

31  
20J



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES FISICAS Y DEL  
SELLADO EN PELICULAS POLIMERICAS DE  
POLIETILENO Y POLIETILEN VINIL ACETATO.

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
INGENIERO QUIMICO  
P R E S E N T A

RICARDO ESPINOSA MARQUEZ



MEXICO, D. F.

1996

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**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).

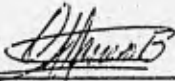
El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición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

Jurado asignado según el tema:

Presidente:	Prof. Octavio Manero Brito
Vocal:	Prof. Ángel Enrique Chávez Castellanos
Secretario	Prof. Mariano Pérez Camacho
1er Suplente:	Prof. Antonio Rubio Martínez
2o Suplente:	Prof. Marco Antonio Uresti Maldonado

Sitio donde se desarrolló el tema:

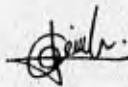
Instituto de Investigaciones en Materiales.



Dr. Octavio Manero Brito  
Asesor del tema.



Ing. Alfredo Maciel Cerda  
Supervisor técnico



Ricardo Espinosa Márquez  
Sustentante

**DEDICATORIA**

**A Edith.**

## AGRADECIMIENTOS

- ◆ A Dios.
- ◆ A Edith Silva Cid.
- ◆ A mi familia Eliseo Espinosa, Rosario Márquez, Cheo, Chary, Tere, Pablo, Ma. del Carmen, Fran, Ángeles, Bertha, Jesús, Eréndira, Ma. Fernanda, Raúl y Elida
- ◆ A la familia Salas Domínguez.
- ◆ A la Familia Silva Cid.
- ◆ Al I. Q. Alfredo Maciel Cerda.
- ◆ Al Dr. Octavio Manero Brito.
- ◆ Al Dr. Ángel Enrique Chávez Castellanos.
- ◆ A la Dra. Mima Rosa Estrada Yañez.
- ◆ Al Q. Miguel Ángel Canseco Martínez.
- ◆ Al I. Q. Roberto Olea Pérez, Alberto García Concha y Ma. del Carmen Delgado Hernández.
- ◆ Al I. Q. Gerardo Barroso Gutiérrez.
- ◆ A Roberto Pérez Cisneros, Paty, Vero y Fernando.
- ◆ Al Pbro. Gerardo Velázquez Rodríguez.
- ◆ A mis compañeros de generación.
- ◆ A las personas que colaboraron en esta tesis.
- ◆ A la Universidad Nacional Autónoma de México.
- ◆ A la Facultad de Química.
- ◆ Al Instituto de Investigaciones en Materiales.

## RESUMEN:

Actualmente las películas plásticas obtenidas por coextrusión tubular y soplado tienen una gran importancia. Su uso es cada vez mayor en empaques comerciales. Sin embargo existen agudos problemas para el Industrial que empaqueta en película plástica y para el consumidor del producto empaquetado. Como ejemplo de estos problemas se tiene una alta incidencia en el rasgado de la película y la deficiencia de los sellos. El beneficio en el uso de película plástica en el embalaje es la disminución en los costos del empaque en comparación con otros tipos de materiales de envoltura como cartón o vidrio; pero como problema social éstos ocasionan un exceso de basura, produciendo problemas ambientales severos, debido a que el plástico no se degrada con facilidad.

En este trabajo se propone una metodología de caracterización y la determinación de la eficiencia de un empaque de detergente (Ariel de 1kg, perteneciente a la compañía Procter & Gamble) mediante las pruebas de calorimetría diferencial de barrido, tensión superficial, esfuerzo a la tensión, elongación y rasgado.

Se pudo demostrar que la distribución de orientaciones moleculares de la película no es proporcionada y que ésta es preferencialmente en dirección axial debido a que las propiedades de tensión y rasgado son más elevadas en la dirección axial que en la dirección transversal. También se determinó la eficiencia de los sellos comparando el esfuerzo de la película y el esfuerzo del sello y se encontró que la eficiencia en los sellos horizontales es regular para el superior, mala para el inferior y excelente para el sello vertical.

Se demostró que el tratamiento corona que es un mecanismo fotoquímico, que incrementa la capacidad de impresión, afecta de manera directa a la eficiencia de los sellos, ya que se encontró una intensidad del tratamiento menor en los sellos verticales, y éstos son los más eficientes, por lo que se puede relacionar el tratamiento con el esfuerzo del sello.

**ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS Y DEL SELLADO EN PELÍCULAS  
POLIMÉRICAS DE POLIETILENO Y POLIETILEN VINIL ACETATO.**

	página
<b>Jurado asignado.</b>	ii
<b>Dedicatoria.</b>	iii
<b>Agradecimientos.</b>	iv
<b>Resumen.</b>	v
<b>Índice.</b>	vi
<b>Capítulo I.</b>	
1.1.- Objetivos.	1
1.2.- Alcances.	1
1.3.- Introducción.	2
<b>Capítulo II.</b>	
2.1.- Generalidades.	5
2.2.- Propiedades y métodos de prueba para la selección de una película.	7
2.3.- Orientación molecular en las películas.	13
2.4.- Procesos de manufactura de películas	14
2.5.- Tratamientos finales sobre las películas.	18
2.6.- Proceso de empaclado.	21
<b>Capítulo III.</b>	
3.1.- Caso específico.	25
3.2.- Tipificación de fallas en películas y sellos.	28
3.3.- Análisis del origen de las fallas en películas y sellos.	29
3.4.- Determinación de frecuencias de fallas en películas y sellos.	30

<b>Capítulo IV.</b>	
4.1.- Desarrollo experimental.	31
4.2.- Metodología de experimentación para las películas.	35
4.3.- Metodología de experimentación para los sellos.	41
4.4.- Realización de pruebas a películas y sellos.	43
<b>Capítulo V.</b>	
5.1.- Resultados y discusiones.	46
<b>Capítulo VI.</b>	
6.1.- Conclusiones.	59
6.2.- Sugerencias para la solución del problema en empaques.	61
<b>Referencias bibliográficas primarias.</b>	64
<b>Referencias bibliográficas secundarias.</b>	66



## **CAPÍTULO I**

### **1.1.- OBJETIVOS:**

Estudiar la problemática del sellado por impulso en películas coextruidas tricapa de polietileno (PE) y de copoli (etileno y acetato de vinilo) (EVA, comúnmente nombrado polietileno vinil acetato).

Determinar la magnitud y comportamiento estadístico de los errores del empaque en el lugar de consumo.

Analizar, proponer y realizar pruebas para determinar características y propiedades físicas de películas y sellos.

Sugerir soluciones para el control de propiedades físicas de las películas y del sellado por impulso térmico.

### **1.2.- ALCANCES:**

Establecer las variables que afectan el control de las propiedades de las películas y del sellado por impulso.

Determinar la eficiencia de un empaque comercial de detergente.

Proponer una metodología de caracterización para un empaque fabricado con película plástica de PE y EVA, y sellado por impulsos térmicos.

Sugerir al fabricante de películas y al embalador mecanismos que incrementen las propiedades físicas de la película y del sello del empaque.

### 1.3.- INTRODUCCIÓN.

Los polímeros son materiales de gran uso, tienen aplicaciones en las industrias electrónica, automotriz, textil, de electrodomésticos, del calzado, medicina, en empaques entre otros. Los polímeros han desplazado a materiales como el vidrio, el cartón, el papel, la madera, los cerámicos, los textiles y los metales, aunque al desplazar materiales reciclables o biodegradables por materiales no degradables generan un problema ambiental severo. Es por tanto una necesidad el estudiar sus propiedades físicas y químicas así como la manera de procesarlos y reciclarlos.

Una de las aplicaciones más importantes en las películas plásticas es en el área de embalaje, ya que sustituyen gran cantidad de materiales como cartón y vidrio, disminuyendo costos en el empaque y con esto, en el producto final. La selección de una película para empaque se rige por sus propiedades físicas, químicas y por las condiciones de mercado.

El uso de películas plásticas ha tenido un gran desarrollo en las últimas tres décadas, y se han creado diversas técnicas como la extrusión y la coextrusión para su procesamiento<sup>(13)</sup>. Todo esto se ha logrado debido al mejor conocimiento de las propiedades de los polímeros que las componen y la creación de nuevas formulaciones. Las películas son formas planares de productos plásticos. Para poder formar empaques, éstas deben ser suficientemente gruesas para soportar su contenido, y tan delgadas que

puedan ser flexibles sin que se rompan. Los empaques hechos de película plástica se clasifican en flexibles y rígidos. Las películas se han clasificado arbitrariamente, y generalmente son de espesores menores a 0.25mm y los valores de las hojas o láminas están por encima de este valor<sup>(1, 16)</sup>. Los espesores de la película dependen de la aplicación que tendrán y de la técnica con la cual fueron procesadas, pero en general se pueden hacer películas con espesores desde 8µm<sup>(3)</sup>.

El celofán fue la primera película producida para empaque, y fue hecha por Dupont en 1924<sup>(3)</sup>. A partir de la Segunda Guerra Mundial el desarrollo de los plásticos ha sido acelerado<sup>(20)</sup>. El primer polímero en desplazar al celofán fue el polietileno y posteriormente se desarrollaron otros como el polipropileno, el cloruro de polivinilo y el tereftalato de polietileno.

Las principales películas para la industria del empaque son: celofán, nylon, policarbonato, polietileno, polipropileno, poliestireno, cloruro de polivinilo y cloruro de polivinilideno. La selección de la película óptima para el producto a empacar depende de los requerimientos del producto (barrera a olores, sabores, oxígeno, humedad, transparencia, durabilidad, precio, etc.) y de las propiedades que la película presente. Estas películas pueden fabricarse en una estructura monocapa o en una combinación de estructuras (coextrusión). Dentro de las películas de empaque también cabe mencionar las películas encogibles y las películas metalizadas.

Por otro lado, la fabricación de empaque involucra el proceso de sellado que depende de las propiedades de la película. Existen actualmente diferentes tipos de procesos para unir dos películas como el sellado por calor, el sellado por calentamiento a alta frecuencia (o dieléctrico) y el sellado ultrasónico; pero el más común, fácil y económico es el sellado por calor. En el sellado por calor, unas barras, dados o planchas calientes presionan dos piezas de película plástica con el fin de lograr una fusión interfacial entre las películas y así formar bolsas o sacos que contengan el material o producto que se desea distribuir. Para lograr una alta producción a nivel comercial es necesario que el tiempo que están presionando las planchas o tiempo de sellado sea

corto, en el orden de segundos o menos. Existen diferentes tipos de sellados térmicos, incluyendo sellador de mordazas, sellador rotatorio, sellador por impulso, cuchillo caliente, sellador de cuentas, etc.

Los principales problemas que se presentan a nivel comercial en la industria del embalaje es el desperdicio de producto empacado durante el almacenamiento, transporte y consumo debido a fallas en los empaques y en los sellos de la película. Es por tanto una necesidad aprovechar al máximo las propiedades de la película y encontrar las condiciones óptimas de sellado, evitando de este modo desperdicios del producto y del material plástico.

## CAPÍTULO II.

### 2.1.- GENERALIDADES

Los empaques pueden ser clasificados en empaques flexibles y rígidos. Los empaques hechos con película flexible son empleados para contener alimentos, productos no alimenticios como detergentes, para el mercado del tabaco, entre otros.

La selección de la película implica numerosos factores como son las propiedades físicas, químicas y la mercadotecnia. Así, la selección de la película óptima puede estar regida según los siguientes criterios: costo, durabilidad, capacidad de maquinación, resistencia mecánica, rigidez, propiedades de barrera, capacidad de sellado, capacidad de impresión y propiedades ópticas como claridad y brillo.

La producción de las películas para empaque está dominada por películas monocapa o películas multicapa de uno o más de los siguientes polímeros: celofán, poliamida, policarbonato, poliéster, polietileno, polipropileno, poliestireno, copolímeros de cloruro de vinilideno, películas estirables y películas metalizadas.

Los costos de material en la fabricación de películas plásticas representa entre 70 y 90% de los costos de fabricación de película<sup>(12, 14)</sup>. Por lo tanto las posibilidades de ahorro residen fundamentalmente en el control de costos del material. Espesores menores nos conducen a un ahorro de material dando un peso por unidad de superficie menor. El fabricar películas más finas con la resistencia suficiente nos conduce además del ahorro de material, a la reducción del volumen de material desechable.

La calidad de la película abarca conceptos como: homogeneidad, superficie, control del ancho y el bobinado.

En las películas monocapa predomina el polietileno y es utilizado con preferencia en el sector de envasado en forma de bolsas y de envolturas<sup>(12)</sup>.

En la coextrusión de películas sopladas multicapa se pueden diferenciar dos grupos. Por un lado se tienen las películas multicapa con propiedades de barrera definidas, predominantemente películas de cinco capas con materiales relativamente caros como el copoli (etileno - acetato de vinilo hidroxilado) (EVA-OH) o poliamida (PA). Éstos se utilizan principalmente para envases de productos alimenticios. El segundo grupo está formado por las películas multicapa de laminados de poliolefinas, que se utilizan con preferencia en películas de tres capas en el sector de envasado normal, por ejemplo, películas para sacos, para bolsas y también para forrado. Se prevé un mercado con grandes posibilidades de desarrollo y de crecimiento para las películas multicapas de poliolefinas de tres capas<sup>(12)</sup>.

Con la estructuración multicapa de las películas de poliolefinas se pueden obtener espectros de propiedades que no se pueden conseguir con una película monocapa. La utilización de materiales definidos para las diferentes capas conducen a ventajas considerables, por ejemplo es posible obtener:

- ◆ Reducciones de los espesores y con ello ahorros de material y de costos.
- ◆ Producción segura, incluso utilizando material regenerado.
- ◆ Efectos ópticos con capas de distintos colores.
- ◆ Mayor capacidad de impresión de las capas exteriores.
- ◆ Mayor soldadura en las capas interiores.
- ◆ Mejor capacidad de confeccionado por medio de la rigidez y de las propiedades de deslizamiento regulables.
- ◆ Propiedades de adherencia determinadas para el forrado.
- ◆ Aumento de la estabilidad del proceso y con ello, de la producción.

Con las películas multicapa lo que se vende son propiedades y no espesores de películas, ya que la estructuración multicapa de las películas permite obtener propiedades únicas con la menor cantidad de material disponible, por lo que se cuenta con un enorme potencial de ahorro que debe ser aprovechado por el fabricante de las películas y para el industrial que empaca en película plástica.

## **2.2.- PROPIEDADES Y MÉTODOS DE PRUEBA PARA LA SELECCIÓN DE UNA PELÍCULA.**

### **PROPIEDADES POLIMÉRICAS**

En la selección de una película para una aplicación dada se deben considerar propiedades poliméricas como: propiedades térmicas, características moleculares y cristalinidad del polímero; para lograr un mejoramiento de las propiedades es necesaria la presencia de aditivos o a la orientación durante el proceso.

### **PESO MOLECULAR Y DISTRIBUCIÓN DEL PESO MOLECULAR**

Para películas fabricadas con polímeros de alto peso molecular, conforme el peso molecular aumenta, la temperatura de fusión aumenta. Para una orientación biaxial se requiere un alto peso molecular y un índice de fluidez de 0.1 a 3 (ASTM D 1238 E). Sin embargo, un alto peso molecular da como resultado una baja claridad óptica a pesar de la orientación. Los polímeros de bajo peso molecular son caracterizados por tener buena claridad óptica y procesado sin dificultad.

Para polímeros del mismo peso molecular, las propiedades ópticas, y el esfuerzo al impacto aumentan conforme la distribución del peso molecular es más uniforme, mientras que el encogimiento y procesabilidad decrecen.

## CRISTALINIDAD

Las propiedades del material están determinadas por su estructura molecular y sus propiedades extensivas y están controladas por el arreglo espacial de las moléculas. Los materiales policristalinos son los más comunes. En los polímeros, las propiedades del material dependen de las fases amorfa y cristalina que los componen y de la interacción entre ellas.

Cuando aumenta la cristalinidad de un polímero policristalino también aumenta la rigidez, densidad, esfuerzo a la cedencia, resistencia química, punto de fusión, temperatura de transición vítrea, resistencia a la abrasión, resistencia al arrastre y estabilidad dimensional y disminuye la resistencia al impacto, elongación, expansión térmica, permeabilidad y dilatación.

## PROPIEDADES TÉRMICAS

La naturaleza química de los polímeros determina su estabilidad a la temperatura, luz, agua y solventes. La estructura del polímero y el estado termodinámico determinan el punto de fusión  $T_m$ , la temperatura de transición vítrea  $T_g$ , y las propiedades mecánicas y eléctricas. Los polímeros más convenientes para fabricar películas por extrusión deben tener una  $T_g$  por debajo de  $0^\circ\text{C}$ , una  $T_m$  arriba de  $100^\circ\text{C}$  y una temperatura de descomposición mayor de  $50^\circ\text{C}$  sobre su  $T_m$ <sup>(3)</sup>.

## ADITIVOS

Los aditivos pueden ser orgánicos o inorgánicos. Éstos son usados para que incrementen la facilidad de procesado o para que impartan propiedades determinadas al material<sup>(19)</sup>. Los aditivos deben regular las propiedades del material para que éste sea manejable y no riesgoso a la salud tanto para trabajadores como consumidores.

Los aditivos pueden usarse en diferentes etapas del proceso del polímero. Por ejemplo, pueden usarse en la polimerización (aditivos catalíticos, iniciadores, modificadores, estabilizadores durante el proceso de polimerización), pueden modificar



propiedades para que sea más fácil procesarlos (lubricantes, agentes deslizantes, agentes para el soplado y otras formas), pueden proporcionar estabilidad (agente antioxidante, estabilizadores térmicos, estabilizador biológico y estabilizador de luz UV), y aditivos para el proceso final (agentes antiestáticos, colorantes, retardantes de flama, plastificantes).

#### SELECCIÓN DE LA PELÍCULA

La selección de una película se basa en propiedades como la resistencia mecánica (resistencia a la tensión, resistencia al impacto, resistencia a la rotura, resistencia al rasgado y la rigidez), propiedades de transmisión (permeabilidad a gases, vapores y olores), propiedades ópticas (claridad, brillo y turbiedad o nebulosidad) y funcionamiento (coeficiente de fricción, adherencia, calor de sellado, estabilidad dimensional y resistencia por pliegues o flexiones).

#### PROPIEDADES DE TENSIÓN.

El esfuerzo crítico de tensión es la máxima tensión por debajo de la cual un material puede sostener la máxima carga.

La elongación es la medida de la ductilidad de un material expresada como el porcentaje de cambio de la longitud original de la muestra entre las mordazas del equipo de prueba.

El módulo de Young o módulo de elasticidad es una medida de la rigidez intrínseca del material.

#### RESISTENCIA AL IMPACTO.

La resistencia al impacto es la energía requerida para perforar por impacto una película.

#### RIGIDEZ DE LA PELÍCULA.

La rigidez es la resistencia de una película al doblar, y depende fundamentalmente del espesor y la rigidez intrínseca del material; y puede ser medida directamente por el equipo de medición de rigidez Handle-o-Meter. La prueba consiste en medir la fuerza requerida para empujar una muestra de película dentro de una abertura.

#### RESISTENCIA AL RASGADO.

La resistencia al rasgado es una medida de la energía absorbida por la muestra durante la propagación de una rasgadura, iniciada por el corte de una pequeña perforación en la muestra. El método más común es el método Elmendorf.

#### PROPIEDADES DE BARRERA.

Las propiedades de barrera son algunas de las principales funciones de la película para empaque, ya que ésta deberá de servir como barrera para gases, vapores y olores.

#### NEBULOSIDAD.

La nebulosidad está definida por el porcentaje de luz transmitida, a través de una muestra, de un rayo de luz incidente, con una desviación máxima de 2.5° en promedio. La aparición de la nebulosidad es causada por la luz dispersa de las imperfecciones superficiales o inhomogeneidades de la película y éstas pueden ser causadas por vacíos, cristales sueltos, aditivos disueltos incompletamente o material entrecruzado.

#### BRILLO.

El brillo es la medida de la capacidad de una película de reflejar una luz incidente especularmente. Un alto brillo produce una imagen definida de cualquier fuente de luz. El

brillo se define como el porcentaje de luz incidente que es reflejado en un ángulo igual al ángulo de incidencia, usualmente de 45°.

#### COEFICIENTE DE FRICCIÓN.

El coeficiente de fricción es la medida de la facilidad con la cual una superficie de un material resbala sobre otro. Así las películas resbalan fácilmente sobre otras superficies que tengan un coeficiente de fricción bajo. El valor del coeficiente dinámico de fricción está afectado por la velocidad del movimiento de una superficie sobre la otra, la humedad, temperatura y la electricidad estática.

#### ADHERENCIA.

Una propiedad relativa a la fricción es la adherencia, la cual es la tendencia de dos capas adyacentes de película a estar unidas, particularmente cuando están bajo presión, como cuando las películas están sobrepuestas en hojas o en rollos. La adherencia está presente en películas con superficies lisas, las cuales tienen un contacto íntimo con exclusión de aire. Otros factores que aumentan la adherencia son las cargas electrostáticas, el tratamiento de superficies y las condiciones de almacenamiento. El grado de adherencia está determinado por la fuerza requerida para separar dos capas de un bloque de película, cuando la fuerza es aplicada perpendicularmente a la superficie de la película.

#### CAPACIDAD PARA EL SELLADO POR CALOR.

La capacidad para el sellado por calor de un empaque de película y todo el sello es de gran importancia en la envoltura. El calor de sellado de una película tiene que ser considerado en relación a la presión disponible, tiempo de sellado, temperatura, configuración del sello y el tipo de transferencia de calor de las barras selladoras.

El sello de empaques puede ser hecho por diferentes métodos, pero todos los sellos térmicos consisten en presionar dos películas por medio de dos piezas metálicas

calientes en un tiempo dado y bajo cierta presión. La resistencia del sello está determinada por la fuerza requerida para separar las piezas.

#### ESTABILIDAD DIMENSIONAL.

La estabilidad dimensional es deseable en algunos procesos sobre películas y particularmente en la impresión. Hasta los pequeños cambios en las dimensiones de la película pueden conducir a serios problemas de agarre durante la impresión. Una pequeña reducción en las dimensiones de la envoltura puede ser suficiente para que ésta se rompa o aplaste. Los cambios dimensionales pueden ser provocados por variación en la temperatura o humedad. La estabilidad dimensional es una prueba que consiste en hacer cortes transversales a una película, variando condiciones determinadas. Las condiciones de prueba deberán ser iguales a las condiciones de uso. Sin embargo, se pueden realizar bajo condiciones arbitrarias para conocer el comportamiento de la película.

#### RESISTENCIA AL DOBLEZ.

Una película debe resistir repetidamente dobleces o pliegues. Algunas películas son altamente resistentes, ya que las fallas ocurren poco en los dobleces. La resistencia a la flexión se mide por repetidos dobleces de la película. El número de ciclos previos a la aparición de fallas, es conocido como la resistencia al doblez.

#### EFFECTOS LUMINOSOS.

Una prolongada exposición a la luz puede tener efectos que deterioren a la película, por ejemplo: brillo, pérdida de claridad, cambios en el color e imperfecciones en la superficie. La luz puede catalizar la oxidación. Una película expuesta a la luz solar tiene que contener estabilizadores como absorbentes de luz ultravioleta.

## RESISTENCIA QUÍMICA.

Una prueba para la resistencia química es sumergir una muestra de la película en diferentes reactivos químicos, usualmente bajo condiciones específicas. Puede haber algún cambio en la apariencia o en alguna de sus propiedades mecánicas como la tensión.

## 2.3.- ORIENTACIÓN MOLECULAR EN LAS PELÍCULAS.

### ORIENTACIÓN UNIAXIAL.

La orientación uniaxial aumenta las propiedades físicas de hojas y películas en una sola dirección, mientras que las propiedades en dirección perpendicular resultan inferiores. Las propiedades finales de la película están gobernadas por la temperatura de orientación y esta temperatura depende de cada material. Los polímeros semicristalinos son orientados a una temperatura determinada entre la temperatura de transición vítrea y la temperatura de fusión. Otros polímeros amorfos son orientados cerca de su temperatura de transición vítrea. En general un polímero es orientado por un rápido estiramiento en los intervalos de temperatura descritos, seguido de un enfriamiento rápido.

El grado de orientación está determinado por la velocidad de la extensión que es la rapidez con la que la película es estirada y el grado de extensión que es el rango en el que se estire la película. La orientación es una operación continua y tiene lugar en la dirección del movimiento de la película. Usualmente las hojas y películas, son transportadas por rodillos calientes que permiten que la hoja alcance una temperatura uniforme a la cual las moléculas del polímero presenten suficiente movilidad. Las películas orientadas uniaxialmente son obtenidas por extrusión.

## ORIENTACIÓN BIAIXIAL.

La orientación biaxial mejora substancialmente las propiedades físicas de la película en las direcciones axial y transversal, con un incremento en su valor comercial. Las películas orientadas biaxialmente son producidas por el estiramiento del polímero durante el estado fundido en dirección al flujo de la máquina y perpendicular a éste. El mejoramiento de las propiedades sobre aquellas de las películas de orientación uniaxial se debe a la redistribución de las cadenas poliméricas sobre dos ejes, logrando así un realce de las propiedades físicas en ambas direcciones. Los procesos de obtención de películas orientadas biaxialmente son doble burbuja y película tubular soplada<sup>(3)</sup>. En el proceso de película tubular soplada el polímero es orientado en el estado fundido y seguido de un enfriamiento rápido para fijar la orientación.

La determinación de la orientación cristalina requiere técnicas analíticas avanzadas como el caso de rayos X o espectroscopia.

## 2.4.- PROCESOS DE MANUFACTURA.

### PROCESO DE EXTRUSIÓN.

La operación o procedimiento de extrusión es la acción de forzar, por medio de presión, a pasar un plástico o material fundido a través de un dado o boquilla. El proceso usa tornillos o husillos para hacer fluir el polímero en el estado fundido a lo largo de la camisa de la máquina. El tipo de extrusor más común es el de tornillo simple, (Fig. 2.1.) También se usan los extrusores de doble tornillo para mezclar y obtener una dispersión mejor de los componentes. El aparato está constituido principalmente por un tornillo de Arquímedes que se ajusta con precisión dentro de la camisa cilíndrica, apenas con el espacio suficiente para girar. El polímero sólido se alimenta en un extremo y en el otro sale el material sometido a extrusión ya formado. Dentro de la máquina el polímero se funde y homogeneiza.

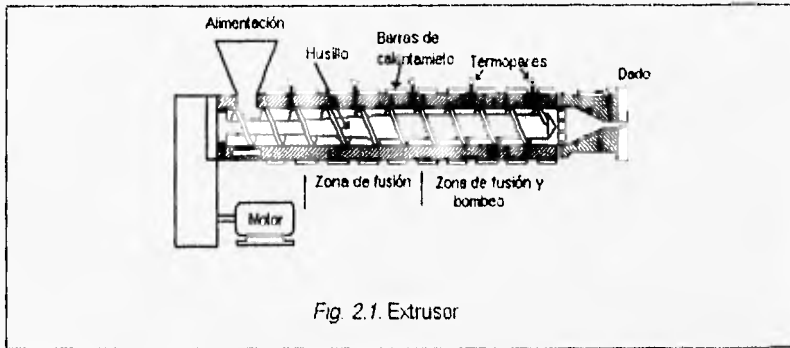


Fig. 2.1. Extrusor

**PROCESO DE PELÍCULA COEXTRUIDA.**

La coextrusión es la extrusión simultánea de más de un tipo de polímero para obtener un producto laminado. Esto requiere un extrusor separado para cada polímero. El producto se forma de capas múltiples en un dado especial donde se unen los materiales (Fig. 2.2.) Esta técnica permite obtener productos con propiedades diferentes en cada lado, por lo común, en el interior y en el exterior. Así, una capa interna puede ofrecer impermeabilidad, en tanto que las capas externas, proporcionarían una resistencia mayor a la abrasión. Por lo común, es necesario usar capas ligantes que mantengan juntas las capas funcionales. Así, el emparedado tendría realmente cinco capas: externa - ligante - central - ligante - externa.

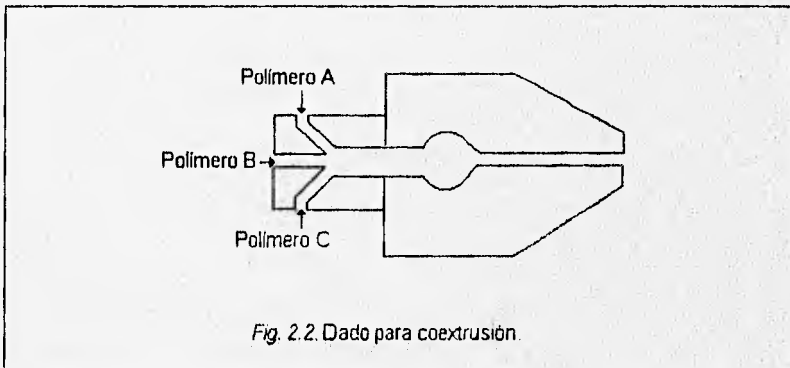


Fig. 2.2. Dado para coextrusión.

La razón por la cual no se mezclan las corrientes de polímero cuando se juntan en el dado es debido a que las condiciones de flujo laminar prevalecen sobre las de turbulencia que conducirían a su mezcla<sup>(5)</sup>. El alto valor del término viscoso sobre los términos inerciales es el factor principal que produce un valor bajo para el número de Reynolds, Re.

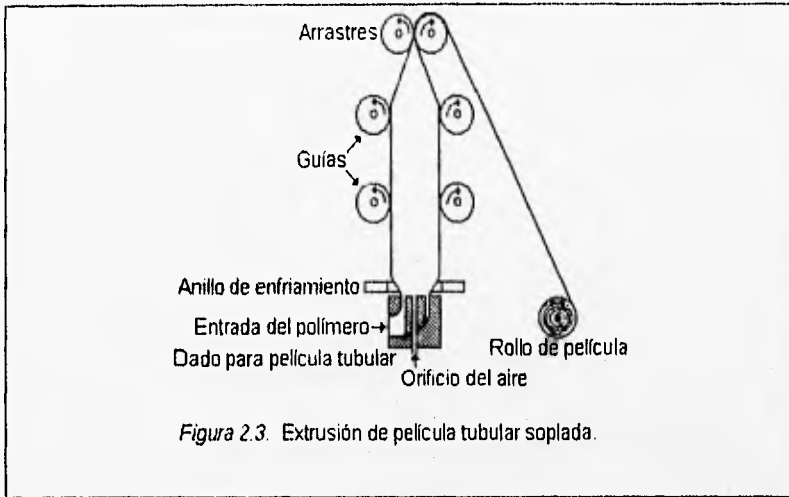
$$Re = \frac{\text{densidad} \times \text{velocidad} \times \text{dimensiones del canal}}{\text{viscosidad}}$$

#### PROCESO DE EXTRUSIÓN DE PELÍCULA TUBULAR SOPLADA.

La diferencia de éste proceso con la extrusión de láminas es que el producto laminado fundido es extrudido por un dado anular, el cual es simultáneamente empujado por aire dentro del tubo formando una burbuja<sup>(4)</sup> (Fig. 2.3.). Esta tecnología permite obtener una película orientada biaxialmente (en la dirección del flujo de la máquina y en el sentido radial)

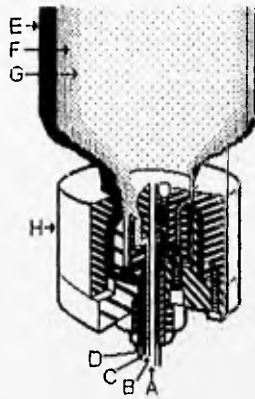
Existen actualmente sistemas de regulación de burbuja sin contacto, que exploran la burbuja con ultrasonido y regulan el diámetro de la burbuja en combinación con el enfriamiento y el calibrado de la película<sup>(12)</sup>. La meta que se busca en la producción de películas es tener propiedades equilibradas en la película. Para cualquier tipo de material y dimensiones se deben optimizar las condiciones del procedimiento de tal modo que se pueda aprovechar plenamente la materia prima.





**PROCESO DE COEXTRUSIÓN DE PELÍCULA TUBULAR SOPLADA.**

Este procedimiento es el resultado de la combinación de la coextrusión con la fabricación de película tubular soplada (Figura 2.4.). Mediante este mecanismo de fabricación de película se obtiene un producto de propiedades mecánicas equilibradas debido a la orientación biaxial, además se tienen propiedades distintas en cada cara de la película con lo que el campo de aplicación para este material es amplio.



- |                       |               |
|-----------------------|---------------|
| A. Entrada de aire    | E. Polímero 3 |
| B. Entrada polímero 1 | F. Polímero 2 |
| C. Entrada polímero 2 | G. Polímero 1 |
| D. Entrada polímero 3 | H. Dado       |

Figura 2.4. Corte del proceso para la obtención de película tricapa tubular solidada.

## 2.5.- TRATAMIENTOS FINALES SOBRE LA PELÍCULA.

### TRATAMIENTO DE DESCARGAS CORONA.

El polietileno (PE) es uno de los materiales sintéticos más utilizados. En muchas de sus aplicaciones comerciales se requiere de impresiones o aplicación de pinturas. Sin embargo la superficie del PE se caracteriza porque su adhesividad y capacidad de impresión son bajas. Existen actualmente diversos métodos para proporcionar una mayor capacidad de impresión en la superficie del PE. Entre esos existe un método

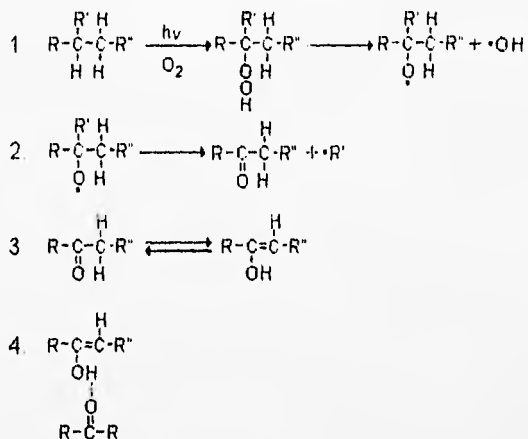
fotoquímico con modificación química o comúnmente nombrado tratamiento corona. Éste es un proceso rápido, fácil y de gran aplicación en la industria de películas de PE.

El tratamiento de descargas corona es ampliamente usado pero hay poca información disponible acerca del mecanismo por el cual se promueve la adhesión de tintas. Éste consiste en una exposición de la película a descargas eléctricas que se efectúan en presencia de aire y a presión atmosférica. El PE tratado sufre una oxidación superficial mediante la cual se introducen algunas insaturaciones. El resultado de este tratamiento es un incremento en la energía superficial y capacidad de mojado por adhesivos polares, como resinas epoxi<sup>(6)</sup>. Los lugares con mayor rugosidad de la superficie son debidos a la degradación no uniforme.

Las películas con tratamiento corona muestran valores mayores de fuerza de unión que películas no tratadas bajo las mismas condiciones de temperatura, tiempo y presión de sellado<sup>(7, 11)</sup>. El aumento de la fuerza de unión con PE tratado con descargas corona se atribuye al incremento de la rugosidad superficial y al incremento de la adhesión intrínseca incluso con superficies polares.

El principal mecanismo propuesto es el siguiente<sup>(8)</sup>: el tratamiento corona forma grupos cetónicos en la cadena del polietileno. Esos grupos se enolizan y los hidrógenos enólicos se unen con grupos carbonilos de películas adyacentes, cuando éstas son unidas con calor y bajo presión.

En la ecuación 1, el átomo de carbón terciario de la molécula de PE es atacado por sustracción de hidrógeno y forma un hidroperóxido. El hidroperóxido se descompone en un radical alcoxi. Siendo inestable el radical alcoxi éste tiende a sufrir un rompimiento en la cadena (ecuación 2), para formar una cetona y un radical libre. La ecuación 3, muestra la tautomerización de la cetona a la forma enólica. El hidrógeno ácido débil de la forma enólica puede entonces unirse a un grupo carbonilo de una superficie adyacente, como se muestra en la ecuación 4. Aunque hay numerosos caminos para formar grupos cetónicos en la oxidación corona de PE, éste mecanismo es bastante común.



En un equipo comercial de tratamiento corona la película se pasa sobre un mecanismo enfriado con agua; el cual consiste en un rollo metálico (que es la tierra), arriba del cual hay un electrodo en barra con el ancho necesario para abarcar la película. El espacio entre el electrodo y la película es pequeño (entre 1mm y 3mm), y la velocidad de la película puede variar alrededor de 1.5 m/s. El suministro de energía se puede ajustar desde 10Hz a 10 kHz, 600 - 50,000 v, 0.5 A.

La técnica más usada en la industria para medir la efectividad del tratamiento con descargas corona es la prueba de tensión mojada bajo la norma ASTM D2578<sup>(11)</sup>. Ésta consiste en comparar la tensión superficial mediante la mezcla de diferentes líquidos polares aplicados sobre las superficies de películas con tratamiento y sin tratamiento corona.

## 2.6.- PROCESO DE EMPACADO.

### MÁQUINAS DE FABRICACIÓN ININTERRUMPIDA DE EMPAQUES<sup>(2)</sup>.

En este proceso los empaques son formados, llenados y sellados en la misma máquina. Para formar los empaques el material envolvente o película que proviene de una bobina pasa a través de una montura (hombros) que da forma para que pase alrededor de un tubo metálico vertical. El empaque tiene tres sellos, uno vertical que da forma de tubo al empaque y dos horizontales que son los que lo cierran. El producto es suministrado independientemente a través del tubo metálico; se usa una medida de peso o volumen del producto para suministrarlo al paquete formado. La Fig. 2.5 muestra una máquina de fabricación ininterrumpida de empaques.

El sello vertical del empaque se realiza por medio de una barra selladora que está montada en el tubo proporcionando una forma cilíndrica al empaque. Un par de mordazas están montadas horizontalmente. Las mordazas son dos pares de barras selladoras calentadas con un impulso de corriente eléctrica que presionan las películas y generan los sellos horizontales. El ciclo del proceso de sellado es el siguiente: (1) Las mordazas primero cierran la parte inferior y dan origen a la base del empaque, posteriormente se suministra la cantidad predeterminada de peso o volumen de producto. (2) Las mordazas cerradas descienden y con ellas también el paquete formado. (3) Estando abajo las mordaza abren y (4) regresan al punto original, en donde se hace el sello superior del paquete y el sello inferior del siguiente empaque. Una navaja corta y separa los empaques llenos y el ciclo se repite nuevamente. Se usan selladores de impulso para los sellos transversales, y así el ciclo de calentamiento y enfriamiento se completa durante el movimiento de descenso. Normalmente las barras selladoras son cubiertas con teflón para prevenir que la película se pegue en la superficie caliente.

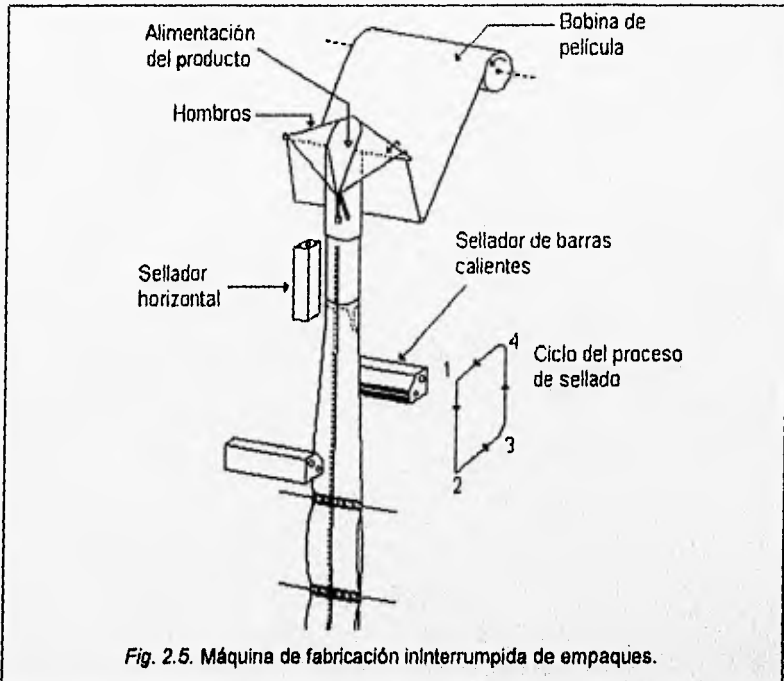


Fig. 2.5. Máquina de fabricación ininterrumpida de empaques.

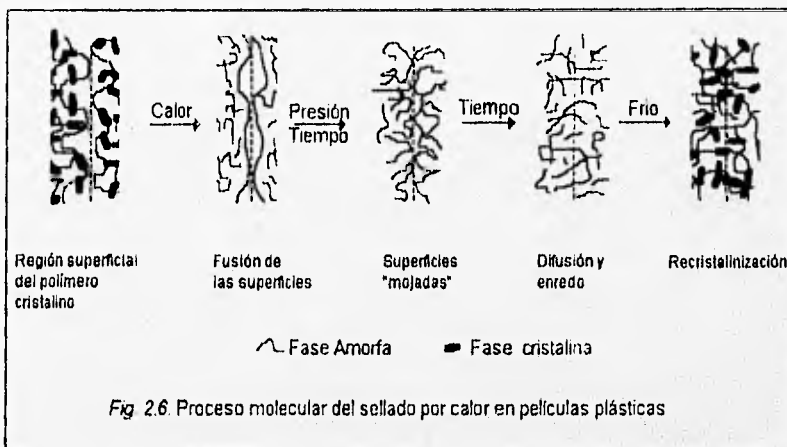
Las propiedades requeridas de la película son: resistencia a la tensión, flexibilidad y facilidad de deslizamiento. La resistencia a la tensión y a la flexión tienen que ser altas porque la película es jalada alrededor del tubo formado con ángulos agudos. Es esencial un buen deslizamiento de la película para asegurar un paso suave de ésta sobre la forma metálica del equipo.

#### SELLADO TÉRMICO EN PELÍCULAS PLÁSTICAS.

Existen diferentes tipos de selladores por calor en películas plásticas, como el de mordazas, rotatorio, por impulso, con cuchillo caliente, etcétera. El procedimiento en estas técnicas es que dos películas son presionadas entre planchas, barras o dados calientes para lograr la fusión de las superficies de las películas opuestas. A nivel

comercial es necesario que el tiempo en que presionan las barras o tiempo de sellado sea corto.

El proceso molecular postulado<sup>(10)</sup> de cómo ocurre el proceso de sellado en películas monocapa se ilustra en la Fig. 2.6.



Primeramente las superficies de la películas están en contacto por fuerzas de Van der Waals. Cuando el calor comienza a ser aplicado empieza una fusión del polímero cristalino. Posteriormente una pequeña presión produce un incremento de contacto molecular o mojado de las superficies (en un proceso comercial de sellado de películas plásticas por calor este proceso es del orden de segundos o menos<sup>(10)</sup>). Se proporciona suficiente tiempo para que los segmentos de la cadena del polímero de lados opuestos de la Interface puedan difundirse a través ésta y crear un entrelazamiento molecular entre las moléculas del polímero en la zona interfacial. Por último enfría la película y se recristaliza dando origen a la unión del sellado por calor.

La zona interfacial fusionada es necesaria para que dos películas estén en contacto por fuerzas Van der Waals, y para que se originen fuertes uniones en los sellos

se requiere que segmentos de las cadenas limitantes de lados opuestos se difundan a una distancia de  $100 \text{ \AA}$  y se enreden en la zona interfacial.

Para películas tricapa de poliolefinas como PE-EVA-PE el proceso molecular desarrollado durante el sellado por calor es fundamentalmente el mismo, debido a la compatibilidad parcial de las moléculas que inducirá la migración de éstas de la capa central hacia la región del sello.



## CAPÍTULO III

### 3.1.- Caso Específico.

El empaque usado en este trabajo es un paquete de detergente de tipo comercial. El producto empacado que se manejó fue detergente en polvo de la compañía Procter & Gamble y su nombre comercial es Ariel, la presentación empleada fue de 1kg. El empaque es fabricado con película flexible y tiene tres sellos.

La película flexible en estudio es obtenida por un proceso de coextrusión de película tubular soplada, como se mostró en la sección 2.3. Los polímeros que la componen son polietileno (PE) Fig. 3.1 y polietilén vinil acetato (EVA) Fig. 3.2. Estos dos polímeros forman una clase importante de polímeros termoplásticos. El PE y EVA son usados en la industria de fabricación de películas y empaques debido a sus propiedades. En una película coextruida las propiedades intrínsecas de los materiales que la componen no se modifican. El PE posee excelente resistencia química, alta capacidad de deslizamiento debido a su bajo coeficiente de fricción, estabilidad dimensional a los cambios ambientales, como humedad, buena capacidad de sellado por calor y puede obtenerse una buena impresión en la superficie de PE después de un tratamiento corona. Por su parte el EVA posee una baja temperatura de sellado, gran elasticidad, alta resistencia al impacto y alta flexibilidad<sup>(2)</sup>.

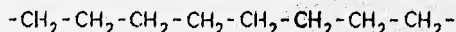


Fig. 3.1 Estructura molecular del Polietileno

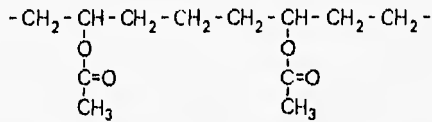


Fig. 3.2 Estructura molecular del Polietileno Vinil Acetato

La película en estudio es multicapa de tres estratos distribuidos de la siguiente forma: PE - EVA - PE. (Fig. 3.3.) La película tricapa no requiere de capas ligantes entre las capas de polímero debido a la alta compatibilidad molecular existente entre el PE y EVA. De hecho el EVA es utilizado como adhesivo entre capas de distintos polímeros<sup>(2)</sup>.



Fig. 3.3 Distribución de las capas de PE y EVA.

El EVA tiene las siguientes desventajas: la capacidad de deslizamiento es muy baja (el coeficiente de fricción es alto) y tiene una adhesión muy alta a PE y a sí misma, lo que la hace difícil separar cuando se encuentra en rollos<sup>(2)</sup>; pero al encontrarse en la capa intermedia las desventajas no tienen efecto alguno, sino al contrario, proporciona mayor adherencia entre las capas de la película.

En el proceso se agregan los siguientes aditivos: deslizando que aumenta la facilidad de deslizado y antiadherente que evita la adhesión de la película cuando es almacenada en rollos. Se agrega una carga de dióxido de titanio como colorante blanco, para obtener un fondo de impresión<sup>(21)</sup>.

La película en forma cilíndrica es sometida a un tratamiento de descargas tipo corona en cuanto sale del extrusor e inmediatamente es cortada a lo largo en dos láminas.

Posteriormente se somete a la impresión de logotipos promocionales e información relacionada con el producto. Por último la película es embobinada en rollos de aproximadamente 300m. La película tiene un calibre nominal de 50 $\mu$ m, con un ancho de 0.46m. La película y los empaques fabricados son almacenados en bodegas bajo condiciones ambientales.

El proceso de fabricación de los empaques es un proceso automatizado con un sellador por impulsos térmicos descrito en la sección 2.6. El equipo consta de control automatizado de temperatura, presión de las barras y del tiempo de sellado y de la tensión de la película. El tubo dosificador del producto y las barras selladoras son de acero inoxidable. Las barras selladoras están recubiertas con teflón para evitar que la película se adhiera a las barras durante el proceso.

El empaque trabajado *Fig. 3.4.* consta de tres sellos, uno vertical y dos horizontales, uno superior y otro inferior. El sello vertical se forma con las caras externa e interna de la película. Éste tiene un ancho promedio de 6mm y un espesor promedio de 0.105mm. Los sellos horizontales se hacen con las caras internas de la película. Tienen un ancho promedio de 3mm y un espesor promedio de 0.11mm. Se pueden definir seis áreas en el empaque: cara frontal, cara posterior, parte superior, parte inferior, lado derecho y lado izquierdo. La cara posterior es en la que se encuentra el sello vertical y la cara frontal será la opuesta a ésta y es donde está la presentación del producto. A partir de la cara frontal se definen el lado izquierdo y derecho y la parte superior e inferior.

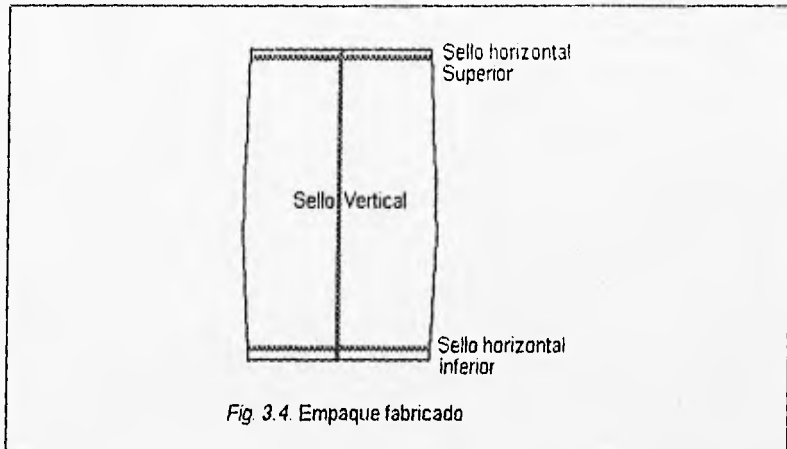


Fig. 3.4. Empaque fabricado

### 3.2.- Tipificación de Fallas en Películas y Sellos.

#### RASGADO

Una de las fallas en la película es el rasgado de ésta durante el manejo del empaque desde su fabricación hasta el área de consumo.

#### DEFICIENCIAS DEL SELLO

En el empaque una de las fallas es la deficiencia de los sellos en películas tricapa de PE-EVA-PE.

Otras de las fallas del empaque son la deformación de la película y el rompimiento de la película en el área del sello.

### 3.3.- Análisis del Origen de las Fallas en Películas y Sellos.

Una película ideal para la fabricación de empaques es aquella que es tan delgada que soporte el peso que contendrá y que no sea tan gruesa que desperdicie material.

Las películas de bajo espesor se pueden rasgar por el peso del producto que está soportando, por una mala orientación molecular de la película, por una proporción inadecuada de PE y EVA en las capas, que no brinden las propiedades deseadas, o por la calidad de la materia prima. Parte del presente trabajo es proponer y realizar pruebas mecánicas de tensión y rasgado que simulen las condiciones reales de manejo del empaque, para determinar la calidad y eficiencia de la película y del empaque.

Un sello horizontal ideal para el empaque de un producto comercial es aquel que se puede abrir con facilidad sin que se rasgue la película. El sello vertical ideal para el empaque será aquel que soporte el peso contenido y el manejo de éste sin que se abra. Una de las razones principales de las fallas del sello en el empaque son la falta de control sobre las variables de proceso de sellado: temperatura, tiempo y presión de sellado y fallas debidas al equipo. Es importante analizar las condiciones de sellado así como del mecanismo con el que se efectúa éste, para poder distinguir las diversas clases de fallas:

- **La deformación del empaque en el área del sello** es debida a una alta presión en las mordazas, una alta temperatura en las barras selladoras o una combinación de ambas.
- **El rompimiento de la película en el área del sello** es debida a las causas expuestas en la deformación del empaque pero bajo condiciones más severas.
- **El sello deficiente** se refiere específicamente a un sello mal logrado debido a la baja temperatura, baja presión o tiempo insuficiente de sellado.

El mejoramiento de la calidad del sello para empaques de una película dada se basa en la determinación de las condiciones óptimas de sellado. Por esto es necesario conocer las temperaturas de transición vítrea y de fusión de la película.

#### **3.4.- Determinación de la Frecuencia de Fallas en Películas y Sellos.**

La frecuencia de fallas se determina mediante un muestreo, el cual tiene por objetivo encontrar la magnitud y comportamiento estadístico de los errores del empaque en el lugar de consumo.

Se efectuó un muestreo sistemático, seleccionando y analizando visual y manualmente uno de cada diez empaques en un mostrador comercial, hasta completar una muestra representativa de diez productos empacados. Este procedimiento se realizó en diez supermercados, obteniendo una población de cien paquetes analizados. Así que la muestra de la población total fue de cien empaques para la frecuencia de fallas; además en el transcurso de esta estadística se tomó un empaque en cada centro comercial con la finalidad de obtener una población menor, en la que se pudiese realizar sobre cada uno de ellos las pruebas mecánicas correspondientes.

Los errores que se buscaron en esta frecuencia de fallas fueron los siguientes:

- ◆ Rasgado de la película.
- ◆ Falla del sello horizontal superior (deformación, rompimiento o deficiente).
- ◆ Falla del sello horizontal inferior (deformación, rompimiento o deficiente).
- ◆ Falla del sello vertical (deformación, rompimiento o deficiente).

## CAPÍTULO IV

### 4.1.- Desarrollo Experimental

Se han publicado diversos artículos relacionados<sup>(3, 15, 16, 22)</sup> con la investigación de propiedades y realización de ensayos en películas. Todos estos se basan en distintas pruebas que dependen de las propiedades que se deseen medir bajo condiciones particulares. Las pruebas más utilizadas en la industria de las películas se muestran en la tabla 4.1.

PROPIEDAD	PRUEBA	NORMA ASTM
Resistencia Mecánica	Resistencia a la tensión	D882
	Resistencia al impacto	D3420
	Resistencia a la rotura	D4272
	Resistencia al rasgado	D1004 / D1922
	Resistencia a la rigidez	D2923
Barrera	Pemeabilidad a gases	D1434
	Pemeabilidad a vapor de agua	D3985
	Pemeabilidad a oxígeno	F372 / F1249
Ópticas	Claridad	D1746 / E1478
	Brillo	D2457
	Nebulosidad	D1003
Funcionamiento	Coefficiente de fricción	D1894
	Adherencia	D1893
	Calor de sellado	C906
	Estabilidad dimensional	D1204
	Resistencia a Pliegues y flexiones	D2923
	Resistencia química	D543
	Tensión superficial	D2578

Tabla 4.1. Pruebas para la selección de una película<sup>(3)</sup>.

Una prueba adicional para películas de empaque es la prueba de masa / unidad de área reportada en la norma ASTM D4321. La masa por unidad de área es un factor que indica cuánto material se gasta por empaque.

Estas pruebas son las necesarias para la caracterización total de una película, como lo tiene que hacer un fabricante de películas para conocer su producto. En nuestro caso, la película se usa para la fabricación automatizada de empaques de detergentes; por lo tanto, no es necesario realizar todas las pruebas. Las pruebas necesarias para evaluar las propiedades físicas principales de una película<sup>(15, 16, 22)</sup> son las tensión ASTM D882 y el rasgado Elmendorf ASTM 1922.

### CRITERIOS DE SELECCIÓN DE LAS PRUEBAS

La selección de las pruebas pertinentes se basa en las condiciones a las cuales se somete la película durante un proceso automatizado de empaque, condiciones de almacenamiento, transportación y consumo; así como los requerimientos mercadotécnicos.

Tomando en cuenta las condiciones del empaque hasta el lugar de consumo, requerimos de una película ideal, definida en la sección 3.3. No es importante la permeabilidad a vapores, olores u oxígeno. Se requiere de un brillo adecuado para lograr un alto impacto en el mercado. No importa la nebulosidad o claridad de la película. Es necesario un sello del empaque lo suficientemente fuerte para evitar derrames desde el proceso de fabricación hasta su consumo y no tan fuerte que al intentar abrirlo, la película se rasgue.

Para el buen funcionamiento en el proceso de empaquetado, se necesita una buena resistencia a la tensión, flexibilidad y facilidad de deslizamiento.

Analizando las condiciones expuestas y las características fundamentales de la película con las pruebas propuestas en la tabla 4.1, podremos seleccionar las pruebas que tienen efecto sobre las propiedades que deseamos.



Las pruebas de resistencia de la película nos reportan propiedades de la capacidad y durabilidad mecánica de ésta, por lo tanto, si deseamos una película que resista la serie de esfuerzos a los cuales se somete desde la fabricación del empaque hasta el lugar de consumo, necesitamos la prueba de tensión ASTM D882 y de rasgado ASTM D1922. La propiedad del rasgado también puede ser determinada de acuerdo a la norma ASTM D1004. Esta norma será usada para medir la iniciación del rasgado con un equipo de pruebas mecánicas universal. Las resistencias al impacto (ASTM D3420) y a la rotura (ASTM D4272) no tienen la importancia necesaria debido a que la resistencia al impacto mide la resistencia a la penetración o perforación por medio de un péndulo y en la práctica la película y el empaque no se someten a esta condición. La resistencia a la rotura tiene el mismo principio pero la prueba se efectúa con un dardo.

Como se mencionó en la sección 2.1 las películas se dividen en flexibles y rígidas. La prueba de rigidez ASTM D2923 se utiliza para películas o láminas que tengan cierta firmeza y sirve para medir el grado o capacidad de doblez. La película que estamos manejando es una película totalmente flexible por lo que no requerimos algún tipo de prueba que mida esta propiedad.

Con respecto a las pruebas para medir las propiedades de barrera se pueden descartar inmediatamente debido a que el producto contenido en el empaque no se ve afectado por condiciones de difusión de gases o vapores, además que la composición de la película no se ve afectada por vapor de agua y tiene buena resistencia química a gases. Por lo tanto, no es necesario realizar estas pruebas.

Las propiedades ópticas como claridad y nebulosidad son necesarias para empaques transparentes en los cuales el producto debe estar a la vista del consumidor, en esas aplicaciones las pruebas correspondientes son básicas. Pero en nuestro caso, como se mencionó en la sección 3.1, la película tiene una carga de dióxido de titanio, que es un colorante inorgánico blanco, por lo que la película no tiene transparencia. La única propiedad que interesa en el paquete es el brillo y éste es una característica esencial para la mercadotecnia, pero no de nuestro interés, ya que el brillo no afecta a las propiedades mecánicas o de funcionamiento del sello. Esta es la razón por la cual

se descarta la realización de las pruebas para propiedades ópticas. Otra propiedad importante relacionada con la mercadotecnia es la capacidad de impresión sobre la superficie de PE. La capacidad de adhesión de tintas sobre la superficie de película de PE, como se mencionó en la sección 2.5, se debe al tratamiento con descargas corona. Este tratamiento afecta de manera directa a la autoadhesión de PE. La prueba para medir la efectividad del tratamiento corona más aceptada en la industria es la prueba de tensión mojada en películas de PE y PP con norma ASTM D2578. El tratamiento de películas con descargas corona es un tema polémico en la industria del empaque ya que éste aumenta la energía de la superficie, dando con eso mejor capacidad de impresión y mayor autoadhesión, pero también se le atribuyen muchos de los problemas con el sellado, debido sobre todo a los aditivos presentes.

El sello del empaque es la parte más importante del paquete, ya que gracias a él se puede formar la bolsa que contendrá el producto. La prueba de peladura con norma ASTM C906 es la más utilizada para medir la fuerza del sello. La fuerza del sello depende de diversos factores como: temperatura de las barras selladoras, presión y tiempo de sellado. Como se mencionó en la sección 2.6 el proceso de sellado se efectúa en la fase fundida, por lo que será necesario realizar pruebas de calorimetría diferencial de barrido para determinar temperaturas de transición vítrea y temperaturas de fusión.

Las pruebas que se realizarán a la película para su caracterización y análisis de su comportamiento mecánico y funcionamiento se encuentran en la tabla 4.2.

Prueba	norma ASTM
Resistencia a la tensión y elasticidad.	D882
Resistencia al rasgado	D1004
Prueba de peladura en T	C906
Tensión superficial	D2578
Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	

Tabla 4.2 Pruebas para la caracterización y determinación de la eficiencia de la película y del empaque.

#### 4.2.- Metodología para las Películas.

De acuerdo a las pruebas que se seleccionaron, se describirá el fundamento de cada una, los equipos, las técnicas y los materiales utilizados.

##### PROPIEDADES MECÁNICAS

Las pruebas mecánicas para evaluar la película son la resistencia a la tensión, la resistencia al rasgado, la elongación y la resistencia a la rotura. Estas propiedades son determinadas en una equipo de pruebas universal, INSTRON modelo 1125. El equipo cuenta con un sistema de transmisión que permite mover un cabezal a una velocidad constante. En éste se pueden colocar distintos aditamentos para poder realizar ensayos mecánicos de tensión, flexión, compresión, rasgado, etc. La máquina cuenta con celdas intercambiables de diferentes capacidades que detectan la fuerza que se aplica al material y un sistema de adquisición y procesamiento de datos.

##### PROPIEDADES DE TENSIÓN<sup>(17)</sup>

La prueba de tensión con norma ASTM D882 determina el por ciento de deformación a la cedencia, esfuerzo a la cedencia, por ciento de deformación a la ruptura, esfuerzo a la ruptura, módulo elástico, etcétera, de películas plásticas con espesores menores a 1.0mm. La norma presenta dos tipos de métodos que pueden ser usados. El método A emplea una máquina como la INSTRON y el método B hace uso de un péndulo. El método A es el más usado. Los resultados de esta prueba generan valores para la identificación y caracterización del material probado. La geometría de las probetas o muestras de la película para las pruebas de tensión, *Fig. 4.1.a*, son de 100mm de largo por 25.4mm de ancho por el espesor de la película. Para la determinación del módulo de elasticidad los especímenes usados deberán tener las dimensiones de la *Fig. 4.1.b*; el ancho será el mismo de las muestras anteriores y el largo de 250mm, esto con el fin de minimizar el efecto que tiene la película de soltarse de las mordazas que sostienen a la muestra durante la ejecución de la prueba.

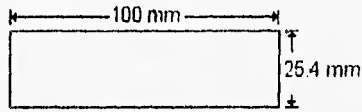


Fig. 4.1.a. Probeta para pruebas de tensión, norma ASTM D882.

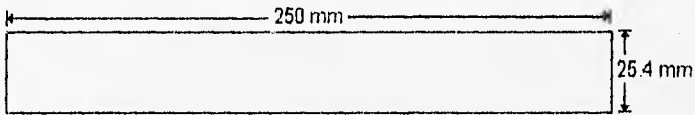


Fig. 4.1.b. Probeta para pruebas de módulo de elasticidad, norma ASTM D882.

Estas muestras serán cortadas con un cortador para papel, evitando hacer muescas o rasgados en la película. Las muestras son cortadas en dirección axial y transversal al flujo con el que fueron fabricadas. El espesor de la película se medirá con un micrómetro. El número de probetas requeridas por la norma es de cinco. Los rompimientos en la zona de las mordazas se considerarán como aceptables si el resultado obtenido muestra concordancia con los resultados obtenidos de los rompimientos en el área de rompimiento normal. El procedimiento para la prueba es el siguiente: La velocidad de separación de las mordazas A se expresa por la ecuación 4.1.

Ec. 4.1. Determinación de la velocidad de separación de mordazas  $A = BC$

En donde: A es la velocidad de separación, mm/min.  
 B es la distancia inicial entre las mordazas, mm y  
 C es la rapidez de deformación inicial, mm/mm-min

La rapidez de deformación inicial para el método A se calcula a partir de la tabla

4.3

Por ciento de Elongación	"C" Rapidez de deformación inicial mm/mm·min
menos de 20	0.1
de 20 a 100	0.5
más 100	10.0

Tabla 4.3<sup>(1)</sup>. Rapidez de deformación inicial.

Una vez seleccionada la velocidad de separación de las mordazas, se mide el espesor y ancho de la probeta y se coloca entre las mordazas de la máquina.

El equipo genera un reporte con los valores de los siguientes parámetros mecánicos.

Deformación a la cedencia %	Esfuerzo a la cedencia (MPa)	Deformación a la ruptura %	Esfuerzo a la ruptura (MPa)	Módulo elástico (MPa)
--------------------------------	---------------------------------	-------------------------------	--------------------------------	--------------------------

Los valores reportados por el "software" se basan en las siguientes fórmulas:

$$\text{Ec. 4.2. Esfuerzo} \quad \sigma = F / A$$

En donde:

$\sigma$  es el esfuerzo [MPa],

F es la fuerza registrada durante la prueba y

A es el área transversal del espécimen.

$$\text{Ec. 4.3 \% Deformación} \quad e = (l - l_0) * 100 / l_0$$

En donde:

e es el por ciento de deformación [mm/mm],

l es la distancia final entre las mordazas y

$l_0$  es la distancia inicial entre las mordazas.

### Módulo de Elasticidad

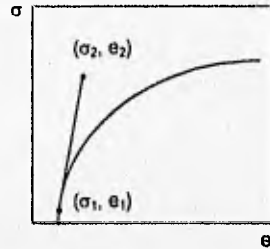
El módulo de elasticidad se obtiene de la pendiente inicial de la gráfica del esfuerzo vs la deformación:

$$\text{Ec. 4.4} \quad m = \Delta y / \Delta x = (\sigma_2 - \sigma_1) / (e_2 - e_1)$$

En donde:

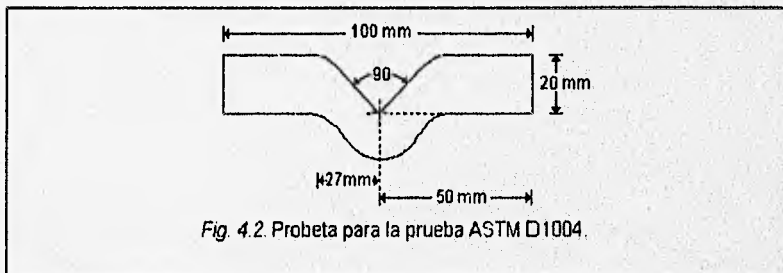
$m$  es el módulo elástico [MPa]

$e_1$  y  $e_2$  son las deformaciones en los puntos uno y dos y  $\sigma_1$  y  $\sigma_2$  son los esfuerzos en los puntos uno y dos.



### RESISTENCIA AL RASGADO<sup>(17)</sup>

La prueba de la resistencia al rasgado bajo la norma ASTM D1004, está diseñada para medir la fuerza inicial del rasgado de películas flexibles a baja velocidad de cabezal (51mm/min). La geometría de la probeta, Fig. 4.2, produce una concentración de esfuerzos en una pequeña área del espécimen, y es registrada como la resistencia al rasgado.



Un troquel con las dimensiones de la Fig. 4.2. es utilizado para la fabricación de las probetas. Se debe medir el espesor en diferentes partes de cada probeta con un micrómetro, con la finalidad de tener un espesor promedio. El equipo usado en esta prueba es también la máquina INSTRON 1125. Se usan diez especímenes para la

prueba cinco en dirección axial y los otros cinco en dirección transversal. El procedimiento de la prueba es similar al descrito en la prueba de tensión.

El equipo genera una gráfica en donde se lee la fuerza máxima del rasgado. Dividiendo este valor entre el espesor promedio se reporta la resistencia en newtons sobre el espesor en metros (N/m).

#### TENSIÓN SUPERFICIAL MOJADA DE PELÍCULAS DE POLIETILENO<sup>(17)</sup>

Las técnicas usadas para medir la sensibilidad superficial son la tensión mojada y espectroscopia fotoelectrónica de rayos X. La prueba de tensión superficial mojada de películas de polietileno y polipropileno ASTM D2578 es aceptada en la industria para medir la efectividad del tratamiento con descargas corona sobre películas de PE y PP. Este método emplea una serie de líquidos que incrementan el área de contacto en presencia de aire en un tiempo determinado. Consiste en una mezcla binaria de Etil Cellosolve (éter monoatílico del etilenglicol) con una tensión superficial de 30 dinas/cm y formamida con una tensión superficial de 58 dinas/cm. (Ver tabla 4.4.). La prueba debe hacerse a  $\frac{1}{4}$ ,  $\frac{1}{2}$ , y  $\frac{3}{4}$  del ancho de la película para obtener un valor promedio. El procedimiento consiste en mojar un isopo de algodón con una de las mezclas usando la cantidad mínima de líquido, ya que un exceso de éste puede arruinar la prueba. Se extiende el líquido en un área de aproximadamente  $6.5\text{cm}^2$  y se anota el tiempo en el que la película de líquido rompa y forme una gota. Si se obtiene un tiempo de más de dos segundos se procede con la siguiente mezcla de mayor tensión superficial, pero si el tiempo fuese menor de dos segundos se procede con la siguiente muestra de menor tensión superficial. Se continuará con este modelo hasta que la selección de la mezcla de Etil Cellosolve - formamida moje la superficie lo más cerca posible a 2s. La tensión superficial de esta mezcla en dinas por centímetro se denomina la tensión superficial de mojado de películas de PE.

La tensión superficial mojada es mayor en una película con tratamiento corona a otra que no lo tenga. La tensión superficial de la película incrementa su valor, cuando la energía aplicada en el tratamiento corona aumenta.

Una tensión superficial mojada de 37 dinas/cm aproximadamente es la común para el proceso de impresión<sup>(11)</sup>. Las películas que contienen aditivos deslizantes requieren niveles mayores de tratamiento corona para obtener el grado de tensión deseado.

#### CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)

Los polímeros son materiales de alto peso molecular, y algunos poseen fases semicristalinas, lo que a condiciones ambientales les permite tener cierta rigidez y dureza. Para reblandecerlos es necesario pasar a una fase amorfa por lo que requerimos de aplicarles energía térmica. El análisis por DSC es una técnica efectuada en un equipo Du Pont, instrument Thermal Analyst 2100, 900. La calorimetría diferencial de barrido es una técnica la cual consiste en aplicar un flujo de calor a la muestra y el equipo detecta la temperatura de transición vítrea (Tg) y la temperatura de fusión (Tm).

Formamida % volumen	Etil Cellosolve % volumen	Tensión superficial (dina/cm)
0	100	30
2.5	97.5	31
10.5	89.5	32
19	81.0	33
26.5	73.5	34
35.0	65.0	35
42.5	57.5	36
48.5	51.5	37
54.0	46.0	38
59.0	41.0	39
63.5	36.5	40
67.5	32.5	41
71.5	28.5	42
74.7	25.3	43
78.0	22.0	44
80.3	19.7	45
83.0	17.0	46
87.0	13.0	48
90.7	9.3	50
93.7	6.3	52
96.5	3.5	54
99.0	1.0	56
100	0	58

Tabla 4.4. Mezclas de Etil Cellosolve - Formamida para la prueba ASTM D2578.



#### 4.3.- Metodología para los Sellos<sup>(17)</sup>.

La calidad del sello en un empaque comercial es medida por la facilidad y fuerza requeridas para separar dos películas unidas mediante un par de barras a una temperatura dada, bajo cierto tiempo de sellado y a determinada presión.

La prueba de juntas adhesivas separadas por peladura está regida por la norma ASTM C906 que es la más usada para probar los sellos por calor entre películas. La prueba consiste en jalar los dos extremidades a una fuerza y velocidad constantes (Fig. 4.5A). La realización de las pruebas puede hacerse en la máquina INSTRON, en donde se determina la fuerza necesaria para romper la unión.

Las probetas que serán utilizadas variarán a las de la norma, ya que en la norma se utiliza un sellador de laboratorio bajo condiciones específicas. En nuestro caso deseamos hacer la prueba de peladura en una sello con aplicación real. Se probarán los tres sellos: sello horizontal superior, sello horizontal inferior y sello vertical. Se tomarán cinco muestras de cada sello bajo las siguientes dimensiones. Sellos horizontales (Fig. 4.3) tendrán un largo de 50mm con un ancho de 25.4mm. Sello Vertical (Fig. 4.4.) tendrá un ancho de 25.4mm con un largo en cada extremidad de 50mm. Las probetas serán cortadas con cortador para papel.

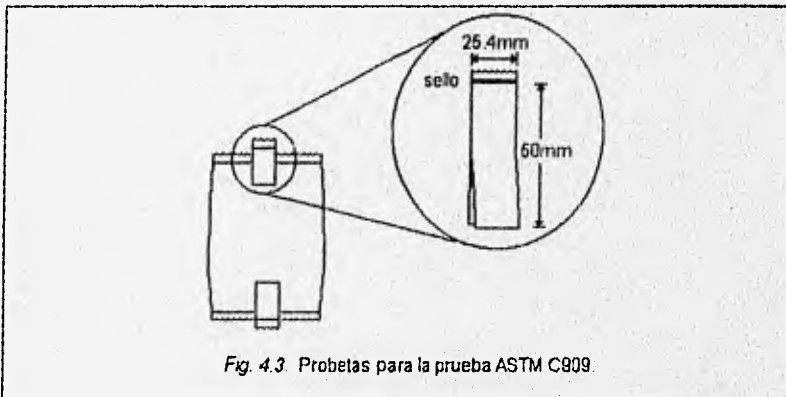


Fig. 4.3. Probetas para la prueba ASTM C909.

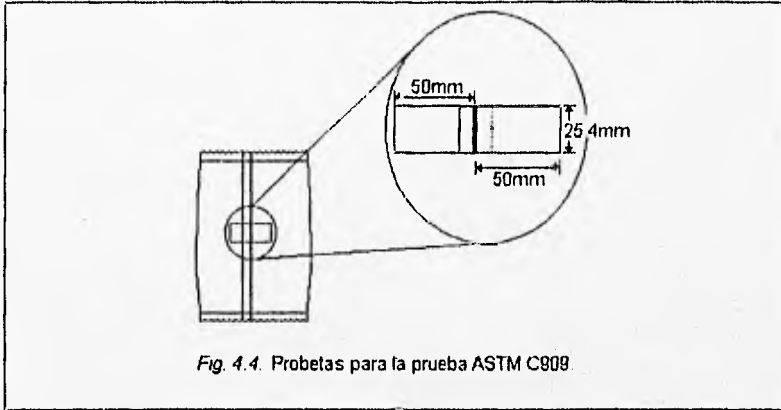
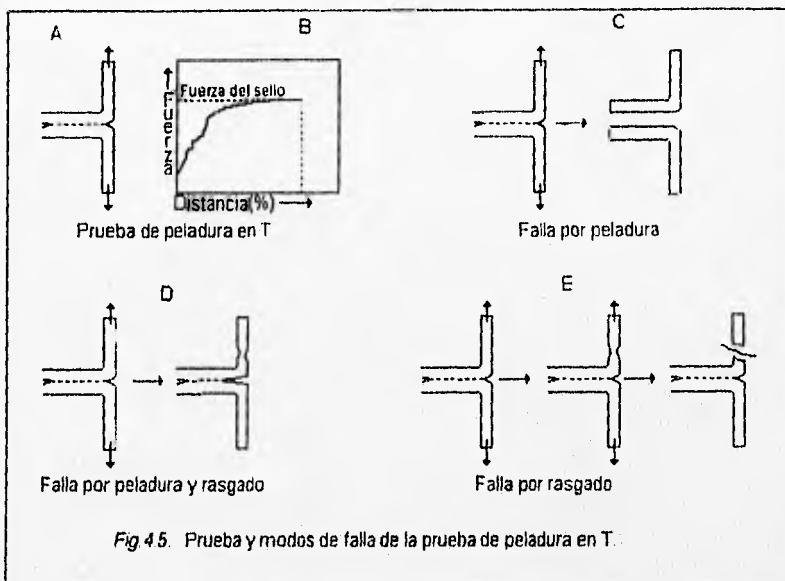


Fig. 4.4. Probetas para la prueba ASTM C809.

La prueba se hace a la velocidad de las pruebas de tensión y bajo las mismas condiciones.

Los tres principales tipos de errores durante la prueba son: Falla por peladura (Fig. 4.5C) que se observa a lo largo de superficie en contacto. Falla por rasgado (Fig. 4.5E), que aparece cuando se rasga una de las extremidades que se jala. La tercera falla es la combinación de las dos peladura-rasgado (Fig. 4.5D). Cuando ocurre el modo de falla por peladura, la prueba puede ser usada para medir la adhesión intrínseca de películas. Sin embargo, bajo las circunstancias típicas, para medir la fuerza del sello en la prueba por peladura se consideran deformaciones en la pieza probada. Cuando ocurre el modo de falla por rasgado, la zona interfacial formada entre las películas no es separada, y entonces la fuerza que se mide es una propiedad de la película y no del sello, que es lo que deseamos.



#### 4.4.- Realización de Pruebas a Películas y Sellos.

Todas las pruebas realizadas se efectuaron a condiciones ambientales de temperatura y humedad.

#### EMPAQUES

El empaque usado como se mencionó en el capítulo tres es un empaque comercial detergente de la compañía Procter & Gamble de presentación de un kilogramo, el espesor de la película es de  $50\mu\text{m}$  y las condiciones de ésta se mencionan en la sección 3.1. Los empaques para la experimentación fueron obtenidos en diferentes comercios en distintos puntos de la Ciudad de México y del área conurbada, con la finalidad de obtener un conjunto representativo de paquetes y disminuir la probabilidad de que fueran de la misma máquina selladora, ya que se sabe que la compañía cuenta con diferentes tipos de máquinas selladoras de empaques.

## MUESTRAS

Para la obtención de las probetas se usaron siete empaques; cada una de las muestras de cada prueba fue obtenida de empaques distintos y fue numerada para reconocer el empaque de procedencia y así, al final de las pruebas, se pudiese realizar el análisis correspondiente. En las normas se especifica el uso de cinco probetas por prueba pero se obtuvieron siete por la posibilidad de la existencia de alguna incongruencia o error en los resultados. El análisis se basará con los tres resultados más parecidos de los siete realizados<sup>(17)</sup>, con la finalidad de que la desviación en los resultados nos sea tan grande.

## PRUEBAS DE TENSIÓN Y ELONGACIÓN.

La determinación de las condiciones de estas pruebas se basó en la metodología de pruebas de tensión. Se propuso primeramente una velocidad de separación de mordazas de 100mm/min. La distancia entre las mordazas fue de 50mm. Al realizar la prueba la elongación de la probeta, ésta fue mayor al 100%, entonces de acuerdo con la tabla 4.3, la rapidez de deformación inicial fue de 10mm/mm-min. Por esto la velocidad calculada por la ecuación 4.1 resultó de 500mm/min. Para el resto de las pruebas se fijó esta velocidad, y la distancia entre las mordazas se estableció de acuerdo a la norma en 50mm.

Para las pruebas de elongación la velocidad fue la misma que para las pruebas de tensión, sólo varió la separación de las mordazas que de acuerdo a la norma, se fijó en 200mm.

## PRUEBAS DE RASGADO.

En estas pruebas, como se mencionó en la sección 4.2, la velocidad establecida por la norma es de 51mm/min, y la separación entre las mordazas se fijó en 50mm. La escala de la gráfica generada por la máquina INSTRON 1125 se eligió de un kilogramo.

## PRUEBAS DE LOS SELLOS

La velocidad y la separación entre las mordaza que se utilizaron en estas pruebas fueron las mismas que en las pruebas de tensión y elongación (500mm/min y 50mm) respectivamente.

## TENSIÓN SUPERFICIAL

Las mezclas de formamida y Etil Cellosolve se midieron con pipetas de 5ml y con el uso de una propipeta, se almacenaron en frascos. La tensión superficial de todas las películas se midió a una temperatura de 20°C. La norma propone el uso de isopos para formar la capa de líquido sobre la película, pero en este caso se usó como aplicador un algodón enredado en un alambre con un largo de aplicación aproximado a 2.5cm para colocar la muestra sobre la superficie de la película. Se usaron cinco empaques, los cuales fueron perfectamente lavados, debido a que el producto que soportan es un tensoactivo que modifica la tensión superficial.

## CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

La muestra de esta prueba fue seleccionada del área del sello vertical. Las pruebas en este equipo se efectuaron en una atmósfera de nitrógeno a una velocidad de calentamiento de 10°C/min. El calentamiento empezó a partir de una temperatura de -100°C y hasta una temperatura límite de 300°C.

## CAPÍTULO V

### 5.1- RESULTADOS Y DISCUSIONES.

En este capítulo se reportan y analizan los resultados de las pruebas propuestas y realizadas, así como la frecuencia de las fallas para la caracterización del empaque de Ariel de un kilogramo de la compañía Procter & Gamble.

#### FRECUENCIA DE FALLAS

Después del muestreo a través de diez supermercados se pudo notar que la incidencia de fallas en forma visual no es alta, de hecho la falla mas frecuente fue el rasgado de la película con menos de un 10% de los 100 casos observados. En la tabla 5.1 se observa el resultado de las fallas con mayor frecuencia.

Falla	% de incidencia.
Rasgado de la película	6.6
Deficiencia del sello horizontal inferior	6.6
Rompimiento del sello horizontal inferior	4.4
Deformación del sello horizontal inferior	4.4
Romplimento del sello horizontal superior	4.4

Tabla 5.1. Frecuencia de fallas.

Después de elaborar y enumerar las probetas para las pruebas se midieron los espesores en distintos puntos de éstas con la finalidad de tener un espesor promedio. En la tabla 5.2 se reportan estos resultados.

ESPESOR PROMEDIO DE LOS ESPECÍMENES (mm)

No.	Tensión		Módulo		Sello horizontal		sello	Rasgado	
	Axial	Trans-versal	Axial	Trans-versal	sup.	inf.	vertical	Axial	Trans-versal
1	0.05	0.06*	0.05	0.052	0.05	0.05	0.053	0.05	0.05
2	0.053	0.05	0.056	0.052	0.053	0.05	0.05	0.053	0.05
3	0.053	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
4	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.053	0.05	0.05	0.05
5	0.06*	0.05	0.054	0.05	0.05	0.053	0.05	0.05	0.05
6	0.05	0.055	0.056	0.05	0.05	0.056	0.053	0.05	0.05
7	0.056	0.056	0.06*	0.056	0.053	0.06*	0.053	0.05	0.05

Tabla 5.2.

De acuerdo con la tabla 5.2 los espesores varían entre 0.05mm como mínimo y 0.06mm como máximo, existe una diferencia del 20% entre el valor nominal del espesor de la película 0.05mm y el valor máximo reportado. Las normas ASTM recomiendan la selección de especímenes con espesores uniformes, con una diferencia menor al 10%. De este modo los valores marcados con (\*) fueron descartados por la razón expuesta. El siguiente espesor de mayor valor es el de 0.056mm con una diferencia porcentual de 12, con respecto al valor del espesor nominal, la disparidad que existe se considera aceptable y no extrema, por lo que todos los valores menores de éste fueron considerados como apropiados para las pruebas.

Como se mencionó en la sección cuatro del capítulo dos, existen dos tipos de orientación molecular: la uniaxial y la biaxial. En todo proceso de fabricación de películas se busca la orientación biaxial o en los sentidos axial y transversal, debido a que es necesario, en cualquier tipo de empaque, tener las mismas propiedades mecánicas o físicas en una dirección y en la otra. En el caso que la orientación no sea proporcionada se presentarán fallas, defectos y problemas en la película como rasgado y deformación principalmente. Esto se debe a que una de las dos direcciones de la película tendrá propiedades y cualidades físicas menores.

En la tabla 5.3. y 5.4. se presentan los tres mejores resultados de las probetas cortadas en dirección axial. En la tabla 5.3 se muestran los resultados de las pruebas de deformación y esfuerzo a la cedencia y ruptura. En la tabla 5.4 están los resultados de las pruebas en donde se determinó el módulo elástico y la resistencia al rasgado.

#### PROPIEDADES MECÁNICAS

No. de espécimen	Deformación a la cedencia %	Esfuerzo a la cedencia MPa	Deformación a la ruptura %	Esfuerzo a la ruptura MPa
2	389.1	16.22	389.1	16.22
3	378.4	16.84	378.4	16.84
6	398.2	16.13	398.2	16.13
Promedio	388.5	16.39	388.5	16.39
Desviación	9.9	0.38	9.9	0.38

Tabla 5.3. Tensión y deformación axial.

No. de espécimen	Módulo Elástico MPa	Resistencia al rasgado kN/m
2	187.5	82.89
3	166.1	81.03
6	152.5	81.03
Promedio	162.03	82.236
Desviación	8.8	1.046

Tabla 5.4. Módulo elástico y rasgado axial.



En las tablas 5.5. y 5.6. se muestran los tres mejores resultados de las muestras cortadas en dirección transversal. La tabla 5.5. presenta los resultados de la deformación y del esfuerzo y la tabla 5.6 presenta los resultados del módulo elástico y la resistencia al rasgado.

No. de espécimen	Deformación a la cedencia %	Esfuerzo a la cedencia MPa	Deformación a la ruptura %	Esfuerzo a la ruptura MPa
2	473.0	12.9	473.0	12.9
3	453.1	12.31	453.1	12.31
6	469.9	12.61	473.0	12.61
Promedio	465.33	12.60	466.36	12.60
Desviación	10.7	0.295	11.48	0.295

Tabla 5.5. Tensión y deformación transversal.

No. de espécimen	Módulo Elástico MPa	Resistencia al rasgado kN/m
2	171.5	67.88
3	167.4	66.51
6	176.7	68.47
Promedio	171.86	67.55
Desviación	4.6	0.986

Tabla 5.6. Módulo elástico y rasgado transversal.

Los valores de la deformación a la cedencia y a la ruptura son iguales, por lo que la ruptura se da en el punto de mayor cedencia de la muestra. Este es el mismo caso que se observa en los resultados del esfuerzo.

En los resultados anteriores, la diferencia de los valores de los esfuerzos a la cedencia y a la ruptura o valores de esfuerzo a la tensión y rasgado son mayores en la dirección axial que en la transversal. Esto indica la existencia de problemas tales como rasgado y deformación de los paquetes en los centros de consumo debido a que la orientación de las moléculas en la película presentan en una dirección propiedades menores. Con respecto a los resultados obtenidos en la estadística de fallas del capítulo tres y reportados en la tabla 5.1, se muestra que el problema del rasgado, que ahora se infiere por una mala orientación, afecta de manera directa y resulta ser el problema principal, con una incidencia del 6.6%.

Aunque no existe una relación teórica bien definida que describa la orientación biaxial y su relación con las propiedades físicas<sup>(3)</sup>, se usa en forma industrial una comparación entre las propiedades en ambas direcciones mediante los valores de las pruebas de tensión y rasgado, con la finalidad de realizar una medición de la eficiencia de la película en los empaques. En este caso se eligió como valor máximo de la propiedad a los valores en la dirección axial, ya que éstos son los mayores y se comparó en forma porcentual con los valores de la dirección transversal. El propósito de cotejar los valores de las pruebas de tensión y rasgado en ambas direcciones es encontrar y relacionar la proporción de la orientación molecular con respecto a éstos.

La comparación individual de estos valores pueden observarse en la tabla 5.7 y el resultado promedio se presenta en la tabla 5.8.

No. espécimen	% Eficiencia esfuerzo	% Eficiencia rasgado
2	79.77	81.74
3	73.09	80.23
6	77.99	83.36

Tabla 5.7. Eficiencia de cada empaque.

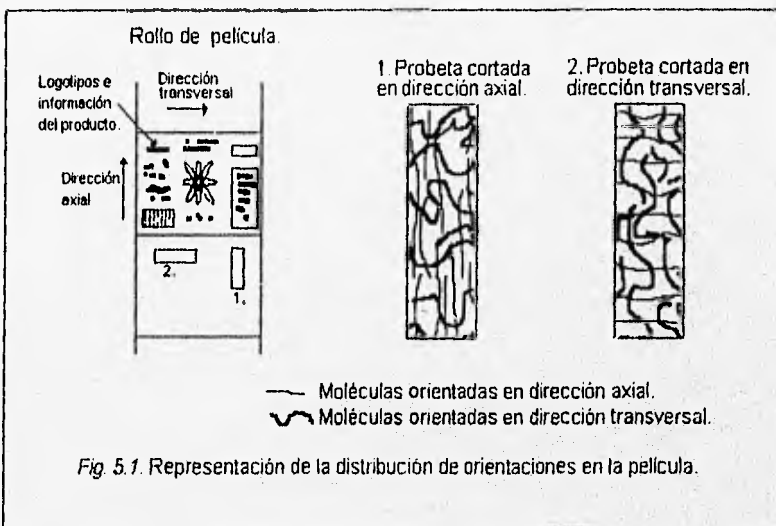
No. espécimen	Esfuerzo (MPa)		Rasgado (kN/m)	
	AXIAL	TRANSVERSAL	AXIAL	TRANSVERSAL
2	16.22	12.94	82.79	67.68
3	16.84	12.31	82.89	66.51
6	16.13	12.58	81.03	68.47
Promedio	16.39	12.61	82.236	67.55
% Eficiencia promedio	100%	76.93%	100%	82.236%
Diferencia %	23.07		17.764	

Tabla 5.8. Comparación de las propiedades mecánicas en las direcciones axial y transversal.

Esta comparación muestra que los resultados de las pruebas de tensión y rasgado tienen una diferencia entre los valores de las propiedades de ambas direcciones, los resultados de esta equiparación son de 23.07% para el esfuerzo y de 17.764% para el rasgado y siendo mayores los de la dirección axial, lo que indica que la orientación molecular de la película que es obtenida durante su fabricación, es preferencialmente en dirección axial.

El módulo elástico y el por ciento de deformación son propiedades interrelacionadas, ya que el módulo elástico mide la facilidad con la que un espécimen regresa a su forma original después de ser sometido a una fuerza y la deformación mide el resultado del cambio dimensional al aplicarle una fuerza. En los resultados de deformación y módulo elástico presentados en las tablas 5.3 y 5.4 para la dirección axial y en las tablas 5.5 y 5.6 para la dirección transversal, los valores en dirección transversal son mayores que los de la dirección axial. En el caso de los valores de las pruebas de esfuerzo y rasgado los resultados son más elevados en la dirección axial y a partir de esto fue como se determinó que la orientación de la película es preferentemente en dirección axial. El hecho de que el módulo y la deformación sean mayores en la dirección transversal se debe a que las moléculas en dirección axial se encuentran más orientadas

y las que se encuentran en dirección transversal tienen un grado menor de orientación, como se muestra en la *Figura 5.1*. por lo que las probetas cortadas en dirección axial presentan valores de esfuerzo y rasgado mayores debido a que, le imparten un mayor esfuerzo pero menor deformación y módulo elástico. En el caso de los especímenes cortados en dirección transversal tienen moléculas menos orientadas en la dirección de la ejecución de la prueba, por lo que presentan valores menores en la tensión y rasgado, pero las moléculas lograrán mayor estiramiento, lo que da como resultado una mayor elongación y módulo.



*Fig. 5.1.* Representación de la distribución de orientaciones en la película.

## SELLOS

Los resultados de los esfuerzos sobre los sellos son diferentes. Los valores mayores se presentan en sellos verticales, debido a que el ancho del sello vertical (6mm) es mayor que el ancho de los sellos horizontales (3mm). Los esfuerzos de sellos horizontales también son diferentes entre sí, ya que los sellos horizontales, superior e inferior, se realizan con barras independientes por lo que cabe la posibilidad de que

exista un error en las máquinas selladoras. Esta deficiencia en esfuerzos de sellos horizontales inferiores se puede originar por diversas causas, como por ejemplo, un error en el calentamiento y/o tiempo de sellado de la barra selladora. Retomando la estadística de fallas realizada en el capítulo tres y reportadas en la tabla 5.1, observamos que la falla en los sellos horizontales inferiores es la que se presenta con mayor frecuencia de los tres sellos. Estos resultados muestran la concordancia de la estadística de fallas con la realización de las pruebas mecánicas a los sellos. Al igual que en las pruebas de las películas, los resultados de elongación en los sellos tienen el mismo comportamiento. Los sellos horizontales se encuentran en la dirección axial de la película, por lo que tienen una elongación menor que los sellos verticales, que se encuentran en la dirección transversal de la película

Los resultados de la prueba de peladura en T sobre el sello horizontal superior se reporta en la tabla 5.9, los del sello horizontal inferior en la tabla 5.10. y los del sello vertical en la tabla 5.11.

No. espécimen	Deformación (%)	Esfuerzo (MPa)
2	39.67	9.942
3	32.04	11.28
6	30.51	10.68
Promedio	34.07	10.634
Desviación	4.9	0.67

Tabla 5.9. Resultados de la prueba de peladura en T del sello horizontal superior.

No. espécimen	Deformación (%)	Esfuerzo (MPa)
2	27.46	8.301
3	28.99	8.636
6	36.62	9.38
Promedio	31.02	8.772
Desviación	4.9	0.552

Tabla. 5.10. Resultado de la prueba de peladura en T del sello horizontal inferior

No. espécimen	Deformación (%)	Esfuerzo (MPa)
2	430.3	12.9
3	462.3	11.2
6	459.2	12.6
Promedio	450.6	12.23
Desviación	17.6	0.9

Tabla 5.11. Resultados de la prueba de peladura en T del sello vertical.

Una forma sencilla de determinar la eficiencia del sello de un empaque en forma industrial y en base a las normas ASTM, es comparando el esfuerzo que opone la película y el que opone el sello, como se muestra en la ecuación 5.1<sup>(21)</sup>.

$$\text{Ec. 5.1.} \quad CS = \frac{ES}{EP}$$

En donde:

CS es la calidad del sello,

ES es el esfuerzo del sello y

EP es el esfuerzo de la película.

En el caso de que CS sea la unidad se tendrá entonces un sello excelente, en donde ni la película y ni el sello se rasquen y se abra con facilidad. Cuando CS es menor a la unidad se tiene que ES es menor que EP, y entonces al abrir un empaque, el sello se despegará, lo que indicará que es deficiente. No puede existir el caso en el que CS sea mayor que la unidad ya que si se tuviera este caso ES sería mayor que EP y nunca podríamos separar el sello y la fuerza que determinaríamos en la prueba sería la fuerza de la película y no la del sello. Mediante esta relación se puede determinar de manera arbitraria los valores de la eficiencia del sello, reportados en la tabla 5.12.

Valor de CS	Calidad del sello
CS = 1	excelente
$1 > CS \geq 0.8$	bueno
$0.8 > CS \geq 0.6$	regular
CS < 0.6	malo

Tabla 5.12. Relación arbitraria para determinar la eficiencia de los sellos

La comparación del esfuerzo del sello con el esfuerzo de la película se hace de acuerdo a la orientación de cada sello. Para los sellos horizontales la comparación es con el esfuerzo de la película en forma axial. Para los sellos verticales la comparación es con el esfuerzo de la película en forma transversal.

Los resultados de esta comparación para el sello horizontal superior, horizontal inferior y vertical se presentan en las tablas 5.13, 5.14, y 5.15. respectivamente.

No. espécimen	ES	EP	CS
2	9.942	16.22	0.613
3	11.28	16.84	0.669
6	10.068	16.13	0.624
Promedio	10.634	16.34	0.650

Tabla 5.13. Calidad del sello horizontal superior.

No. espécimen	ES	EP	CS
2	8.301	16.22	0.511
3	8.636	16.84	0.512
6	9.38	16.13	0.581
Promedio	8.772	16.34	0.536

Tabla 5.14. Calidad del sello horizontal inferior

No. espécimen	ES	EP	CS
2	12.9	12.9	1.0
3	11.20	12.31	0.909
6	12.6	12.61	0.999
Promedio	12.23	12.60	0.970

Tabla 5.15. Calidad del sello vertical.

De acuerdo con los resultados presentados en las tablas 5.13, 5.14 y 5.15 podemos clasificar al sello horizontal superior como regular, al sello horizontal inferior como malo y al sello vertical como excelente.

#### TENSIÓN SUPERFICIAL

Se determinó la tensión superficial de la parte interna de la película, del área de impresión, del área del sello horizontal y del área del sello vertical. Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 5.16.

	Tensión superficial (dina/cm)			Promedio
Cara Interior	38	38	36	37.3
Área de impresión	52	57	52	53.6
Área sello horizontal	54	54	52	53.3
Área sello vertical	46	46	47	46.3

Tabla 5.16. Resultados de la prueba de tensión superficial.

Estos resultados muestran que el tratamiento corona se enfoca principalmente en el área de impresión, ya que resulta ser mayor en todos los casos. El valor menor de la tensión en el área del sello vertical indica que el productor de las películas evita aplicar un efecto corona elevado en esta zona, resultando en que la eficiencia del sello vertical es mayor que en los sellos horizontales, ya que hay evidencias que indican que el tratamiento corona afecta a la capacidad de sellado<sup>(11)</sup>. La tensión en el área de los



sellos horizontales es difícil de medir, sobre todo por la pequeña área con la que cuentan los empaques, pero considerando los posibles errores en la medición, se observa que los valores obtenidos son cercanos al valor de la tensión en el área de la impresión, por lo que se puede suponer que en esta zona no se controla la intensidad del tratamiento con descargas corona.

#### CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO.

Se pueden apreciar en la *figura 5.2* tres picos a temperaturas de  $-20^{\circ}\text{C}$ ,  $45^{\circ}\text{C}$  y  $112^{\circ}\text{C}$ . Estos puntos son importantes para encontrar el intervalo de temperaturas para la orientación y para la temperatura de sellado. En la bibliografía<sup>(3, 29, 30)</sup> se encuentran reportadas las temperaturas de transición vítrea y la temperatura de fusión para el polietileno (PE)  $T_g^{\text{PE}}$  de  $-95^{\circ}\text{C}$  a  $-130^{\circ}\text{C}$  y  $T_m^{\text{PE}}$  de  $106^{\circ}\text{C}$  a  $115^{\circ}\text{C}$  y para el polietilén vinil acetato (EVA)  $T_g^{\text{EVA}}$  de  $-17^{\circ}\text{C}$  a  $-25^{\circ}\text{C}$  y  $T_m^{\text{EVA}}$  de  $45^{\circ}\text{C}$  a  $62^{\circ}\text{C}$ . Los picos reportados en el DSC están en un intervalo de temperaturas acordes a las reportadas por la literatura. La temperatura de transición vítrea del PE se capta muy poco en esta prueba, pero se puede notar la tendencia de otro pico en la gráfica a la altura de  $-100^{\circ}\text{C}$ , y esta sería la  $T_g$  del PE.

Sample: MUESTRA DE POLIETILENO A. MADIEL DSC File: C:\AMACDSC.270  
Size: 2.8600 mg Operator: W.A. CARSECO  
Method: L. ALEXANDROVA Run Date: 16-Aug-88 12:10  
Comment: ATM DE MR A 10°C/MIN (1) DESDE ENFRIAMIENTO

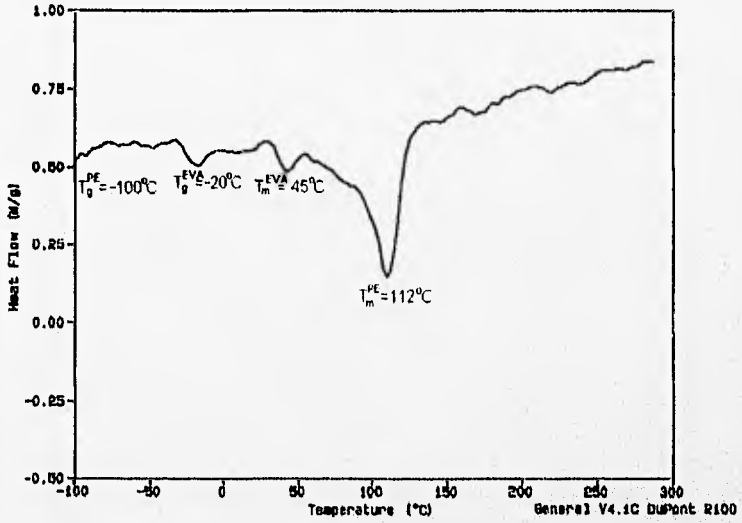


Fig. 5.2. Prueba de Calorimetría Diferencial de Barrido.

## CAPÍTULO VI

### 6.1.- CONCLUSIONES

Después de analizar las condiciones a las que se encuentra expuesta la película, en el capítulo cuatro se llega a la conclusión que las pruebas mínimas y necesarias para caracterizar una película y los sellos de un empaque comercial de detergente, así como para evaluar la eficiencia de éste son la que se muestran en la tabla siguiente.

Prueba	norma ASTM
Resistencia a la tensión y elasticidad.	D882
Resistencia al rasgado	D1004
Prueba de peladura en T	C906
Tensión superficial	D2578
Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	

El principal problema encontrado en el producto de exhibición al público, de acuerdo al estudio de la frecuencia de fallas, es el rasgado de la película. Las pruebas mecánicas realizadas a la película en dirección axial y transversal demostraron que existe una diferencia entre las propiedades de tensión y rasgado en ambas direcciones del 17.7 al 23.0% respectivamente. Estas diferencias en las propiedades de la dirección axial con respecto a la transversal hacen que la película sea susceptible al rasgado durante la transportación y hasta el lugar de consumo. La principal causa de la diferencia entre las propiedades axiales y transversales en la película es debida a la mala orientación molecular durante la fabricación de ésta.

**ESTA TESIS NO DEBE  
SALIR DE LA BIBLIOTECA**

En la estadística de fallas los sellos horizontal inferior y horizontal superior presentaron una incidencia superior al 4%. Después de la realización de las pruebas mecánicas, se encontró que el esfuerzo presentado por el sello horizontal inferior es menor al mostrado por el sello horizontal superior, esto se debe a que son realizados mediante distintas barras selladoras. En la determinación de la calidad de los sellos del empaque se encontró que para el sello horizontal inferior es mala, regular para el caso del sello horizontal superior y para el sello vertical es excelente. Las variables del proceso que afectan al sello son muy diversas pero en este caso podemos mencionar: el ancho del sello, el tratamiento corona, el tiempo y la temperatura de sellado. Como se mencionó en la sección 5.2, un buen sello requiere de largos tiempos de sellado y una temperatura de barras unos grados arriba de la temperatura de fusión del polímero dominante. Por lo que la temperatura de las barras deberá ser la que permita alcanzar una temperatura de 120°C entre las películas a ser selladas en el tiempo establecido, en este caso se modifica la temperatura y no el tiempo debido a que éste no se puede aumentar por concepto de productividad. En la medición de la tensión superficial se encontró que el área del sello vertical tiene un valor de tensión menor que el área de impresión o área de sellos horizontales, siendo esto una posible causa por la que el sello horizontal tenga mayor calidad que los sellos horizontales. Desgraciadamente en la actualidad no existe información acerca del tratamiento con descargas corona y el sellado por impulsos térmicos. En las pruebas de tensión superficial también se encontró que la cara interna del empaque tiene la menor tensión superficial por lo que se supone que esta cara está libre del tratamiento corona.

## 6.2.- Sugerencias para la Solución de Problemas en el Empaque.

Como se pudo notar desde la estadística de fallas en la sección 3.4, hasta la realización de las pruebas mecánicas y la consiguiente determinación de eficiencia en la sección 5.1, los principales problemas en los empaques son:

- En la película existe una mala orientación molecular que se refleja en el lugar de consumo con la presencia de empaques rasgados.
- La calidad de los sellos horizontales es de regular a mala, dando como resultado la gran cantidad de empaques abiertos en el momento en el que éstos son transportados y en el lugar de consumo.

A partir de la determinación de estos problemas, del conocimiento de su magnitud y del conocimiento de su origen se proponen las siguientes sugerencias para su control y solución.

### AL FABRICANTE DE LAS PELÍCULAS.

La primera propuesta para mejorar las propiedades mecánicas en dirección radial se enfoca al proceso de fabricación de la película misma, ya que el proceso de fabricación de película tubular soplada es uno de los métodos para lograr una orientación biaxial. Por lo que analizando el método de la orientación se puede sugerir que se controle la temperatura con la que se genera la burbuja o tubo de tal modo que se encuentre entre la temperatura de transición vítrea y la temperatura de fusión de los polímeros como se recomienda para polímeros semicristalinos<sup>(3)</sup>. Estas temperaturas se obtuvieron en la prueba de calorimetría diferencial de barrido y el resultado se muestran en la *figura 5.2*. Otro mecanismo de modificación de la orientación es el control del tamaño de la burbuja, ya que el diámetro de ésta es el que da la dirección transversal, por lo que se sugiere utilizar mecanismos automatizados de autorregulación del tamaño de burbuja sin contacto que modulen el diámetro de ésta, adicionando un sistema de enfriamiento interior.

## AL EMBALADOR DE DETERGENTE.

Sería deseable que se tuvieran en el proceso de sellado largos tiempos de sellado y temperaturas de la barra selladora cercanas a la temperatura de fusión. Sin embargo, en la práctica se ocupa una alta temperatura y un bajo tiempo de sellado, lo que causa problemas por la pérdida de control en la rapidez con la que se da el proceso. Si se desea realizar un buen sello entre dos películas, es necesario conocer primeramente cual es el punto de fusión de la película. El DSC (*figura 5.2*) muestra, además de la temperatura de transición vítrea, la temperatura de fusión del polímero. Como se sabe, el proceso de sellado se lleva a cabo en fase fundida por lo que la temperatura del sellado deberá de ser cercana a la temperatura de fusión del polímero dominante, que en este caso es el PE, el cual tiene una  $T_m = 106^\circ\text{C}$  a  $115^\circ\text{C}$ . Otros trabajos relacionados con la problemática del sellado<sup>(12)</sup> recomiendan que la temperatura del sellado debe efectuarse unos cuantos grados centígrados arriba de su temperatura de fusión. Con respecto al tiempo de sellado se puede mencionar que mientras más largo sea éste, mejor será el sello. Actualmente, el tiempo de sellado es menor a un segundo, lo que impide una buena fusión de las moléculas de las películas adyacentes. El tiempo de sellado no se puede incrementar debido a que si se aumentara el tiempo de empaque se generarían pérdidas económicas por la baja productividad en el proceso. La presión de sellado como se describió en la sección 3.3 afecta al sello y al empaque, ya sea deformándolo o rompiéndolo, pero esto se debe a un exceso de presión, ya que investigaciones previas<sup>(12)</sup> demuestran que la presión no afecta a la calidad del sello. De acuerdo con estos factores de temperatura y tiempo de sellado se recomienda que la temperatura de barras sea lo suficientemente alta para que en el tiempo de sellado preestablecido e imposible de aumentar, se pueda lograr una temperatura entre las películas de por lo menos  $120^\circ\text{C}$ .

Todavía no se ha establecido cómo afectan los cambios en la superficie de películas de polietileno tratadas con descargas corona a la capacidad de sellado, pero se le han atribuido gran cantidad de problemas, sobre todo cuando la película lleva aditivos deslizantes. Por eso se recomienda que mientras no sepamos cómo afectan las

descargas corona a la capacidad del sellado, la zona de los sellos horizontales debería tener algún mecanismo de control para evitar los efectos de este tratamiento.

En las pruebas de los sellos se observa que el esfuerzo en el sello vertical es mayor que el de los sellos horizontales, esto es en parte por el ancho del sello, que es mayor, por lo que se propone que el ancho de los sellos horizontales sea mayor, con lo que se brindaría una mayor eficiencia que la actual.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS PRIMARIAS

- 1).- C. Rauwendaal, *Polymer Extrusion*, Hanser, Munich, (1990)
- 2).- J. H. Briston, *Plastics Films*, 3rd. edition, Longman Scientific and Technical, U. K., (1990).
- 3).- A. N. Gent y G. R. Hamed, *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, 2nd. edition, Wiley-Interscience, New York, (1986).
- 4).- P. N. Richardson, *Introduction to Extrusion*, Society of Plastics Engineers, Processing Series, (1974).
- 5).- D. H. Morton-Jones, *Polymer Processing*, Chapman & Hall, U. K., (1989).
- 6).- C. Y. Kim y D. A. I. Gorig, *Journal of Applied Polymer Science*, **15**, 1357-1364, (1971).
- 7).- C. Y. Kim, J. Evans y D. A. I. Gorig, *Journal of Applied Polymer Science*, **15**, 1365-1375, (1971).
- 8).- D. K. Owens, *Journal of Applied Polymer Science*, **19**, 265-271, (1975).
- 9).- P. Meka y F. C. Stehling, *Journal of Applied Polymer and Science*, **51**, 89-103, (1994).
- 10).- P. Meka y F. C. Stehling, *Journal of Applied Polymer and Science*, **51**, 105-119, (1994).



- 11).- P. Meka y F. C. Stehling, *Journal of Applied Polymer and Science*, **51**, 121-131, (1994).
- 12).- N. Verse, *Plásticos Universales*, **34**, 61-66, (1990).
- 13).- H. W. Hinsken, *Plásticos Universales*, **31**, 214-219, (1987).
- 14).- W. Feistkom, *Plásticos Universales*, **34**, 89-92, (1990).
- 15).- S. W. Shang y R. D. Kamla, *Journal of Plastics Films and Sheeting*, **11**, 21-37, (1995).
- 16).- R. M. Patel, T. I. Butler, K. L. Walton y G. W. Knight, *Polymer Engineering and Science*, **34**, 1506-1514, (1994).
- 17).- *Annual Book of ASTM Standards*, 1993.
- 18).- ASM International, *Engineering Materials Handbook, Vol. 2 Engineering Plastics*, (1988).
- 19).- ASM International. *Engineering Materials Handbook, Vol.3 Adhesives and Sealants*, (1990).
- 20).- Raidas Corporation, *Chemical Additives for the Plastics Industry, Properties, Applications, Toxicologies*, New Jersey, (1987).
- 21).- R. Gäehner & H. Müller, *Plastics Additives Handbook*, 3rd. edition, Hanser Publishers, Munich, (1990).
- 22).- T. J. Blong, D. F. Klein, A. V. Pocius & M. Strobel, *Journal of Plastics Films and Sheeting*, **10**, 103-115, (1994).

23).- J. Brandrup y E. H. Immergut, *Polymer Handbook*, 3rd. edition, John Wiley and Sons, (1989).

24).- I. Ray y D. Khaslir, *Polymer*, **34**, 2030-2037, (1993).

#### REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS SECUNDARIAS.

25).- R. F. Grossman y W. A. Beasley, *Journal of Applied Polymer Science*, **2**, 163-165, (1959).

26).- C. Y. Kim y D. A. I. Gong, *Journal of Polymer Science, Part C*, **30**, 533-542, (1968).

27).- J. A. Lanauze y D. L. Myers, *Journal of Applied Polymer Science*, **40**, 595-611, (1990).

28).- S. Irving, *Handbook of Adhesives*, 3rd edition, Van Nostrand Reinhold, New York, (1980).

29).- D. Satas, *Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology*, 2nd edition, Van Nostrand Reinhold, New York, (1989).

30).- O. B. Eiselen, *Plásticos Universales*, **32**, 145-149, (1988).

31).- W. G. Cochran, *Técnicas de Muestreo*, CECSA, México, (1971).

32).- *Selecciones del Reader's Digest, Gran Diccionario Enciclopédico Ilustrado*, 16a edición, (1979).

33).- Merck, *Merck Reactivos*, (1993).

34) A. Palma, *Tesis: Extrusión reactiva de Poliamida-Etilen Vinil Acetato*, Facultad de Química, U. N. A. M. (1995).