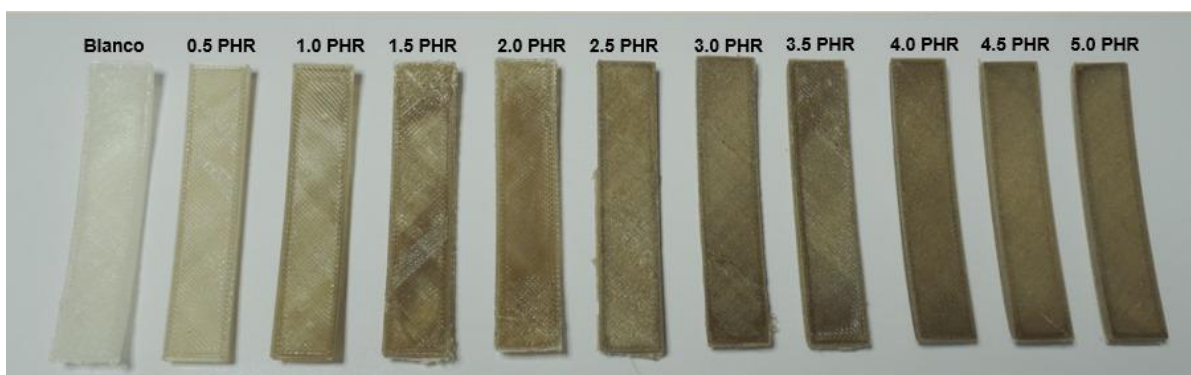


Figura 3-5 Probetas del PP y material compuesto obtenidas mediante FDM.

3.3 Análisis Mecánico Dinámico (DMA)

Los resultados obtenidos mediante DMA muestran cómo la incorporación de partículas de sargazo como refuerzo afecta las propiedades termomecánicas del PP, en la Figura 3-6 se aprecia como el módulo de almacenamiento (E') se incrementa en las concentraciones de 0.5 a 3 phr siendo la de 1.5 phr la mezcla que presento un mejor comportamiento del E' con un valor del E' de 450 MPa a 30°C representando un aumento del 17% en comparación con el PP prístino, sugiriendo un aumento en la rigidez del material debido a la transferencia de esfuerzos entre la matriz y el refuerzo. Sin embargo, conforme aumentan las concentraciones de refuerzo de 3.5 a 5 PHR, se observa una disminución notable del E' en una tendencia no lineal, posiblemente atribuida a la formación de aglomeraciones que actúan como puntos de falla estructural. Este comportamiento ha sido previamente reportado por autores como George y col. (2001) en estudios sobre biocompuestos poliméricos cargados con fibras naturales [53].

Estos hallazgos son consistentes con estudios previos sobre refuerzos naturales en matrices poliméricas, como los de Aragón Vallejo y col. [21]. En los cuales, en el 2023, en su estudio sobre el uso de sargazo como refuerzo del PP, procesaron los composites por moldeo por compresión posterior a un procesamiento por mezcla en estado fundido y observaron que concentraciones altas suelen provocar una reducción en las propiedades mecánicas debido a la heterogeneidad en la distribución de las partículas, ya que, en su estudio, el mejor desempeño

del E' se alcanzó con concentraciones bajas de sargazo llegando hasta un máximo de 1600 MPa a una temperatura de -40°C , siendo 4 phr, el punto óptimo dentro de su matriz experimental.

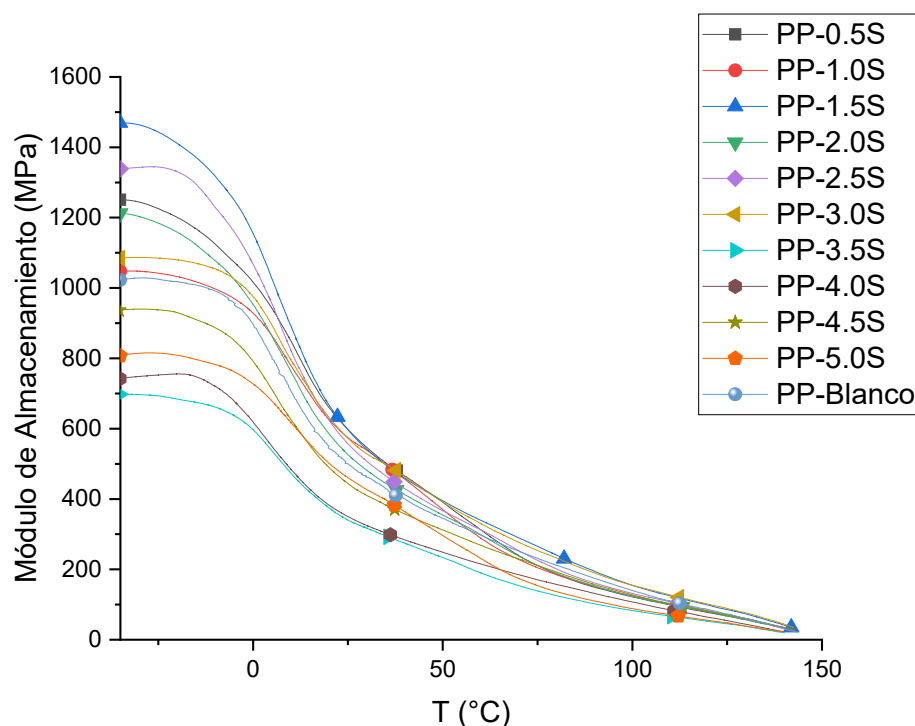


Figura 3-6 Termograma de Modulo de almacenamiento obtenido por DMA.

Resultados similares fueron reportados en el 2022 en el estudio de Salazar-Cruz y col. [20], donde se utilizó partículas de cascara de pistache como refuerzo en PP. En este caso, el (E') mostró un aumento trascendente debido a la buena dispersión de las partículas en la matriz, con un punto óptimo en concentraciones de 4 phr de refuerzo, con un valor de E' de 1040 MPa a 35°C , atribuido a la mejora de la transferencia de esfuerzos. No obstante, a partir de la concentración optima de refuerzo, se observó una disminución en el E' atribuida a la formación de aglomeraciones y la mala dispersión del refuerzo conforme aumentaba su concentración.

Aunque los estudios previos reportan tendencias similares, es importante considerar las diferencias en las condiciones de procesamiento. En dichos trabajos, como los de Aragón Vallejo y Salazar-Cruz, los materiales fueron procesados por mezcla en fundido y moldeo por compresión, mientras que en nuestro caso, los compuestos fueron sometidos a un doble procesamiento térmico, primero por extrusión y posteriormente por FDM, lo cual influye

significativamente en los esfuerzos a los que el material es sometido y la dispersión del refuerzo. Aun así, los resultados obtenidos también indican que a bajas concentraciones relativas de refuerzo específicamente entre 1.5 y 2.5 phr dentro de nuestra matriz experimental, las partículas de sargazo limitan la movilidad de las cadenas del PP, favoreciendo un aumento en el E' y, por lo tanto, una mejora en la rigidez del material. Por el contrario, a concentraciones más elevadas, la dispersión heterogénea de las partículas y la formación de aglomerados comprometen la transferencia de esfuerzos dentro de la matriz, disminuyendo la efectividad del refuerzo.

Por otra parte, el análisis en el factor de pérdida ($\tan \delta$), permite comprender la relación entre rigidez, disipación de energía y movilidad molecular en la matriz polimérica y el refuerzo, se aprecia en la Figura 3-7 como la incorporación de las partículas de sargazo provocan que los picos máximos de la $\tan \delta$ se desplacen hacia bajas temperaturas con respecto al blanco, lo cual se relaciona con las modificaciones en la temperatura de transición vítrea (T_g) del material, reflejando cambios en la movilidad molecular de las cadenas poliméricas. El desplazamiento de la T_g hacia temperaturas de mayor magnitud indica un aumento en la rigidez del material, atribuible a una mayor restricción en el movimiento segmentario, en aquellas muestras en las que se presentan este comportamiento, posiblemente causado por una buena interacción interfacial entre las partículas de sargazo y la matriz de PP.

Por otro lado, un desplazamiento hacia temperaturas más bajas se atribuyen a una dispersión deficiente o a la formación de zonas amorfas que incrementan la flexibilidad molecular [21] [54] [55]. Ambos comportamientos se observan en los compuestos elaborados, debido a la introducción del refuerzo de partículas de sargazo la T_g de los compuestos vario en un rango de 8 a 14 °C, en comparación con el PP prístino que presentó una T_g de 14 °C tal como se muestra en la Tabla 3.1.

Al analizar los valores reportados en la Tabla 3.1, se observa que las temperaturas de transición vítrea de las distintas muestras no siguen una tendencia lineal respecto a la concentración del refuerzo, algunas muestras con concentraciones intermedias presentan T_g iguales o incluso menores que aquellas con concentraciones más bajas o altas, como es el caso

de la muestra de 1 y 3 phr, ambas con 14 °C (igual al blanco), o la muestra de 2.5 phr, con una T_g de 11 °C, que contrasta con la muestra de 4 phr, que alcanza 10 °C pese a tener una concentración mayor, estos cambios no necesariamente representan una modificación significativa desde el punto de vista térmico, ya que en el DMA se considera que una diferencia de al menos de 4 a 5 °C es requerida para evidenciar un cambio sustancial en la T_g del material.

Tabla 3.1 Valor puntual de temperatura de T_g calculado a partir del pico máximo de $\tan \delta$.

Variación de T_g de la Matriz Experimental	
Mezcla	T_g (°C)
PP-Blanco	13
PP-0.5S	11
PP-1.0S	14
PP-1.5S	12
PP-2.0S	13
PP-2.5S	11
PP-3.0S	14
PP-3.5S	12
PP-4.0S	10
PP-4.5S	13
PP-5.0S	13

Esta falta de comportamiento predecible es atribuible a la naturaleza aleatoria en la distribución de las partículas de sargazo dentro de la matriz, en sistemas con refuerzos naturales. Como en este caso, no se garantiza una dispersión homogénea del material añadido, influenciado por el procesamiento del material compuesto [56] y también por la variabilidad propia de las partículas naturales en cuanto a su tamaño, forma, composición química y grado de agregación, lo que conlleva a variaciones locales en la interacción interfacial. Kamarudin y col. (2022) [56], señalan esta interacción interfacial como una zona crítica que compromete las propiedades mecánicas y térmicas del sistema, especialmente cuando no existe una compatibilidad adecuada entre matriz y la partícula, dichas variaciones influyen directamente en la movilidad segmentaria de las cadenas de PP, afectando de manera irregular la T_g .

Además, factores como la absorción de humedad por parte del refuerzo, su grado de dispersión y orientación durante el procesamiento pueden contribuir aún más a una variación no lineal en las propiedades térmicas y mecánicas del material. Estos efectos han sido ampliamente discutidos en estudios sobre materiales compuestos reforzados con fibras

naturales (NFRPC) por sus siglas en inglés, destacando la necesidad de estrategias de compatibilización o tratamientos superficiales para mejorar la homogeneidad del sistema [56].

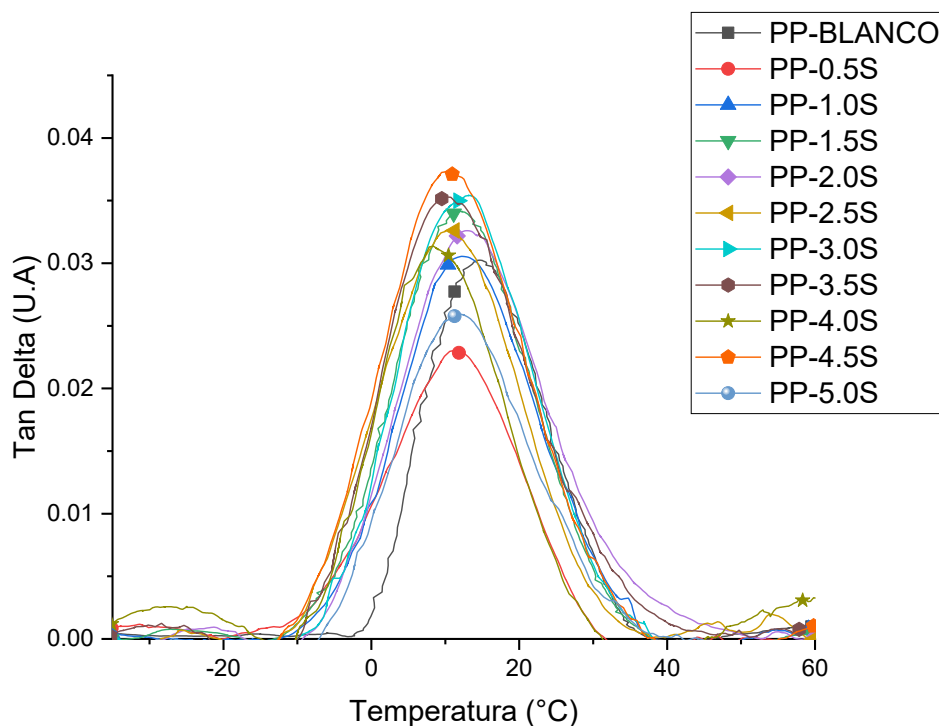


Figura 3-7 Termograma de factor de pérdida obtenido por DMA.

De manera similar, se analiza la altura del pico de **$\tan \delta$** como un indicador de la cantidad de energía mecánica disipada en forma de calor durante la deformación, en la **Figura 3-7** se observa que la incorporación de partículas de sargazo modifica la intensidad de los picos de $\tan \delta$ a lo largo de toda la matriz experimental. Esta variación, al igual que en el caso de la T_g , no sigue una tendencia lineal con respecto a la concentración del refuerzo, el espécimen con 4.5 phr presentó el pico de mayor magnitud, mientras que la muestra con 0.5 phr registró el más bajo.

Para comprender mejor este comportamiento es útil analizar las muestras en subconjuntos, comenzando por la muestra de referencia (PP prístino). En la muestra de referencia, la movilidad molecular es mayor debido a la ausencia de restricciones estructurales adicionales, lo que teóricamente implica una menor capacidad de disipar energía en forma de calor y como resultado, se espera un pico de $\tan \delta$ de menor magnitud en comparación con las

muestras reforzadas con partículas de sargazo y por lo tanto, el resultado obtenido en el termograma muestra al PP prístino con uno de los menores valores de **$\tan \delta$** .

En contraste, las demás muestras reforzadas, muestran picos de $\tan \delta$ superiores al del PP prístino, lo que sugiere una mayor capacidad de disipación de energía, esto es atribuible a una dispersión relativamente eficiente de las partículas en la matriz, lo que favorece su interacción con las cadenas poliméricas, siendo la excepción las muestras de 0.5 y 5.0 phr.

De toda la matriz experimental el caso más notable es el de 4.5 phr, que presentó el mayor pico de **$\tan \delta$** , con un valor de 0.037 U.A, esta alta magnitud de $\tan \delta$ se explica por la existencia de una microestructura heterogénea, donde coexisten regiones con buena dispersión del refuerzo y otras con presencia de aglomerados, dichas configuraciones generan fricción interna adicional, afectando la capacidad de disipación de energía del sistema, como ha sido señalado en estudios sobre fricción interfacial y adhesión en compuestos poliméricos reforzados con materiales naturales [56].

Por otro lado, el compuesto de 1.5 phr, aunque presenta el módulo de almacenamiento más alto (540 MPa), y debido a que la $\tan \delta$ es la relación entre el módulo de pérdida entre el módulo de almacenamiento, esto indica un comportamiento estructural más rígido, pero con menor disipación relativa, posiblemente debido a una buena integración del refuerzo sin excesiva fricción. El caso particular de la mezcla con 0.5 phr sugiere que la baja cantidad de refuerzo tiene un efecto mínimo en la matriz, generando un comportamiento muy similar al del PP prístino, pero con una disipación de energía aún menor, como lo indica su bajo valor de $\tan \delta$.

En contraste, la muestra con 5.0 phr, pese a tener una mayor cantidad de refuerzo, presenta un pico de $\tan \delta$ reducido, lo cual es atribuible a la formación de aglomeraciones más grandes que interfieren negativamente con la transferencia de esfuerzos y la disipación energética.

La formación de aglomeraciones más grandes crea zonas de baja eficiencia en la disipación de energía, lo que reduce la $\tan \delta$. El comportamiento irregular de $\tan \delta$ y E' indica que la introducción de partículas de refuerzo no sigue una relación simple de causa y efecto, debido a que la distribución del refuerzo en la matriz no siempre es homogénea y su interacción con las cadenas poliméricas varía según la concentración. A ciertas concentraciones, se forman regiones con alta densidad de partículas y otras con menor carga, lo que provoca un comportamiento mecánico inconsistente, reflejado en los picos de $\tan \delta$ y las curvas de E' observados en cada termograma.

3.4 Análisis Termogravimétrico

Los resultados obtenidos mediante el análisis termogravimétrico (TGA), utilizados para evaluar la estabilidad térmica del PP reforzado con partículas de sargazo, se presentan en la **Figura 3-8**. En dicha figura se muestra el porcentaje de pérdida de peso con respecto a la temperatura, lo cual permite observar el comportamiento térmico de los compuestos elaborados. En general, se aprecia que la incorporación de partículas de sargazo afecta la estabilidad térmica del material, un comportamiento esperado al introducir un agente externo dentro de la matriz polimérica, aunque en algunas mezclas sea mínima esta variación, se observan que existen variaciones en las temperaturas de inicio de descomposición (T_d).

Analizando el termograma de la **Figura 3-8** se logra apreciar cómo en las muestras en las cuales se empieza a introducir el refuerzo presentan una variación en la estabilidad térmica de forma no lineal, presentando una disminución aproximada del 17% en el compuesto de 5 phr hasta un aumento aproximadamente del 14% en la muestra de 1.5 phr con respecto al PP prístino, evidenciado por el porcentaje de peso, que se mantiene constante en un rango de temperatura más amplio que parte desde los 160 hasta los 399°C respectivamente, de las cuales sobresale la muestra de 1.5 phr, la cual conto con la temperatura de inicio de descomposición más alta, siendo esta de 399 °C mientras que la del PP prístino es de 349°C.

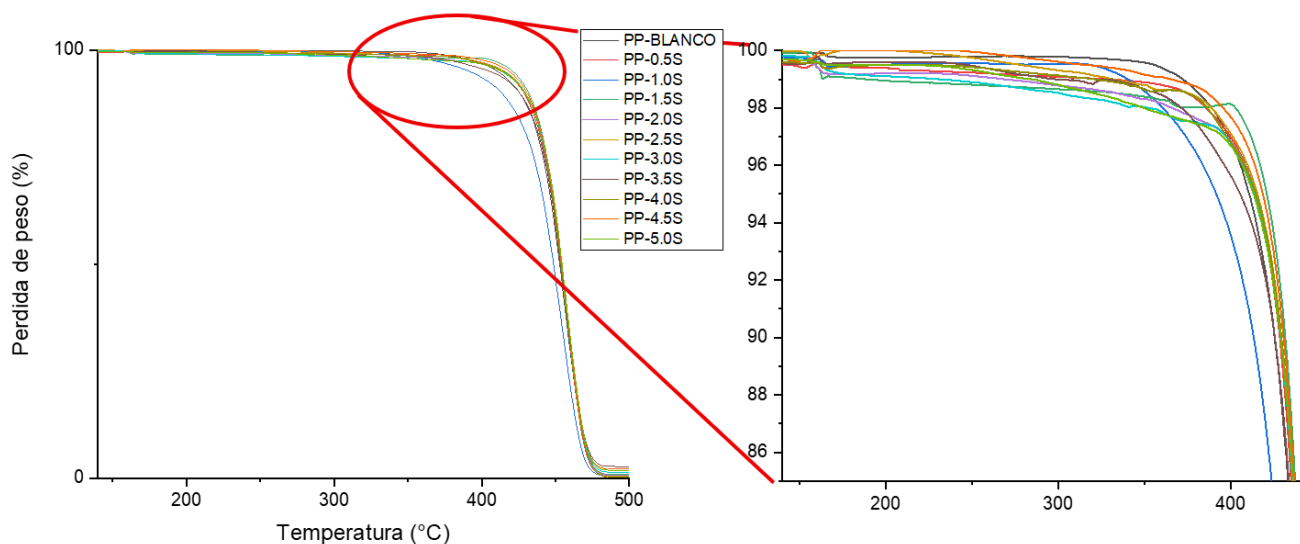


Figura 3-8 Termograma de Porcentaje de peso con respecto la temperatura por medio de TGA.

Con ayuda de la derivada de las curvas termogravimétricas (DTGA) de este termograma esquematizadas en la Figura 3-9 se logra apreciar mejor el comportamiento de la estabilidad térmica del material, donde se visualiza de manera grafica la estabilidad térmica aumentada o disminuida respectivamente a causa de las partículas de sargazo.

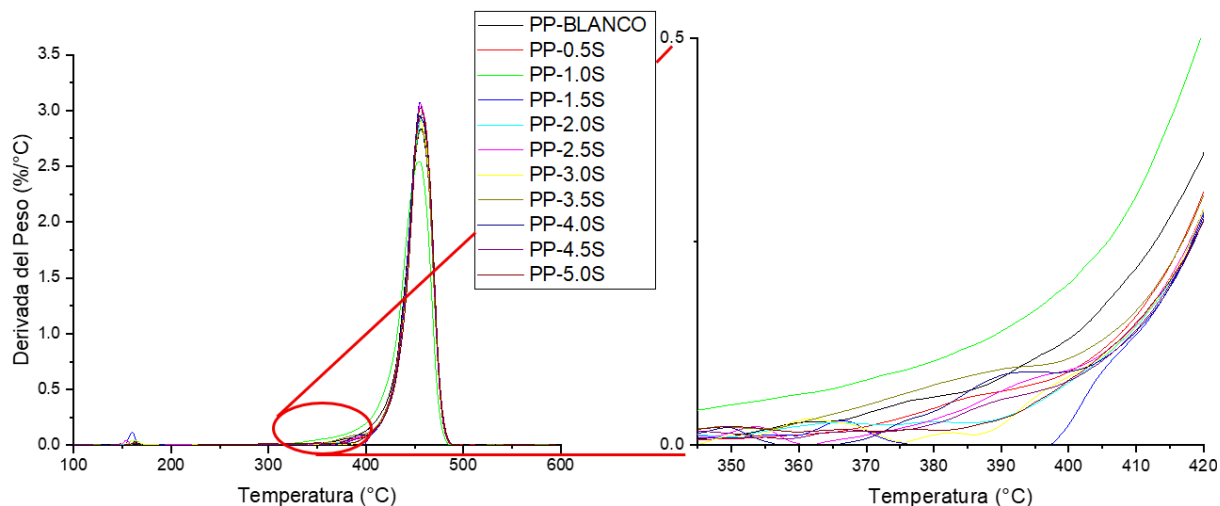


Figura 3-9 Termograma de la Derivada de peso con respecto la temperatura por medio de TGA.

Analizando las curvas de la Figura 3-9, se visualiza con mayor facilidad la estabilidad térmica del material. Aunque en las curvas de porcentaje de masa (**Figura 3-8**) se observa que el material mantiene su masa prácticamente constante hasta los 300 °C, en las curvas de DTGA se detecta un pico de baja intensidad en el rango de 160–170 °C, lo cual indica una pequeña

tasa de pérdida de masa en esa región, correspondiente a una mayor susceptibilidad a la descomposición térmica. Este mismo pico aparece en las muestras con refuerzo, aunque con ligeras variaciones tanto en su altura como en la temperatura del máximo de velocidad de pérdida de masa de este primer evento térmico leve (T_0), los valores correspondientes a estas temperaturas se encuentran detallados en la Tabla 3.2.

Aunque este pico no representa el inicio del proceso principal de descomposición del polímero, posiblemente es atribuible a la presencia de un agente externo, como compuestos volátiles de bajo peso molecular, posiblemente aditivos residuales como antioxidantes o estabilizantes térmicos incorporados durante el procesamiento del PP comercial. Esta interpretación se encuentra respaldada en el estudio de Elnaz Esmizadeh y col. (2020) [57] donde se reporta que incluso en atmósfera inerte, el PP llega a presentar fenómenos de degradación temprana asociados a cadenas de bajo peso molecular o residuos de aditivos, los cuales se eliminan por volatilización antes del evento principal de degradación térmica.

En las muestras reforzadas con partículas de sargazo, la temperatura del pico en la DTGA en esta región temprana se desplaza ligeramente hacia temperaturas menores tal y como se muestran en la Tabla 3.2. Esto sugiere que la incorporación del material lignocelulósico facilita la salida de estos compuestos, presentando una variación en la intensidad del pico de manera no lineal, lo cual se interpreta como una mayor susceptibilidad térmica en las etapas iniciales.

La formulación con 4.5 phr de sargazo no presenta este pico, lo cual está asociado a una mejor integración del refuerzo con la matriz polimérica o a una distribución más homogénea de las partículas. Una dispersión uniforme de los refuerzos lignocelulósicos en la matriz polimérica limita la formación de microcanales o vacíos, dificultando la migración y liberación de compuestos volátiles durante los primeros eventos térmicos. Este efecto ha sido descrito por Barra y col. (2023), quienes señalan que una buena dispersión del refuerzo mejora la estabilidad térmica al dificultar la salida de productos volátiles en las etapas iniciales de degradación [58].

Tabla 3.2 Temperaturas registradas por DTGA de la estabilidad térmica del material en el inicio de descomposición (Td onset) y en la tasa máxima de descomposición (Td)

Temperatura de Picos de DTGA					
Mezcla	Etapa térmica inicial		Etapa general de degradación térmica		
	T ₀ (°C)	$d \left(\frac{w\%}{^{\circ}C} \right)$	Td onset (°C)	Td (°C)	$d \left(\frac{w\%}{^{\circ}C} \right)$
PP-Blanco	160	0.02	349	456	2.84
PP-0.5S	159	0.02	365	458	2.98
PP-1.0S	159	0.04	319	455	2.54
PP-1.5S	152	0.12	399	455	3.07
PP-2.0S	153	0.05	353	458	2.97
PP-2.5S	149	0.04	367	456	3.06
PP-3.0S	151	0.05	386	455	2.92
PP-3.5S	159	0.03	332	456	2.83
PP-4.0S	157	0.03	335	455	2.96
PP-4.5S	N.A	0.00	360	457	2.94
PP-5.0S	153	0.02	287	456	3.03

Por otro lado, la evaluación de la estabilidad térmica del material compuesto debe centrarse en la curva de pérdida de masa (TGA), específicamente en la temperatura en la que inicia la descomposición (Td onset), así como en la temperatura correspondiente a la máxima tasa de degradación (Td), que se identifica en la DTGA. Esta información del termograma se reporta en la Tabla 3.2. Se observa que la introducción de partículas de sargazo produce una tendencia al aumento de la Td onset, es decir, a una mejora en la estabilidad térmica. Por ejemplo, el PP prístino comienza a degradarse a 349 °C, mientras que el compuesto con 1.5 phr de refuerzo lo hace a 399 °C.

Este aumento en la temperatura de degradación está relacionado con un efecto barrera térmica proporcionado por el refuerzo, que limita la transferencia de calor y la movilidad de los radicales libres responsables de la descomposición. Este comportamiento dual (de incremento en la susceptibilidad inicial y mejora en la estabilidad térmica global) sugiere que la incorporación del sargazo afecta tanto las etapas tempranas (por los compuestos volátiles) como el umbral térmico global del sistema.

Este fenómeno ha sido reportado por Monteiro y col. (2012), quienes destacan que, aunque las fibras lignocelulósicas aceleran la degradación inicial por sus componentes como hemicelulosa o lignina, también contribuyen a una elevación en la temperatura del evento principal de degradación al mejorar la interacción matriz-refuerzo [59].

Finalmente, si bien estos efectos tempranos sugieren una ligera disminución en la estabilidad térmica en las etapas iniciales, la incorporación del sargazo también desplaza hacia temperaturas más altas el evento principal de degradación, lo que confirma una mejora general en la estabilidad térmica del sistema. Este comportamiento, como reportan Monteiro y col. [59] (2012), refleja la capacidad de las fibras lignocelulósicas para dificultar la movilidad de las cadenas macromoleculares y actuar como barreras a la transferencia de calor, contribuyendo así a una mayor resistencia térmica global.

3.5 Prueba de impacto izod

Los resultados obtenidos mediante las pruebas de impacto izod constituyen un parámetro adicional de análisis que permiten interpretar el efecto de la incorporación de las partículas de sargazo en la matriz polimérica, se observa una tendencia de variación en la resistencia al impacto que disminuye de manera no uniforme al incorporar las partículas de sargazo dentro de la matriz polimérica. En la Figura 3-10, se presenta, de forma visual, el promedio de los resultados obtenidos a partir de un análisis estadístico aplicado a dicha matriz experimental.

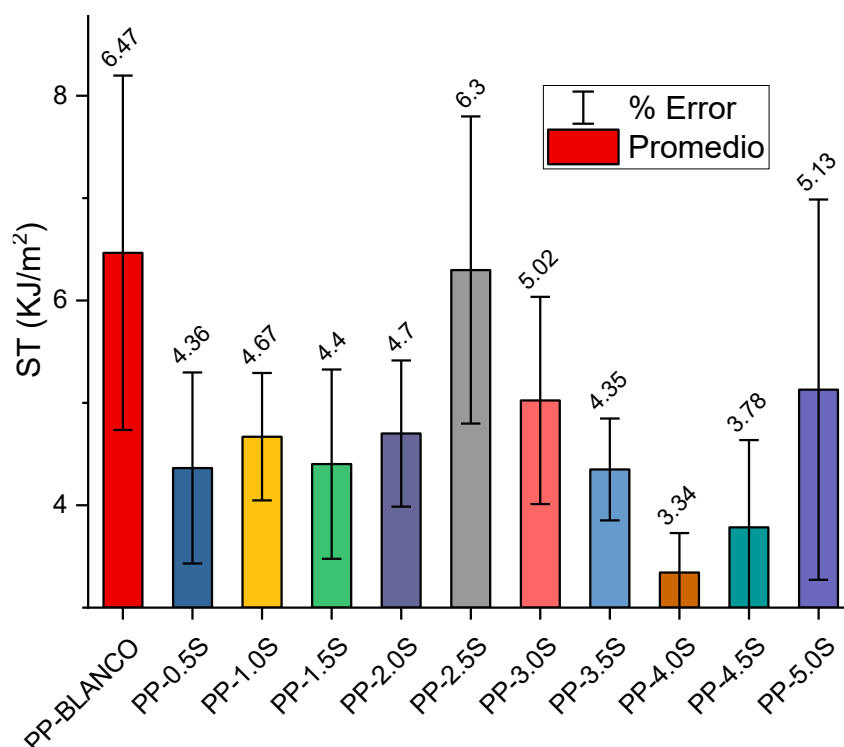


Figura 3-10 Resultados de Resistencia al impacto izod de la matriz experimental.

En la **Figura 3-10** se observa que la probeta de PP prístino presenta la mayor resistencia al impacto, con un valor promedio de $6.47 \frac{KJ}{m^2}$, este resultado es considerablemente menor al reportado en la literatura especializada sobre las propiedades del PP pristino en cuanto a su resistencia al impacto, como los reportados en la ficha tecnica del material proporcionado por Indelpro S.A de C.V., en la cual se reporta una magnitud de $21.3 \frac{J}{m}$ equivalente a $6.65 \frac{KJ}{m^2}$ en probetas obtenidas por moldeo por inyeccion, si bien esta magnitud no constituye un valor estándar, sino un promedio derivado de un análisis estadístico, sirve como punto de referencia para establecer el comportamiento del PP prístino en términos de absorción de energía durante ensayos de impacto con forme a la norma ASTM D256 [42].

Se evidencia que el procesamiento del polímero mediante FDM conlleva una disminución aproximada del 3 % en la resistencia al impacto, a pesar de utilizar una densidad de relleno del 100 % durante la impresión de las probetas por FDM. Diversos estudios han demostrado que esta condición no garantiza la obtención de piezas completamente sólidas ni homogéneas. Según Tao y col. (2021), existen múltiples mecanismos de formación de vacíos

internos en piezas fabricadas por FDM, tales como vacíos entre líneas de deposición (raster gap voids), vacíos por crecimiento parcial del cuello (partial neck growth voids) y vacíos intra-filamento (intra-bead voids), siendo estos últimos especialmente frecuentes en filamentos compuestos con refuerzos naturales o inorgánicos [60].

La tendencia no lineal observada en la disminución de la energía absorbida por unidad de área en las probetas reforzadas, mostrada en la Figura 3.10, esta relacionada con la falta de uniformidad estructural en el material compuesto. Durante el proceso de fabricación, es probable que se generen zonas con distribución heterogénea del refuerzo, en las que el entrelazado con la matriz polimérica no sea eficiente, lo cual compromete su capacidad para absorber energía de manera óptima ante un impacto. Este comportamiento sugiere que la respuesta mecánica del material no depende únicamente de la cantidad de refuerzo añadido, sino también de factores como la morfología, orientación y grado de integración del mismo dentro de la matriz, tal y como lo discute Kamarudin y col. (2022) [56]. Así, en lugar de una relación directa entre contenido de refuerzo y mejora en el desempeño mecánico, se evidencia una respuesta compleja e incluso contradictoria en algunos puntos de la matriz experimental, lo cual se atribuye a fenómenos locales como microdefectos, interfaces débiles o acumulaciones no deseadas de partículas, que modifican la resistencia global de cada muestra [56].

Incluso bajo condiciones óptimas de impresión, la dinámica de enfriamiento rápido, la viscosidad del fundido y las características reológicas del material dan lugar a porosidad interna. En particular, al emplear materiales compuestos como el polipropileno reforzado con partículas de sargazo, la presencia de rellenos afecta la movilidad de las cadenas poliméricas, la difusión interfacial y la cristalinidad, lo cual promueve la formación de vacíos más grandes y desiguales entre capas, tal como lo documentan los autores en su revisión (Tao et al., 2021) [60].

Esta disminución también se atribuye a la falta de sinergia entre la matriz polimérica y las partículas de sargazo, lo que da lugar a un comportamiento más frágil del material debido a

la presencia de interfaces débiles que actúan como sitios de concentración de esfuerzos como lo discuten en el artículo de Vallejo y col. (2023) [21].

Resulta interesante observar que el compuesto de 2.5 phr presentó una resistencia al impacto cercana al PP prístino, con un valor de 6.297 KJ/m². Este resultado sugiere que, dentro de nuestro análisis, en dicha proporción, existe un equilibrio favorable entre la rigidez inducida por las partículas de sargazo y la capacidad del PP para absorber energía, tal efecto está relacionado con una mejor dispersión del refuerzo y una compatibilidad interfacial más eficiente [21], lo cual ha sido señalado como un factor determinante en el desempeño de materiales compuestos.

3.6 Difracción de rayos X

El análisis de difracción de rayos X (DRX) permitió obtener información clave sobre la organización interna del PP, tanto en su estado prístino como en las formulaciones reforzadas con partículas de sargazo, esta técnica revela la disposición cristalográfica de las cadenas poliméricas, proporcionando evidencia sobre la presencia, tipo y grado de ordenamiento de las fases cristalinas presentes en el material.

En la Figura 3-11 se muestran los difractogramas correspondientes a los compuestos de 1, 2, 3, 4 y 5 phr, donde se identifica una estructura típica del PP isotáctico en base a bibliografía [21], el patrón del PP prístino exhibe picos de difracción característicos que corresponden principalmente a la fase cristalina α .

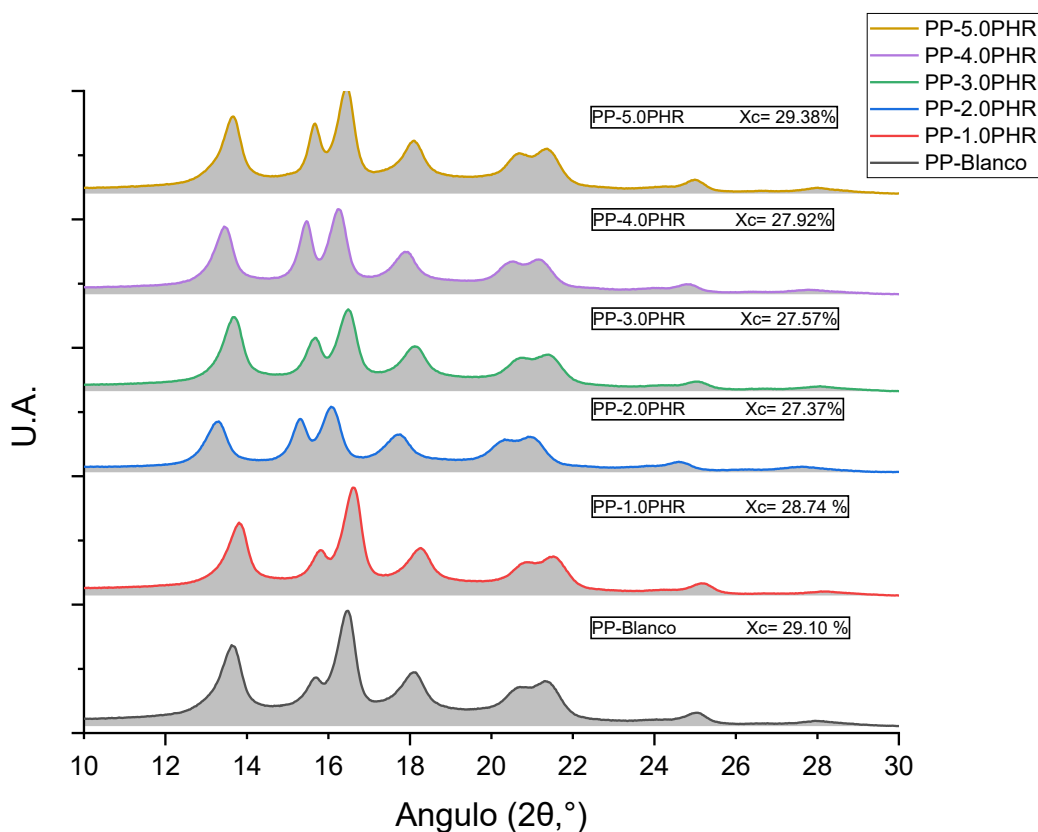


Figura 3-11 Difractograma de DRX

A partir de los valores de los ángulos 2θ , se determinaron los índices de Miller asociados a cada plano cristalino del PP pristino, como se describe a continuación:

- **Pico en 13.63°:** Corresponde al plano (110), característico de la fase α del PP isotactico, este plano es uno de los más intensos en el patrón de difracción y es indicativo de una estructura cristalina bien ordenada [61].
- **Pico en 15.67°:** Asociado al plano (120), también perteneciente a la fase α , la presencia de este plano refuerza la evidencia de una cristalinidad moderada (29%) en la muestra [61].
- **Pico en 16.41°:** Corresponde al plano (021) de la fase α , este plano es menos común, pero su presencia indica una orientación específica de las cadenas poliméricas [61].
- **Pico en 18.12°:** Relacionado con el plano (130) de la fase α , este pico se ve influenciado por la interacción entre el PP isotactico y componentes externos, como el sargazo, sugiriendo posibles modificaciones en la estructura cristalina [61].

- **Pico en 20.63°** : Asociado al plano (101), también de la fase α , la aparición de este pico indica la presencia de fases adicionales o modificaciones estructurales inducidas por aditivos o refuerzos [61].
- **Pico en 21.35°**: Identificado con el plano (111) de la fase α , este plano es indicativo de una orientación específica y refleja modificaciones estructurales provocadas por la incorporación de refuerzos biológicos como el sargazo [61] [62] [63].

Estos picos permiten identificar las fases presentes en el material y evaluar cómo se ve afectada su estructura cristalina por la adición del refuerzo comparandose con los picos característicos del PP pristino, en los difractogramas de las mezclas reforzadas se observa una modificación en la intensidad de estos picos, disminuyendo en la misma, particularmente en las formulaciones con 2, 3 y 5 phr de sargazo, esto sugiere cambios en el grado de cristalinidad del material.

Para cuantificar estos cambios, se integró el área bajo la curva de los picos característicos del PP pristino, permitiendo así calcular la cristalinidad relativa. Los resultados obtenidos muestran una cristalinidad del 29.10% para el PP pristino y al incorporar el refuerzo de sargazo, se observó una tendencia variable en la disminución del grado de cristalinidad, la muestra con 2 phr alcanzó el valor más bajo de cristalinidad con 27.37%, mientras que la formulación con 5 phr fue la única que presentó un ligero aumento (29.38%) con respecto al PP pristino.

Este comportamiento no lineal sugiere que la adición de partículas de sargazo no genera un efecto directo o proporcional sobre la organización cristalina del PP, si bien en ciertos casos se observa un decremento en la cristalinidad, como en la mezcla con 2 phr, esta tendencia no se mantiene de manera uniforme en toda la matriz experimental.

Este fenómeno se atribuyen a varios factores morfológicos y de procesamiento que afectan la cristalización, tales como:

- Dispersión heterogénea del refuerzo.
- Formación de aglomerados.
- Interferencia en la movilidad de las cadenas poliméricas.

- Calidad de la interfase entre matriz y refuerzo.

Estudios previos respaldan estas observaciones como lo es el trabajo de George y col. en el 2021, quienes realizaron el estudio de la incorporación de partículas de cáscara de coco carbonizada (CSB) en PP, el cual mostró una disminución en la cristalinidad con el incremento del contenido de cascara de coco carbonizada dentro de la matriz polimerica del 48.17 % a 38.86 %, en su estudio utilizaron un tamaño de partícula promedio de 19 μm y observaron que a partir del 10 % de refuerzo se empezaban a presentar formaciones de aglomeraciones lo que genera zonas de menor interacción efectiva con la matriz, el volumen del mayor aglomerado pasó de 98,423 μm^3 (5% CSB) a 12,524,400 μm^3 (20% CSB), un incremento de más de 125 veces, lo cual confirma una mala dispersión a altas cargas [64].

De forma similar, Aragón-Vallejo et al. (2023) evaluaron la incorporación de partículas de sargazo sin tratamiento químico en PP mediante el proceso de mezclado en fundido, encontrando que el grado de cristalinidad presentó un comportamiento no lineal respecto al contenido de refuerzo: inicialmente se incrementó de 26.13% para el PP prístino hasta 29.92% con 2 phr de sargazo, seguido de una disminución progresiva hasta alcanzar 20.72% con 10 phr. Los autores atribuyeron este resultado a una pobre interacción interfacial y la formación de microagregados, derivados de la incompatibilidad entre la matriz de PP hidrofóbica y las partículas de sargazo de naturaleza hidrofílica, lo cual afecta negativamente el ordenamiento de las cadenas poliméricas a mayores concentraciones de refuerzo [21].

Por otro lado, otros estudios han reportado el efecto opuesto en que la adición de partículas naturales actúan como agentes nucleantes, promoviendo la formación de regiones cristalinas en la matriz de PP. Por ejemplo, Nassar y col. (2022) reportaron un incremento significativo de la cristalinidad del PP al incorporar partículas tratadas de polvo de palma datilera (DPP), alcanzando hasta un 54.2% de cristalinidad con un 30% de contenido en peso de DPP cuando se usaron compatibilizantes funcionales, este aumento fue atribuido por los autores a dos factores principales: primero, la eliminación de componentes amorfos como ceras, lignina y hemicelulosa durante el procesamiento del refuerzo, lo que deja expuesta una mayor proporción de regiones celulósicas con estructura semicristalina, y segundo, la formación de enlaces químicos entre el refuerzo tratado y la matriz polimérica funcionalizada, lo cual favorece el

ordenamiento de las cadenas de PP y actúa como centro de nucleación para el crecimiento de cristales [65].

En este contexto, es evidente que la cristalinidad del PP reforzado no depende exclusivamente de la cantidad de partículas añadidas, sino también de su dispersión, compatibilidad superficial y de la eficiencia en la transferencia de esfuerzo en la interfase, así, el comportamiento observado en la Figura 3-11 no responde a una relación causa-efecto lineal, sino a un fenómeno multifactorial, condicionado por variables estructurales locales.

Finalmente, si bien el cálculo de cristalinidad relativa mediante la integración de los picos de DRX no representa la técnica más precisa para determinar la cristalinidad absoluta, constituye una herramienta útil para establecer tendencias comparativas dentro de una misma matriz experimental y bajo condiciones de análisis controladas [66].

3.7 Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

Los resultados obtenidos mediante el análisis FTIR permitieron realizar una caracterización cualitativa de los grupos funcionales presentes en las muestras, este análisis, complementado con información bibliográfica de estudios previos sobre materiales similares, facilitó la identificación e interpretación de las bandas características asociadas a cada grupo funcional, permitiendo su correlación con las moléculas presentes en la matriz experimental.

En la Figura 3-12 se presentan los espectros infrarrojos correspondientes al PP prístino y a las mezclas con refuerzo de sargazo en concentraciones de 0.5 a 2.5 phr, mientras que en la Figura 3-13 se muestran los espectros del PP prístino y de las formulaciones con concentraciones de 3 a 5 phr.

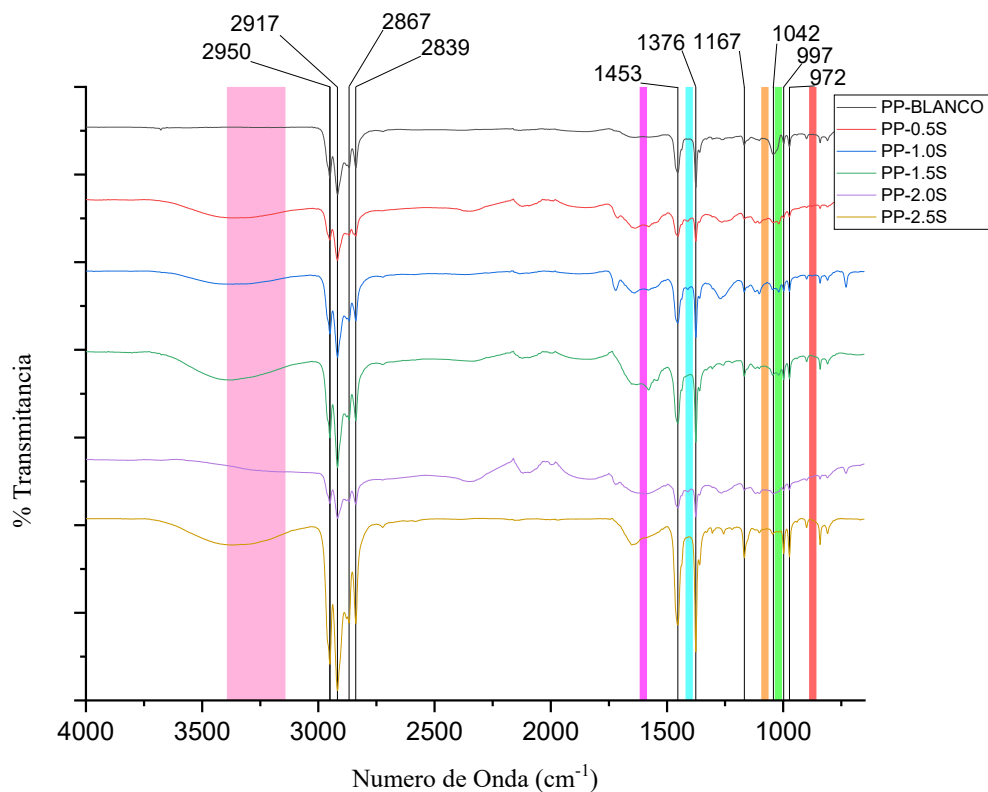


Figura 3-12 Espectrograma FTIR de muestras de blanco y de 1-5phr.

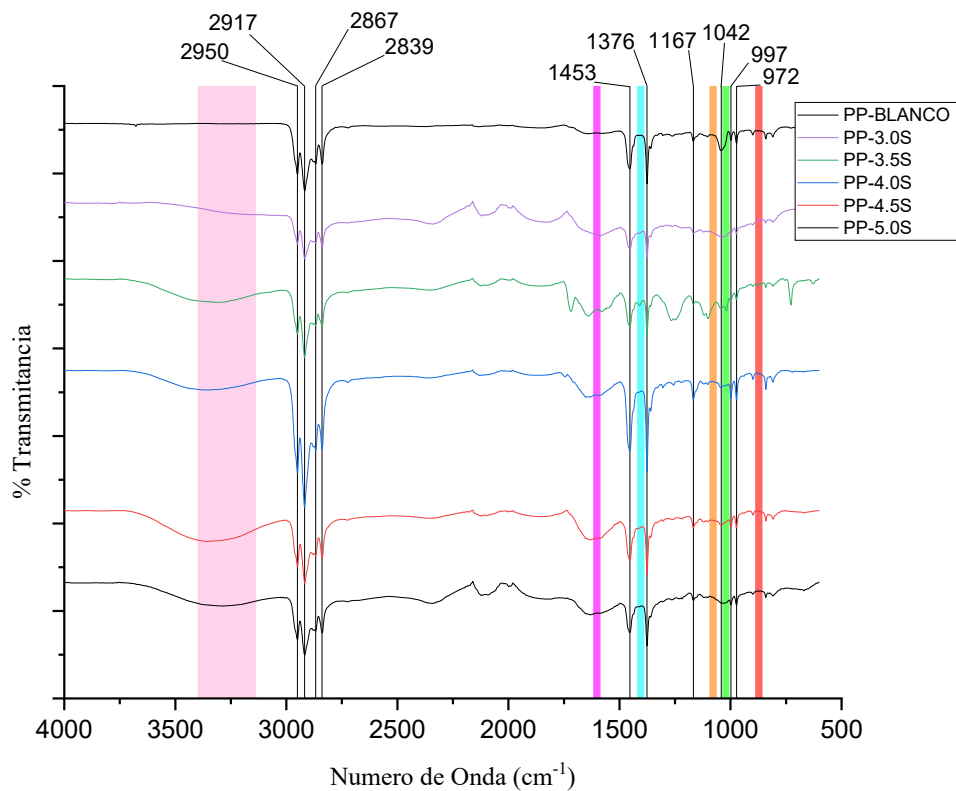


Figura 3-13 Espectrograma FTIR de muestras de blanco y de 3-5 phr.

En estos espectros se identificaron las bandas características del PP prístino, descritas en la Tabla 3.3, estas bandas permanecen presentes con intensidades similares en las muestras reforzadas, lo que sugiere que la incorporación del sargazo no altera significativamente la estructura molecular del PP en las concentraciones evaluadas, esto concuerda con lo reportado por Vallejo y col. (2023) [21]. En la investigación concluyen que la incorporación de sargazo sin agentes de compatibilización no modifica la arquitectura polimérica del PP, dado que predomina una interacción física entre fases. Cabe destacar que las partículas de sargazo utilizadas no fueron sometidas a tratamientos químicos o morfológicos, por lo que se esperaba una interacción mayormente física con la matriz polimérica, sin evidencia de reacciones químicas que alteraran la estructura del PP. No obstante, en los espectros de las muestras reforzadas se identificaron nuevas bandas, ausentes en el espectro del PP prístino, las cuales se destacan en las regiones coloreadas de las figuras. Estas señales adicionales corresponden a grupos funcionales presentes en los componentes orgánicos del sargazo, tales como celulosa, hemicelulosa, lignina, ácidos orgánicos y polisacáridos sulfatados, lo que evidencia su incorporación en el sistema compuesto. La asignación de dichas bandas se presenta en la Tabla 3.3.

Tabla 3.3 Picos presentes y zonas características del sargazo

Numero de onda (cm ⁻¹)	Asignacion	Grupo funcional correspondiente	Fase a la que corresponde
3267	Estiramiento O-H	Hidroxilos	Sargazo
2950	Estiramiento asimetrico C-H	-CH ₃	PP
2917	Estiramiento asimetrico C-H	-CH ₂	PP
2867	Estiramiento asimetrico C-H	-CH ₃	PP
2839	Estiramiento asimetrico C-H	-CH ₂	PP
1601	Estiramiento C=Caromatico o C=O conjug	Aromaticos / Grupos carbonil	Sargazo
1453	Deformacion de C-H	-CH ₂	PP
1404	Deformacion de O-H	Acidos carboxilicos	Sargazo
1376	Deformacion simetrica de CH ₃	-CH ₃	PP
1167	Vibracion C-C o C-CH ₃	Esqueleto de PP / Polisacarid	PP/Sargazo
1078	Estiramiento S=O	Fucoidano	Sargazo
1042	Estiramiento C-O-C	Alginato / Celulosa	PP/Sargazo
1020	Estiramiento C-N o C-O	Aminoacidos	Sargazo
997	Vibracion de esqueleto de C-C / C-CH ₃	Esqueleto de PP	PP
972	Vibracion de C-H (Orden isotactico)	PP isotactico	PP
872	Flexion C-H de unidades 1,3-disustituídas	Glucosa u otros azucars	Sargazo

Entre las señales más relevantes se encuentra una banda ancha alrededor de los 3267 cm^{-1} , vibraciones de estiramiento de enlaces O–H presentes en grupos hidroxilo (O–H), típicamente presentes en polisacáridos como celulosa, hemicelulosa y ácidos urónicos. Hernández et al. (2021) reportan que esta es una de las bandas más prominentes en el espectro FTIR del sargazo recolectado en distintas estaciones del año, señalando su relación con la abundancia de carbohidratos y aminos primarias, así como con la composición típica de las algas pardas, donde el alginato representa hasta el 40% del peso seco [32].

Asimismo, se identificó una banda en 1601 cm^{-1} , atribuida a estiramientos de enlaces dobles conjugados C=C o carbonilos conjugados C=O, comúnmente asociados a las vibraciones del anillo aromático de la lignina, esta señal ha sido relacionada con la presencia de compuestos aromáticos y carbonílicos propios de materiales lignocelulósicos, como lo confirma también el estudio de Hernández y col (2021), quienes indican que estos compuestos están presentes en el sargazo debido a su estructura vegetal y a procesos de degradación parcial tras su arribo a la costa [32].

Complementariamente, la banda observada a 1404 cm^{-1} se relaciona con deformaciones del enlace O–H en grupos carboxílicos, lo cual refuerza la hipótesis de que los ácidos orgánicos presentes en la biomasa algal han quedado parcialmente integrados dentro de la matriz polimérica tal y como lo mencionan Delfín y col. (2021) en su estudio [33].

Una de las evidencias más relevantes sobre la preservación de la complejidad química del sargazo se encuentra en la señal en 1078 cm^{-1} , atribuida al estiramiento de enlaces S=O, indicativo de grupos sulfato presentes en fucoidano, este polisacárido sulfatado ha sido identificado como uno de los componentes bioactivos más representativos del sargazo, tal y como lo define Hernández y col.(2021) [32], su detección en el espectro FTIR permite confirmar que, a pesar de la ausencia de tratamiento químico previo, parte de su estructura bioquímica se mantiene dentro del sistema compuesto.

En cuanto al PP prístino, se observa un pico nítido en 1042 cm^{-1} , correspondiente al estiramiento de enlaces C–C y C–CH₃, típico de la estructura semicristalina del polipropileno

isotáctico. Esta señal es característica de la vibración del esqueleto carbonado en cadenas alifáticas no funcionalizadas (Stuart, 2004) [39], sin embargo, en las formulaciones reforzadas con sargazo, este pico disminuye notablemente en intensidad, dando lugar a una banda más ancha y desplazada hacia frecuencias más bajas ($\sim 1020\text{ cm}^{-1}$). Este fenómeno se atribuye al enmascaramiento o solapamiento espectral por la presencia de compuestos oxigenados y nitrogenados del sargazo, en particular por vibraciones C–O y C–N de polisacáridos y aminoácidos presentes en su matriz orgánica (Hernández et al., 2021) [32].

El carácter amplio y poco definido de esta nueva banda sugiere que múltiples grupos funcionales están contribuyendo simultáneamente a la absorción, lo cual es coherente con la composición heterogénea del sargazo, que incluye ésteres, alcoholes, aminas y anillos de azúcar [39].

Finalmente, la presencia de una señal en 872 cm^{-1} , correspondiente a vibraciones de flexión C–H de unidades 1,3-disustituídas, indica la presencia de azúcares simples como glucosa, constituyentes básicos de las paredes celulares de las algas pardas, esta banda, frecuentemente atribuida a polisacáridos estructurales, refuerza la confirmación espectroscópica de residuos con carbohidratos en el compuesto Hernández y col. (2021) [32].

3.8 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Tras realizar la prueba de fractura por impacto izod, se examinó en detalle la zona de fractura de las probetas para evaluar la eficiencia del procesamiento y la influencia de los parámetros.

La Figura 3-14 muestra la zona de fractura de la probeta del PP prístino, se observa una cohesión deficiente entre las capas depositadas durante la deposición de material, lo que resultó en una fractura predominantemente frágil, caracterizada por una superficie irregular, presencia de astillas y alta porosidad interlaminar. Estos defectos se atribuyen a una pobre adhesión inter e intralaminar asociada a una coalescencia deficiente entre filamentos, proceso crítico en FDM que depende del entrelazamiento molecular y de las condiciones térmicas locales durante la deposición [22].

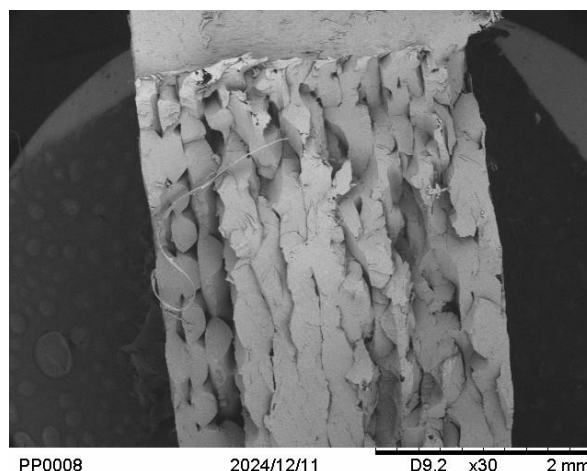


Figura 3-14 Microscopia SEM de la zona de fractura de una probeta del PP prístino.

La Figura 3-15 correspondiente a la muestra PP-1.0S muestra una mejora leve en la uniformidad de la fractura, con presencia de cavidades semiesféricas asociadas potencialmente a la aglomeración de partículas de sargazo. Estas cavidades se consideran vacíos del tipo intra-filamento, típicos en materiales compuestos impresos por FDM, donde la inclusión de refuerzo natural genera discontinuidades locales por falta de humectación o dispersión deficiente como se demuestra en el trabajo de Ismail y col. (2022) [22]. Este tipo de vacíos no solo actúan como concentradores de esfuerzos, sino que también interfieren con la continuidad estructural del filamento depositado, debilitando los enlaces intralaminares que son críticos para la resistencia al impacto.

Además, parte de estas cavidades se atribuyen a la formación de huecos de crecimiento parcial del cuello, fenómeno característico en procesos de FDM, que se refieren a vacíos que aparecen debido a una coalescencia incompleta entre filamentos adyacentes.

En el caso del compuesto 1 phr, la presencia del refuerzo de sargazo, sumada a las limitaciones inherentes del PP para lograr una humectación adecuada, parece haber exacerbado este fenómeno, como reporta Wickramasinghe y col. (2020), la dispersión no uniforme de refuerzos en FDM promueve la generación de sitios de pobre contacto interfilamento, favoreciendo tanto la formación de huecos parciales de crecimiento del cuello como la nucleación de defectos que se propagan bajo carga mecánica [7].

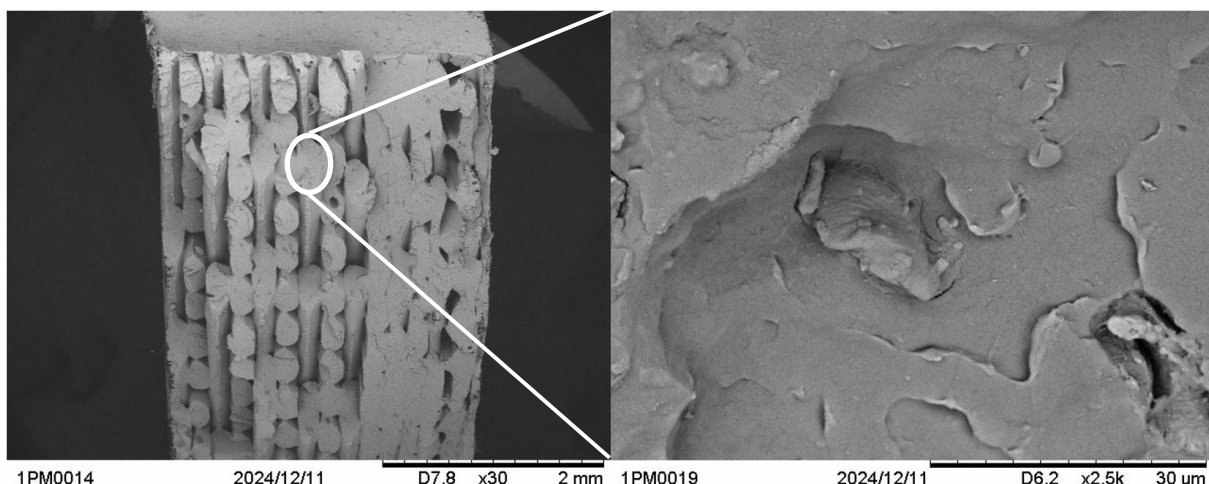


Figura 3-15 Microscopia SEM de la zona de fractura de la probeta PP-1 phr

Al aumentar la concentración de refuerzo (PP-2 phr y PP-3 phr, Figuras 3.16 y 3.17), se observó una mayor heterogeneidad en la zona de fractura, caracterizada por cavidades más pronunciadas y una distribución irregular. Ismail y col.(2022) [22] atribuyen este comportamiento al incremento en el contenido de vacíos estructurales, como los 'huecos de crecimiento parcial del cuello en FDM', los cuales corresponden a espacios vacíos que se forman cuando la coalescencia entre filamentos adyacentes es incompleta, o bien a microcavidades generadas por el encapsulamiento de aire durante el enfriamiento rápido del filamento fundido.

Las cavidades que se identificaron presentaron una morfología esférica o elíptica, las cuales, en algunos casos, se encontraron vacías, sugiriendo que contenían previamente aglomeraciones de partículas de sargazo que se desprendieron durante la fractura generada en la prueba de impacto Izod.

Este fenómeno también ha sido descrito por Yee Ai Tan y col. (2023) [67], quien asocia la formación de cavidades similares a las características propias del proceso de manufactura por FDM.

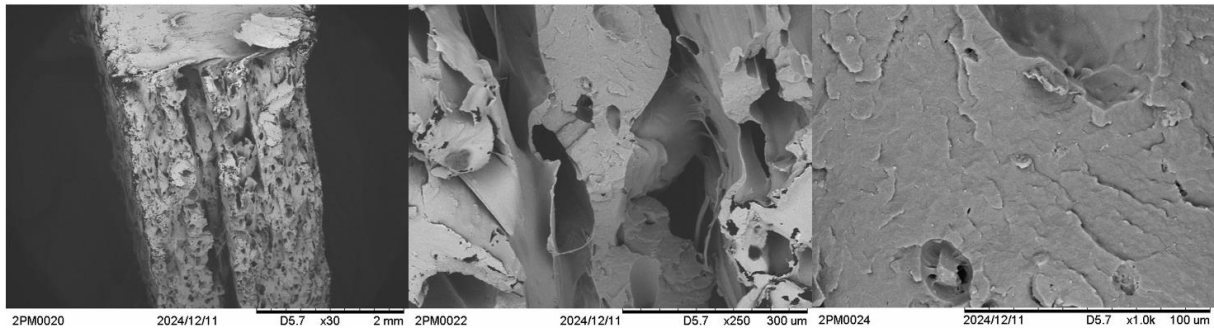


Figura 3-16 Microscopia SEM de la zona de fractura de la probeta PP-2 phr.

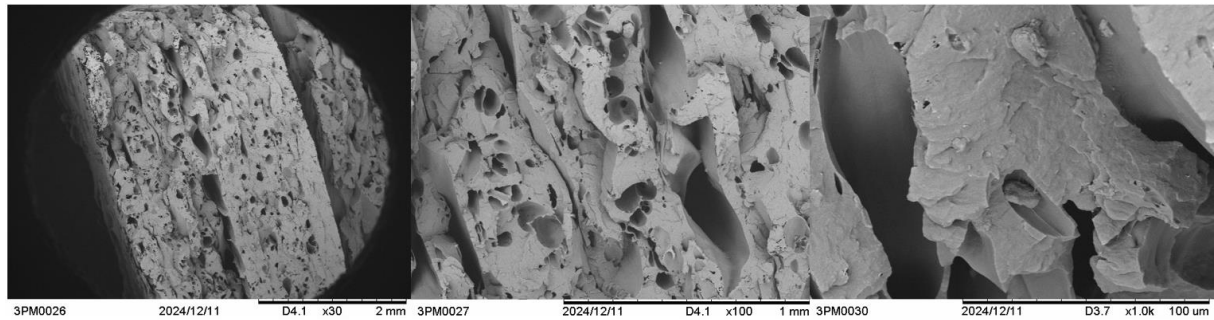


Figura 3-17 Microscopia SEM de la zona de fractura de la probeta PP-3 phr.

En el compuesto de 4 phr (Figura 3-18), se aprecia una ligera mejora en la cohesión entre capas, manifestada en una reducción del tamaño de las cavidades, esta morfología indica una mejora particular en la dispersión del refuerzo o una alineación favorable del flujo de deposición. No obstante, no se descarta la formación de zonas ricas en matriz o en refuerzo, lo cual ha sido documentado como un mecanismo común en la generación de porosidad en FDM, especialmente en filamentos compuestos con partículas de origen natural como lo reportado por Wickramasinghe y col. (2020) [7].

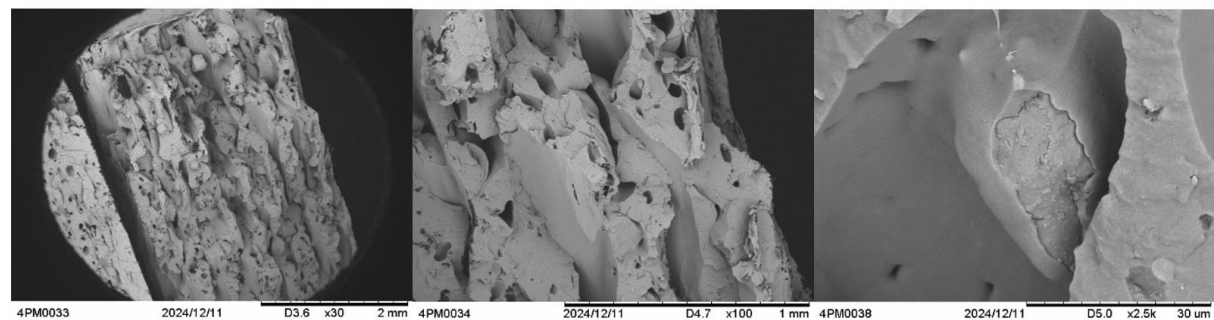


Figura 3-18 Microscopia SEM de la zona de fractura de la probeta PP-4 phr.

La morfología observada en el compuesto de 5 phr (Figura 3-19) evidencia un patrón más homogéneo, con cavidades más dispersas y menor cantidad, lo cual se asocia a una mejor impregnación o compatibilidad entre fases, sin embargo, en estudios previos como el trabajo de Wickramasinghe y col. (2020) [7], se ha documentado que la mejora visual en la microestructura no necesariamente se traduce en una mejora mecánica, ya que existen zonas ricas en refuerzo mal anclado, lo que genera fenómenos como el desanclaje o desprendimiento del refuerzo (pull-out) y la propagación prematura de grietas bajo carga.

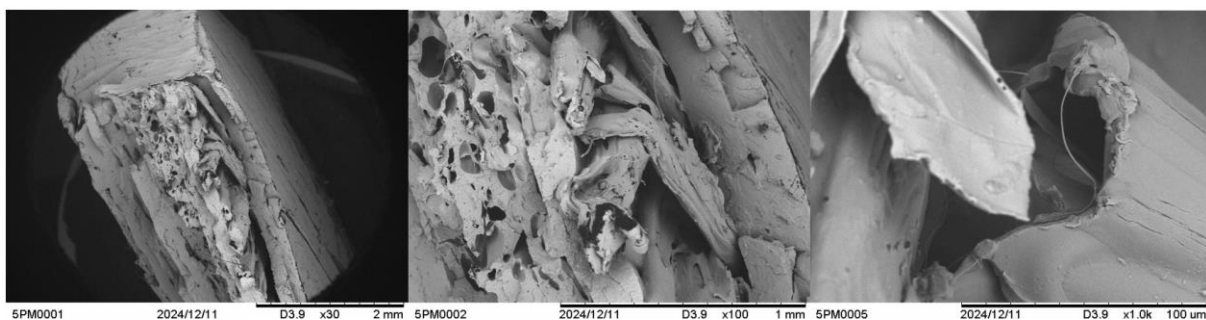


Figura 3-19 Microscopia SEM de la zona de fractura de la probeta PP-5 phr.

Finalmente, la Figura 3.20 resume los cambios en la morfología de fractura conforme se incrementa la concentración de sargazo, la observación sistemática de cavidades asociadas a huecos de estrangulamiento deficientes, falta de impregnación y aglomerados confirma que la eficiencia del procesamiento por FDM de compuestos PP-sargazo está fuertemente influenciada por la dispersión del refuerzo y por el control térmico del proceso.

La presencia de micro cavidades ha sido identificada como uno de los principales factores responsables de la debilidad mecánica en piezas FDM, afectando no solo las propiedades estructurales, sino también la funcionalidad de sellado en aplicaciones donde se requiere estanqueidad Wickramasinghe y col. (2020) [7].

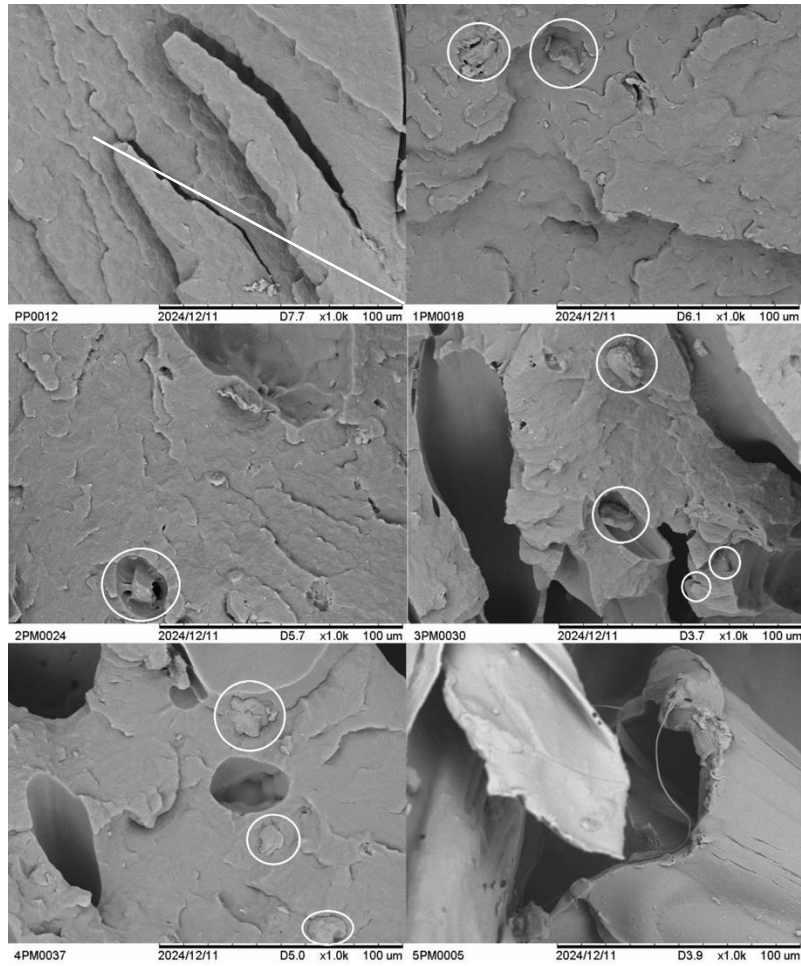


Figura 3-20 Identificación de las partículas de sargazo, en las probetas de a) Blanco, b) PP-1.0S, c) PP-2.0S, d) PP-3.0S, e) PP-4.0S, f) PP-5.0S.

4 Conclusiones

Los resultados obtenidos confirman que la incorporación de las partículas de sargazo en filamentos de PP modifica las propiedades térmicas, mecánicas y estructurales de los composites, sin embargo, estos efectos no siguen un patron lineal y presentan una alta variabilidad. En cuanto al proceso de impresión por FDM, se enfrentaron desafíos inherentes a la naturaleza del PP, como su elevada contracción térmica y el pandeo de las piezas, particularmente bajo condiciones de relleno al 100%, aunque las estrategias de adhesión mitigaron parcialmente estos efectos, el fenómeno de pandeo persistió, especialmente en las muestras de PP prístino, la incorporación de partículas de sargazo actuó como una barrera térmica, disminuyendo este defecto en concentraciones intermedias.

La mejora en la estabilidad dimensional y en las propiedades mecánicas de las piezas impresas requiere la optimización conjunta de la formulación del compuesto y de los parámetros de impresión, tales como la temperatura de cama, la velocidad de extrusión y la densidad de relleno.

La adición de partículas de sargazo impactó significativamente las propiedades mecánicas y térmicas del PP, el DMA reveló que, a bajas concentraciones (1.5–2.5 phr), el módulo de almacenamiento (E') se incrementó hasta en un 35% respecto al PP prístino, indicando una mejora en la rigidez del material, sin embargo, a concentraciones mayores, la formación de aglomerados provocó una disminución en las propiedades mecánicas, confirmando una relación no proporcional entre el contenido de refuerzo y el comportamiento del compuesto.

Por otra parte, los resultados de TGA demostraron que la adición de sargazo modificó la estabilidad térmica del material. Se observó un aumento en la temperatura de inicio de descomposición en ciertas formulaciones, destacando un incremento de 50 °C en la concentración de 1.5 phr. Sin embargo, los efectos no fueron proporcionales a la cantidad de refuerzo añadido, lo que indica que factores como la interacción matriz-refuerzo y la dispersión heterogénea juegan un papel determinante.

En cuanto a la estructura cristalina, se confirmó la presencia predominante de la fase α típica del PP isotáctico. No obstante, el grado de cristalinidad varió de forma irregular con el aumento en la concentración del refuerzo: se registró una disminución de hasta un 6 % en la formulación con 2 phr y un ligero incremento del 1 % en la de 5 phr. Estos cambios se atribuyen a la interferencia de las partículas de sargazo en el ordenamiento de las cadenas poliméricas.

Las observaciones realizadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) evidenciaron la formación de cavidades estructurales asociadas a aglomeraciones por una dispersión no homogénea del refuerzo y a la naturaleza del proceso FDM.

En conjunto, los resultados de esta investigación destacan la viabilidad de incorporar partículas de sargazo en matrices de PP para aplicaciones de fabricación aditiva, siempre que se mantengan concentraciones de refuerzo moderadas (2–3% en peso) y se optimicen tanto la formulación del filamento como las condiciones de procesamiento, para futuros desarrollos, se recomienda explorar el uso de agentes compatibilizantes, tratamientos superficiales del sargazo, o el ajuste de perfiles térmicos controlados que favorezcan una degradación parcial de la hemicelulosa, preservando la lignina y la celulosa para mejorar la compatibilidad interfacial sin afectar la procesabilidad.

Finalmente, es importante señalar que las propiedades finales de las piezas impresas por FDM, tanto en este estudio como en cualquier sistema basado en filamentos reforzados, dependen de múltiples factores que son difíciles de controlar plenamente, variables como la dispersión del refuerzo durante la extrusión del filamento, la distribución del material durante la impresión y la interacción interfacial matriz-partícula influyen de manera significativa en el desempeño del material compuesto.

Por lo tanto, los valores reportados deben interpretarse como el resultado de un análisis estadístico dentro de la matriz experimental propuesta, y no como parámetros absolutos. La obtención de propiedades específicas y reproducibles en materiales compuestos impresos por FDM requiere una optimización integral de la formulación del filamento y de las condiciones

de impresión, orientada a mejorar la homogeneidad de la dispersión del refuerzo y el control del proceso de manufactura.

Bibliografía

- [1] Hull, C. W. (1986). *Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography* (U.S. Patent No. 4,575,330). U.S. Patent and Trademark Office.
- [2] Crump, S. (1992). *Apparatus and method for creating three-dimensional objects* (U.S. Patent No. 5,121,329). U.S. Patent and Trademark Office.
- [3] Gonzáles, C. M. (2020, enero). Infographic: The history of 3D printing. *ASME*.
<https://www.asme.org/topics-resources/content/infographic-the-history-of-3d-printing>
- [4] Xue, H., Fang, K., Zhang, K., Tian, G., & Tian, C. (2023). Multi-material 3D-printing nozzle design based on the theory of inventive problem solving and knowledge graph. *Designs*, 7(103), 1–15.
<https://doi.org/10.3390/designs7030103>
- [5] Wang, G., Huo, Y., Zhao, W., & Liu, Z. (2017). Research on precise control of 3D print nozzle temperature in PEEK material. *AIP Conference Proceedings*, 1980(1), 020012. <https://doi.org/10.1063/1.5044388>.
- [6] Iftekar, S. F., Aabid, A., Amir, A., & Baig, M. (2023). Advancements and limitations in 3D printing materials and technologies: A critical review. *Polymers*, 15(11), 2519.
<https://doi.org/10.3390/polym15112519>
- [7] Do, T., Tran, P., & Wickramasinghe, S. (2020). FDM-based 3D printing of polymer and associated composite: A review on mechanical properties, defects and treatments. *Polymers*, 12(7), 1529.
<https://doi.org/10.3390/polym12071529>
- [8] Silva, A. F., Gomes, R., & Carneiro, O. S. (2015). Fused deposition modeling with polypropylene. *Materials & Design*, 83, 768–776. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.06.053>
- [9] MatWeb. (n.d.). Braskem FL105PP 3D printing polypropylene filament. *MatWeb*.
<https://www.matweb.com/search/datasheettext.aspx?matguid=4487f8868d2a430fba59a357beda508f>
- [10] Barbosa, S. E., & Etcheverry, M. (2012). Glass fiber reinforced polypropylene mechanical properties enhancement by adhesion improvement. *Materials*, 5(6), 1084–1113. <https://doi.org/10.3390/ma5061084>
- [11] Bayram, A., Karahan, M., Karagöz, S., & Ari, A. (2022). Comparison of the mechanical properties of chopped glass, carbon, and aramid fiber reinforced polypropylene. *Polymers and Polymer Composites*, 30(1), 1–13. <https://doi.org/10.1177/09673911221091585>
- [12] Lemoine, P., Archer, E., McIlhagger, A., & Ralph, C. (2019). Mechanical properties of short basalt fibre reinforced polypropylene and the effect of fibre sizing on adhesion. *Composites Part B: Engineering*, 176, 107260. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107260>
- [13] Vilaseca, F., Méndez, J. A., Espinach, F. X., Aguado, R. J., Delgado-Aguilar, M., Mutjé, P., & Vallejos, M. E. (2023). Response of polypropylene composites reinforced with natural fibers: Impact strength and water-uptake behaviors. *Polymers*, 15(4), 900. <https://doi.org/10.3390/polym15040900>
- [14] Akhtar, M. N., Radzi, M. K. F., Ismail, N. F., Raza, M. R., Muhamad, N., Khan, M. A., & Akhtar, M. N. (2016). Influence of alkaline treatment and fiber loading on the physical and mechanical properties of kenaf/polypropylene composites for variety of applications. *Progress in Natural Science: Materials International*, 26(6), 657–664. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2016.11.003>
- [15] Monteiro, D. F. J., Mothé, M. G., & Mothé, C. G. (2016). Dynamic mechanical and thermal behavior analysis of composites based on polypropylene recycled with vegetal leaves. *Materials Sciences and Applications*, 7(7), 349–357. <https://doi.org/10.4236/msa.2016.77032>
- [16] Han, S. O., Sim, I. N., Kim, H. I., & Jang, Y. H. (2013). Pretreatment effects of seaweed on the thermal and mechanical properties of seaweed/polypropylene biocomposites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 47, 83–90. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.12.007>
- [17] Fajardo Seminario, C., & Paltán Zhingre, J. (2020). Comportamiento reológico de un material compuesto bio-basado: Polipropileno reforzado con fibras naturales. En *5to Congreso Internacional de Ciencia, Tecnología e Innovación para la Sociedad*. Universidad Politécnica Salesiana, Cuenca, Ecuador.
- [18] Alam, A. K. M. M., Quaiyyum, M. A., & Shubhra, Q. T. H. (2013). Mechanical properties of polypropylene composites: A review. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 26(3), 362–391.
<https://doi.org/10.1177/0892705711423296>

- [19] Tasdemir, M. (2017). Effects of olive pit and almond shell powder on polypropylene. *Key Engineering Materials*, 733, 65–68. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.733.65>
- [20] Salazar-Cruz, B. A., Chávez-Cinco, M. Y., Morales-Cepeda, A. B., Ramos-Galván, C. E., & Rivera-Armenta, J. L. (2022). Evaluation of thermal properties of composites prepared from pistachio shell particles treated chemically and polypropylene. *Molecules*, 27(2), 426. <https://doi.org/10.3390/molecules27020426>
- [21] Aragón-Vallejo, J. D., Salazar-Cruz, B. A., Chávez-Cinco, M. Y., Rivera-Armenta, J. L., & Espindola-Flores, A. C. (2023). Novel polypropylene–sargassum particles composites: Evaluation of thermal and thermomechanical properties. *Journal of Composites Science*, 7(11), 455. <https://doi.org/10.3390/jcs7110455>
- [22] Yap, T. C., Ahmed, R., & Ismail, K. I. (2022). 3D-printed fiber-reinforced polymer composites by fused deposition modelling (FDM): Fiber length and fiber implementation techniques. *Polymers*, 14(21), 4659. <https://doi.org/10.3390/polym14214659>
- [23] Li, Y., Liu, S., & Li, N. (2016). Rapid prototyping of continuous carbon fiber reinforced polylactic acid composites by 3D printing. *Journal of Materials Processing Technology*, 238, 218–225. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.07.025>
- [24] Stoof, D., Pickering, K. L., & Milosevic, M. (2017). Characterizing the mechanical properties of fused deposition modelling natural fiber recycled polypropylene composites. *Journal of Composites Science*, 1(1), 7. <https://doi.org/10.3390/jcs1010007>
- [25] Atencio Martinez, C. L., Maranon, A., Hernandez, C., Michaud, V., Porras, A., & Morales, M. A. (2021). Development and characterization of rice husk and recycled polypropylene composite filaments for 3D printing. *Polymers*, 13(7), 1067. <https://doi.org/10.3390/polym13071067>
- [26] Garcia, P. (Ed.). (2016). *Polypropylene: Properties, uses, and benefits*. Nova Science Publishers.
- [27] Ramos de Valle, L. F. (1993). *Extrusión de plásticos: Principios básicos*. Limusa.
- [28] Kristiawan, R. B., Imaduddin, F., Ariawan, D., Ubaidillah, & Arifin, Z. (2021). A review on the fused deposition modeling (FDM) 3D printing: Filament processing, materials, and printing parameters. *Open Engineering*, 11(1), 639–649. <https://doi.org/10.1515/eng-2021-0064>
- [29] Atkinson, J. R., & Barber, P. (1974). The use of tensile tests to determine the optimum conditions for butt fusion welding certain grades of polyethylene, polybutene-1 and polypropylene pipes. *Journal of Materials Science*, 9(9), 1456–1466. <https://doi.org/10.1007/BF00552932>
- [30] Patti, D., & Acierno, A. (2023). Fused deposition modelling (FDM) of thermoplastic-based filaments: Process and rheological properties—An overview. *Materials*, 16(23), 7664. <https://doi.org/10.3390/ma16237664>
- [31] Guedes, P. M., Baeta-Neves, M. H., Oliveira, E. N., & de Széchy, M. T. M. (2012). Verification of *Sargassum natans* (Linnaeus) Gaillon (Heterokontophyta: Phaeophyceae) from the Sargasso Sea off the coast of Brazil, western Atlantic Ocean. *Check List*, 8(4), 638–641. <https://doi.org/10.15560/8.4.638>
- [32] Melchor-Martínez, E. M., Carrillo-Nieves, D., Parra-Saldívar, R., Iqbal, H. M. N., & Saldarriaga-Hernández, S. (2021). Seasonal characterization and quantification of biomolecules from sargassum collected from Mexican Caribbean coast – A preliminary study as a step forward to blue economy. *Journal of Environmental Management*, 298, 113–120. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2021.113520>
- [33] Freile-Pelegrín, Y., Salazar-Garibay, A., Serviere-Zaragoza, E., Méndez-Rodríguez, L. C., Robledo, D., & Vázquez-Delfín, E. (2021). Species composition and chemical characterization of *Sargassum* influx at six different locations along the Mexican Caribbean coast. *Science of the Total Environment*, 795, 148–157. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.148157>
- [34] Menard, K. P. (2008). *Dynamic mechanical analysis: A practical introduction* (2nd ed.). CRC Press.
- [35] Gugliotta, L. M., & Meira, G. R. (2019). *Polímeros: Introducción a su caracterización y a la ingeniería de la polimerización*. Ediciones UNL, Universidad Nacional del Litoral.
- [36] Menczel, J. D., & Prime, R. B. (Eds.). (2008). *Thermal analysis of polymers: Fundamentals and applications* (1st ed.). John Wiley & Sons.
- [37] Callister, W. D., & Rethwisch, D. G. (2018). *Materials science and engineering: An introduction* (10th ed.). Wiley.

- [38] Alexander, L. E. (1969). *X-ray diffraction methods in polymer science*. Wiley-Interscience.
- [39] Stuart, B. H. (2004). *Infrared spectroscopy: Fundamentals and applications*. John Wiley & Sons.
- [40] Noguez Amaya, M. E., & González Mancera, G. (2006). *Principios de microscopía electrónica de barrido y microanálisis por rayos X característicos* (1ª ed.). Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM).
- [41] Rawlings, R. D., & Matthews, F. L. (2000). *Materiales compuestos* (1ª ed.). Acribia.
- [42] Indelpro. (2021). *Profax 6331 homopolímero de polipropileno para usos generales y fibra* [Ficha técnica]. Indelpro, S.A. de C.V.
- [43] Secretaría de Ecología y Medio Ambiente de Quintana Roo (SEMAQROO). (2023). *Marco normativo*. <https://sargazo2023.semaqroo.gob.mx/marco-normativo/>
- [44] Arteaga Vásquez, A. M., & Demarquette, N. R. (2007). Propiedades reológicas del polipropileno en flujos elongacionales y de cizallamiento. *Scientia et Technica*, 13(36), 397–400. <https://doi.org/10.22517/23447214.3607>
- [45] Caicedo, C., Crespo-Delgado, L. M., De La Cruz-Rodríguez, H., & Álvarez-Jaramillo, N. A. (2017). Propiedades termo-mecánicas del polipropileno: Efectos durante el reprocesamiento. *Ingeniería, Investigación y Tecnología*, 18(3), 245–252. <https://doi.org/10.22201/fi.25940732e.2017.18n3.031>
- [46] Lagos, R. F., Aizpun, M., & Alvarez, K. L. (2016). Influence of infill parameter on the mechanical resistance in 3D printing, using the fused deposition modeling method. *Ingeniare. Revista chilena de ingeniería*, 24(5), 17–24. https://scielo.conicyt.cl/scielo.php?pid=S0718-33052016000500003&script=sci_arttext
- [47] López-Barroso, J., Ramos-Galván, C. E., Salazar-Cruz, B. A., Chávez-Cinco, M. Y., Rivera-Armenta, J. L., & Flores-Hernández, C. G. (2024). Development of a composite filament based on polypropylene and garlic husk particles for 3D printing applications. *Applied Sciences*, 14(19), 9139. <https://doi.org/10.3390/app14199139>
- [48] Nóbrega, J. M., Samyn, P., Covas, J. A., & Taheri, H. (2014). The effect of temperature and drawing ratio on the mechanical properties of polypropylene monofilaments. *AIP Conference Proceedings*, 1593(1), 80–85. <https://doi.org/10.1063/1.4873739>
- [49] Phillips 66 Company. (2019). *Thermoforming process guide – Polypropylene COPYLENE™* [Technical report]. Phillips 66. <https://products.phillips66.com/media/Copylene-Thermoforming-Process-Guide.pdf>
- [50] Kim, S. Y., & Lim, J. Y. (2002). High-modulus, high-strength, thick polypropylene monofilament production: Response surface analysis approach. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 41(10), 1175–1182. <https://doi.org/10.1002/polb.10291>
- [51] Spalding, M. A., Pavlicek, C. L., & Crabtree, S. L. (2008). Single-screw extruder zone temperature selection for optimized performance. *ANTEC 2008 Proceedings*, 1410–1415. <https://www.researchgate.net/publication/289884485>
- [52] Chan, M. Y., Koay, S. C., Ong, T. K., & Tan, Y. A. (2023). 3D polymer composite filament development from post-consumer polypropylene and disposable chopstick fillers. *Journal of Vinyl and Additive Technology*. <https://doi.org/10.1002/vnl.22038>
- [53] Sreekala, M. S., Thomas, S., & George, J. (2001). A review on interface modification and characterization of natural fiber reinforced plastic composites. *Polymer Engineering & Science*, 41(9), 1471–1485. <https://doi.org/10.1002/pen.10804>
- [54] Ryszkowska, J., & Salasinska, K. (2015). The effect of filler chemical constitution and morphological properties on the mechanical properties of natural fiber composites. *Composite Interfaces*, 22(1), 39–50. <https://doi.org/10.1080/09276440.2014.906602>
- [55] Salazar-Cruz, B. A., Espindola-Flores, A. C., Villarreal-Lucio, D. S., De León-Almazán, C. M., Estrada-Martínez, J., & Rivera-Armenta, J. L. (2022). Thermal and thermomechanical characterization of polypropylene-seed shell particles composites. *Applied Sciences*, 12(3), 1500. <https://doi.org/10.3390/app12031500>
- [56] Safiuddin, M., Al Mamun, M. A., Alavi, A. H., Mahmoud, A. M. M., Kishawy, H. A., & Sobhy, A. (2022). A review on natural fiber reinforced polymer composites (NFRPC) for sustainable industrial applications. *Polymers*, 14(3), 514. <https://doi.org/10.3390/polym14030514>

- [57] Tzoganakis, C., Mekonnen, T. H., & Esmizadeh, E. (2020). Degradation behavior of polypropylene during reprocessing and its biocomposites: Thermal and oxidative degradation kinetics. *Polymers*, 12(8), 1627. <https://doi.org/10.3390/polym12081627>
- [58] Guadagno, L., Raimondo, M., Santonicola, M. G., Toto, E., Vecchio Cipriotti, S., & Barra, G. (2023). A comprehensive review on the thermal stability assessment of polymers and composites for aeronautics and space applications. *Polymers*, 15(18), 3786. <https://doi.org/10.3390/polym15183786>
- [59] Calado, V., Rodriguez, R. J. S., Margem, F. M., & Monteiro, S. N. (2012). Thermogravimetric behavior of natural fibers reinforced polymer composites—An overview. *Materials Science and Engineering: A*, 557, 17–28. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.109>
- [60] Kong, F., Li, Z., Zhang, J., Zhao, X., Yin, Q., Xing, D., Li, P., & Tao, Y. (2021). A review on voids of 3D printed parts by fused filament fabrication. *Journal of Materials Research and Technology*, 15, 4860–4879. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.09.004>
- [61] Ji, H., et al. (2019). Effects of solid-state stretching on microstructure evolution and physical properties of isotactic polypropylene sheets. *Polymers*, 11(4), 650. <https://doi.org/10.3390/polym11040650>
- [62] Jia, J., & Raabe, D. (2008). Crystallinity and crystallographic texture in isotactic polypropylene during deformation and heating. *Polymer*, 49(24), 5276–5283. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2008.10.023>
- [63] Quiroz Cardoza, D. (2022). *Estudio y caracterización del sargazo para uso y disposición* [Tesis de maestría, Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV)]. CIMAV.
- [64] George, J., & Bhattacharyya, D. (2021). Biocarbon reinforced polypropylene composite: An investigation of mechanical and filler behavior through advanced dynamic atomic force microscopy and X-ray micro CT. *eXPRESS Polymer Letters*, 15(3), 224–235. <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2021.19>
- [65] Nassar, M. M. A., Abu Tarboush, B. J., Alzebeideh, K. I., Al-Hinai, N., & Pervez, T. (2022). New synthesis routes toward improvement of natural filler/synthetic polymer interfacial crosslinking. *Polymers*, 14(3), 629. <https://doi.org/10.3390/polym14030629>
- [66] Karacan, İ., & Benli, H. (2011). An X-ray diffraction study for isotactic polypropylene fibres produced with take-up speeds of 2500–4250 m/min. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 21(3), 201–209. <https://www.tekstilvekonfeksiyon.com.tr>
- [67] Tan, Y. A., Chan, M. Y., Koay, S. C., & Ong, T. K. (2023). Desarrollo de filamentos compuestos de polímero 3D a partir de polipropileno posconsumo y rellenos de palillos desechables. *Journal of Vinyl and Additive Technology*. <https://doi.org/10.1002/vnl.22038>
- [68] Society of Manufacturing Engineers (SME). (2018). *Medical additive manufacturing/3D printing*. SME.
- [69] Schöffner, B., Fadell, B. G., & Redwood, T. (2017). *The 3D printing handbook: Technologies, design, and applications*. Coers & Roest.
- [70] Newell, J. A. (2009). *Essentials of modern materials science and engineering*. John Wiley & Sons.
- [71] Nielsen, L. F. (2005). *Composite materials*. Springer.
- [72] Li, Y., Song, W., Yee, K., Lee, K.-Y., Tagarielli, V. L., & Song, Y. (2017). Measurements of the mechanical response of unidirectional 3D-printed PLA. *Materials & Design*, 123, 154–164. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.03.005>
- [73] Samujlo, B. (2020). The effect of the aging process on selected properties of polypropylene modified by natural fillers. *Advances in Science and Technology Research Journal*, 14(4), 139–147. <https://doi.org/10.12913/22998624/127215>
- [74] Salazar-Cruz, B. A. (2022). Evaluation of thermal properties of composites prepared from pistachio shell particles treated chemically and polypropylene. *Molecules*, 27(2), 426. <https://doi.org/10.3390/molecules27020426>
- [75] Del Pino-Pérez, L. A. M., Velasco-Ocejo, H. A., Rivera-Armenta, J. L., Espindola-Flores, A. C., & Villalobos-Neri, E. E. (2022). Preparation and evaluation of thermal properties of composites based on polypropylene reinforced with garlic husk particles (GHP). *Journal of Natural Fibers*, 20(1), 1–12. <https://doi.org/10.1080/15440478.2021.1884061>
- [76] Han, S. O., Sim, N., Kim, H. I., & Jang, Y. H. (2012). Pretreatment effects of seaweed on the thermal and mechanical properties of seaweed/polypropylene biocomposites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 47, 83–90. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.12.007>

- [77] Zhong, J., Gu, Y., Li, G., Cui, J., & Wang, S. (2020). Mechanical properties, flame retardancy, and thermal stability of basalt fiber reinforced polypropylene composites. *Polymer Composites*, 41(12), 5310–5320. <https://doi.org/10.1002/pc.25719>
- [78] Barbosa, S. E., & Etcheverry, M. (2012). Glass fiber reinforced polypropylene mechanical properties enhancement by adhesion improvement. *Materials*, 5(6), 1084–1113. <https://doi.org/10.3390/ma5061084>
- [79] Salazar-Cruz, B. A., Chávez-Cinco, M. Y., Rivera-Armenta, J. L., Espindola-Flores, A. C., & Aragón-Vallejo, J. D. (2023). Novel polypropylene–sargassum particles composites: Evaluation of thermal and thermomechanical properties. *Composites Science*, 7(11), 445. <https://doi.org/10.3390/jcs7110445>
- [80] Velasco-Santos, C., Hernandez-Zea, A. L., Gomez-Guzman, O., Yañez-Limon, J. M., Rivera-Armenta, J. L., Martinez-Hernandez, A. L., & Flores-Hernandez, C. G. (2020). Low concentrations for significant improvements in thermal and thermomechanical properties of poly (lactic acid)–keratin biocomposites obtained by extrusion and 3D printing. *Journal of Natural Fibers*, 17(12), 1715–1728. <https://doi.org/10.1080/15440478.2019.1598923>
- [81] Cheng, Y., Ye, W., Zhang, D., Li, J., Miao, Z., Rudykh, S., & Dou, H. (2020). Effect of process parameters on tensile mechanical properties of 3D printing continuous carbon fiber-reinforced PLA composites. *Materials*, 13(17), 3850. <https://doi.org/10.3390/ma13173850>
- [82] Dutta, A., & Ghosh, A. K. (2017). Investigation on γ -irradiated PP/ethylene acrylic elastomer TPVs by rheological and thermal approaches. *Radiation Physics and Chemistry*, 146, 52–60. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2017.11.007>
- [83] Crespo-Delgado, L. M., De La Cruz-Rodríguez, H., Álvarez-Jaramillo, N. A., & Caicedo, C. (2017). Propiedades termo-mecánicas del polipropileno: Efectos durante el reprocesamiento. *Ingeniería, Investigación y Tecnología*, 18(3), 245–252. <https://doi.org/10.22201/fi.25940732e.2017.18n3.031>
- [84] Vizuela, P., Campaña, K., Guerrero, V., & Pilaguano, J. (2017). Evaluación de las propiedades mecánicas y térmicas de compuestos de polipropileno reforzados con polvo de bambú y nanoarcillas. En *15th LACCEI International Multi-Conference for Engineering, Education, and Technology*. Boca Ratón, FL, United States. <https://doi.org/10.18687/LACCEI2017.1.1.258>
- [85] Chen, L., Shang, N., Wu, K., Liao, W., & Zhang, S. (2025). Recent advances in the structure, extraction, and biological activity of *Sargassum fusiforme* polysaccharides. *Marine Drugs*, 23(3), 98. <https://doi.org/10.3390/md23030098>
- [86] Samykano, M., Kadirgama, K., Ramasamy, D., Rahman, M. M., & Kananathan, J. (2021). Statistical model for impact and energy absorption of 3D printed coconut wood-PLA. *Energy Engineering*, 118(5), 1306–1315. <https://doi.org/10.32604/EE.2021.015836>