



6
2ej

**Universidad Nacional Autónoma
de México**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN**

**Optimización de una Formulación Utilizada
en la Producción de Tubería Rígida de PVC.**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERA QUIMICA**

P R E S E N T A N :

ANA ESPIRITU VICUÑA

LORENA ZAMORA AGUILAR

ASESOR: I.Q. VLADIMIR ALONSO ESCOBAR BARRIOS

Cuautitlán Izcalli, Edo. de Méx.

1996

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL
AVENIDA H
MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN
UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR
DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

U. N. A. M.
FACULTAD DE ESTUDIOS
SUPERIORES CUAUTITLAN



Departamento de
Exámenes Profesionales

DR. JAIME KEILLER TORRES
DIRECTOR DE LA FES-CUAUTITLAN
P R E S E N T E .

AT'N: Ing. Rafael Rodríguez Ceballos
Jefe del Departamento de Exámenes
Profesionales de la F.E.S. - C.

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos la TESIS TITULADA:

Optimización de una Formulación utilizada en la Producción
de Tubería Rígida de PVC.

que presenta la pasante: Ana Espiritu Vicuña
con número de cuenta: 870738A-1 para obtener el TITULO de:
Ingeniera Química ; en colaboración con :
Lorena Zamora Aguilar

Considerando que dicha tesis reúne los requisitos necesarios para ser discutida en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

A T E N T A M E N T E .

"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuautitlán Izcalli, Edo. de Méx., a 11 de Marzo de 1996

PRESIDENTE I.Q. Fernando Gómez Parra

VOCAL I.Q.M. Rafael Sandoval Morales

SECRETARIO I.Q. Mónica...

PRIMER SUPLENTE I.Q....

SEGUNDO SUPLENTE I.Q....

[Firmas manuscritas de los miembros del jurado]



FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN
 UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR
 DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES



ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

DR. JAIME KELLER TORRES
 DIRECTOR DE LA F.E.S.-CUAUTITLAN
 P R E S E N T E .

AT'N: Ing. Rafael Rodríguez Ceballos
 Jefe del Departamento de Exámenes
 Profesionales de la F.E.S. - C.

Con base en el art. 26 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos la TESIS TITULADA:
Optimización de una Formulación utilizada en la Producción de Tubería Rígida de PVC.

que presenta la pasante Lorena Zamora Aguilar
 con número de cuenta: 8708171-6 para obtener el TITULO de:
Ingeniera Química ; en colaboración con :
Ana Espirito Vicuña

Considerando que dicha tesis reúne los requisitos necesarios para ser discutida en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

A T E N T A M E N T E .
 "POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"
 Cuautitlán Izcalli, Edo. de Méx., a 11 de Marzo de 1996.

PRESIDENTE I.O. Fernando Orozco Ferreyra
 VOCAL I.O.M. Rafael Sampere Morales
 SECRETARIO I.O. Vladimir Alonso Escobar Barrios
 PRIMER SUPLENTE En C. Eligio Pastor Rivero Martínez
 SEGUNDO SUPLENTE I.O. Ma. Elena Quiroz Macías

Nuestro agradecimiento a Tubos Flexibles, S.A. de C.V. por el apoyo brindado en la realización de este trabajo, al Departamento Técnico y Aseguramiento de Calidad, y muy en especial al Ing. Enrique Contreras Plata y al Ing. José Rogello Sánchez Gómez

Así mismo al Ing. Vladimir Alonso Escobar Barrios por su atención a la dirección de esta tesis.

A mis padres

Pedro y Ana,

**por su amor, comprensión
y por ser mi mayor motivación
y ejemplo en la vida.**

A mis hermanos

José, Pedro, Roberto, Lety y Mary

**porque gracias a sus enseñanzas
y apoyo he logrado ser lo que soy.**

A mis maestros

por su dedicación al compartir sus conocimientos.

Ana.

Con entusiasmo dedico esta tesis a las dos personas más importantes en mi vida:

"Mis Padres"

ya que sin ellos no sería posible la realización de este sueño, ni siquiera mi existencia en este mundo.

Gracias Papás.

A mis hermanos por quererme y confiar en mí.

Quiero agradecer el cariño brindado por todos los amigos que me han rodeado a lo largo de mi vida, que no menciono por ser innumerables, pero que están en mi mente y en mi corazón.

Lorena

CONTENIDO

CAPITULO	PAG.
INTRODUCCIÓN	1
RESUMEN	3
OBJETIVOS	4
I ANTECEDENTES SOBRE POLÍMEROS	
1.0 Tipos de polímeros	5
1.1 Clasificación de las reacciones de polimerización	6
1.2 Procesos de Polimerización	10
1.3 Formas de Obtención del monómero de Cloruro de Vinilo	12
1.4 Características y propiedades del Policloruro de vinilo	14
1.5 Formulación	16
1.6 Procesos de transformación del PVC	23
1.7 Conceptos básicos de Reología	35
II PRODUCCIÓN DE TUBOS DE PVC RÍGIDO.	
2.0 Descripción del proceso	42
2.1 Diagrama de bloques de proceso	44
III DESARROLLO EXPERIMENTAL	
3.1 Justificación	45
3.2 Consideraciones técnicas	45
IV RESULTADOS Y ANÁLISIS	54
V CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	70
BIBLIOGRAFÍA	72
APÉNDICE	75

INTRODUCCIÓN

Desde el inicio de la civilización se han utilizado materiales plásticos; sin embargo, las bases de la moderna industria plástica fueron montadas gracias a los descubrimientos de Schoenbin, un profesor de química Suizo-Alemán y de Bracanol un químico Francés, que desarrollaron sus trabajos a mitad del siglo pasado. Schoenbin encontró que podía transformar la celulosa de los vegetales en un material compacto, claro y resistente, capaz de preservar la apariencia de la maderas cuando era disuelto en alcohol y se aplicaba como barniz; este material fue conocido como "nitrocelulosa" y constituyó un paso intermedio entre los polímeros naturales y los polímeros artificiales utilizados actualmente. La creación de la nitrocelulosa, junto con la mercerización de las fibras naturales y la vulcanización del hule (debida a Charles Goodyear), fueron los primeros cambios artificiales a la estructura y composición de los polímeros naturales; a partir de ese momento empieza la "era de los polímeros"⁽¹⁾.

En el inicio, la fuente principal de intermediarios para la industria de los plásticos eran los vegetales (plásticos de celulosa), productos animales (caseína y goma laca) y alquitrán de hulla como fuente de fenoles. Ahora se basa fundamentalmente en los productos de la petroquímica básica (etileno, acetileno, ácido tereftálico, el dimetil tereftalato y el anhídrido ftálico, entre otros).

Desde aquellos primeros esfuerzos precursores hasta nuestros días, una infinidad de productos plásticos han venido a transformar nuestra manera de vivir, debido a que varios artículos y utensilios utilizados por el hombre actualmente, son manufacturados con plásticos.

Uno de los materiales plásticos más importantes y de mayor consumo de los disponibles hoy en día es el Policloruro de vinilo que por sus siglas en Inglés se denomina PVC gracias a su versatilidad, y a las ventajas que presenta como la facilidad de moldeo (que permite la obtención de formas complejas de material polimérico con un número mínimo de operaciones de fabricación y acabado), desde tubos hasta marcos de ventana, desde botellas hasta empaques con cubierta transparente de plástico, donde quiera que se mire, es un hecho establecido que el PVC es un material dominante en la industria del plástico, más de la mitad del PVC fabricado que se procesa está concentrado en las aplicaciones de tipo rígido y continúa creciendo en dicha área.

La transformación del Policloruro de vinilo PVC en artículos terminados puede realizarse por distintos métodos o técnicas de transformación, principalmente: extrusión, soplado, inyección, compresión, calandreo, termoformado, etc.

Debido a que el PVC es un material polimérico con menor estabilidad térmica comparado con otros polímeros existentes en el mercado, durante su procesamiento un gran número de factores entran en juego para obtener un producto de buena calidad, entre los cuales se puede mencionar la formulación, selección y uso apropiado de aditivos, procedimientos de mezcla etc.

Cuando se varía alguno de estos factores, el comportamiento del polímero al ser extruido cambia, por lo cual se hace necesario realizar un estudio reológico que permita predecir el comportamiento del fluido bajo las nuevas condiciones y consecuentemente se pueda optimizar una formulación.

RESUMEN

El presente trabajo se desarrolló en la empresa Tubos Flexibles S.A. de C.V. que fabrica tubería y conexiones de PVC rígido así como tubería de Polietileno para usos diversos como: alcantarillado, sanitario, telefónico, conduit, etc.

La constante búsqueda de la empresa por realizar mejoras al proceso para aumentar la productividad, sin perder de vista el aspecto económico, permitió plantear nuevas alternativas encaminadas a mejorar las formulaciones de tubería rígida de PVC.

Debido a que la tubería de uso sanitario ocupa un lugar importante dentro de la producción en Tubos Flexibles S.A. de C. V., la presente investigación se aboca a dicha fórmula, tomando en consideración los siguientes aspectos:

- Tubos Flexibles cuenta con un sistema de evaluación de proveedores, lo que limitó a utilizar sólo los aditivos y resina utilizados por la empresa.
- La fórmula debe tener la capacidad de reprocesarse tres veces sin sufrir ningún cambio en las propiedades del producto final.

Para la evaluación de las diferentes formulaciones, se llevó a cabo un estudio reológico básico y comparativo entre la fórmula utilizada por Tubos Flexibles y las formulaciones propuestas, este estudio involucra un análisis de las propiedades de fusión, degradación, así como el comportamiento de flujo.

La selección de la fórmula se llevó a cabo tomando en cuenta el comportamiento reológico así como un análisis de costos.

Finalmente se realizó una prueba en planta para comprobar la eficiencia de la fórmula propuesta.

OBJETIVOS:

-Optimizar una formulación de PVC utilizada en la producción de tubería rígida uso sanitario para aumentar la productividad de la misma.

-Reducir costos en la producción de este tipo de tubería.

CAPITULO I

CAPÍTULO I. ANTECEDENTES SOBRE POLÍMEROS

1.0 TIPOS DE POLÍMEROS

Los polímeros son macromoléculas formadas a partir de la adición de un gran número de pequeñas moléculas llamadas monómeros; algunas de estas macromoléculas son obtenidas de la naturaleza como las proteínas, los ácidos nucleicos, la celulosa etc. y otras son sintetizadas por el hombre, denominados polímeros sintéticos y entre otros se incluyen los elastómeros, las fibras y los plásticos⁽¹⁰⁾.

Las fibras son trozos de material alargado en forma de hilos, siendo su principal característica su gran resistencia a la tensión a lo largo de la fibra. A nivel molecular, las moléculas son alargadas, delgadas y filiformes, se hallan estradas una al lado de la otra en forma alineada. La resistencia de la fibra reside en la fuerza de los enlaces químicos que presentan las cadenas poliméricas, el alineamiento se logra por un estiramiento del material polimerizado y permanecen así. Las fibras sintéticas más importantes son los nylons (poliamidas), poliésteres, poliuretanos, etc.

Un elastómero se caracteriza por poseer un alto grado de elasticidad. Al igual que las fibras sus moléculas son delgadas y alargadas, se alinean cuando se estira el material; sin embargo, la gran diferencia es que cuando la fuerza para estirar el material es suprimida, las moléculas vuelven a su conformación original, y no permanecen alineadas como en el caso de las fibras; el elastómero más importante es el SBR (copolímero de butadieno-estireno).

El plástico es un material susceptible de ser moldeado, su estructura molecular puede ser de dos tipos: moléculas largas ya sea lineales o ramificadas y moléculas de red especial. Los plásticos se dividen en dos grandes grupos, basándose en su comportamiento ante el calor⁽¹⁸⁾

TERMOPLÁSTICOS que como su nombre lo indica, se les puede fundir, dar forma y endurecer repetido número de veces sin que pierdan significativamente sus características fisicoquímicas. Dichas características se deben a que están compuestos por moléculas encadenadas linealmente, que al ser sometidas al calor permiten que sus moléculas resbalen unas sobre otras deformando su estructura, como ejemplo podemos citar: Polietileno, Polipropileno, Nylon, Acrílico, Acetato, Policarbonato, PVC, etc.

Antecedentes sobre Polímeros

TERMOFIJOS (o termoestables) los cuales no sufren ablandamiento por efecto del calor, y se caracterizan por que sus moléculas "no resbalan" como en el caso de los termoplásticos, ya que se forma una red de enlaces entrecruzados de gran resistencia. Para el endurecimiento total en los termofijos, se suele utilizar aceleradores o catalizadores y una vez en estado sólido no pueden ser vueltos a moldear, como ejemplo se tienen: Poliésteres, Poliuretanos, Epoxis, Fenólicos, Melaminas, etc.⁽¹⁾

1.1 CLASIFICACIÓN DE LAS REACCIONES DE POLIMERIZACIÓN.

La conversión del monómero en polímero se logra mediante una reacción que propicia enlaces nuevos para formar cadenas largas a partir del monómero, dicha reacción se conoce como polimerización. Sin embargo, la reacción de polimerización se puede llevar a cabo de dos maneras diferentes :

Por medio de una reacción de condensación llamada también reacción por etapas o bien por una reacción de adición o cadena. Esta clasificación es derivada de los estudios de Carothers y Flory ⁽¹²⁾: en la cual se contempla la diferencia que existe entre la composición del polímero y el monómero del cual fue sintetizado, así como los mecanismos de polimerización por medio de los cuales la macromolécula es formada. A continuación se mencionan las características representativas de cada una de estas reacciones.

Reacción de Condensación o etapas

-Los monómeros estructurales pueden tener grupos funcionales y al polimerizarse se eliminan moléculas sencillas como H_2O ó NH_3 .

-La composición de la unidad repetitiva constitutiva del polímero difiere de la del monómero.

Reacciones de Adición o cadena

-La unidad repetitiva de un polímero de adición tiene la misma composición que la del monómero por lo cual no existe pérdida de moléculas.

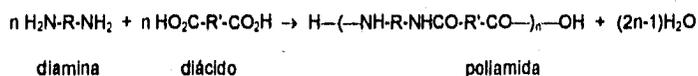
-Requiere de un iniciador del cual se obtiene una especie (R^*) con un centro reactivo; dicho centro reactivo puede ser un radical libre, un anión ó catión.

Para observar las diferencias entre ambos tipos de reacciones, se muestran a continuación dos ejemplos característicos de cada una de ellas.

Antecedentes sobre Polímeros

A) Reacción de Condensación o Etapas:

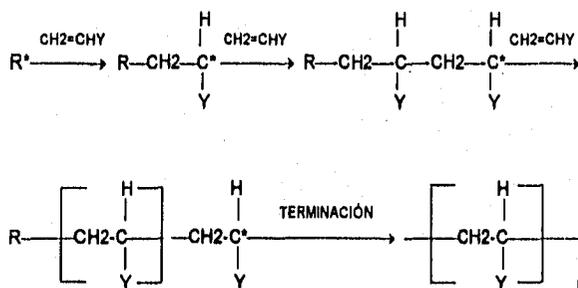
Formación de poliamidas a partir de diamidas y diácidos



Donde R y R' son grupos aromáticos o alifáticos.

B) Reacción de Adición ó Cadena:

Pollimerización de monómeros vinílicos



La presencia de un iniciador o una especie reactiva es indispensable para propiciar una reacción de polimerización de adición o cadena, para lo cual existen diferentes tipos de iniciadores tales como los radicales libres, aniones, cationes, los cuales se obtienen por la descomposición de algunos compuestos por diversos métodos como: descomposición térmica o fotoquímica, descargas eléctricas etc.

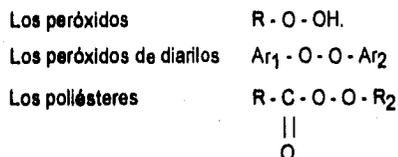
Un radical libre es una molécula o una parte de moléculas en donde uno o varios átomos, tienen electrones de valencia impares y no están cargados eléctricamente, los radicales libres inician la polimerización al reaccionar con el monómero vinílico compartiendo un electrón del doble enlace para formar un enlace covalente, el electrón desapareado que formaba el doble

Antecedentes sobre Polímeros

enlace se convierte en un radical libre y ataca a otra doble ligadura de otra molécula del monómero de vinilo.⁽¹⁵⁾

Es importante que el radical tenga cierta estabilidad dentro del medio reaccionante para que un cierto número de monómeros pueda reaccionar.

Algunos ejemplos de iniciadores comunes son:



El mecanismo de polimerización con estos iniciadores se divide en tres etapas: iniciación, propagación y terminación; las cuales se explican brevemente a continuación:

Reacción de iniciación: En esta etapa se puede descomponer al monómero en dos radicales libres por medio de calor o luz y dar inicio a la reacción de polimerización, o bien se puede utilizar un iniciador en donde la molécula se divide para producir dos radicales libres. Al utilizar un iniciador se tiene la ventaja de lograr el rompimiento con una temperatura más baja que si se empleara una molécula del monómero para generar un radical libre.

Una vez formado el radical, éste reacciona sobre la molécula del monómero, dando lugar así a una reacción en cadena.



Donde R[•] es el radical libre y M es el monómero.

Reacción de propagación: Esta etapa consiste en la adición sucesiva de la molécula reactiva (radical libre) con las moléculas del monómero, como se ilustra a continuación:



•
•
•



Antecedentes sobre Polímeros

Reacción de terminación: La reacción de polimerización llega a su fin cuando los radicales son desactivados. Esta reacción puede efectuarse por cualquiera de los dos mecanismos siguientes:

- Terminación por adición: En la cual dos radicales en crecimiento se unen para formar una sola cadena.
- Terminación por dismutación: El hidrógeno final de uno de los dos radicales en crecimiento y su electrón libre se fijan en un segundo radical, entonces se obtienen dos cadenas macromoleculares, una de ellas terminada con una extremidad saturada y la otra con un doble enlace⁽⁶⁾

El proceso de polimerización puede realizarse mediante la donación o extracción de dos electrones del doble enlace, por lo cuál las especies que promueven la polimerización pueden ser un ión positivo o negativo.

Polimerización Catiónica (extracción de un par de electrones)

Los iniciadores para este tipo de reacciones son los siguientes:

- Ácidos donadores de protones en el sentido de Bronsten: H_2SO_4 , $HClO_4$, H_3PO_4
- Ácidos receptores de electrones del tipo de Lewis, esencialmente los estabilizadores Friedel-Craft como: BF_3 , $AlCl_3$, $TiCl_4$, $SnCl_4$, etc.

Los monómeros que tienen gran electronegatividad o que tienen grupos atrayentes de electrones no se pueden polimerizar por medio de este tipo de iniciadores.

Polimerización Aniónica (donación de un par de electrones)

También llamada polimerización tipo base Lewis, esta reacción se inicia con el ataque directo de una base de Lewis sobre el doble enlace del monómero, dando lugar a la formación de un carbanión que a su vez sigue la polimerización, ejemplo:



Antecedentes sobre Polímeros

Una característica importante de este tipo de polimerización es de que no hay una reacción de terminación espontánea, por lo que es posible sintetizar polímeros con una estructura compleja que no podrían obtenerse por la polimerización de monómeros. Los iniciadores aniónicos que se utilizan generalmente son organo-metálicos y alcalino-terciarios, tales como el butil-litio, el fenil-isopropil-potasio o tetrámero disódico de α -matll estireno.⁽¹²⁾

1.2 PROCESOS DE POLIMERIZACIÓN

Las reacciones de polimerización se llevan a cabo mediante diferentes técnicas, dependiendo de las características del monómero y de las propiedades que se quieran obtener en el producto final, las técnicas con mayor frecuencia empleadas en la obtención de polímeros son:

Polimerización en:

- Masa.
- Suspensión.
- Emulsión.
- Solución.

Polimerización en masa:

El monómero líquido se polimeriza por medio de calor y en presencia de un iniciador, sin la presencia de agua o diluyentes por lo que el producto final presenta un elevado grado de pureza; sin embargo, al aumentar la conversión y sin la presencia de un diluyente, aumenta la viscosidad provocando problemas en el control de la reacción ya que el polímero no es un buen conductor del calor y la reacción es exotérmica.

Por esta razón la polimerización se realiza en dos etapas; En la primera se polimeriza hasta una conversión del diez por ciento, la segunda tiene lugar en un segundo reactor en donde se polimeriza hasta obtener la conversión deseada. Si a partir de cierto grado de polimerización el polímero es insoluble en el monómero (como el caso del acrilonitrilo), se precipita.

Polimerización por suspensión:

En la polimerización por suspensión, el monómero debe ser insoluble en el disolvente que generalmente es agua, el monómero se dispersa en el medio acuoso en forma de pequeñas gotas.

Antecedentes sobre Polímeros

En este caso es necesaria la presencia de un estabilizador tal como gelatina o almidón, que impida la coalescencia y actúe como agente tensoactivo regulando el tamaño de las gotas, además el iniciador a utilizar debe ser soluble en el monómero.

La ventaja que presenta el incluir un disolvente, es que el medio acuoso facilita la eliminación de calor de polimerización. La polimerización se lleva a cabo en las gotas, las dimensiones de estas no cambian pero la viscosidad sí hasta hacerse sólidas. Por lo tanto, el polímero se presenta en forma de perlas con un alto grado de pureza, la recuperación de las perlas se lleva a cabo por filtración y lavados para eliminar el agente tensoactivo.

Polimerización por emulsión:

Los monómeros al ser generalmente insolubles en agua o muy poco solubles, se emulsionan con agente emulsificante (como jabones, alcalinos, oleato amónico, etc.), eventualmente en presencia de coloides protectores (alcohol polivinílico, metilglucosa), y agentes tensoactivos (los cuales rompen la tensión superficial entre el monómero y el agua, ayudando a que el iniciador sea soluble en el agua), reguladores de pH y un iniciador que debe ser soluble en medio acuoso.

La iniciación de la polimerización está localizada en el medio acuoso y no en el interior o en la superficie de las gotas del monómero. El crecimiento de las cadenas tiene lugar, muy probablemente, en el interior de las gotitas monómero-polímero. Incluso las reacciones de terminación se efectúan en ellas.

Dicho de otro modo, las gotitas emulsionadas del monómero puro no servirán más que de reserva del monómero. Este será cedido al medio acuoso o a las gotas monómero-polímero a medida que el monómero se polimeriza. Existe una disminución regular del volumen de las gotas del monómero, mientras que aumenta el volumen de las del polímero. Una de las ventajas de este tipo de polimerización es que sustituye por agua los disolventes costosos utilizados como medio de dispersión.

El resultado es un látex, una emulsión acuosa del polímero, que se puede utilizar en este estado o bien por medio de evaporación, se obtiene el polímero en estado sólido, el inconveniente que presenta la polimerización por emulsión es la dificultad de separar las impurezas (tales como los materiales empleados para facilitar la polimerización), del látex.

Antecedentes sobre Polímeros

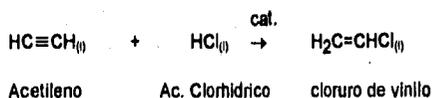
Polimerización en solución.

Este proceso también se conoce como polimerización por precipitación, debido a que el polímero puede ser soluble en el diluyente y precipitar a partir de cierto grado de polimerización. Los componentes necesarios en el proceso son: el monómero, el iniciador y una considerable cantidad de disolvente.

El disolvente juega un papel muy importante, ya que debido a éste, las condiciones de la reacción son menos drásticas, pues limita la temperatura de reacción con el punto de ebullición del disolvente, de tal forma que si se utiliza un disolvente con un punto de ebullición bajo, los polímeros obtenidos tendrán pesos moleculares altos en el caso de polimerizaciones muy exotérmicas, por otra parte la viscosidad del medio es baja debido también al disolvente. La desventaja es un alto costo debido a las cantidades utilizadas de disolvente, sin embargo el resultado final proporciona polímeros con buena homogeneidad desde el punto de vista de grados de polimerización (polidispersidad); facilitando el procesamiento del polímero.

1.3 FORMAS DE OBTENCIÓN DEL MONÓMERO DE CLORURO DE VINILO

El primer proceso industrial para la obtención de cloruro de vinilo fue desarrollado por Griesheim-Elektron; dicho proceso se basa en la adición de ácido clorhídrico al acetileno; la vinilación del cloruro de hidrógeno transcurre de acuerdo a la siguiente ecuación :



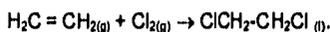
Como catalizador se usa HgCl_2 sobre carbón activado a una temperatura de 140 a 200°C; la conversión es del 96 al 97 %. La purificación del cloruro de vinilo es relativamente sencilla, puesto que como subproductos sólo se obtienen pequeñas cantidades de acetaldehído (de la humedad de los gases empleados) y 1,2 dicloroetano (de la adición del HCl al cloruro de vinilo).

Esta vía basada en acetileno casi se ha abandonado y se ha sustituido por etileno por ser una materia prima más barata. El cloruro de vinilo a partir de etileno, se obtiene casi exclusivamente por la disociación térmica del 1,2 dicloroetano, dicho producto puede obtenerse por dos vías:

Antecedentes sobre Polímeros

a) Por el método antiguo de la adición del cloro al etileno.

La cloración del etileno se efectúa en fase líquida en un reactor de burbujeo con el producto de reacción (dicloroetano) como medio de reacción que contiene disuelto FeCl_3 , CuCl_2 o SbCl_3 como catalizador, con una temperatura y presión de 40 a 70°C y 4 a 5 bars respectivamente.



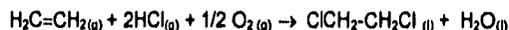
Etileno Cloro 1,2-Dicloroetano

La adición de cloro transcurre según un mecanismo iónico electrofílico, en el cual el catalizador posibilita la polarización de la molécula de cloro y con ello facilita el ataque electrofílico, la selectividad en el 1,2 Dicloroetano llega al 98% y del 99% en Cl_2 .

También se puede efectuar la cloración del Etileno en fase gaseosa a una temperatura de 90-130°C, la formación del 1,2 Dicloroetano transcurre por un mecanismo vía radicales libres en cadena, iniciado por radicales de cloro, que se producen por la homólisis de las moléculas de cloro.

b) Vía de oxícloración del etileno con cloruro de hidrógeno y O_2 (o aire).

La oxícloración del etileno se realiza preferentemente en fase gaseosa, haciéndose reaccionar etileno con cloruro de hidrógeno anhidro y aire u oxígeno a 220-240°C y 2-4 bars, obteniendo como productos el 1,2 dicloroetano y agua.

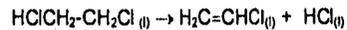


Como catalizador se usa CuCl_2 depositado sobre materiales de soporte, que frecuentemente contienen activadores y estabilizadores. En las condiciones de reacción indicadas no se forma cloro libre, sino que el cloruro cúprico actúa como agente de cloración, que finalmente se regenera en la etapa de oxícloración, con HCl y aire. Los catalizadores permiten alcanzar una selectividad de 1,2 Dicloroetano del 96%. La conversión de etileno si se emplea un ligero exceso de HCl y aire, es prácticamente cuantitativa.

La oxícloración en fase líquida es un proceso en disolución acuosa clorhídrica de CuCl_2 , que se realiza a 170-185 °C y 12-18 bars, con una selectividad del 96% del 1,2 Dicloroetano. La ventaja de esta variante reside en el empleo de clorhídrico acuoso, con lo que se elimina adecuadamente el calor por vaporización del agua, sin embargo, el manejo de una disolución acuosa de clorhídrico en caliente presenta considerables problemas de corrosión en los equipos.

Antecedentes sobre Polímeros

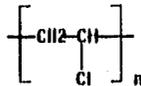
La transformación del 1,2 Dicloroetano en cloruro de vinilo, al principio se realizaba con bases alcalinas en fase líquida. Actualmente se realiza exclusivamente mediante la dehidrocloración en fase gaseosa:



La disociación endotérmica del 1,2 Dicloroetano se realiza a 500 - 600 ° C y con una presión de 25 a 35 bars a través de un proceso puramente térmico, y siguiendo un mecanismo por radicales en cadena, la reacción se lleva a cabo en tubos de acero especial (Ni, Cr) muy resistentes al calor y a una elevada velocidad de flujo obteniéndose un producto con una pureza del 99.5%. La mezcla de reacción se enfría directamente con 1,2 Dicloroetano, con lo cual desprende HCl en forma gaseosa, tras la separación por destilación del cloruro de vinilo, el 1,2 Dicloroetano recuperado se recircula a la etapa de hidrocloración. La conversión del 1,2 Dicloroetano en la disociación térmica es del 50-60%

1.4 CARACTERÍSTICAS Y PROPIEDADES DEL PVC.

Uno de los materiales empleados para fabricación de tubería rígida es la resina de PVC esta resina es el producto de la polimerización del monómero de cloruro de vinilo, que se lleva a cabo mediante una reacción vía radicales libres, obteniendo una resina termoplástica lineal, la estructura básica del PVC es la siguiente:



Donde n indica el grado de polimerización en un intervalo de 300 a 1500 unidades poliméricas.

Con la aplicación de calor y trabajo el PVC puede ser extruido o moldeado, la temperatura de procesamiento al mezclarse con otros aditivos oscila entre 150 y 200°C dependiendo del peso molecular y la formulación.

La mayoría del PVC usado para aplicaciones rígidas (perfiles, tuberías, entre otras) se produce por medio de un proceso de polimerización en suspensión pero también se puede utilizar para esta misma aplicación, el obtenido por una polimerización en masa o emulsión. El PVC

Antecedentes sobre Polímeros

obtenido así se encuentra en forma de polvos blancos, que se formulan con ingredientes auxiliares.

Las características del PVC están basadas por una parte en su composición química, estructura, y la técnica de polimerización utilizada en su manufactura, y por otro lado en el efecto de ciertos aditivos que influyen positivamente en las propiedades del material con respecto al proceso y a su aplicación. Por lo que para caracterizar la materia prima es necesario conocer los siguientes datos: valor K, densidad, porosidad, peso molecular y tamaño de la partícula que se describen a continuación:

-Valor K: El número de moléculas simples unidas para formar la macromolécula se determina mediante el grado de polimerización, que es por lo tanto una unidad de medición del peso molecular, para el PVC la unidad utilizada es el valor K. Este valor es de aproximadamente 57 - 70 para resinas utilizadas en aplicaciones rígidas.

Con un valor K elevado las propiedades del material tales como: dureza, estabilidad de forma bajo calor y fuerza de arrastre son valores elevados por lo cual se presentan dificultades al procesarlo.

-Densidad: La estructura del grano es el principal factor de influencia para la densidad, el PVC con un grano compacto redondo y una distribución del tamaño del grano que permita un mejor empaque tendrá la más alta densidad, el material que es poroso y con una estructura irregular tendrá la más baja densidad. La densidad para el PVC es de 1.4 g/cm^3 . Sin embargo, las cargas o el plastificante modifican su densidad al adicionarse.

-Porosidad: La porosidad es una característica de cada tipo de resina pero en general puede decirse que a mayor porosidad mayor facilidad de absorción de aditivos, acortándose los tiempos de mezclado.

-Peso Molecular: El peso molecular del PVC es variable y se mide un promedio indirectamente; mediante la determinación de la viscosidad relativa en soluciones de nitrobenzono al 0.4 % (con un valor de 0.30 a 0.71) o ciclohexanona al 0.5 % (con un valor de 0.65 a 1.348). Conforme disminuye el peso molecular, las temperaturas de operación serán más bajas facilitando el procesamiento, disminuyendo el riesgo de degradación térmica de los materiales las propiedades físicas en el producto terminado tales como tensión y resistencia al rasgado serán más bajas; el brillo y capacidad de aceptar más cargas será mejor.

-Tamaño de partícula: El tamaño varía según se trate de resina de suspensión o emulsión. En el caso de la resina de suspensión el diámetro de la partícula va de 100 a 200 micrones, y en el caso de resina en emulsión el diámetro es de 0.2 a 5 micrones.

Antecedentes sobre Polímeros

En cuanto a las propiedades que tiene el PVC y que definen su comportamiento durante el procesamiento, tenemos: resistencia mecánica, resistencia al intemperismo y un pronunciado carácter termoplástico, los artículos manufacturados tienden a suavizarse en condiciones calientes e incrementar su dureza en medios fríos. Los plásticos de PVC que contienen poco o nada de plastificante, tienden a ser sensitivos al impacto a bajas temperaturas.

El PVC es un material altamente inestable y se degrada a temperaturas de 180-220°C, desprendiendo HCl formando puntos débiles en los cuales las moléculas se pueden oxidar, degradando el material, por esta razón es indispensable su estabilización térmica para poder procesarse. Es muy resistente al agua y prácticamente inmune a las soluciones acuosas y soluciones empleadas para desoxidar como otros productos orgánicos, pero es susceptible al ataque de disolventes orgánicos naturales, como hidrocarburos que contienen cloro, resiste líquidos corrosivos, soluciones básicas y ácidas, soluciones salinas y algunos otros solventes y productos químicos, tiene gran poder de aislamiento eléctrico. Las resinas producidas en emulsión y solución tienen propiedades dieléctricas bajas, debido a la presencia de los diversos aditivos usados durante la polimerización.⁽²⁾

Todas estas propiedades dependen completamente de la formulación usada y de su procesamiento.

1.5 FORMULACIÓN

El éxito en el procesamiento del PVC depende de una buena formulación. Debido a sus propiedades el PVC no se puede procesar sin antes mezclarse con otros aditivos, los cuales facilitan su procesamiento y le confieren características específicas al producto final; a dicha mezcla se le denominará "compuesto".

Las características que se toman en cuenta para la elección de la resina y los aditivos están en función del tipo de proceso de transformación así como las características del producto final que se deseen.

Se inicia el desarrollo partiendo de la resina que se va a utilizar, de inmediato surge una pregunta: ¿Cuál es el tipo de resina más adecuada para cada uso?. Existen cuatro tipos de resina clasificadas desde el punto de vista de la técnica de obtención; en suspensión, en emulsión, en masa o en solución, las cuales presentan diferentes características con respecto al tamaño de

Antecedentes sobre Polímeros

partícula, densidad, peso molecular (PM), características que determinan su facilidad de procesamiento y en gran medida la calidad del producto final.

Los diferentes tipos de resina se emplean normalmente de la siguiente manera: las resinas de suspensión y masa son utilizadas en "compuestos", las resinas de emulsión están destinadas a la preparación de plastisoles y las resinas de solución se utilizan para recubrimientos especiales. Se hará mayor énfasis en las resinas obtenidas por suspensión y masa, ya que son éstas las que se emplean en la producción de tubería rígida. Un compuesto de PVC es preparado por incorporación de dos tipos de aditivos : básicos y complementarios.

Los aditivos básicos son aquellos estrictamente indispensables para poder procesar un compuesto, dichos aditivos son :

- Estabilizador térmico o estabilizante al calor
- Lubricantes

Como aditivos complementarios se consideran todos aquellos que se incorporan en un compuesto, para conferir determinadas características o propiedades y son entre otros, los siguientes:

- Cargas.
- Modificadores de impacto.
- Modificadores de flujo.
- Pigmentos.
- Estabilizadores a la luz ultravioleta.

A continuación se describen las características principales de cada uno de los aditivos mencionados:

ADITIVOS BÁSICOS

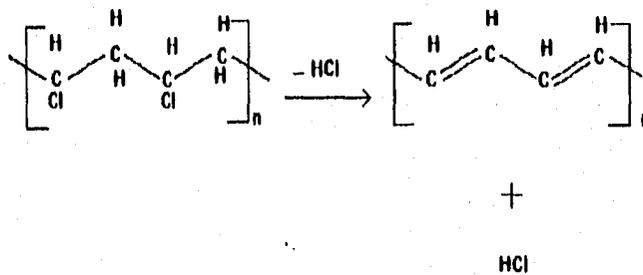
ESTABILIZADOR TÉRMICO

Durante el procesamiento la resina recibe calor y trabajo lo que pueden ocasionar que se degrade, presentándose un amarillamiento y una disminución de las propiedades mecánicas del producto final; en este sentido la función del estabilizador es prevenir esta degradación, absorbiendo y neutralizando las partículas de ácido clorhídrico que se desprenden del polímero

Antecedentes sobre Polímeros

durante el calentamiento, estas partículas son las responsables de la inestabilidad del PVC, según el mecanismo que se presenta en el siguiente diagrama. ⁽⁶⁾

MECANISMO DE DEGRADACION DEL PVC



Para la elección de un estabilizador se debe tomar en cuenta las siguientes características:

- 1) Debe ser receptor de ácido clorhídrico.
- 2) Los productos que se formen deben ser:
 - Inodoros, insolubles en agua y no deben presentar problemas de coloración.
- 3) No deben presentar problemas de compatibilidad.
- 4) Debe ser absorbedor de luz ultravioleta.
- 5) Debe tener una capacidad antioxidante para inhibir la formación de grupos carbonilo.
- 6) Preferentemente no tóxico.
- 7) Poder usarse en pequeñas cantidades.
- 8) De bajo costo.

Los grupos de estabilizadores más utilizados se muestran en la tabla 1:

Tabla 1. Tipos de Estabilizadores

GRUPO	EJEMPLO	VENTAJAS	DESVENTAJAS
a) Sales complejas Metal-Orgánicas.	Sales organometálicas de: Bario/Cadmio Bario/Cadmio/ Zinc	-Buena estabilidad térmica a largo plazo -Mantiene más tiempo el color inicial -Buena transparencia	-No tienen aprobación para uso grado alimenticio.
	Sales organometálicas de Estaño	-Excelente estabilidad térmica -Buena estabilidad a la luz -Transparencia cristalina -Excelente compatibilidad -No mancha -No tóxico	-Alto costo (aunque se utiliza en pequeñas cantidades)
c) Sales Inorgánicas de Plomo	-Sulfato tribásico de plomo -Estearato dibásico de Plomo -Estearato neutral de Plomo -Fosfito dibásico de Plomo	-Bajo costo -Buena estabilidad térmica -Baja absorción de agua -Pueden usarse en tuberías que conducen agua potable.	-Por su toxicidad no deben utilizarse en empaques alimenticios, juguetes, equipos médicos, artículos que requieran alta transparencia ya que dan opacidad al compuesto
d) Sales de Calcio y Zinc	-Estearatos de calcio y zinc	-Son estabilizadores completamente atóxicos -Tienen aprobación para su uso en grado alimenticio.	-Deficiente estabilidad al calor y transparencia.

LUBRICANTES

El lubricante es un compuesto que modifica la características superficiales del PVC reduciendo la fricción y se clasifican en tres grupos de acuerdo a la compatibilidad con la resina de PVC y su funcionalidad:

a) Lubricantes Internos

Los lubricantes internos son aquellos compuestos altamente compatibles con la resina debido a que presentan grupos polares, provocando que sean atraídos a las partículas de PVC que también son polares debido a la presencia de Cl.

Antecedentes sobre Polímeros

Debido a esto los lubricantes internos reducen la fricción entre las partículas cuando se realiza el mezclado, también permiten un mayor flujo del polvo en ductos o tolvas y aceleran la fusión del compuesto.

b) Lubricantes Externos

Los lubricantes externos presentan una baja compatibilidad con la resina de PVC debido a que en su estructura química no existen grupos que sean atraídos hacia el PVC por lo que tienden a separarse durante la fusión del compuesto, permaneciendo en la superficie metálica del equipo y promoviendo un mayor flujo de salida, ya que evita la adhesión del compuesto fundido en las paredes del equipo, por otra parte retardan la fusión del compuesto.

c) Lubricantes Internos/Externos

Dentro de este grupo se encuentran aquellos que presentan en su estructura grupos que tienen cierto grado de compatibilidad con el polímero, pero que a su vez contienen grupos que promueven la incompatibilidad y separación del compuesto, estos lubricantes realizan dos funciones, reducir la fricción entre las partículas del polvo y por otro lado la de formar una película sobre las partes metálicas del equipo evitando la adhesión de la masa fundida y acelerando el flujo.

El nivel de lubricación debe determinarse cuidadosamente ya que un exceso puede provocar fragilidad en el producto, disminución de las propiedades mecánicas y exudación. Por el contrario, un bajo nivel de lubricación puede producir un incremento de la viscosidad del material fundido y consecuentemente un incremento en la degradación del material, además de facilitar que el compuesto se adhiera a la superficie metálica de la maquinaria.⁽¹⁴⁾

Entre los lubricantes internos están: los ésteres grasos, amidas de ácidos grasos, ácidos grasos y alcoholes grasos, como lubricantes externos se pueden mencionar las ceras polietilénicas principalmente, y en la clasificación interno/externo se pueden mencionar a los esteratos metálicos, ésteres y ceras.

ADITIVOS COMPLEMENTARIOS

CARGAS

Las cargas son productos que se adicionan a las materias primas básicas, con objeto de reducir el costo pero además le confieren características físicas y químicas al producto final mejorando sus propiedades.⁽⁹⁾

Por las características que aportan al compuesto, las cargas se clasifican en dos tipos:

-Materiales de relleno; las cuales tienen como función principal reducir los costos, sin embargo, afectan algunas propiedades del producto final, por ejemplo disminuyen la resistencia al corte y a la tensión.

-Materiales de refuerzo, mejoran las propiedades físicas y mecánicas de los compuestos como volumen, aumento de rigidez, etc.

Los carbonatos metálicos, especialmente el carbonato de calcio CaCO_3 , es la carga más utilizada para la producción de PVC, los efectos producidos por el carbonato de calcio en los compuestos de PVC son:

- Aumento de rigidez del producto final.
- Disminución en la resistencia a la tracción y a la flexión.
- Disminución en la resistencia al impacto.

MODIFICADORES DE IMPACTO

Son aditivos caracterizados precisamente para mejorar o aumentar la resistencia al impacto de un producto rígido de PVC, sin impartir blandura o flexibilidad. Su función es la de absorber el choque sin provocar fractura; ya que experimenta una deformación a la vez que disipa la energía de impacto. Estos modificadores son generalmente de naturaleza elastomérica.⁽⁴⁾

La tabla 2 muestra resumen de los diferentes tipos de modificadores de impacto con las características más destacadas de cada uno de ellos:

ADITIVOS COMPLEMENTARIOS

CARGAS

Las cargas son productos que se adicionan a las materias primas básicas, con objeto de reducir el costo pero además la confieren características físicas y químicas al producto final mejorando sus propiedades.⁽⁹⁾

Por las características que aportan al compuesto, las cargas se clasifican en dos tipos:

-Materiales de relleno; las cuales tienen como función principal reducir los costos, sin embargo, afectan algunas propiedades del producto final, por ejemplo disminuyen la resistencia al corte y a la tensión.

-Materiales de refuerzo, mejoran las propiedades físicas y mecánicas de los compuestos como volumen, aumento de rigidez, etc.

Los carbonatos metálicos, especialmente el carbonato de calcio CaCO_3 , es la carga más utilizada para la producción de PVC, los efectos producidos por el carbonato de calcio en los compuestos de PVC son:

- Aumento de rigidez del producto final.
- Disminución en la resistencia a la tracción y a la flexión.
- Disminución en la resistencia al impacto.

MODIFICADORES DE IMPACTO

Son aditivos caracterizados precisamente para mejorar o aumentar la resistencia al impacto de un producto rígido de PVC, sin impartir blandura o flexibilidad. Su función es la de absorber el choque sin provocar fractura; ya que experimenta una deformación a la vez que disipa la energía de impacto. Estos modificadores son generalmente de naturaleza elastomérica.⁽⁴⁾

La tabla 2 muestra resumen de los diferentes tipos de modificadores de impacto con las características más destacadas de cada uno de ellos:

Tabla 2. Modificadores de Impacto

TIPOS DE MODIFICADORES DE IMPACTO	CARACTERÍSTICAS
Acrílo-Nitrilo Butadieno-Estireno (ABS)	Se recomienda para productos opacos; no expuestos a la Intemperie.
Metacrilato-Butadieno-Estireno (MBS)	Proporciona muy buena transparencia; no recomendada para uso a la Intemperie.
Acrílicos	Disponibilidad de modificadores para productos transparentes y opacos, teniendo estos últimos, resistencia al efecto del intemperismo.
Etileno-Vinil-Acetato (EVA)	Recomendado para productos opacos con buena resistencia a la Intemperie.
Poliétileno Clorado (CPE)	Recomendado para productos opacos con buena resistencia a la Intemperie.

MODIFICADORES DE FLUJO

Conocidos también como "ayudas de proceso", su función es mejorar la procesabilidad de un compuesto mediante la disminución de la viscosidad del fundido, logrando una fusión más completa y más rápida reduciendo defectos superficiales; se usan principalmente en la formulación de compuestos rígidos. Son resinas complejas elaboradas a base de sistemas acrílicos y de estireno-butadieno. Sus principales características son las siguientes:

- a) Proporcionan una mayor velocidad al proceso.
- b) Facilita el procesamiento, incluso de polímeros de alto peso molecular.
- c) Reduce la temperatura de fusión.
- d) Imparten buena apariencia al producto terminado.
- e) Ayudan al moldeo posterior de los productos.
- f) Disminuyen la resistencia química del producto.

PIGMENTOS

Su uso está destinado a mejorar el aspecto visual del producto, al conferir determinadas características o simplemente como medio de identificación. Los pigmentos utilizados para PVC pueden ser de dos tipos:

-Inorgánicos: Dióxido de titanio, óxido de cromo, azul ultramarino, molibdato de naranja, etc.

-Orgánicos: Como las ftalocianinas, bencidinas, etc.

Antecedentes sobre Polímeros

La selección de un pigmento depende de las condiciones de uso, temperatura de proceso, resistencia al calor, poder tintóreo, costo, etc.

PROTECTORES A LA LUZ ULTRAVIOLETA

La luz en la región de los rayos ultravioleta tiene una fracción donde hay suficiente energía de activación como para romper los dobles ligaduras presentes en el PVC, y es debido a esta fracción que todo material sin excepción, envejece, se amarillea y en suma se degrada. Por ello se emplean protectores en algunas formulaciones de PVC, con la finalidad de retardar el amarillamiento pues el evitarlo permanentemente no es posible. Las benzofenonas y los derivados del ácido salicílico son los más empleados, como protectores.⁽¹⁷⁾

1.6 PROCESOS DE TRANSFORMACIÓN DE PVC.

Los procesos de transformación son aquellos mediante los cuales es posible transformar un polímero de su forma original de polvo o pellet en un material con una forma específica.

Los procesos más representativos son:

- a) Extrusión.
- b) Soplado.
- c) Inyección.
- d) Compresión.
- e) Calandreo.

A continuación se describen brevemente cada uno de éstos procesos:

a) EXTRUSION

La operación o procedimiento de extrusión se define como la acción de forzar, por medio de presión, a pasar a través de un dado o boquilla un plástico o material fundido. Este procedimiento se ha utilizado durante muchos años para metales como el aluminio, el cual fluye plásticamente cuando se somete a una presión de deformación. En el procedimiento original para someter los polímeros a extrusión, se utilizaban máquinas que usaban un arlete o empujador mecánico, ahora se usan tornillos o husillos para hacer fluir el polímero fundido a lo largo de la camisa de la máquina.

Antecedentes sobre Polímeros

El aparato está constituido principalmente por un tornillo de Arquímedes que se ajusta con precisión dentro de la camisa cilíndrica, con espacio suficiente para rotar libremente. El polímero sólido se alimenta en un extremo y en el otro sale el material sometido a extrusión ya perfilado. Para este proceso la máquina de extrusión presenta un amplio campo de aplicación y ventaja, pues es un proceso continuo de producción. Entre sus principales campos de usos se encuentran la producción de:

- Manguera flexible de PVC con grado industrial o atóxico y tubos para aplicaciones quirúrgicas, además de perfiles flexibles,
- Tubería rígida de PVC para conducción de agua y/o para conduits, canales para soportar líneas de alambres y cables de instalación eléctrica etc.,
- Películas para envolturas, sacos, bolsas, etc. en diferentes materiales rígidos, semirígidos y flexibles.

La unidad de procesamiento de las máquinas extrusoras consiste de:

- a) Un barril o cilindro con bandas de calentamiento.
- b) Husillos o husillo.
- c) Sistema de enfriamiento del barril
- d) Sistema de control de temperaturas para el centro del husillo.
- e) Sistema de vacío para extraer volátiles del material que está siendo procesado.
- f) Unidad de moldeo
- g) Unidad de calibración.

Existen dos tipos de extrusoras, la de tornillo (o husillo) simple y la de tornillos gemelos, aunque las dos constan de la misma unidad de procesamiento, su diferencia radica en el número de husillos.

A) Extrusor de tornillo simple.

Como su nombre lo indica, este tipo de extrusoras opera con un sólo husillo o tornillo, éste tiene uno o dos "hilos" o filetes en espiral a lo largo de su eje. El diámetro medido hasta la parte externa del hilo es el mismo en toda la longitud para permitir un ajuste preciso con la camisa cilíndrica que cubre a este husillo, con un claro apenas suficiente para dejarlo rotar. La "raíz" o núcleo es de diámetro variable, de manera que el canal en espiral varía en profundidad. En general, la profundidad del canal disminuye desde el extremo de alimentación hasta el extremo del dado, aunque existen modificaciones con fines especiales. Una consecuencia de la

disminución de la profundidad del canal es el incremento de la presión a lo largo del extrusor y ésta es la que impulsa el material fundido a través del dado .

Con el fin de llevar el material a la temperatura de procesamiento correcto, se equipa al cilindro con unas bandas de calentamiento y un sistema de enfriamiento que son reguladas electrónicamente por controladores de temperatura, el calentamiento del cilindro se divide en secciones llamadas zonas, cada zona puede ser calentada a diferentes temperaturas , por lo tanto es posible obtener el perfil más adecuado de temperaturas para procesar el material. El interior del barril tiene una forma cilíndrica en donde se encuentra el husillo, pero no sólo sirve para almacenarlo, sino que también funciona como unidad de calentamiento y enfriamiento para el material.

Como se mencionó, en el interior del cilindro se encuentra el husillo que es el corazón de la extrusora, el cual se divide en tres zonas, para facilitar el procesamiento; la figura 1 muestra dichas zonas:

a) Zona de alimentación.

Por la acción de esta zona el material es forzado a entrar a través del husillo, se precalienta y transforma, la profundidad del tornillo es constante y la longitud de esta zona es tal que hay una alimentación correcta hacia adelante , ni deficiente ni excesiva. Esta alimentación varía un poco su velocidad para obtener una eficiencia óptima de extrusión con los diferentes polímeros.

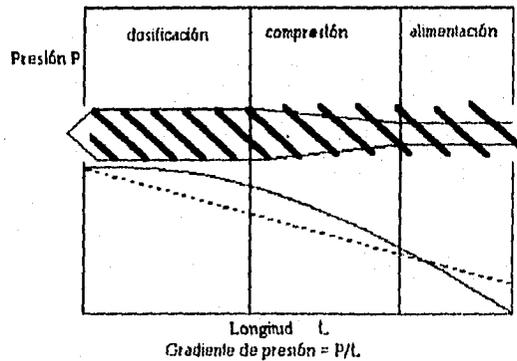


Fig. 1 Zonas del husillo

b) Zona de compresión.

La segunda zona tiene una profundidad del canal decreciente, esta zona tiene diferentes funciones y se le conoce por lo común, como zona de "compresión" o de "transición".

Antecedentes sobre Polímeros

Primeramente, se expulsa el aire atrapado entre los gránulos originales; en segundo lugar, se mejora la transferencia de calor desde las paredes del barril calentado conforme el material se vuelve menos espeso; en tercer lugar, se da el cambio de densidad que ocurre durante la fusión. Nuevamente, hay una modificación del diseño ideal para cada tipo de polímero. Si el polímero funde en forma abrupta, el criterio general es que se requiere una zona de compresión muy corta, por lo común de una longitud de únicamente una vuelta de la espiral o hélice del tornillo. Los tornillos de compresión rápida (zona de compresión corta) se utilizan para el nylon y otros polímeros semicristalinos, como el polipropileno. El policloruro de vinilo es un polímero difícil de extruir, ya que funde aun más lentamente que el polietileno.

c) Zona de dosificación.

Una vez más se encuentra una profundidad de tornillo constante, su función es la de homogeneizar el material fundido y con ello suministrar a la región del dado material de calidad homogénea con una temperatura y presión constantes.

La zona final de un extrusor es la zona del dado, que termina en el propio dado situado en esta región donde se haya el portamallas. Esta zona consta por lo común de la placa de acero perforada conocida como placa rompedora y un juego de mallas de dos o tres capas de gasa de alambre situada en el lado del tornillo (para evitar el paso de material extraño, por ejemplo, polímero no fundido, polvos, cuerpos extraños, además de crear un frente de presión cuando se opone una resistencia al bombeo de la zona anterior).

Conforme se transporta el polímero a lo largo del tornillo se funde una delgada película en la pared del barril, esto se debe al calor que se transfiere desde los calentadores del barril, aunado a la fricción. Cuando el material se adhiere únicamente al tornillo y se desliza sobre el barril, entonces el tornillo y el material simplemente girarían como un cilindro sólido y no habría transporte, pero si hay fricción tanto en el tornillo como en el barril, esto conduce al mecanismo de transporte principal, que es el flujo por arrastre, es decir el arrastre del material fundido a lo largo del tornillo como resultado de las fuerzas de fricción, y es equivalente al arrastre viscoso. Esto constituye la componente de transporte del extrusor.

Después de abandonar el husillo, en el caso de extrusión de tubería rígida de PVC, el material fundido pasa al cabezal, el cual está unido directamente a la extrusora por medio de un adaptador. El cabezal es la herramienta que le da al material fundido la forma deseada, también puede dividirse en diferentes zonas dependiendo del tamaño y forma requerida.

Antecedentes sobre Polímeros

Cuando el material abandona el cabezal, aun se encuentra caliente y por lo tanto maleable, por lo que tiene que ser enfriado en un formador (o bushing), además de ser calibrado para proporcionarle determinadas dimensiones

La calibración (para el caso de tubería rígida de PVC) puede realizarse en dos formas: Externa e Interna.

- Calibración Externa

Existen dos calibraciones externas:

- Calibración por presión, (ésta se utiliza para tuberías de diámetro exterior mayores de 60 mm).
- Calibración por vacío (se utiliza para tubería de diámetro exterior de menos de 100 mm), el tanque de vacío es sellado herméticamente en un baño de agua, la cual es extraída a una presión menor a la atmosférica, en este baño de agua están montados los platos de calibración.

- Calibración Interna

Esta calibración consta de una extensión de calibración del cono, la dimensión de esta extensión le proporciona al tubo su diámetro interior final, mientras que el diámetro exterior y espesor de pared están determinados por las dimensiones del dado.

En las máquinas de alta velocidad, prácticamente todo el calentamiento proviene del esfuerzo cortante al que se somete el material fundido.

Influencia de las propiedades del polímero.

Dos propiedades importantes de los polímeros que influyen en el proceso de extrusión son: las propiedades reológicas y propiedades de fricción. La importancia del arrastre debido a la fricción en la pared del barril se debe a que el material fundido gira junto con el tornillo, esto se debe principalmente al tipo de polímero y a las condiciones de extrusión. Entre mayor sea la fricción, menor será la tendencia a girar con el tornillo, por lo que un tornillo o husillo más largo tiene mayor área de superficie del barril y por tanto genera mayor fuerza de fricción total. Un problema posterior es que el coeficiente de fricción depende de la temperatura, que es diferente para cada material y es un aspecto importante para facilitar el manejo del extrusor. Por ejemplo, para el polietileno de baja densidad, el coeficiente de fricción a 100°C es aproximadamente 1, y a 250 °C es de aproximadamente 0.055. En consecuencia, se desliza bien contra la pared caliente del barril. La fricción disminuye con el incremento de la temperatura, al proporcionar una autorregulación del calor que se genera debido a la fricción. El polietileno se manufactura fácilmente en un extrusor de tornillo simple. Este comportamiento contrasta con el del policloruro

Antecedentes sobre Polímeros

de vinilo no plastificado, que tiene un coeficiente de fricción a 100 °C de aprox. 0.06 y a 150 °C es de aproximadamente 1. La fricción necesaria para mantener la producción se excede fácilmente al elevarse la temperatura para obtener un material con un fundido óptimo, y como consecuencia aumenta la respuesta a la fricción y se produce sobrecalentamiento debido al calor generado por ésta y entonces se degrada fácilmente. Por lo tanto el PVC es un polímero difícil de trabajar en un extrusor de tornillo simple y se somete a extrusión con mayor frecuencia en máquinas de husillos gemelos.

Campo de aplicación de una extrusora de un sólo husillo.

Esta extrusora se utiliza principalmente para el procesamiento de polietileno, ABS, poliestireno y todos los plásticos en forma de pellet. Sin embargo, tiene limitaciones en el procesamiento de ciertos tipos de plástico (por ejemplo el PVC en forma de polvo).

b) Extrusores de tornillos gemelos o de doble husillo

Como se vió, el extrusor de tornillo simple posee deficiencias para ciertos usos, entre los que destacan la dificultad de someter a extrusión polímeros sensibles al calor como el polí(cloruro de vinilo) , especialmente si las propiedades del polímero son sensibles a la fricción, agravando el problema. Para estos sectores de la industria de extrusión, las máquinas de tornillos gemelos tienen un mejor comportamiento. Aunque el principio en el que se basan es el mismo que el de tornillo simple, la única diferencia es que se emplean dos husillos para extruir el material; El empleo de dos husillos presenta aspectos interesantes en la extrusión, algunos de ellos se mencionan enseguida:

-Tipos de extrusores de tornillos gemelos.

Los extrusores de tornillos gemelos se dividen en corrotatorios y contrarrotatorios. Como su nombre lo indica, la diferencia se haya en si los dos tornillos giran en el mismo sentido o en sentido opuesto.

Otra clasificación de tornillos toma en cuenta si los dos tornillos se entretejen uno con el otro; denominándose como engranados aquellos que están entretejidos y no engranados los que no lo están. Los no engranados consisten principalmente en dos tornillos simples colocados uno al lado de otro y trabajan de manera similar a las máquinas de tornillo simple; no son verdaderos tornillos gemelos y se describen mejor como "tornillos dobles".

Antecedentes sobre Polímeros

Dentro de los tipos engranados, hay una ulterior subdivisión en máquinas conjugadas y no conjugadas, que depende, de si los hilos o filetes engranados ocupan totalmente los canales del área engranada o no.

Transporte del material fundido en extrusores de tornillos gemelos.

Los extrusores de tornillos gemelos actúan como bombas de desplazamiento positivo que dependen poco de la fricción, y esta es la razón principal de que fueran seleccionados para trabajar con materiales sensibles al calor. Puede ocurrir que las máquinas contrarrotatorias, si son del tipo conjugado no permitan el paso libre del material alrededor de los tornillos; de tal forma que debe moverse axialmente hacia donde se encuentra el dado. De manera similar, las máquinas contrarrotatorias no permiten el paso alrededor de cada tornillo, sino solo un pequeño recorrido tortuoso alrededor de ellos, lo que genera también flujo axial positivo. Así, que el factor L/D (que es la relación que existe entre la longitud del equipo y su diámetro) no es importante para la propulsión, y por eso no hay una zona de dosificación larga; la longitud debe ser suficiente para una fusión apropiada del polímero. Debido a la acción de bombeo positivo, la velocidad de alimentación no es importante para mantener una presión de salida; además el transporte no es por flujo de arrastre lo cual permite un buen control de la velocidad de corte y, en consecuencia de la temperatura, siendo esto especialmente importante con polímeros como el policloruro de vinilo.

El funcionamiento mecánico de los extrusores de tornillos gemelos es similar al de una bomba de desplazamiento positivo. El flujo de arrastre, que depende de la viscosidad y del comportamiento del polímero al someterse a fricción, es de menor importancia. En su forma más simple, la producción en una máquina de tornillos gemelos depende sólo de la velocidad de los tornillos⁽⁹⁾. Por otro lado, la máquina extrusora cuenta con equipos complementarios que le dan una forma determinada al tubo, de las cuales se mencionan:

- Tina de enfriamiento
- Jalón
- Sierra
- Acampanadora.

La figura 2 muestra la extrusora con sus equipos complementarios.

Antecedentes sobre Polímeros

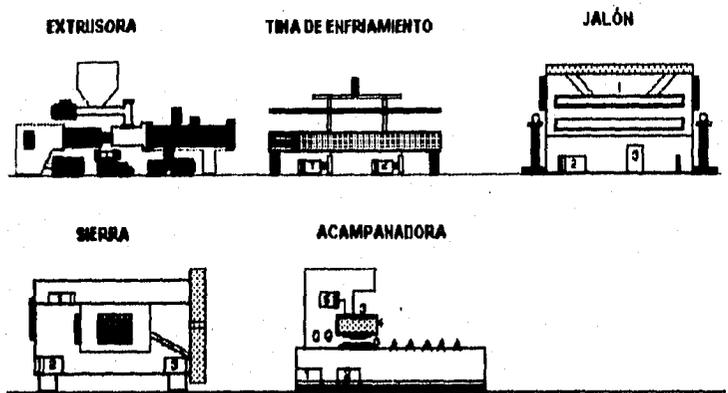


Fig. 2. Extrusora con equipos complementarios.

b) SOPLADO

El moldeo por soplado es la técnica que se usa para producir contenedores que son fundamentalmente formas huecas simples. Hay dos subdivisiones principales, el moldeo por extrusión-soplado y el moldeo por inyección-soplado.

En la figura 3 se observan las partes principales de moldeo por extrusión-soplado:

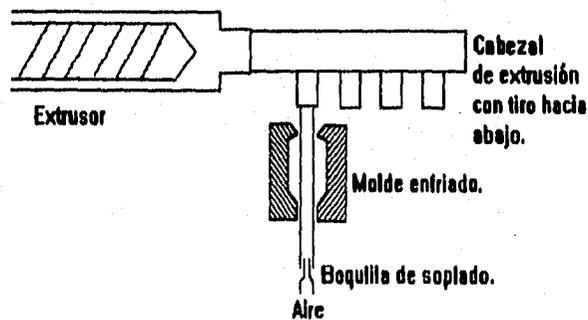


Fig. 3 Moldeo por extrusión soplado.

- Moldeo por Extrusión-soplado

En el moldeo por extrusión-soplado, el tubo semifundido, llamado forma intermedia, se produce directamente a partir del extrusor del cual sale caliente y blando. Para este producto hay una subdivisión dependiendo del producto deseado.

a) Extrusión Soplado de Película.

En este proceso el cabezal o dado de extrusión en forma angular conforma un anillo o aro, orientándolo hacia arriba de forma tal, que en su extrusión continua, forma un tubular o "Bubble" en el que se insufla aire controlando así el grueso de pared. El proceso se utiliza para elaborar película de plástico para usos de diversa naturaleza.

B) Extrusión soplado de Cuerpos Huecos.

Existen ciertas similitudes entre el proceso de extrusión soplado de película y la extrusión soplado de cuerpos huecos, en cuanto a la extrusión de una burbuja y soplado de ésta, sin embargo, durante el soplado de cuerpos huecos entra en juego el factor espesor y utilización de un molde de soplado. El proceso se utiliza para elaborar botellas, frascos y garrafones.

- Moldeo por Inyección-Soplado

Este procedimiento difiere del de extrusión en cuanto a que se utiliza una preforma moldeada por inyección. La preforma se moldea en un molde muy frío; utilizándose por lo común un líquido refrigerado, para enfriarla rápidamente en su estado amorfo. La preforma se calienta hasta justo por encima de su temperatura de transición vítrea y se estira por soplado. El soplado con estiramiento se efectúa empujando la boquilla de soplado, la cual estira hacia abajo a la preforma, al soplar simultáneamente para dar una expansión radial.

c) INYECCION

Este proceso consiste en fundir mediante calentamiento la materia prima la cuál se encuentra en estado sólido y se transforma en una masa viscoelástica (estado de fusión) para posteriormente ser inyectada a alta presión en el interior de un molde, en donde adopta la forma de éste y se solidifica mediante enfriamiento. Una máquina de moldeo por inyección tiene dos secciones principales:

Antecedentes sobre Polímeros

- La unidad de inyección
- La unidad de cierre o prensa

En la unidad de inyección el procedimiento es virtualmente el mismo que el procedimiento de extrusión con la diferencia de que el tornillo puede tener un movimiento de valvén, como si fuera pistón dentro del barril, durante la parte de inyección del ciclo de producción.

Durante la fase de plastificación el extremo de salida está sellado por una válvula, y el tornillo acumula una reserva o carga de material fundido frente a él y cuando se completa esta etapa se abre la válvula de sellado deteniéndose el giro del tornillo y se le aplica presión que lo convierte en un empujador mecánico o pistón que impulsa el material fundido acumulado hacia el molde, que se encuentra en la unidad de cierre.

La unidad de cierre es básicamente una prensa que se cierra con un sistema de presión hidráulico o mecánico, esta fuerza (alrededor de 145 MPa) debe ser bastante grande para contrarrestar la resistencia que genera el material fundido cuando se inyecta.⁽⁹⁾

A continuación se muestra un esquema de una inyectora (figura 4):

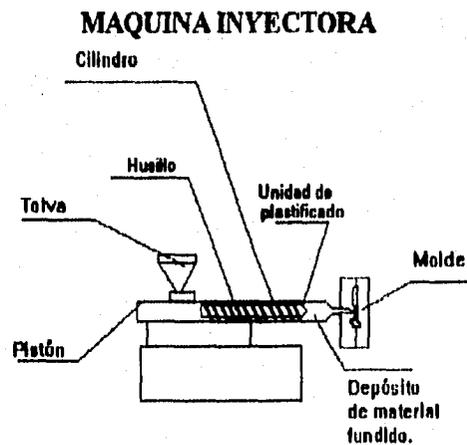


Fig. 4. Máquina inyectora.

d) COMPRESION

El moldeo por compresión se usa exclusivamente para moldear polímeros termoestable. Este proceso consiste en dar forma a los materiales plásticos vertidos en moldes, previamente calentados, por aplicación simultánea de presión y de enfriamiento seguido de una apertura.

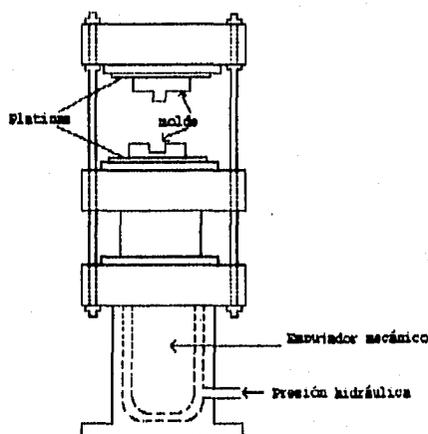


Fig. 5. Moldeo por compresión.

El procedimiento del moldeo por compresión pueden describirse de la siguiente manera:

- 1.-El molde se sujeta entre las platinas calientes de una prensa hidráulica.(ver figura 5)
- 2.-Se coloca una cantidad preparada de compuesto de moldeo en el molde; esto generalmente se hace a mano y se coloca el molde en la prensa.
- 3.-La prensa cierra con presión suficiente para evitar o minimizar la fuga del material en la división del molde.
- 4.-El compuesto se reblandece y fluye para amoldarse al recipiente, entonces se produce un curado químico conforme la temperatura interna del molde se eleva.
- 5.-Si es necesario se enfría, aunque para la gran mayoría de los polímeros termoestables no es necesario.
- 6.- La prensa se abre y se saca la pieza moldeada. Por lo general, se quita el molde de la prensa y se abre el banco para extraer la pieza moldeada.

En la práctica, a menudo se calienta antes el compuesto para disminuir el tiempo que dura el ciclo de moldeo y facilitar el flujo en el molde.

Estos procesos se emplean principalmente en la producción de discos fonográficos y tapetes.⁽⁹⁾

e) CALANDREO.

La palabra "Calandrea" proviene del griego que significa "cilindro o rodillo", que son las partes esenciales de este equipo. El objetivo del calandreo o calandrado plástico es formar una lámina, haciendo pasar un termoplástico fundido entre dos rodillos cortantes, cuyo diámetro varía; por lo que la calidad y acabado del material se mejora pasándolo sucesivamente por otros juegos de rodillos. Este proceso se emplea principalmente en la producción de lámina rígida o flexible y loseta, de calibre preciso.⁽⁶⁾ La figura 6 muestra las distintas configuraciones de rodillos que hay.

En general del calandreo puede decirse que la primera lámina se forma cuando el material pasa por la primera línea de contacto entre los rodillos, directamente desde la alimentación, la cual puede hacerse con un molino de dos rodillos o un extrusor. En la segunda línea de contacto entre rodillos se hace pasar, a menudo la lámina sin comprimirla, donde gira un banco "lápiz". Se prefiere el diseño L invertida para láminas gruesas porque están más tiempo en la maquinaria, lo que permite calentarla completamente. Por otro lado el diseño en Z inclinada ofrece un recorrido térmico corto para láminas delgadas o sensibles al calor. Es evidente que las calandrias para plásticos y cauchos, en cuanto a sus principios, son similares a los molinos de dos rodillos. Los rodillos están separados una distancia fija (aunque se pueden ajustar), es decir, no flotan.

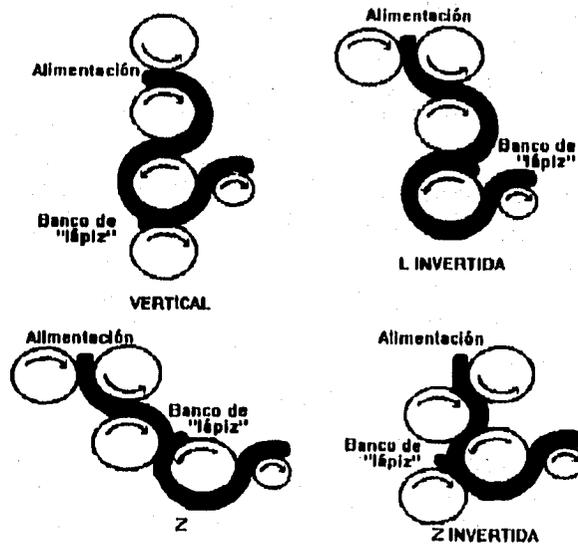


Fig. 6. Configuraciones de los rodillos.

1.7 CONCEPTOS BÁSICOS DE REOLOGÍA.

Aplicar los principios básicos de Reología en polímeros ayuda a resolver problemas de procesos de extrusión y mejorar la eficiencia en la producción, por lo que la reología ocupa un lugar muy importante para el entendimiento y consecuente mejora de dicho proceso.

La reología es la ciencia de la deformación y flujo de la materia, y se refiere a la respuesta de los materiales cuando se les aplica una fuerza mecánica (esfuerzo cortante). Es decir, un cuerpo se dice que es deformado cuando al aplicar una fuerza apropiada, se altera su forma o tamaño, y fluye cuando el grado de deformación cambia continuamente con el tiempo.

El estudio de la Reología no sólo permite conocer el comportamiento mecánico de un fluido sino que también ayuda a diferenciar la estructura (tamaño y forma molecular de las sustancias) de los diferentes polímeros, así como su viscosidad, el grado de entrecruzamiento y su elasticidad.

Por ello, es necesario definir algunos conceptos básicos de reología. Considérese dos placas separadas por una distancia r como se muestra en la figura 7, el espacio entre ellas está ocupado por el fluido; una de las placas se mueve con relación a la otra con una velocidad U . Al movimiento se opone la acción viscosa del fluido a la que se le llama viscosidad de corte definiéndose entonces, el esfuerzo cortante (τ), como la relación que existe entre la fuerza (F) que se aplica sobre la placa y su área (A)⁽⁹⁾

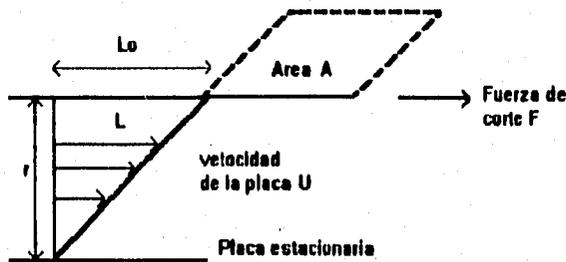


Fig. 7. Movimiento de placas.

$$\tau = \frac{F}{A} [=] \text{N/m}^2$$

En tanto que la velocidad de corte se encuentra a partir de la velocidad U en relación con la distancia L., como se indica en la siguiente ecuación:

$$\text{Velocidad de corte } \dot{\gamma} = \frac{U}{L} = \frac{dU}{dr} [=] \text{ms}^{-1}/\text{m} = \text{s}^{-1}$$

Por otro lado, existe una relación proporcional entre τ y $\dot{\gamma}$, es decir:

$$\tau = \eta \dot{\gamma}$$

Donde: η se define como el coeficiente de viscosidad de corte.

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} [=] \text{N}\cdot\text{s}/\text{m}^2$$

La viscosidad se puede considerar en este caso como una propiedad constante del material que provoca un esfuerzo cortante en el fluido. Es decir, el esfuerzo cortante depende de la velocidad de corte y de la viscosidad del fluido. En muchos de los casos la relación que hay entre el esfuerzo cortante y la velocidad de corte no es constante y no se obtiene una línea recta al graficar τ vs. $\dot{\gamma}$. Al comportamiento lineal que tienen los líquidos simples (tales como el agua y otros que tienen un comportamiento ideal) se le llama comportamiento newtoniano; el comportamiento no lineal es el no newtoniano, y es el que presentan muchos materiales en la industria química, incluyendo los plásticos, fluidos biológicos, fibras sintéticas, etc.

Existen varias clases de comportamiento no newtoniano, esto depende de si el material se adelgaza (adelgazamiento pseudoplástico) o se espesa (desplazamiento dilatante). Los cuerpos de Bingham es otra clase de comportamiento no newtoniano y éstos resisten la deformación hasta un nivel de esfuerzo crítico después del cual ceden de una manera newtoniana o no newtoniana. El tipo más importante de fluido no newtoniano es el pseudoplástico y la mayoría de los polímeros fundidos y compuestos de caucho se comportan de esta manera.⁽⁹⁾

En las siguientes curvas se muestran los comportamientos descritos (figura 8)

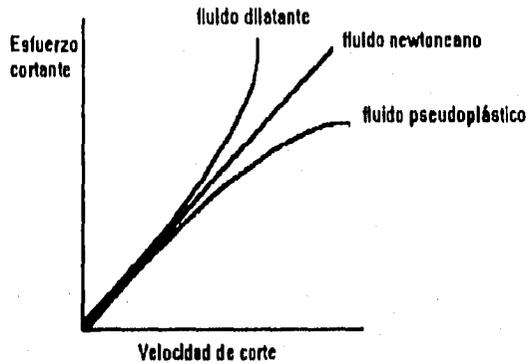


Fig. 8. Comportamiento reológico.

En la práctica se encuentra que la mayoría de los polímeros se pueden moldear adecuadamente en un intervalo útil de velocidad de corte, que se puede calcular mediante una expresión de la ley de potencias.

$$\tau = K(\dot{\gamma})^n$$

donde:

K= coeficiente de viscosidad o índice de constancia

n = índice de comportamiento del flujo.

Para fluidos newtonianos $n = 1$ y K = viscosidad de corte

En la figura 9 puede verse cómo varía la pendiente dependiendo del tipo de fluido que se tenga, cuando se grafican los logaritmos del esfuerzo cortante y la velocidad de corte.

En los procesamientos de materiales que utilizan alta velocidad de corte, como son el moldeo por inyección y la extrusión, así como muchos de los métodos para cauchos que se efectúan a altas temperaturas tienen gran importancia los estudios reológicos.

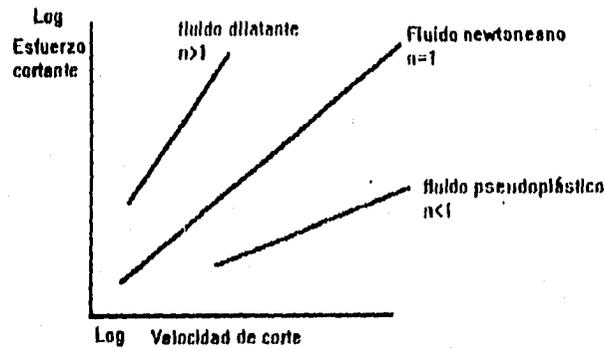


Fig. 9. Log velocidad de corte Vs. log de esfuerzo cortante.

El realizar un estudio reológico implica:

- Relacionar el comportamiento del fluido con las propiedades moleculares del mismo (peso molecular, densidad, viscosidad), las cuales se ven afectadas por la presencia de los diferentes aditivos tales como lubricantes, estabilizadores, cargas etc.
- Aplicar los modelos matemáticos para predecir el comportamiento del fluido.
- Un análisis que permita diseñar equipos de procesamiento en este caso extrusoras.

Por otra parte, el caso del flujo a través de un canal cilíndrico como en el caso de extrusión, si la longitud del canal es L, el radio del canal es R, la caída de presión a lo largo del mismo es ΔP y el gasto volumétrico por segundo es Q y si se fuerza al polímero fundido por medio de un pistón a pasar a través de un dado capilar de dimensiones conocidas, se puede medir el gasto volumétrico Q. P será la presión que se aplica en la extrusión. por lo que la viscosidad puede calcularse o estimarse a diferentes esfuerzos cortantes al hacer variar la presión, mediante la siguiente ecuación:

$$\text{esfuerzo cortante } \tau = \left(\frac{PR}{2L} \right)$$

Lo cual permite determinar la respuesta no Newtoniana

$$\text{velocidad de corte en la pared } \dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3}$$

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \left(\frac{PR}{2L}\right) \left(\frac{\pi R^3}{4Q}\right) = \frac{\pi PR^4}{8LQ}$$

Por otro lado, para medir las propiedades de $\dot{\gamma}$ y τ e inferir η se utilizan sistemas reométricos, el equipo industrial utilizado para esta aplicación es un reómetro de torque, éste instrumento consta de un motor, un sensor de torque, y uno de temperatura, además de un mezclador. Este mezclador tiene una velocidad constante o variable, estos sensores pueden ser mecánicos o eléctricos.

La fuerza aplicada es igual al producto del torque y la velocidad, además de que el torque máximo que puede ser generado por un motor es inversamente proporcional a su velocidad.

$$\text{Potencia (W)} = T \cdot \dot{\gamma}$$

T = Torque en Nm

$\dot{\gamma}$ = Velocidad de corte en (s⁻¹)

ó

$$\text{Potencia (W) en caballos de fuerza} = (1.38 \times 10^{-3}) \cdot T \cdot V$$

T = Torque en kgm

V = Velocidad en RPM

El mezclador o "sensor de mezclado" consiste de una celda o coraza en la cual la cantidad de muestra es adicionada, ésta contiene dos navajas mezcladoras y dos cavidades contiguas donde embonan las navajas mezcladoras (generalmente de configuración compleja), las cuales rotan a diferentes velocidades.

La celda puede ser calentada por la circulación de un fluido térmico o elementos de calentamiento acompañados de aire de circulación que sirve para controlar la temperatura tanto de la masa fundida como de las paredes de la cámara. El procedimiento común es incrementar la temperatura a una cantidad determinada. Y medir los efectos de torque y temperatura en función del tiempo. Se emplea una velocidad constante.

Para este procedimiento se utiliza la norma ASTM D 2538 - 94 Test method, para fusión de PVC estudiando la estabilidad térmica de los compuestos de PVC⁽¹¹⁾

Las gráficas obtenidas son las siguientes:

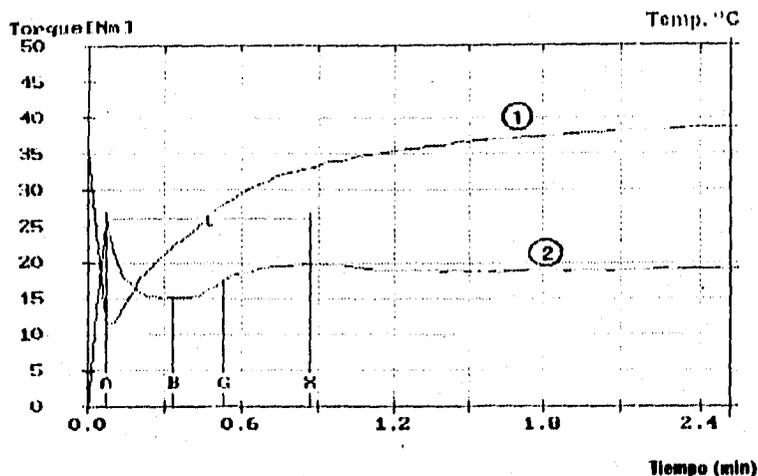


Fig. 10. Curva de fusión

donde:

curva 1. es la curva de temperatura

curva 2. es la curva de torque

X = torque máximo de fusión

B = torque mínimo (es donde el material se encuentra compactado)

A = punto de carga del material

G = punto de inflexión (término de la fusión)

La interpretación de las gráficas se hace de la siguiente manera:

Cuando es adicionado el material al reómetro se inicia el trazado de la curva, el punto A es un punto de carga, éste alcanza un torque máximo debido a que el esfuerzo cortante requerido en ese punto es alto porque el material se encuentra en estado sólido, después el material es compactado hasta llegar a un punto máximo de compactación, y se observa teniendo un torque mínimo (punto B), después el material es fundido hasta llegar a un máximo de torque (punto X) donde el material está totalmente plastificado.

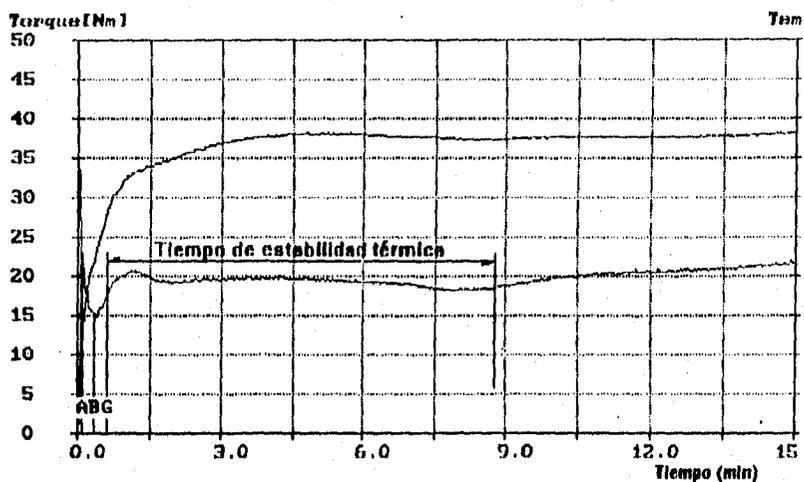


Fig. 11. Curva de degradación.

En esta curva se pueden obtener los datos de estabilidad térmica que es desde el punto en el que se inicia la plastificación, hasta el punto donde se inicia la degradación del material (punto de inflexión, en esta gráfica se obtiene: el torque máx. de degradación, estabilidad térmica y el tiempo de degradación del material.

Para completar el estudio reológico es necesario evaluar el comportamiento de flujo, ya que éste depende de las propiedades reológicas del fluido en estudio, y de que el esfuerzo cortante no es constante ya que depende de la velocidad de los husillos. Por lo que las pruebas de torque contra RPM son función de la viscosidad de corte y esta viscosidad depende de las propiedades físicas y químicas de cada compuesto.

CAPITULO II

CAPÍTULO II. PRODUCCIÓN DE TUBERÍA DE PVC RÍGIDO

2.0.- DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

El proceso de fabricación de tubería rígida de PVC se inicia al introducir la resina de polícloruro de vinilo junto con los aditivos a la mezcladora para su incorporación y homogeneización. La energía mecánica de las aspas de mezclado es transformada en calor por fricción aumentando la temperatura, cuando se alcanza una temperatura de 45° C el estabilizador se adiciona, la carga y el pigmento se incorporan a una temperatura aproximada de 70°C, finalmente el lubricante es agregado a una temperatura de 90°C; el proceso de mezclado finaliza cuando la mezcla alcanza una temperatura de 125-130°C (temperatura a la cual se considera que todos los aditivos se han incorporado) inmediatamente pasa a una olla de enfriamiento en la que se disminuye su temperatura a 50°C aproximadamente, para su posterior traslado a los silos de almacenamiento.

El material o mezcla proveniente de los silos se introduce al barril o cañón por medio de un alimentador o dosificador, en donde con ayuda de los husillos se realiza el transporte, calentamiento y consecuentemente la plastificación del mismo.

Los dos husillos al girar, estarán intermezclando sus filetes, esto creará cámaras separadas a medida que el compuesto avanza, el volumen de las cámaras formadas por los husillos va reduciéndose (compresión) esto fuerza al material a tener total contacto con los husillos y las paredes del cilindro, lo que provoca una transmisión del calor entre el material y el cilindro y una transferencia de energía calorífica generada por la fricción de los husillos. Entonces, el material empieza a plastificarse y la masa alcanza una temperatura aproximadamente de 100°C. Cuando el material llega a la zona de vacío o venteo, por medio de una bomba de vacío, el exceso de aire, vapores de humedad y ceras de bajo punto de fusión son extralidos.

Después de la zona de vacío, el volumen de las cámaras se reduce nuevamente, en este punto la temperatura de la masa se eleva debido a la fricción. Al mismo tiempo la presión aumenta por la compresión que sufre el material al entrar hacia el cabezal; en el momento en que el compuesto sale de los husillos su temperatura es de aproximadamente 182-190°C con una presión de 400 a 500 Bars, la presión generada por los husillos lleva a la masa fundida a través del cilindro, después a la garganta, colador y finalmente al cabezal. Durante este proceso la masa fundida cambia su forma constantemente, de una forma de dos cavidades en el barril a una forma circular en la garganta y a una forma anular, dada por la araña, cono y dado, como se muestra en la figura 12:

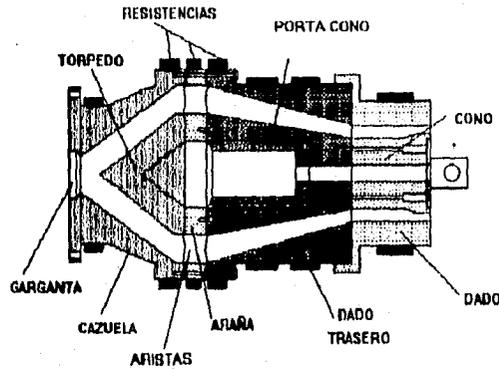


Fig. 12. Cabezal de una extrusora

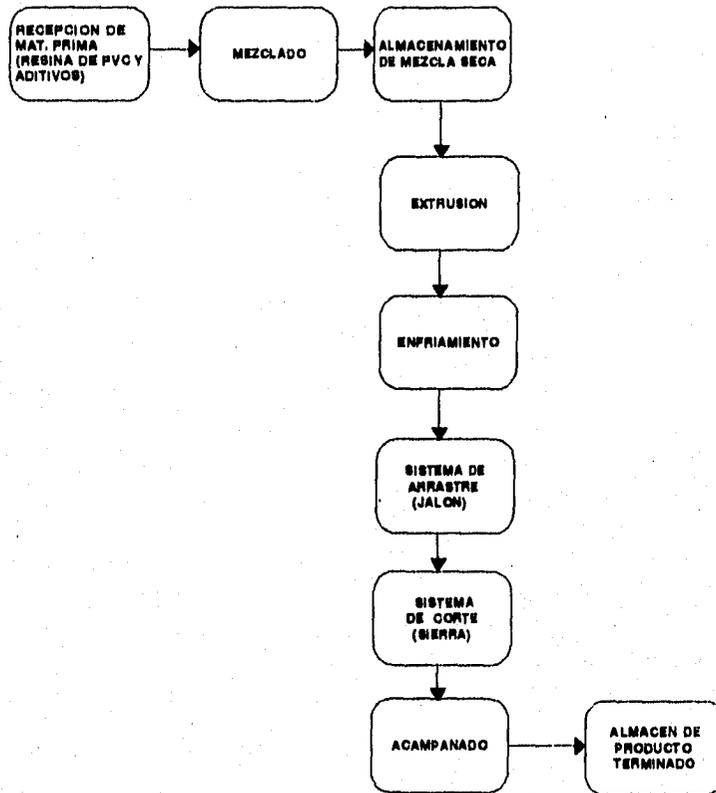
A la mitad de su paso por el cabezal, la mezcla es cortada en tiras por medio de las aristas del torpedo, las cuales serán nuevamente unidas en la parte del cono y dado, debido a la compresión que se genera por el menor volumen entre el cono y el dado. La masa fundida se va estirando axialmente en dirección de la extrusión, llevándose a cabo en forma acelerada la unión de las tiras provenientes de las aristas del torpedo, dicho estiramiento genera esfuerzos en la masa fundida de PVC los cuales se "liberan" al salir del dado.

Cuando la masa fundida del PVC sale del dado tiene una temperatura cercana a 200°C y tiene que ser enfriada rápidamente para fijarle la forma deseada esto se efectúa por medio de chorros de agua fría, para el diámetro exterior de la tubería se utiliza un formador, durante esta etapa se inyecta aire en el interior del extruido y con ayuda de un tapón se genera una presión que evita que el tubo se deforme.

Tan pronto como el tubo frío ha salido, pasa por el equipo de jalón, la sierra de corte y en algunos casos a la acampanadora.

En seguida se muestran el diagrama de bloques de producción del proceso completo

Producción de Tubería de PVC rígido



**DIAGRAMA DE BLOQUES
EXTRUSION DE TUBERIA RIGIDA DE PVC**

CAPITULO III

CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 JUSTIFICACIÓN.

Tubos Flexibles S.A. de C.V. produce 513 Ton/mes de tubería sanitaria, en las plantas Cuautlilán y Hermosillo, lo cual representa 28.125 % de la producción total del área de extrusión. Se plantea la posibilidad de optimizar la fórmula empleada hasta el momento con el interés de aumentar la productividad durante el proceso de fabricación, así como en una reducción de su costo, con el objetivo de lograr un incremento en la contribución de la utilidad de la empresa con respecto a este producto.

3.2 CONSIDERACIONES TÉCNICAS

Las principales consideraciones que deben observarse al evaluar una formulación de alta entrega empleada en la fabricación de tubería sanitaria son:

a) Como compuesto

- costo del compuesto en términos volumétricos,
- abrasividad del compuesto en polvo y fundido,
- estabilidad térmica dinámica del compuesto.

b) Durante el proceso

- disminución del amperaje al extruir
- estabilidad del proceso.

c) Como producto terminado

- acabado superficial del producto (brillo, color y textura),
- resistencia del producto al ataque de acetona,
- resistencia al impacto y al aplastamiento.

Desarrollo Experimental

La formulación utilizada para la fabricación de tubería rígida uso sanitario se compone de los siguientes materiales:

- Resina de Policloruro de vinilo (PVC)
- Estabilizador térmico
- Lubricantes internos y externos
- Carga
- Pigmento
- Opacificante protector a la luz UV

La resina de PVC empleada en los procesos destinados a la extrusión de perfiles rígidos posee una distribución amplia de pesos moleculares⁽¹⁾. El estabilizador y el lubricante son aditivos básicos que permiten el procesamiento de la resina de PVC al evitar su degradación por efectos de temperatura y trabajo mecánico. Los aditivos complementarios (carga, pigmento y opacificante) confieren al compuesto características específicas que se mencionan a continuación:

La carga se utiliza como material de relleno para abaratar la fórmula, sin embargo, la presencia de ésta en concentración adecuada aumenta la rigidez y la estabilidad de la forma del producto final en tanto que un exceso en carga puede originar un decremento en las propiedades a la tensión y en la resistencia al impacto del ducto, además de incrementar el desgaste de la extrusora por un incremento de la abrasividad del compuesto fundido, por lo que el compromiso costo- desempeño debe ser tomado siempre en cuenta.

El opacificante protector a la luz U.V. evita la degradación del producto final al ser sometido al ataque de los rayos Ultravioleta provenientes del sol, incrementando su durabilidad a la intemperie. Estos protectores actúan reflejando la luz de longitud de onda de alta energía. El opacificante empleado con mayor frecuencia es el TiO_2 que al igual que las cargas posee un alto índice de abrasividad, por lo que su uso debe ser limitado. Otra función de este ingrediente es el de mejorar la apariencia del ducto al evitar que este sea translúcido.

El pigmento le confiere al producto final un color determinado para su identificación de acuerdo a los códigos establecidos por la normalización nacional.

Al realizar un análisis de cada uno de los aditivos, evaluando el efecto que tienen sobre la procesabilidad del compuesto durante la extrusión, se determina que los aditivos que deben variarse para obtener un incremento en la productividad son el lubricante y el estabilizador; ya que como se mencionó, la función del lubricante es disminuir la fricción intermolecular del polímero y la fricción del compuesto sobre la superficie del equipo por lo tanto, la velocidad de entrega depende del uso de niveles adecuados de lubricantes internos como externos. Una deficiencia en cualquiera de estos dos tipos de lubricantes originará un incremento en la temperatura del material fundido

Desarrollo Experimental

como efecto del incremento de fricción intermolecular y por el trabajo mecánico de la extrusora, consecuentemente, además de una disminución de la productividad se puede correr el riesgo de quemar el material.

Por otro lado, un exceso en lubricación interna puede acarrear una plastificación prematura del compuesto, originando un incremento en el amperaje y consumo de energía durante la extrusión. Esto se explica al considerar que el lubricante interno, al ser atraído por la molécula de PVC, es capaz de funcionar como un plastificante durante el proceso, disgregando a las moléculas del polímero, haciendo que el material se "patine", es decir hay una sobrelubricación del material. Del mismo modo, un exceso en lubricación externa originará una baja presión sobre el cabezal de la extrusora, al decrementar la fricción del husillo y el barril sobre la masa fundida, disminuyendo la efectividad del bombeo que debe ejercer la extrusora sobre el compuesto. Esta baja en el gradiente de presión originará una disminución de la entrega.

El estabilizador térmico es un insumo de alto costo, por lo que su uso está limitado en buena medida por su efecto sobre el costo total del compuesto. No obstante, un compuesto con baja concentración de estabilizador podría ser, incluso, improcesable, al existir la posibilidad de su degradación térmica dentro de la extrusora, observable no sólo por un cambio de color del producto si no por el deterioro de las propiedades mecánicas del perfil extruido, de ahí la importancia de establecer adecuadamente la cantidad de estabilizador que proteja al material de la degradación térmica sin que se incremente en sobremanera los costos.

La variación en los niveles de lubricante y estabilizador debe ser, por lo tanto, aquella que permita, por una parte, procesar el compuesto a mayores velocidades, sin que esto origine un deterioro en la calidad del producto y que no cause un incremento excesivo en el costo volumétrico del compuesto.

El desarrollo experimental se basó en la evaluación del comportamiento reológico de la formulación estándar (empleada a nivel industrial por Tubos Flexibles S.A. de C.V.) comparada con las formulaciones propuestas, donde se variaron la cantidad de lubricante y estabilizador, por las razones antes expuestas, dicha evaluación se llevó a cabo a nivel laboratorio.

A continuación se presenta un diagrama de bloques donde se indica cada uno de los pasos seguidos durante la experimentación.

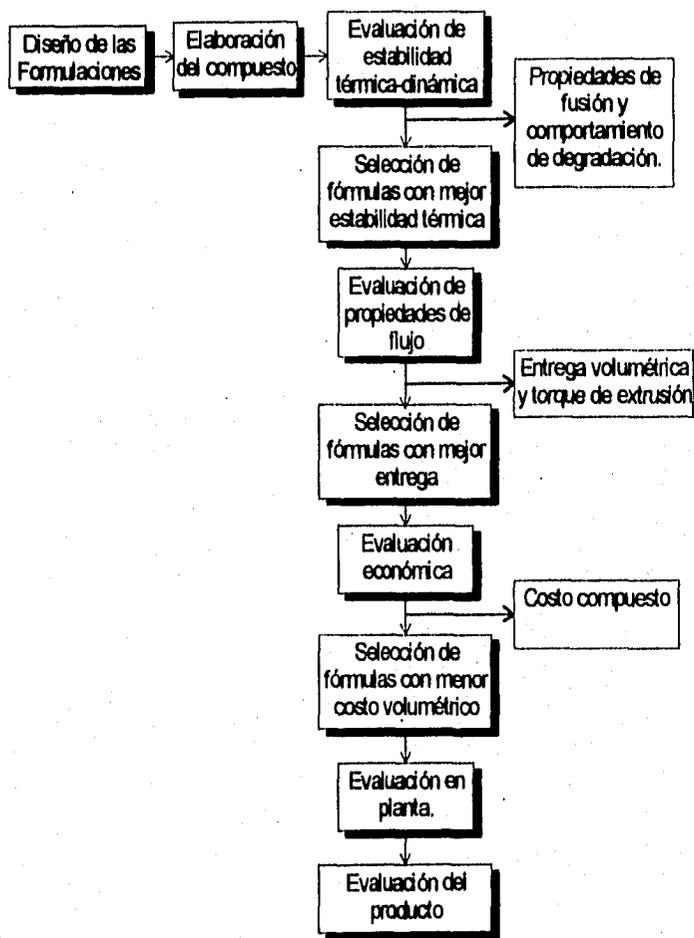


Fig. 14. Diagrama de bloques experimentación

DISEÑO DE FORMULACIONES

Una vez identificados los aditivos que modifican la entrega volumétrica de un compuesto de PVC, se estableció un rango de variación con respecto a la fórmula actual de Tubos Flexibles (la cuál se le llama estándar), tomando en cuenta los intervalos que aseguren la funcionalidad de dichos aditivos. Dichos intervalos se determinaron tomando como referencia la información técnica proporcionada por los proveedores así como estudios realizados por Tubos Flexibles. S.A. de C.V.

La tabla 3 muestra las formulaciones propuestas en la que se especifica el porcentaje de variación con respecto al estándar.

Tabla 3 Diseño de Formulaciones

FÓRMULAS PROPUESTAS									
Ingrediente	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8	F9
Resina PVC	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Estabilizador	-33.34%	-16.67%	16.67%	33.34%	-16.67%	-16.67%	-16.67%	-16.67%	-16.67%
Lubricante	--	--	--	--	6.25%	12.40%	18.54%	24.66%	30.78%
Carga	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Opacificante	--	--	--	--	--	--	--	--	--
Pigmento Beige	--	--	--	--	--	--	--	--	--

Resina, carga, opacificante y pigmento sin variación.

En las primeras cuatro formulaciones (F1 hasta F4) se varió únicamente el estabilizador, y en las fórmulas F5 hasta F9 se varió el lubricante, con una cantidad diferente de estabilizador (cantidad que se determina como óptima en el análisis de estabilidad térmica).

ELABORACIÓN DEL COMPUESTO.

La preparación de las diferentes formulaciones, se llevó a cabo en una mezcladora tipo TGH.K10 Papenmeler Maschinenbau a nivel laboratorio.

Para la elaboración del compuesto se prepararon cuatro muestras de cada una de las formulaciones, utilizando diferentes lotes de cada uno de los aditivos, con el objeto de obtener resultados confiables.

Los pasos seguidos se mencionan a continuación:

1.- Se seleccionó la velocidad de trabajo de tal forma que permitiera obtener las temperaturas deseadas en el menor tiempo posible sin impartirle mucho trabajo mecánico a la resina, ya que dicho trabajo puede propiciar que la resina se degrade en un tiempo corto.

2.- La adición de los diferentes ingredientes se llevó a cabo a distintas temperaturas de la siguiente manera:

Desarrollo Experimental

Tabla 4

ADITIVO	TEMPERATURA °C
RESINA	TEMP. AMBIENTE
ESTABILIZADOR	50-55
CARGA	75
OPACIFICANTE	75
LUBRICANTE	90
PIGMENTO	90

Es importante mencionar que el orden de adición antes establecido así como las temperatura, juegan un papel muy importante, ya que garantizan la protección adecuada de la resina, así como una buena incorporación de los aditivos.

3.-Una vez incorporados todos los aditivos, se continuó mezclando hasta alcanzar una temperatura de 110°C (temperatura de cocimiento)

4.-Posteriormente se enfrió la mezcla a 50° C aproximadamente.

La velocidad de mezclado seleccionada para las diferentes formulaciones fue de 2600 RPM, alcanzando el valor de cocimiento y enfriado en un tiempo aproximado de 45 min.

Las formulaciones preparadas se dejaron reposar 24 hr. como mínimo, por las siguientes razones:

- Asegurar una incorporación total del lubricante transcurridas 18 hrs como mínimo
- Tener el compuesto a una temperatura ambiente, ya que al salir de la mezcladora tiene una temperatura aproximada de 50° C.

EVALUACIÓN DE LA ESTABILIDAD TÉRMICA DINÁMICA

Preparadas las diferentes formulaciones, se procede a realizar una evaluación de la estabilidad térmica dinámica la cual se rige por el siguiente principio:

Cuando el compuesto de PVC es mezclado bajo condiciones apropiadas de calor y esfuerzo contante, se produce una masa fundida. Esta masa tiene ciertas características de fusión las cuales pueden ser definidas con un reómetro de torque operado bajo condiciones fijas de velocidad de

Desarrollo Experimental

corte y temperatura. Las características de fusión del compuesto de PVC se manifiestan como: tiempo de fusión, torque de fusión, tiempo y torque de degradación y estabilidad térmica.

El equipo utilizado para evaluar la estabilidad térmica dinámica es un microprocesador reómetro de torque C. W: Brabender Plastl-Corder PL2000 equipado con controladores de velocidad y temperatura, rotores tipo roller, cámara con termopares y alimentador con pesa.

El método utilizado es el siguiente:

- 1.-Se montó el reómetro. (Ver apéndice. A)
- 2.-Se determinó la cantidad de material que se adiciona al mezclador tomando en cuenta un 75% de llenado utilizando la siguiente fórmula:
$$\text{Peso de la muestra} = (\text{VC} \times .75 \times \text{D})$$
donde
VC=volumen de la cámara del mezclador excluyendo el volumen ocupado por los rotores (cm³)
D=Densidad de la muestra (g/cm³)
- 3.-Se seleccionó una relación temperatura/velocidad que permitió completar la curva de estabilidad térmica en un tiempo razonable.
- 4.-El material fue agregado con la ayuda de la tolva de alimentación y una pesa que obliga al material a pasar al interior de la cámara evitando fugas de éste.
- 5.-En la cámara se llevó a cabo la plastificación y degradación del material obteniéndose la curva correspondiente.

Las condiciones de operación se determinaron⁽¹¹⁾ realizando varias combinaciones propuestas por la ASTM D 2538 -94 siendo las adecuadas 200 °C y 70 rpm, condiciones a las cuales se corrieron todas las pruebas.

EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES DE FLUJO.

El estudio complementario de la estabilidad térmica es la evaluación de las propiedades de flujo, en éste se determina el flujo volumétrico a diferentes velocidades y el gasto energético, sin perder de vista la apariencia física del material extruido.

Resultados y Análisis

En esta prueba el material es extruido a nivel laboratorio con ayuda de un equipo análogo a una extrusora, el equipo utilizado cuenta con una tolva de alimentación, un barril con cuatro zonas de calentamiento, dos husillos y un cabezal. (Ver apéndice B)

A continuación se mencionan los pasos que se llevan a cabo para la realización de dicha prueba.

Como primer paso se estableció un perfil de temperaturas con la formulación estándar a una velocidad que permita que el material se plastifique adecuadamente y que tenga una buena apariencia física, la velocidad utilizada para determinar dicho perfil fue de 35 RPM.

El perfil de temperaturas seleccionado es el siguiente:

ZONA	1	2	3	4
TEMPERATURAS (°C)	165	160	175	185

A este perfil de temperaturas, el extruido del material estándar, no presenta un ataque en la prueba de acetona, lo cual indica que la plastificación se llevó a cabo adecuadamente, además de tener una buena apariencia física, es decir, la superficie es lisa con brillo y sin protuberancias o algún defecto apreciable.

Para determinar la tendencia o comportamiento de flujo se determinó un rango de velocidades tomando como referencia la velocidad establecida para determinar un perfil, así como la recomendación dada por el manual de operación del equipo que indica que no se debe trabajar a una velocidad mayor a 50 RPM, ya que la consecuencia es que el tiempo de residencia en los husillos es corto y no asegura la plastificación del material.

El intervalo de variación de velocidades que se utilizó es el siguiente:

VELOCIDAD (rpm)	20	25	30	35	40	45
-----------------	----	----	----	----	----	----

El material a analizar se alimenta a los husillos por medio de la tolva y plastifica a lo largo de los mismos.

Durante la plastificación se deben reportar los datos de torque y flujo másico (g/min) del material extruido a las diferentes velocidades mencionadas anteriormente, cuando las condiciones del equipo se hayan estabilizado.

Desarrollo Experimental

Para verificar que el producto se haya plastificado adecuadamente se tomaron muestras para hacer una inspección visual y realizar la prueba de acetona.

SELECCIÓN DE LAS FÓRMULAS CON MEJOR ENTREGA

Al evaluar las propiedades de flujo, es posible determinar el gasto volumétrico de cada una de las formulaciones, y en base a esto seleccionar las que tengan un gasto o entrega volumétrica mayor con respecto al estándar.

EVALUACIÓN ECONÓMICA Y SELECCION DE FORMULAS CON MENOR COSTO.

Esta evaluación se determinó para las diferentes formulaciones, en función a los costos de materia prima y cantidades utilizadas, seleccionándose las de menor costo.

EVALUACIÓN EN PLANTA

La evaluación en planta se realizó tomando como punto de partida las condiciones de operación a las cuales se extruye el material estándar, las cuales se modificaron hasta que se obtuvieron las condiciones óptimas para la formulación propuesta.

EVALUACIÓN DEL PRODUCTO TERMINADO

La evaluación al producto terminado (tanto material virgen como material reprocesado) se llevó a cabo en base a la normatividad para tubería rígida uso sanitario,

CAPITULO IV

CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y ANALISIS

La evaluación de los resultados se llevó a cabo tomando en consideración los siguientes parámetros:

- La estabilidad térmica del material.
- El comportamiento de flujo del material al ser extruido.
- Análisis de costos.

VARIACIÓN DEL ESTABILIZADOR.

Como se mencionó con anterioridad, el uso del estabilizador está limitado por su alto costo, por lo que el objetivo es ver la posibilidad de disminuir la cantidad utilizada tomando en consideración que la fórmula utilizada por Tubos Flexibles S.A. de C.V. permite que el material sea reprocesado 3 veces sin sufrir cambio en las propiedades finales del producto, por lo que se realizó un estudio de la estabilidad térmica de las formulaciones propuestas para determinar si se puede llevar a cabo dicha disminución.

En la tabla 5 Se muestran los resultados promedio obtenidos de las gráficas de estabilidad térmica (ver apéndice C) de cuatro pruebas realizadas para cada una de las formulaciones.

Tabla 5. Estabilidad Térmica

COMPORTAMIENTO DE FUSIÓN Y DEGRADACIÓN VARIANDO EL ESTABILIZADOR					
	STD	F1	F2	F3	F4
ESTABILIDAD TÉRMICA PROMEDIO (min)	8.54	7.54	8.46	9.59	9.22
TORQUE MÁXIMO DE DEGRADACIÓN (Nm)	19.25	19.60	19.32	19.10	19.45
TIEMPO DE DEGRADACIÓN (min)	11.43	9.96	11.55	12.31	12.83
TIEMPO DE FUSIÓN (min)	0.99	0.99	0.97	0.98	0.83
TORQUE MÁXIMO DE FUSIÓN (Nm)	19.78	19.90	19.57	19.35	19.40

Resultados y Análisis

La selección de las fórmulas con mejor estabilidad térmica se llevó bajo los siguientes criterios:

- Tener un tiempo de estabilidad térmica y un tiempo de degradación mayor o aproximadamente igual al estándar, para asegurar que el reprocesado pueda llevarse a cabo 3 veces.
- Los torques máximos de fusión y degradación deben tener un valor menor o aproximadamente igual al estándar, para evitar un mayor consumo energético
- Un tiempo de fusión aproximadamente igual al estándar, para tener una plastificación adecuada.

La tabla 6 muestra el % de variación de cada una de las formulaciones con respecto al estándar.

Tabla 6.

% DE VARIACIÓN CON RESPECTO AL ESTÁNDAR				
	F1	F2	F3	F4
Estabilidad térmica	-11.76	-0.93	12.26	7.96
Torque máx. de degradación	1.8	0.36	-0.78	1.03
Tiempo de degradación	-12.83	1.05	7.7	3.22
Tiempo de fusión	0	-2.02	-1.01	-16.16
Torque máximo e fusión	0.6	-1.06	-2.17	-1.92

Las formulaciones que proporcionaron un comportamiento de estabilidad similar o mejor al estándar bajo los criterios antes establecidos son F2 y F3, por lo cual son seleccionadas como buenas alternativa en cuanto al comportamiento de estabilidad térmica. Sin embargo, la formulación F3 tiene una cantidad mayor de estabilizador lo cual repercute en el costo aumentándolo un 0.42 %.

La tabla 7 muestra el % de variación en costo de formulación con respecto al estándar.

Tabla 7

% DE VARIACIÓN CON RESPECTO AL ESTÁNDAR				
	F1	F2	F3	F4
COSTO	-0.85	-0.42	0.42	0.85

Resultados y Análisis

Los resultados obtenidos muestran que la fórmula F2, es una buena alternativa para el diseño de las siguientes formulaciones ya que esta cantidad de estabilizador nos proporciona, características de estabilidad similares al estándar a un menor costo.

Posteriormente se procedió a realizar la evaluación del comportamiento de flujo obteniéndose los siguientes resultados (tabla 8) y figuras 15 y 16:

Tabla 8

COMPORTAMIENTO DE FLUJO VOLUMÉTRICO VARIANDO EL ESTABILIZADOR										
RPM	STD		F1		F2		F3		F4	
	T gfm	Q cm ³ /mi n	T gfm	Q cm ³ /min	T gfm	Q cm ³ /min	T gfm	Q cm ³ /mi n	T gfm	Q cm ³ /min
20	9392.5	52.1	10239.5	57.7	9655.0	53.3	11804.0	80.0	11889.5	58.7
25	12321.0	74.8	11942.5	72.2	11810.0	71.6	12823.5	79.7	12976.0	79.3
30	13530.0	87.7	13289.5	86.7	13351.5	85.3	14193.0	90.4	14119.0	92.2
35	14517.0	101.9	14430.5	101.0	14413.5	101.1	15482.5	102.1	14911.5	104.5
40	15474.0	115.7	15279.0	115.0	15239.0	114.9	16612.0	118.5	15602.5	117.3
45	16166.5	131.6	16131.0	130.1	16005.5	133.6	17591.0	136.8	18393.5	131.2

*gfm=gramos fuerza x metro

En las figuras 15 y 16 se observa que el estabilizador no le confiere ninguna contribución a las propiedades de flujo, ni un aumento considerable en el torque, por lo que las cuatro fórmula propuestas tienen un comportamiento de flujo similar al estándar.

VARIACIÓN DEL LUBRICANTE

Los resultados de estabilidad térmica con diferentes cantidades de estabilizador, dió la opción de utilizar una nueva formulación F2, que puede cumplir con los requisitos de reproceso ya que presenta valores de estabilidad muy cercanos al estándar (con una variación del -0.93 %).

Para llevar a cabo el análisis de las diferentes formulaciones de lubricante se modificó la cantidad de estabilizador disminuyéndola un 16.66 % (formulación F2) por las razones antes mencionadas.

La tabla 9 muestra los resultados del comportamiento de estabilidad térmica obtenidos del estudio de estabilidad térmica.

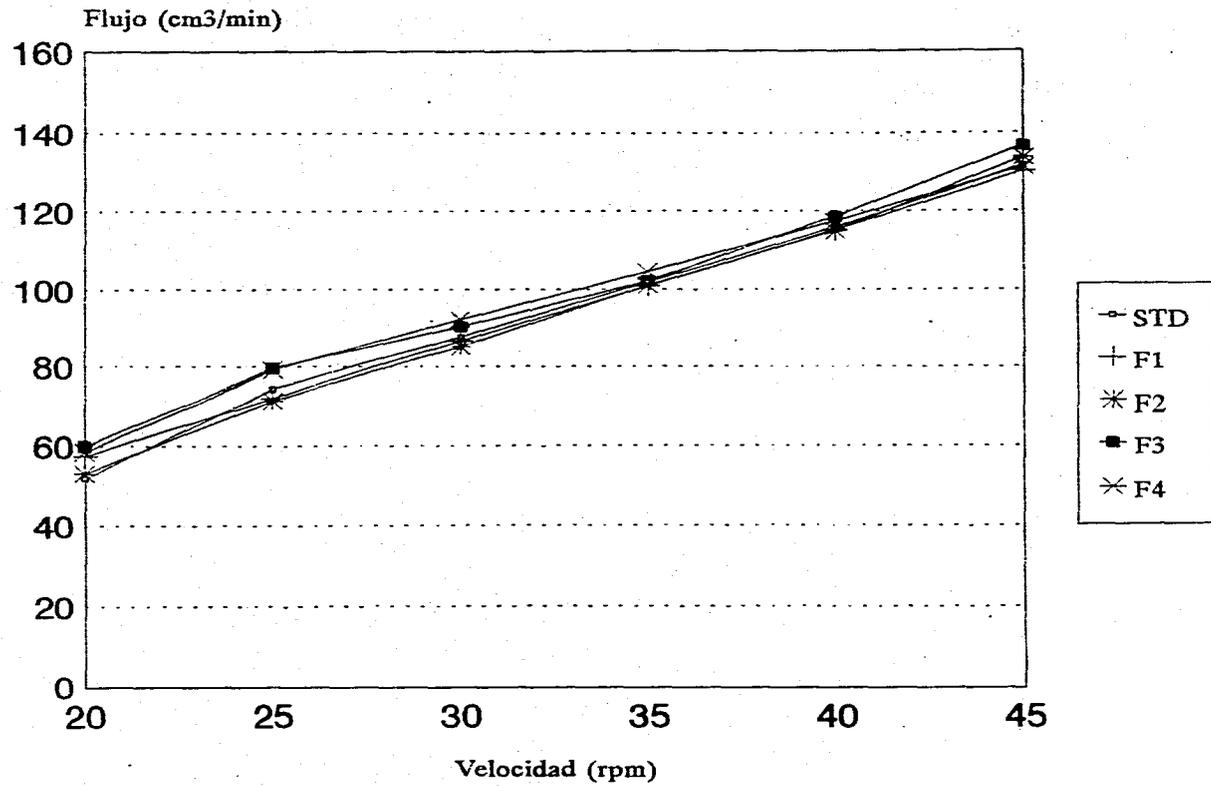


Fig. 15 Evaluación del comportamiento de flujo variando el estabilizador

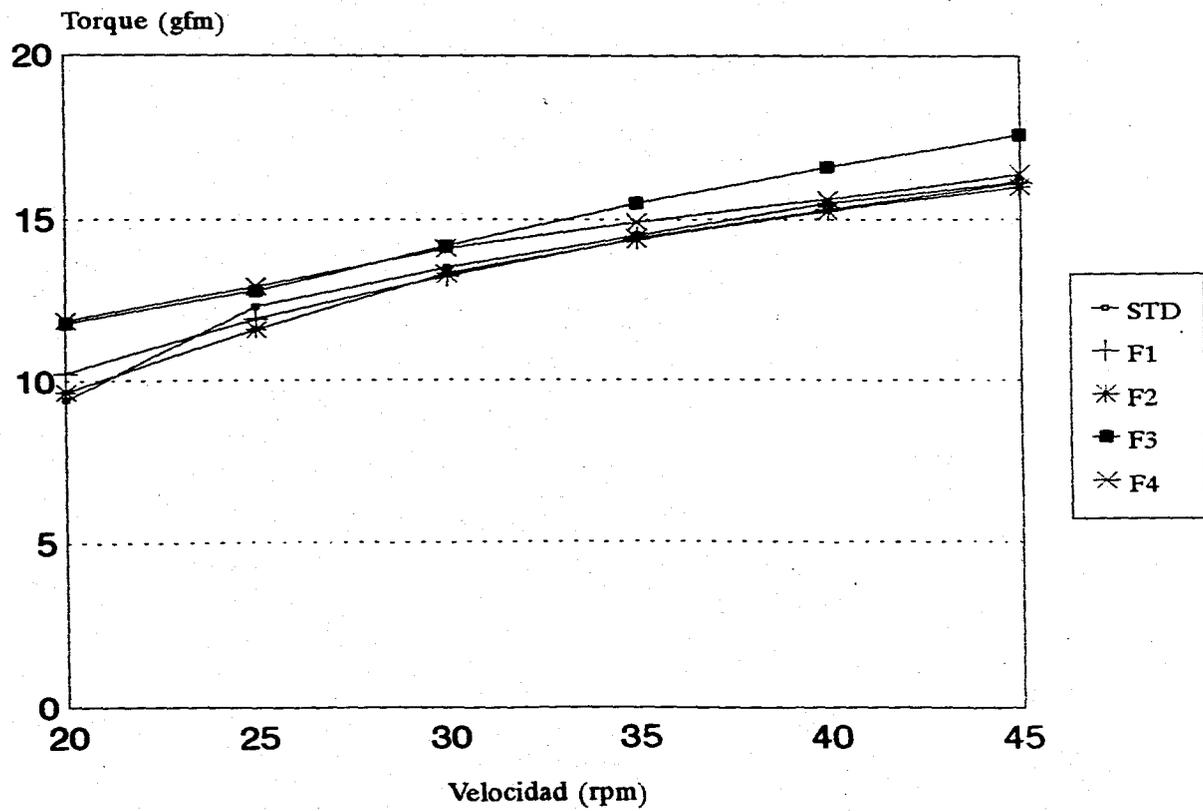


Fig. 16 Evaluación de torque variando el estabilizador

Resultados y Análisis

Tabla 9

COMPORTAMIENTO DE FUSIÓN Y DEGRADACIÓN VARIANDO EL LUBRICANTE					
	F5	F6	F7	F8	F9
ESTABILIDAD TÉRMICA PROMEDIO (min)	8.96	9.47	10.03	11.29	12.54
TORQUE MÁXIMO DE DEGRADACIÓN PROMEDIO (Nm)	17.32	15.41	14.27	12.95	12.25
TIEMPO DE DEGRADACIÓN PROMEDIO (min)	11.46	11.93	12.95	14.36	14.52
TIEMPO DE FUSIÓN PROMEDIO (min)	1.00	1.04	1.00	1.00	1.05
TORQUE MÁXIMO DE FUSIÓN PROMEDIO (Nm)	20.27	19.37	18.75	17.30	17.37

Posteriormente se realiza una evaluación del comportamiento de estabilidad térmica (tabla 10) es decir, el % de variación con respecto a la formulación estándar.

Tabla 10

% DE VARIACIÓN CON RESPECTO AL ESTÁNDAR					
	F5	F8	F7	F8	F9
Estabilidad térmica	4.91	10.8	17.44	32.20	48.83
Torque máx. de degradación	-10.02	-19.04	-25.87	-32.72	-36.38
Tiempo de degradación	-0.28	4.37	13.29	25.8	27.03
Tiempo de fusión	1.01	5.05	1.01	1.01	6.06
Torque máx. de fusión	2.47	-2.07	-5.20	-12.53	-12.18

De la tabla anterior se puede inferir que todos los valores del comportamiento de fusión y degradación son favorables en todas las formulaciones. Por lo que el siguiente paso es la evaluación de las propiedades de flujo.

La tabla 11 muestra el comportamiento de flujo y gasto energético (torque) de las diferentes formulaciones

Resultados y Análisis

Tabla 11

COMPORTAMIENTO DE FLUJO VOLUMÉTRICO VARIANDO EL LUBRICANTE											
RPM	F5		F6		F7		F8		F9		
	T gfm	Q cm ³ /min									
20	10692	55.8	10379	59.3	4033	66.29	2974	50.8	3194	61.6	
25	12039	70.9	11470	75.1	8022	78.56	4619	63.1	2797	71.4	
30	12727	84.4	13790	90.2	10291	93.75	6533	75.9	2945	86	
35	13552	97.1	14812	105	12543	115.3	9059	96.2	3438	100.2	
40	14147	111.0	14995	121.2	13741	128.9	10342	111.1	3925	117.8	
45	14652	124.9	13700	138.3	14305	160.7	11311	126.6	4002	132.4	

La determinación del flujo volumétrico se llevó a cabo por un método gráfico en el cual se complementaron las gráficas de Torque vs. RMP y flujo vs. RPM.

Este método comienza fijando una velocidad, a la cual se determina el torque en la curva F2, manteniendo constante el torque se intercepta la curva de la fórmula a analizar, obteniéndose ese punto se extrapola en la gráfica de flujo vs. velocidad, para determinar la entrega volumétrica tanto del estándar como de la fórmula analizada. (ver figuras 18, 17, 18, 19, 20 y 21)

A partir del método gráfico empleado se obtuvieron los siguientes resultados:

FLUJO VOLUMÉTRICO (cm ³ /min)	
% de variación con respecto al estándar	
F5	11.76
F6	27.12
F7	60.34
F8	51.54
F9	0

Los resultados de la tabla anterior proporcionan el % de la entrega volumétrica del material, pero no garantizan que se encuentre bien plastificado, por lo que fue necesario realizar la prueba de acetona, la cual permite determinar el grado de plastificación en cada caso.

Para la determinación de dicha prueba se tomaron muestras obtenidas de la extrusora C. W. Brabender de cada formulación, las cuales fueron sometidas a inmersión en acetona durante 20 min. sin presentarse ningún indicio de ataque, únicamente un ligero reblandecimiento de las mismas, sin que esto afecte la calidad del producto. Por lo que se concluye que para todos los casos la plastificación fue adecuada.

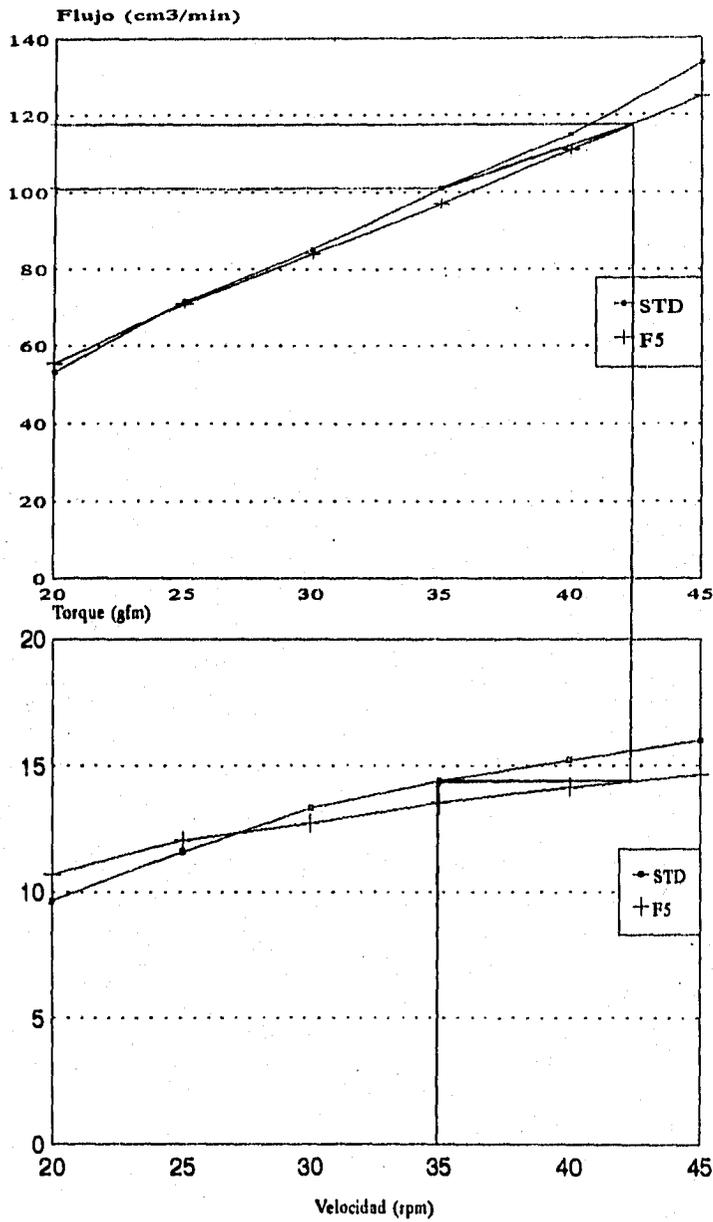


Fig. 17 Determinación de flujo std vs. f5

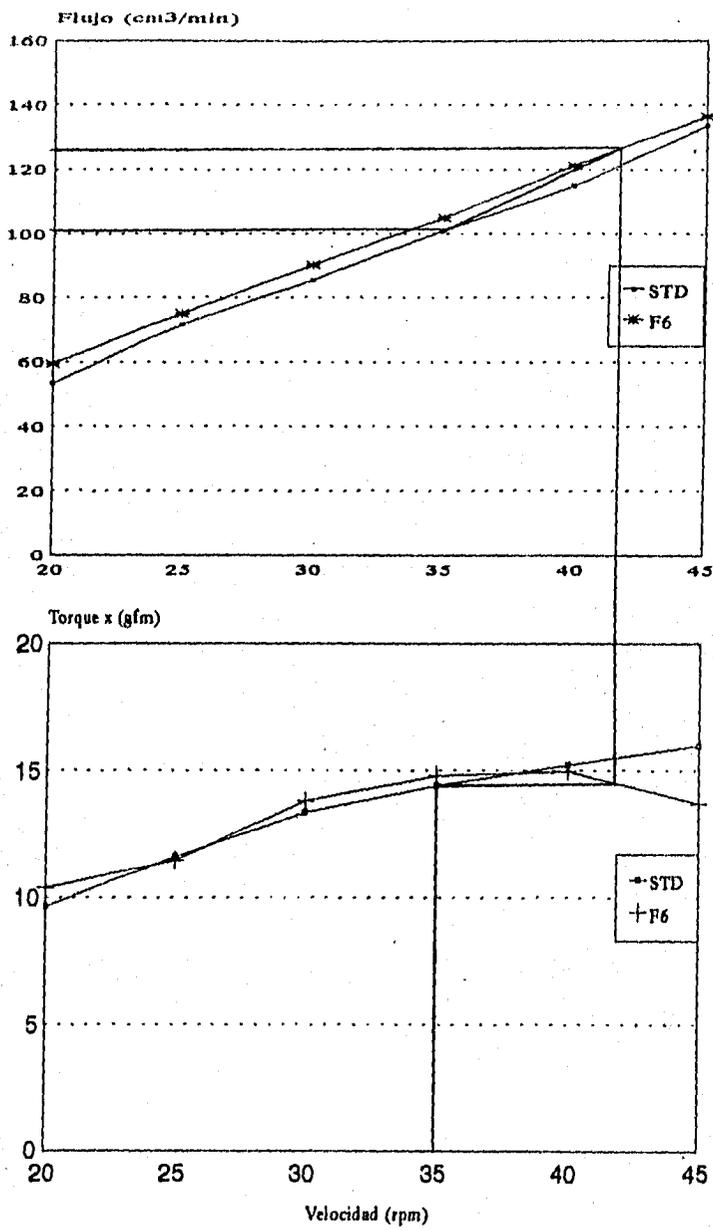


Fig. 18 Determinación de flujos std vs F6

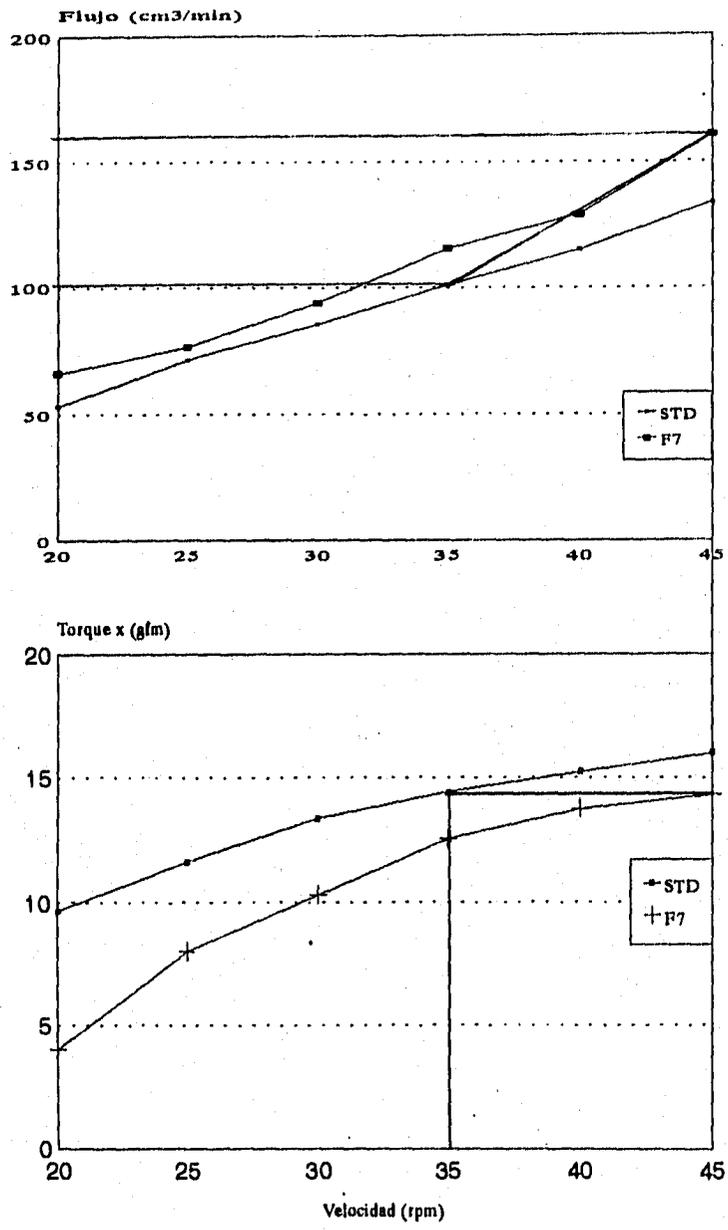


Fig. 19 Determinación de flujos std vs. F7

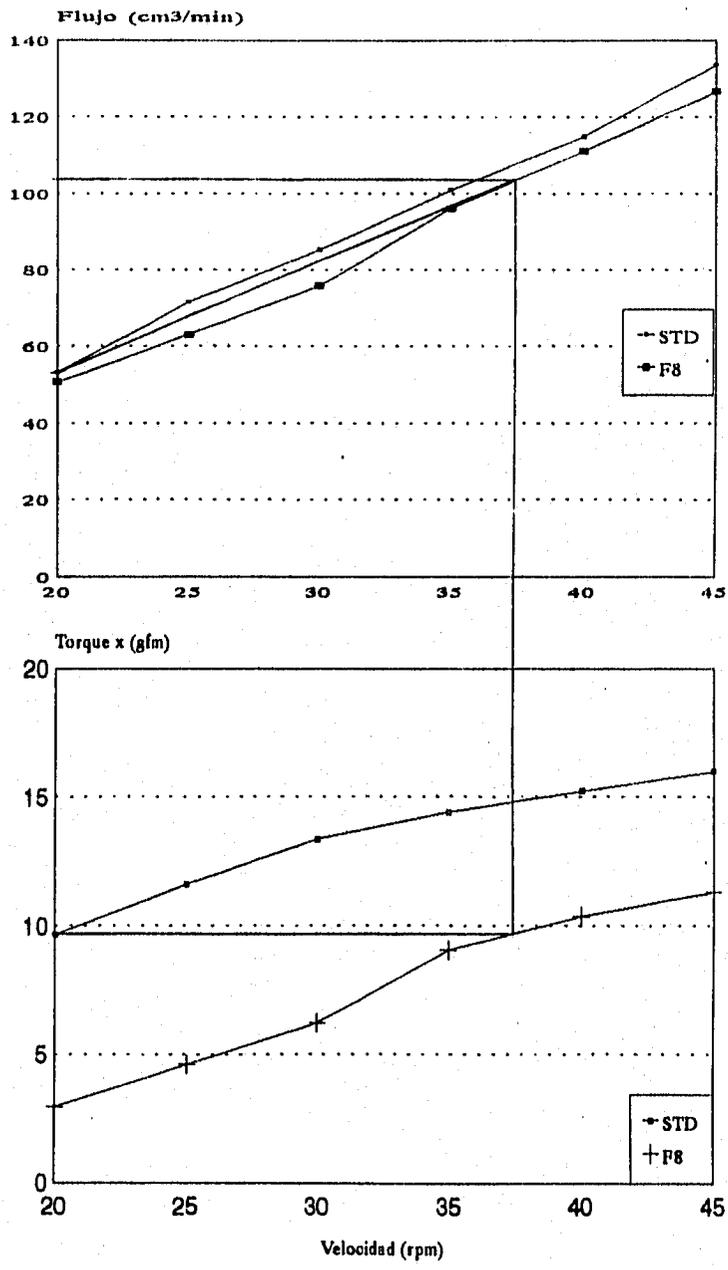


Fig. 20 Determinación de flujos std vs F8

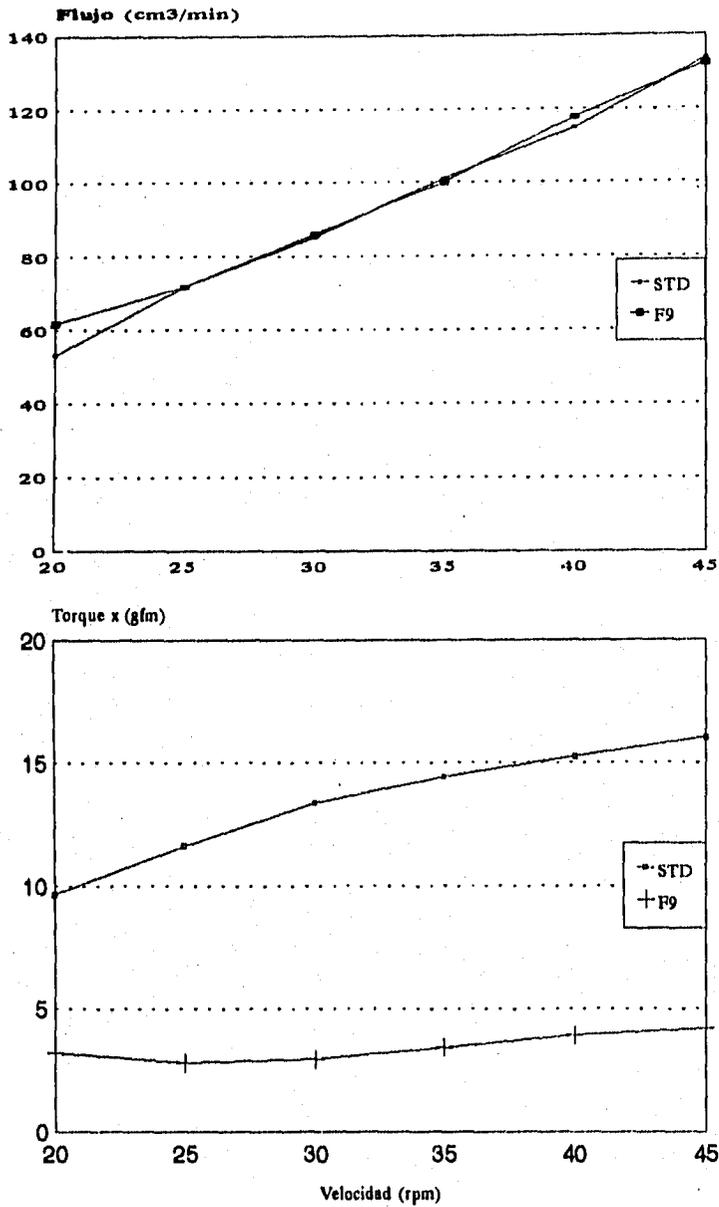


Fig. 21 Determinación de flujos std vs F9

Resultados y Análisis

Para los fines que se persiguen, la formulación F7 proporciona una mayor entrega volumétrica y una estabilidad térmica favorable, sin embargo, es necesario hacer una evaluación de costo de la formulación comparada con el estándar, la cual se muestra a continuación:

% DE VARIACIÓN DE COSTO CON RESPECTO AL ESTÁNDAR					
	F5	F6	F7	F8	F9
Costos	-0.34	-0.25	-0.16	-0.06	-0.01

Los resultados obtenidos muestran que la fórmula F7 tiene una disminución en su costo de un 0.16 % con respecto a la formulación utilizada en Tubos Flexibles S.A. de C.V.

Debido a las ventajas que presenta con respecto al flujo, estabilidad térmica y costo se propone como una buena opción en la fabricación de tubería rígida uso sanitario, la formulación denominada F7.

EVALUACIÓN EN PLANTA.

Para comprobar la eficiencia de la formulación propuesta, se realizó una prueba en planta, dicha prueba se realizó en una máquina extrusora tipo Krauss Maffei, en la cual se fabricó una tubería sanitaria con un diámetro 110 mm. En la siguiente hoja de monitoreo se muestran algunos de los parámetros que se consideran importantes al evaluar la formulación:

LÍNEA: OCHO						SI/NO
PRODUCTO: TUBERÍA ESPECIAL SANITARIA VENTILACION 110 MM.						ESPECIF.:
FECHA: 9-02-86		FORMULACIÓN PROPUESTA				P. ARRANQUE
ZONAS	CONDICIONES PROG. ESTANDAR	CONDICIONES REALES 1	CONDICIONES REALES 2	CONDICIONES REALES 3	CONDICIONES REALES 4	CONDICIONES REALES 5
Z1	250	210	181	180	180	
Z2	250	212	199	199	200	
Z3	210	210	202	202	200	
Z4	180	180	180	180	180	
Z5	180	188	188	185	185	
Z6	185	188	172	172	172	
Z7	---	---	---	---	---	
Z8	174	185	180	180	180	
Z9	185	180	180	186	180	
Z10	215	184	218	218	218	
R.P.M.M.P.	2000	2000	2000	2000	2000	
R.P.M.A.	---	---	---	---	---	
AMPERS	41	---	39	39	39	
MATERIAL	VIRGEN	---	VIRGEN	VIRGEN	VIRGEN	
VACIO	18 inch. Hg	---	15 inch. Hg	18 inch. Hg	18 inch. Hg	
T.M.F.	145 °C	---	167	164	160	
TIEMPOS	08:46	---	02:33	02:32	02:34	
Ti/Hr.	55	---	68.81	68.78	68.78	
Kg/Hr.	271.84	---	327.53	327.29	327.29	

OBSERVACIONES: Al cambio del material se incrementó el amperaje de 39 a 41 Amperas, se redujeron los RPM de la alimentación para mejorar el acabado interno, se inició al 100 % y se modificó al 65 % de llenado.
 Durante la prueba no se presentaron problemas de rompimiento de tubería, ni degradación del material.
 Se ajustó la velocidad del jalón para obtener las dimensiones de espesor de pared especificadas.

Resultados y Análisis

Los resultados de la prueba en planta mostraron un aumento en la producción de tubería, obteniéndose un incremento del 25 % en la cantidad de tramos producidos por hora, con respecto a las condiciones de proceso se disminuyó el amperaje lo que ayuda a la máquina a no forzarse demasiado y conservar la vida útil de la misma, además se genera un ahorro del 12.2% en el gasto energético.

Durante la prueba no se presentaron problemas de rompimiento de tubería, ni degradación térmica, la apariencia mostrada por el tubo fue aceptable, presentando superficies lisas y sin protuberancias.

EVALUACIÓN DEL PRODUCTO.

De acuerdo a la Norma NMX-E-199/1 la evaluación para tubería sanitaria debe cumplir con las siguientes pruebas físicas y químicas.(16)

- Resistencia a la acetona

Los tubos al ser sometidos a la acción de la acetona no deben sufrir ningún ataque en la superficie de sus paredes interna y externa, tales como desprendimientos, escamas, grumos, gránulos, hendiduras, grietas o desintegración; permitiéndose sólo un ligero reblandecimiento o hinchamiento de la probeta.

- Reversión térmica

La reversión térmica longitudinal no debe ser mayor al 7%.

- Resistencia al impacto dardo tipo A.

Los tubos no deben presentar fractura cuando se someten al impacto por el dardo tipo A (este dardo tiene 5 kg de peso y un diámetro de 2" y la punta es cónica).

- Resistencia al aplastamiento

Los tubos al someterse a la prueba de aplastamiento no deben presentar roturas, rajaduras o agrietamientos cuando se aplasta el 60 % de su diámetro.

Resultados y Análisis

Reporte de pruebas de producto terminado

Artículo: Tubería sanitaria ventilación 110 mm.

Material: 100 % Virgen

Norma: NMX-E- 199/1

Artículo: Tubería Sanitaria 110 mm		
Norma: NMX-E-199/1		
Prueba	Condiciones	Resultados
Resistencia a la acetona	Tiempo=20 min. Temperatura = 23 °C	Resiste
Reversión Térmica	T real del homo= 150 °C Tiempo= 30 min. Valor especificado= 7 %	0.8%
Resistencia al Impacto	Tipo dardo = A Peso del dardo= 5 kg Altura de la prueba= 1.2 m Espesor mln. de la probeta= 2.3 mm	Resiste
Aplastamiento	Diámetro exterior promedio= 110 mm Valor especificado= 60 %	Resiste

De la tabla anterior puede verse que la formulación propuesta cumple satisfactoriamente con las pruebas a las que fué sometida y que son con las que se evalúa el producto comercial.

Evaluación del Material reprocesado.

Uno de los requisitos de la empresa es que la formulación presentada pudiera reprocesarse 3 veces sin sufrir cambios en las propiedades del material, por lo que se realizó un seguimiento del material utilizado evaluándose las propiedades mecánicas después del tercer reprocesado; los resultados obtenidos se presentan a continuación

Resultados y Análisis

Reporte de pruebas de producto terminado

Artículo: Tubería sanitaria ventilación 110 mm.

Material: Reprocesado (3 veces)

Norma: NMX-E- 199/1

Artículo: Tubería Sanitaria 110 mm		
Norma: NMX-E-199/1		
Prueba	Condiciones	Resultados
Resistencia a la acetona	Tiempo=20 min. Temperatura = 23 °C	Resiste
Reversión Térmica	T real del horno= 150 °C Tiempo= 30 min. Valor especificado= 7 %	2 %
Resistencia al Impacto	Tipo dardo = A Peso del dardo= 5 Kg Altura de la prueba= 1.2 m Espesor mín. de la probeta= 2.3 mm	Resiste
Apiastamiento	Diámetro exterior promedio= 110 mm Valor especificado= 60 %	Resista

Los resultados obtenidos muestran que el material puede ser reprocesado sin sufrir ninguna alteración en las propiedades mecánicas del material, sin embargo, éste presenta un ligero amarillamiento, que no es motivo de rechazo, así como un incremento en el porcentaje de reversión térmica, el cuál esta aún 3.5 veces por debajo del valor máximo permitido.

CAPITULO V

CAPITULO V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

De acuerdo con los resultados obtenidos en el estudio anterior se concluye con la formulación propuesta que es posible aumentar la productividad en la fabricación de la tubería rígida uso sanitario, con un costo menor con respecto a la formulación estandar empleada en la actualidad.

Los resultados en planta muestran un aumento en la productividad de un 25%, una disminución del costo de la formulación de un 0.93% y un ahorro energético del 12.2 % , sin embargo, los porcentajes de productividad determinados a nivel laboratorio(60.24 %), no fueron los obtenidos en planta, esto se debe principalmente a fallas en el proceso tales como:

- La eficiencia de la máquina se ve disminuida por su uso constante o por un mantenimiento inadecuado.
- El desgaste de los husillos provoca que los tiempos de fusión aumenten debido a que existe menor fricción entre el barril y la masa fundida, lo que conlleva a una plastificación tardía y consecuentemente inadecuada.
- Los equipos complementarios (en específico el jalón) no tienen la capacidad de operar a la misma velocidad con la que el material sale del cabezal.

A pesar de ello, un incremento del 25% en la productividad es bastante buena, además de que la calidad del material es adecuada y cumple perfectamente con las especificaciones requeridas por la empresa.

Con respecto a las propiedades reológicas analizadas se determina que el estabilizador no le confiere al compuesto un aumento en las propiedades de flujo.

Por otra parte, la adición del lubricante tiene un efecto que se considera como la causa de que el tiempo de estabilidad en las curvas reológicas haya aumentado, esto se debe a la disminución en la fricción provocada por el lubricante externo, lo que implica una menor temperatura de masa fundida, que hace que el compuesto se degrade en un tiempo mayor .

Al extruir el material, la relación cantidad de lubricante vs. entrega no es proporcional, ya que un exceso de lubricación provoca una disminución excesiva en la fricción entre el material y el barril ocasionando un estancamiento del material y que el husillo gire sin que fluya el material.

Conclusiones

Se recomienda realizar un estudio de abrasividad, el cual permite hacer una evaluación de las cantidades adecuadas de carga y opacificante asimismo llevar a cabo una evaluación de aditivos nuevos en el mercado que permitan optimizar la formulación.

VI. BIBLIOGRAFÍA

- 1) Asociación Nacional de las Industrias del plástico (ANIPAC)
Anual de los Plásticos"
Publi-Noticias S.A.
México D.F., 1979
- 2) Asociación Nacional de la Industria Química A.C. (ANIQ)
"Documento promocional de PVC"
Titycia
México D.F., 1988
- 3) Sperling, L. H.
"Introduction to Physical Polymer Science"
John Wiley and Son's, Inc.
New York 1992
- 4) Penn, W. S.
"PVC Technology"
Maclaren and Son's, Ltd.
London 1962
- 5) Georges, Champertier and Lucien Monnerie
"Introducción a la Química Molecular"
Espasa-Calpe S.A.
España 1973
- 6) Shnabe, W.
"Polymer Degradation"
Hanser International
Berlín 1981
- 7) Rodríguez, Ferdinand
"Principios de Sistemas Poliméricos"
El Manual moderno S.A.
México D.F., 1984

Bibliografía

- 8) Uribe V., Miguel
"Los Polimeros (Síntesis y caracterización)
Limusa
México D.F. 1986
- 9) Morton, Jones
"Procesamiento del Plástico"
Limusa
México D.F., 1993
- 10) Marvel, Carl
"Introducción a la Química Orgánica de las macromoléculas de síntesis"
Reverté
España, 1982
- 11) ASTM Designation D 2538-94
"Standar Practice for Fusión of Poli(Vinyl Chloride)(PVC) compounds using a torque rheometer".
- 12) Odian, Jorge
"Principles of Polymerización"
2 th ed.
John Wiley & Sons
New York, 1981
- 13) Barsan Consultores
Aplication of Industrial Rheology Using C.W. Brabender Instruments, Inc.
Noviembre 1991
- 14) Instituto Mexicano del Plástico Industrial
"Seminario del Policloruro de Vinilo(PVC)"
- 15) Nass, Leonard Y.
"Encyclopedia of PVC"
Vol. 1 y 2 Marcel Dekker, Inc.
New York 1977

Bibliografía

16) **Industria del Plástico**

"Anteproyecto de Norma Mexicana NMX-E-199/1-1994-SCFI"

**-Tubos y conexiones- Tubos de polí(Clorigo de Vinilo) (PVC) sin plastificante usados
en la construcción de sistemas sanitarios - Especificaciones.**

17) **Modern plastics Encyclopedia**

Vol. 48 No.10 A

Octubre 1971

Mc Graw Hill

18) **Morrison and Boyd**

"Química Orgánica"

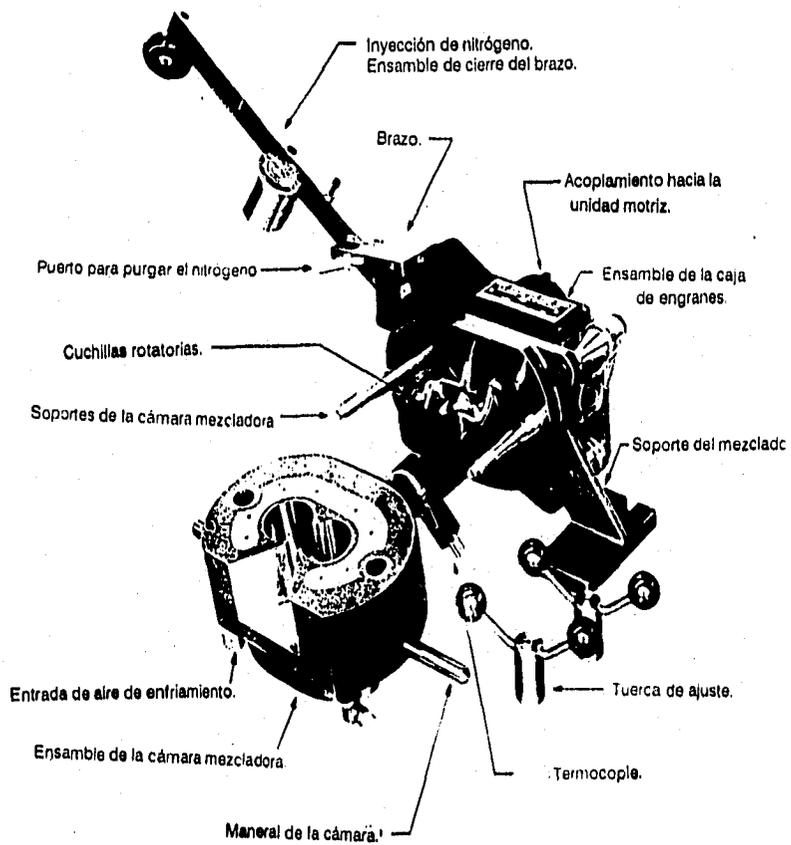
2da. Edición

Iberoamericana

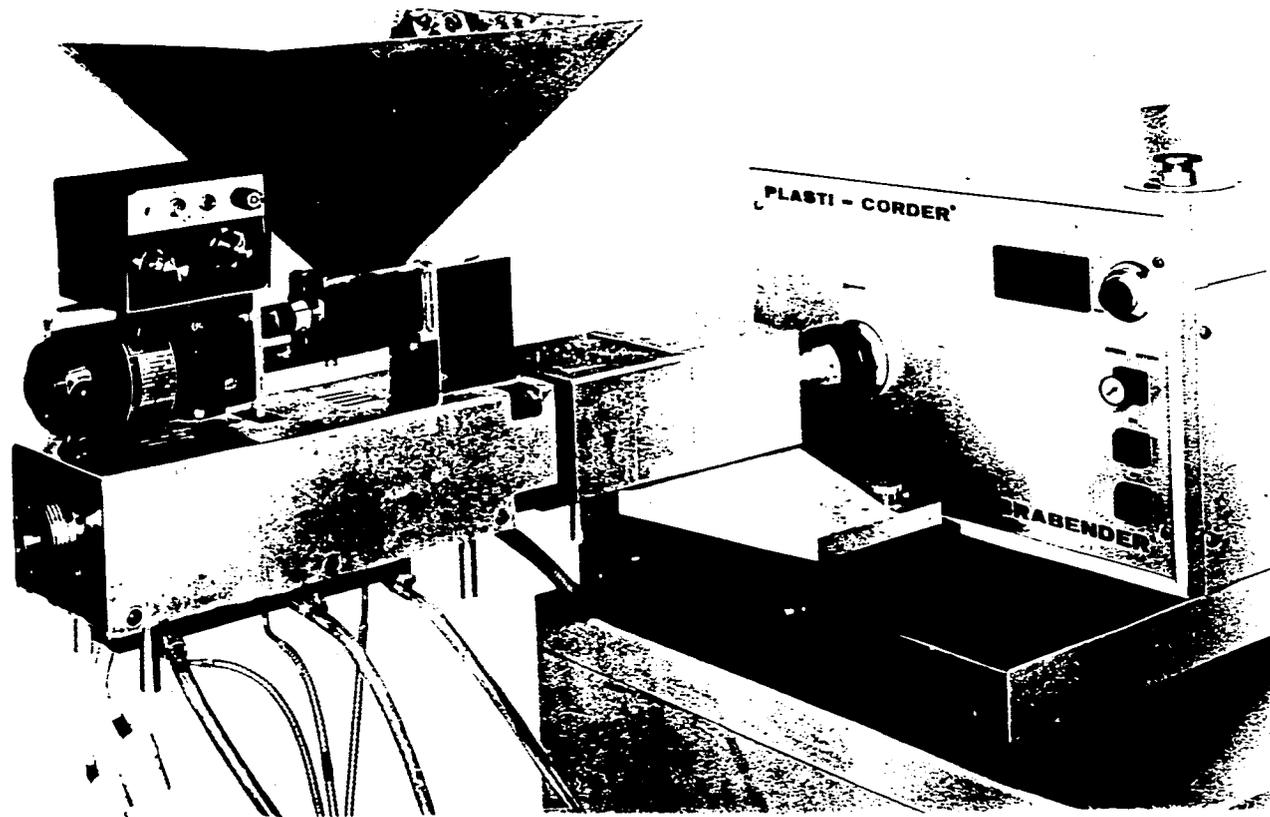
México D.F., 1987

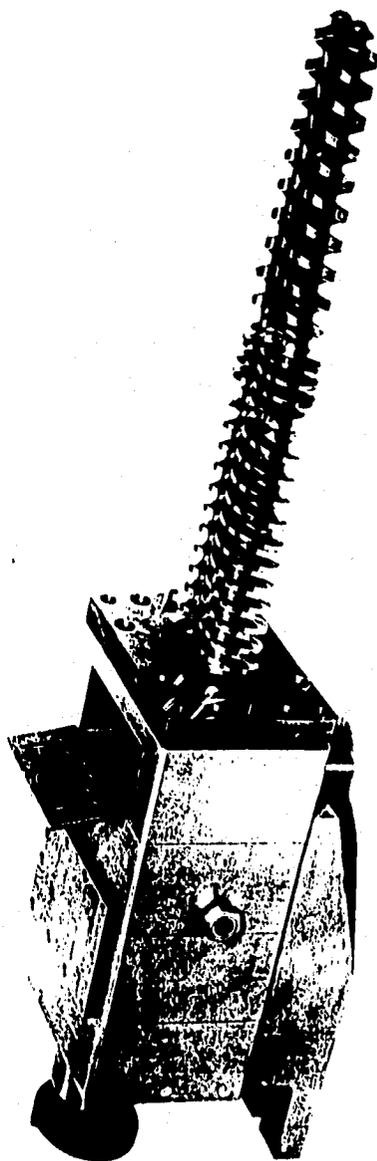
APENDICE A
ESQUEMA DE LA CÁMARA DE MEZCLADO

CABEZA DE MEDICION/MEZCLADO TIPO '6'

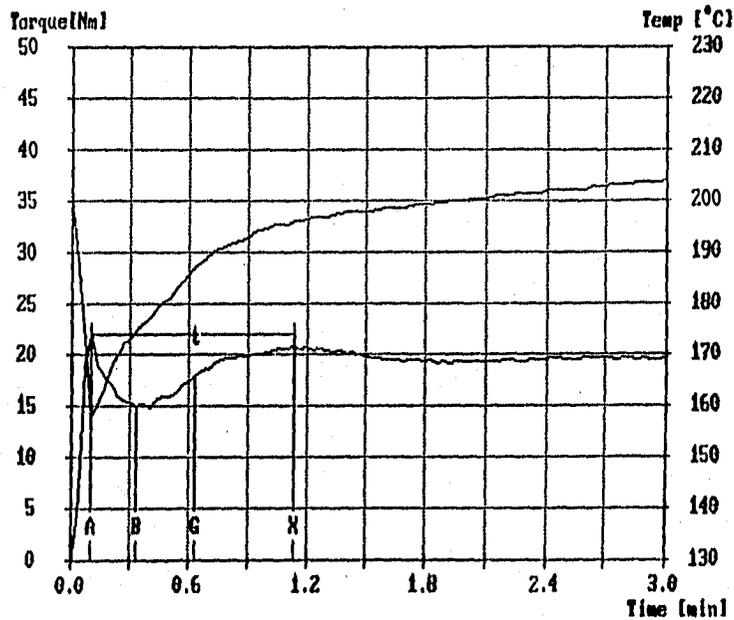


APENDICE B
ESQUEMA DEL EQUIPO EXTRUSOR





APENDICE C
CURVAS REOLÓGICAS VARIANDO EL ESTABILIZADOR



Value		Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak	A	00:00:06	22.1	158
Minimum	B	00:00:20	15.1	175
Inflection Point	G	00:00:38	17.9	187
Maximum	X	00:01:08	20.6	196
End	E	00:19:06	22.8	207

Integration / Energy

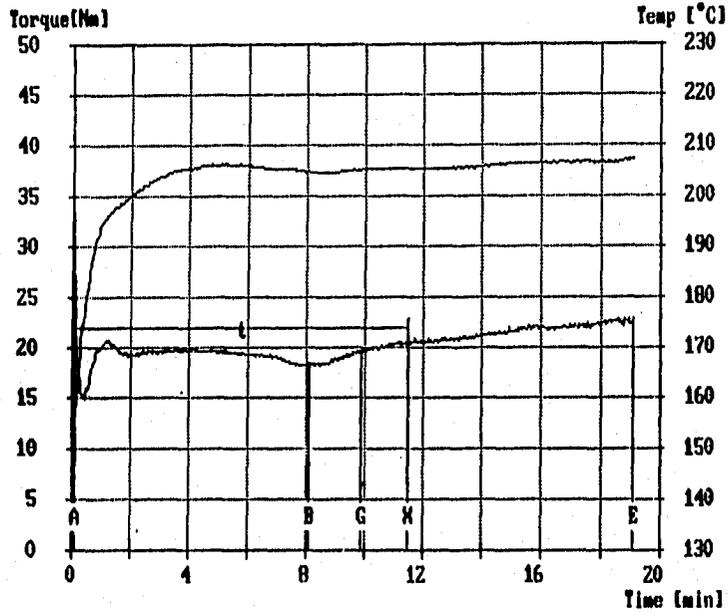
- Loading Peak to Minimum	A - B	:: W1 =	1.7	[kNm]
- Minimum to Maximum	B - X	:: W2 =	6.6	[kNm]
- Maximum to End	X - E	:: W3 =	165.0	[kNm]
- Loading Peak to Maximum	A - X	:: W4 =	8.4	[kNm]
- Loading Peak to End	A - E	:: W5 =	173.4	[kNm]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		:: W6 =	2.7	[kNm/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	:: W7 =	1.2	[kNm]

Results

- Fusion Time	A - X	:: t =	00:01:02
- Gelation Speed	G ± 20%	:: v =	17.0 [Nm/min]

COMPORTAMIENTO DE FUSION

ESTANDAR



Value		Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak	A	00:00:06	22.1	158
Minimum	B	00:08:04	18.4	205
Inflection Point	G	00:09:52	19.4	205
Maximum	X	00:11:30	20.5	205
End	E	00:19:06	22.8	207

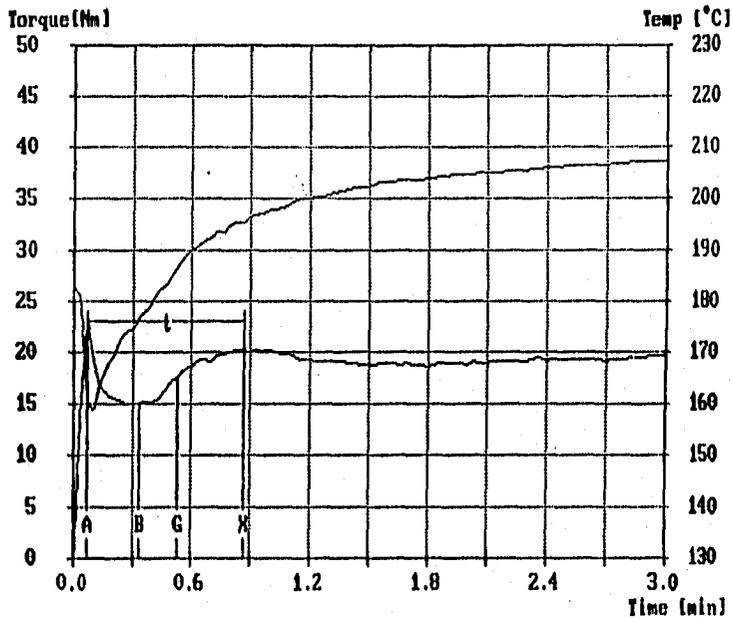
Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	68.8	[kNm]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	30.1	[kNm]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	74.4	[kNm]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	99.0	[kNm]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	173.4	[kNm]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	2.7	[kNm/g]
- Gelation Area Above B	(B - X)	: W7 =	1.7	[kNm]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:11:24
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	1.4 [Nm/min]

COMPORTAMIENTO DE DEGRADACION
ESTANDAR



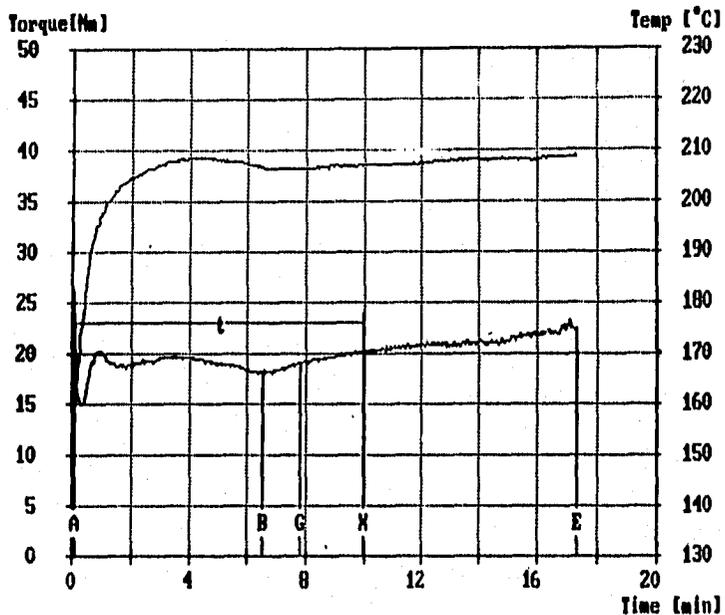
Value		Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak	A	00:00:04	22.8	160
Minimum	B	00:00:20	15.0	177
Inflection Point	G	00:00:32	17.5	187
Maximum	X	00:00:52	20.2	196
End	E	00:17:20	22.6	209

Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	1.9 [kNm]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	4.4 [kNm]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	150.6 [kNm]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	6.3 [kNm]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	156.9 [kNm]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	2.5 [kNm/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	0.8 [kNm]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:00:48
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	19.8 [Nm/min]



Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:04	22.8	160
Minimum B	00:06:32	18.0	207
Inflection Point G	00:07:48	19.0	206
Maximum X	00:09:58	20.1	207
End E	00:17:20	22.6	209

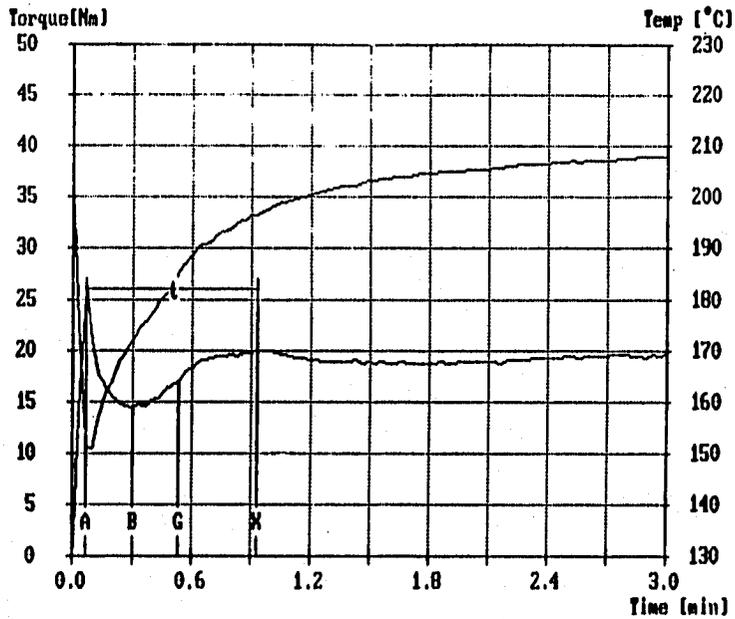
Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	55.6	[kNm]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	30.1	[kNm]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	71.2	[kNm]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	85.7	[kNm]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	156.9	[kNm]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)	A - E	: W6 =	2.5	[kNm/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	2.0	[kNm]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:09:54
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	1.3 [Nm/min]

COMPORTAMIENTO DE DEGRADACION



Value		Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak	A	00:00:04	26.1	152
Minimum	B	00:00:18	14.5	172
Inflection Point	G	00:00:32	17.0	185
Maximum	X	00:00:56	20.0	197
End	E	00:19:58	24.5	210

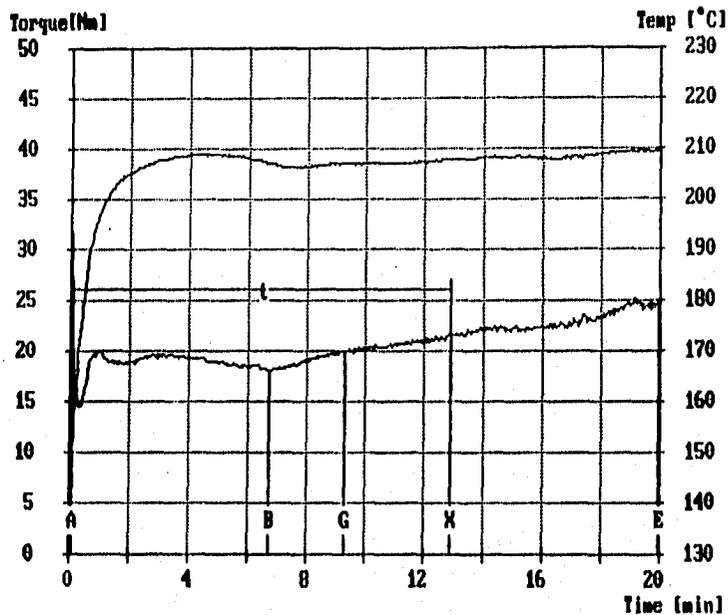
Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	1.7	[kNm]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	5.2	[kNm]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	180.6	[kNm]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	6.9	[kNm]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	187.5	[kNm]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	2.9	[kNm/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	1.0	[kNm]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:00:52
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	20.0 [Nm/min]

COMPORTAMIENTO DE FUSION



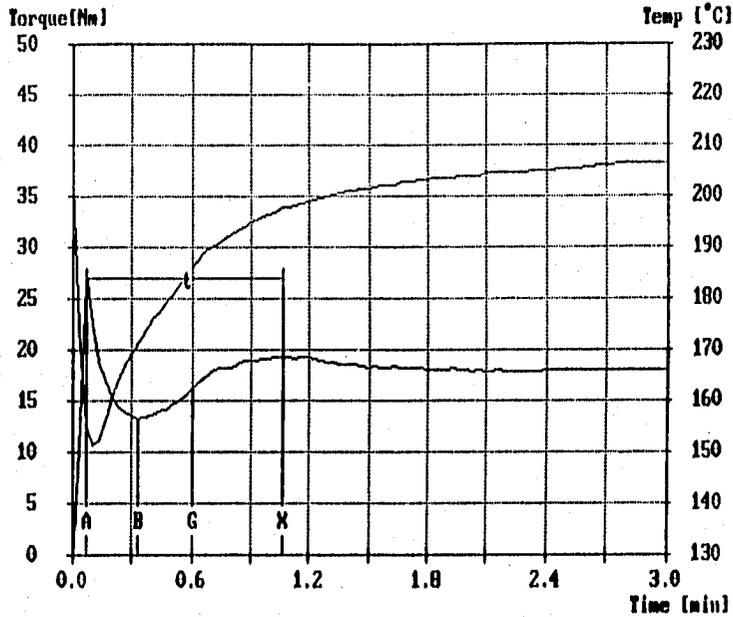
Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:04	26.1	152
Minimum B	00:06:44	18.1	207
Inflection Point G	00:09:18	19.8	207
Maximum X	00:12:56	24.6	208
End E	00:19:58	24.5	210

Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	:: W1 =	57.1 [kNm]
- Minimum to Maximum	B - X	:: W2 =	56.6 [kNm]
- Maximum to End	X - E	:: W3 =	73.8 [kNm]
- Loading Peak to Maximum	A - X	:: W4 =	113.8 [kNm]
- Loading Peak to End	A - E	:: W5 =	187.5 [kNm]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		:: W6 =	2.9 [kNm/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	:: W7 =	5.3 [kNm]

Results

- Fusion Time	A - X	:: t =	00:12:52
- Gelation Speed	G ± 20%	:: v =	0.7 [Nm/min]



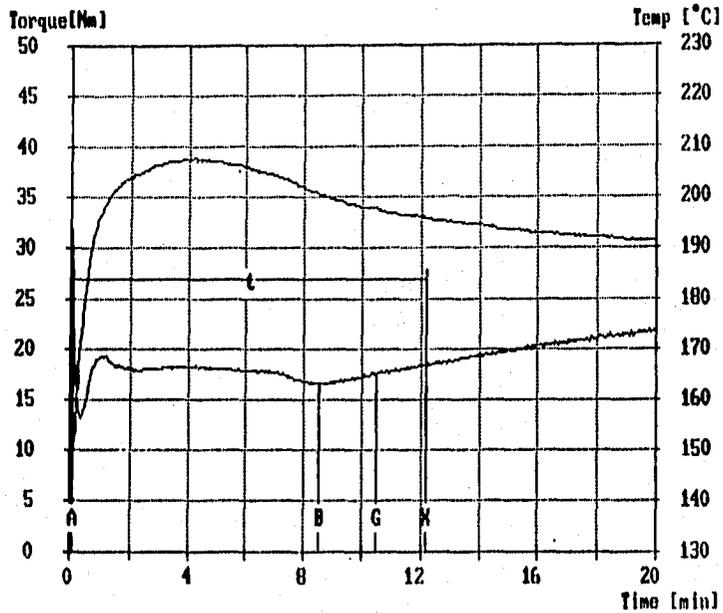
Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:04	27.4	155
Minimum B	00:00:20	13.3	172
Inflection Point G	00:00:36	16.3	186
Maximum X	00:01:04	19.3	198
End E	00:23:38	21.3	195

Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	1.9 [kNm]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	5.6 [kNm]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	197.0 [kNm]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	7.6 [kNm]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	204.6 [kNm]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	3.2 [kNm/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	1.3 [kNm]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:01:00
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	17.1 [Nm/min]



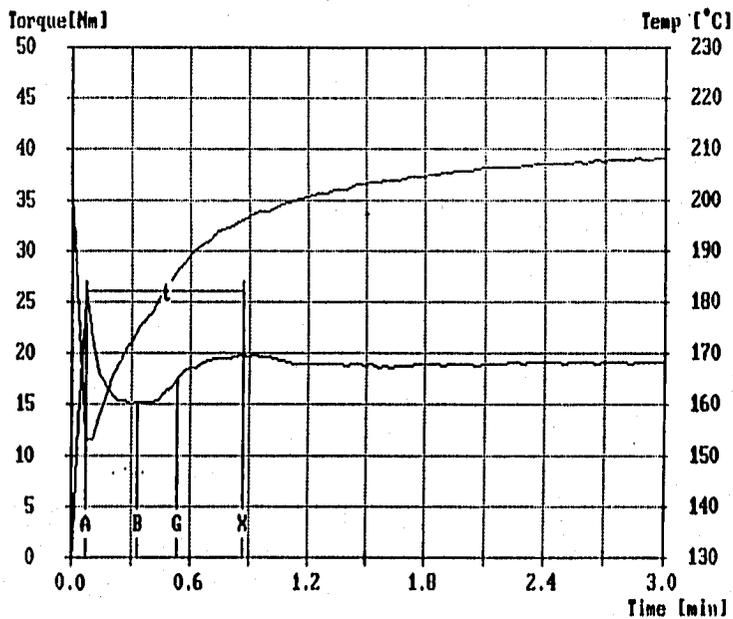
Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:04	27.4	155
Minimum B	00:08:32	16.6	200
Inflection Point G	00:10:30	17.5	198
Maximum X	00:12:10	18.5	196
End E	00:23:38	21.3	195

Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	:: W1 =	67.8	[kNm]
- Minimum to Maximum	B - X	:: W2 =	28.7	[kNm]
- Maximum to End	X - E	:: W3 =	108.0	[kNm]
- Loading Peak to Maximum	A - X	:: W4 =	96.5	[kNm]
- Loading Peak to End	A - E	:: W5 =	204.6	[kNm]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		:: W6 =	3.2	[kNm/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	:: W7 =	1.4	[kNm]

Results

- Fusion Time	A - X	:: t =	00:12:06
- Gelation Speed	G ± 20%	:: v =	1.3 [Nm/min]



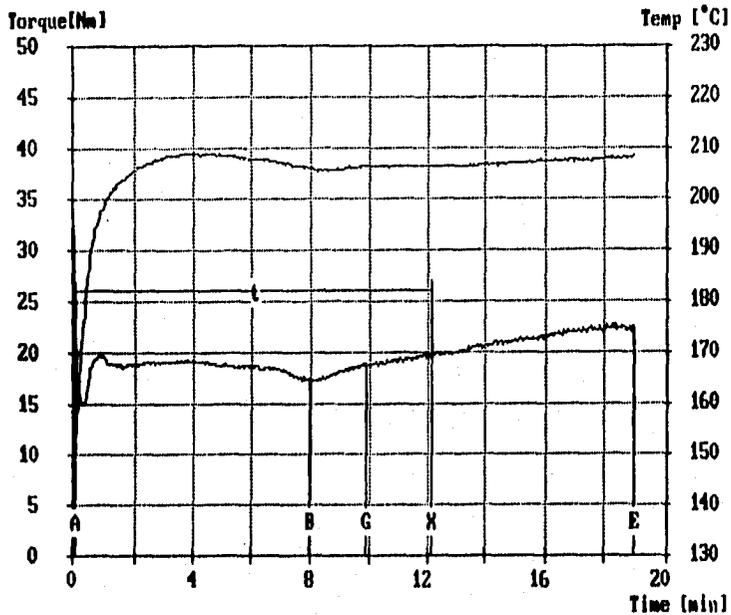
Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:04	25.9	153
Minimum B	00:00:20	15.2	175
Inflection Point G	00:00:32	17.5	186
Maximum X	00:00:52	19.9	196
End E	00:18:58	22.6	208

Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	2.0 [kNm]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	4.4 [kNm]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	163.3 [kNm]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	6.4 [kNm]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	169.7 [kNm]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	2.7 [kNm/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	0.7 [kNm]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:00:48
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	22.0 [Nm/min]



Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:04	25.9	153
Minimum B	00:07:58	17.5	206
Inflection Point G	00:09:52	18.6	206
Maximum X	00:12:08	19.8	206
End E	00:18:58	22.6	208

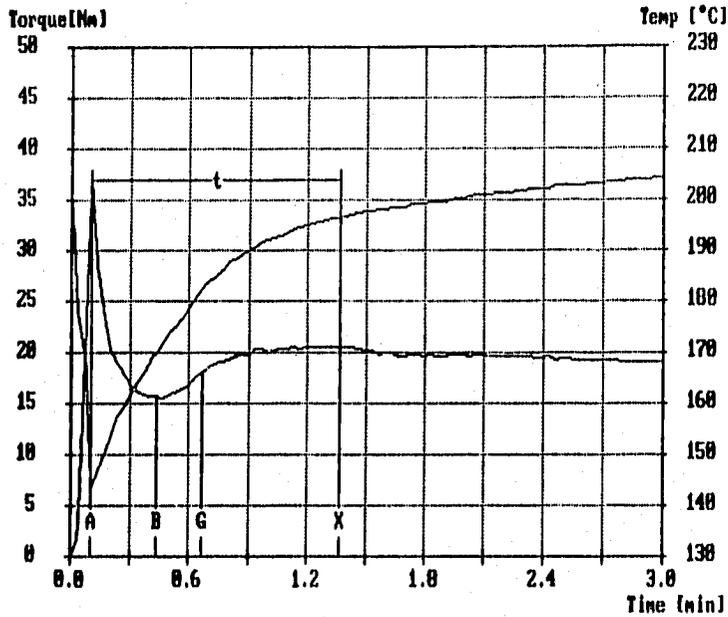
Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	67.3	[kNm]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	35.7	[kNm]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	66.7	[kNm]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	103.0	[kNm]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	169.7	[kNm]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	2.7	[kNm/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	2.4	[kNm]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:12:04
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	0.8 [Nm/min]

APENDICE D
CURVAS REOLÓGICAS VARIANDO EL LUBRICANTE



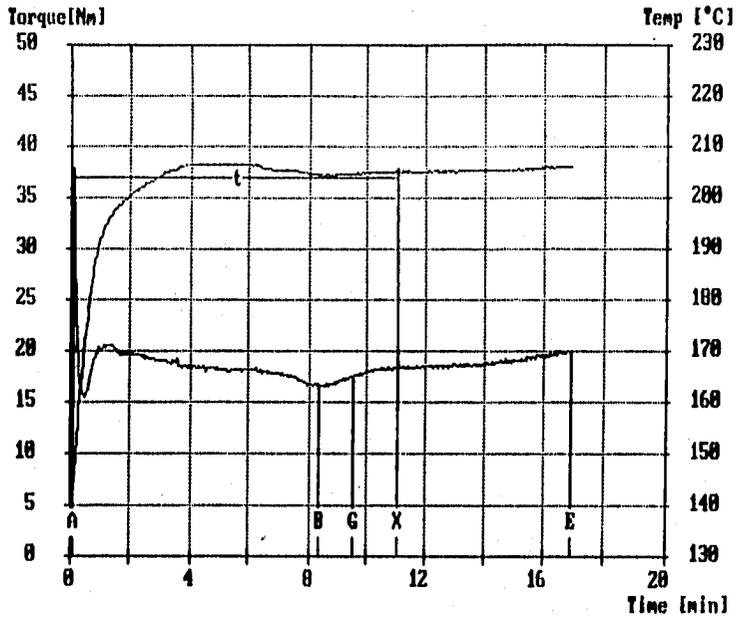
Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:06	36.5	144
Minimum B	00:00:26	15.7	170
Inflection Point G	00:00:40	17.9	182
Maximum X	00:01:22	20.5	197
End E	00:16:54	20.1	206

Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	2.8	[kJ]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	7.9	[kJ]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	126.9	[kJ]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	10.7	[kJ]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	137.6	[kJ]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	2.1	[kJ/g]
- Gelation Area Above B	(B - X)	: W7 =	1.4	[kJ]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:01:16
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	13.3 [Nm/min]



Value		Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak	A	00:00:06	36.5	144
Minimum	B	00:08:20	16.6	204
Inflection Point	G	00:09:32	17.5	205
Maximum	X	00:11:06	18.5	205
End	E	00:16:54	20.1	206

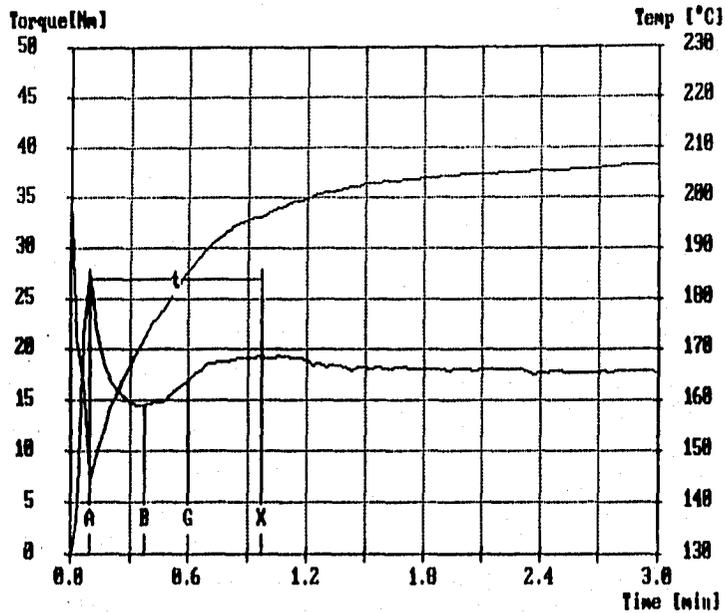
Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	67.3	[kJ]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	21.6	[kJ]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	48.7	[kJ]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	88.9	[kJ]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	137.6	[kJ]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	2.1	[kJ/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	1.2	[kJ/g]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:11:00
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	1.2 [Nm/min]

COMPORTAMIENTO DE DEGRADACION



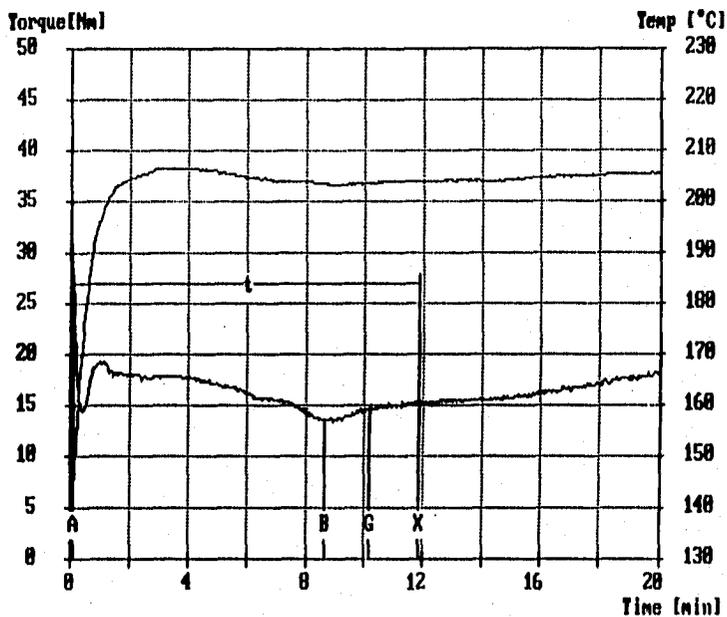
Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:06	27.4	145
Minimum B	00:00:22	14.4	172
Inflection Point G	00:00:36	16.8	186
Maximum X	00:00:58	19.3	196
End E	00:24:16	19.7	206

Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	2.0	[KJ]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	4.8	[KJ]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	179.2	[KJ]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	6.8	[KJ]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	186.0	[KJ]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	2.9	[KJ/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	0.8	[KJ]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:00:52
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	15.8 [Nm/min]



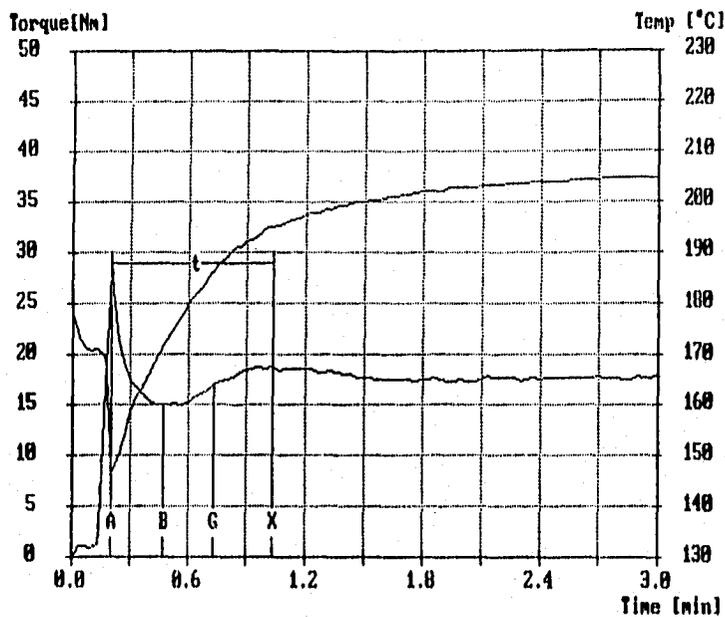
Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:06	27.4	145
Minimum B	00:08:38	13.5	204
Inflection Point C	00:10:10	14.3	204
Maximum X	00:11:52	15.1	204
End E	00:24:16	19.7	206

Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	65.8	[kJ]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	21.6	[kJ]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	98.6	[kJ]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	87.4	[kJ]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	186.0	[kJ]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	2.9	[kJ/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	1.5	[kJ]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:11:46
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	2.3 [Nm/min]



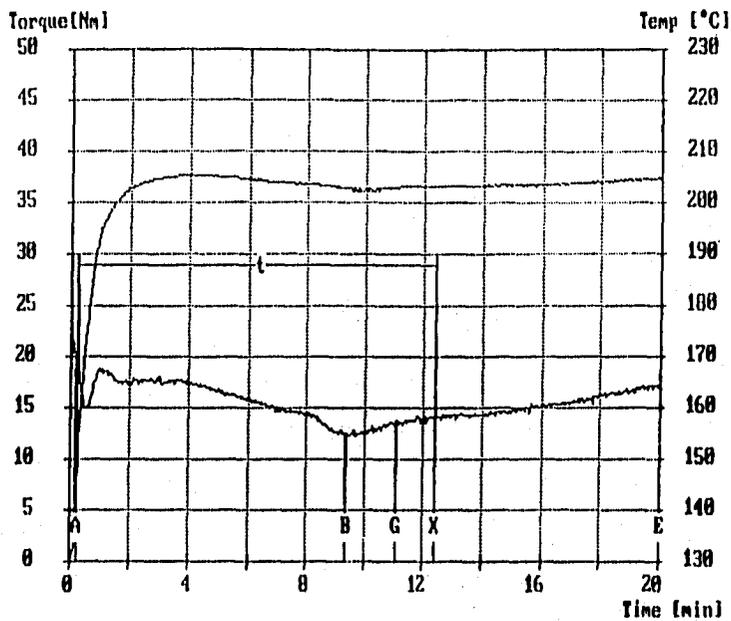
Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:12	28.6	147
Minimum B	00:00:28	15.0	172
Inflection Point G	00:00:44	17.0	187
Maximum X	00:01:02	18.8	195
End E	00:20:00	17.2	205

Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	2.1	[kJ]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	4.4	[kJ]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	132.7	[kJ]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	6.4	[kJ]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	139.1	[kJ]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	5.2	[kJ/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	0.5	[kJ]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:00:50
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	13.5 [Nm/min]



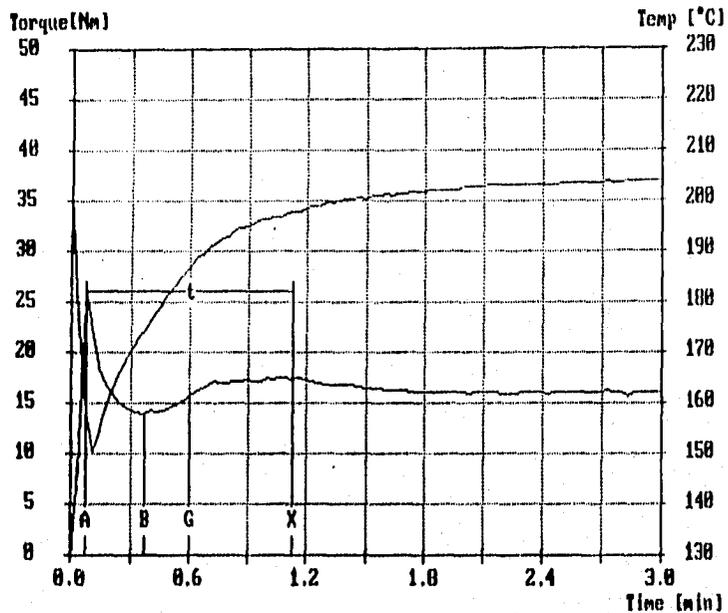
Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:12	28.6	147
Minimum B	00:09:22	12.5	203
Inflection Point G	00:11:04	13.3	203
Maximum X	00:12:26	14.0	203
End E	00:20:00	17.2	205

Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	67.4	[kJ]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	18.6	[kJ]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	53.1	[kJ]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	86.0	[kJ]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	139.1	[kJ]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	5.2	[kJ/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	1.2	[kJ]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:12:14
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	2.2 [Nm/min]



Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:04	25.8	158
Minimum B	00:00:22	14.0	174
Inflection Point G	00:00:36	15.7	187
Maximum X	00:01:08	17.4	198
End E	00:27:50	13.5	204

Integration / Energy

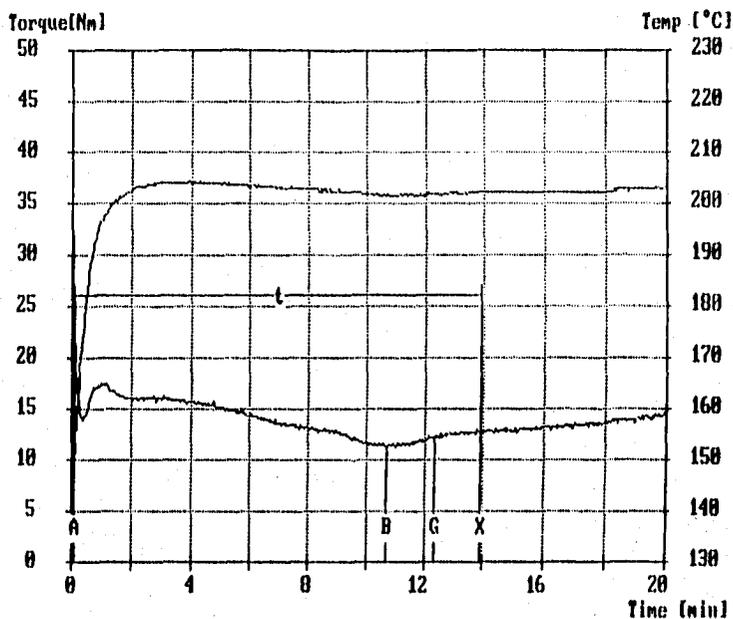
- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	2.2 [kJ]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	5.7 [kJ]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	172.8 [kJ]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	7.9 [kJ]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	180.7 [kJ]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	2.8 [kJ/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	0.8 [kJ]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:01:04
- Gelation Speed	G ‡ 20%	: v =	13.5 [Nm/min]

COMPORTAMIENTO DE FUSION

FB



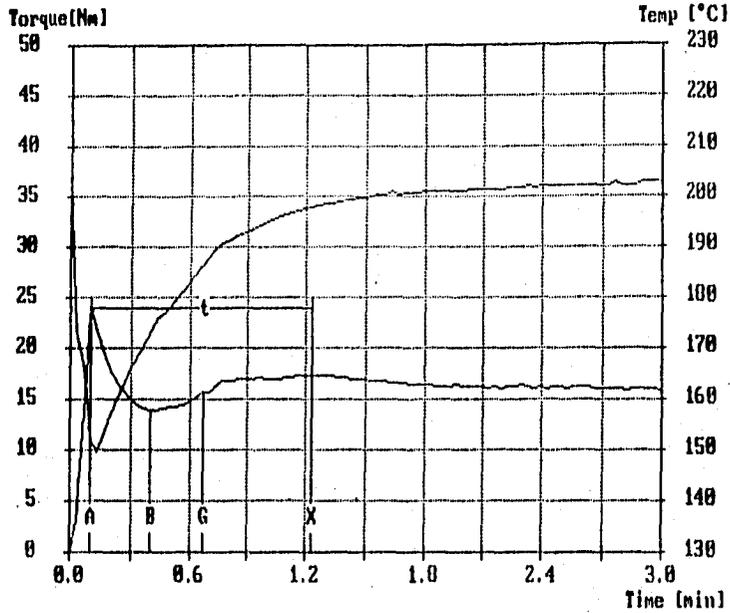
Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:04	25.8	158
Minimum B	00:10:42	11.3	202
Inflection Point G	00:12:20	12.1	202
Maximum X	00:13:56	12.9	202
End E	00:27:50	13.5	204

Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	70.6	[kJ]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	18.0	[kJ]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	92.1	[kJ]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	88.6	[kJ]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	180.7	[kJ]
- Specific Energy (W5/sample Weight)		: W6 =	2.8	[kJ/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	1.2	[kJ]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:13:52
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	3.4 [Nm/min]



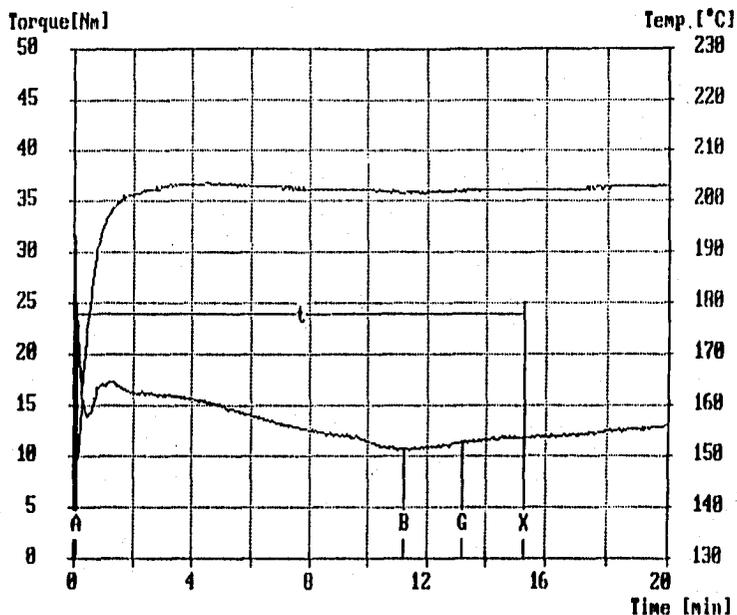
Value		Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak	A	00:00:06	23.9	152
Minimum	B	00:00:24	13.8	173
Inflection Point	G	00:00:40	15.7	186
Maximum	X	00:01:14	17.4	198
End	E	00:24:14	13.7	204

Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	2.2 [kJ]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	6.1 [kJ]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	136.8 [kJ]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	8.4 [kJ]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	145.2 [kJ]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	2.3 [kJ/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	0.9 [kJ]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:01:08
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	9.6 [Nm/min]



Value	Time	Torque [Nm]	Stocktemp. [°C]
Loading Peak A	00:00:06	23.9	152
Minimum B	00:11:14	10.7	202
Inflection Point G	00:13:12	11.2	202
Maximum X	00:15:14	11.9	202
End E	00:24:14	13.7	204

Integration / Energy

- Loading Peak to Minimum	A - B	: W1 =	71.7	[kJ]
- Minimum to Maximum	B - X	: W2 =	20.7	[kJ]
- Maximum to End	X - E	: W3 =	52.8	[kJ]
- Loading Peak to Maximum	A - X	: W4 =	92.4	[kJ]
- Loading Peak to End	A - E	: W5 =	145.2	[kJ]
- Specific Energy (W5/Sample Weight)		: W6 =	2.3	[kJ/g]
- Gelation Area above B	(B - X)	: W7 =	1.2	[kJ]

Results

- Fusion Time	A - X	: t =	00:15:08
- Gelation Speed	G ± 20%	: v =	0.9 [Nm/min]