

A. Lopez-Uriónabarrenechea, I. de Marco, B.M. Caballero,
J. Solar, N. Flores, A. Achutegui

Departamento de Ingeniería Química y del Medio Ambiente, Escuela de Ingeniería de Bilbao, Universidad del País Vasco (UPV/EHU), Bilbao, 48013, España

Recuperación de fibras a partir de residuos de materiales compuestos por tratamiento térmico: optimización experimental y matemática de las variables de operación

RESUMEN

Historia del artículo:

Recibido 27 de Junio 2019

En la versión revisada 15 de Junio 2019

Aceptado 5 de Julio 2019

Accesible online 15 de Julio de 2020

Palabras clave:

Reciclaje

Pirólisis

Fibra de vidrio

Fibra de carbono

Diseño factorial

Las fibras de carbono y de vidrio que se encuentran en los residuos que se generan en los sectores industriales que fabrican o utilizan materiales compuestos reforzados con fibra pueden recuperarse a través del tratamiento térmico. Este tratamiento consiste en el calentamiento del material en atmósfera inerte (pirólisis) hasta la temperatura suficiente para que se descomponga la resina polimérica y la posterior oxidación de los productos carbonosos generados en esta descomposición en presencia de aire. El resultado de este tratamiento es la eliminación completa de la resina y la recuperación de las fibras, que mantienen buenas propiedades físico-químicas. En este trabajo se ha utilizado el diseño estadístico de experimentos para determinar la influencia que tienen las tres variables de operación principales involucradas en la recuperación de fibras por tratamiento térmico (temperatura de pirólisis, temperatura de oxidación y tiempo de oxidación) sobre el rendimiento de eliminación de resina polimérica. La estrategia experimental utilizada ha sido el diseño factorial completo 2^k , donde $k=3$, las variables de operación estudiadas. El método se ha aplicado a residuos procedentes del sector eólico y del sector aeronáutico, tanto de piezas curadas como pre-pregs caducados, y reforzadas con fibra de carbono y fibra de vidrio. Con los resultados obtenidos en la experimentación con termobalanza se ha determinado la importancia relativa de las variables estudiadas para cada una de las muestras y se han definido las ecuaciones matemáticas que permiten predecir el rendimiento de eliminación de resina en función del valor que tomen estas variables.

Fiber reclamation from composite materials by thermal treatment: experimental and mathematical optimization of operating parameters

ABSTRACT

Keywords:

Recycling

Pyrolysis

Glass fiber

Carbon fiber

Factorial design

Carbon and glass fibers can be recovered from residual fiber-reinforced composites through thermal treatment. This treatment consists of heating the material in an inert atmosphere (pyrolysis) to a temperature high enough to decompose the polymeric resin and the subsequent oxidation of the carbonaceous products generated in this decomposition in the presence of air. The result of this treatment is the complete elimination of the resin and the recovery of the fibers, which maintain good physical-chemical properties. In this work the statistical design of experiments has been used to determine the influence that the three main operation variables involved in the recovery of fibres by thermal treatment (pyrolysis temperature, oxidation temperature and oxidation time) have on the removal performance of polymeric resin. The experimental strategy used is the complete factorial design 2^k , where $k=3$, the operation variables studied. The strategy has been applied to waste coming from the wind and aeronautical sectors, both cured pieces and expired pre-pregs, and reinforced with carbon fibers and glass fibers. With the results obtained in the thermobalance experiment, the relative importance of the variables studied for each one of the samples has been determined. Besides, the mathematical equations that allow predicting the resin elimination yield depending on the value taken by these variables have been defined.

1 Introducción

Han pasado unos cuantos años desde que se empezó a escuchar en voz de responsables y trabajadores de los sectores industriales que fabrican y utilizan materiales compuestos reforzados con fibras la necesidad de empezar a estudiar las opciones de reutilización y/o reciclado de los residuos de estos materiales, que se generan tanto en la etapa de producción como en la de fin de vida útil. A pesar de ello, parece que este interés no se traduce en trabajo real en este campo, ni en forma de proyectos de investigación, ni en avances tecnológicos. Mientras tanto, en Europa la variable sostenibilidad avanza implacable y empieza a afectar de manera relevante a los ciclos económicos. Esto no parece tener marcha atrás y la pregunta que debe hacerse el sector de los materiales reforzados con fibra es si esta vez va a llegar tarde.

Uno de los motivos de esta inacción probablemente sea que las cantidades de residuos de estos materiales que se generan en la actualidad aún no llegan a ser muy significativas si se comparan con otros flujos de residuos urbanos o industriales. Por ejemplo, una reciente publicación de Composites UK, la asociación comercial de la industria del composite en el Reino Unido, estima unas producciones anuales de unas 90000 t de residuos de materiales compuestos de fibra de vidrio, la mayoría residuo de fin de vida útil, y unas 1600 t de residuos de materiales compuestos de fibra de carbono, la mayoría de producción, ya que los materiales finales de fibra de carbono aún no han llegado de manera significativa a la etapa de fin de vida útil [1]. Estas cifras no son un problema ambiental muy importante a día de hoy y posiblemente se “resuelven” con el vertido de estos materiales. Pero no nos engañemos por esta falsa calma: la fibra de vidrio y la fibra de carbono presentan unas tasas de crecimiento anual compuesto de aproximadamente el 7 y el 10%, respectivamente [2, 3].

Además, no sólo se trata de un problema de gestión de residuos desde el punto de vista estrictamente ambiental, sino que también tiene sus repercusiones económicas. En el caso concreto de los residuos que contienen fibra de carbono estamos hablando de desechar un material, la fibra, de elevado coste de producción, por lo que cabe pensar en algún proceso que permita la separación de la resina y el refuerzo de los materiales residuales, y recuperar así las fibras. Esta separación se puede conseguir eliminando la resina, bien de manera química (disolución) o bien de manera térmica (descomposición o combustión).

Tras años de investigación, parece que la descomposición térmica de la resina en ausencia o defecto de aire (pirólisis) es el proceso más competitivo desde el punto de vista económico, de impacto ambiental y sobre la salud humana [4, 5]. En este proceso se descompone la resina polimérica por acción de la temperatura, generando una fracción gaseosa y un producto carbonoso que permanece impregnando las fibras, para cuya eliminación es necesario utilizar aire durante una etapa de oxidación controlada que sucede a la pirólisis. El resultado final son fibras limpias que, aunque no mantienen todas las propiedades mecánicas y texturales originales, se pueden obtener con el 10% del consumo energético de la producción de fibra virgen, para el caso de la fibra de carbono [6, 7]. A la vista de estos datos, parece claro que la cadena de valor de las fibras de refuerzo de los materiales compuestos debería ser:

producción → vida útil → recuperación → vida útil en aplicación de menor exigencia. El número de veces que se podría aplicar este ciclo aún está por dilucidar.

Aunque la obtención de fibras limpias a través del tratamiento térmico es un proceso complejo desde el punto de vista químico, se pueden identificar tres variables como aquellas que tienen mayor importancia en el rendimiento de eliminación de la resina polimérica: (1) la temperatura de pirólisis, (2) la temperatura de oxidación controlada y (3) el tiempo de oxidación controlada. Una buena selección del valor de estas variables permite conseguir la eliminación total de la resina pero es necesario hacer un trabajo experimental intenso porque en función del tipo concreto de residuo que se trate, hay que tratar resinas poliméricas de distinta naturaleza, que pueden estar parcialmente o completamente curadas (pre-pregs caducados vs piezas curadas), y distintos tipos de fibra (carbono, vidrio u otras), que también pueden aparecer en diferente configuración (unidireccional, tejido, multicapa, etc.). A todo ello hay que sumar que la relación máxica fibra/resina puede ser muy diferente en las composiciones de los materiales compuestos comerciales.

Por todo ello, es necesario realizar un buen diseño experimental si se pretende obtener información acerca de las variables de operación óptimas de diferentes muestras de residuos de composites reforzados con fibra. El diseño estadístico de experimentos es una buena opción para evitar el elevado coste de la experimentación cuando es necesario cubrir un amplio espectro de condiciones de operación, como es este caso. Este enfoque permite hacer una experimentación ordenada e identificar claramente las variables de importancia del proceso a partir de un número reducido de experimentos seleccionados. En este artículo se presentan los resultados obtenidos en la aplicación del diseño factorial completo 2^k al proceso de recuperación de fibras de residuos de diferentes características y orígenes. Este trabajo permitirá identificar las variables fundamentales de la recuperación de fibras por tratamiento térmico, así como la importancia relativa de cada una de ellas.

2 Materiales y métodos

En este trabajo se han utilizado cuatro tipos de muestras: un pre-preg caducado de fibra de carbono unidireccional, un residuo de producción curado de fibra de carbono tejida, un residuo de fin de vida útil curado multicapa de fibra de vidrio y un residuo de fin de vida útil curado multicapa de fibra de carbono. Las dos primeras muestras proceden del sector aeronáutico, mientras que el origen de las dos últimas es el sector de la energía eólica, concretamente son partes de palas de aerogeneradores a fin de vida útil. Se ha pretendido que las muestras seleccionadas sean representativas de los tipos principales de residuos de fibra que se generan en la actualidad, utilizando residuos de los dos sectores de producción principales (aeronáutico y eólico), de los dos tipos de fibras más utilizadas (carbono y vidrio), de distintas etapas de generación (producción y fin de vida útil, “EoL”) y de distintas configuraciones de fibra (unidireccional, tejido, unidireccional multicapa). Se da por supuesto que las resinas poliméricas serán también distintas, pero es algo que se desconoce, desinformación muy habitual en el sector de los residuos. En la Tabla 1 se presentan las cuatro muestras junto con su cantidad de fibra.



Tabla 1. Muestras utilizadas en el trabajo experimental.

Muestra	Nombre y código	Cantidad de fibra (% peso)
Pre-preg caducado de fibra de carbono unidireccional	Pre-preg FC (1)	66.0
Residuo producción curado de fibra de carbono tejida	Curado FC prod (2)	63.5
Residuo fin de vida útil curado multicapa de fibra de vidrio unidireccional	Curado FV EoL (3)	73.5
Residuo fin de vida útil curado multicapa de fibra de carbono unidireccional	Curado FC EoL (4)	65.5

Como se puede observar, las muestras de fibra de carbono presentan unos contenidos de fibra similares (alrededor del 65% en peso) a pesar de ser de diferentes orígenes y aplicaciones, mientras que la muestra que contiene fibras de vidrio posee mayor carga de fibra (73.5% en peso).

En la Tabla 2 se muestran los factores seleccionados para el estudio de la recuperación de fibras por tratamiento térmico, es decir, las variables importantes del proceso, que como se ha comentado anteriormente son la temperatura de pirólisis, la temperatura de oxidación y el tiempo de oxidación. Estas han sido codificadas como x_1 , x_2 y x_3 respectivamente. Además, se presenta también en la tabla el dominio experimental de cada una de las variables, es decir, el valor mínimo y el valor máximo dentro del cual se va a buscar el valor óptimo de la variable en cuestión. Esta selección del dominio experimental se ha realizado a partir de la experiencia de los autores en el tratamiento de este tipo de residuos [8-10].

Tabla 2. Factores y dominio experimental.

Factores		Dominio Experimental	
		Nivel (-)	Nivel (+)
x_1	Temperatura de pirólisis (°C)	400	600
x_2	Temperatura de oxidación (°C)	500	600
x_3	Tiempo de oxidación (min)	0	120

Según la teoría del diseño factorial de experimentos, es suficiente con que una variable tome dos valores (los extremos de su dominio experimental) para conocer su efecto. Esta variación se debe realizar para cada posible combinación de los valores de los demás factores estudiados (variables), lo que permite descubrir si el efecto de ese factor depende del valor que tomen los otros dos factores. Así, el plan de experimentación que se presenta en la Tabla 3 contempla las combinaciones posibles de los tres factores seleccionados. Con la realización de los experimentos indicados en la Tabla 3 será suficiente para conocer la información importante del proceso: qué variable es más importante, cuál es más sensible a la

variación de las otras y qué valores de estas variables son los óptimos para obtener una función objetivo, un resultado determinado, que también se debe definir.

Tabla 3. Plan de experimentación.

Exp	Temp. Piro. (°C)	Temp. Oxi. (°C)	Tiempo Oxi. (min)
1	400	500	0
2	600	500	0
3	400	600	0
4	600	600	0
5	400	500	120
6	600	500	120
7	400	600	120
8	600	600	120

La Tabla 3 muestra que se deben realizar 8 experimentos, que es precisamente 2^3 , es decir, 2^k cuando $k=3$ (número de factores). Estos experimentos hay que llevarlos a cabo de manera aleatoria y en cada uno de ellos se debe medir una "respuesta" (y), que es la variable experimental sobre la que se quiere observar el efecto de los factores (función objetivo). En este caso la función objetivo es el porcentaje de peso de muestra que queda tras la realización del experimento, ya que el objetivo es conseguir fibras limpias, esto es, los porcentajes de peso que se presentan en la Tabla 1. De forma indirecta se trata también del rendimiento de eliminación de resina. Una vez obtenido el resultado de los 8 experimentos, estos se procesan matemáticamente para obtener 2^3 informaciones: valor medio, los efectos de cada uno de los factores individualmente ("efectos principales", en este caso 3), los efectos de la combinación de parejas de factores ("efectos de interacción", en este caso 3) y el efecto de la combinación de los tres factores. Las ecuaciones de cálculo de estas 8 informaciones se presenta en la Tabla 4.

Tabla 4. Fórmulas de cálculo de los efectos.

Efecto	Cálculo
Promedio	$(y_1 + y_2 + y_3 + y_4 + y_5 + y_6 + y_7 + y_8) / 8$
x_1	$(-y_1 + y_2 - y_3 + y_4 - y_5 + y_6 - y_7 + y_8) / 4$
x_2	$(-y_1 - y_2 + y_3 + y_4 - y_5 - y_6 + y_7 + y_8) / 4$
x_3	$(-y_1 - y_2 - y_3 - y_4 + y_5 + y_6 + y_7 + y_8) / 4$
$x_1 + x_2$	$(y_1 - y_2 - y_3 + y_4 + y_5 - y_6 - y_7 + y_8) / 4$
$x_1 + x_3$	$(y_1 - y_2 + y_3 - y_4 - y_5 + y_6 - y_7 + y_8) / 4$
$x_2 + x_3$	$(y_1 + y_2 - y_3 - y_4 - y_5 - y_6 + y_7 + y_8) / 4$
$x_1 + x_2 + x_3$	$(-y_1 + y_2 + y_3 - y_4 + y_5 - y_6 - y_7 + y_8) / 4$



La fase experimental de este trabajo (experimentos de la Tabla 3) se ha realizado en una termobalanza LECO TGA 701 utilizando un flujo de gas de 3.5 L min^{-1} (el flujo de gas más bajo que permite la termobalanza) tanto en la etapa de pirólisis (nitrógeno) como en la etapa de oxidación (aire sintético). La rampa de calentamiento utilizada ha sido de $3 \text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$.

3 Resultados y discusión

En la Tabla 5 se muestran los resultados obtenidos (respuestas) en cada uno de los experimentos para las cuatro muestras de residuos estudiadas. En la última fila se presenta también el intervalo en el que se han movido los porcentajes de muestra remanente (variación entre la muestra remanente máxima y la muestra remanente mínima).

Tabla 5. Cantidad de muestra remanente (% peso) tras la realización del experimento y variación de resultados.

Muestra Experimento	1	2	3	4
1	80.9	75.9	75.8	71.2
2	64.0	61.3	73.9	68.1
3	62.9	64.8	73.7	64.6
4	64.9	65.1	75.2	71.7
5	64.4	62.8	73.3	66.8
6	62.1	54.8	73.3	65.5
7	49.7	24.7	74.5	55.9
8	50.2	27.1	73.6	59.9
Var	31.2	51.2	2.5	15.3

En líneas generales se observan tres tipos de comportamientos: pérdidas de peso menores que las que corresponden al contenido en resina de cada una de las muestras, pérdidas de peso mayores que las que corresponden al contenido en resina de cada una de las muestras, y valores cercanos a los de la cantidad de resina de cada una de las muestras. Estos comportamientos son mucho más acusados en las muestras que contienen fibras de carbono, ya que debido a que la fibra de carbono es un material orgánico, es susceptible de oxidarse ("quemarse") en presencia de aire. Por tanto, en los experimentos 7 y 8, en los que se utiliza una etapa de oxidación a $600 \text{ }^\circ\text{C}$ durante un tiempo relativamente elevado (120 min), se pueden observar unas pérdidas de peso muy por debajo del contenido en fibra de los composites, indicando claramente la desaparición de la fibra por reacción con el aire a alta temperatura. El caso contrario es el experimento 1, en el que la baja temperatura de pirólisis y la ausencia de etapa de oxidación, hace que ni siquiera se elimine la totalidad de la resina de las muestras.

La muestra que posee fibras de vidrio es la que presenta menor variabilidad en los resultados mostrados en la Tabla 5. Por un lado, se debe a que las fibras de vidrio son de carácter

inorgánico, por lo que no se ven afectadas por la presencia de aire. Esto significa que el aire de la etapa de oxidación solo "quemará" la resina y el char (producto carbonoso) generado en la descomposición de esta resina, por lo que una vez eliminados, el peso de muestra permanecerá constante independientemente de la temperatura y el tiempo de oxidación empleados, al contrario de lo que ocurre con la fibra de carbono. Esto se puede comprobar en los resultados de los experimentos 5, 6, 7 y 8. Los porcentajes de peso de los experimentos 1, 2, 3 y 4, en los que no hay etapa de oxidación, son mayores, aunque no excesivamente, ni siquiera el del experimento 1, que es el que posee las condiciones de operación menos exigentes. Esto significa que la etapa de pirólisis es suficiente para eliminar la resina polimérica en su mayor parte, desde luego en mayor proporción que la eliminación de resina que se consigue en las muestras de fibra de carbono en el experimento 1. Por tanto, cabe concluir que la resina polimérica que acompaña al composite de fibra de vidrio quizás posea una temperatura de descomposición menor que las resinas de las muestras de fibra de carbono. Sin embargo, esto es algo que no se puede comprobar ya que se desconoce la naturaleza de la resina polimérica en cuestión, como se ha indicado anteriormente.

En la Tabla 6 se presenta la información derivada del tratamiento de los resultados de la Tabla 5 según el diseño factorial 2^k , es decir, aplicando las fórmulas de la Tabla 4. En primer lugar, se muestra el valor promedio de todos los resultados mostrados en la Tabla 5, a continuación el efecto de cada una de las tres variables estudiadas (temperatura de pirólisis, temperatura de oxidación y tiempo de oxidación, respectivamente), posteriormente los efectos combinados de parejas de variables y por último el efecto combinado de las tres variables a la vez.

Tabla 6. Cálculo de los efectos para cada una de las muestras.

Efecto	1	2	3	4
Prom.	62.4	54.6	74.2	65.5
x_1	-4.2	-5.0	-0.3	1.7
x_2	-10.9	-18.3	0.2	-4.9
x_3	-11.6	-24.4	-1.0	-6.9
$x_1 + x_2$	5.4	6.3	0.6	3.9
$x_1 + x_3$	3.3	2.2	-0.1	-0.3
$x_2 + x_3$	-2.4	-14.6	0.6	-3.4
$x_1 + x_2 + x_3$	-4.0	-1.1	-1.1	-1.2

El valor promedio no ofrece información de mucho valor, más allá de ser el valor alrededor del cual han variado los resultados. Si el proceso pudiese considerarse lineal, indicaría también el valor esperado en el centro del dominio experimental ($500 \text{ }^\circ\text{C}$, $550 \text{ }^\circ\text{C}$, 60 min). Antes de analizar los efectos principales (temperatura de pirólisis, temperatura de oxidación y tiempo de oxidación), es necesario explicar que en el contexto de esta experimentación los valores negativos se corresponden con una mayor eliminación de resina polimérica, ya que la variable respuesta seleccionada es el peso remanente de las muestras.



Es decir, un valor negativo en los efectos significa menor masa remanente, esto es, mayor eliminación de resina. A la vista de los resultados de la Tabla 6 se puede concluir que la variable que tiene mayor influencia en el proceso, para las cuatro muestras, es el tiempo de oxidación. A continuación le sigue la temperatura de oxidación, también con una importancia relevante, y por último la temperatura de pirólisis, que es la variable que muestra menor influencia para todas las muestras menos para la muestra 3 (fibra de vidrio), para la cual es ligeramente superior que la temperatura de oxidación, algo que probablemente esté relacionado con el hecho de que la etapa de pirólisis consigue eliminar gran parte de la resina de este composite, como se ha comentado anteriormente.

Los efectos combinados de parejas de variables visibilizan si el efecto de una variable es diferente a distintos valores de otra variable. En este caso se puede observar una interacción importante entre la temperatura de oxidación y el tiempo de oxidación para la muestra 4, lo que indica que se trata de la muestra más sensible a la etapa de oxidación, y que la variación de la temperatura de oxidación hace que el efecto del tiempo de oxidación sea significativamente diferente y viceversa. En lo que se refiere al efecto combinado de las tres variables, este indica en qué grado el efecto de una variable depende del valor combinado de las otras dos. En general este efecto es pequeño para todas las muestras, pero significativo en el caso de la muestra 1, la de pre-preg, lo que indicaría una mayor importancia de la etapa de pirólisis con respecto a la de oxidación en comparación con el resto de las muestras.

A partir de los valores que se muestran en la Tabla 6 se puede realizar un ajuste de mínimos cuadrados para un modelo de regresión multivariante, y de esta manera se puede obtener una ecuación que permite el cálculo del valor de la función seleccionada (el peso remanente de muestra, y) en función del valor de las variables estudiadas en el trabajo experimental (temperatura de pirólisis, x_1 , temperatura de oxidación, x_2 , tiempo de oxidación, x_3). Las ecuaciones para cada una de las muestras se pueden observar en la Tabla 7.

Tabla 7. Ecuaciones matemáticas que describen el comportamiento de diferentes muestras de residuos que contienen fibras bajo las condiciones del tratamiento térmico

Mue.	Ecuación
1	$62.4 - 4.2x_1 - 10.9x_2 - 11.6x_3 + 5.4x_1x_2 + 3.3x_1x_3 - 2.4x_2x_3 - 4.0x_1x_2x_3$
2	$54.6 - 5.0x_1 - 18.3x_2 - 24.4x_3 + 6.3x_1x_2 + 2.2x_1x_3 - 14.6x_2x_3 - 1.1x_1x_2x_3$
3	$74.2 - 0.2x_1 + 0.3x_2 - 1.0x_3 + 0.6x_1x_2 - 0.1x_1x_3 + 0.6x_2x_3 - 1.1x_1x_2x_3$
4	$65.5 + 1.7x_1 - 4.9x_2 - 6.9x_3 + 3.9x_1x_2 - 0.3x_1x_3 - 3.4x_2x_3 - 1.2x_1x_2x_3$

El modo de utilizar estas ecuaciones es el siguiente: los valores de las variables x_1 , x_2 y x_3 se encuentran siempre entre -1 y +1, de manera que -1 se corresponde con el valor más bajo del dominio experimental seleccionado y +1 se corresponde con el valor más alto del dominio experimental. Cualquier valor intermedio debe calcularse para que se encuentre entre estos dos extremos (-1, +1), a través de una interpolación lineal. Por ejemplo, para predecir el peso remanente de muestra bajo unas condiciones de 500 °C en pirólisis, 550 °C en la etapa de oxidación y 30 minutos de oxidación, se deben introducir los valores $x_1=0$, $x_2=0$ y $x_3=-0.5$ en las ecuaciones. Bajo estas

condiciones, las ecuaciones predicen un peso remanente de 68.2% para la muestra 1, 66.8% para la muestra 2, 74.7% para la muestra 3 y 69.0% para la muestra 4. Estos son unos valores bastante cercanos al contenido de fibra de las muestras (Tabla 1), pero la utilización de estas ecuaciones permitirían llegar a las condiciones exactas de la eliminación completa de la resina, a través de programas de cálculo matemático relacionados con el diseño estadístico de experimentos (Minitab, Design Expert). La utilización de estos programas también permitirían calcular superficies de respuesta (*surface response*), pero esto es algo que se encuentra fuera del alcance de este artículo.

4 Conclusiones

Las principales conclusiones de este trabajo son las siguientes:

- El diseño factorial 2^k ha permitido identificar la importancia de las principales variables que afectan al proceso de eliminación de resina polimérica de composites residuales por tratamiento térmico.
- Para las cuatro muestras estudiadas, la variable de mayor importancia es el tiempo de oxidación, es decir, el tiempo durante el cual las muestras se encuentran en contacto con aire entre 500 y 600 °C es determinante para el rendimiento de eliminación de la resina.
- La segunda variable en importancia es la temperatura de oxidación, mientras que la temperatura de pirólisis muestra el menor efecto sobre el rendimiento de eliminación de resina.
- De modo preliminar, se podría concluir que la muestra que contiene fibra de vidrio posee una resina polimérica con menor estabilidad térmica que las muestras que contienen fibra de carbono.
- Las ecuaciones que relacionan las tres variables seleccionadas con el rendimiento de eliminación de resina permiten prever el comportamiento de las muestras bajo unas condiciones concretas de operación, sin necesidad de realizar más trabajo experimental. Además, su tratamiento matemático específico permitiría encontrar los valores óptimos, que posteriormente habría que corroborar experimentalmente.
- Es necesario remarcar que la función objetivo de este trabajo ha sido la eliminación de resina, sin entrar en otras consideraciones importantes del proceso, como puede ser la calidad de las fibras obtenidas. Es posible que un estudio similar cuya función objetivo sea alguna propiedad que indique la calidad de las fibras ofrezca resultados distintos en lo que se refiere a importancia de variables y factores.

Agradecimientos

Los autores quieren agradecer al Gobierno Vasco la financiación concedida dentro del programa de Grupos de Investigación Consolidados (GIC15/13 ITT993-16), que ha permitido la realización de este trabajo de investigación.



Referencias

- [1] S. Brown, M. Forsyth, S. Job, A. Norton, H. Westaway, C. Williams. FRP Circular economy study. *Composites World*, Industry Summary (August 2018). Disponible en: https://compositesuk.co.uk/system/files/documents/FRP%20CE%20Report%20Final_0.pdf
- [2] M.C.S. Ribeiro, A.C. Meira-Castro, F.G. Silva, J. Santos, J.P. Meixedo, A. Fiúza, M.L. Dinis, M.R. Alvim. Re-use assessment of thermoset composite wastes as aggregate and filler replacement for concrete-polymer composite materials: A case study regarding GFRP pultrusion wastes. *Resources, Conservation and Recycling*, **104**, pág 417-426 (2015). <http://dx.doi.org/10.1016/j.resconrec.2013.10.001>
- [3] J. Sloan. Carbon Fiber 2016 Report. *Composites World*, **3**, 1, pág. 24-25 (2017). Disponible en: <https://www.compositesworld.com/articles/carbon-fiber-2016-report>
- [4] P.A. Vo Dong, C. Azzaro-Pantel, A.L. Cadene. Economic and environmental assessment of recovery and disposal pathways for CFRP waste management. *Resources, Conservation & Recycling* **133**, pág 63-75 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2018.01.024>
- [5] Y.F. Khalil. Comparative environmental and human health evaluations of thermolysis and solvolysis recycling technologies of carbon fiber reinforced polymer waste. *Waste Management* **76**, pág. 767-778 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.03.026>
- [6] M. Holmes. Lowering the cost of carbon fiber. *Reinforced Plastics* **61** (5), pág. 279-283 (2017). <https://doi.org/10.1016/j.repl.2017.02.001>
- [7] M. Holmes. Recycled carbon fiber composites become a reality. *Reinforced Plastics* **62** (3), pág. 148-153, (2018). <https://doi.org/10.1016/j.repl.2017.11.012>
- [8] A. Lopez-Urionabarrenechea, N. Gastelu, E. Acha, B.M Caballero, J. Alonso-Losada, I. de Marco. Beneficio económico y energético de un método de tratamiento de vapores en el reciclado de residuos de fibra de carbono por pirólisis. *Materiales Compuestos* **2** (3) pág 6-11 (2018). Disponible en: <https://revista.aemac.org/materiales-compuestos/article/view/136>
- [9] N. Gastelu, A. Lopez-Urionabarrenechea, E. Acha, J. Solar, B.M. Caballero, F.A. López, I. de Marco. Thermo-catalytic treatment of vapors in the recycling process of carbon fiber-poly(benzoxazine) composite waste by pyrolysis. *Catalysts* **8** (11), 523 (2018). <https://doi.org/10.3390/catal8110523>
- [10] N. Gastelu, A. Lopez-Urionabarrenechea, E. Acha, B. M. Caballero, I. de Marco. Evaluation of HZSM-5 Zeolite as Cracking Catalyst for Upgrading the Vapours Generated in the Pyrolysis of an Epoxy-Carbon Fibre Waste Composite. *Topics in Catalysis* In press (2019). <https://doi.org/10.1007/s11244-019-01152-7>

