TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

ESTUDIO DE RESINAS DE PVC SUSPENSIÓN PARA FORMULACIÓN RÍGIDA Y FLEXIBLE EN PRODUCTOS TRANSPARENTES

Presentado ante la Ilustre Universidad Central de Venezuela Por la Br. Azzrak C, Ivone L. Para optar al Título de Ingeniero Químico

Caracas, Junio 2005

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

ESTUDIO DE RESINAS DE PVC SUSPENSIÓN PARA FORMULACIÓN RÍGIDA Y FLEXIBLE EN PRODUCTOS TRANSPARENTES

TUTOR ACADÉMICO: Profa. Carolina Pfaff TUTOR INDUSTRIAL: Ing. Claudia Uribe

> Presentado ante la Ilustre Universidad Central de Venezuela Por la Br. Azzrak C, Ivone L. Para optar al Título de Ingeniero Químico

Caracas, Junio 2005

Los abajo firmantes, miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Química, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por la Bachiller Ivone Azzrak, titulado:

"Estudio de Resinas PVC Suspensión para Formulación Rígida y Flexible en Productos Transparentes"

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudios conducente al Título de Ingeniero Químico, y sin que ello signifique que se hacen solidarios con las ideas expuestas por el autor, lo declaran APROBADO.

Prof. Jhonny Vásquez Jurado Profa. María V. Tortolero Jurado

Profa. Carolina Pfaff Tutor Ing. Claudia Uribe

Azzrak C, Ivone L.

ESTUDIO DE RESINAS DE PVC SUSPENSIÓN PARA FORMULACIÓN RÍGIDA Y FLEXIBLE EN PRODUCTOS TRANSPARENTES.

Tutor Académico: Profa. Carolina Pfaff. Tutor Industrial: Ing. Claudia Uribe.

Tesis. Caracas, U.C.V. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química.

Año 2005.

Palabras Claves: Resinas PVC, Polímeros, Calandrado, Granulometría, Valor

K.

Resumen.

El nombre genérico PVC describe a una familia de polímeros resultantes de la polimerización del monómero cloruro de vinilo (CH₂=CHCl) por diversos procesos. El PVC, por lo general con una vida útil larga, es reciclable por ser un termoplástico (material que puede ser fundido y luego moldeado varias veces), autoextinguible (al retirarse la fuente de calor, ésta se apaga) y procesable por todas las técnicas para plásticos. Lo que se conoce como PVC en un artículo terminado no es el polímero puro, las resinas de PVC siempre se mezclan con aditivos para producir lo que se denomina como un compuesto de PVC, el cual tiene las características necesarias de acuerdo a cada aplicación. En este trabajo se realizó un estudio detallado de las propiedades y características de la resina de PVC de distintos proveedores, Nacional e Importado, con el fin de compararlas y concluir, en base a las especificaciones, acerca de la calidad de dicha resina. A partir de las materias primas estudiadas se obtuvieron materiales rígidos y flexibles, y se realizaron los ensayos respectivos para conocer así la influencia de las características de la materia prima en el producto final, estos

materiales son películas transparentes que se obtienen a través de un proceso de Calandrado.

Este trabajo se realizó en tres etapas, las cuales fueron: el estudio de la materia prima, la formulación a escala piloto en el laboratorio y el producto final que corresponde al producto Calandrado. En cada etapa se realizó el muestreo respectivo con la finalidad de obtener los resultados que avalen la comparación entre ambas resinas y poder llegar así a las conclusiones y recomendaciones necesarias. Por medio de los resultados de cada ensayo determinados que estas resinas poseen características diferentes. La resina Nacional posee partículas más gruesas que la Importada, lo que ocasiona que el procesamiento al cual esté sometido tenga condiciones de operación diferentes, como por ejemplo, que la temperatura de los rodillos de la Calandra sea mayor para lograr fundir éstas partículas mayores; la fluidez sea menor y el espesor es menos homogéneo.

AGRADECIMIENTOS

Ante todo a *DIOS* y la *VIRGEN* por permitirme lograr esta meta y darme la oportunidad de vivir esta experiencia maravillosa; por darme fuerzas siempre que lo necesitaba.

A mis padres: **Abelardo** y **Laila**, por confiar en mí y darme la oportunidad de escoger mi camino. Espero no haberlos defraudado y no hacerlo nunca.

A mi hermano: **Simón,** por apoyarme siempre y ser tan *INCONDICIONAL*. Por haberme ayudado a seguir mi sueño que hoy estoy haciendo realidad. Sin ti hubiera sido imposible! **GRACIAS**. Que Dios te bendiga.

A mis hermanas: **Nasiba**, por estar siempre que te necesito y preocuparte por cada paso dado en lo que hoy es mi profesión. A **Rita** por ser tan constante y darme apoyo en los momentos difíciles.

A mis amigas y hermanas: **Adri** y **Bárbara**; por haber sido tan incondicionales y leales a lo largo de estos años que para mí han sido inigualables. *AMIGAS* esa palabra les queda corta pero es una manera de decirlo. Gracias, simplemente por ser como son y por ser mi bastón cada vez que las necesitaba.

A mi tutora académica: **Carolina Pfaff**, por aceptar dirigir este trabajo y enseñarme muchas cosas que antes no sabía.

A la empresa Polifilm de Venezuela, por darme la oportunidad de realizar este trabajo que para mí fue una experiencia muy productiva. Espero hayan quedado conforme con mi desempeño. Al **Ing. Roberto Rodríguez**, por abrirme las puertas de dicha empresa y poner a la disposición cualquier ayuda necesaria.

A mi tutora y amiga: **Claudia Uribe**, porque a lo largo de estos meses se preocupó en hacer de este trabajo lo más provechoso posible, tanto para mí como para la empresa. Por poder contar contigo para lo que sea, porque eres un ser humano realmente especial.

A todos los que pertenecen al Dpto Técnico y otras áreas de la empresa: Angel, Claret, Richard, Doymar, Ing. Dulce, José Polanco, Mileydis, Maritza y **Piñango,** por hacer de mi estadía unos meses muy agradables, por preocuparse y colaborar conmigo en todo momento y por ser de una calidad humana excelente. Por favor no cambien, ni permitan que otros los hagan cambiar. Y a todos los que de alguna manera aportaron en el desarrollo de este trabajo.

DEDICATORIA

A mis padres porque sin ustedes esta dedicatoria no existiera ni tendría sentido.

A mis hermanos: porque el esfuerzo ha sido de todos. Pronto sentirán lo mismo que yo.

A mis amigos: Adri, Bárbara, César, Jesús, Juan Carlos (Chino), Guillermo (Memo) y Carolina, que aparte de dedicarles les agradezco el estar conmigo en las buenas y malas. Y a todos con los que he compartido muchos y/o pocos momentos que por razones de espacio no puedo nombrar.

A mi novio Daniel: porque has logrado convertirte en alguien especial y muy importante para mí. Te quiero mucho!

A mi sobrina: Jennifer, mi gorda, pronto estarás igual...... solo propóntelo!!

INDICE GENERAL

INTRODUCCION	I
CAPÍTULO I. OBJETIVOS	
I.1.1 Objetivo General	3
.1.2 Objetivos Específicos	
CAPÍTULO II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	
II.1.1 Polímero	4
II.1.2 Clasificación de los Polímeros según sus propiedades físicas	5
II.1.3 Polimerización	5
II.1.4 Métodos de Polimerización	6
II.1.5 PVC. Propiedades	9
II.1.6 Aplicaciones del PVC	10
II.1.7 Efecto de las propiedades de la resina sobre el procesamiento	
II.1.7.1 Densidad Aparente	12
II.1.7.2 Valor	13
II.1.7.3 Porosidad	14
II.1.7.4 Forma, tamaño, distribución y morfología de la partícula	15
II.1.7.5 Contaminantes en la granulometría	16
II.1.7.6 Estabilidad Térmica (ETD)	17
II.1.7.7 Contaminantes totales de resina PVC por el método	20
del disco prensado	
II.1.8 Aditivos	
II.1.8.1 Clasificación de los Aditivos	21
II.1.8.1.1 Aditivos que evitan o previenen la degradación del polímero	21
II.1.8.1.2 Aditivos que mejoran la procesabilidad del polímero	24
II.1.8.1.3 Aditivos que modifican las propiedades de superficie	26
II.1.8.1.4 Aditivos que modifican las propiedades ópticas	26
II.1.8.1.5 Aditivos que modifican las propiedades mecánicas	27
II.1.8.1.6 Otros Aditivos	30
II.1.9 Principios básicos para formular PVC	31

II.1.10 Ensayos Determinantes para Compuestos con Resinas de PVC 3		
II.1.10.1 Ensayos Tensiles		
II.1.10.2 Ensayos de Dureza		
II.1.11 Algunos Procesos de Moldeo para Compuestos de Resinas de	35	
Poli(cloruro de vinilo) PVC		
CAPÍTULO III. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL		
III.1 Estudio de la Materia Prima	38	
Apariencia	38	
Determinación del Valor K	38	
Densidad Aparente	41	
Contaminación en Banda	42	
Granulometría	43	
Absorción de Plastificante	45	
Estabilidad Térmica Dinámica		
Prueba de contaminación por el método del disco prensado.	48	
III.2 Formulación Piloto en el Laboratorio	51	
Peso	52	
Dureza	52	
Brillo	54	
Estabilidad Dimensional	56	
Resistencia a la Tensión y Elongación	57	
Rasgado	60	
III.3 Producto Terminado en el Proceso de Calandrado	61	
CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN		
IV.1. Resina de PVC. Obtención Producto Rígido	64	
IV.2. Resina de PVC. Obtención Producto Plastificado	80	
CAPÍTULO V. CONCLUSIONES	92	
CAPÍTULO VI. RECOMENDACIONES	94	
GLOSARIO	95	
BIBLIOGRAFÍA	98	

INDICE DE TABLAS

Tabla II.1 Efecto del valor K sobre la temperatura de fusion de las particulas	14
de PVC.	
Tabla II.2. Resumen del efecto de las principales propiedades del PVC sobre	20
los compuestos y procesabilidad.	
Tabla II.3 Resumen de aditivos utilizados en formulaciones de PVC	31
Tabla III.1 Identificación de lotes de resinas seleccionados	38
Tabla III.2 Condiciones de operación de máquina para prueba de resistencia a	58
la tensión y elongación	
Tabla III.3 Identificación de Mezclas para producto Rígido	62
Tabla III.4 Identificación de Mezclas para producto Plastificado	62
Tabla IV.1 Ensayos realizados a Resina Importada de Valor K 57	64
Tabla IV.2 Detalles del tipo de contaminación de la resina Importada de	65
valor K 57	
Tabla IV.3 Estabilidad Térmica de la Resina Importada de Valor K 57	65
Tabla IV.4 Ensayos realizados a Resina Nacional de Valor K 57	67
Tabla IV.5 Detalles del tipo de contaminación de la Resina Nacional de	67
valor K 57	
Tabla IV.6 Estabilidad Térmica de la Resina Nacional de Valor K 57	68
Tabla IV.7 Ensayos a materia prima de Valor K 57 (tabla Comparativa)	69
Tabla IV.8 Comparación de los tipos de contaminación para Resina de	69
Valor K 57 Nacional e Importada	
Tabla IV.9 Comparación de Valores de Estabilidad Térmica para Resina de	69
Valor K 57 Nacional e importada	
Tabla IV.10 Resultado de ensayos a productos de laboratorio de resina valor K 57 (Tabla Comparativa)	71
Tabla IV.11 Resultado de Ensayos realizados a Producto de Calandrado	72
para Resina de Valor K 57 Nacional e importada	
Tabla IV.12 Condiciones de Operación del Ensayo realizado en planta.	73
Obtención del Producto Rígido	

Tabla IV.13	3 Condiciones de Operación del Ensayo realizado en planta.	
Obtención de	l Producto Rígido (Continuación)	
Tabla IV.14	Ensayos realizados a Resina Importada de Valor K 67	80
Tabla IV.15	Detalles del tipo de contaminación de la resina Importada de	80
valor K 57		
Tabla IV.16	Estabilidad Térmica de la Resina Importada de Valor K 67	80
Tabla IV.17	Ensayos realizados a Resina Nacional de Valor K 67	81
Tabla IV.18	Detalles del tipo de contaminación de la resina Nacional de	81
valor K 67		
Tabla IV.19	Estabilidad Térmica de la Resina Importada de Valor K 67	81
Tabla IV.20	Ensayos a materia prima de Valor K 67 (Tabla Comparativa)	82
Tabla IV.21	Comparación de los tipos de contaminación para Resina de	82
Valor K 67	Nacional e Importada	
Tabla IV.22	Comparación de Valores de Estabilidad Térmica para Resina	83
de Valor K 6	7 Nacional e importada	
Tabla IV.23 K 67 (Tabla 0	Resultado de ensayos a productos de laboratorio de resina valor Comparativa)	85
•	Resultado de Ensayos realizados a Producto de Calandrado	86
para Resina d	le Valor K 67 Nacional e importada	
Tabla IV.25	Condiciones de Operación del Ensayo realizado en planta.	87
Obtención de	l Producto Plastificado	
Tabla IV.26	Condiciones de Operación del Ensayo realizado en planta.	88
Obtención de	l Producto Plastificado (Continuación)	

INDICE DE FIGURAS

Figura II.1 Proceso de Producción PVC Suspensión	7
Figura II.2 Curva de fusión y tiempo de degradación de una formulación de	19
PVC rígido	
Figura II.3 Reglas para formular PVC	32
Figura II.4 Curva Esfuerzo-Deformación de un compuesto de PVC	34
Figura III.1 Bandeja Vibratoria. SYNTRON	43
Figura III.2 Tamices de Granulometría.	45
Figura III.3 Prensa. Modelo 30-1010-STMB	50
Figura III.4 Molino de Laboratorio	52
Figura III.5 Durómetro. Modelo 471	54
Figura III.6 Brillómetro. micro-TRI-gloss	56
Figura III.7 Estufa. Marca Precision. Modelo 626	57
Figura III.8 INSTRON. Modelo 1011	59
Figura III.9 Probeta para el rasgado por el método del tongue	60
Figura IV.1 Distribución Granulométrica del Lote 1	66
Figura IV.2 Distribución Granulométrica del Lote 2	66
Figura IV.3 Distribución Granulométrica del Lote 3	68
Figura IV.4 Distribución Granulométrica del Lote 4	83
Figura IV.5 Distribución Granulométrica del Lote 5	84

INTRODUCCIÓN

En nuestros días, la industria del plástico ha incrementado su importancia ya que cada vez es mayor la cantidad de productos que a diario empleamos cuya base en su formulación es el PVC. Esto indica que las empresas que laboran para este tipo de material son beneficiadas, aumentando así la producción y por ende los ingresos. Además las exigencias y competencia del mercado son mayores, originando que la calidad y costo sean puntos claves en el consumo de estos productos.

De ésta manera es muy importante que los proveedores de materias primas originen producto de buena calidad, que cumpla con las especificaciones para así lograr material apto a las condiciones y consumo humano.

Los productos transparentes en PVC, rígido y flexible, que solicita el mercado se importan por su excelente calidad. Hoy en día Polifilm de Venezuela bajo su proceso de **Calandrado** pretende lograr excelentes productos para consolidarse en el mercado nacional e internacional como productor de láminas transparentes de muy alta calidad, para ello necesita un proveedor confiable de resinas **PVC Suspensión** que garanticen beneficios en varios aspectos: logístico, económico, operativo y calidad.

Uno de estos proveedores con los que se inició y consolidó el proceso es manufacturado en el exterior, lo que ha motivado la realización de este Trabajo Especial de Grado, cuyo objetivo es desarrollar esa materia prima con un proveedor nacional con iguales ventajas, además de contar con el servicio técnico de sus instalaciones locales.

Ahora se busca hacer un análisis comparativo experimental entre resinas Nacional e Importadas que nunca se había hecho, homologando pruebas, métodos, mediciones y equipos para asegurar igual desempeño del proceso en busca de un producto que cumpla con los requisitos de calidad a los que el mercado está acostumbrado.

CAPÍTULO I

I.1 OBJETIVOS

I.1.1 OBJETIVO GENERAL.

Lograr un producto de PVC transparente, flexible y/o rígido que cumpla todos los requerimientos de calidad del mercado, en cuya fórmula sea indiferente el uso de resina Nacional o Importada homologadas a las condiciones del proceso.

I.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.

- ❖ Estudiar dos resinas de PVC suspensión bajo los métodos de chequeo implementados por proveedores y por Polifilm de Venezuela, buscando homologarlos entre sí.
- Trabajar formulaciones a nivel de laboratorio que permita reproducir condiciones de proceso a planta mejorando eficiencia, productividad y calidad.
- Conocer analíticamente las ventajas y desventajas de la utilización de cada una de las resinas a nivel productivo y económico para la empresa, equilibrando las necesidades del cliente.

CAPÍTULO II

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

II.1.1Polímero

Son moléculas gigantes que se producen por la unión de cientos de miles de moléculas pequeñas denominadas monómeros que forman enormes cadenas de las formas más diversas, resultantes del proceso de la polimerización. Algunas son lineales y otras poseen ramificaciones, algunas se asemejan a las escaleras de mano y otras son como redes tridimensionales. (1) Los Polímeros, provienen de las palabras griegas Poly y Mers, que significa muchas partes.

Existen polímeros naturales de gran significación comercial como el algodón, formado por fibras de celulosa, la cual se encuentra en la madera y en los tallos de muchas plantas y se emplea para hacer telas y papel; además de otros polímeros naturales muy apreciados como la seda, la lana y el hule. Sin embargo, la mayor parte de los polímeros que usamos en nuestra vida diaria son materiales sintéticos con propiedades y aplicaciones variadas los cuales poseen propiedades mecánicas que originan una excelente resistencia debido a que las grandes cadenas poliméricas se atraen y entrelazan. (2)

Los materiales como el polietileno, PVC, polipropileno y otros que contienen una sola unidad estructural son llamados **homopolímeros**. Estos contienen cantidades menores de irregularidades en los extremos de la cadena así como de ramificaciones.

Si las cadenas están compuestas de dos tipos de unidad del monómero, el material es conocido como **copolímero**. Si tres diferentes monómeros están incorporados en una cadena resulta en **terpolímero**. ⁽¹⁾ Estas combinaciones de monómeros se realizan

para modificar las propiedades de los polímeros y lograr nuevas aplicaciones. Lo que se busca es que cada monómero imparta una de sus propiedades al material final; así, por ejemplo, en el ABS, el acrilonitrilo aporta su resistencia química, el butadieno su flexibilidad y el estireno imparte al material la rigidez que requiera la aplicación particular. Evidentemente al variar las proporciones de los monómeros, también varían las propiedades de los copolímeros, de manera que el proceso de copolimerización permite hasta cierto punto fabricar polímeros a la medida. (3)

II.1.2 Clasificación de los Polímeros según sus Propiedades Físicas

Desde un punto de vista general se puede hablar de tres tipos de polímeros:

- Elastómeros
- Termoplásticos
- Termoestables.

Los *elastómeros* y *termoplásticos* están constituidos por moléculas que forman largas cadenas con poco entrecruzamiento entre sí. Cuando se calientan, se ablandan sin descomposición y pueden ser moldeados.

Los *termoestables* se preparan generalmente a partir de sustancias semifluidas de peso molecular relativamente bajo, las cuales alcanzan, cuando se someten a procesos adecuados, un alto grado de entrecruzamiento molecular formando materiales duros, que funden con descomposición o no funden y son generalmente insolubles en los solventes más usuales. ⁽⁴⁾

II.1.3 Polimerización

La polimerización es un proceso químico mediante el cual se unen varias moléculas de un compuesto, generalmente de carácter no saturado –monómero- para formar una cadena de múltiples eslabones, moléculas de elevado peso molecular llamadas macromoléculas o polímeros.⁽¹⁾ En nuestro caso en particular, el monómero cloruro

de vinilo se transforma en el polímero Poli(cloruro de vinilo) o PVC por el método de suspensión.

II.1.4 Métodos de Polimerización

Hoy en día se conocen cinco diferentes clases de polimerización que se practican en la industria. Los tipos de PVC obtenidos por estos procedimientos se diferencian por sus características y en su posterior transformación. (Variedades del poli (cloruro de vinilo) polimerizadas por métodos análogos pueden mostrar diferencias en sus propiedades, según la forma de conducir la polimerización y su acabado).

Las clases de polimerización son las siguientes: (5)

- Polimerización en suspensión.
- Polimerización en emulsión.
- Polimerización en masa.
- Polimerización en solución.
- Polimerización en precipitación.

Uno de los procesos más utilizados para hacer PVC es vía suspensión, en éste se utiliza iniciadores tipo peróxidos, solubles en el cloruro de vinilo, y se emplea agua como fase continua, el cloruro de vinilo y el polímero que se obtienen de él son insolubles en agua. Entre las ventajas de este proceso se tienen: el polímero formado está prácticamente libre de contaminantes; la fase continua absorbe el calor producido por la polimerización; el polímero es formado directamente en partículas; la separación de las partículas de la fase continua es sencilla debido a su baja afinidad. (6)

Químicamente, la producción del PVC consiste en el encadenamiento o polimerización de moléculas de Cloruro de Vinilo para formar un polímero: el PVC. El mecanismo mas conocido es el sistema por suspensión en medio acuoso.

El proceso de polimerización vía suspensión comienza cargando los reactores con monómero, agua e iniciadores de polimerización. Mediante agitación, presión y temperatura controlada, el monómero reacciona, formando finas partículas de PVC; estas quedan suspendidas en el agua como un producto blanco de aspecto lechoso, que por este motivo se llama "lechada de PVC". Esta es sometida a proceso de desgasificación para remover el cloruro de vinilo que no ha reaccionado. Posteriormente, por acción de centrífugas, gran parte del agua se separa del PVC, formando una pasta blanda y húmeda que se lleva a un secador rotatorio donde, con ayuda de aire caliente, se retira el resto del agua. La corriente resultante se envía a unos ciclones para separar el aire de la resina. El producto se tamiza, proceso que permite seleccionar el tamaño de partícula, antes de ser almacenado en silos para luego ser embalado y empacado. (7)

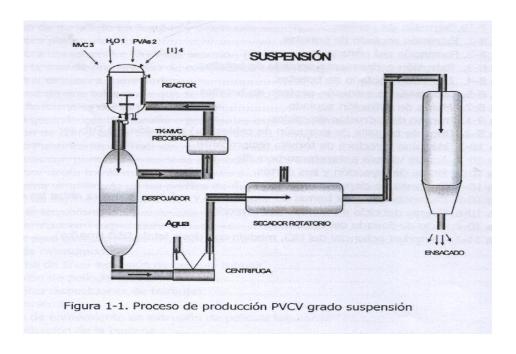


Figura II.1 Proceso de Producción PVC Suspensión (7)

Para reducir la aglomeración de las partículas durante la polimerización; se disuelven en agua una pequeña cantidad de agentes de suspensión tipo alcoholes polivinílicos (CH₂-CHOH)_n, los cuales cubren la superficie de las gotitas de monómeros, evitando la unión entre ellas.

❖ La polimerización en emulsión se da por una mezcla de líquidos insolubles, donde al menos uno de los líquidos se encuentra formando una fase continua o matriz. Los líquidos restantes se encuentran dispersados en gotas dentro de la fase continua las cuales se encuentran rodeadas y estabilizadas por una capa de "Agente Emulsificante".

Entre las ventajas que posee este tipo de polimerización están: la fase continua absorbe el calor producido por la polimerización; el polímero es formado directamente en partículas; se puede utilizar agua como fase continua. Como desventaja se tiene que no es económicamente factible separar el jabón de las partículas de polímero y el producto final todavía posee el jabón utilizado en la polimerización.

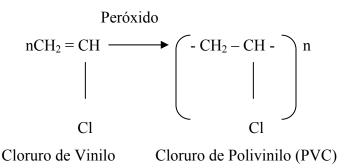
- ❖ La polimerización en Masa utiliza un catalizador o iniciador que se disuelve en el monómero, obteniéndose productos de alta pureza sin necesidad de realizar separaciones. En el caso de plásticos transparentes la calidad es excelente. Se obtiene alta velocidad y grados de polimerización (gran número de unidades repetitivas). Cabe destacar que la baja conductividad térmica del monómero y el polímero dificultan el retiro del calor producido por la polimerización, también la alta viscosidad del polímero formado dificulta el retiro del monómero no convertido.
- ❖ La polimerización en Solución, al igual que el proceso en Masa, emplea un catalizador o iniciador el cual, junto con el monómero, son disueltos en un solvente adecuado, dicho solvente disminuye la viscosidad del medio de reacción. Por lo general las polimerizaciones en Solución se realizan cuando el polímero puede ser vendido directamente en solución (ej. Lacas, barnices, entre otros).

Una desventaja de este proceso es que la concentración del monómero, por ser menor que en los otros procesos, reduce la velocidad y grado de polimerización, además se requiere separar el solvente del polímero formado y esto conlleva a un fuerte aumento en los costos de producción.

II.1.5 PVC (Poli cloruro de vinilo). Propiedades

El nombre genérico PVC describe a una familia de polímeros resultantes de la polimerización del monómero cloruro de vinilo (CH₂=CHCl) por diversos procesos.

La polimerización ocurre de la siguiente manera:



El PVC es un polvo muy fino, de color blanco y totalmente inerte. Es el único material plástico que no es 100% originado del petróleo pues contiene 57% de cloro (derivado del cloreto de sodio-sal de cocina) y 43% de petróleo.

El PVC es resistente a la acción de hongos, bacterias, insectos y roedores; es resistente a la mayoría de los reactivos químicos; buen aislante térmico, además es resistente a impactos (choques).

El PVC es usado en aplicaciones muy variadas, por lo general con una vida útil larga, es reciclable por ser un termoplástico (material que puede ser fundido y luego moldeado varias veces), autoextinguible (al retirarse la fuente de calor, ésta se apaga) y procesable por todas las técnicas para plásticos. Cuando es sometido a altas

temperaturas se descompone gradualmente, en estas condiciones libera pequeñas cantidades de ácido clorhídrico (HCl) que posee olor característico.

Lo que se conoce como PVC en un artículo terminado no es el polímero puro, las resinas de PVC siempre se mezclan con otros productos para producir lo que se denomina como un compuesto de PVC, el cual tiene características necesarias de acuerdo a cada aplicación.

El PVC recibe aditivos que lo vuelven la materia plástica más polivalente que existe. Estos pueden mejorar su resistencia al calor o al frío, a choques o a la luz. Al añadir líquidos orgánicos denominados plastificantes, por ejemplo, el PVC gana gran flexibilidad. A las especificaciones que definen el tipo y la concentración de éste y de otros aditivos para cada tipo de aplicación prevista se les denomina formulación, esto es, que existe una especificación de cantidad y de tipo de aditivo que se debe añadir a la mezcla, dependiendo del producto que se quiera obtener.

El PVC no es biodegradable, característica importante para su utilización en la construcción civil y obras públicas; cuanto más degradable sea un material con pérdida progresiva de una parte de sus características, más limitadas son sus posibilidades de reaprovechamiento.

II.1.6 Aplicaciones del Poli (cloruro de vinilo).

En la actualidad el campo de aplicaciones del PVC es muy amplio y variado y por lo tanto es de una complejidad considerable. A esta situación contribuyen la extensa variedad de aditivos de procesamiento y modificadores de propiedades, que en la transformación del PVC, permiten que los productos terminados presenten propiedades tan diferentes como es el caso de tuberías rígidas comparada con el semicuero de los muebles.

Revisión Bibliográfica

En aplicaciones plastificadas lo esencial es la elevada absorción de plastificante y en este caso se requieren partículas de alta porosidad que permitan una alta y rápida absorción del plastificante.

El poli (cloruro de vinilo) está dentro de los polímeros termoplásticos más versátiles. Su gran ventaja es la variedad de propiedades que posee, las cuales permiten su aplicación tanto en productos rígidos como en artículos flexibles, además, no existe ningún otro polímero que muestre tanta variedad de modificaciones por medio de la plastificación. Sin embargo, todos los polímeros que contienen cloros vinílicos son inestables cuando son sometidos al calor o a la luz, lo que trae como consecuencia cambios en la estructura y propiedades del mismo. (8)

II.1.7 Efecto de las propiedades de la resina sobre el procesamiento.

El PVC presenta una serie de características o propiedades que sirven para conocer, controlar y predecir su comportamiento durante la transformación y desempeño del producto terminado. Entre esas propiedades se encuentran:

- Densidad Aparente.
- ❖ Valor K
- Porosidad.
- Forma, tamaño y distribución de partícula.
- Contaminantes en la granulometría.
- * Estabilidad térmica dinámica (ETD).

Todas estas propiedades producen efectos distintos sobre el procesamiento y sobre los artículos terminados. A continuación se hace una descripción de cada una de ellas.

11

II.1.7.1 Densidad Aparente.

La densidad aparente depende de la porosidad interna, porosidad externa y forma de la partícula. Para resinas de PVC con similar porosidad y forma de la partícula, la densidad aparente incrementa con el tamaño de la partícula, tamaño fino de partículas produce baja densidad aparente y pobres propiedades de flujo.

La resina de PVC, así como otros polvos, contiene una mezcla de espacios vacíos internos y externos. El tamaño y la forma de las partículas, así como los espacios internos, usualmente cambian muy poco durante el transporte y almacenamiento; pero el tamaño y los vacíos externos puede cambiar y hasta desaparecer completamente, con lo cual se producen cambios significativos en la densidad aparente y naturaleza del polvo.

La forma de la partícula permite obtener apreciables incrementos de la densidad aparente, sin sacrificar la porosidad de la resina. El factor de empaquetamiento F, interpretado como la relación entre volumen de las partículas de PVC y el volumen ocupado por dichas partículas, puede tomar valores desde 0.45 (forma muy irregular) hasta 0.60 (forma esférica). La forma esférica del grano de PVC, permite obtener incrementos de la densidad aparente, sin sacrificar la porosidad de la resina.

Las mediciones de densidad aparente son afectadas por las condiciones climáticas y humedad relativa del ambiente. En los meses de invierno, los valores de densidad aparente son más altos que en los meses de verano. El uso de agentes anti-estáticos como la sílica y metanol disminuyen la carga estática y por lo tanto disminuyen las variaciones en la medición de la misma. La densidad aparente del compuesto, se ve afectada por la densidad de la resina, además, por la dosis de aditivos, principalmente la dosis del estabilizante térmico.

Revisión Bibliográfica

La densidad aparente se evalúa según la norma ASTM D1895. Los límites están sujetos a los requisitos de procesabilidad. Al incrementar la densidad aparente de la resina, se requieren, en algunos casos, ajustes adicionales en las condiciones de transformación debido al desmejoramiento de la procesabilidad del compuesto, producido por la disminución de la estabilidad térmica dinámica. Por otra parte, al disminuir la densidad aparente disminuye, en algunos casos, la productividad. (7)

II.1.7.2 Valor K.

Es un parámetro adimensional que da una idea del tamaño de las moléculas de la resina, o lo que es lo mismo, de su peso molecular. Se ha determinado que a mayor peso molecular más alto es el valor K y viceversa, considerando que para resina PVC Suspensión el peso molecular se encuentra en un rango entre 50.000 y 120.000. Normalmente se utiliza el valor K como parámetro (en vez del peso molecular), ya que es más fácil de manejar desde el punto de vista técnico y comercial.

Con el valor K se puede conocer la aplicación que tendrá la resina, es decir, si es para producir: tuberías, botellas, películas, zapatos, entre otros. El valor K determina las propiedades de flujo y térmicas dentro de los equipos de procesamiento y contribuye con el desarrollo de las propiedades mecánicas del producto terminado.

Con las resinas de alto valor K (alto peso molecular) se alcanza:

- Mayor viscosidad y resistencia del fundido.
- * Mayor resistencia a la degradación.
- ❖ Mayor resistencia química y al UV.
- Mayores propiedades mecánicas: resistencia a la tensión, impacto, dureza, entre otros.

En la industria de cables y calzados, se utilizan las resinas con más alto peso molecular (valor K=72) y más alta porosidad (PVC tipo suspensión). Las conexiones, tuberías y láminas (productos rígidos) se fabrican con resina de más bajo valor K: 56

y 67, respectivamente. Estos valores están relacionados con el proceso al cual van a ser sometidas las resinas y con la aplicación a la cual esté diseñada. En la tabla II-1 se muestra el efecto del valor K sobre la temperatura de fusión. ⁽⁷⁾

Tabla II.1 Efecto del valor K sobre la temperatura de fusión de las partículas de PVC. (7)

VALOR K	TEMPERATURA DE FUSIÓN (°C)
58	187
61	191
64	193
66	196
73	199

II.1.7.3 Porosidad.

La porosidad está constituida por los espacios vacíos o huecos (tamaño microscópico) que resultan sobre la superficie de las partículas de PVC desde el mismo momento de su polimerización. Su importancia radica en que facilitan la absorción de los aditivos utilizados para procesar el compuesto e influye directamente en otras propiedades.

Aunque una alta porosidad produce una mejor absorción de los aditivos y, por lo tanto, se mejora la procesabilidad del compuesto, las características físicas y mecánicas del producto terminado dependen, en gran parte, de la buena procesabilidad que haya tenido el compuesto.

La porosidad influye en aplicaciones flexibles ya que para este uso es necesario que absorban muy bien el plastificante utilizado y debido a esto se emplea resina PVC con alto valor K.

Ventajas de las resinas con más alta porosidad:

- Mayor estabilidad térmica.
- Menor tiempo de ciclo.
- Menor torque de fusión y viscosidad aparente.
- Mayor homogeneización del compuesto.

Desventajas de las resinas con más alta porosidad:

- Mayor tiempo de flujo en polvo.
- Menor densidad aparente y compacta.
- ❖ Menor caudal ⁽⁷⁾

II.1.7.4 Forma, tamaño, distribución y morfología de la partícula.

La forma, el tamaño y la distribución de partícula son características que influyen notablemente en el procesamiento del PVC. Granos esféricos presentan la tendencia a una alta densidad aparente; granos deformes contribuyen a la baja densidad aparente.

Por otra parte, el tamaño y distribución de partículas puede tener incidencia sobre:

❖ El comportamiento de flujo del PVC dentro de los silos de almacenamiento, ductos de transporte y equipos de procesamiento ya que el tamaño y distribución de las partículas influyen en su grado de empaquetamiento. Por ejemplo, si se crean taponamientos en la tolva de alimentación de los distintos equipos que se utilizan, se originan discontinuidades en el flujo del material fundido y, por lo tanto, se obtienen productos terminados con pobres propiedades. Partículas en forma esférica, pequeño diámetro, estrecha distribución y baja porosidad favorecen a un alto empaquetamiento.

❖ Cuando las partículas de PVC en un mezclador se calientan, y por consiguiente, las superficies de éstas se ablandan, se pegan unas a otras contra las paredes del equipo de mezclado. Mientras más finas son las partículas mayor es la fricción que se produce y mayor es el calentamiento. El calentamiento que es transferido a las partículas

es dependiente del tamaño de la partícula y del tiempo de contacto; polvos más finos se calientan más rápido que las partículas gruesas.

El alto contenido de partículas finas (> 5% retenido en el tamiz 200 micrones) en el proceso de transformación trae como consecuencia:

- ❖ Alta susceptibilidad a la carga estática.
- ❖ Incremento del área superficial de contacto y por lo tanto la necesidad de lubricidad en aplicaciones rígidas y plastificante en aplicaciones flexibles.
- Fácil fusión.
- ❖ Aparición de puntos oscuros en el producto terminado, debido a que estas partículas permiten una mayor transferencia de calor, en comparación con las partículas más gruesas. ⁽⁷⁾

II.1.7.5 Contaminantes en la granulometría.

Los contaminantes son elementos (puntos amarillos, puntos oscuros, partículas gruesas) que aparecen sobre la resina pura o formulada, debido a diferentes causas, como por ejemplo restos del polímero depositados en las paredes y aspas del reactor, partículas gruesas (>4250 micrones, partículas de resina quemadas, entre otros) o contaminantes externos.

En resinas de PVC la distribución de tamaño de partícula afecta propiedades tales como fluidez de la resina, densidad aparente, absorción de plastificante y tiempo de fusión. Si la distribución de tamaño de partícula se encuentra en un rango amplio,

desde granos gruesos hasta finos, puede afectarse la calidad de la película producida con este material debido a la absorción desigual de plastificante que da origen a algunas imperfecciones, por lo tanto esta distribución debe ser homogénea. Los porcentajes altos en los extremos (gruesos o finos) son causa de problemas de proceso y defectos en la apariencia del producto.

II.1.7.6 Estabilidad Térmica Dinámica (ETD)

Estructuralmente, el PVC debería ser uno de los polímeros con mayor estabilidad térmica; sin embargo, debido a la presencia de defectos en la estructura molecular: dobles enlaces, grupos carbonilos, estructuras cabeza-cabeza, cloros alílicos, se deteriora su resistencia a la estabilidad, por lo cual es obligatorio para su formulación el uso de estabilizantes térmicos.

Para una adecuada protección del compuesto y determinar la mejor manera de medir la estabilidad térmica, conviene detallar el mecanismo de degradación del PVC. Primeramente debe decirse que durante la síntesis del PVC resulta inevitable la aparición de ciertas estructuras inestables, que dan origen a puntos fáciles a ser degradados. Dichas estructuras son las siguientes:

- Típicamente el PVC es un polímero muy lineal, sin embargo, no se descarta la existencia de una pequeña fracción de ramificaciones. Se estima que en las resinas de PVC producidas industrialmente se da hasta un 4% de ramificaciones. En estas ramificaciones inexorablemente se presentan átomos de carbono unidos a otros tres átomos de carbono (motivo por el cual se les suele denominar carbonos terciarios), cuya estabilidad es mucho menor que el resto de átomos de carbono (carbonos secundarios).
- La macromolécula del PVC es en su mayoría una molécula saturada, es decir, unida por enlaces sencillos. Sin embargo, algunas insaturaciones, enlaces dobles, se suelen presentar sobre todo en los extremos. Los átomos de cloro vecinos al doble enlace, denominados estructura allílicas, son supremamente inestables. Se

estima que en las resinas de PVC comerciales cerca de un 60% de los extremos de cadena poseen insaturaciones.

Como consecuencia de las estructuras inestables mencionadas anteriormente, se pueden dar una serie de mecanismos de degradación. Primordialmente para el PVC la descomposición térmica conduce a la liberación de pequeñas cantidades de Acido Clorhídrico, que catalizan la descomposición de más sitios (reacción autocatalítica). Lo anterior tiene dos implicaciones muy importantes: Primero, si no se remueve rápidamente el ácido generado se propicia una mayor velocidad de degradación, además de todos los problemas de corrosión de los equipos. Segundo, cualquier sustencia capaz de capturar el ácido generado tendrá efecto estabilizador. Precisamente, los estabilizadores cumplen una doble función: capturar el ácido generado y reaccionar con los sitios inestables para desactivarlos.

Los indicios de degradación en el PVC se pueden resumir en:

- ❖ Cambio de color del producto procesado: va desde amarillo, pasando por marrón oscuro hasta tomar un color negro. En este punto ocurre la máxima degradación.
 - ❖ Incremento del torque en los equipos de procesamiento.
 - Fuertes olores característicos de ácido clorhídrico.

La estabilidad térmica depende de la tecnología que se utilice para obtener la resina. Se piensa que los defectos estructurales se originan durante la polimerización.

Un gráfico puede darnos una idea de la forma en que ocurre la fusión y degradación del material. En la figura 1-1 se muestra la curva de fusión y tiempo de degradación de un compuesto de PVC rígido. (7)



TIEMPO (min)

Figura II.2 Curva de fusión y tiempo de degradación de una formulación de PVC rígido

Durante la carga del material se produce un incremento del torque (pico de carga), debido a que se obliga al material a entrar en la cámara de mezclado produciéndose una compactación del mismo; durante este proceso el material se calienta transformándose de polvo a fundido viscoso, por lo que se observa un incremento del torque hasta alcanzar un máximo que indica que el proceso de fusión de las partículas de PVC se ha completado (pico de fusión). Luego se produce un descenso del torque, debido a la reducción de la viscosidad del compuesto; el material entonces alcanza una condición de estado-estable, el cual es llamado "flujo estable". Cuando el tiempo de residencia de la temperatura de ensayo y el esfuerzo mecánico sobre el material son los suficientes como para degradar el material, este experimenta un nuevo incremento de la viscosidad (y por ende del torque) debido a la formación de entrecruzamiento de las cadenas poliméricas, los cuales limitan la capacidad del flujo del material. El tiempo que transcurre entre el pico de fusión y el incremento de la viscosidad es un indicativo de la estabilidad inherente del compuesto y se denomina tiempo de estabilidad dinámica o tiempo de estabilización. (7)

II.1.7.7 Contaminaciones totales de resina de PVC por el método de disco prensado.

Este método tiene la finalidad de evaluar las contaminaciones totales presentes en una muestra de resina virgen de PVC cuyo valor K es 57, formando un disco transparente que resulta del prensado del material bajo condiciones controladas, en láminas tipo espejo. Todas las partículas extrañas que quedan suspendidas en el disco son las llamadas contaminaciones. Pueden ser observadas a simple vista, usualmente de color oscuro por lo cual se distinguen de la resina blanca. (9)

A continuación se presenta una tabla resumen del efecto de las propiedades del PVC explicadas anteriormente sobre los compuestos y procesabilidad.

Tabla II.2. Resumen del efecto de las principales propiedades del PVC sobre los compuestos y procesabilidad.

PROPIEDAD	EFECTO
Valor k	Estabilidad térmica, flujo en fundido,
	Propiedades mecánicas: impacto, tensión,
	resistencia en fundido.
Porosidad	Grado de absorción de aditivos.
Granulometría	Transporte de sólidos. Fusión y gelificación.
	Apariencia: puntos oscuros. Estática.
Densidad Aparente	Flujo de material en polvo, grado de fusión,
	capacidad de espumar.
Resistencia Térmica	Procesabilidad: apariencia, mal olor.

Revisión Bibliográfica

II.1.8 Aditivos

Son sustancias que se le agregan al polímero para proteger sus propiedades, modificarlas (sin afectar su estructura molecular) o lograr un determinado desempeño del producto final.

Dentro de los requisitos que debe cumplir un aditivo para incluirlo en una formulación se destacan los siguientes:

- ❖ Buena solubilidad y compatibilidad con el polímero.
- ❖ Baja volatilidad y buena resistencia a la exudación.
- * Resistencia a agentes químicos y extracción acuosa.
- * Resistencia a la degradación térmica.
- ❖ No debe impartir color al producto final.
- ❖ Baja toxicidad o nula.
- * Relación costo beneficio.

II.1.8.1 Clasificación de los aditivos

II.1.8.1.1 Aditivos que evitan o previenen la degradación del polímero.

- * Antioxidantes.
- **Section** Estabilizantes a la luz.
- **Stabilizantes térmicos.**
- . Biocidas.

La degradación se define como cualquier tipo de modificación química de la cadena principal y/o grupos laterales del polímero. Las principales consecuencias de la degradación son: ruptura de cadenas del polímero y entrecruzamiento, decoloración,

endurecimiento de la superficie, pérdida de la transparencia, pérdida de propiedades mecánicas, pérdida del brillo superficial y mal olor.

Entre las principales causas de la degradación se tienen: residuos de catalizadores de polimerización, irregularidades en la cadena (particularmente ramificaciones), carbonos terciarios, temperatura, presencia de oxígeno, agentes químicos, contacto directo con metales.

- Antioxidantes. Son compuestos químicos capaces de interferir con los procesos de degradación física y química por la luz solar. El PVC durante la polimerización o durante el proceso de obtención del producto, puede experimentar ruptura de la cadena carbonada y producir radicales libres. Estos reaccionan inmediatamente con oxígeno y forman hidroperóxidos, los cuales, a su vez, pueden continuar el proceso de ciclo de degradación. Los antioxidantes tienen como función impedir el crecimiento y formación de los radicales libres.
- ❖ Estabilizantes a la luz. Su función es proteger al polímero de la degradación originada por la luz solar. Se utilizan para aplicaciones en las cuales el material está expuesto a fuentes de energía lumínica. Estos pueden ser: Absorbedores de luz UV, atrapadores de radicales libres (fotoantioxidantes).
- ❖ Estabilizantes térmicos. Son aditivos que evitan la degradación del PVC a elevadas temperaturas. Desde el punto de vista de su mecanismo de acción tienen la capacidad de reaccionar con el cloruro de hidrógeno generado durante la degradación; además pueden actuar como bloqueadores de las posiciones reactivas de la cadena de PVC, también interviene en el proceso de descomposición de hidroperóxidos.

Los estabilizantes térmicos más utilizados son los compuestos de estaño que contienen azufre, los carboxilatos de estaño, los compuestos de plomo, estabilizadores metálicos y algunos coestabilizantes. Dentro de todos los

estabilizantes, los compuestos de estaño son los más versátiles en cuanto a su mecanismo de acción y se pueden utilizar en todos los tipos de PVC comerciales.

La buena procesabilidad depende en gran medida de la adecuada selección del paquete de estabilización y sus niveles de uso en la formulación.

Los carboxilatos metálicos se caracterizan por el hecho de que se utilizan en parejas debido a que actúan de manera sinergística. Los más utilizados son los carboxilatos de Cadmio y Zinc (Cd/Zn), los carboxilatos de Cadmio y Bario (Cd/Ba) y los carboxilatos de Calcio y Zinc (Ca/Zn).

Otros estabilizantes térmicos utilizados en el PVC son los componentes de plomo, que se utilizan generalmente para PVC plastificado. Tienen como ventaja que le confieren al material excelentes propiedades eléctricas y son de bajo costo. Sin embargo, son tóxicos, opacos y producen manchas en el material. Se utilizan para recubrimiento de alambres y cables. Sus funciones principales son neutralizar el HCl y sustituir cloros alílicos. (10)

Finalmente, se tienen a los coestabilizantes que tienen como función mejorar la eficiencia de los sistemas compuestos por los estabilizadores antes mencionados. Los más utilizados son los fosfitos orgánicos; sin embargo, se encuentran los compuestos como el aceite de soya epoxidado, los cuales deben ser usados con precaución ya que tienen la capacidad de actuar como plastificantes y tienen un olor desagradable el cual es adquirido por el producto final.

❖ <u>Biocidas.</u> Son aditivos que se utilizan para prevenir la degradación producida por el ataque de microorganismos: bacterias, algas y hongos. El PVC virgen presenta alta resistencia al ataque microbiológico; pero, cuando se preparan compuestos con aditivos susceptibles al ataque microbiológico (con grupos –OH, -CHO), se desmejora esta propiedad. ⁽⁷⁾

II.1.8.1.2 Aditivos que mejoran la procesabilidad del polímero

❖ <u>Lubricantes</u>. Son aditivos que se le agregan a las formulaciones de PVC para incrementar la velocidad de procesamiento o mejorar las propiedades superficiales. Según su efecto se dividen en internos y externos. La escogencia apropiada de los lubricantes es clave para un proceso eficiente y mínimos problemas posteriores en los productos.

Los lubricantes disminuyen la generación de calor de fricción entre los rodillos al producir película delgada. En corridas largas de calibre intermedio evita la exudación o plaste-out ahorrando tiempos de parada y limpieza. En calibres gruesos reducen la oclusión de aire, en los rollos, entre las aberturas de los rodillos.

A pesar de todas las ventajas, un sistema de lubricación mal formulado tiene efectos perjudiciales en el producto final; por ejemplo: puede inhibir el termo sellado, reducir las propiedades de impresión, la estabilidad a la luz o ser un medio nutriente para el crecimiento de hongos.

La mayoría de los lubricantes usados en el PVC rígido son una combinación balanceada de esteres-ceras o polímeros aquilacrilatos. El ácido esteárico y los estearatos orgánicos e inorgánicos se usan como lubricantes externos y las ceras polietilénicas y las parafinas como lubricantes internos.

Internos: son sustancias que tienen buena afinidad con el polímero. Presentan baja afinidad con superficies metálicas, no presentan interacción química con el polímero, son sólidos a temperatura ambiente; además reducen la viscosidad en fundido y disipan el calor. Entre los beneficios prácticos resultantes en el procesamiento están la reducción del riesgo de degradación térmica, rápida y fácil fluidez del material fundido a través de los equipos; fácil y mejor llenado de molde. Cuando se agrega un lubricante, este recubre la superficie de los granos de resina.

Cuando la temperatura aumenta se ablanda el lubricante y penetra en las partículas de PVC, se vuelve más soluble en el polímero. La masa resultante de polímero y lubricante mejorará las características de fluido y fusión y disminuirá la fricción interna; a los aditivos que se comportan de esta manera se les denomina lubricantes internos. (7)

Externos: son sustancias con muy baja solubilidad en el polímero. Ellos exudan parcialmente de la masa, creando una capa de separación entre el polímero y la superficie metálica de la máquina de procesamiento. Se cree que el extremo polar de la molécula de lubricante es fuertemente absorbida a la superficie metálica como para formar una capa estacionaria de moléculas lubricantes que entonces inician la formación de capas multimoleculares. La resistencia del enlace entre la molécula lubricante y la superficie metálica depende de la superficie metálica. Esto determina si la absorción es de naturaleza física o química. Producen una reducción de la fricción externa. No presentan afinidad con el PVC. Son sólidos a temperatura ambiente. (7)

El lubricante puede afectar la transparencia, las propiedades físicas, la resistencia al impacto y a la intemperie y la sellada e impresión del producto final.

El tipo y la cantidad de lubricante está en función de los otros ingredientes del compuesto y de las técnicas de transformación empleadas. En muchos casos la escogencia del lubricante adecuado es una operación de tanteo y error.

❖ Ayudantes de proceso. Son aditivos poliméricos que se utilizan para ayudar el procesamiento del PVC, mediante las siguientes funciones: promoviendo fusión, impartiendo características de lubricación, incrementando la resistencia en fundido.

II.1.8.1.3 Aditivos que modifican las propiedades de superficie.

- ❖ Agentes Antiestáticos. Son aditivos que disminuyen la acumulación de carga estática en la superficie del material. Su mecanismo de acción consiste en migrar a la superficie del polímero, para formar una capa conductora atrayendo humedad y formando una película acuosa. Su eficiencia está determinada por la capacidad de migración y permanencia del aditivo en el polímero.
- ❖ Agentes antibloqueantes. El bloqueo es la tendencia de películas, láminas o recubrimientos a auto adherirse. Los aditivos antibloqueo se agregan al compuesto con el fin de eliminar o reducir estos problemas. El bloqueo puede deberse a las siguientes causas: superficies completamente lisas que mejoran el contacto íntimo en dos materiales; fundido inducido por presión y temperatura en las superficies de contacto; carga estática. Esta propiedad se mide según la norma ASTM D1893. Los aditivos que se utilizan pueden ser orgánicos e inorgánicos. Puede ser de uso externo aplicado a la película o de uso interno incorporado a la fórmula. Generalmente se usan sílicas.

II.1.8.1.4 Aditivos que modifican las propiedades ópticas

- Colorantes
- Abrillantadores ópticos.
- ❖ Colorantes. Son compuestos orgánicos o inorgánicos que se añaden a los plásticos para modificar su apariencia y mejorar la estética del producto final.
- ❖ <u>Abrillantadores ópticos</u>. Son aditivos que mejoran la apariencia del producto final mediante: Mejoramiento en el color inicial del producto, particularmente el mejoramiento de tonalidades amarillas; generación de una apariencia brillante en los artículos de uso final, entre otros.

II.1.8.1.5 Aditivos que modifican las propiedades mecánicas.

- Cargas orgánicas e inorgánicas.
- Modificadores de impacto.
- Plastificantes
- ❖ Cargas. Se adicionan para ajustar costo del producto representando en el aumento de volumen producido pero son materiales sólidos capaces de afectar significativamente ciertas propiedades de un material en cuanto a su constitución físicoquímica, afectan distintas propiedades como: densidad, propiedades tensiles (la mayoría de las cargas incrementan el módulo y la resistencia a la fluencia y disminuyen la elongación a la ruptura), propiedades de impacto (en general incrementan la rigidez, lo que causa disminución de la tenacidad), propiedades térmicas (los polímeros exhiben baja conductividad térmica, pero alto calor específico; la mayoría de las cargas tienen alta conductividad térmica y cerca de la mitad del calor específico de los polímeros). La ventaja es que se produce un rendimiento en la producción y tiempo de ciclo, no afecta las propiedades ópticas (su efecto de pigmento es completamente bajo, porque su índice de refracción es muy cercano al de los polímeros), y en cuanto a la estabilidad se tiene que la presencia de cargas minerales puede reducir drásticamente la estabilidad UV y térmica a largo plazo, dependiendo del tipo de carga.

Las cargas de relleno tienen los siguientes efectos:

- Incremento en densidad, en el módulo (tensión, flexión), en dureza, en la resistencia a la tensión y ruptura.
- Reducción de la dependencia de la temperatura en las propiedades mecánicas.
- * Reducción de costos.
- Mejora en propiedades antibloqueo.

❖ <u>Modificadores de Impacto</u>. Son aquellos aditivos que se le agregan a las formulaciones de PVC rígido para mejorar la resistencia al impacto. Su mecanismo de acción consiste en interrumpir el crecimiento de las grietas que producen la ruptura del material después de un impacto.

Se utilizan en aplicaciones rígidas como botellas, tuberías, película rígida y láminas. En algunas formulaciones para aplicaciones semirígidas se utilizan estos aditivos para mejorar la tenacidad a baja temperatura.

El principio de modificación de la resistencia al impacto está basado en la combinación o mezclado de polímeros de propiedades diferentes en cuanto a flexibilidad para así obtener un material con un amplio espectro de propiedades.

- ❖ <u>Plastificantes</u>. Son sustancias químicas, líquidas, con alto punto de ebullición (mayor a 200°C), que cuando son añadidos al PVC, reducen las interacciones polímero-polímero e incrementan las interacciones polímero-plastificante, con lo cual se favorece la movilidad de las cadenas moleculares y por ende su flexibilidad y estirabilidad. Se incorporan al PVC por dos razones:
 - ❖ Hacer el producto más flexible.
 - * Facilitar el procesamiento.

Una consecuencia inmediata de los plastificantes en la matriz polimérica del PVC es que disminuyen la viscosidad del fundido, la temperatura de transición vítrea y el módulo de elasticidad sin alterar el carácter químico de la resina. Además, tiende a inhibir la degradación térmica durante el procesamiento, incrementa la lubricidad. Algunos de estos aditivos mejoran la estabilidad a la luz; aumentan la resistencia a la corrosión; retardan la ignición.

La acción del plastificante puede ser llevada a cabo a través de dos tipos de plastificación: *interna y externa*. La *plastificación interna* involucra una combinación química del plastificante con la resina por copolimerización, de tal manera que los segmentos rígidos y flexibles no pueden ser separados por extracción, lo que constituye una gran ventaja.

La *plastificación externa*, por su parte, no involucra combinaciones químicas de ningún tipo, por lo que es posible variar el grado de plastificación que se desea alcanzar en el producto; de allí su importancia. Su desventaja es la posible extracción, migración y volatilidad del plastificante.

Las propiedades que ha de poseer un buen plastificante son: (5)

- 1.- Buena compatibilidad con los polímeros.
- 2.- Intenso efecto plastificador.
- 3.- Suficiente estabilidad térmica.
- 4.- Aspecto incoloro y buena solidez a la luz.
- 5.- Escasa volatibilidad.
- 6.- Resistencia a bajas temperaturas.
- 7.- Mínima absorción acuosa.
- 8.- Buen comportamiento eléctrico.

Un plastificante ha de poseer tendencia a disolver el PVC. Si éste no fuera el caso, o solamente en muy pequeña proporción, el plastificante se separará y exudará. Esta incompatibilidad se manifiesta lógicamente también cuando son excesivas las dosis de plastificante con poder disolvente relativamente bajo. La compatibilidad depende de la relación entre los grupos polares y no polares en la molécula del plastificante. Si predominan los grupos no polares (como por ejemplo en los restos alifáticos muy largos) la compatibilidad se reduce fuertemente. (5)

II.1.8.1.6 Otros aditivos

* Retardantes a la llama. Reducen la facilidad en la cual el polímero puede ser quemado y reducen la velocidad a la cual se quema el polímero una vez iniciada la llama.

Son únicamente efectivos en la etapa de ignición y crecimiento de la llama. Actúan limitando alguno o varios elementos del fuego, reduciendo la propagación de la llama. Pueden actuar en la fase sólida o gaseosa, dependiendo de su naturaleza.

- ❖ Agentes Espumantes. Estos aditivos producen gas y con ello generan células en los materiales poliméricos. Se dividen en agentes espumantes: físicos y químicos. Los agentes espumantes físicos producen la célula por cambio de fase, por ejemplo un líquido puede ser volatilizado o un gas disuelto en el polímero. Los agentes espumantes químicos producen gas por la descomposición térmica o por reacción química con otros componentes del sistema polimérico. Dependiendo del tipo, estos aditivos presentan las siguientes características:
 - ❖ Larga estabilidad durante el almacenamiento.
- ❖ Baja toxicidad, olor, color de ambos (el agente de espumante y sus productos de descomposición.
- No presentan efecto sobre la estabilidad y las características del procesamiento del polímero.
 - Habilidad para producir células de tamaño uniforme.

De una manera un poco más sencilla se resume en la siguiente tabla los aditivos más utilizados en la formulación de PVC así como la cantidad o dosis aplicada con mayor frecuencia.

Tabla II.3 Resumen de aditivos utilizados en formulaciones de PVC

ADITIVO	FAMILIAS	DOSIS TÍPICA (phr)	
	Compuestos órgano metálico	0.3-2.0	
Estabilizantes térmicos	Sales metálicas	1.0-3.5	
	Sales de plomo	2.0-6.0	
Lubricantes	Internos	0.5-1.5	
	Externos	0.2-0.6	
Plastificantes	DOP	15-90	
Modificadores de Impacto	ABS, MBS, Acrílicos	5-12	
Ayudantes de Proceso	Acrílicos	0.5-2.5	
Cargas	Carbonato, fibra de madera	5-50	
Colorantes y pigmentos	Dióxido de titanio	0.5-1.0	
Agentes espumantes	Azodicarbonamida	0.2-1.5	
Antiestáticos	Sales de amonio cuaternario	0.2-1.5	
Biocidas	Boratos, compuestos de amonio	0.1-0.7	
Retardantes a la llama y	Trióxido de antimonio		
supresores de humo	Compuestos halogenados,	2.0-5.0	
	Boratos		

II.1.9 Principios básicos para formular PVC

En los principios básicos de cómo formular PVC, se establecen como guía considerar los siguientes elementos:

- Requerimientos de Uso: aplicación exterior, interior, temperatura de uso, en contacto con alimentos.
- Requerimientos de procesamiento: extrusión monotornillo, dobletornillo, inyectora, calandrado, moldeo por compresión, entre otros.

Formular es como armar un rompecabezas, donde cada pieza debe encajar para llegar a un objetivo final.

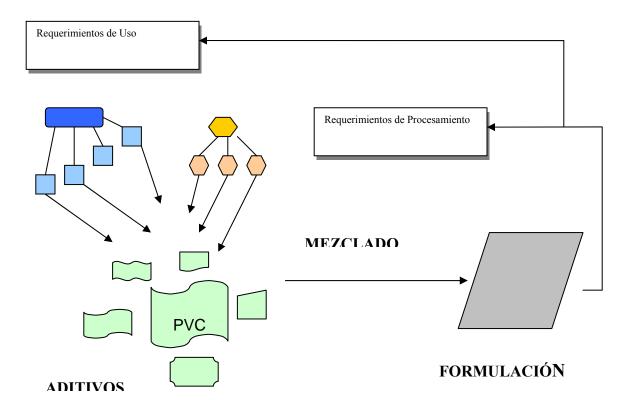


Figura II.3 Reglas para formular PVC

Las propiedades mecánicas son características muy relevantes de los polímeros, ya que determinan, en gran parte, la selección del material para aplicación práctica.

El comportamiento mecánico de los polímeros es una consecuencia de las estructuras microscópicas propias del material. (11)

El comportamiento de los materiales viscoelásticos, depende de los valores relativos de sus componentes viscosas y elásticas, respectivamente. Cuando una muestra de polímero es sometida a un determinado esfuerzo presenta el siguiente comportamiento:

- Una deformación elástica instantánea, debida a la flexión y estiramiento de los enlaces de valencias primarios.
- Una deformación retardada, debido a que la configuración molecular tiende a un nuevo equilibrio asimétrico, todo ello a un estado de tensión orientado o deformado.
- Una deformación sin recuperación, debida a que los segmentos o cadenas de polímeros se deslizan uno sobre los otros. (12)

II.1.10 Ensayos Determinantes para Compuestos con Resinas de PVC

II.1.10.1 Ensayos Tensiles.

Una forma rápida de evaluar las características mecánicas de un material a bajas velocidades de deformación es a través de la acción de un esfuerzo unidireccional a velocidad controlada, generalmente mediante el ensayo de tensión. Con éste método, a diferencia de otros, como por ejemplo el de impacto, es posible evaluar el comportamiento o respuesta mecánica del material con el tiempo a muy bajas velocidades. (13)

Las propiedades tensiles se relacionan con la resistencia del material a soportar fuerzas que tienden a estirarla.

La resistencia a la tracción es la energía que se necesita para producir una deformación irreversible o para producir una fractura en un material sometido a un esfuerzo de estiramiento. Si se trabaja a velocidad constante, una curva esfuerzo-deformación puede proporcionar la siguiente información:

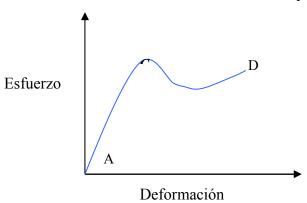


Figura II.4 Curva Esfuerzo-Deformación de un compuesto de PVC (5)

Módulo de elasticidad (región A-B): El límite de elasticidad en polímeros debido a sus características de comportamiento viscoelástico está muy cerca del origen, por lo que la determinación del módulo de elasticidad se realiza en la primera zona de este tramo y se determina como la pendiente de la curva en esta región.

Punto de fluencia (punto C): Es conocido también como límite de fluencia; representa la carga específica a la cual comienza el flujo en frío o estiramiento del material.

Zona de elongación (región C-D): Esta zona define la región de fluencia del frío del material, es decir, la zona de alargamiento (deformación) a esfuerzo prácticamente constante.

Esfuerzo a la ruptura (punto D): Esta región comprende la zona donde el material se encuentra parcialmente orientado. Desde este punto, donde ocurre la rotura del material se obtiene la resistencia a la tracción. El esfuerzo a la ruptura no es más que el esfuerzo al cual se rompe el material.

Porcentaje de elongación: Es la razón entre la variación de la longitud de la muestra, bien sea desde el punto de fluencia o el punto de rotura de la misma y su longitud inicial. (13)

II.1.10.2 Ensayo de Dureza

Determina la resistencia de un material a deformarse permanentemente, es decir, la medida de dureza es la resistencia de un material a la deformación plástica localizada.

La dureza es la propiedad fundamental utilizada para controlar la relación PVC-Plastificante en los productos elaborados, donde una variación en la dureza inicial nos permite detectar una falla en la carga de materias primas en el equipo, lo cual cambia las características del producto. ⁽⁹⁾

II.1.11 Algunos Procesos de Moldeo para Compuestos de Resinas de Poli(cloruro de vinilo) PVC

Las aplicaciones del PVC varían de acuerdo al proceso de transformación al cual se somete la resina y estos procesos a su vez, están determinados en gran parte por las propiedades del flujo del polímero.

Las resinas polimerizadas por suspensión se procesan principalmente, mediante técnicas de extrusión, calandrado, soplado o inyección y las de dispersión mediante las técnicas de recubrimiento, moldeo por inmersión y moldeo rotacional. (14)

A continuación se expondrán los diferentes métodos de fabricación que permiten obtener artículos o formas útiles a partir del poli(cloruro de vinilo).

❖ Extrusión: Es una de las técnicas de transformación más utilizada para convertir el compuesto de PVC en productos comerciales. El proceso consiste en la aplicación de calor, cizalla y presión al PVC en polvo hasta transformarlo desde un material sólido en un material líquido capaz de adoptar una forma definida (cuadrada, circular, anular, entre otros). Básicamente se trata de un proceso en el cual la mezcla de polvo seco o compuesto pasa por un tornillo extrusor giratorio que los comprime,

funde y finalmente lo fuerza a través de un cabezal de conformación, el cual le da la forma requerida y permite obtener piezas en continuo, con secciones transversales, de forma y dimensiones constantes. Ejemplos de productos que se obtienen: cables, perfilería, tubería, mangueras, entre otros.

- ❖ Inyección: es un proceso por carga mediante el cual una resina fundida sometida a presión, se obliga a penetrar en una cavidad refrigerada (molde), en el cual se enfría y al ser extraída conserva la forma de la cavidad. El proceso de inyección también puede definirse como un proceso de extrusión discontinuo, debido a que se detiene temporalmente mientras se llena y se enfría el material en el molde. Con esta técnica se obtienen múltiples artículos como suelas, pisos, envases, ganchos, entre otros.. (15)
- ❖ Método de Calandrado: Es el proceso mediante el cual una masa de resina y sus aditivos es transformada en una lámina continua al pasar por un sistema de rodillos calientes a diferentes velocidades. Se pueden obtener dos tipos de productos: películas y láminas. El calandrado es un laminado rápido de masas cargadas ya calientes y en estado plástico para obtener películas de .06mm hasta .6mm de espesor en dispositivos de 4 rodillos calientes (calandras).Las películas finas de PVC rígido pueden mejorase mediante calandras de estirado; las películas de PVC blando, que se fabrican principalmente por calandrado, pueden pasar por dispositivos de acuñación e impresión o grabado.

El calandrado es otra técnica mediante la que se forman láminas de plástico. Algunos plásticos, y en particular los que tienen una elevada resistencia a la temperatura, requieren procesos de fabricación especiales. Por ejemplo, el politetrafluoretileno tiene una viscosidad de fundición tan alta que debe ser prensado para conseguir la forma deseada, y sinterizado, es decir, expuesto a temperaturas extremadamente altas que convierten el plástico en una masa cohesionada sin necesidad de fundirlo. (9)

❖ Soplado: consiste en introducir en un molde una preforma de material fundido, luego, la misma pasa a una estación de soplado donde se introduce aire a presión por la parte superior del molde, obligando a la resina a plegarse a las paredes del molde y así copiar la forma del mismo. Por este método se obtiene botellas para aceite, vinagre, agua, entre otros. (16)

CAPITULO III

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Este trabajo se llevó a cabo en tres etapas, las cuales serán nombradas y explicadas a continuación.

III.1 ESTUDIO DE LA MATERIA PRIMA.

Los pasos seguidos fueron:

1- Selección de lotes, los cuales están identificados de la siguiente manera:

Tabla III.1 Identificación de Lotes de resinas seleccionados

Tipo de Producto	Resina Importada	ortada Resina Nacional	
Rígido	Lotes 1 y 2	Lote 3	
Plastificado	Lote 4	Lote 5	

y jumbos (cada uno de las partes en las cuales vienen dispuestas las resinas de un mismo lote, en nuestro caso viene en bolsas de 650 y/o 860 Kg dependiendo del proveedor) considerando aquellos lotes en los cuales la existencia fueron mayores y/o hayan presentado algún inconveniente en la producción.

- 2 Toma de muestra de resina PVC Suspensión de cada jumbo. Identificación de las muestras.
- 3 Pruebas técnicas a las muestras de resinas (seguimiento al Plan de Calidad y al Plan de trabajo propuestos). Evaluación de pruebas con el equipo técnico.

Las pruebas realizadas a las muestras fueron:

3.1- **Apariencia.** Una vez tomada la muestra de resina se observó la apariencia y se verificó que cumpliera con la especificación que indica que es un polvo fino, blanco. Si dicha resina poseía estas características, entonces se procedía a continuar con los ensayos. En caso de que presentara otras características se rechazaba para la realización de éste trabajo y en consecuencia la empresa lo consideraba bajo observación para el uso de dicha resina en la elaboración de algún producto.

Esta prueba se realizó una sola vez a cada una de las muestras tomadas.

3.2- Determinación del Valor K.

Es la medida teórica indirecta del valor del peso molecular promedio de la resina de PVC. El objetivo de este ensayo es determinar el valor K de una solución diluída de polímero de cloruro de vinilo.

3.2.1 EQUIPOS Y MATERIALES A UTILIZAR

- ❖ Pipeta volumétrica de 10 ml.
- Propipeta (pera de succión).
- ❖ Balón aforado de 100 ml.
- Cilindro graduado de 100 ml.
- Viscosímetro Ubbelohde.
- Cronómetro.
- ❖ Baño termostático.
- Embudo para filtración al vacío.
- Erlenmeyer para filtración al vacío.
- Plancha de agitación y calentamiento con regulador de temperatura con rango de 25-180 °C.
- Agitador magnético.
- * Termómetro.
- ❖ Balanza analítica con precisión de 0.001 g.

Resina PVC a evaluar.

3.2.2 PROCEDIMIENTO

- ❖ Se pesó 0.5 g de la muestra y se transfirió cuantitativamente a un balón aforado de 100 ml tapado con tapón de vidrio.
- ❖ Se agregó entre 45 y 50 ml de ciclohexanona al frasco, teniendo cuidado que no se formaran grumos. La cantidad de solvente agregado podía variar dentro de los límites estipulados para dar óptima agitación.
- ❖ Se colocó el frasco en la plancha de agitación a 92 °C y se calentó la muestra bajo agitación por un tiempo de una hora. Cabe destacar que de ser necesario se hubiera tomado tiempo adicional para disolver completamente cualquier partícula. La temperatura se mantuvo siempre controlada para minimizar la degradación de la muestra.
- ❖ Se enfrío la muestra por inmersión del frasco en el baño a 25 °C por 30 minutos.
- ❖ Se aforó la mezcla a 100 ml, se mezcló y de ésta solución se filtró 10 ml para posteriormente agregarlos al viscosímetro.
- ❖ Se midió a 25 °C el tiempo de flujo de la solución preparada y el solvente puro en el viscosímetro. Para ello se dejó el viscosímetro por 10 min para temperar a 25 °C y se midió el tiempo de flujo de la solución entre los aforos que se encuentran a los extremos del bulbo superior del viscosímetro.

Esta medición se realizó tres veces para así tomar el promedio de tiempo de flujo, tanto para la solución como del solvente.

El ensayo se realizó por duplicado para cada muestra, considerando que es sólo para aquellas resinas que se emplea en el uso de productos rígidos.

Norma de referencia: COVENIN 1735; COVENIN 1830.

El valor K se determina de la siguiente forma:

$$Vis \cos idadrelativa = \frac{t}{to}$$

Donde:

t: tiempo de flujo de la solución (seg)

to: tiempo de flujo del solvente (seg)

Con el resultado de viscosidad relativa se lee el valor K correspondiente en la tabla anexa. Los resultados duplicados no deben diferir por más de una unidad el valor K

3.3- Densidad Aparente.

Su determinación permite tener idea del tamaño y distribución de las partículas de cada tipo de resina y sirve para el control de uniformidad de estructura de partícula, especialmente importante en el caso de resinas de PVC.

3.3.1 EQUIPOS Y MATERIALES A UTILIZAR

- ❖ Balanza analítica con precisión de 0.01 g
- * Embudo de vidrio.
- Cilindro graduado de 100 ml.
- * Resina PVC a evaluar.

3.3.2 PROCEDIMIENTO

- Se tomó el cilindro graduado y se colocó encima el embudo de vidrio.
 Se pesó y se registró el valor. (W₀)
- Se pesó aproximadamente 75 g de muestra.

❖ Se vertió la muestra a ensayar en el embudo y dejó fluir libremente de manera que cayera en el cilindro.

❖ Se pesó el cilindro con la resina, y se registró el peso. (W₁)

Este ensayo se realizó por duplicado.

Norma de referencia: ASTM D1895

Para determinar la densidad aparente se empleó la siguiente ecuación:

$$DensidadAparente = \frac{(W_1 - Wo)}{100}$$

Donde:

W₁: Masa del cilindro y embudo con la resina. (g)

Wo: Masa del cilindro con el embudo. (g)

100: Capacidad del cilindro (cm³)

3.4- Contaminación en banda.

Es un método que permite medir cuantitativamente las contaminaciones de la resina por medio de un chequeo visual de la misma, sobre una banda vibratoria.

3.4.1 EQUIPOS Y MATERIALES A UTILIZAR

- Bandeja Vibratoria (Syntron).
- ❖ Beaker de 500 ml de vidrio o frasco de vidrio de muestreo.
- Lámpara fluorescente.
- ❖ Beaker de 250 ml.
- ❖ Balanza analítica con precisión de 0.01 g.
- Material a ensayar.

3.4.2 PROCEDIMIENTO

Se pesó en el beaker de 250 ml 100 g de material a ensayar.

- ❖ Se colocó el vaso o beaker de 500 ml en la descarga de la bandeja vibratoria con la finalidad de recoger la muestra.
- Se agregó poco a poco el material a ensayar (la muestra de resina) en la bandeja vibratoria.
- ❖ Se encendió el equipo, regulando la vibración de 4 a 5 en la escala del regulador, de modo que la muestra recorriera la bandeja en un tiempo aproximado de 7 min. En el cual las impurezas pueden ser observadas y cuantificadas.
- * Al finalizar el ensayo se aceptó aquella materia prima que tuvo como máximo diez (10) partículas en 100 g de muestra. En nuestro caso todas cumplieron con dicha especificación, considerando que esas 10 partículas corresponden a una contaminación en particular, la cual es conocida como puntos negros mayor a 120 μm.

Este ensayo se realizó a cada muestra tomada de cada jumbo una sola vez. Norma de referencia: Método propio



Figura III.1 Bandeja Vibratoria. SYNTRON. Modelo CSCR-1B-1

3.5- Granulometría.

Es la medición del tamaño de partículas en un determinado lote de resina por medio de un juego de tamices con diferente tamaño de mallas.

3.5.1 EQUIPOS Y MATERIALES A UTILIZAR

- ❖ Juego de tamices de malla 60, 80, 100, 140, 200 y fondo. Serie USA standard ASTM E 11 de 8 pulg de diámetro.
 - Manguera de aire.
 - **S** Espátula.
 - ❖ Balanza de precisión 0.01 g.
 - Carbón activado.
 - Equipo Fristsch Analysette.
 - Resina PVC a ensayar.

3.5.2 PROCEDIMIENTO.

- Se tomó la serie de tamices de malla 60, 80, 100, 140, 200 μm y fondo y se dejó libre de impurezas con la ayuda de la manguera de aire.
 - ❖ Se pesó cada uno de los tamices y se registró. (W_n)
- ❖ Se colocaron los tamices de manera vertical de menor a mayor número de malla de tal forma que el fondo quede en la parte inferior.
- ❖ Se pesó 30 g de resina de PVC. Posteriormente se añadió 0.3 g de carbón activado y se homogeneizó la mezcla.
- ❖ Se tomó 10 gr de ésta mezcla homogeneizada (Wr) y se pasó al primer tamiz. Se colocó la tapa al juego de tamices y se colocó en el equipo FRISTSCH.
- ❖ Se encendió el equipo rotando el dial del tiempo para que el tamizado sea por 10 minutos.
- ❖ Transcurridos los 10 min. se determinó el peso de resina retenida en cada tamiz (Wt).

Este ensayo se realizó por duplicado para cada muestra de resina.

Norma de referencia: ASTM D 1921-01.



Figura III.2 Tamices de Granulometría.

El porcentaje retenido en cada tamiz se determina empleando la siguiente ecuación:

$$%retenido = \frac{(Wtn - Wn)}{Wr} \times 100$$

Donde:

Wtn: Peso del tamiz más resina retenida en él, incluye el fondo (Wtf) (g)

Wn: Peso del tamiz. (g)

Wr: Peso de la resina (g)

n: Tamiz en el que se está determinando el ensayo

f: Fondo.

3.6- Absorción de plastificante.

Esta prueba nos da un indicio de la porosidad del material y permite predecir su comportamiento en la formulación de la mezcla. Mientras mayor sea la absorción de plastificante, mayor es la porosidad.

3.6.1 EQUIPOS Y MATERIALES A UTILIZAR

❖ Balanza analítica con precisión de 0.01 g.

❖ Beaker de 250 ml.

Cilindro graduado de 50 ml con apreciación de 1 ml.

Sepátula metálica.

Plastificante.

Resina PVC a ensayar.

❖ Papel Kraft.

3.6.2 PROCEDIMIENTO

❖ Se pesó 100 g de resina PVC.

❖ Se agregó 5 ml de plastificante y se mezcló de manera que quedara

homogénea.

❖ Se removió con la espátula una pequeña porción de la mezcla y se frotó

sobre el papel Kraft.

Se incorporó la resina al beaker y se observó si aparecieron manchas en el

papel.

❖ De no aparecer manchas se agregaron 5 ml más de plastificante y se

repitieron los pasos anteriores hasta que faltaban 5 ml para llegar al valor mínimo de

absorción de plastificante para la resina de PVC sujeta al ensayo.

❖ Se continuó adicionando plastificante de 1 ml hasta que se observó una

mancha sobre el papel Kraft proveniente de la absorción de plastificante.

Se tomó nota de la cantidad de plastificante adicionado.

Este ensayo fue realizado a cada una de las muestras de resina PVC

suspensión tomada y se realizó por duplicado a cada muestra.

Norma de referencia: ASTM D-281

46

3.7- Estabilidad Térmica Dinámica.

Se realiza para conocer la sensibilidad térmica de la resina en el tiempo. Ayuda a mejorar la procesabilidad de ésta.

3.7.1 EQUIPOS Y MATERIALES A UTILIZAR

- ❖ Molino de rodillos regulables a (180 ± 3) °C
- ❖ Balanza con precisión de 0.01 g.
- Mezclador.
- Cronómetro o reloj.
- **A** Calibrador.
- Guantes térmicos.
- ❖ Espátula de material resistente al calor y de menor dureza que el material de los rodillos.
- Tijera.
- * Envase con capacidad para la muestra.
- Standard para comparar.
- ❖ Dependiendo del tipo de materia prima a analizar, se requieren los compuestos que se indican en la formulación respectiva.

3.7.2 PROCEDIMIENTO

- ❖ Se pesó cada componente de la mezcla de acuerdo a las formulaciones establecidas.
- ❖ Se mezcló bien para homogeneizar, en una mezcladora durante 20 minutos. Este tiempo puede variar dependiendo del tipo de mezcla.
 - **\Delta** Las condiciones del molino fueron:
 - Temperatura de los rodillos 180 °C.
 - Velocidad de los rodillos 25 rpm.
- ❖ Se colocó una muestra similar a la preparada para el ensayo en los rodillos del molino utilizando guantes térmicos y espátula para desplazarla de un extremo a

otro y se ajustó el calibre de la muestra a 250 µm. Para ello se abrió y cerró el molino según fue el caso y una vez obtenido el calibre se sacó ésta mezcla y se introdujo inmediatamente la mezcla a ensayar.

- Se homogeneizó y se verificó el calibre.
- ❖ Se tomó una muestra de 3x3 cm aprox. y se dejó enfriar a temperatura ambiente. Esta primera muestra representó el tiempo cero (0).
- ❖ Las muestras siguientes se tomaron cada 5 minutos, hasta que el material degradó completamente.

Esta prueba se realizó a cada muestra de resina y se efectuó una sola vez por muestra.

Norma de referencia: COVENIN 1952-82/ DT-ME-008

3.8- Prueba de contaminación por el método del disco prensado.

Se realiza con la finalidad de evaluar las contaminaciones totales presentes en una muestra virgen de PVC de valor K 57 formando un disco bajo condiciones controladas.

3.7.1 EQUIPOS Y MATERIALES A UTILIZAR

- Muestra a evaluar.
- ❖ Mínimo dos (2) placas de 25x25cm, en acero inoxidable, acabado espejo.
- Prensa hidráulica con control de temperatura. (Calentamiento y enfriamiento).
- Guantes resistentes a altas temperaturas.
- **S**Espátula.
- **\Lupa.**
- ❖ Malla Nº 120.
- Mesa para conteo.
- * Regla.
- Vernier.

3.7.2 PROCEDIMIENTO

- Se colocó la prensa bajo las siguientes condiciones:
 - Temperatura de las planchas superior e inferior: 129 °C.
 - Presión en el dial: 25 Ton.
- ❖ Se pesó 80 g de la muestra.
- ❖ Una vez que la prensa se encontrara estable en todas sus condiciones se colocaron las placas y se cerró por un mínimo de dos (2) minutos para que adquiriera las condiciones, utilizando los guantes adecuados para evitar accidentes.
- ❖ Se colocó la muestra pesada en el centro de una de las placas y se presionó suavemente la muestra con la otra placa. Posteriormente se cerró la prensa. En este momento comenzó el conteo del tiempo de calentamiento prensado que corresponden a 5 minutos.
- ❖ Transcurrido el tiempo de calentamiento se llevó a cero el interruptor de calentamiento y se enfrió, abriendo las llaves del agua, permitiendo pasar el agua hasta que la pantalla del controlador de temperatura indicó que se ha llegado a la temperatura ambiente. DURANTE TODO EL PROCESO SE DEJÓ LA PRESIÓN CONSTANTE DE TRABAJO, hasta el final del enfriamiento.
- ❖ Se cerraron las válvulas de agua de enfriamiento, se separaron las planchas y se abrió la prensa. Posteriormente se retiraron las placas. Se deja estabilizada nuevamente la plancha para que quede lista para la elaboración del siguiente disco.
- ❖ Se separó el disco de las placas con la espátula, se tomó el disco y se retiró el borde sin fundir.

Se realizó el conteo total de contaminaciones, con la ayuda de la lupa y la malla 120 µm se contaron los puntos que eran mayores o iguales a 120 µm.

Se realizaron tres (3) discos por cada lote analizado.

Norma de referencia: Método propio.



Figura III.3 Prensa. Modelo 30-1010-STMB.

El número de contaminaciones mayores a 120 µm que se encuentran en cada disco se expresan por 100 g de resina mediante la siguiente fórmula:

Conta min aciones / 100 g dere sin $a = n \times 1.6$

Donde:

n: Número de contaminaciones encontradas en el disco.

1.6: 100/a

a: $\pi x r^2 x p x 1.4$

r: radio promedio zona transparente (cm)

p: Espesor promedio del disco.

1.4: Gravedad específica PVC (g/cm³)

4- Reporte de los resultados.

III.2 FORMULACIÓN PILOTO EN EL LABORATORIO.

- 1.- Preparación de mezclas, esto es, se prepararon las formulaciones seleccionadas con las muestras de resina tomadas, considerando el valor K de la resina respectivo para cada formulación, ya sea rígido o plastificado.
- 2.- Obtención de películas transparentes de rígido y plastificado en el laboratorio con ayuda del molino (Dispositivo de dos rodillos cromados, brillantes que giran en sentido contrario con velocidad y temperatura determinadas).

Es importante que en esta parte del procedimiento se aclare cómo se obtiene una lámina en el laboratorio con la finalidad de tener un poco más de conocimiento y hacer más fácil la explicación de las pruebas siguientes, ya que de dichas láminas se obtuvieron todos los cortes o muestras necesarias para los ensayos. Este método se basa en la simulación del proceso de fabricación de películas plásticas a nivel del laboratorio.

Se prepara la mezcla según la fórmula u orden de producción a evaluar. Se mezcla bien hasta homogeneizar y se verifica el funcionamiento y condiciones de trabajo del molino. Posteriormente se introduce la mezcla entre los rodillos inicialmente a baja velocidad para evitar en lo posible que caiga en la bandeja inferior y en caso de que esto ocurra se debe agregar de nuevo esta cantidad a los rodillos. Al fundir se aumenta la velocidad hasta un límite que permita trabajar sin riesgo. Usando guantes de tela se desplaza la mezcla desde los extremos hacia el centro de los rodillos para lograr homogeneizar lo mejor posible dicha muestra y una vez homogeneizada se lleva al calibre abriendo o cerrando los rodillos según sea el caso y al llegar a la abertura deseada se deja que la muestra abarque el ancho de los rodillos y se saca del molino asegurándose de que éste último quede con los rodillos separados para evitar daños a los mismos, luego se extiende la lámina sobre una superficie plana y se deja enfriar por cinco (5) minutos como mínimo.



Figura III.4 Molino del Laboratorio.

3.- Evaluación del producto obtenido a través de los siguientes métodos de ensayo.

3.1- **Peso.**

3.1.1 EQUIPOS Y MATERIALES A UTILIZAR

- ❖ Balanza analítica con precisión de 0.001 g.
- Material a ensayar.

3.1.2 PROCEDIMIENTO

❖ Se coloca el material a pesar en el centro de la balanza. Se registra el valor.

Esta prueba fue realizada a cada muestra o lo que quiere decir a cada lámina obtenida en el molino.

Norma de referencia: Método propio.

3.2- Dureza.

El objetivo es determinar la resistencia a la penetración de un punzón en materiales plastificados y semirígidos para conocer su dureza.

3.2.1 EQUIPOS Y MATERIALES A UTILIZAR

- Muestra del material a evaluar.
- Molino.
- Cuchilla o piqueta.
- Calibrador Starret con lectura mínima de 0.005 pulgadas.
- Durómetros: Shore Durometer Hardness Type A ASTM 2240 Shore Durometer Hardness Type D ASTM 2240

3.2.2 PROCEDIMIENTO

- Se tomó la muestra del material a ensayar de la siguiente manera:
- Cuando se realizó el ensayo como producto en proceso, es decir, en planta, se tomó una muestra del producto y se prosiguió con la siguiente etapa.
- Cuando se trataba de desarrollos o evaluaciones de productos fuera de proceso, como es el caso del ensayo en el laboratorio: se pesó la fórmula o se utilizó la muestra ya terminada como tal.
- Se fundió la muestra y se elaboró una película en el molino con un espesor de 250 μm.
- ❖ Se cortaron cuadros de 5x5 cm² y se colocaron unos sobre otros hasta obtener un tacón de espesor 236 milésimas de pulgada medidas con un calibrador.
- ❖ Posteriormente se enfrió el material con agua 23 °C haciéndola pasar por entre cada cuadro con el fin de enfriar el material y de facilitar la salida del aire atrapado entre las láminas o cuadros. Luego se colocó la muestra sobre una superficie plana presionando con una pesa cilíndrica para retirar el agua y el aire del interior de las láminas.
- ❖ Se colocó un durómetro (instrumento utilizado para medir la dureza de identación de algunos materiales, el cual tiene un dial indicador de precisión con un resorte calibrado a una precarga conocida que produce una fuerza proporcional y contraria a la resistencia de penetración que pone el material) sobre la muestra en una

posición vertical con el punto del identor (aguja) por lo menos a 12 mm de cualquier extremo del rectángulo y se presiona la aguja sobre la muestra. Para películas blandas se presiona durante 10 seg (durómetro manual Shore A); para películas semirrígidas presiona durante 1 segundo (Shore D) y toma la lectura.

❖ Se realizó cinco (5) mediciones en diferentes puntos de la muestra y se reportó el rango.

Este ensayo fue realizado a todas las láminas obtenidas, lo que quiere decir que se realizó a cada muestra, una vez por muestra.

Dureza Shore: medida que permite determinar la profundidad de penetración del identor (aguja) sobre el material, la cual es transmitida a una escala lineal entre 0

y 100. Norma de referencia: ASTM D-2240-97



Figura III.5 Durómetro. Modelo 471

3.3- Brillo.

Describe o muestra la capacidad que tiene una superficie de reflejar la luz, por lo tanto es un fenómeno óptico y se utiliza a menudo como criterio para evaluar la calidad de un producto, especialmente en aquellos en que la apariencia visual es de gran importancia. El brillo en las películas de PVC calandradas está dado por el acabado y la temperatura de las superficies en contacto y el grado de cocinamiento a que es sometido el material en su procesamiento.

3.3.1 EQUIPOS Y MATERIALES A UTILIZAR

Muestra a evaluar.

Brillómetro micro-TRI-gloss (BYK Gardner)

Lámina negra.

3.3.2 PROCEDIMIENTO

Se tomó una muestra del material a evaluar y se colocó la lámina debajo

del punto en el que se hizo la lectura.

Se calibró el brillómetro (instrumento utilizado para medir el brillo el cual

tiene tres ángulos de iluminación 20, 60 y 85° para poder evaluar toda la variedad de

superficies, desde las más brillantes a las mates así: 20° para superficies muy

brillantes; 60° para superficies de brillos intermedios; 85° para superficies mate) de

acuerdo al manual de procedimiento del equipo.

❖ Se seleccionó el ángulo de incidencia, el cual para los productos que se

evaluaron fue de 20° que corresponde a superficies muy brillantes.

❖ La norma no establece el tamaño de la muestra, generalmente se hace la

lectura en una muestra de aprox. 40 cm de largo por el ancho de la película,

colocando el brillómetro sobre la misma y oprimiendo el botón de operación.

Se realizó 5 lecturas a lo ancho de la muestra, donde el brillómetro mostró

en pantalla el promedio y la desviación estándar de la misma. Se registró el valor.

Esta prueba se hizo a cada muestra, una sola vez, considerando que para una

misma muestra se realizó varias mediciones.

Norma de referencia: ASTM D-2457.

55



Figura III.6 Brillómetro. micro-TRI-gloss (BYK Gardner)

3.4- Estabilidad Dimensional (Encogimiento).

La finalidad es conocer la estabilidad dimensional de las películas plásticas cuando se someten a condiciones específicas de temperatura y tiempo, para así determinar el porcentaje de retracción (encogimiento) debido a tensiones internas generadas durante el proceso.

3.4.1 EQUIPOS Y MATERIALES A UTILIZAR

- Cuchilla o piqueta
- Muestra a evaluar
- **&** Estufa
- * Regla.

3.4.2 PROCEDIMIENTO

- Se graduó la estufa a la temperatura especificada de acuerdo con el material a probar: 105°C para materiales plastificados o 140°C para materiales rígidos.
- ❖ Se tomó una muestra de 20x10cm y se hizo una línea de 10 cm en el centro de la muestra.

- ❖ Se llevó a la estufa colocándola dentro de una carpeta tipo manila y se dejó dentro de la estufa por un tiempo de 15 minutos si era plastificada y 5 minutos si era muestra rígida.
- ❖ Se sacó la muestra y realizó la medición con una regla en los 10 cm marcados en el centro de la muestra, cada milímetro de la regla equivale a 1% de encogimiento.

Esta prueba se realiza una vez para cada producto o para cada lámina obtenida.

Norma de referencia: ASTM D-1204.



Figura III.7 Estufa. Marca Precision. Modelo 626

3.5- Resistencia a la Tensión y Elongación.

Son propiedades mecánicas inherentes al tipo de resina (Valor K). El ensayo consiste en aplicar una carga que se aumenta continuamente hasta que se produce la ruptura de la muestra ensayada.

3.5.1 EQUIPOS Y MATERIALES A UTILIZAR

- * Máquina INSTRON (Dinamómetro).
- ❖ Calibrador Starret con lectura mínima de 0.005 pulgadas.

- ❖ Plantilla de 25,4mm x 200 mm
- Cuchilla o piqueta.
- ❖ Material a ensayar.

3.5.2 PROCEDIMIENTO

- Se cortaron tres (3) muestras en sentido transversal y tres (3) en sentido longitudinal distribuidas a lo ancho del material.
- ❖ Se fijaron las condiciones de la máquina de tal forma que reporte los resultados de tensión en N (Newton) y los de elongación en (%).
- ❖ Se cargaron a la máquina los datos necesarios de las condiciones de acuerdo al tipo de material que se ensayó. Esto es: distancia entre mordazas, velocidad, entre otros, de acuerdo a la siguiente tabla de parámetros.

Tabla III.2 Condiciones de operación de máquina para prueba de resistencia a la tensión y elongación

TIPO DE MATERIAL	VELOCIDAD (mm/min)	SEPARACIÓN ENTRE MORDAZAS (mm)	NORMA ASTM
Materiales con más de			D 882
25 phr de plastificante	500	50	D 002
Materiales rígidos entre			
0 y 5 phr de plastificante	50	100	D 882

- Se accionó la máquina y se reportaron los resultados de la siguiente manera:
- > Presionando los sensores se reporta:
 - -Fuerza máxima de tensión en N.
 - % de elongación a fuerza máxima (%).
 - > Presionando el sensor que dice "BREAK" se lee y se reporta:
 - Fuerza de tensión al momento de la ruptura en N.

- % de elongación al momento de la ruptura (%).

Los resultados se expresan de la siguiente manera:

Para los materiales estudiados la tensión es igual a:

$$\frac{N}{A} = N/mm^2$$

Donde:

N: resultado de tensión reportado por la máquina en Newton

A: Área transversal de la muestra en mm² (espesor x ancho)

Se coloca la muestra y se acciona la máquina. Una vez que se ha roto la muestra se leen los valores. Los valores de elongación se reportan en % el cual es dado directamente por el equipo.

Norma de referencia: ASTM D-882; ASTM D-1682.



Figura III.8 INSTRON. Modelo 1011

3.6- Rasgado.

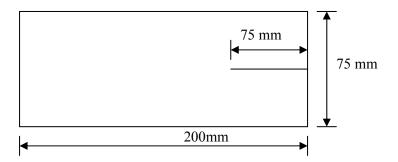
3.6.1 EQUIPOS Y MATERIALES A UTILIZAR

- ❖ Máquina para ensayos mecánicos equipada con un dinamómetro que mide la carga con una apreciación de 0.5% provista de dos (2) mordazas, una fija y otra móvil, que se desplazan a una velocidad constante.
- ♣ Equipo para rasgado con pesos de diferente valor (desde 400 g/f hasta 6400 g/f).
 - Cuchilla o piqueta.
 - Plantilla.
 - ❖ Material a ensayar.

3.6.2 PROCEDIMIENTO.

- ❖ Se calibró el aparato, se ajustó en cero (0) y la escala del sistema registrador, de tal forma que se establece la línea base y la amplitud máxima, los cuales corresponden a dos (2) límites de la escala de medición (0 Kg y 450 Kg).
- ❖ Se cortaron tres (3) muestras en dirección longitudinal y tres (3) en dirección transversal del rollo, lámina o película.
- ❖ Las dimensiones de las muestras tomadas se observan en la siguiente figura.

Figura III.9 Probeta para el rasgado por el método del tongue



- ❖ Se colocó la muestra entre las mordazas de la máquina, teniendo cuidado que la muestra quede centrada.
- ❖ Se separaron las mordazas a una distancia de 75mm, se operó la máquina a una velocidad de 50 mm/min.

La resistencia al rasgado se expresa en g-f y el valor viene dado por el promedio de los resultados obtenidos.

Algunas conversiones de interés

N x 0.225 = lb-f lb-f: libras fuerza N/ 0.009806 = g-f g-f: gramos fuerza

Norma de referencia: DIN-53363; ASTM D-4533; ASTM D-1922; ASTM D-2261.

- 4- En cada muestreo se tomarán los cortes necesarios de las láminas, para realizar los métodos de ensayo correspondientes a las láminas obtenidas en el laboratorio.
 - 5- Reporte de resultados.

III.3 PRODUCTO TERMINADO EN EL PROCESO DE CALANDRADO

En ésta etapa se llevó al proceso de calandrado la formulación seleccionada para cada uno de los productos (Rígido y plastificado) y se trabajó con los mismos lotes con los cuales se realizó todo el estudio anterior (materia prima y laboratorio) y de ésta manera generar un producto que sirva de punto de comparación entre las diferentes etapas (I y II). Estos lotes se utilizaron para elaborar las mezclas que están conformadas de la siguiente manera:

Tabla III.3 Identificación de Mezclas para producto Rígido

Mezcla	Lote (Resina)
M1	Lote 3 (Resina Nacional)
M2	Lote 1 (Resina Importada)
M3	Lote 2 (Resina Importada
M4	Lote 3 (Resina Nacional)

Tabla III.4 Identificación de Mezclas para producto Plastificado

Mezcla	Lote (Resina)		
M1	Lote 4 (Resina Importada)		
M2	Lote 5 (Resina Nacional)		

En esta etapa se siguieron los siguientes pasos:

- 1- Ensayo en proceso Calandrado, considerando las mismas condiciones y formulaciones empleadas en la etapa anterior.
 - 2.- Toma de Datos de Condiciones de Operación.
 - 3.- Selección de muestras de Producto Terminado.
 - 4.- Evaluación de material de acuerdo al Plan de Calidad.
 - 5.- Evaluación de Resultados y Observaciones.

En cada uno de sus niveles se llevaron a cabo las pruebas y mediciones correspondientes a cada plan de calidad implementados por POLIFILM DE VENEZUELA S.A., donde se garantiza el cumplimiento de requisitos necesarios para ser aprobados.

Se comparó el producto obtenido en planta con el de la formulación piloto y además se verificó con los resultados de la materia prima. Una vez obtenido el producto se procedió al análisis comparativo entre la materia prima, producto de laboratorio y producto terminado.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

IV.1. Resina de PVC. Obtención Producto Rígido

Cada lote de resina fue muestreado por jumbos y evaluadas sus propiedades más sobresalientes. En las siguientes tablas se presentan resultados por lote que corresponden a la resina PVC Suspensión de Valor K 57.

Tabla IV.1 Ensayos realizados a Resina Importada de Valor K 57

		Resina Importada	
ENSAYOS	ESPECIFICACION	Lote* 1	Lote* 2
Apariencia	Polvo Fino Blanco	OK	OK
Densidad Aparente (g/cc)	0.50 - 0.56	0.55	0.55
Contaminación (banda)	10 ptos/100 g máx	15.00	21.00
Valor K	Valor K 56 - 58		
Granulometría	% Retenido		
M-40	0 Máximo	0.00	0.00
M-60	1.3 Máximo	0.00	0.33
M-80	17 Máximo	4.95	20.06
M-100		20.25	33.83
M-140		59.48	38.65
M-200 + Fondo	15 Máximo	15.24	7.12
Ensayo del Disco	26 ptos/100 g Máx	16	6

^{*}La palabra lote corresponde a la identificación de la resina

Podemos observar en la tabla que los valores de cada uno de los ensayos realizados a los lotes de resina importada se encuentran dentro de los parámetros de especificación requeridos. Sin embargo para el lote 1, el valor del ensayo de granulometría que corresponde al valor de malla 200 se encuentra fuera de la especificación indicándonos una mayor cantidad de partículas para ese tamaño. De igual manera para el lote 2 se observa una mayor cantidad de partículas de tamaño de malla 80.

En la tabla IV.2 se muestran los tipos de contaminación para cada uno de los lotes de resina importada donde se destaca el número de puntos amarillos, los cuales no afectan de manera considerable la apariencia del producto final y el número de puntos negros cuyos valores pueden ser considerados aceptables.

Tabla IV.2 Detalles del tipo de contaminación de la resina Importada de valor K 57

Contaminación en banda	Resina Importada	
Detalle del tipo de cont	Lote 1	Lote 2
Puntos Amarillos	2	6
Puntos Negros<120	5	4
Puntos Negros >120	1	1
Fibras	3	4
Otros	5	4

Los resultados de los ensayos de estabilidad térmica, expresada en el tiempo que la resina de PVC resiste altas temperaturas se muestra en la tabla IV.3., donde podemos observar que para ambos lotes de resina importada el tiempo de estabilidad no difieren entre si en gran medida considerando que corresponden a muy buenos valores de tiempo.

Tabla IV.3 Estabilidad Térmica de la Resina Importada de Valor K 57

Estabilidad Térmica	Lote 1	Lote 2
Tiempo (min)	37	42

A continuación se presentan dos gráficos que representan la distribución granulométrica de los lotes correspondientes a la Resina Importada. Estos valores corresponden a promedios por lote, es decir, se promediaron los valores tomados de las muestras que corresponden a un mismo lote. Podemos observar que la mejor

distribución de partícula se encuentra en el lote 2 debido a que posee cantidades similares de partículas de cada uno de los diferentes tamaños, sin embargo el lote 1 presenta mayor cantidad de partículas finas, lo que favorece el procesamiento de la resina.

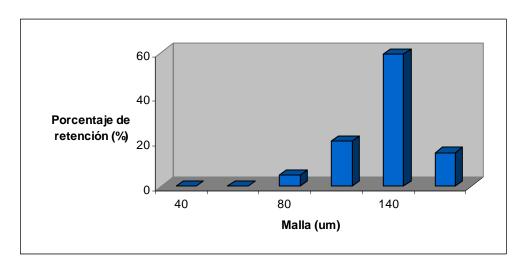
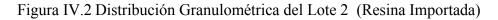
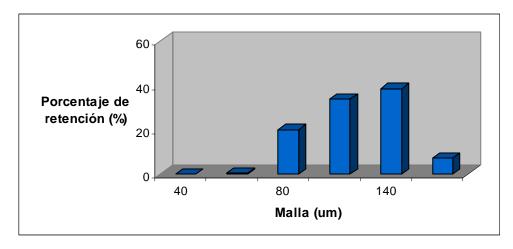


Figura IV.1 Distribución Granulométrica del Lote 1 (Resina Importada)





En las tablas IV.4, IV.5 y IV.6 se especifican los ensayos realizados a la resina de PVC Nacional de valor K 57, los tipos de contaminación y la estabilidad térmica, respectivamente. De manera general los valores de cada ensayo se encuentran dentro de las especificaciones para este tipo de resina. Vale la pena destacar los valores obtenidos para la densidad aparente y la contaminación en banda (Tabla IV.4) que se encuentran por encima de las especificaciones requeridas por la empresa.

Tabla IV.4 Ensayos realizados a Resina Nacional de Valor K 57

		Resina Nacional
ENSAYOS	ESPECIFICACION	Lote 3
Apariencia	Polvo Fino Blanco	OK
Densidad Aparente (g/cc)	0.50 - 0.56	0.57
Contaminación (banda)	10 ptos/100 g máx	46
Valor K	Valor K 56 - 58	57
Granulometría	% Retenido	
M-40	0 Máximo	0.00
M-60	1.3 Máximo	0.00
M-80	17 Máximo	7.93
M-100		23.29
M-140		55.68
M-200 + Fondo	15 Máximo	13.03
Ensayo del Disco	26 ptos/100 g Máx	32

Tabla IV.5 Detalles del tipo de contaminación de la Resina Nacional de valor K 57

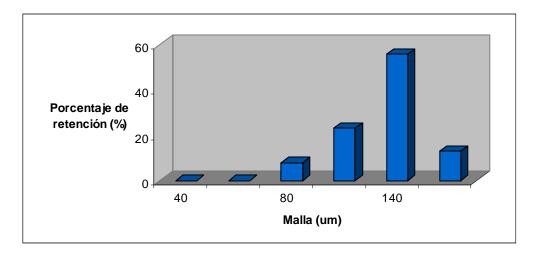
Contaminación en banda	Resina Nacional
Detalle del tipo de cont	Lote 3
Puntos Amarillos	19
Puntos Negros<120	11
Puntos Negros >120	3
Fibras	9
Otros	2

Tabla IV.6 Estabilidad Térmica de la Resina Nacional de Valor K 57

Estabilidad Térmica	Lote 3
Tiempo (min)	29

Los resultados de la granulometría correspondiente al lote 3 pueden mostrarse en la figura IV.3, donde se observa una mayor cantidad de partículas finas (Malla 140).

Figura IV.3 Distribución Granulométrica del Lote 3 (Resina Nacional)



Tomando en consideración que el objetivo principal de este trabajo es realizar una comparación y homologación entre resinas Importada y Nacional, se presentan los resultados obtenidos para cada prueba realizada en ambas resinas de manera de hacer el análisis comparativo de estas.

Tabla IV.7 Ensayos a materia prima de Valor K 57

		Importada		Nacional
ENSAYOS	ESPECIFICACION	Lote 1	Lote 2	Lote 3
Apariencia	Polvo Fino Blanco	OK	OK	OK
Densid Apar (g/cc)	0.50 - 0.56	0.55	0.55	0.57
Contaminación	10 ptos/100 g máx	15.00	21.00	46.00
(banda)				
Valor K	Valor K 56 - 58	-	-	57
Granulometría	% Retenido			
M-40	0 Máximo	0.00	0.00	0.00
M-60	1.3 Máximo	0.00	0.33	0.00
M-80	17 Máximo	4.95	20.06	7.93
M-100		20.25	33.83	23.29
M-140		59.48	38.65	55.68
M-200 + Fondo	15 Máximo	15.24	7.12	13.03
Ensayo del Disco	26 ptos/100 g Máx	16	6	32

Tabla IV.8 Comparación de los tipos de contaminación para Resina de Valor K 57 Nacional e Importada

Contaminación en banda	Importada		Nacional
Detalle del tipo de cont	Lote 1	Lote 2	Lote 3
Puntos Amarillos	2	6	19
Puntos Negros<120	5	4	11
Puntos Negros >120	1	1	3
Fibras	3	4	9
Otros	5	4	2

Tabla IV.9 Comparación de Valores de Estabilidad Térmica para Resina de Valor K
57 Nacional e importada

	Resina	Importada	Resina Nacional
Estabilidad Térmica	Lote 1	Lote 2	Lote 3
Tiempo (min)	37	42	29

Con respecto a los ensayos (Tabla IV.7) puede notarse de manera general que la resina Nacional presenta mayor cantidad de contaminaciones (números de puntos negros y puntos amarillos, ver tabla IV.8) y mayor densidad aparente. En cuanto a la distribución granulométrica se observa que el lote 2 presenta mejor distribución aunque los lotes 1 y 3 poseen mayor cantidad de partículas finas.

Con cada muestra tomada de resina, del lote correspondiente a cada proveedor, se prepararon fórmulas a nivel de laboratorio. Allí se realizan trabajos a escala piloto. Las láminas que se obtienen tan solo dan una idea del producto que puede obtenerse posteriormente en el proceso de Calandrado, del comportamiento que la mezcla llegara a tener en el banco de los rodillos y un estimado de los valores de sus propiedades mecánicas. En cuanto a éste producto que se obtiene en el laboratorio es conveniente acotar que en apariencia no es nada similar al obtenido en el proceso de Calandrado y esto se debe a que trabajar con un solo rodillo no da el acabado que un conjunto de rodillos a una determinada temperatura puede lograr, además del brillo que éste puede proporcionarle. En la tabla siguiente se observa que el brillo no pudo ser medido a nivel de laboratorio, por el contrario, el material resultó opaco.

En la siguiente tabla se muestran los resultados obtenidos a chequeos de cada lámina elaborada.

Tabla IV.10 Resultado de ensayos a productos de laboratorio de resina valor K 57 (Tabla Comparativa)

ENSAYOS	ESPECIFICACION	Láminas con Lote 1	Láminas con Lote 2	Láminas con Lote 3
Calibre	150 ± 6	150 ± 5	145 ± 5	142 ± 5
Dureza	(74± 1) D	-	-	-
Peso	207 ± 8	169 ± 0.001	159 ± 0.001	155 ± 0.001
Brillo		opaco	opaco	opaco
Encogimiento	7% Máx	1 ± 0.1	1 ± 0.1	1 ± 0.1
Tens máx (L) (N/mm ²)		38.5 ± 0.1	37.5 ± 0.1	40.6 ± 0.1
Tens máx (T)		38.1 ± 0.1	37.7 ± 0.1	42.1 ± 0.1
Tens a rupt(L)		12.7 ± 0.1	4.0 ± 0.1	6.3 ± 0.1
Tens a rupt (T)		7.9 ± 0.1	6.3 ± 0.1	21.6 ± 0.1
Elong máx(L)		5.0 ± 0.1	4.7 ± 0.1	5.3 ± 0.1
Elong máx(T)		5.6 ± 0.1	4.8 ± 0.1	5.5 ± 0.1
Elong a rupt(L)		49.2 ± 0.1	38.2 ± 0.1	26.7 ± 0.1
Elong a rupt(T)		16.3 ± 0.1	22.1 ± 0.1	13.8 ± 0.1
Rasgado (L) g-f		146.6 ± 0.1	142.8 ± 0.1	179.3 ± 0.1
Rasgado (T)		157.2 ± 0.1	147.4 ± 0.1	157.3 ± 0.1

Los resultados que se presentan a continuación corresponden a la tercera etapa del trabajo en la cual se obtiene el producto de Calandrado, donde se realizaron mezclas con la resina chequeada en las etapas anteriores.

Tabla IV.11 Resultado de Ensayos realizados a Producto de Calandrado para Resina de Valor K 57 Nacional e importada

Mezcla (M)*	M1	M1	M2	M3	M4
Espesor (µm)					
Lado Aceite	270 ± 5	260 ± 5	257 ± 5	255 ± 5	255 ± 5
Lado Centro	250 ± 5	250 ± 5	255 ± 5	253 ± 5	250 ± 5
Lado Motores	252 ± 5	255 ± 5	255 ± 5	253 ± 5	240 ± 5
Peso (g/m ²)					
Lado Aceite	338 ± 0.001	340 ± 0.001	334 ± 0.001	336 ± 0.001	331 ± 0.001
Lado Centro	335 ± 0.001	336 ± 0.001	335 ± 0.001	332 ± 0.001	330 ± 0.001
Lado Motores	334 ± 0.001	332 ± 0.001	336 ± 0.001	325 ± 0.001	321 ± 0.001
Encogimiento (%)	4 ± 0.1	4 ± 0.1	3 ± 0.1	3 ± 0.1	3 ± 0.1
Brillo Visual (adim)	157 ± 1	155 ± 1	155 ± 1	159 ± 1	160 ± 1
Contaminación	174	134	123	123	156
Tens Máx (L)	45.6 ± 0.1	43.2 ± 0.1	49.3 ± 0.1	50.5 ± 0.1	52.0 ± 0.1
(N/mm^2)					
Tens máx (T)	47.2 ± 0.1	46.9 ± 0.1	46.6 ± 0.1	48.1 ± 0.1	48.9 ± 0.1
Tens a rupt(L)	4.5 ± 0.1	3.8 ± 0.1	11.0 ± 0.1	4.4 ± 0.1	12.6 ± 0.1
Tens a rupt (T)	3.4 ± 0.1	5.1 ± 0.1	8.4 ± 0.1	3.6 ± 0.1	2.1 ± 0.1
Elong máx(L)	7.3 ± 0.1	8.1 ± 0.1	5.1 ± 0.1	5.5 ± 0.1	5.3 ± 0.1
Elong máx(T)	5.2 ± 0.1	5.1 ± 0.1	5.2 ± 0.1	5.1 ± 0.1	5.2 ± 0.1
Elong a rupt(L)	62.3 ± 0.1	61.5 ± 0.1	22.6 ± 0.1	25.9 ± 0.1	25.9 ± 0.1
Elong a rupt(T)	27.8 ± 0.1	26.4 ± 0.1	23.9 ± 0.1	26.9 ± 0.1	24.7 ± 0.1
Rasgado (L)	376.4 ± 0.1	367.1 ± 0.1	378.3 ± 0.1	377.3 ± 0.1	399.8 ± 0.1
Rasgado (T)	409.2 ± 0.1	404.9 ± 0.1	425.2 ± 0.1	403.8 ± 0.1	412.0 ± 0.1

^{*} Las mezclas son identificadas con el número que corresponde al orden en que se realizó el ensayo en Planta.

Existen 2 M1 porque se realizaron chequeos a los rollos con los cuales se inició y terminó la corrida de la mezcla M1, por lo tanto se anotan los valores de ambos.

Las condiciones bajo las cuales operó la máquina (Calandra) durante la producción, se presentan en las siguientes tablas.

M1y M4 corresponden a mezclas elaboradas con resina Nacional; M2 y M3 corresponden a mezclas elaboradas con resina Importada donde M2 se realizó con resina del Lote 1 y M3 con resina del Lote 2.

Tabla IV.12 Condiciones de Operación del Ensayo realizado en planta. Obtención del Producto Rígido

		ond ninares		n Nacional M1		Importada y M3		sina nal M4
	T (°C)	Vel(m/ min)	T (°C)	Vel(m/min)	T (°C)	Vel(m/min)	T (°C)	Vel(m/min)
BUSS								
Tolva del buss						17.4		14.5
Camisa	110		110		110		110	
Tornillo	110		110		110		110	
Molino	130		130		140		142	
RODILLOS								
Calandra 1	194	11.6	193	11.7	194	11.6	185	13.7
Calandra 2	194	12.9	195	13	195	12.9	185	15.9
Calandra 3	201	15.2	201	15.4	195	15.2	202	18
Calandra 4	177	19.5	177	19.7	177	19.5	176	21.1
Halador 1	20	30	20	30.1	20	30	20	30.2
Halador 2	20	28.7	20	28.7	20	28.7	20	29.8
Halador 3-4	90	28.1	90	28.1	30	28.1	20	29.1
Halador 5-7	90	28.1	90	28.1	90	28.1	90	29.1
Halador 8-13	95	28.1	95	28	95	28.2	95	29.3
Take-off 1-2	75	29.2	75	29	75	29.2	75	30.3
Take off 3-4	70	26.7	70	26.5	70	26.7	70	27.7
Atemperado 1-3	70	28.4	70	28.2	70	28.4	70	29.4
Atemperado 4-6	70	27.8	70	27.6	70	27.8	70	28.8
Atemperado 7-9	70	28.2	70	28	70	28.2	70	29.2
Atemperado 10-12	70	28.2	70	28	70	28.2	70	29.3
Atemperado 13-15	60	28.4	60	28.2	60	28.4	60	29.5
Tg	60	28.3	60	28.1	60	28.3	60	29.3

Tabla IV.13 Condiciones de Operación del Ensayo realizado en planta. Obtención del Producto Rígido (Continuación)

	Cond	Resina	Resina Importada
ENROLLADORA	Preliminares	Nacional M1	M2 y M3
Tensión de enrollado	210	210	210
Tensión Punta 1 (%)	20	20	20
Tensión Punta 2 (%)	25	25	20
Presión rod de cont (bar)	1	1	1
Pres cuchilla corte (bar)	1.5	1.5	1.5
Presión rod Danzarin (bar)	2.7	2.8	2.7
Curva de tensión	2	2.8	2
Velocidad de enrroll (m/min)	28	28	28

^{*}Los datos correspondientes a la mezcla 4 (M4) no fueron anotados

Al hacer en análisis comparativo entre la resina Nacional e Importada para el producto rígido obtenido tomaremos en cuenta el tamaño y distribución de partículas la cual se considera una de las propiedades más importante en las condiciones del proceso de calandrado.

Debido a que la distribución de partículas es más homogénea en la resina Importada (Figura IV.2), puede notarse en la Tabla IV.11 que el espesor del producto obtenido de las mezclas M2 y M3 es más homogéneo a lo largo de la película, lo cual es una consecuencia directa de la distribución de las partículas.

Esta propiedad (distribución y tamaño de partículas) está directamente relacionada con otra que se considera muy importante como lo es la densidad aparente, puede notarse en la Tabla IV.7 que la resina Nacional posee mayor densidad aparente y además está fuera de especificación. Esto se debe a que la distribución y tamaño de partículas es menos homogénea y/o menos porosa. Mientras más poroso sea un material menor será su densidad aparente (manteniendo el tamaño de partícula constante), por otra parte si la porosidad de ambos materiales es similar, la densidad

aparente será mayor a medida que el tamaño de partículas sea menor, pues los espacios vacíos entre las partículas son menores.

Al incrementar la densidad aparente de la resina se requieren, dependiendo de los equipos del proceso, ajustes adicionales en las condiciones de operación debido al desmejoramiento de la procesabilidad del compuesto, producido por la tendencia a incrementar el tiempo y torque de fusión y la disminución de la estabilidad térmica dinámica; pero el incremento del caudal, puede compensar con creces los ajustes o modificaciones que haya que efectuar en la máquina para mantener la procesabilidad, calidad del producto final y velocidad de producción más alta.

Un aspecto que se considera muy importante en cualquier tipo de comercialización es la apariencia del producto. En ésta, como en muchas otras empresas, se prevee que sus productos tengan una apariencia aceptable, evitando así consecuencias, como por ejemplo, reclamos y/o devoluciones de material. Es por ello, que se chequean, con los ensayos respectivos, ésta propiedad en cada uno de los productos antes de ser entregados a sus clientes.

En la Tabla IV.11 puede notarse que los valores de brillo son similares. Las películas obtenidas tenían la apariencia muy parecida, puede decirse entonces que el uso de la resina (Nacional o Importada) es indistinto para la obtención del producto rígido de buena apariencia, ajustando las condiciones de operación según las propiedades encontradas en la resina como materia prima.

Comparando los resultados de las Tablas IV.7, IV.8 y IV.11 en el item de contaminaciones presentes en las resinas, puede observarse que los ensayos realizados a esta materia prima predicen las características de apariencia del producto final, ya que es evidente que dichas contaminaciones estarán presentes y afectarán la apariencia del producto. Los resultados de estos ensayos en el producto concuerdan

perfectamente con los de la materia prima donde cabe destacar que en la resina Nacional y su producto, los valores son mayores.

La cantidad de contaminaciones denominados puntos negros, independientemente del tamaño que éste posea, afecta la apariencia del producto final. Lo que se quiere decir es, que en la medida en que estén presentes mayor cantidad de puntos negros es mayor la probabilidad de que el producto se deteriore en el momento de su uso final (termoformado), ya que dichas contaminaciones propician fracturas en el material.

Las propiedades mecánicas en estos productos son importantes en la medida que cumplan la especificación estimada para el uso del producto en procesos posteriores, el termoformado, por ejemplo requiere de una lámina que sea resistente térmica y mecánicamente, a las condiciones impuestas, la garantía de que esto ocurra la da una mezcla muy homogénea (tiempos de mezclado adecuados), bien fundida (temperatura y presión en calandrado) y formulada con los aditivos especificos para aportar resistencia al impacto y facilidad en la fusión del material en proceso, todo esto, permite obtener estabilidad del polímero moldeado lo que se refleja en buena resistencia a la tracción, elongación y rasgado. No se hace un estudio detallado de los resultados correspondientes a estas propiedades ya que no es objetivo fundamental de este trabajo, lo importante es, que dichas propiedades se encuentren dentro de las especificaciones técnicas o de acuerdo al Plan de Calidad. Ver Tabla IV.11.

Las condiciones de operación bajo las cuales se obtuvo el producto Calandrado fueron similares para ambas resinas, por ejemplo, las temperaturas se mantuvieron en las distintas secciones de la Calandra. Esto puede observarse en las Tablas IV.12 y IV.13, donde se indican las características en las cuales operó la máquina durante el proceso de obtención del producto rígido. Más adelante se verá con detalle el efecto de los pequeños cambios de temperatura en el proceso, correspondiente a los cambios de mezcla de resina realizados.

Cuando se realizó el primer cambio de mezclas (M1 a M2), de resina Nacional a Importada, el espesor de película disminuyó, por ende las temperaturas de los rodillos de la Calandra tuvieron que disminuir, esto puede adjudicarse a dos factores: en primer lugar, que la resina Importada posee mayor cantidad de partículas finas que gruesas y su distribución granulométrica es mejor (Ver tabla IV.7) por lo tanto la temperatura necesaria para fundir dichas partículas es menor y, en segundo lugar, se disminuye la temperatura para obtener banco grueso (mayor cantidad de mezcla entre rodillos 3 y 4 de la Calandra) de manera que el calibre aumente.

Como se dijo anteriormente, al primer cambio de resinas realizado el calibre del producto disminuyó y fue necesario abrir un poco más los rodillos, esto también tiene que ver directamente con la uniformidad en el tamaño de las partículas, es decir, es más homogénea la distribución y por ello uno de los parámetros que se ve afectado es el espesor.

De acuerdo a la Tabla IV.7 puede decirse que la granulometría de los lotes 1 y 3 que corresponden a distintos proveedores, tienen una distribución muy similar, siendo que la resina Nacional (Lote 3) cumple con todas las especificaciones. Es por ello, que cuando se realizó el primer cambio de mezclas las condiciones de operación no variaron significativamente, tomando en cuenta que ésta pequeña diferencia de distribución en la granulometría originó un cambio de espesor que se solventó con la abertura de rodillos de la Calandra y la variación de la temperatura. Esto puede aclararse un poco más, observando las figuras IV.1 y IV.3 donde la distribución de las resinas es muy similar, es decir, el porcentaje de desviación en la mayoría de las mallas es menor al 15%.

Cuando se presenta este tipo de problemas y se dan dichas soluciones, generalmente trae consecuencias posteriores. Por ejemplo, en el caso en que fue necesario abrir los

rodillos 3 y 4 de la calandra, los rodillos haladores, (despegan la película de los rodillos de calandra para pasarla a la post calandra donde se enfría la película para ser enrollada), trabajaron a igual velocidad por la evidente fluidez del material, la película se relaja en el proceso y se obtiene que el producto final tenga menor estabilidad dimensional reportada como porcentaje de encogimiento. Tabla IV.11

De los aditivos que usamos en la preparación de los compuestos algunos tienen como objetivo mejorar su procesabilidad y no necesariamente influyen en la calidad del producto final; entre estos podemos mencionar a los estabilizadores de calor que se usan para evitar que se degrade a las temperaturas de procesamiento; los lubricantes, pues sin lubricación el PVC fundido se pegaría a las superficies metálicas calientes del equipo, dando como resultado un mal acabado al producto final. Cuando una mezcla aumenta el tiempo de residencia en el mezclador, estos aditivos se van agotando y por lo tanto dificulta su procesamiento en la máquina. Esto es lo que observamos si comparamos las mezclas 1 y 4 del proceso, realizadas con resina Nacional, (Tabla IV.12), puede observarse que los valores de velocidades tanto de rodillos de Calandra como en otras secciones de la máquina aumentaron, consecuencia directa del hecho de que la segunda mezcla tuvo un tiempo de residencia mucho menor a la primera. La que tuvo más tiempo en el mezclador, pudo disminuir el efecto de sus aditivos (estabilizantes y lubricantes por ejemplo) y esto hace su deslizamiento más lento en la máquina, con mayor probabilidad de cambios de tono y pegues en los rodillos.

Puede decirse entonces, que la variable tiempo de residencia en el mezclador es incidentemente importante en el proceso y debe controlarse.

Ahora bien, en la misma tabla (IV.12) puede notarse que las condiciones bajo las cuales se operó con la resina Importada fueron las mismas para las distintas mezclas (M); no se observa incidencia en cuanto al tiempo de residencia, aún cuando también

hubo diferencia en este parámetro. Esto se debe a que ambos lotes de dicha resina tiene la estabilidad térmica asegurada, por lo tanto el desgaste de aditivos es mínimo y el esfuerzo térmico está garantizado.

El tiempo de residencia, aunque para cada tipo de resina tuvo un valor diferente, no afectó en la apariencia del producto final, es decir, ni siquiera la mezcla que permaneció más tiempo en el mezclador presentó muestras de degradación y tampoco alteró la apariencia del producto. Por lo tanto la estabilidad térmica especificada por el proveedor garantiza el proceso a condiciones normales.

IV.2. Resina de PVC. Obtención Producto Plastificado

En las siguientes tablas se presentan resultados del muestreo realizado por lote, que corresponden a la resina PVC Suspensión cuyo valor K es 67 de la cual se obtienen productos plastificados y posteriormente se presenta el respectivo análisis.

Tabla IV.14 Ensayos realizados a Resina Importada de Valor K 67

		Resina Importada
ENSAYOS	ESPECIFICACION	Lote* 4
Apariencia	Polvo Fino Blanco	OK
Densidad Apar(g/cc)	0.50 - 0.56	0.49
Absorc. de Plastif. (ml)	28 - 36	30
Contamin. Total	10 ptos/100 g máx	19
Valor K	66 - 68	-
Granulometría	% Retenido	
M-40	0 Máximo	0.00
M-60	0.4 Máximo	0.00
M-80	12 Máximo	11.00
M-100		45.00
M-140		37.00
M-200 + Fondo	15 Máximo	6.00

^{*}La palabra lote corresponde a la identificación de la resina

Tabla IV.15 Detalles del tipo de contaminación de la resina Importada de valor K 67

Contaminación en banda	Resina Importada
Detalle del Tipo de Contaminación	Lote 4
Puntos Amarillos	11
Puntos Negros<120	2
Puntos Negros >120	3
Fibras	3

Tabla IV.16 Estabilidad Térmica de la Resina Importada de Valor K 67

Estabilidad Térmica	Lote 4
Tiempo (min)	37

Puede observarse que de manera general se cumple con las especificaciones requeridas, a excepción de propiedades como la densidad aparente cuyo valor es menor a la especificación (Tabla IV.14) y contaminación en banda que excede la cantidad permisible presentando una elevada cantidad en puntos amarillos (Tablas IV.14 y IV.15).

Tabla IV.17 Ensayos realizados a Resina Nacional de Valor K 67

		Resina Nacional
ENSAYOS	ESPECIFICACION	Lote 5
Apariencia	Polvo Fino Blanco	OK
Dens Apar(g/cc)	0.50 - 0.56	0.52
Absorc. de Plastif. (ml)	28 - 36	30
Contamin. Total	10 ptos/100 g máx	18
Valor K	66 - 68	-
Granulometría	% Retenido	
M-40	0 Máximo	0.00
M-60	0.4 Máximo	5.00
M-80	12 Máximo	38.00
M-100		27.00
M-140		27.00
M-200 + Fondo	15 Máximo	3.00

Tabla IV.18 Detalles del tipo de contaminación de la resina Nacional de valor K 67

Contaminación en banda	Resina Nacional
Detalle del Tipo de Contaminación	Lote 5
Puntos Amarillos	4
Puntos Negros<120	9
Puntos Negros >120	1
Fibras	4

Tabla IV.19 Estabilidad Térmica de la Resina Importada de Valor K 67

Estabilidad Térmica	Lote 5	
Tiempo (min)	32	

En las tablas anteriores se presentan resultados de ensayos a resina nacional donde puede observarse que la distribución granulométrica presenta tendencia a las partículas gruesas, estando fuera de especificación las partículas de tamaño 60 y 80 μm. (Tabla IV.17). Al igual que para el producto rígido, las contaminaciones presentes son elevadas presentando mayor cantidad de puntos negros.(Tablas IV.17 y IV.18)

Tabla IV.20 Ensayos a materia prima de Valor K 67

			Nacional
		Importada	
ENSAYOS	ESPECIFICACION	Lote 4	Lote 5
Apariencia	Polvo Fino Blanco	OK	OK
Dens Apar(gr/cc)	0.50 - 0.56	0.49	0.52
Absorc. de Plastif. (ml)	28 - 36	30	30
Contamin. Total	10 ptos/100 g máx	19	18
Valor K	66 – 68	-	-
Granulometría	% Retenido		
M-40	0 Máximo	0.00	0.00
M-60	0.4 Máximo	0.00	5.00
M-80	12 Máximo	11.00	38.00
M-100		45.00	27.00
M-140		37.00	27.00
M-200 + Fondo	15 Máximo	6.00	3.00

Tabla IV.21 Comparación de los tipos de contaminación para Resina de Valor K 67 Nacional e Importada

Contaminación en banda	Resina Importada	Resina Nacional
Detalle del Tipo de Contaminación	Lote 4	Lote 5
Puntos Amarillos	11	4
Puntos Negros<120	2	9
Puntos Negros >120	3	1
Fibras	3	4

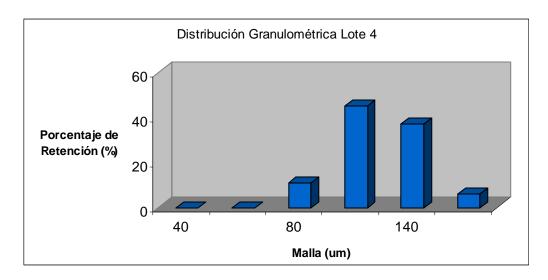
Tabla IV.22 Comparación de Valores de Estabilidad Térmica para Resina de Valor K 67 Nacional e importada

Estabilidad Térmica	Lote 4	Lote 5
Tiempo (min)	37	32

Con respecto a los ensayos (Tabla IV.20) puede notarse de manera general que la resina Importada presenta mayor cantidad de contaminaciones pero sólo de puntos amarillos ya que los puntos negros los presenta mayormente la resina Nacional (Tabla IV.21). De igual forma la resina Nacional posee mayor densidad aparente. En cuanto a la distribución granulométrica se observa que el lote 5 presenta mejor distribución aunque el lote 4 posee mayor cantidad de partículas finas.

Gráficamente puede compararse los resultados obtenidos en la granulometría, para entender un poco más la diferencia que presentan ambos lotes de resina. A continuación, la distribución granulométrica de la resina PVC Suspensión valor K 67 Nacional e Importada.

Figura IV.4 Distribución Granulométrica del Lote 4 (Resina Importada)



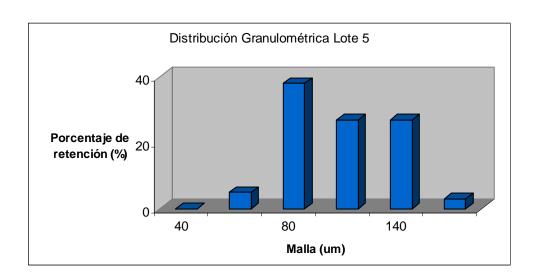


Figura IV.5 Distribución Granulométrica del Lote 5 (Resina Nacional)

Con cada muestra tomada de resina, del lote correspondiente a cada proveedor, se prepararon fórmulas a nivel de laboratorio. En las siguientes tablas se verán los resultados obtenidos a chequeos de cada lámina elaborada.

Tabla IV.23 Resultado de ensayos a productos de laboratorio de resina valor K 67 (Tabla Comparativa)

ENSAYOS	ESPECIFICACION	Láminas con Lote 4	Láminas con Lote 5
Calibre	200 ± 5	196 ± 5	193 ± 5
Dureza	$(61 \pm 1) \mathrm{D}$	61 ± 1	62 ± 1
Peso	260 ± 8	251 ± 0.001	248 ± 0.001
Brillo		Opaco	opaco
Encogimiento	3% Máx	1.5± 0.1	1 ± 0.1
Tens máx (L) (N/mm2)	25 Min.	27.0 ± 0.1	26.4 ± 0.1
Tens máx (T)	25 Min.	27.9 ± 0.1	27.5 ± 0.1
Tens a rupt(L)	20 Min.	22.2	20.8
Tens a rupt (T)	20 Min.	24.0 ± 0.1	24.1 ± 0.1
Elong máx(L)	260 Min.	269.0 ± 0.1	285.0 ± 0.1
Elong máx(T)	300 Min.	375.0 ± 0.1	331.4 ± 0.1
Elong a rupt(L)		314.5 ± 0.1	294.5 ± 0.1
Elong a rupt(T)		310.4 ± 0.1	311.1 ± 0.1
Rasgado (L) g-f	300 Min.	341.6± 0.1	345.8 ± 0.1
Rasgado (T)	340 Min.	349.2 ± 0.1	339.9 ± 0.1

Los resultados que se presentan a continuación corresponden a la tercera etapa del trabajo en la cual se obtiene el producto de Planta, donde se realizaron mezclas con la resina chequeada en las etapas anteriores.

Tabla IV.24 Resultado de Ensayos realizados a Producto de Calandrado para Resina de Valor K 67 Nacional e importada

Mezclas (M)*	M1	M2	M2
Espesor (µm)			
Lado Aceite	102 ± 5	101 ± 5	105 ± 5
Lado Centro	100 ± 5	99 ± 5	104 ± 5
Lado Motores	96 ± 5	100 ± 5	106 ± 5
Peso (g/m ²)			
Lado Aceite	128 ± 0.001	133 ± 0.001	135 ± 0.001
Lado Centro	128 ± 0.001	130 ± 0.001	131 ± 0.001
Lado Motores	119 ± 0.001	132 ± 0.001	137 ± 0.001
Encogimiento (%)	3 ± 0.1	1.5 ± 0.1	3 ± 0.1
Brillo Visual (adim)	75 ± 1	68 ± 0.1	65 ± 0.1
Contaminación	21	10	12
Tens máx (L) (N/mm2)	75.0 ± 0.1	23.0 ± 0.1	19.2 ± 0.1
Tens máx (T)	76.0 ± 0.1	21.8 ± 0.1	20.5
Tens a rupt(L)	-	-	-
Tens a rupt (T)	1	ı	-
Elong máx(L)	212.0 ± 0.1	233.0 ± 0.1	135.0 ± 0.1
Elong máx(T)	270.0 ± 0.1	249.0 ± 0.1	186.7 ± 0.1
Elong a rupt(L)	-	-	-
Elong a rupt(T)	-	-	-
Rasgado (L)	193.8 ± 0.1	122.0 ± 0.1	91.8 ± 0.1
Rasgado (T)	204.0 ± 0.1	112.0 ± 0.1	117.3 ± 0.1

^{*} Las mezclas son identificadas con el número que corresponde al orden en que se realizó el ensayo en Planta.

M1 corresponde a mezclas elaboradas con resina Importada, lote 4; M2 corresponde a mezclas elaboradas con resina Nacional, lote 5.

Tabla IV.25 Condiciones de Operación del Ensayo realizado en planta. Obtención del Producto Plastificado

		mportada M1		Nacional M2		Nacional M2
	T (°C)	Vel(m/min)	T (°C)	Vel(m/min)	T (°C)	Vel(m/min)
BUSS						
Tolva del buss		22				13
Camisa	125		110		120	
Tornillo	125		110		120	80
Molino	145		145		150	
RODILLOS						
Calandra 1	182	19	178	16.8	188	13.1
Calandra 2	182	23	178	18.6	188	16.3
Calandra 3	193	28	200	20.9	203	19.2
Calandra 4	173	31	182	24.9	180	24.1
Halador 1	18	61	17	39.9	15	45.1
Halador 2	18	60	17	39.6	15	43.2
Halador 3-4	19	60	25	39.8	20	43.2
Halador 5-7	19	60	25	39.8	20	43.2
Halador 8-13	19	61	25	39.5	20	43.1
Take-off 1-2	23	60	25	39.6	25	43.9
Take off 3-4	23	60	25	39.7	25	41.3
Atemperado 1-3	23	60	25	37.3	25	42.9
Atemperado 4-6	23	60	25	38.6	23	43.2
Atemperado 7-9	23	60	25	39	25	43.7
Atemperado 10-12	23	61	25	39.8	20	43.8
Atemperado 13-15	23	61	25	40.1	20	43.9
Tg	23	61	25	39.8	20	43.9

Tabla IV.26 Condiciones de Operación del Ensayo realizado en planta. Obtención del Producto Plastificado (Continuación)

ENROLLADORA	Lote 4	Lote 5	Lote 5
Tensión de enrollado	130	155	200
Tensión Punta 1 (%)	10	20	5
Tensión Punta 2 (%)	15	20	5
Presión rod de cont (bar)	0	1	1.1
Pres cuchilla corte (bar)	1	1.3	1.1
Presión rod Danzarin (bar)	1	2.5	1.9
Curva de tensión	1	2	2
Velocidad de enrroll (m/min)	60	40	44

Al igual que en la parte anterior, se busca un análisis comparativo entre la resina Nacional e Importada para el producto plastificado obtenido y tomaremos en cuenta el tamaño y distribución de partículas la cual se considera una de las propiedades más importante en las condiciones del proceso de calandrado.

Si observamos la tabla IV.20 podemos notar que la distribución granulométrica presenta diferencia considerable, siendo la resina Nacional mejor distribuida aún cuando posee mayor cantidad en partículas gruesas (80 µm). Por el contrario la resina Importada (lote 4) presenta mayor cantidad en partículas finas (Fig IV.4 y IV.5), lo que trae como consecuencia que las temperaturas de operación sean menores, debido a que la necesaria para fundir dichas partículas son menores.

En la Tabla IV.20 se puede observar que la densidad aparente de la resina Nacional es mayor, lo que nos conduce a pensar que la velocidad de producción será mayor, pero este no es el caso. No se aprecia aumento de productividad con ésta resina, debido al aumento de temperatura y menor velocidad para fundir las partículas grandes.

A diferencia de los resultados presentados en la sección anterior, correspondientes al producto rígido, en este caso la resina Importada presenta mayor cantidad de contaminaciones (Tabla IV.20) aunque es necesario aclarar, que como se observa en la Tabla IV.21 la resina Nacional sigue presentando mayor cantidad de puntos negros, contaminación que afecta mayormente la apariencia del producto y las propiedades mecánicas.

La resina Importada permite trabajar más rápido debido a su excelente fluidez por los tamaños de partículas más finas, lo cual también se observa en la baja del calibre en la producción (M1), el espesor es más uniforme, es decir, la mezcla se dispersa mejor sobre la superficie de los rodillos y origina una disminución en el espesor y más uniformidad. Ver Tabla IV.24.

Este tamaño y distribución de partículas afectan directamente la apariencia del producto, ya que en el caso de la resina Nacional, la presencia de partículas gruesas ocasionan que durante el proceso éstas atomizen y se formen lluvias de grumos.

Gran parte de los defectos de apariencia se mejoran con el aumento de la temperatura que mejoran el brillo y transparencia de la lámina. En este caso, las temperaturas de M2 son mayores en los rodillos 3 y 4 de Calandra (Tabla IV.25), característica necesaria en la resina Nacional para fundir mejor las partículas gruesas y no ocasionar geles (partículas que no alcanzan a fundir en el procesamiento y se observan en las películas).

En cuanto al comportamiento que presentan cuando se procesa la resina, es decir, el despegue y fluidez en el molino, puede decirse que fue muy similar para ambas. No existe gran diferencia en este aspecto. La manejabilidad que presentaron fue aceptable y apta para considerar el procesamiento de la resina en el proceso de Calandrado.

En el producto terminado puede verse que la mayor cantidad de contaminación, como era de esperarse, la posee el producto proveniente de la mezcla elaborada con resina Importada, destacando lo dicho anteriormente, donde se presentaba mayor cantidad de puntos negros eran en las otras dos.

Se debe reconocer también el interés por parte del proveedor Nacional en el mejoramiento de dicha resina, ya que haciendo un estudio histórico, del año 2003 hasta el presente, puede notarse que la resina ha disminuido en una gran cantidad las contaminaciones, por ejemplo, en el año 2003 la resina presentaba valores entre 60 y 70 contaminaciones que comparándolas con nuestro estudio ha descendido considerablemente. En cambio, la resina Importada ha mantenido la cantidad de contaminaciones (con diferencia entre 5 y 8 %) desde hace 2 años hasta ahora.

Entonces puede decirse que es predecible el comportamiento o los resultados del producto en base al estudio de la materia prima.

Es necesario destacar que en esta etapa, en la producción de plastificado, se emplea *Scrap* (material recuperado del mismo producto) cuya modalidad de trabajo es dada por la misma empresa y escapa a nuestras condiciones. Forma parte de la economía y beneficios de la misma. Dicha adición es controlada en cuanto a cantidad y calidad, es decir, se utiliza solo el scrap proveniente de material aprobado para comercializar.

El cargue de *scrap* se hace más confiable en formulaciones con resina Importada ya que presenta mejor estabilidad térmica dinámica y no se afecta con el aumento de la temperatura por la fricción que ocasiona el *scrap*. Cuando se realiza con resina Nacional debe aumentarse el entonador para disipar el color verdoso que se presenta en el producto final.

Es importante el tiempo de mezclado con este tipo de resinas que necesitan absorber la cantidad de plastificante requerida en la formulación para dar uniformidad a la película obtenida y mejor procesabilidad al compuesto. Aquí juega un papel importante la porosidad que presenta la resina y el valor K de la misma. La porosidad permite la absorción de los aditivos utilizados para procesar el compuesto; aunque las características físicas y mecánicas del producto terminado dependen, en gran parte, de la buena procesabilidad que haya tenido el compuesto. En aplicaciones flexibles se utiliza resina con alto valor K y para hacerlas procesables es necesario que absorban buena parte del plastificante utilizado.

Las formulaciones utilizadas son estándar con los aditivos requeridos al proceso. Esto quiere decir que las formulaciones no afectan las características del producto, es la misma para ambos lotes.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

- ➤ La resina Nacional presenta mayor cantidad de contaminantes denominados puntos negros, que afectan la apariencia del producto final. Esto se da tanto para productos rígidos como para flexibles.
- ➤ La resina Nacional posee mayor cantidad de partículas gruesas que la Importada, lo que ocasiona mayor número de fallas y "lluvia de grumos" en el producto final, debido a la fundición incompleta de éstas partículas durante el procesamiento. Esto además, origina cambios desfavorables en las condiciones de operación de la calandra como por ejemplo, aumento de temperatura en los rodillos, para lograr fundir las partículas más gruesas. Característica que se da en aplicaciones rígida y flexible.
- ➤ La mayor homogeneidad en cuanto al tamaño de partículas en la resina importada permite que esta fluya con mayor facilidad y rapidez a través de los rodillos de la calandra. Esto da origen a una mayor uniformidad en el espesor a lo largo de la película.
- La apariencia general de los productos obtenidos con cada resina es similar. La diferencia de calidad en el caso de producto rígido sólo puede detectarse efectuando el conteo de fallas mientras que para el producto flexible fue evidente que la apariencia del producto con resina Nacional es menos aceptable debido a la presencia de "lluvia de grumos".

- ➤ La estabilidad térmica no se considera variable crítica durante este proceso de calandrado a las condiciones de operación requeridas en el uso de las dos resinas, porque los tiempos de residencia en el mezclador y las temperaturas variaron y aún así el producto obtenido cumple con las especificaciones.
- ➤ El presente estudio permite concluir que es posible predecir las características del producto final mediante la evaluación preliminar de las propiedades de la materia prima.
- ➤ La resina apropiada para obtener un producto de buena calidad, operando con las condiciones necesarias que se ajusten a los requerimientos de la materia prima, corresponde a la resina Importada, aún cuando económicamente sea desfavorable, debido a las implicaciones que esto conlleva.

CAPÍTULO VI

RECOMENDACIONES

- ➤ Notificar estos resultados a los Proveedores de las resinas a objeto de que se busque mejorar la calidad de su(s) producto(s) en cuanto al contenido de contaminantes.
 - ➤ Conociendo las limitaciones y propiedades específicas de cada proveedor de resina deben ajustarse las condiciones de operación a los requerimientos de la misma.

En el caso en que se den cambios de resina, ajustar las condiciones de operación, sabiendo que una requiere menor temperatura que la otra. (La resina Nacional necesita mayor temperatura)

- ➤ Especificar tiempo de mezclado y forma de carga en el proceso de calandrado, con la finalidad de obtener productos con características similares ya que esto proporciona mezclas con iguales propiedades.
- ➤ Implementar en el laboratorio la especificación en el conteo de fallas referente a geles e imperfecciones para tener más datos acerca del impacto del tamaño de partículas de resina.
- ➤ Anticipadamente al cargue del *scrap* en el producto plastificado con resina Nacional, ajustar la cantidad de entonador para garantizar que desde el primer rollo se obtenga el color requerido.
- ➤ Puede disminuirse la cantidad de lubricación cuando se trabaja con resina Importada ya que posee menor densidad aparente y esto contribuye en la procesabilidad del compuesto.

GLOSARIO

Calandrado. Es un proceso continuo que requiere de la alimentación de PVC gelificado y caliente a los rodillos atemperados de la calandra. En ella, hay normalmente cuatro rodillos de distintos tamaños que giran a velocidades ligeramente diferentes para formar láminas de PVC. Estas pueden tratarse mecánicamente ó orientarse por estirado, para producir artículos rígidos o plastificados con bajos espesores.

Coestabilizantes. Es una sustancia que no puede emplearse sola en aplicaciones comerciales, pero puede extender, completar y hacer sinergia para mejorar la estabilidad al calor cuando se usa en combinación con otros estabilizantes.

Compuesto de PVC. Es la combinación de un polímero base (Poli- Cloruro de Vinilo) con otros aditivos u otros polímeros con el fin de lograr un mejor desempeño, tanto en el proceso como en el producto terminado.

Densidad Aparente. Relación de masa de resina por volumen ocupado.

Dinamómetro. Máquina que consta de dos mordazas que tensionan el material y van en sentido contrario con la finalidad de romper el material.

Durómetro. Instrumento utilizado para medir la dureza de identación de algunos materiales, el cual tiene un dial indicador de precisión con un resorte calibrado a una precarga conocida que produce una fuerza proporcional y contraria a la resistencia de penetración que pone el material.

Elongación a la ruptura. Propiedad mecánica que tiene que ver directamente con la cantidad de plastificante que se adiciona. A mayor plastificante adicionado, mayor la elongación.

Estabilizador térmico. Aditivo que se utiliza para evitar la descomposición del PVC a altas temperaturas.

Exudación. Efecto que tienen los aditivos que son incompatibles con el PVC o están sobredosificados, para migrar a la superficie como una capa fina aceitosa.

Granulometría. Medida del tamaño de partículas que tiene la resina.

Jumbos. Cada uno de las partes en las cuales vienen dispuestas las resinas de un mismo lote, en nuestro caso viene en bolsas de 650 y/o 860 Kg dependiendo del proveedor.

Lotes. Identificación que se le da a la resina producida bajo las mismas condiciones y con iguales características.

Plan de Calidad. Conjunto de especificaciones acordadas por cada producto diseñado según los requerimientos del cliente.

Porosidad. Propiedad que poseen los cuerpos de dejar espacios vacíos entre sus moléculas materiales, gracias a lo cual pueden ser comprimidos o dilatados.

Resistencia a la fluencia. Resistencia que ofrece la mezcla a fluir.

Resistencia del fundido. Resistencia que ofrece la mezcla para pasar de estado sólido a líquido viscoso.

Scrap. Material recuperado del mismo producto. Recuperación de las ineficiencias del proceso en línea.

Sinergia. Asosiación de varios aditivos para la producción de un trabajo.

Temperatura de transición Vítrea. Temperatura necesaria para pasar del estado sólido al estado líquido viscoso.

Termoformado. Es el término generalmente utilizado para el proceso de producción de artículos formados a partir de una hoja plana, con ayuda de presión y temperatura. En su forma más elaborada, los productos obtenidos por termoformado pueden alcanzar tolerancias exigentes, detalles bien definidos y especificaciones estrictas.

Tiempo de Ciclo. Tiempo que transcurre entre la carga de la mezcla hasta la fusión de la resina.

Tolva de alimentación. Es el reservorio encargado de la alimentación de la resina a la máquina. Su volumen debe ser proporcional a la capacidad de producción, garantizando, en todo momento, una alimentación constante del producto.

Valor K. Es un valor teórico íntimamente relacionado con el peso molecular promedio que se calcula a partir del valor de la viscosidad de la resina de PVC al 1% en ciclohexanona como solvente y 25 °C.

BIBLIOGRAFÍA

- 1.- POLIMERS. Chemistry and Physics of Modern Materials. New York 1974.
- 2.- www.psrc.usm.edu. Polímeros vinílicos.
- 3.- www.chemedia.com. Polímeros, Hidrocarburos, Tacticidad, Isómeros.
- 4.- www.monografias.com/trabajos14
- 5.- PORTO R., Álvaro. Aditivos y Propiedades de los compuestos rígidos para envases y películas. Petroquímica Colombia. S.A. 1987
- 6.- CARPA. Programa de transformación de Plásticos. **Introducción a los plásticos de alto consumo**. Nivel básico.. Aragua. Septiembre 2004
- 7.- MARTÍNEZ, Rafael. **Técnicas de Transformación y Propiedades del PVC.** Indesca. Septiembre 2004.
- 8.- J. A. BRYDSON. **Plastics Materials.** 4ta Edición. Londres 1999.
- 9.- Métodos de Ensayo. Gerencia Técnica Sistema de Gestión de la Calidad. Polifilm de Venezuela. Octubre 2003.
- 10.- URETA, E. **Estabilizadores térmicos y otros aditivos para PVC.** Editorial Limusa. México 1989.

- 11.- CHARRIER, J..M. Polymeric Materials and Processing; plastics, elastomers and composities. 1991.
- 12.- OGORKIEWIEZ, R. **Termoplásticos. Influencia de los Procesos de transformación en sus propiedades.** Instituto de Plásticos Modernos. Madrid 1969.
- 13.- COLLAR, P. Propiedades y Ensayo de los Materiales Plásticos. Esfuerzos normales. Revista Plásticos Modernos. Nº 475. 1996
- 14.- Modern Plastics. Engineering Handbook. Mc Graw Hill. Inc 1994.
- 15.- FRADOS, Joel. **Plastics Engineering Handbook.** Van Nostrand Reinhold Company. 1976.
- 16.- NIELSEN, L. Mechanical Properties of Polymers and Composities. New York. 1977.