

Proyecto Final

**PROPIEDADES DE IMPACTO
DE POLIPROPILENO Y SUS
MICROCOMPUESTOS PROCESADOS
POR INYECCIÓN**

Gastón Viau

Director: Dra. Patricia FRONTINI

Co-Director: Ing. Matías MARTÍNEZ GAMBA

UNIVERSIDAD NACIONAL DE MAR DEL PLATA

FACULTAD DE INGENIERÍA

Marzo 2009



RINFI se desarrolla en forma conjunta entre el INTEMA y la Biblioteca de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Mar del Plata.

Tiene como objetivo recopilar, organizar, gestionar, difundir y preservar documentos digitales en Ingeniería, Ciencia y Tecnología de Materiales y Ciencias Afines.

A través del Acceso Abierto, se pretende aumentar la visibilidad y el impacto de los resultados de la investigación, asumiendo las políticas y cumpliendo con los protocolos y estándares internacionales para la interoperabilidad entre repositorios



Esta obra está bajo una [Licencia Creative Commons Atribución-
NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/).

INDICE

1.	INTRODUCCION	1
1.1.	Características generales del polipropileno	3
1.1.1.	Polipropileno homopolímero	4
1.1.2.	PP como polímero semi-cristalino	5
1.2.	Moldeo por Inyección	7
1.2.1.	El proceso y las variables principales	8
1.2.2.	Presión en la cavidad	10
1.2.3.	Morfología Skin-Core del PP homopolímero	11
1.3.	Compuestos	12
1.4.	Clasificación de Compuestos	13
1.4.1.	Clasificación basada en el refuerzo	13
1.4.2.	Clasificación basada en el tipo de matriz.	14
1.5.	Compuestos poliméricos	15
1.5.1.	Microcompuestos de PP reforzado con Fibras de vidrio.....	17
1.6.	Método Taguchi	18
1.7.	Análisis de Varianza (ANOVA)	19
1.8.	Referencias	21
2.	OBJETIVO Y ANTECEDENTES	22
2.1.	Objetivo	22
2.2.	Antecedentes	22
2.2.1.	Proyecto Luso-argentino	24
3.	PROCESAMIENTO	26
3.1.	Materiales utilizados	26
3.1.1.	Índice de Fluencia	26
3.1.2.	Calorimetría diferencial de barrido	26
3.1.3.	Determinación del porcentaje de segunda fase.....	28
3.2.	Equipamiento utilizado para el procesamiento	29
3.3.	Molde	30
3.4.	Diseño de experimento	31

3.5.	Puesta a punto del sistema de inyección	33
3.5.1.	Automatización del proceso	33
3.5.2.	Limitaciones del sistema de cierre	35
3.5.3.	Limitaciones del sistema de calentamiento	38
3.5.4.	Problemas asociados al molde	41
3.5.5.	Otros defectos observados	44
3.6.	Representatividad de las piezas inyectadas	45
4.	ANÁLISIS MICROGRÁFICO	48
4.1.	Morfología skin-Core	48
4.2.	Determinación de la longitud las fibras	52
5.	PORCENTAJE DE CRISTALINIDAD	55
5.1.	Análisis del PP homopolímero	55
5.2.	Referencias	56
6.	CARACTERIZACION MECANICA AL IMPACTO	57
6.1.	Descripción del ensayo y el equipamiento	57
6.2.	Resultados obtenidos	58
6.2.1.	Polipropileno homopolímero	58
6.2.2.	Materiales compuestos	63
6.3.	Análisis ANOVA	66
6.4.	Tratamiento térmico de recocido sobre el PP homopolímero	69
6.5.	Fractografías	70
6.5.1.	PP Homopolímero	70
6.5.2.	Compuestos	72
6.6.	Referencias	73
7.	SUMARIO Y CONCLUSIONES	74
7.1.	Sistema de inyección	74
7.2.	Influencia del procesamiento sobre las propiedades mecánicas	74
7.2.1.	Polipropileno	74
7.2.2.	Compuestos	75
7.3.	Perspectivas	76

1. INTRODUCCION

Dentro de los factores que limitan la mayor utilización estructural de los plásticos se destacan los siguientes: fisuración de los mismos, fenómenos de relajamiento, falla por colapso plástico, dependencia del comportamiento con el tiempo y el modo de sollicitación, micromecanismos de fractura y falla, aparición y propagación de las fisuras en el tiempo a causa de las características viscoelásticas de estos materiales, etc. Resulta por ende, muy importante el estudio y comprensión de las propiedades mecánicas, la determinación de los micromecanismos responsables de las fallas, la determinación de la resistencia en impacto y la determinación de las constantes materiales que gobiernan estos procesos.

Los valores de las propiedades mecánicas de los polímeros semicristalinos procesados no dependen solamente de la estructura química, peso molecular, grado de ramificación, fases amorfas y/o cristalinas presentes en el sistema, cargas y refuerzos, sino que resultan también muy afectadas por la morfología inducida por la técnica de transformación utilizada. Dicha morfología se desarrolla bajo condiciones restringidas impuestas por las variables termomecánicas utilizadas durante el procesamiento (tipo de proceso, temperatura, velocidad de flujo y presiones, entre otras).

El moldeo por inyección de termoplásticos constituye una de las tecnologías más importantes en la producción de productos de alta calidad con gran valor agregado. Las dificultades asociadas con este proceso provienen fundamentalmente de la falta de relaciones simples y consistentes entre las condiciones de procesamiento, la geometría de la pieza, las propiedades del material y la calidad del producto final procesado.

Dentro de los polímeros termoplásticos semicristalinos, los polímeros en base a propileno son muy utilizados en aplicaciones tecnológicas como en la industria automotriz, en la producción de envases de alimentos, y en el almacenamiento y transporte de hidrocarburos [1]. Sus propiedades medias llevan a que, dependiendo de la aplicación, sea necesaria la adición de refuerzos como fibra de vidrio para mejorar el desempeño de los productos finales [2]. Como se dijo anteriormente, las propiedades de piezas poliméricas inyectadas dependen de su microestructura. De hecho, la prestación mecánica de una pieza polimérica inyectada es el resultado de la combinación entre las propiedades intrínsecas del material original (ej. tacticidad, peso molecular) y las propiedades resultantes de las estructuras supramoleculares desarrolladas durante el procesamiento. [4]

Durante el proceso de inyección, el material sometido al ambiente termomecánico sufre transformaciones sucesivas que determinan la microestructura final de la pieza [3]. El ambiente termomecánico se caracteriza por altos gradientes de temperatura y niveles de tensión, así como sus variaciones locales a través de la pieza.

Las partes fabricadas en base a polímeros semicristalinos inyectados resultan altamente anisótropas como consecuencia de las grandes deformaciones a elevadas temperaturas y de las velocidades de deformación rápidas involucradas en el proceso de transformación. Su respuesta mecánica depende fuertemente de la componente hidrostática, de la velocidad de deformación y de la temperatura.

1.1. Características generales del polipropileno

El polipropileno es un termoplástico semicristalino, que se produce polimerizando propileno en presencia de un catalizador estereo específico, ver figura 1.1. Es un producto inerte, totalmente reciclable, su incineración no tiene ningún efecto contaminante, y su tecnología de producción es de bajo impacto ambiental. Esta última constituye una característica atractiva frente a otros materiales alternativos.

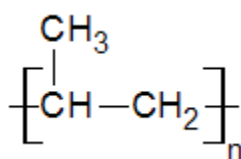


Figura 1.1. Estructura repetitiva de la macromolécula

La polimerización catalítica del propileno fue descubierta por el científico italiano Giulio Natta en 1954 y marcó un notable hito tanto por su interés científico, como por sus importantes aplicaciones en el ámbito industrial. Empleando catalizadores selectivos, se obtuvo un polímero cristalino formado por la alineación ordenada de moléculas de propileno monómero. Los altos rendimientos de reacción permitieron su rápida explotación comercial.

Hoy en día el polipropileno es uno de los termoplásticos más vendidos en el mundo, con una demanda anual estimada de 40 millones de toneladas. Sus incrementos anuales de consumo han sido próximos al 10% durante las últimas décadas, confirmando su grado de aceptación en los mercados.

La buena acogida que ha tenido ha estado directamente relacionada con su versatilidad, sus buenas propiedades físicas y la competitividad económica de sus

Las formas isotácticas y sindiotácticas, dada su gran regularidad, tienden a adquirir en estado sólido una disposición espacial ordenada, semicristalina, que confiere al material unas propiedades físicas excepcionales. La forma atáctica, en cambio, no tiene ningún tipo de cristalinidad. Los procesos industriales más empleados están dirigidos hacia la fabricación de polipropileno isotáctico que es el que ha despertado mayor interés comercial.

1.1.2. PP como polímero semi-cristalino

Dentro del amplio universo de materiales termoplásticos, los hay aquellos que presentan microestructuras totalmente amorfas, y otros que muestran, conjuntamente con zonas de estructura amorfa, determinado orden cristalino. A estos materiales se los denomina semicristalinos, y el PP, debido a su forma lineal de polimerizar, y de su forma isotáctica de ordenarse, es uno de ellos.

Por lo tanto, bajo determinadas condiciones generalmente de enfriamiento, polímeros amorfos pueden cristalizar parcialmente, volviéndose semi-cristalinos. Esto, permite la coexistencia de zonas amorfas con zonas cristalinas. Evidentemente, estas zonas cristalinas modifican notablemente las propiedades, incluso siendo tan sensible dicha respuesta, que pequeños incrementos o descensos de cristalinidad, aumentan o disminuyen notablemente los valores de resistencia mecánica.

Como cualquier material, durante la solidificación, los dos procedimientos básicos son la nucleación y el crecimiento de dichos núcleos. Si bien en polímeros las cadenas no pierden su peso molecular (y por lo tanto no dejan de perder su orden lineal ni su estado semi-sólido), de alguna forma, controlando las condiciones de enfriamiento, se pueden predecir determinadas formas microestructurales. Esta solidificación se produce homogéneamente si la misma ocurre lentamente, y de la misma forma que con los metales, el porcentaje de cristalinidad se incrementa. Sin embargo, Suajanya [6] así como otros investigadores, dice que este grado de cristalinidad no solo es afectado por las condiciones de enfriamiento sino también por la presencia de distintos aditivos, sobre todo aquellos que actúan como cargas (tanto rellenos como refuerzos). Estos últimos, en determinados porcentajes tienden a incrementar ligeramente el grado de cristalinidad, ya que actúan como nucleadores de dicha cristalinidad, pero si se

incrementa el porcentaje de la fase refuerzo, comienza a actuar como una barrera natural para el ordenamiento.

En polímeros, esta estructura está conformada por lamelas de entre 10-20 nm de espesor, con longitudes de entre 0,1 y 10 μm . Esta cristalinidad, que incrementa ligeramente la densidad del material, se inicia cuando el material se pone en contacto con la superficie del molde. Este porcentaje de fase cristalina, que suele ser bajo en la superficie debido al alto subenfriamiento ($T_i - T_m$), se va incrementando a medida que desciende la velocidad de extracción de calor, que además se magnifica por el bajo coeficiente de conductividad térmica propio de los estos materiales. Esto hace que a medida que el espesor de la pieza se incremente, el porcentaje de cristalinidad aumente, además cambiando de un crecimiento columnar a un crecimiento de los cristales equiaxial. Una representación esquemática de las formas cristalinas, así como sus dimensiones, se observan en la figura 1.2.

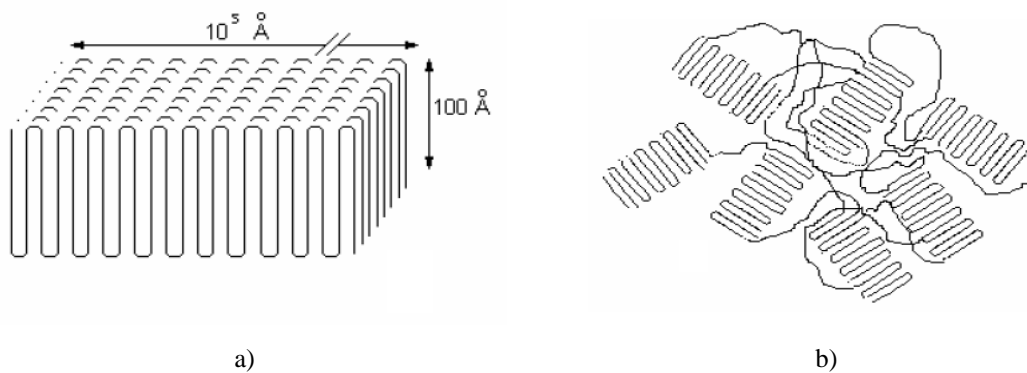


Figura 1.2. Cristalinidad en polímeros. A) modelo de cadena plegada, formada por evaporación de soluciones; b) lamelas obtenidas por cristalización desde el fundido.

Tal como se observa en la figura 1.3., las zonas cristalinas, además de adolecer de T_g , poseen un menor volumen específico. Esto hace que si una pieza tiene un espesor considerable, en el interior de la misma, y generalmente situado en el eje térmico de la pieza, resulte en una apreciable reducción del volumen, que resulta en un estado de tensiones predominantemente normales de tracción, mientras que las zonas cercanas a la superficie, presentan esfuerzos normales de compresión. Estos campos de tensiones residuales afectan las propiedades mecánicas de las piezas, inclusive con tendencias a deformaciones tempranas. Y si bien es cierto que los materiales se diseñan para que tengan una orientación preferencial de sus arreglos cristalográficos en función de su historia térmica, a menudo se opta por inyectar PP en espesores delgados, inclusive

manteniendo altas velocidades de enfriamiento, a través de moldes refrigerados. Esto no solo evita grandes diferencias de cristalinidad entre superficie y bulk, sino que además, fundamentalmente disminuyen los ciclos de inyección, aspecto que en la industria es fuertemente condicionante. De hecho, a menudo, por incrementar dicha velocidad de enfriamiento, se genera un efecto contraproducente, ya que la estructura superficial resulta muy fina, creando estados tensionales que derivan en deformaciones permanentes que se producen de manera prácticamente instantánea.

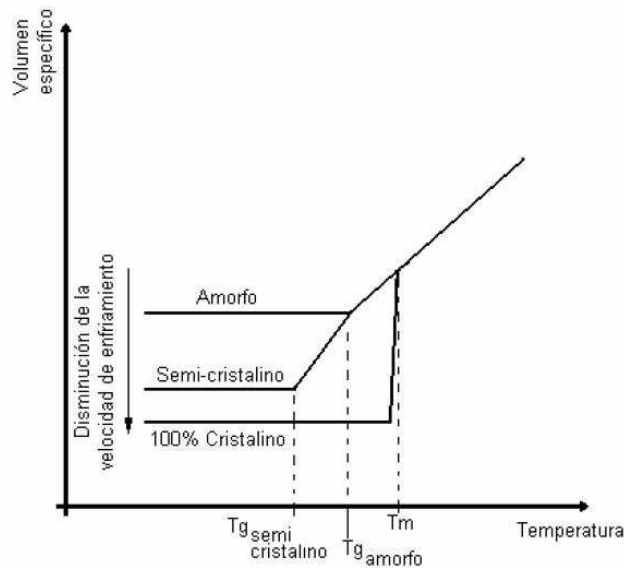


Figura 1.3. Volumen específico respecto de la temperatura, para Termoplásticos amorfos, semi-cristalinos y 100 % cristalinos.

1.2. Moldeo por Inyección

El moldeo por inyección es una forma de procesamiento muy utilizada en la industria, apropiada para producir partes plásticas con geometrías complejas y altos requerimientos de tolerancia. Básicamente consiste en calentar gránulos plásticos para obtener un fundido homogéneo, el cual es forzado por presión a fluir dentro una cavidad, el molde, compuesto por dos mitades cerradas. El transporte y la fusión de los gránulos son obtenidos con un tornillo rotatorio, mediante un mecanismo similar al de extrusión. La presión creada en la punta del tornillo por el material recientemente fundido lo fuerza a retroceder a su posición inicial. Luego el mismo tornillo actuando como pistón, se mueve hacia adelante, creando la presión necesaria para llenar el molde por completo y presurizar el fundido durante el enfriamiento. Una válvula “sin retorno” al final del tornillo previene que el flujo en retroceso ingrese barril nuevamente. Dentro del molde el fundido se mantiene bajo presión, mientras se enfría, para compensar la

contracción de volumen. Luego que se solidifica el canal de entrada, el tornillo comienza a rotar fundiendo material para el próximo ciclo y retrocediendo a su posición inicial. Mientras tanto, el material sigue enfriándose dentro del molde, el cual es abierto cuando la pieza adquiere la rigidez suficiente para ser eyectado. El molde se cierra nuevamente y el proceso se repite para producir una nueva pieza.

1.2.1. El proceso y las variables principales

El proceso de moldeo por inyección puede ser dividido en cinco etapas:

- ✓ Plastificación en el barril
- ✓ Inyección del fundido dentro del molde (fase dinámica)
- ✓ Presurización del material en la cavidad del molde (fase estática)
- ✓ Enfriamiento
- ✓ Eyección de la pieza

Durante estas etapas, el material sufre transformaciones sucesivas, siendo sometido a un ambiente termomecánico que determina la microestructura final de la pieza. Este ambiente es definido por un grupo de variables asociadas con:

- Las propiedades del material (viscosidad, propiedades térmicas y físicas)
- Las opciones de diseño del molde (material del molde, sistema de enfriamiento, dimensiones del sistema de alimentación)
- La impresión del molde (espesor, posición y geometría del canal de entrada, relación superficie-espesor)
- El diseño del equipo y su performance (geometría del tornillo, aspectos constructivos)
- Las variables determinadas por las condiciones de funcionamiento impuestas a la maquina (ajustables por el operador)
- Las condiciones ambientales (humedad y temperatura ambiente)

El ambiente termomecánico puede describirse brevemente para las tres etapas principales del ciclo de moldeo (llenado, retención de la presión o “*holding*”, y enfriamiento). Durante la etapa de llenado, las cadenas moleculares son forzadas a un alineamiento preferencial debido a los altos valores de velocidad de deformación en los

canales y geometrías angostas (especialmente en la zona cercana a la pared del molde), donde el fundido es estirado. A medida que se va llenando la cavidad, el material cercano a las paredes frías del molde solidifica inmediatamente, mientras la porción siguiente del fundido fluye rápidamente en las regiones centrales de la pieza aislado térmicamente por la piel formada previamente, ver figura 1.4. Cuando el fundido orientado llega a un estado estático, las macromoléculas se relajan debido a su naturaleza viscoelástica, hasta alcanzar la temperatura de cristalización. Este fenómeno de relajación depende de la naturaleza del polímero, la velocidad de enfriamiento y la presión. [7]

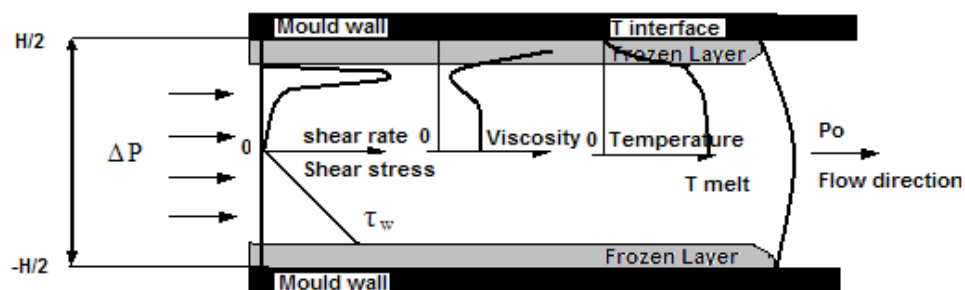


Figura 1.4. Ambiente termomecánico desarrollado durante la etapa de llenado del moldeo por inyección.

Durante la etapa subsiguiente, retención de la presión, la velocidad del fundido se reduce drásticamente, pero una pequeña cantidad de material sigue introduciéndose en el molde para compensar la contracción volumétrica. Este flujo lento afecta las distribuciones de velocidad de deformación, especialmente cerca de la interfaz sólido-fundido, debido a que las temperaturas locales son menores, y consecuentemente es alta la viscosidad del fundido. Mientras tanto, el núcleo interno se enfría bajo una presión relativamente alta. La duración de ésta etapa es determinada por el tiempo de solidificación del canal de entrada.

En el enfriamiento, las capas ya solidificadas actúan como aislantes debido a la baja difusividad térmica del polímero, permitiendo un enfriamiento más lento del núcleo mediante una reducción gradual de la presión local (la contracción del material ya no es más compensada con la presión de la máquina). En el caso de polímeros semicristalinos, el enfriamiento es acompañado por una transición de fase exotérmica (cristalización) y una reducción de volumen significativa [7].

1.2.2. Presión en la cavidad

La presión dentro de la cavidad de moldeo nos provee de información muy valiosa [8]. Si consideramos solo el molde, el ciclo del moldeo por inyección (fig. 1.5) puede dividirse en cuatro etapas: llenado, empaquetamiento, mantenimiento o “holding” y enfriamiento [9].

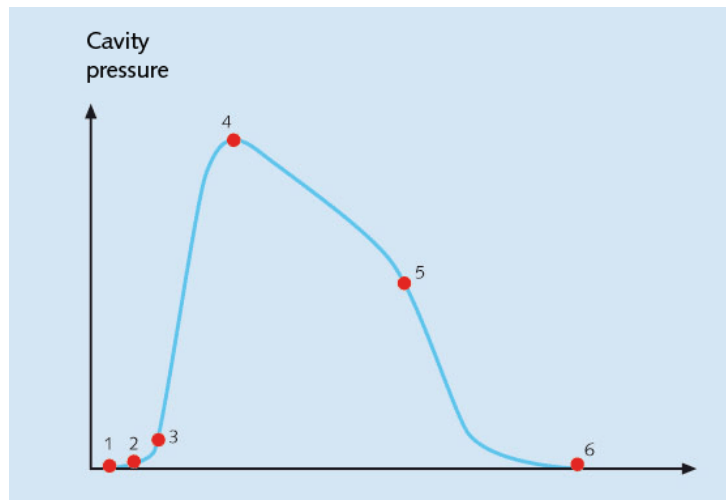


Figura 1.5. Presión dentro de la cavidad de moldeo en función del tiempo transcurrido.

Al comienzo de la etapa de llenado (1) el fundido ingresa en la cavidad. Cuando el frente del flujo alcanza el sensor (2), se comienza a registrar la presión. La presión debería aumentar con un gradiente casi lineal durante el tiempo de llenado. Cuando el fundido cubre todo el volumen de la cavidad, termina la etapa de llenado (3) y el fundido es compactado durante la etapa de empaquetamiento para asegurar la formación del contorno de la pieza. La etapa de mantenimiento de la presión (holding) comienza luego de que se alcanza la máxima presión dentro de la cavidad (4). Esta etapa compensa la elevada contracción térmica del material polimérico – y por lo tanto la reducción en volumen durante el proceso de enfriado – introduciendo más material. Durante esta fase, hasta un 10% del volumen de la pieza es empujado dentro de la cavidad. El hecho de que la pieza comience a enfriarse y a solidificar en la zona próxima a las paredes de la cavidad inhibe la transferencia de presión y por ello se registra una disminución entre (4) y (5). El flujo de material fundido desde la boquilla hacia la cavidad disminuye a medida que se incrementa la viscosidad del material y los canales de flujo se bloquean. La solidificación progresiva del fundido (5) y la

contracción térmica generan que la presión dentro de la cavidad caiga hasta niveles ambientales (6).

Las diferentes características de los fundidos de plásticos amorfos y semicristalinos no presentan diferencias durante la etapa de llenado siempre y cuando sus viscosidades sean idénticas y sus factores de compresibilidad diferentes. Con materiales semicristalinos, se debe agregar más material dentro del molde que con los amorfos para incrementar la presión al comienzo de la etapa de holding. Mientras el plástico se enfría durante la etapa de holding, más material deberá ser inyectado dentro del molde para compensar la contracción volumétrica y para prevenir la formación de marcas indeseadas en la pieza terminada.

1.2.3. Morfología Skin-Core del PP homopolímero

En el proceso de inyección el efecto combinado de la presión, los campos de velocidad de deformación y las altas velocidades de enfriamiento, establecen un ambiente termomecánico complejo durante la solidificación. Como resultado, un polímero semicristalino exhibe una microestructura típica, con un gradiente de características morfológicas a través del espesor. Cuando es observado a través de un microscopio de luz polarizada (PLM), la microestructura se caracteriza por una estructura tipo en capas con propiedades que varían a través del espesor y la dirección del flujo. El número de capas identificadas depende del nivel de discriminación considerada y el grado de resolución de la técnica experimental utilizada.

Cuando se estudia la influencia de la microestructura en las propiedades mecánicas, el número de capas se asume como tres (realizando un análisis simple con un nivel de discriminación bajo) en una estructura tipo piel-núcleo: dos capas externas fuertemente orientadas (piel) y un núcleo central esferulítico.

Las características individuales de cada capa y su magnitud relativa, (ej.: espesor de la piel) son controladas por los campos térmicos y mecánicos generados durante las etapas de procesamiento y determinan las propiedades mecánicas de las piezas inyectadas.

Piel. La piel comienza a formarse durante la etapa de llenado debido al rápido enfriamiento del fundido altamente orientado al entrar en contacto con las paredes frías del molde (desarrollo de la capa congelada). Su morfología ha sido estudiada por varios autores [4,10]. Cuando la estructura es observada utilizando un microscopio de luz

polarizada (PLM), la piel tiene una apariencia homogénea. Sin embargo, posee una microestructura muy peculiar, característica de una cristalización bajo altos campos de tensión y altas velocidades de enfriamiento, normalmente referida como estructuras Shish-Kebabs[10].

Núcleo. El núcleo muestra esencialmente una estructura esferulítica tipo α , típica de fundidos que cristalizan prácticamente en condiciones estáticas. La piel que se forma inicialmente actúa como una barrera aislante debida a la baja conductividad del polímero, resultando en una menor velocidad de enfriamiento del núcleo. Consecuentemente, el núcleo posee generalmente una alta cristalinidad, mostrando un gradiente de tamaño de esferulitas que incrementan su tamaño hacia la zona central.

El proceso lento de cristalización en el centro del núcleo es controlado básicamente por la velocidad de enfriamiento, la temperatura del fundido en la zona del núcleo y las propiedades del material [11,12].

El núcleo está formado por material menos orientado, y en general puede considerarse que no hay orientaciones moleculares preferenciales. Por ello, es posible asumirlo como isotrópico.

Zona de transición. La evolución desde la piel al núcleo es progresiva, y a veces una zona de transición puede ser definida entre éstos (también llamada zona de corte). La morfología y el espesor de esta zona son principalmente dependientes de las condiciones de la etapa de retención de la presión en el ciclo de inyección. En esta zona, las esferulitas pueden ser elongadas (esferulitas ovaladas) con el eje mayor perpendicular a la dirección de flujo [13,14].

1.3. Compuestos

El hombre ha usado una variedad de materiales para sus necesidades y confort. También ha desarrollado nuevos materiales para satisfacer los requerimientos tecnológicos. A medida que los niveles de tecnología se tornan más sofisticados, los materiales utilizados son correspondientemente más eficientes. Varias características de su prestación son esperadas de estos materiales. Primero, los materiales para aplicaciones de alta terminación, tales como los de ingeniería aeroespacial, deberían poseer una elevada eficiencia de performance y confiabilidad. En segundo lugar, los materiales deben ser livianos para muchas aplicaciones tales como los compartimentos de almacenaje de los aviones, de manera que los productos resultantes puedan ser

efectivos energéticamente y en cuanto a su costo. Por lo menos el 40% del costo de cualquier producto ingenieril está constituido por el costo de los materiales utilizados para su construcción, como ocurre en la industria automotriz. Tercero, los materiales deben poseer una buena combinación de propiedades, tales como resistencia a la tracción y a la flexión. Finalmente, los productos de tecnología moderna pueden operar en ambientes especiales o extremos, como elevadas temperaturas (del orden de los 2500°K), condiciones criogénicas, altamente corrosivas, vacío (como en el espacio), elevadas presiones hidrostáticas (como en las profundidades del mar), campos eléctricos y magnéticos, campos de irradiación, etc. Los materiales convencionales no siempre son capaces de satisfacer las demandas de tales ambientes. Se están creando nuevos materiales para alcanzar estos requerimientos de performance y los materiales compuestos conforman una de las clases de estos sistemas materiales desarrollados.

Los materiales compuestos poseen una morfología compleja, en la que dos o más sustancias distintas y estructuralmente complementarias se combinan para producir algunas propiedades estructurales o funcionales no presentes en ninguno de los componentes individuales. Ejemplos de estos son los polímeros termorígidos reforzados con fibra de vidrio y la madera (un compuesto de fibras de celulosa en una matriz de lignina entrecruzada). En ingeniería de materiales, los compuestos se definen más precisamente como mezclas físicas de materiales químicamente diferentes que son insolubles el uno en el otro y que por lo tanto coexisten como fases distintas: usualmente una fase continua (matriz) y otra discontinua (filler o refuerzo).

1.4. Clasificación de Compuestos

Los compuestos pueden clasificarse de dos formas diferentes: basándose en el refuerzo o basándose en la matriz de estos.

1.4.1. Clasificación basada en el refuerzo

Los compuestos pueden clasificarse según compuestos reforzados con partículas o compuestos reforzados con fibras según el tipo de partículas de refuerzo. Los compuestos reforzados con partículas pueden a su vez clasificarse en *compuestos de partículas grandes* o *compuestos reforzados por dispersión*, según el tamaño de partícula y el mecanismo de refuerzo [15].

El término “partículas grandes” es usado para indicar que la interacción partícula-matriz no puede ser tratada a nivel atómico o molecular. Para la mayoría de estos compuestos la fase particulada es más resistente que la matriz. Estas partículas de refuerzo tienden a restringir el movimiento de la fase matriz en la vecindad de cada partícula. En esencia, la matriz transfiere parte del esfuerzo aplicado a las partículas. El grado de refuerzo o incremento del comportamiento mecánico depende de las fuerzas de interligación presentes en la interfaz matriz-partícula.

En los compuestos reforzados por dispersión las partículas son de pequeño tamaño (10-100 nm). Las interacciones partícula-matriz que generan el refuerzo se producen a nivel atómico. La matriz recibe la mayor parte del esfuerzo aplicado y las partículas pequeñas y dispersas dificultan o bloquean la deformación de la matriz. Por lo tanto, se restringe la deformación plástica de manera de incrementar la resistencia a la fluencia, a la tracción y la dureza.

Los compuestos en los que la fase de refuerzo dispersa se encuentra en forma de fibras se denominan *compuestos reforzados por fibras* (CRF). Según la longitud y alineación de las fibras, los CRF pueden clasificarse en 3 categorías [16]:

1. **CRF continuas y alineadas** (sus propiedades son anisotrópicas y por lo tanto dependen de la dirección en la cual sean medidas)
2. **CRF discontinuas y alineadas** (la eficiencia del refuerzo es inferior al caso de fibras continuas y alineadas)
3. **CRF discontinuas y orientadas al azar** (puede considerarse un material isotrópico pues exhibe propiedades uniformes en todas las direcciones)

1.4.2. Clasificación basada en el tipo de matriz.

Según el material de la matriz [17] los compuestos pueden clasificarse como:

1. Compuestos de matriz polimérica (PMC)
2. Compuestos de Matriz Metálica (MMC)
3. Compuestos de Matriz Cerámica (CMC)

En compuestos de matriz polimérica la fase matriz es polímero y la fase de refuerzo pueden ser fibras o partículas cerámicas. La matriz polimérica puede ser tanto termoplástica como termorígida.

Los termoplásticos exhiben una resistencia mecánica moderada, son fáciles de procesar, reciclables, fluyen al aplicar temperatura y poseen una pobre resistencia al calor. Por otro lado, los polímeros termorígidos exhiben una mejor resistencia mecánica en comparación con los termoplásticos, son fáciles de procesar, rígidos, poseen mejor resistencia al calor, endurecen en condiciones de aplicación de temperatura y son no reciclables.

La principal desventaja de los polímeros respecto de otros materiales como los cerámicos y los metales es su baja resistencia mecánica y su baja resistencia a la temperatura. Para poder extender su uso en el área estructural, estos materiales poliméricos son rellenos con “fillers” (cargas) y refuerzos de manera de poder desarrollar una mayor resistencia mecánica y elevar la temperatura de transición vítrea (T_g). Debido a esto, en muchas aplicaciones ingenieriles se prefiere trabajar con polímeros reforzados frente a polímeros convencionales.

En los compuestos de matriz metálica, la matriz es un metal dúctil o una aleación y el medio de refuerzo es continuo como fibras de carbono, carburo de silicio, boro y alúmina. Los refuerzos discontinuos incluyen “whiskers” de carburo de silicio, fibras cortas de carbono y alúmina, partículas de carburo de silicio y alúmina. Estos compuestos pueden ser utilizados en temperaturas mayores que sus materiales base; no son inflamables y poseen una mayor resistencia a los fluidos orgánicos. Sin embargo, estos compuestos son más caros que los de matriz polimérica.

En los compuestos de matriz cerámica, partículas, fibras o “whiskers” de un material cerámico son dispersados en una matriz de otro material cerámico. Estos compuestos han mejorado la tenacidad a la fractura y soportan mayores solicitaciones que los materiales base. Los compuestos de matriz cerámica son empleados para aplicaciones de alta temperatura como por ejemplo como aislantes para el reingreso a la atmósfera de los transbordadores espaciales.

El presente proyecto final se enfocará en los compuestos de matriz polimérica.

1.5. Compuestos poliméricos

Los compuestos poliméricos pueden clasificarse en:

1. Macro-compuestos
2. Micro-compuestos
3. Nano-compuestos

Los macro-compuestos poliméricos son compuestos heterogéneos de polímeros y fillers de tamaño “macro”. La fase de refuerzo en macro-compuestos se encuentra en el intervalo del milímetro.

Los compuestos que emplean fibras del tamaño del micrón con alta relación de aspecto o esferas o fibras huecas como refuerzo son llamados micro compuestos. Aquí la matriz puede ser cualquier polímero. La fase de refuerzo será fibras continuas o cortas o cargas de tamaño micrométrico tales como carburo de silicio, alúmina, etc. La ventaja principal de utilizar fibras es mejorar la resistencia, rigidez y estabilidad térmica de los compuestos.

En nanocompuestos, la fase de refuerzo será de tamaño nanométrico. Generalmente los elementos de refuerzo macroscópicos contienen imperfecciones. La perfección estructural se incrementa a medida que los elementos de refuerzo se hacen más pequeños. Las propiedades óptimas resultantes de los elementos de refuerzo pueden esperarse cuando sus dimensiones alcancen niveles atómicos o moleculares. Por ejemplo, los nanotubos de carbono poseen el módulo elástico más elevado (1 TPa). En comparación, laminas individuales de arcilla, de tan solo 1nm de espesor y construidas a partir de solo 3 capas de óxido de metal, constituyen una estructura cristalina perfecta y poseen mejores propiedades.

En nanocompuestos, el nanomaterial de refuerzo puede ser:

- 1- Nanomateriales tridimensionales: todas las dimensiones del material se encuentran en el orden del nanómetro (ej. Nanopartículas esféricas de alúmina)
- 2- Nanomateriales bidimensionales: dos dimensiones del material se encuentran en el orden del nanómetro (ej. Nanotubos de carbono o whiskers)
- 3- Nanomateriales unidimensionales: solo una de las dimensiones del material se encuentra en escala del nanómetro. (ej. Arcilla)

A estos tamaños tan pequeños, las propiedades de los nanocompuestos no sólo dependen de las propiedades de los materiales que los conforman sino también en la forma en que estos materiales interactúan a nivel molecular. Claramente, las interfaces entre la matriz y el refuerzo son maximizadas en nanocompuestos. Así, las propiedades de los compuestos son especialmente dependientes de las fuerzas de interligación, tales como la resistencia al corte y a la flexión que resultan ser muy elevadas. Las propiedades mecánicas y eléctricas pueden ser maximizadas simultáneamente en estos

materiales compuestos para conseguir materiales estructurales superconductores. Otras propiedades que se han mostrado superiores en nanocompuestos son la claridad óptica, estabilidad térmica y el retardo a la llama.[18]

1.5.1. Microcompuestos de PP reforzado con Fibras de vidrio

La principal diferencia entre rellenos y refuerzos, es que estos últimos mejoran sensiblemente los naturalmente bajos comportamientos mecánicos de los polímeros, siendo estos a menudo no seleccionados por dicha razón. El correcto tipo, cantidad, orientación y dispersión de una fase refuerzo, siempre de alto módulo (E) y alta resistencia a la tracción, incrementará dichas propiedades al polímero base, siempre que la adhesividad entre ambas sea la apropiada; el comportamiento del compuesto en función a la orientación de las fibras se aprecia claramente en la figura 1.6.

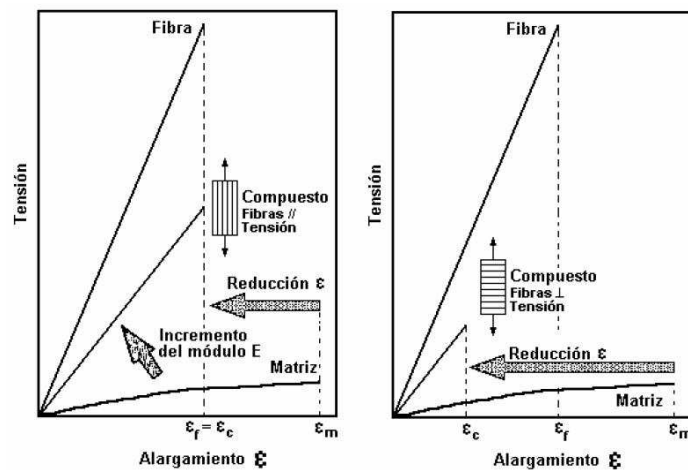


Figura 1.6 Comportamiento de un material compuesto en función de la orientación de la fase refuerzo [19]

Las fibras de vidrio son el más usual de los refuerzos. Bien adicionadas pueden conferirle al PP propiedades que lo hacen potencial reemplazo de otros polímeros tales como el PC, ABS, PS y PA. Esta fase refuerzo, puede presentarse de varias formas distintas: fibras cortas, largas, continuas (“roving”), tejidos, “mats”, fieltros, etc. En los materiales termoplásticos reforzados con fibras para ser utilizados mediante técnicas de inyección, la 2º fase aparece como fibras cortas, ya que es la única forma en que puede estar contenida en un “pellet” (gránulo). Con orientación al azar dentro del “pellet”, las fibras se orientarán, en cierta medida, en función de cómo sean los parámetros de inyección, así como de la temperatura del molde.

Dado que la masa volumétrica del vidrio ronda alrededor de $2,5 \text{ Mg.m}^{-3}$, la densidad del compuesto irá aumentando a medida que aumente el % de dicha fase. Partiendo de un valor de $\delta = 0,90 \text{ Mg.m}^{-3}$ de un PP no reforzado, es decir con 0% de fibras, se alcanzan valores de hasta $\delta = 1,28 \text{ Mg.m}^{-3}$ para PP cargados con 40 % de fibras; esto significa que su volumen específico puede disminuir hasta un 38 %.

Es evidente que cuanto mayor sea la temperatura de procesamiento menor será la viscosidad del material. Por otro lado, cuanto mayor sea el % presente de la fase refuerzo, el procesado será más difícil debido al menor MFI.

Otro aspecto que se debe tener en cuenta son las altas tensiones de corte presentes en el fundido durante el procesamiento. Estas tensiones tienden a acortar la longitud de las fibras, modificando por lo tanto el comportamiento mecánico de la pieza.

La selección de este tipo de materiales compuestos es adecuada cuando es necesaria una alta respuesta frente a sollicitaciones de impacto, y el comportamiento de las fibras que se observe sobre la superficie de fractura indicará claramente la cantidad de energía que absorbe durante la sollicitación; esto se reconoce por la presencia o no de “pull-out” entre fibras y matriz.

1.6. Método Taguchi

El presente proyecto final emplea al Método Taguchi para el diseño experimental. Este método emplea una serie de arreglos especiales llamados arreglos ortogonales. Estos arreglos estándar estipulan la forma de llevar a cabo un mínimo número de experimentos que permitan dar información completa de todos los factores que afectan un parámetro dado. Los experimentos con arreglos ortogonales son útiles pues permiten la variación de varios parámetros de manera simultánea y la investigación de las interacciones entre los parámetros. Luego debe emplearse el análisis estadístico, tal como el análisis de varianza (ANOVA), para determinar la relación entre las condiciones de procesamiento y los resultados obtenidos al analizar cierta propiedad.

La ventaja principal del método Taguchi es que el número de experimentos llevados a cabo en la mayoría de los casos es menor al de cualquier otro método de diseño experimental. La tabla 1.1 muestra los arreglos más usados y la cantidad de variables que cada uno puede manipular:

Tipo de Diseño	Cantidad de experimentos	Factores de 2 niveles	Factores de 3 niveles	Factores de 4 niveles	Factores de 5 niveles
L4	4	Hasta 3	---	---	---
L8	8	Hasta 7	---	---	---
L12	12	Hasta 11	---	---	---
L16	16	Hasta 15	---	---	---
L32	32	Hasta 31	---	---	---
L64	64	Hasta 63	---	---	---
L9	9	---	Hasta 4	---	---
L27	27	---	Hasta 13	---	---
L27'	27	---	Hasta 22	---	---
L16'	16	---	---	Hasta 5	---
L25	25	---	---	---	Hasta 6
L18	18	1	Hasta 7	---	---
L36	36	Hasta 3	Hasta 13	---	---
L36'	36	Hasta 11	Hasta 12	---	---
L54	54	1	Hasta 25	---	---
L32'	32	1	---	Hasta 9	---
L50	50	1	---	---	Hasta 5

Tabla 1.1 Tipos de diseño de experimento posibles de implementar mediante el método Taguchi

1.7. Análisis de Varianza (ANOVA)

El análisis de varianza permite al investigador planificar un trabajo para evaluar el efecto combinado de dos o más variables de forma simultánea en el resultado medio, obteniéndose también información de la posible interacción entre los diversos factores. Se trata de un procedimiento estadístico que permite dividir la variabilidad observada en componentes independientes que pueden atribuirse a diferentes causas de interés. Una explicación más detallada del método puede ser encontrada en [20,21]

El procedimiento a seguir para realizar el análisis es:

- ✓ Construir una matriz que contenga la cantidad de factores a estudiar, los niveles que posee cada factor, y la cantidad de corridas a realizar.

Run	Factor 1	Factor 2	Factor 3	Factor 4	Factor 5	Factor 6
	A	B	C	D	E	F
1	1	1	1	1	1	2
2	1	1	1	2	2	1
3	1	2	2	1	1	1
4	1	2	2	2	2	2
5	2	1	2	1	2	2
6	2	1	2	2	1	1
7	2	2	1	1	2	1
8	2	2	1	2	1	2

Tabla 1.2 Matriz del diseño ortogonal Taguchi L8

La tabla 1.2 muestra la matriz Taguchi L8 como ejemplo, la cual fue utilizada en este estudio. La matriz contiene 6 factores (A,B,C,D,E,F), conteniendo cada uno de ellos dos niveles (1 y 2).

- ✓ Realizar los experimentos, y obtener los valores de respuesta para cada corrida.
- ✓ Aplicar el método ANOVA.

En este trabajo se utilizo el software Design Expert 6.0.5 para diseñar el experimento y realizar los análisis de varianza para las diferentes respuestas. Una vez ingresada la matriz de diseño del experimento y los valores de la respuesta el software da la información que permite construir el grafico de la figura 1.7.

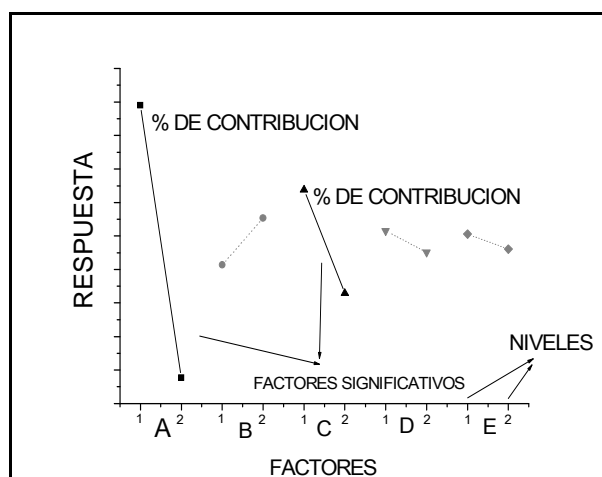


Figura 1.7 Ejemplo de los resultados del análisis ANOVA

El método permite identificar cuáles de todos los factores son significativos y con qué porcentaje de contribución afectan a la respuesta. También indica cual es el comportamiento de la respuesta ante la variación de un nivel.

1.8. Referencias

- [1] Malloy, R.A. “Plastic Part Design for Injection Moulding – An Introduction”. Munich, Hanser, 1994
- [2] Karger-Kocsis, J. “Instrumented impact fracture and related failure behavior in short-glass-fiber-reinforced and long-glass-fiber reinforced polypropylene”. *Compos Science & Technology*, 48, pp273–283, 1993
- [3] Shen, C., Wang, L. Li, Q., “Optimization of injection molding process parameters using combination of artificial neural network and genetic algorithm method” *J. of Materials Processing Technology*, 183, 2-3, pp 412-418, 2007.
- [4] J.C.Viana, A.M. Cunha, “*The use of thermomechanical indices to establish straightforward processingmechanical properties relationships*”.
- [5] <http://www.textoscientificos.com/polimeros/polipropileno>
- [6] C. Suajanya, S. Sainkar & S. Radhakrishnan. Structure and Properties of PP/SBS/Glass Fiber Hybrid Composites. Part I: Crystallization behavior and Morphology. *Polymer composites*, Vol.22 (2001), N°2, 221-231.
- [7] A.M. Cunha and S. Fakirov in “*Structure developed during processing*” 255-277.
- [8] Mallick, Newman. *Composite Materials Technology. Processes and Properties*. Hanser Publishers, Munich, 1990.
- [9] http://www.kistler.com/US_en-us/2_1_1_Plastics_WID/Fundamentals-of-Mold-Cavity-Pressure-Measurement.html
- [10] J. C. Viana, A. M. Cunha, and N. Billon, *Intern. Polym.*, **43**, 159_66 (1997).
- [11] J. C. Viana, A. M. Cunha, and N. Billon, *Polym. Eng. Sci.*, **39**, 1463 (1999).
- [12] A.M. Cunha and S. Fakirov in “*Structure developed during processing*” 255-277.
- [13] Viana, J.C., Cunha, A.M., Billon, N., *Proceed. 10th Int. Conf. Deformation, Yield and Fracture of Polymers*, Cambridge, U.K., 320-323, 1997.
- [14]. J. C. Viana, A. M. Cunha, and N. Billon, *Polymer*, **43**, 4185_4196 (2002).
- [15] Richardson, T., (1987), “*Composites A Design Guide*”, Industrial Press Inc, New York.
- [16] Anderson, J.C., Leaver K.D., Rawlings R.D. and Alexander J.M. (1990), *Material Science and Engineering*, Chapman and Hall India, Madras, India. 1969
- [17] Deborah, D.L.C., (2002), *Composite Materials: Science and Applications Functional Materials for Modern Technologies*, Springer, London.
- [18] **Moodley V.K.**, “The synthesis, structure and properties of polypropylene nanocomposites”, Master thesis, (2007), Durban University of Technology, South Africa
- [19] T. Aurich & G. Mennig. Flow-Induced Fiber Orientation in Injection Molded Flax Fiber Reinforced Polypropylene. *Polymer Composites*, Vol.22 (2001), N°5, 680-689.
- [21] G. Keppel, S. Zedeck, *Data Analysis for Research Designs: Analysis of Variance and Multiple Research/Correlation Approaches*, W.H. Freeman, New York, 1989.
- [22] P. Rosse, *Taguchi Techniques for Quality Engineering, Loss Funktion, Orthogonal Experiments, Parameter and Tolerance Design*, McGraw-Hill, Toronto, 1996.

2. OBJETIVO Y ANTECEDENTES

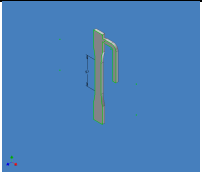

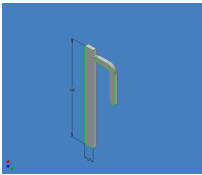
2.1. Objetivo

El propósito de este proyecto es determinar la influencia de las condiciones de procesamiento en las propiedades finales de piezas de polipropileno y sus compuestos producidas por inyección, a fin de definir las condiciones óptimas de fabricación y transformación que conduzcan a productos con propiedades deseadas.

2.2. Antecedentes

Este proyecto final es el resultado de los trabajos realizados en el transcurso de las becas de alumno avanzado otorgadas por CIC (con inicio el 1/10/2007 y renuncia al 31/3/2008) y UNMDP (con inicio el 1/4/2008 hasta el presente).

Estos trabajos se enmarcan en el PIP 112-200801-00682: “Propiedades Mecánicas Globales y de Superficie de Micro y Nanocompuestos de Polipropileno”, Titular: Patricia Frontini. El proyecto contempla la puesta en uso de la inyectora HM-10T presente en el INTEMA y la confección de 4 moldes de coladas frías cuya placa principal fija sea común a todos. La tabla 2.1 muestra las geometrías que estas matrices permiten generar.

Identificación	Geometría	Norma	Ensayo a realizar
I		ASTM D638	Tracción uniaxial
II		ASTM D3763-93	Dardo sobre disco
III		ASTM D6272-02	Flexión en tres puntos

IV		ISO/DIS 17281:2002 ASTM D 5045-93 ASTM D256	Fractura Impacto Charpy
V		-	Tracción con probeta reloj de arena.*

Tabla 2.1. Geometrías contempladas por los 4 moldes previstos por el PIP mencionado

A continuación se muestran fotografías de los 4 moldes mencionados, algunos de ellos aun en vías de fabricación.

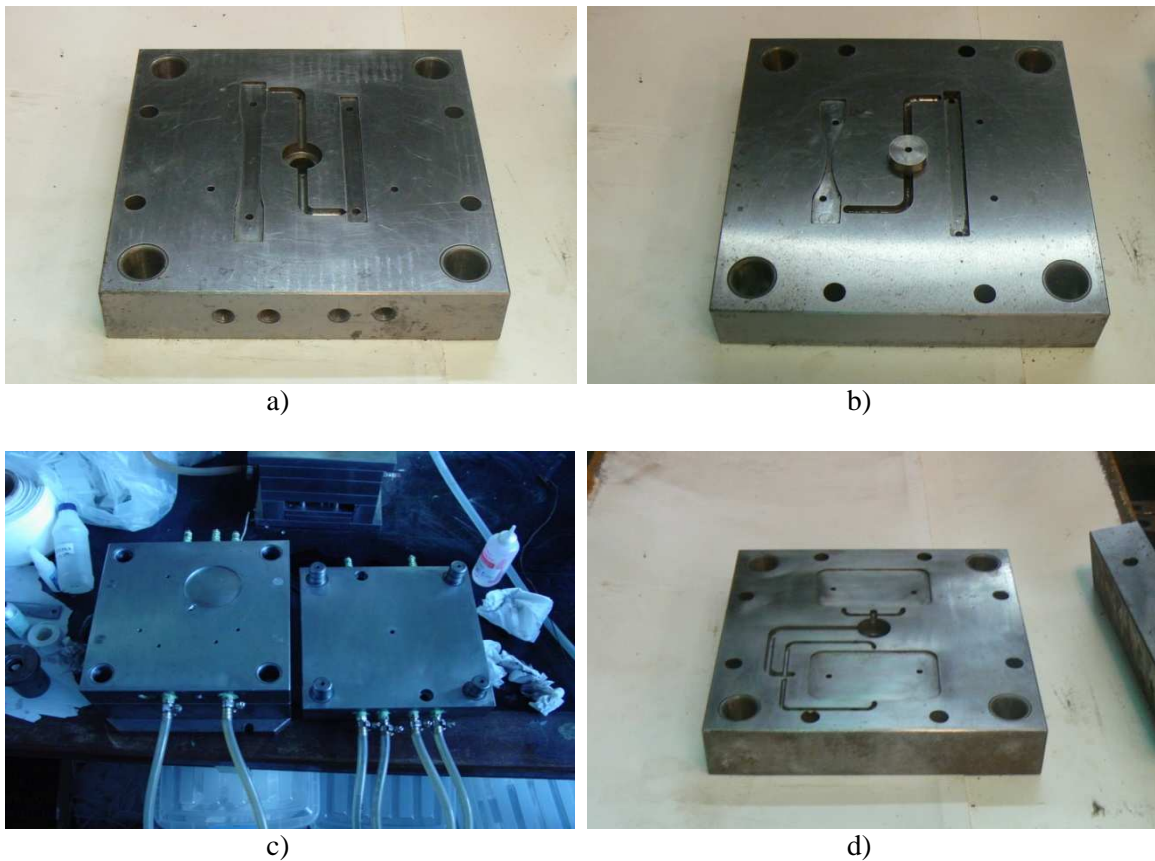


Figura 2.1. Placas móviles de los 4 moldes mencionados.

El molde a) permite la producción de las piezas I y III; el b) la producción de las piezas IV y V; y el c) la producción de la pieza II, mientras que el d) fue diseñado para estudiar el comportamiento mecánico de las líneas de soldadura.

Hasta el momento se ha concretado la fabricación de los moldes a) y c) mientras que los dos restantes requieren aun la confección de los canales de enfriamiento.

La placa fija común a todos los moldes puede observarse a la derecha de la figura c). Los moldes que permiten la inyección de dos piezas solo pueden hacerlo de una a la vez. Es por ello que la colada cuenta con una pieza capaz de rotar 180° (figura 2.2) y así conmutar la dirección del flujo para llenar la cavidad deseada.



Figura 2.2. Pieza de conmutación y llave diseñada especialmente para la manipulación de esta pieza.

2.2.1. Proyecto Luso-argentino

En octubre del 2008 se efectuó un viaje de dos meses a la Universidade do Minho, Guimaraes, Portugal, a raíz de participar del proyecto de Cooperación Secyt-Grices (Arg/Portugal. PO/07/003) “Evaluación integrada de las propiedades de materiales nanoestructurados basados en polipropileno relevantes a las piezas moldeadas por inyección de materiales nanoestructurados basados en polipropileno”; Frontini, INTEMA, UNMdP / Pouzada, Instituto de Polímeros e Compósitos, UMinho.

Durante la estadía se profundizó en el conocimiento sobre la técnica de moldeo por inyección. Se realizó el análisis micrográfico de las muestras objeto de este proyecto final.

En cuanto al objetivo de la misión de intercambio, se procesaron materiales nanocompuestos (PP/montmorillonita) y se estudió su comportamiento al impacto en tracción. Dichos resultados no están incluidos en el presente proyecto pero serán contemplados en trabajos futuros del grupo de investigación.

3. PROCESAMIENTO

3.1. Materiales utilizados

El PP y los compuestos utilizados se obtuvieron con el apoyo de la empresa PETROKEN, la cual donó los grados de polipropileno. Los grados comerciales utilizados fueron tres: polipropileno (homopolímero) y polipropileno reforzado en 20% y 30% p/p con fibra de vidrio.

3.1.1. Índice de Fluencia

Los valores medidos del MFI de los materiales según la norma ASTM D 1238-94a, se muestran en la tabla 3.1.

Material	Grado	Índice de Fluencia (230°C 2,16 Kg)
PP Homopolímero	SM 6100	10,19 g/10 min
PP 20%FV	AJ 5007 B	2,83 g/10 min
PP 30%FV	AJ 5059 B	3,3 g/10 min

Tabla 3.1. Grados comerciales de PP empleados en el proyecto.

Como puede observarse, el compuesto con mayor cantidad de fibra de vidrio no resultó ser el de menor índice de fluencia. Probablemente esto se deba al agregado de algún aditivo al material por parte del fabricante para aumentar su fluidez. Por lo tanto, el material con menor MFI resultó ser el PP reforzado con 20% de fibra de vidrio, y es de esperarse que sea el que muestre una mayor dificultad durante su procesamiento.

3.1.2. Calorimetría diferencial de barrido

Se efectuó un análisis por calorimetría diferencial de barrido empleando un DSC-50 SHIMADZU. Para ello fue programada una Tmax. de 210°C, y se empleó un sistema de enfriamiento con hielo para comenzar el registro desde una temperatura cercana a los 10°C. Se utilizó una rampa de calentamiento de 10°C/min, bajo atmósfera de N₂. Los resultados del análisis de los materiales vírgenes se muestran en el gráfico de la figura 3.1. El mismo software con el cual se analiza la señal del equipo DSC permite

realizar el análisis de los eventos térmicos presentes. Esto fue de gran utilidad para el cálculo de las temperaturas de fusión y el los calores de fusión correspondientes.

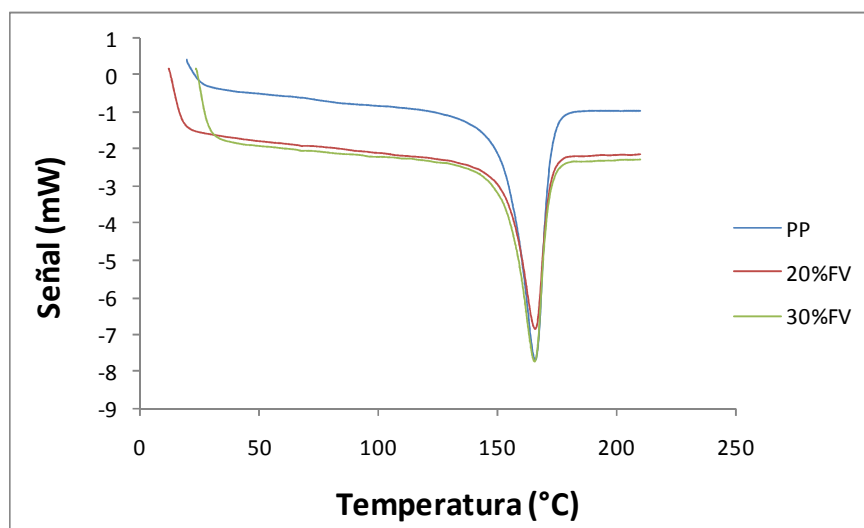


Figura 3.1. Análisis DSC efectuado sobre los materiales sin procesar.

Puede observarse que el sistema de enfriamiento con hielo no permitió una observación completa del rango de temperaturas correspondientes a la transición vítrea.

En los 3 materiales, el evento exotérmico correspondiente a la fusión exhibe prácticamente la misma temperatura en su pico. La tabla 3.2 muestra las temperaturas de “onset” (comienzo de fusión), T_f (temperatura correspondiente al mínimo de la curva) y “endset” (fin de la fusión).

Material	T_{onset} (°C)	T_f (°C)	T_{endset} (°C)
PP	152,04	165,80	177,41
PP20%FV	153,12	165,85	175,01
PP30%FV	152,69	165,66	174,85

Tabla 3.2. Temperaturas de fusión de los materiales vírgenes

A partir del análisis de las endotermas de fusión se determinó el grado de cristalinidad de la matriz tanto en el homopolímero como en los compuestos. Para ello se calcularon los calores de fusión a través del software del equipo, el cual realiza la integración del área correspondiente al pico de fusión y calcula el calor de reacción (en J/g) mediante la siguiente ecuación:

$$\Delta H = \frac{A \cdot 60}{m \cdot v_h}$$

donde ΔH es el calor de reacción (J/g); A, área del pico en W°C; m , masa de PP en la muestra (g) y v_h , velocidad de calentamiento (°C/min). Dado que las fibras son inertes a lo que ocurre durante la fusión del PP, debe realizarse el cálculo en base libre de fibras.

La cristalinidad se determinó mediante la siguiente ecuación:

$$X_c(\%) = \frac{\Delta H}{\Delta H^*} \cdot 100$$

donde ΔH^* es el calor de fusión del polipropileno 100% cristalino. Este valor tomado de la bibliografía es: 209J/g para el PP isotáctico 100% cristalino (Quirk y Alsamire, 1990). En la tabla 3.3 se muestran los resultados obtenidos.

Material	m (mg)	m _{PP} (g)	ΔH_{fusion} (J/g)	X_c (%)
PP	5,70	5,70	-98,60	47,18
PP20%FV	5,00	4,00	-92,53	44,27
PP30%FV	6,40	4,48	-95,31	45,60

Tabla 3.2. Porcentaje de cristalinidad de las muestras

Puede observarse que la variación en la cristalinidad de los materiales vírgenes es muy pequeña y entra dentro del error experimental. Además, no hay un efecto nucleante por parte de las fibras, dado que el PP homopolímero es quien muestra un mayor grado de cristalinidad.

3.1.3. Determinación del porcentaje de segunda fase

Se calcinaron muestras de los compuestos vírgenes para comprobar que el porcentaje de fibra de vidrio era el indicado por el fabricante. Para ello fueron colocadas las muestras en crisoles de cuarzo dentro de una mufla a 550°C durante una hora.

En base al pesaje de las muestras antes y luego de la calcinación se determinó que los porcentajes de fibras son de 20,01% y 29,91% respectivamente, lo que confirmó que los porcentajes de segunda fase estaban de acuerdo a los valores nominales indicados por PETROKEN.

3.2. Equipamiento utilizado para el procesamiento

El procesamiento de estos compuestos fue llevado a cabo en los laboratorios de INTEMA, Universidad Nacional de Mar del Plata. Las probetas inyectadas fueron de tipo disco para un posterior análisis del comportamiento al impacto empleando una inyectora Multiplas HM-10T, figura 3.2. Esta máquina posee un único tornillo, el cual actúa en las tres zonas principales de la misma: alimentación, compresión y dosaje. El volumen máximo a inyectar es de 22 cm³; su fuerza máxima de cierre es de 100 kN y la máxima presión de inyección es de 1200 Bar.



Figura 3.2 Máquina inyectora Multiplas HM-10T

Para poder controlar la temperatura de las paredes de la cavidad de moldeo se empleó un atemperador de moldes MTR 2E 90, figura 3.3. Este, puede ser utilizado tanto con agua como con aceite. Su potencia de calefacción es de 9 kW; la temperatura máxima a la cual puede trabajar es de 200°C (con aceite) y posee una capacidad máxima de 60 lt/min. Para la atemperación del molde fue empleado con agua.



Figura 3.3. Atemperador de moldes MTR 2E 90

Previo a la obtención de las probetas deseadas se llevó a cabo una puesta a punto de los sistemas de inyección (inyectora, matriz, sistema de atemperación del molde, parámetros de inyección, etc.). A través de la misma y estudiando las limitaciones del equipamiento, fueron definidos todos los parámetros a ser utilizados en la posterior etapa de obtención de probetas.

3.3. Molde

Se empleó un molde de coladas frías, de ataque directo, para la producción de discos para impacto. Ambas placas del molde poseen conductos de refrigeración de manera de poder llevarlas a una misma temperatura y que las condiciones de pared sean similares en todos los puntos de la superficie de la pieza. El molde cuenta con un sistema de extracción por placas de expulsión. La figura 3.4 muestra las vistas principales del molde y una perspectiva de este.

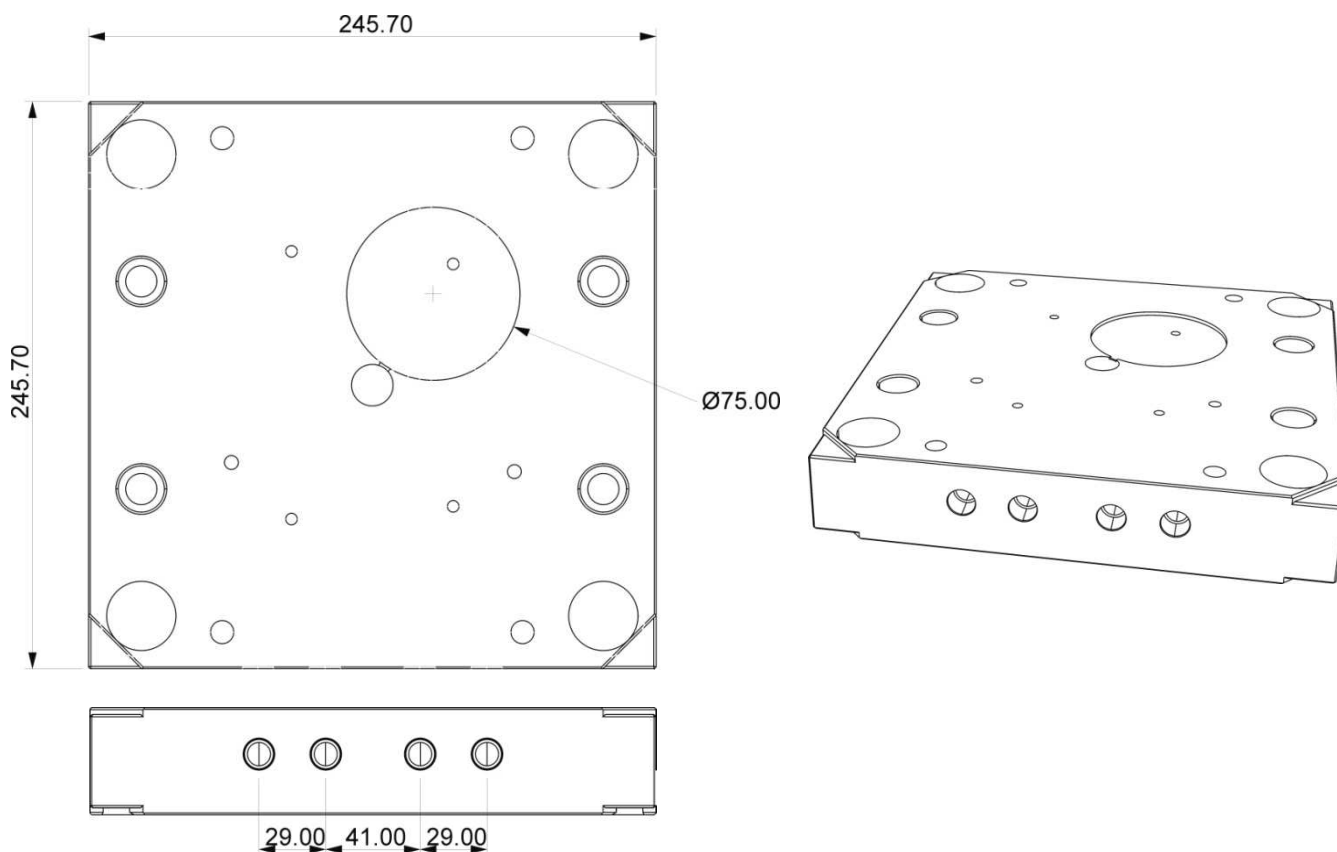


Figura 3.4. Placa móvil del molde empleado.

3.4. Diseño de experimento

El diseño de experimento se realizó mediante el método Taguchi ya que este permite medir la influencia de cada parámetro de procesamiento sobre las propiedades mecánicas y microestructurales de las piezas finales, realizando la menor cantidad de ensayos. Se escogió un arreglo ortogonal L8 de 6 factores (T_m : temperatura del fundido, T_w : temperatura del molde, C_t : tiempo de enfriamiento, H_t : tiempo de empaquetamiento, P_h : presión de empaquetamiento, Q_j : velocidad de inyección) con 2 niveles cada uno. La tabla 3.3. muestra los niveles finales establecidos para cada parámetro:

Factor	Nivel 1	Nivel 2
Tm	240°C	280°C
Tw	25°C	50°C
Ct	10 s	30 s
Ht	3 s	15 s
Ph	120 Bar (10%)	240 Bar (20%)
Qj	11 cm ³ /s	22 cm ³ /s

Tabla 3.3 Factores utilizados con sus niveles correspondientes

En el diseño de experimento empleando el método Taguchi deben utilizarse niveles con una diferencia significativa entre ellos. Por ejemplo, si se desea estudiar la influencia de la temperatura del fundido (Tm) en el procesamiento de PP por inyección, lo ideal sería elegir una temperatura muy baja como nivel 1 (ej.: 180°C) y una muy alta como nivel 2 (ej.: 280°C). De esta manera, al ser tan evidente el cambio un parámetro, se espera que su influencia sobre las propiedades de estudio pueda apreciarse mejor.

La determinación de los niveles mínimo y máximo de cada factor a estudiar se dificultó debido a las limitaciones de la inyectora (fundamentalmente la baja capacidad de cierre).

Se trabajó con 3 materiales por lo que se debieron realizar 24 puestas a punto del sistema de inyección (8 condiciones del método Taguchi por material). Además de lo tedioso de cada una de las puestas a punto, debió contemplarse que los parámetros se mantuviesen inmutables al cambiar de materiales, de manera que luego los resultados fuesen comparables entre sí. Es decir, para los 3 materiales se buscó que sus 8 condiciones de procesamiento no varíen de uno a otro. La tabla 3.4 muestra el diseño de experimento final establecido.

Experimento	Tm (°C)	Tw (°C)	Ct (s)	Ht (s)	Ph (Bar)	Qj (cm ³ /s)
1	240	25	10	3	120	11
2	240	25	10	15	240	22
3	240	50	30	3	120	22
4	240	50	30	15	240	11
5	280	25	30	3	240	11
6	280	25	30	15	120	22
7	280	50	10	3	240	22
8	280	50	10	15	120	11

Tabla 3.4. Diseño de experimento establecido.

3.5. Puesta a punto del sistema de inyección

3.5.1. Automatización del proceso

En el procesamiento industrial de polímeros mediante inyección las reglas del arte están muy bien definidas y los objetivos son claros: generar piezas que satisfagan los requerimientos correspondientes, en el menor tiempo y costo posibles. Para poder lograrlo, el fabricante ajusta los parámetros de procesamiento de la manera más conveniente para emplear la menor cantidad posible de material (por ejemplo, altas presiones de inyección generan elevadas densidades lo cual implica una pérdida a veces innecesaria de material en cada pieza) y lograr que el tiempo del ciclo de inyección sea el menor posible.

La puesta a punto de un sistema de inyección para producción industrial no conlleva grandes complicaciones y el procedimiento se encuentra casi estandarizado. Si la pieza fuese destinada al uso estructural o ingenieril, los recaudos durante la puesta a punto serían seguramente mayores y durante el proceso de inyección debería usarse un sistema de control “online” de la presión en la cavidad de moldeo así como de los parámetros relevantes.

En este proyecto, la puesta a punto del sistema de inyección distó mucho de la correspondiente a un sistema para producción industrial dado que aquí el objetivo fue observar la incidencia de las variables del procesamiento sobre las propiedades finales y no únicamente la producción de piezas. Esto sumado a las limitaciones del sistema de inyección generó que en varias de las 24 condiciones de procesamiento impuestas se obtuvieron piezas imperfectas a los ojos de cualquier productor industrial (piezas que presentaban cierto grado de alabeo o piezas con un acabado superficial imperfecto).

Para cada una de las corridas se intentó poner a punto el sistema siguiendo las reglas del arte utilizadas por la industria. Para ello, debe comenzarse operando la máquina en modo manual o semi-automático. La diferencia entre estos dos modos de operación reside en que en el primero debe realizarse cada uno de los pasos (cierre del molde, avance del carro del tornillo, inyección, rechupe o “suck back”, retracción del carro del tornillo, y apertura del molde) manualmente uno tras el otro, mientras que en el segundo modo con tan solo dar la orden de comenzar el ciclo de inyección este es completado paso tras paso de manera automática; una vez retirada la pieza, cerrar la puerta de seguridad constituye la orden para que el sistema inicie un nuevo ciclo de inyección completo.

En esta primera etapa, se determinan las posiciones de comienzo y fin de la carrera del tornillo de manera de llenar parcialmente la cavidad de moldeo. Se ajusta la velocidad de rotación del tornillo, la cual varía en función del tipo de material y las temperaturas que se hayan impuesto a través de la camisa; la velocidad de inyección y el valor de la contrapresión. Realizados estos ajustes, se pasa al modo automático, en donde la máquina produce una pieza tras otra sin interrupción alguna. Durante esta etapa lentamente se va aumentando la carrera del tornillo hasta lograr llenar por completo la cavidad del molde. Luego se procede a ajustar la presión de inyección y post-inyección de manera de lograr el mejor acabado superficial posible en la pieza. Se regula también aquí el tiempo de enfriamiento.

La inyectora con la que se trabajó únicamente había sido utilizada durante las prácticas de la materia Laboratorio II y siempre en modo manual, jamás se había utilizado en modo automático. Por ello, el primer paso fue lograr que la máquina funcione en este modo. Para lograrlo, debió fijarse el carro del tornillo de la inyectora mediante sus posicionadores (ver figura 3.5) y establecerse un tiempo de ciclo mayor a la suma de los tiempos de cada una de las etapas del proceso (cierre de molde, inyección, enfriamiento, apertura de molde). En caso de algún retardo en el proceso, al superarse el tiempo de ciclo instantáneamente la máquina detecta un error y detiene su funcionamiento. Del mismo modo, debieron programarse otros tantos factores de control (posición máxima y mínima del tornillo, tiempo máximo de inyección, etc.) que advierten al usuario sobre algún problema y detienen el funcionamiento automático de la máquina.



Figura 3.5. Posición final de avance del carro y posición final de retracción del carro.

Lograr un satisfactorio funcionamiento del modo automático fue fundamental para el posterior procesamiento de las piezas de este proyecto.

3.5.2. Limitaciones del sistema de cierre

El problema de la inyectora utilizada reside en su baja capacidad de cierre (10 T) en relación a la elevada superficie de los discos a inyectar (42,43 cm²). Durante el proceso de inyección el molde recibe dos fuerzas: la fuerza de cierre generada por el sistema hidráulico de la máquina y la fuerza debido a la presión del fundido que ingresa en la cavidad. Esta última tenderá a abrir el molde y la fuerza de cierre, cuyo valor máximo es de 10 T, es la encargada de mantener la cavidad de moldeo cerrada. Por lo tanto, la fuerza de cierre debería ser mayor a:

$$F_{cierre} > Area\ proyectada \cdot P_{inyección}$$

De esta forma podemos calcular cual es la máxima presión de inyección que puede utilizarse con la fuerza de cierre al máximo de su capacidad:

$$P_{inyección} < \frac{F_{cierre}^{MAX}}{Area\ proyectada}$$

$$P_{inyección} < \frac{10.000Kgf}{42,43cm^2}$$

$$P_{inyección} < 253,7\ Kgf/cm^2$$

La máxima presión de inyección que puede generar la máquina es de 1200Bar ($1223,64 \text{ Kg/cm}^2$) y por lo tanto, exigiendo el sistema de cierre al máximo de su capacidad, solo podrá trabajarse con presiones de inyección inferiores al 20,7% de la capacidad máxima. Es importante mencionar que este es un valor teórico y que durante la puesta a punto de la inyectora pudo elevarse hasta valores cercanos al 45% debido probablemente a que la capacidad de cierre indicada por el fabricante sea un valor con cierto factor de seguridad.

En caso de utilizar presiones de inyección mayores el material puede escapar a la cavidad de moldeo generando un rebalse o “flashing”, figura 3.6a. Por otro lado, para cada condición de moldeo habrá una presión de inyección umbral por debajo de la cual el fundido no logre llenar la cavidad de moldeo por completo, este fenómeno se denomina “short shot”, figura 3.6b.



a)

b)

c)

Figura 3.6. Principales defectos observados durante la puesta a punto del sistema.

a) Flashing, b) pieza inyectada correctamente, c) short shot

Con el fin de estudiar los efectos del caudal de inyección sobre las propiedades mecánicas de las piezas generadas, se incorporó esta variable como factor de estudio dentro del diseño Taguchi. Para alcanzar el caudal deseado se debe alterar la velocidad de inyección, pero debido a la limitada fuerza de cierre del molde al variar la velocidad de inyección debía también corregirse la presión de inyección para evitar que ocurran estos dos defectos mencionados.

Flashing. De aquellas condiciones donde el método Taguchi imponía la utilización de un valor máximo de presión (condiciones con máximo caudal de inyección: 1,4,5 y 8) las más propensas al “flashing” son aquellas donde el fluido posee baja viscosidad (por lo tanto mayor temperatura de fundido y mayor MFI) y mayor temperatura de pared. Por lo tanto, la condición crítica para este tipo de defecto es la nro. 5 del PP homopolímero. Era sencillo determinar un “set” de parámetros capaces de producir una pieza evitando este fenómeno indeseado, pero sin embargo, ese mismo conjunto de factores debía producir piezas sin defectos en los otros 2 materiales de estudio. Al determinar los valores de los parámetros correspondientes a esta corrida, estos podían generar otro tipo de defectos en las siguientes corridas. Queda claro por lo tanto que la manipulación de los parámetros, debido a la pobre capacidad de cierre de la inyectora, constituye un real desafío pues se debe corroborar constantemente el efecto inducido sobre las demás condiciones de moldeo.

Short Shot. Este fenómeno se ve principalmente cuando la presión establecida no es suficiente para lograr un completo avance del fundido dentro de la cavidad de moldeo. De aquellas condiciones donde el método Taguchi imponía la utilización de un valor mínimo de presión (condiciones con el menor caudal de inyección: 2,3,6 y 7) las más propensas al “short shot” fueron aquellas con menor viscosidad (por lo tanto, aquellas con mayor MFI y menor temperatura de procesamiento) y con menor temperatura de pared. Por lo tanto, la condición crítica ante este tipo de defecto fue la condición nro. 2 correspondiente al compuesto con 20%FV. Nuevamente, establecer un “set” de parámetros que generen piezas sin “short shot” en esta corrida no es algo difícil, pero la dificultad se presenta al tener que corroborar que estos parámetros no sean perjudiciales para las demás condiciones de moldeo.

El caudal de inyección es un caudal volumétrico que se calcula aproximadamente como:

$$Q = \frac{\text{Volumen de la pieza}}{\text{tiempo de inyección}}$$

donde el volumen de la pieza es constante y por lo tanto para controlar el caudal de inyección solo era necesario controlar el tiempo de inyección. En la tabla 3.5 se

muestran las combinaciones de velocidad y presión de inyección utilizadas para poder lograr los caudales deseados:

RUN	Qj (cm ³ /s)	PP		PP20%		PP30%	
		P _{usada} (%)	V _{usada} (%)	P _{usada} (%)	V _{usada} (%)	P _{usada} (%)	V _{usada} (%)
1	11	27	18	44	22	53	20
2	22	29	30	45	45	35	35
3	22	27	28	41	40	40	40
4	11	26	17	46	20	52	20
5	11	30	18	25	18	50	29
6	22	20	27	33	25	35	35
7	22	18	28	26	32	26	32
8	11	23	16	31	16	46	17

Tabla 3.5. Combinaciones de Presión y velocidad de inyección utilizadas para cada corrida.

Se intentó en un principio establecer una presión fija e ir variando la velocidad de inyección únicamente y viceversa. Sin embargo los resultados fueron desalentadores. Por lo tanto, de haber contado con una inyectora con mayor fuerza de cierre, podría posiblemente haberse variado únicamente la velocidad para establecer el caudal y de esta forma la puesta a punto del sistema hubiese sido mucho más sencilla.

3.5.3. Limitaciones del sistema de calentamiento

Al intentar inyectar a temperaturas superiores a los 220°C en modo automático la máquina no lograba establecer una temperatura constante en la última zona de calentamiento (la zona que contiene la boquilla) y a medida que avanzaban los ciclos esta caía hasta casi 20°C debajo de la temperatura deseada. En un principio se pensó que se trataba de un problema en la resistencia correspondiente a la zona de la boquilla o “noozle” del cañón y esta fue reemplazada por una nueva sin obtener un resultado positivo. En la figura 3.7 pueden observarse las 5 resistencias encargadas del calentamiento de la camisa.



Figura 3.7. Sistema de calentamiento de la camisa.

Se pensó luego que podría ser algún problema con el sistema de control, pero esto fue descartado por técnicos electrónicos.

Por último se llegó a la conclusión de que las resistencias encargadas del calentamiento de la camisa (en especial las últimas 2, responsables del calentamiento del noozle) no poseían la potencia suficiente como para lograr que la temperatura del fundido en la boquilla sea constante para valores elevados. Es decir, la potencia era suficiente para calentar la camisa hasta la temperatura deseada, pero al acercar el “noozle” hacia el molde y entrar en contacto con este (con la base de la colada) la temperatura comenzaba a descender lentamente. Esto se debe a que el prolongado tiempo de contacto entre la boquilla y el respaldo del molde genera una notoria pérdida de calor por conducción. Esta, sumada a las inherentes pérdidas de calor por convección y radiación, generaba una constante caída de la temperatura, la cual no podía ser compensada con la potencia de las resistencias. Por lo tanto, se programó la inyectora para que luego de cada inyección el “noozle” se retire hacia atrás y posterior al enfriamiento y eyección de la pieza vuelva nuevamente hacia adelante para realizar la siguiente inyección. De esta manera, se evitaba gran parte de la pérdida de calor por conducción y podían mantenerse estables las temperaturas deseadas. En la figura 3.8 se muestra una secuencia de las etapas del ciclo de inyección con el artificio empleado para solucionar el problema de la pérdida de calor por conducción.







Etapa	Molde	Sistema de inyección
I		
II		
III		

Figura 3.8. Secuencia de apertura/cierre de molde, avance/retroceso del “nozzle” durante un ciclo de inyección.

Etapa I. (Fig. 3.8.I) El ciclo comienza con el cierre y la presurización del molde. Luego el carro avanza hasta que la boquilla hace contacto con el molde. Es importante que primero se cierre y presurice el molde dado que si se realiza primero el avance del carro la presión ejercida sobre la placa fija puede dañar las fijaciones de esta. Al establecerse el contacto entre el noozle y la colada del molde se realiza la inyección del polímero (etapas de llenado, empaquetamiento y “holding”).

Etapa II. (Fig. 3.8.II) Al finalizar el período de mantenimiento de presión se retira hacia atrás la boquilla. El molde permanece cerrado durante el enfriamiento de la pieza.

Etapa III. (Fig. 3.8.III) Al finalizar el tiempo de enfriamiento impuesto al programar el ciclo, se abre el molde y avanza la placa expulsora para eyectar la pieza. Luego el molde se cierra y comienza nuevamente la Etapa I.

3.5.4. Problemas asociados al molde

El molde fue confeccionado en acero SAE 8620. Este tipo de acero es adecuado para este tipo de pieza y acorde con las solicitaciones a las cuales se somete. Sin embargo, el constante flashing de material (como consecuencia de la baja fuerza de cierre del molde) durante la puesta a punto de las 24 condiciones de procesamiento, generó marcas sobre ambas placas del molde. Estas marcas fueron el resultado de una combinación de deformación plástica y desgaste debido al contenido de fibras de los compuestos. Al reiterarse numerosas veces el flashing del material se generó un pequeño orificio por el cual fugaba material fuera de la cavidad. Dicha fuga de material hizo aun más grave el daño sobre las placas por lo que el orificio se tornó en poco tiempo en una impronta de aproximadamente 1 cm de tamaño y 4 décimas de mm de profundidad (ver figura 3.9)

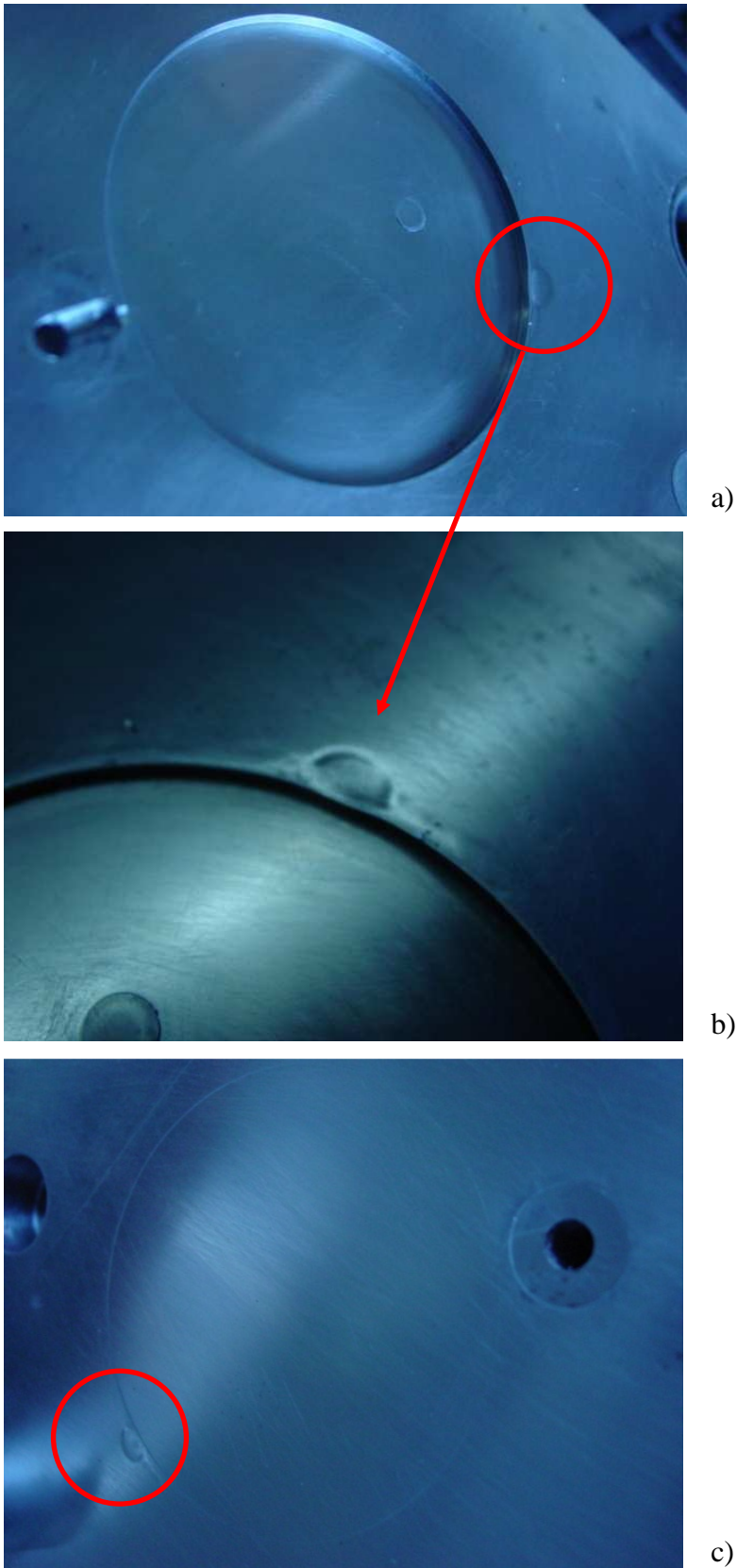


Figura 3.9. Daño generado sobre las placas debido a la baja capacidad de cierre de la inyectora. a) Daño sobre la placa móvil, b) Detalle del daño de la placa móvil, c) Daño sobre la placa fija.

Puede observarse que la impronta se genera frente al punto de inyección. Esto se debe a que durante el llenado el fundido ataca esta zona de manera perpendicular y a gran velocidad y por lo tanto es la zona más propensa al “flashing”. Al ocurrir este incidente, se detuvo el procesamiento y se procedió a rectificar las placas para eliminar las improntas generadas. Dicho trabajo generó una disminución del espesor de los discos en 4 décimas de mm, con lo cual debieron descartarse todas las piezas previamente inyectadas y comenzar nuevamente con el procesamiento de las 24 condiciones de procesamiento.

Las placas se sometieron a un proceso de nitrurado para aumentar la dureza superficial de estas y prolongar de esta manera su vida útil. Si bien este proceso de endurecimiento es puramente superficial, fue suficiente para evitar futuros daños del molde durante el posterior procesamiento de los materiales. La figura 3.10 muestra el molde en funcionamiento luego tratamiento efectuado a ambas placas de la cavidad. Puede apreciarse que las placas se muestran de un color más oscuro que el sistema de eyección del molde debido al proceso de nitrurado.



Figura 3.10. Molde con ambas placas nitruradas

3.5.5. Otros defectos observados

Otros defectos observados fueron: aire atrapado (fig. 3.11) y marcas de flujo (figura 3.12).



Figura 3.11. a) Aire ocluido, b) detalle de la burbuja de aire

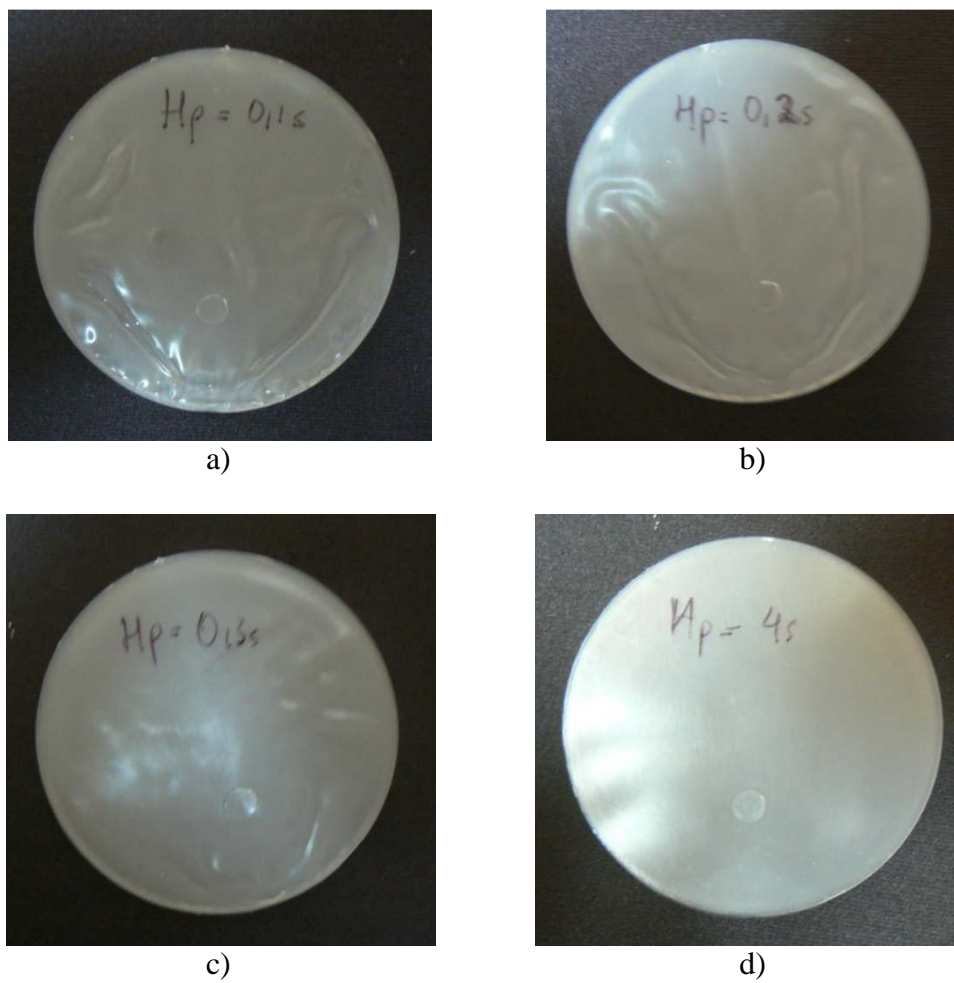


Figura 3.12. Líneas de flujo a) $H_t=0,1s$; b) $H_t=0,2s$; c) $H_t=0,3s$; d) $H_t=4s$

Las líneas de flujo aparecen principalmente cuando se inyecta a bajas temperaturas. Una forma de eliminar estas líneas de flujo es incrementando la presión de empaquetamiento o su tiempo de aplicación. En la figura 3.12 se observa una secuencia de a) hasta d) en la cual se fue incrementando el tiempo de aplicación de la presión de empaquetamiento.

3.6. Representatividad de las piezas inyectadas

Luego de establecerse los parámetros de inyección para cada grupo del diseño Taguchi, se inyectaron 30 probetas por corrida. Luego, se pesaron las piezas inyectadas y a través de la distribución de pesos se estudió la representatividad del proceso, es decir, si las 30 piezas correspondientes a cada corrida presentaban una distribución normal de pesos.

Este procedimiento es muy utilizado en la industria para estudiar si el sistema de inyección opera de manera estable o si presenta fluctuaciones en su mecanismo que originen piezas desiguales. Una alternativa más eficiente que el estudio de la representatividad mediante el pesaje de las piezas es el estudio de la presión dentro de la cavidad de moldeo. La curva de presión dentro de la cavidad en función del tiempo provee valiosa información acerca del proceso y la comparación de las curvas de cada ciclo permite estudiar la representatividad del proceso. Además, la ventaja de este tipo de control es que se efectúa “online” y puede programarse al software de análisis de datos para que advierta al operario en caso de detectar anomalías en el desarrollo de la presión dentro de la cavidad.

Se ha adquirido un sensor de presión KISTLER y se está evaluando la compra del equipo para adquisición de datos correspondiente, de manera de implementar este tipo de tecnología en los trabajos de investigación futuros.

En la figura 3.13 se incluyen las distribuciones de pesos de cada una de las 24 corridas analizadas.

RUN	PP homo	PP20%FV	PP30%FV
1			
2			
3			
4			
5			

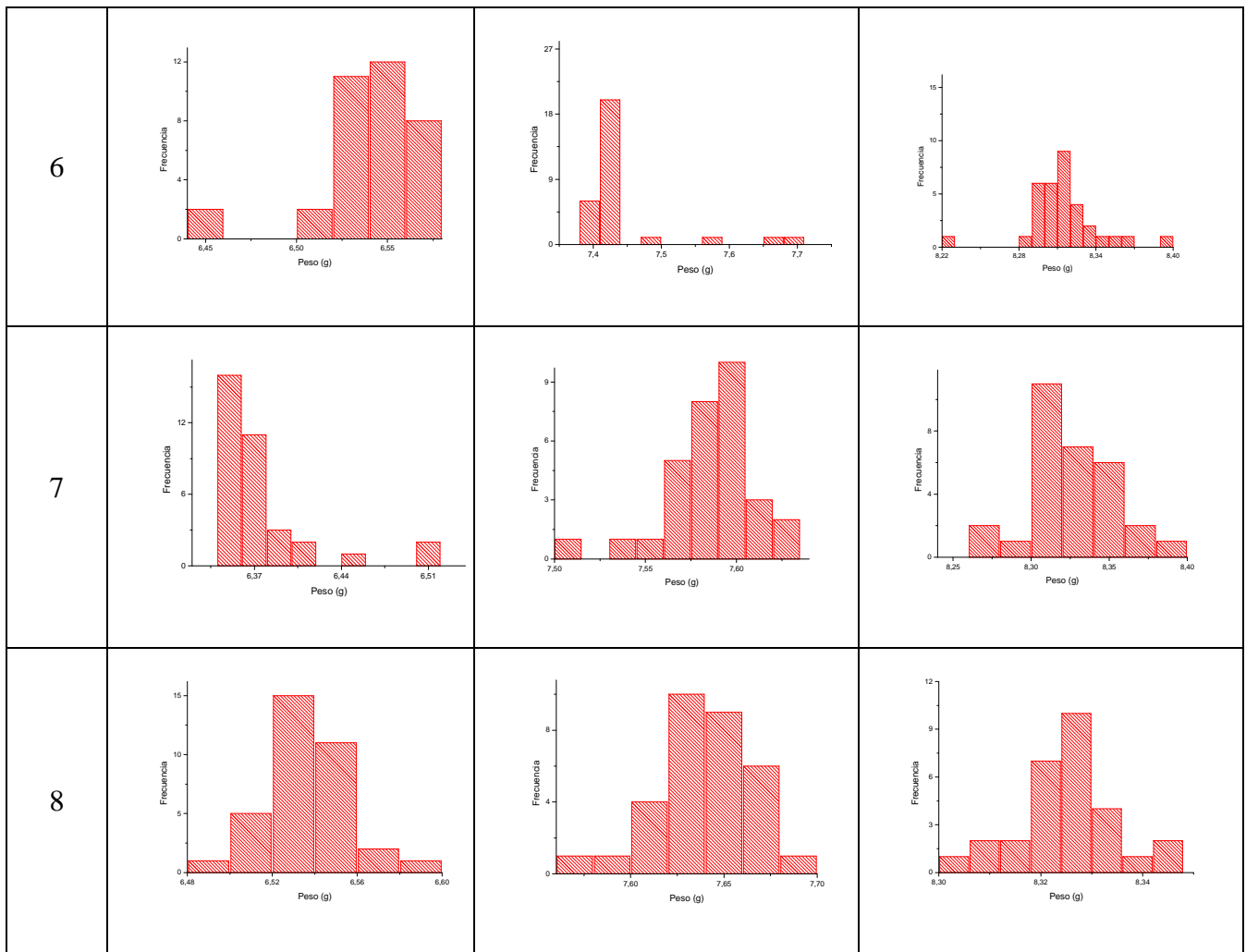


Figura 3.13. Distribuciones de pesos de los 24 conjuntos de probetas inyectadas.

Puede observarse que en varias de las condiciones de inyección la distribución claramente no fue normal (gaussiana). Estos comportamientos pueden deberse a fluctuaciones en los parámetros de procesamiento debido a imprecisiones de la máquina, a imprecisiones del atemperador de moldes o a fluctuaciones en el ambiente de trabajo (por ejemplo, corrientes de aire, variaciones de temperatura, etc.).

Para seleccionar qué probetas de las 30 se ensayarían al impacto durante este proyecto se buscó un intervalo modal que abarcara 15 probetas.

4. ANÁLISIS MICROGRÁFICO

4.1. Morfología skin-Core

Preparación de las Muestras. De cada conjunto de piezas inyectadas (es decir, de cada “run”) se cortaron muestras de de 10 micrómetros de espesor utilizando un micrótopo ANGILA SCIENTIFIC perteneciente a la Universidad do Minho, con hojas de navaja. Dichas muestras fueron tomadas en el centro de los discos, sobre una superficie perpendicular a la dirección del flujo. En la figura 4.1 se muestra dicha superficie coloreada con rojo.

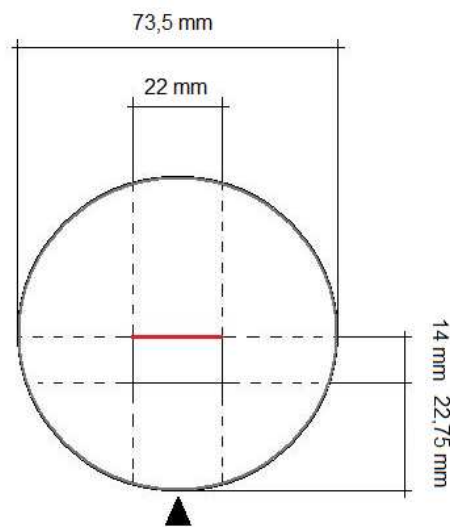


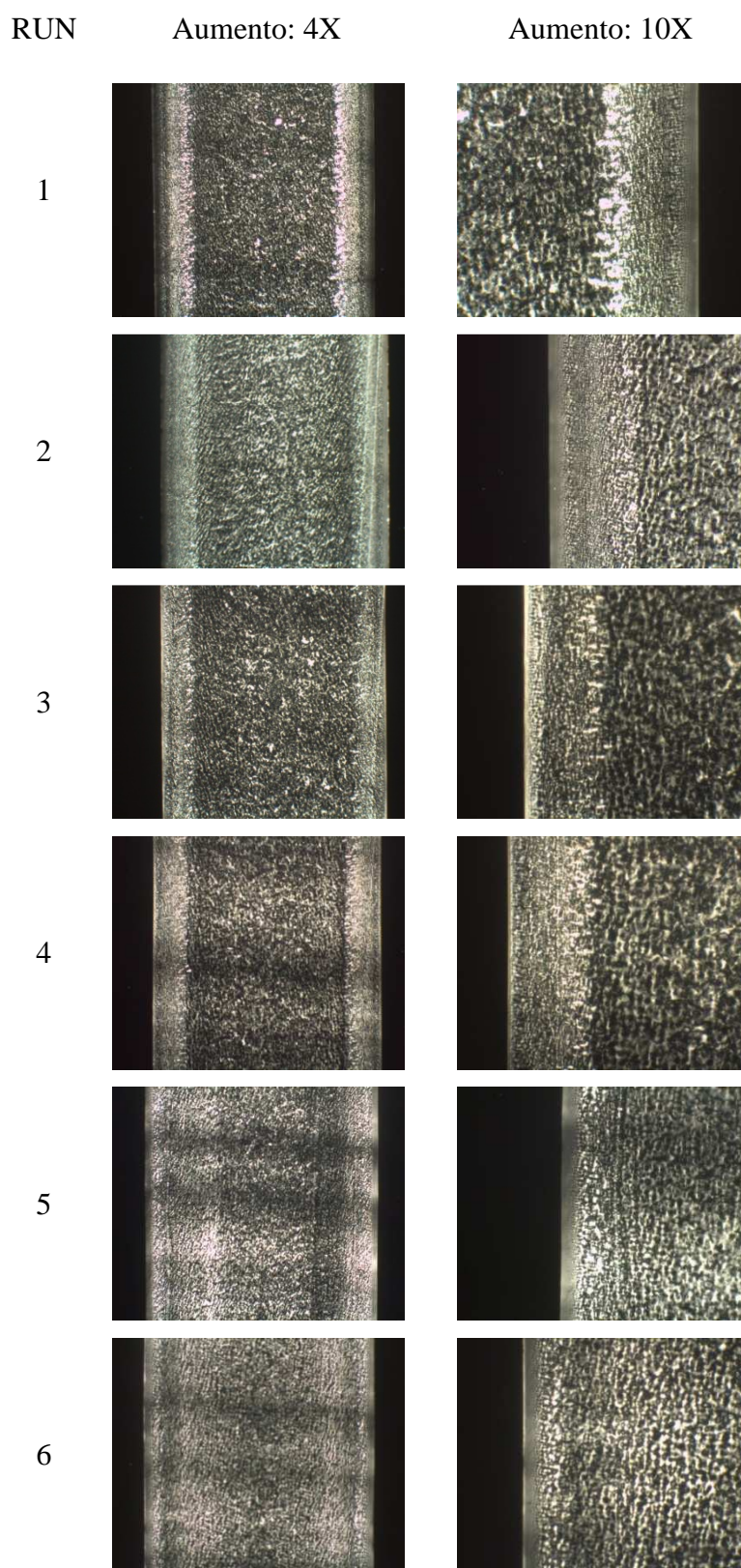
Figura 4.1. Esquema del corte efectuado para la toma de muestras

Estas tajadas de delgado espesor fueron luego colocadas en portaobjetos con Bálsamo de Canadá, el cual debido a su elevada viscosidad permite la correcta disposición de las muestras en el portaobjetos y como consecuencia de sus propiedades ópticas mejora notablemente la observación de las muestras mediante microscopía óptica de reflexión.

Observación al microscopio. Las muestras fueron observadas con un microscopio OLYMPUS de luz polarizada perteneciente a la Universidad do Minho. Se observó las muestras bajo un aumento de 4x y 10x.

Resultados. Las muestras correspondientes al PP homopolímero fueron relativamente fáciles de extraer con el micrótopo. En la figura 4.2 se muestran las microestructuras

observadas para las 8 condiciones de procesamiento de este material. En las imágenes puede apreciarse claramente la estructura piel-núcleo mencionada anteriormente.



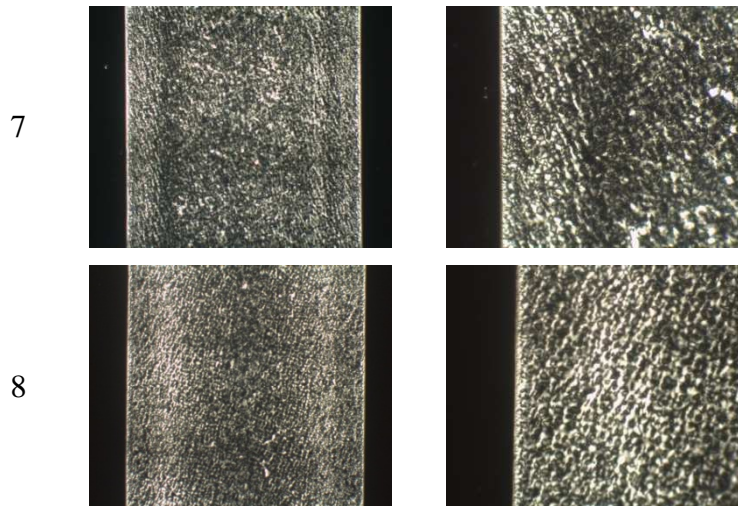


Figura 4.2. Imágenes tomadas por PLM a 4x y 10x

Las corridas 1, 2, 5 y 6 corresponden a las muestras que fueron inyectadas con una temperatura de molde de 25°C. Éstas poseen un espesor de piel mayor a las que fueron inyectadas con una temperatura de molde de 50°C (corridas 3,4,7 y 8).

A partir del software para análisis de imágenes “Image Pro” se midieron los espesores de piel para cada muestra (se utilizó el promedio de 15 mediciones diferentes) y a partir de estos se calculó la relación de piel (*skin-ratio*). Este parámetro se define como:

$$Sa = h_1 + h_2 / H$$

donde H es el espesor total de la pieza. La tabla 4.1 presenta los resultados obtenidos a partir del análisis de imágenes.

RUN	espesor piel (μm)	Sa
1	33,077	0,036
2	25,860	0,028
3	8,576	0,009
4	6,312	0,007
5	32,173	0,035
6	30,307	0,033
7	4,723	0,005
8	3,314	0,003

Tabla 4.1 Valores del “skin-ratio” de las muestras de PP homopolímero

Los valores del *skin-ratio* (Sa) se presentan en el gráfico de barras en la figura 4.3a. Como puede observarse en las micrografías, las muestras con menor temperatura

de pared de molde poseen valores de Sa mayores. Los resultados del análisis de varianza (figura 4.3.b) revelaron que efectivamente, el único factor significativo resulta ser la temperatura de pared (T_w) con una contribución del 96,2%. Los otros factores resultaron ser no significativos.

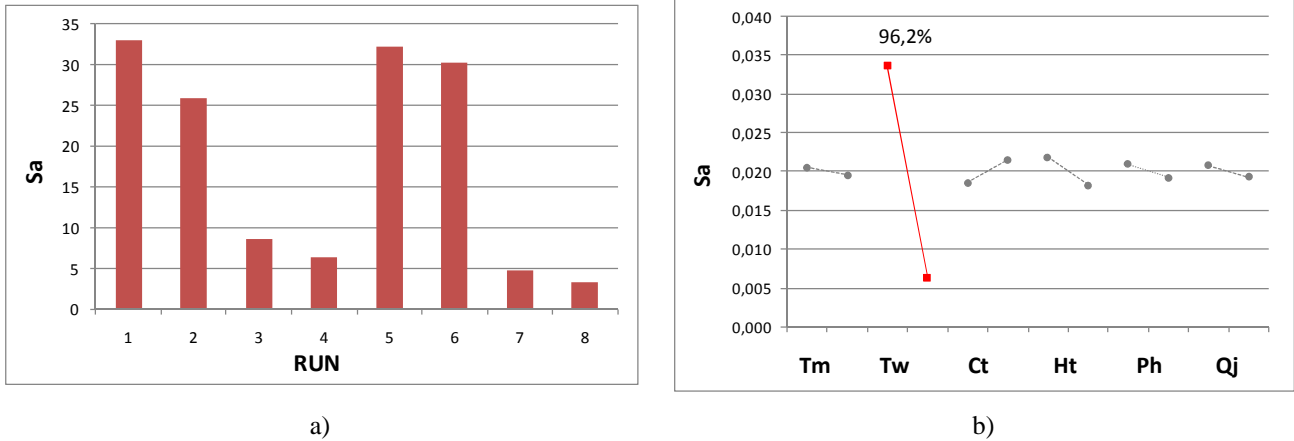


Figura 4.3 Resultados del análisis de varianza de la relación de piel (Sa)

Las muestras correspondientes a los compuestos de 20% y 30%FV se mostraron extremadamente difíciles de manipular. Debido a la fragilidad de las fibras, resultaba casi imposible extraer una tajada completa de la superficie a analizar, inclusive para 25 micrones de espesor. No se logró por lo tanto realizar la preparación del total de las muestras para su posterior análisis con el microscopio. Se intentó realizar el corte con cuchilla de vidrio pero la dureza de las fibras terminaba rompiendo la cuchilla y por lo tanto no era posible obtener la tajada deseada.

En la figura 4.4 se muestran dos de las pocas muestras que fue posible analizar. Ambas corresponden a la corrida 6, la figura a) corresponde al compuesto con 20%FV y la b) al de 30%FV.

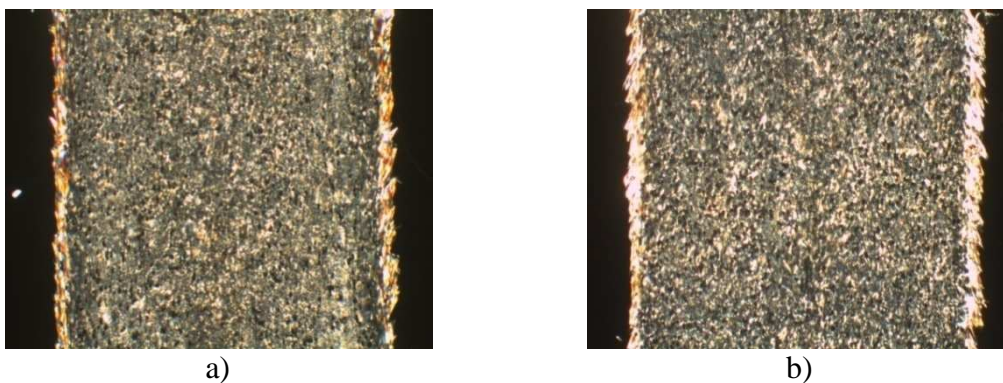


Figura 4.4. Imágenes en resolución 4x de las muestras cargadas con fibras. a) 20%FV, b)30%FV.


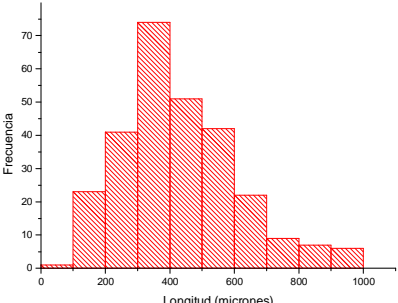
Como puede observarse, es imposible distinguir una estructura tipo skin-core en estos compuestos. Se evidencia una región superficial que aparentaría ser una especie de piel, pero sin embargo lo que allí se pone en evidencia es el daño introducido sobre la pieza al efectuar el corte de las muestras. El pull-out de fibras y el corte de algunas de ellas generan sobre la superficie una región con un índice de refracción diferente al del centro y es debido a esto que dicha zona se observa más iluminada.

Posiblemente se genere cierto gradiente microestructural a lo largo del espesor de la pieza, pero no es posible analizarlo mediante esta tipo de preparación de muestra. Esto se analizará a futuro mediante SEM de piezas fracturadas.

4.2. Determinación de la longitud las fibras

Se analizó mediante un microscopio OLYMPUS de reflexión la segunda fase de los materiales vírgenes, resultante de su calcinación. Se calcinaron además dos muestras de los compuestos pero esta vez aquellas procesadas con las condiciones de la corrida 5 del diseño de experimento.

Luego de la observación al microscopio se procedió a tomar 10 fotos de cada una de las muestras y mediante el software IMAGE PRO se realizó la medición de la longitud de la segunda fase. En total se midieron alrededor de 500 fibras por muestra. La figura 4.5 muestra una imagen y la distribución de longitudes de fibra para cada muestra analizada.

	Compuesto	Micrografía	Distribución de longitudes de fibra
a)	PP20% virgen		

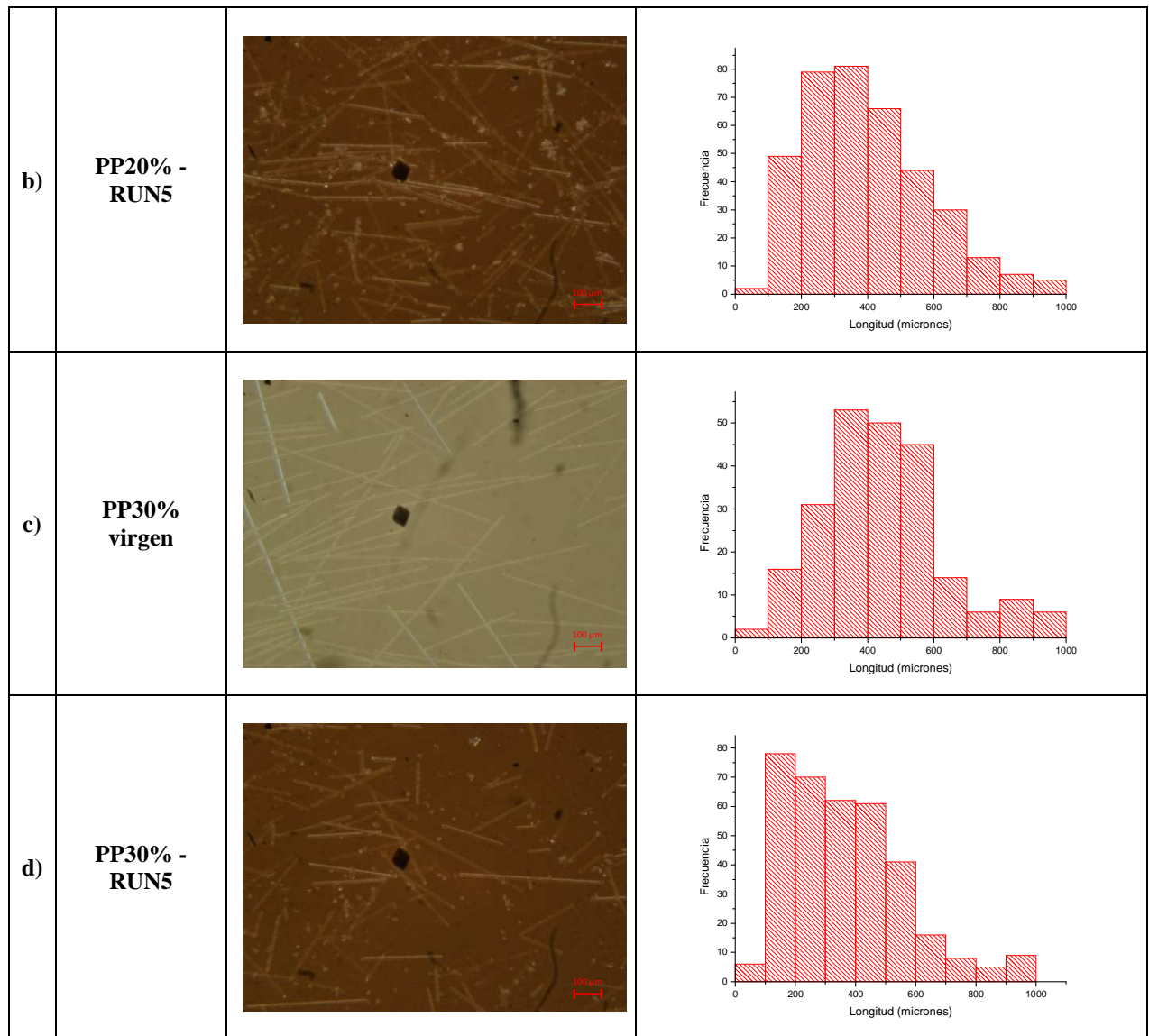


Figura 4.5 Imágenes de microscopía óptica de reflexión de las fibras y sus correspondientes distribuciones de longitudes de fibra.

El análisis estadístico de las medidas tomadas muestra que en los compuestos vírgenes el de 30% de FV es el que posee en promedio las fibras más largas. Sin embargo, al procesar los materiales mediante la condición 5 ambos compuestos reducen su longitud media de fibras y pasa a ser aquel de 20% el que posee fibras de mayor longitud. La tabla 4.2 muestra los resultados obtenidos.

Compuesto	Longitud media de fibras (μm)	Desviación Estándar (μm)
PP20% virgen	425,65	187,51
PP20% RUN5	397,41	186,82
PP30% virgen	442,78	184,06
PP30%_RUN5	364,40138	196,39996

Tabla 4.2 Longitud media de fibras y desviación estándar en los compuestos analizados.

5. PORCENTAJE DE CRISTALINIDAD

5.1. Análisis del PP homopolímero

Se realizó un ensayo de DSC para cada corrida del PP homopolímero sobre la sección de un punto específico de la pieza (indicado con rojo en la figura 5.1).

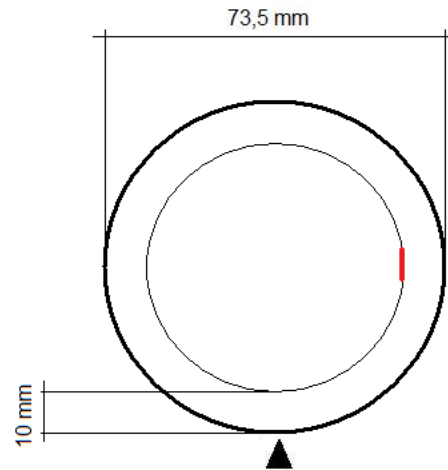


Figura 5.1. Lugar elegido para la toma de material para el análisis DSC.

Con los calores de fusión obtenidos para cada corrida se calculó el correspondiente % de cristalinidad. La figura 5.2 muestra los resultados del análisis ANOVA.

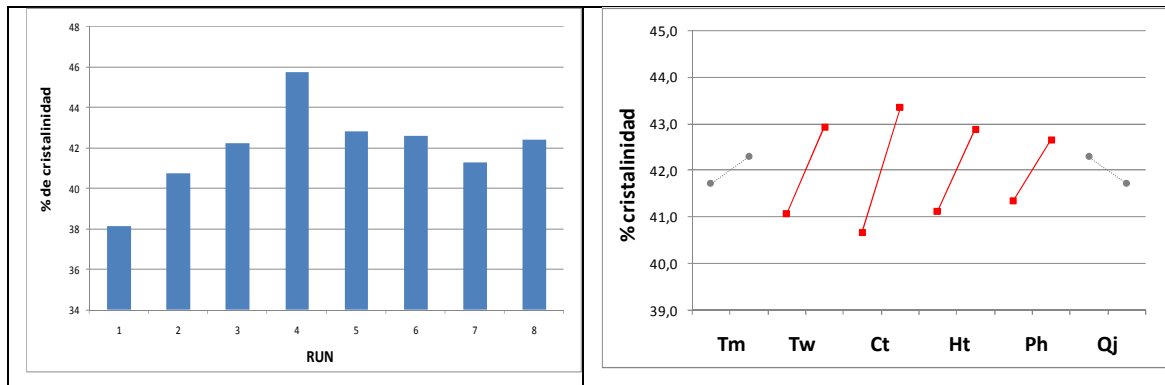


Figura 5.2. Análisis ANOVA de los porcentajes de cristalinidad.

Es lógico esperar que a mayor tiempo de enfriamiento se obtenga una mayor cristalinidad, dado que se da mayor tiempo para la nucleación y crecimiento de cristales. Vemos que una mayor temperatura genera un notable aumento de la cristalinidad; esto puede explicarse en parte a que a mayor temperatura de pared será menor el % de piel presente y por lo tanto de mayor espesor el núcleo, por lo que la cristalinidad será

mayor. Por otro lado, el aumento de la presión y tiempo de empaquetamiento incrementan la cristalinidad.

En el capítulo siguiente se estudia la respuesta al impacto de las piezas de PP y no se encontró correlación con el % de cristalinidad. Según Varga Jo. [1] la morfología cristalina del PP es muy compleja y para intentar correlacionar la microestructura cristalina con las propiedades mecánicas se deben tener en cuenta:

- ✓ El tipo de fases cristalinas presentes (α , β ó γ)
- ✓ El porcentaje de cristalinidad.
- ✓ El grado de “interconexión cristalina” entre los granos de los cristales.

5.2. Referencias

[1] Varga Jo., in: Karger-Kocsis J. et al editors. Polypropylene: an A-Z reference. Dordrecht, Kluger, 1999

6. CARACTERIZACION MECANICA AL IMPACTO

6.1. Descripción del ensayo y el equipamiento

Se analizó la respuesta en impacto de los materiales fuera del plano de carga. Esto se llevó a cabo a través de ensayos de impacto instrumentado de dardo sobre disco (ASTM 3763-93). Estos ensayos se caracterizan por su habilidad de detectar posibles problemas de fragilización o fractura en ausencia de un defecto de dimensiones significativas, y reproducen el comportamiento real de los materiales procesados bajo distintos estados de tensión [Bucknal CB., 2001]. Además, se ha mostrado que las propiedades que emergen de los mismos pueden resultar eventualmente sensibles a las variaciones en la microestructura de la piel de una pieza inyectada por variaciones en las condiciones de procesamiento [Karger-Kocsis, J. , 1999].

A partir de este tipo de ensayo se obtiene la energía de perforación específica (U_{perf}/B) por integración numérica de las curvas carga-desplazamiento del registro. Dado que el espesor de las piezas es constante, se relevarán los valores de energía absorbida únicamente. Por otro lado, se analizará ópticamente el patrón de fisuración formado y el origen de las posibles fisuras radiales y/o circunferenciales.

Para la realización de este ensayo se empleó una máquina de Impacto instrumentado Fractovis Ceast (falling weight), figura 6.1a, adquiriendo datos a través de un D.A.S. 4000. Se empleó el soporte para disco que se muestra en la figura 6.1b, el cual retiene empotrado al disco durante su ensayo. El diámetro interno del soporte es de 40 mm. El impactador utilizado fue de tipo dardo, el cual posee una punta semiesférica que solo hace contacto con la probeta en un punto. Los parámetros empleados durante los ensayos se muestran en la tabla 6.1.

Parámetro	Valor utilizado
Masa	28,6 Kg
Velocidad de impacto	3,5 m/s
Tiempo de muestreo	4 ms

Tabla 6.1. Parámetros impuestos en el equipo Fractovis Ceast.



a)



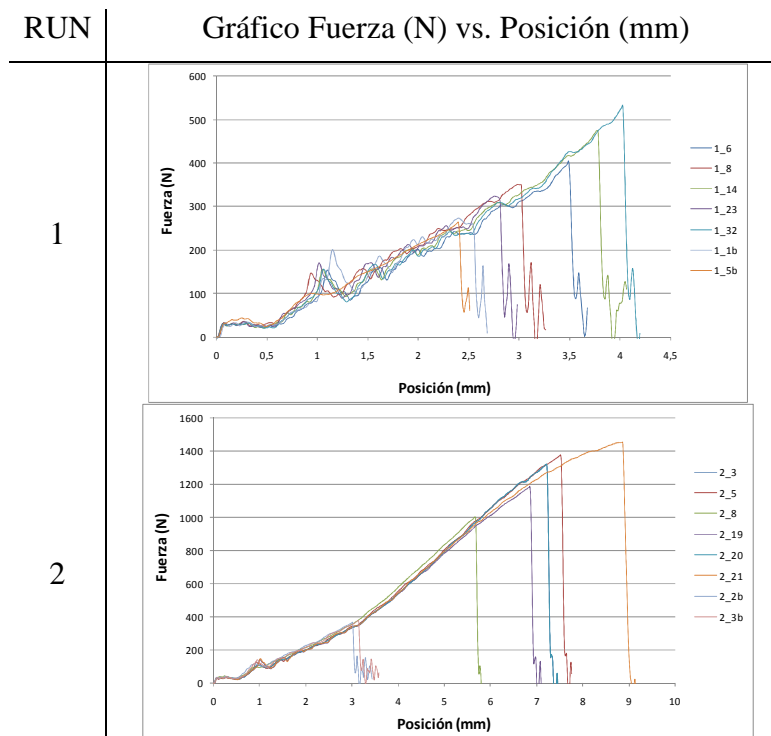
b)

Figura 6.1. a) máquina de Impacto instrumentado Fractovis Ceast, b) Soporte empleado.

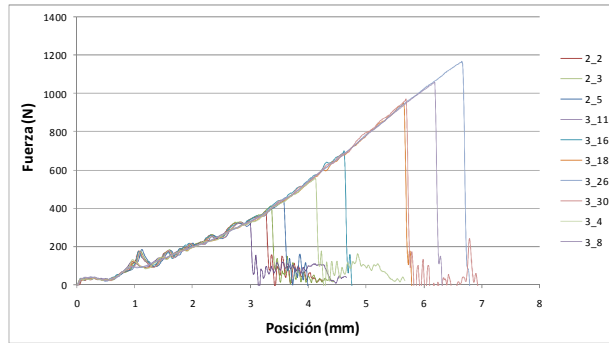
6.2. Resultados obtenidos

6.2.1. Polipropileno homopolímero

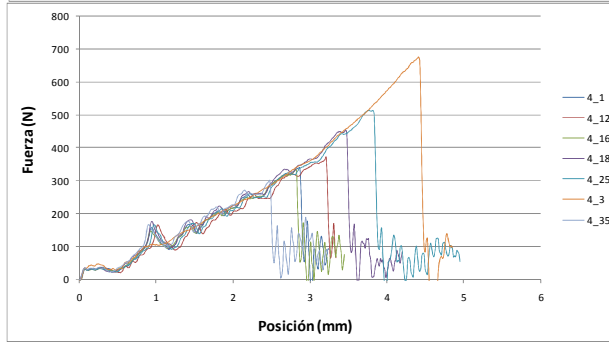
Los resultados de los ensayos de impacto de las muestras de PP mostraron una dispersión enorme en las energías de perforación de cada una de las corridas, figura 6.2.



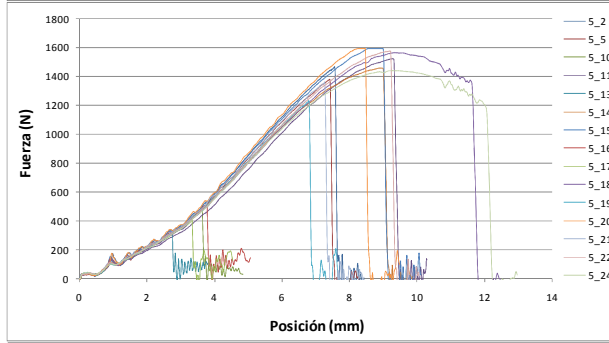
3



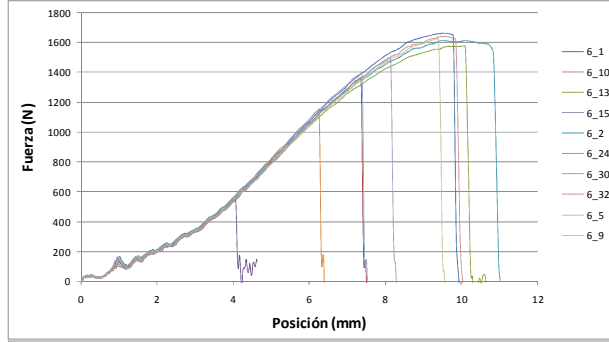
4



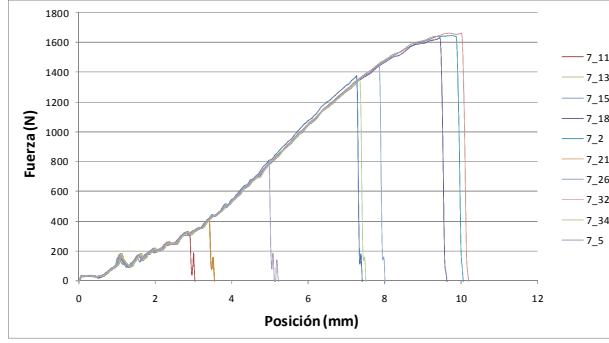
5



6



7



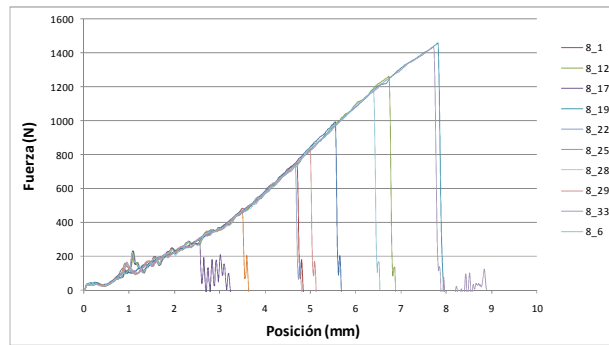


Figura 6.2. Gráficos Fuerza vs. Posición para las 8 corridas del PP.

Estos hallazgos señalan que el PP se halla en la zona de transición dúctil-frágil. Por lo general, la temperatura de transición dúctil-frágil del PP se encuentra a pocos grados debajo de la temperatura de transición vítrea (la cual ronda los 0°C, medida por DMA), por ello muchas veces se observa este comportamiento a temperatura ambiente.

Por lo tanto, la dispersión observada es la consecuencia de la competencia de dos mecanismos de fractura diferentes: uno frágil de baja energía y otro dúctil de mayor energía de perforación.

A través de la integración de las curvas se obtuvo la energía de perforación correspondiente a cada probeta ensayada. Si asumimos una distribución normal se observa que la desviación estándar es enorme comparada con la media aritmética en cada corrida, ver tabla 6.2.

RUN	Energía (mJ)	Desv. est. (mJ)
1	488,950657	198,06855
2	3587,94139	2011,601058
3	1485,84448	994,5479887
4	623,423493	265,4681647
5	4991,58714	3354,264981
6	5922,79692	2796,737478
7	4014,7228	3152,940931
8	2674,8428	2074,900138

Tabla 6.2. Energía promedio de perforación y desviación estándar para las 8 corridas.

Si consideramos el intervalo de confianza $\bar{x} \pm \sigma$, hay un 68% de probabilidad de que al ensayar una pieza su energía de perforación pertenezca a este intervalo; si en cambio consideramos el intervalo $\bar{x} \pm 2\sigma$, la probabilidad de que el valor de energía

caiga dentro de este es del 95%. Sin embargo, la desviación estándar es tan grande en ciertas corridas que al establecer un intervalo de confianza del 95%, el límite inferior es 0. Esto indica que la dispersión es tan grande que existe la posibilidad de que una probeta fracture mostrando absorción nula de energía. En la figura 6.3. se muestran los valores de energía media de perforación con las barras de error correspondientes a ambos intervalos de confianza.

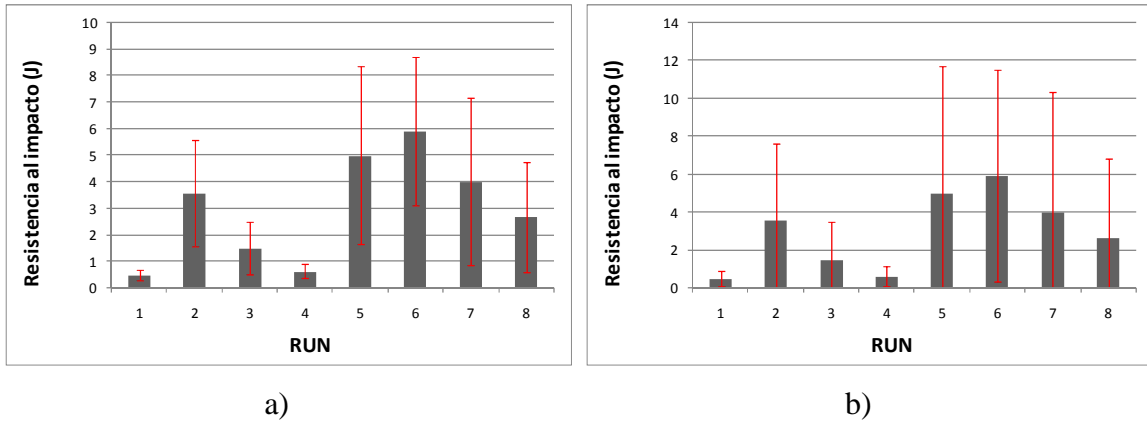


Figura 6.3. Intervalos de confianza. a) 65%, b) 95%

Para poder efectuar el análisis ANOVA de los resultados obtenidos y correlacionar las condiciones de procesamiento con las propiedades mecánicas, es necesario hallar un valor de energía que sea representativo de cada una de las corridas. Teniendo en cuenta la altísima dispersión presente en los resultados, se intentó hallar un valor umbral de energía. Es decir, la condición más desfavorable en la cual pudiese fallar el material (por lo tanto, la mínima energía de perforación o energía umbral).

Si observamos los gráficos de la figura 6.3., el material en cuestión presenta un comportamiento tan al azar que si deseamos ser conservativos y emplear un intervalo de confianza del 95% nuestro umbral de energía sería el 0 para la mayoría de las corridas. Es decir que según este criterio el material no podría ser utilizado para ninguna aplicación. En cambio, si adoptamos el intervalo de confianza del 68% podemos establecer para cada condición de inyección una determinada energía umbral.

Alternativamente, se intentó ajustar los valores obtenidos a otra distribución distinta a la normal. Se empleó el método estadístico de Weibull de tres parámetros, el cual se explica brevemente a continuación.

La ecuación básica de Weibull que describe la probabilidad de falla P_f en función de la energía de perforación es:

$$P_f = 1 - \exp \left[- \left(\frac{E_f - E_u}{E_0} \right)^m \right]$$

donde E_0 , E_u y m son constantes. Siendo E_u el mínimo nivel de energía en el cual la probabilidad de falla (P_f) es nula; E_0 es un parámetro de normalización y m es el módulo de Weibull, el cual describe el ancho de la distribución ($m > 0$ y cuanto menor es m , más ancha es la distribución).

Para realizar el ajuste de los valores al modelo de Weibull se ordenó los valores de energía de cada corrida de menor a mayor y se les asignó una probabilidad de falla nominal, definida por:

$$P_f = \frac{n}{N + 1}$$

Luego, a partir de la gráfica P_f vs E se intentó ajustar los puntos a una distribución tipo Weibull empleando el software ORIGIN, ejemplo en figura 6.4. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 6.3.

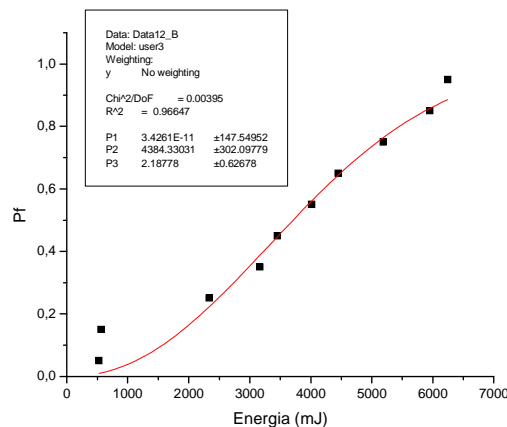


Figura 6.4. Ajuste de Weibull para la corrida 2

RUN	Eu (mJ)	m (pendiente)	E0 (mJ)
1	254	1,02595	262,8638046
2	0	1,03187	4465,040009
3	425	0,70523	1125,222738
4	445	0,47803	133,1576819
5	0	0,92068	5916,265768
6	0	1,35551	7251,451422
7	0	0,82298	4610,866081
8	45	1,09003	3006,830954

Tabla 6.3. Valores de las constantes de Weibull

Puede observarse que el valor de m es muy pequeño en todas las corridas, lo cual representa la enorme dispersión de valores observada en los resultados.

Para las corridas 2,5,6 y 7 el ajuste de Weibull arroja una energía umbral nula. Esto significa que la distribución de los valores es tan ancha que Weibull predice la existencia de cierta probabilidad de falla con energía de perforación nula. Es interesante el hecho de que estas cuatro corridas son justamente las que manifestaron de manera más marcada la transición dúctil-frágil; esto puede corroborarse observando nuevamente los gráficos de estas corridas en la figura 6.2. Esto no significa que la distribución e Weibull sea inadecuada o no ajuste a estas distribuciones de puntos, sino que el material es muy poco confiable.

Es evidente que el PP en estudio, procesado por inyección, es muy poco confiable a temperatura ambiente y su implementación en fines que requieran solicitaciones de impacto es muy poco recomendable. Más allá de esto y para poder realizar el análisis ANOVA de los resultados obtenidos, se elegirá como valor umbral a aquel correspondiente al intervalo de confianza del 68%, es decir, $\bar{x} - \sigma$ (ver tabla 6.4). Al realizar esta elección no se está procediendo de manera conservativa, pero a fines prácticos es la única alternativa viable.

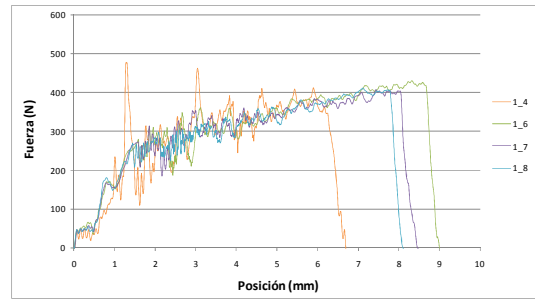
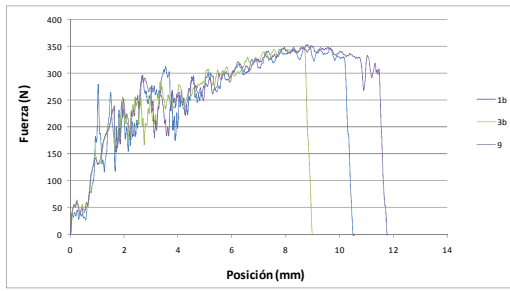
RUN	Eu (mJ)
1	0,29088211
2	1,57634033
3	0,49129649
4	0,35795533
5	1,63732216
6	3,12605945
7	0,86178187
8	0,59994266

Tabla 6.4. Valor umbral de las energías de perforación para las 8 corridas del PP.

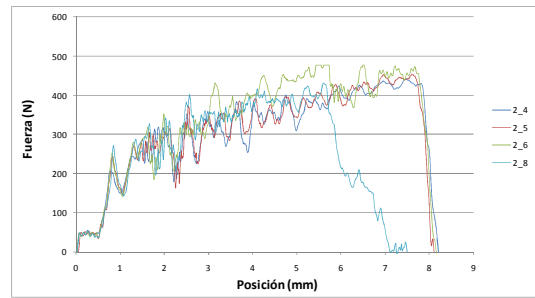
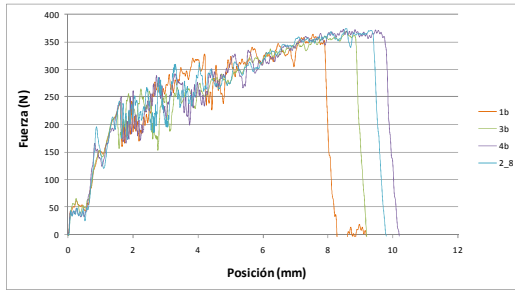
6.2.2. Materiales compuestos

Los resultados de los ensayos de impacto efectuados sobre los materiales compuestos se muestran en la figura 6.5.

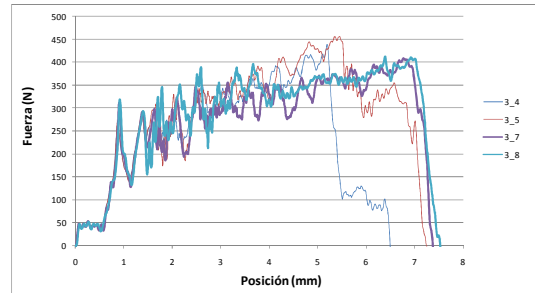
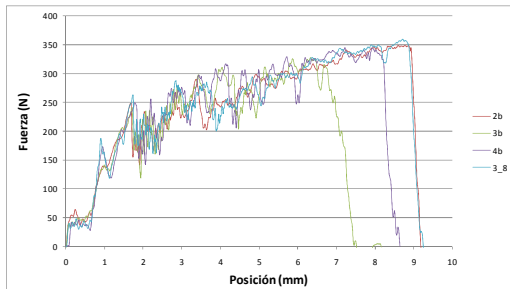
1



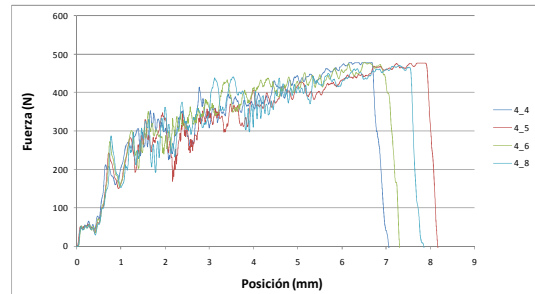
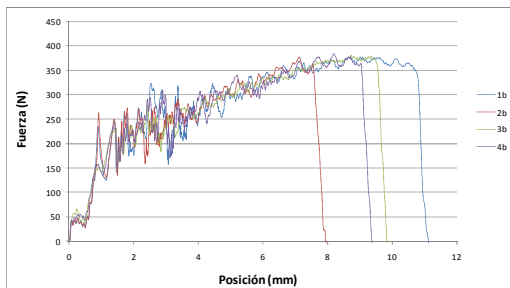
2



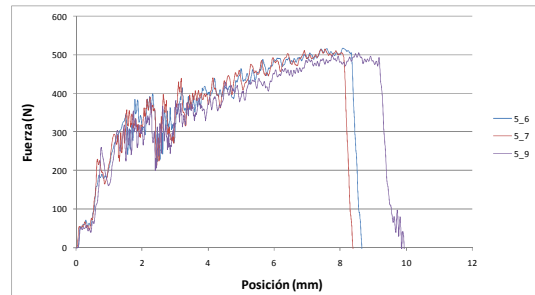
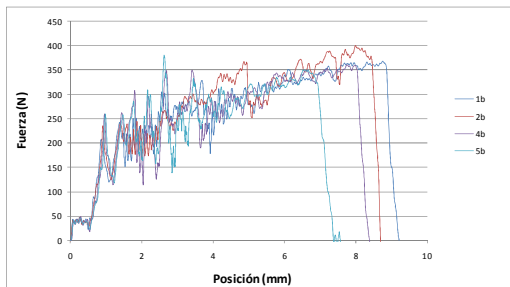
3



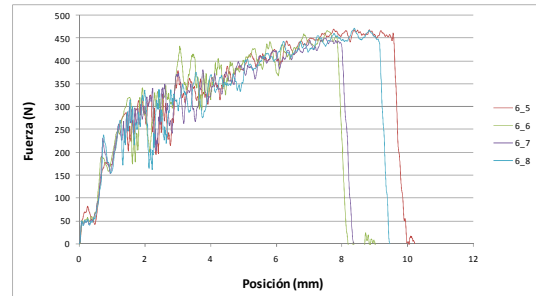
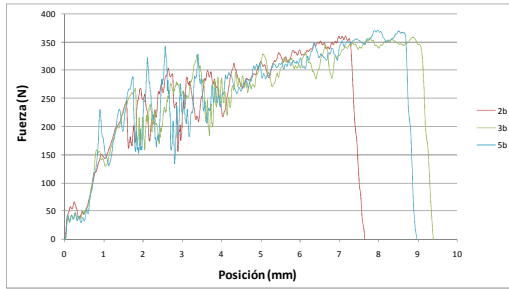
4



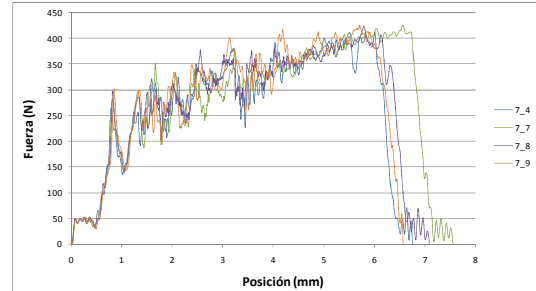
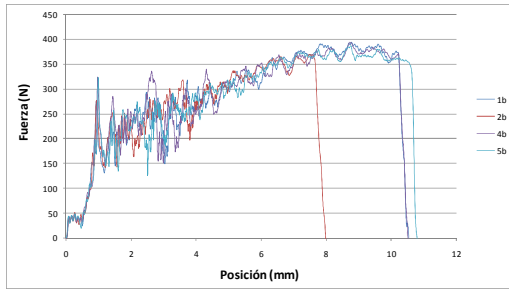
5



6



7



8

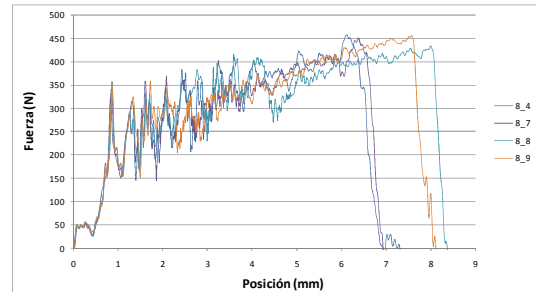
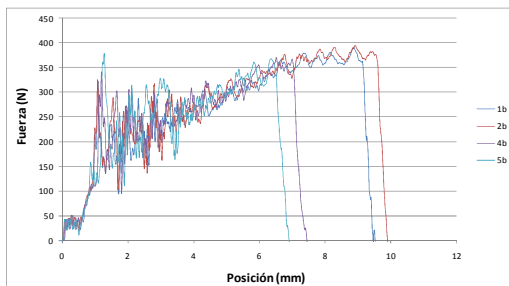


Figura 6.5. Gráficos Fuerza vs. Posición de los materiales compuestos

Puede observarse que el refuerzo de fibra de vidrio de los materiales compuestos analizados contrarresta el estado de transición de la matriz. Vemos que prácticamente en su totalidad las muestras fallan de manera frágil y que para cada corrida, la dispersión en los valores es muy pequeña en comparación a la observada para el PP homopolímero.

En la tabla 6.5 se muestra para cada corrida la energía media de perforación (obtenida mediante integración de las curvas), la desviación estándar y la energía umbral (calculada como $\bar{x} - \sigma$ de manera de poder comparar luego los resultados con los obtenidos para el PP homopolímero).

RUN	20%FV			30%FV		
	Energía media (J)	Desv est. (J)	Eu (J)	Energía media (J)	Desv est. (J)	Eu (J)
1	2,294	0,614	1,680	2,205	0,453	1,752
2	2,205	0,572	1,634	2,319	0,384	1,935
3	1,907	0,449	1,458	2,264	0,500	1,764
4	2,419	0,552	1,867	2,425	0,296	2,128
5	2,437	0,674	1,762	3,400	0,316	3,084
6	1,900	0,484	1,416	2,785	0,546	2,239
7	2,548	0,656	1,892	2,099	0,443	1,656
8	1,952	0,638	1,314	2,410	0,336	2,074

Tabla 6.5. Energía de perforación umbral para los compuestos de 20% y 30% de fibra de vidrio

La figura 6.6. muestra la media aritmética de la energía de perforación para cada corrida de ambos compuestos y los intervalos de confianza del 68% correspondientes.

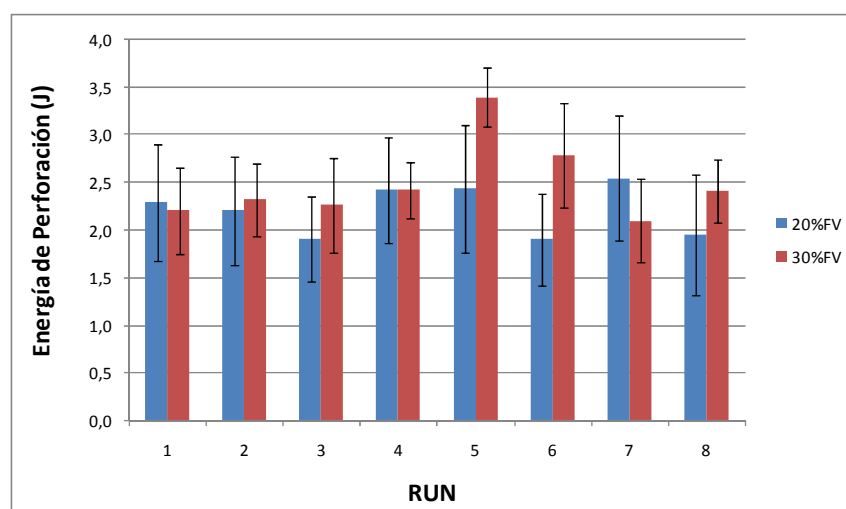


Figura 6.6. Energías de perforación de los materiales compuestos.

Si comparamos la figura 6.6 con la 6.4a es evidente que los materiales compuestos muestran una confiabilidad totalmente superior al PP homopolímero. Esto se refleja en su pequeña desviación estándar y por lo tanto sus angostos intervalos de confianza.

6.3. Análisis ANOVA

En la figura 6.7 se realiza la comparación de la energía umbral de los tres materiales.

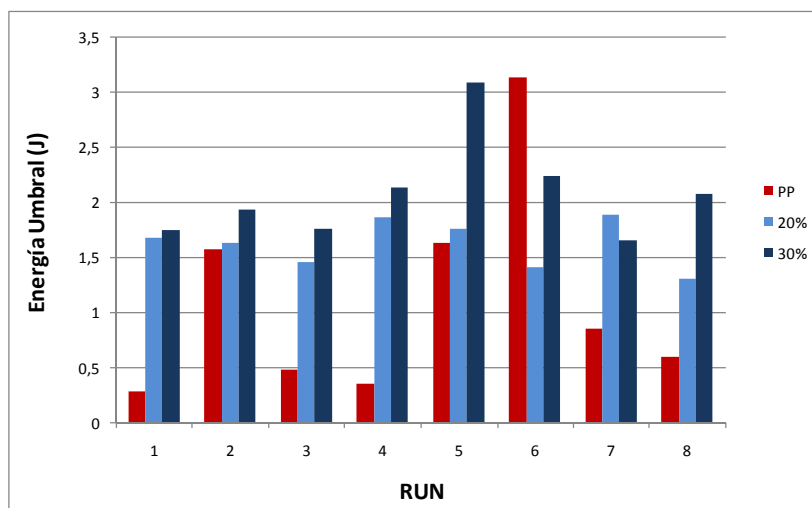


Figura 6.7. Energía Umbral de los 3 materiales

Al comparar las energías umbrales se observa que excepto en la corrida 6 los materiales compuestos presentan una mayor resistencia al impacto. Dentro de estos, el compuesto de 30% de refuerzo se muestra aun más resistente que el de 20% en todas las corridas excepto la 7.

Para analizar la influencia de las condiciones de procesamiento sobre la resistencia al impacto de los compuestos se realizó el análisis ANOVA correspondiente, ver figura 6.8.

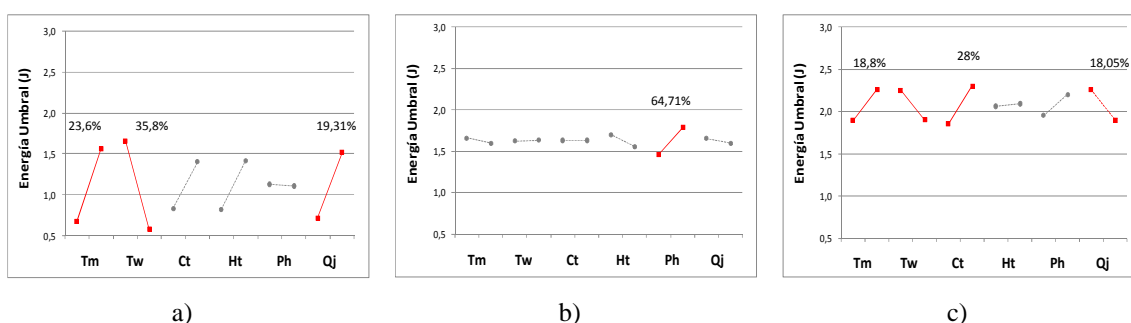


Figura 6.8. Análisis ANOVA de la energía umbral. a)PP, b)20%FV, c)30%FV.

Puede observarse que cada uno de los materiales presenta una dependencia claramente diferente con los parámetros de procesamiento.

Polipropileno homopolímero. La temperatura del fundido cumple un rol importante; vemos que es un parámetro significativo y que posee una contribución de 23,6%.

Por otro lado, la temperatura de pared muestra la mayor contribución (35,8%). A menor temperatura de pared, mayor es el espesor de piel formado, como puede observarse en el análisis de varianza de la figura 4.2, y por lo tanto es probable que el espesor de piel influya positivamente en la resistencia al impacto. De hecho, si observamos los resultados de la figura 6.7, las corridas con mayor energía umbral (2, 5 y 6) fueron inyectadas a baja temperatura de pared y por lo tanto poseen un gran espesor de piel.

Fujiyama [1] estudió individualmente las propiedades de la piel y el núcleo de piezas inyectadas. De sus estudios concluyo que la piel posee mayor módulo y tensión de fluencia que el núcleo. También, que la piel rompe justo después de la fluencia, sin ningún acuellamiento visible. Despreciando el efecto del núcleo, cuya influencia es muy compleja, es posible atribuir esta mayor resistencia al impacto al mayor espesor de piel formado.

El tercer parámetro significativo es el caudal de inyección, con una contribución del 19,31%. Sabemos por el análisis ANOVA de la morfología Skin-Core que la influencia del caudal de inyección sobre la formación de la piel es despreciable, por lo que la diferencia que aquí se observa debe estar relacionada con las propiedades del núcleo.

Compuestos. Como mencionamos previamente, no se observó una estructura tipo skin-core para los compuestos analizados, por lo que es probable que las propiedades al impacto dependan exclusivamente de la cristalinidad (su %, el tipo de fases presentes y el grado de interligación cristalina) de la fase polimérica.

En los compuestos de 20%FV vemos que el único factor significativo es la presión de mantenimiento, con una contribución del 64,71%.

Puede observarse que las temperaturas de fundido y de pared poseen una gran influencia sobre las propiedades al impacto de los compuestos de 30%FV. Al igual que en el PP, la resistencia al impacto aumenta al aumentar la temperatura de fundido y disminuye al aumentar la temperatura de pared. El factor que muestra la mayor contribución (28%) es el tiempo de enfriamiento. Por otro lado, el caudal de inyección también es significativo y su aumento afecta negativamente a la resistencia al impacto.

6.4. Tratamiento térmico de recocido sobre el PP homopolímero

Para estudiar el efecto de la cristalinidad sobre la transición dúctil/frágil del PP homopolímero, se sometió a un tratamiento térmico recocido. Para ello se colocó a 150°C durante 3 horas a probetas de la corrida 5.

Se efectuó un análisis DSC sobre las muestras de la misma forma que en el capítulo 5. Se obtuvo que las muestras de la corrida 5 aumentaron su cristalinidad desde 43% hasta 52,6% gracias al tratamiento térmico.

Luego estas muestras fueron ensayadas del mismo modo que las anteriores. Los resultados obtenidos se observan en la figura 6.9, donde se comparan con los correspondientes a las muestras sin tratamiento térmico.

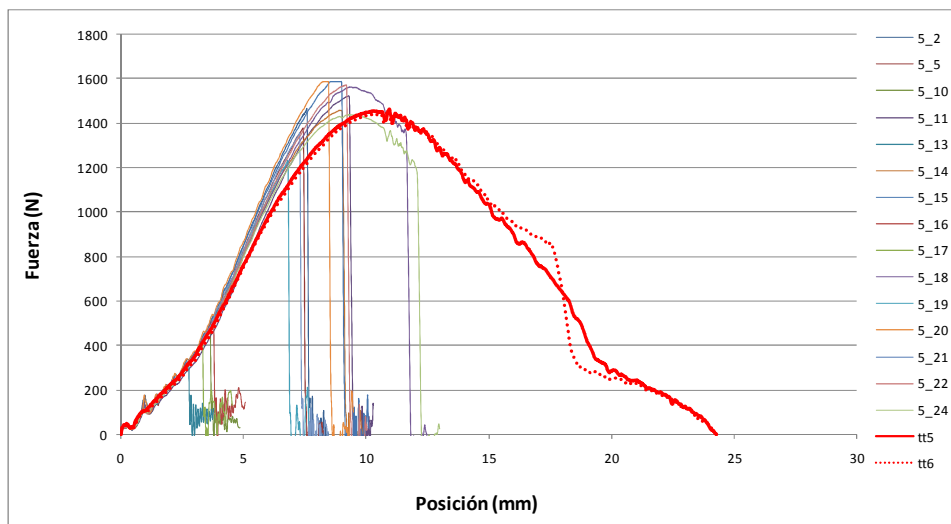


Figura 6.9. Resultados del TT sobre la corrida 5.

Vemos que el tratamiento térmico genera un notable aumento en la ductilidad. La propagación de la fisura es totalmente estable, generando una perforación perfecta del disco, ver figura 6.10. Es evidente al ver las imágenes que la fractura fue totalmente dúctil y que el tratamiento térmico efectuado desplazó al material de la transición mostrada anteriormente, tornando dúctil su comportamiento al impacto.

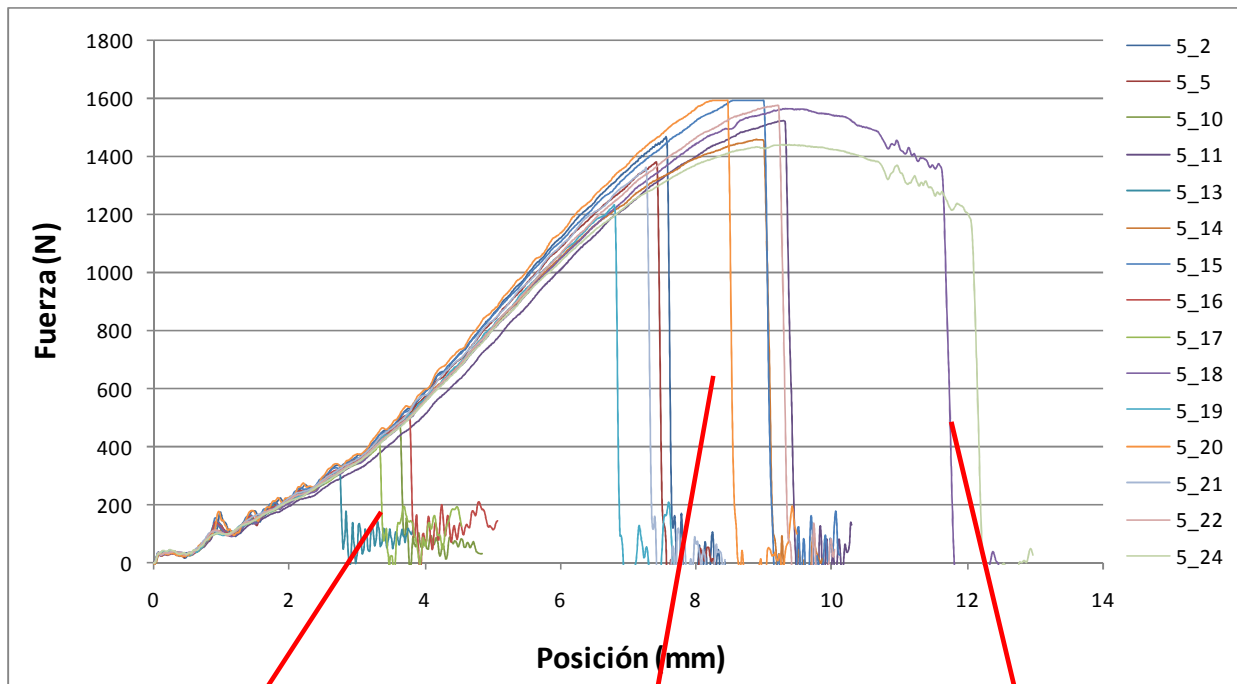


Figura 6.10. Fractografía de las probetas tratadas térmicamente

6.5. Fractografías

6.5.1. PP Homopolímero

En la figura 6.11 se encuentran los tipos de fractura observados en el PP homopolímero. Se escogió la corrida 5 como ejemplo puesto que es la que más marcadamente sufre la transición dúctil-frágil.



a) b) c)

Figura 6.11. Modos de falla resultantes de los ensayos de impacto en las muestras de PP homopolímero. a) fractura frágil, b) fractura frágil con presencia de deformación plástica, c) fractura con elevada ductilidad.

En la figura 6.10a se observa una fractura claramente frágil. Las fisuras nacen radialmente desde el punto de impacto.

En la b) se distinguen dos zonas. La zona central presenta deformación plástica (evidenciada por el “stress whitening”) en la región impactada por el percusor. Alrededor de esta zona se distingue una región donde la fractura fue frágil, evidenciada por fisuras radiales.

En la figura c) la deformación plástica de la zona impactada es muy evidente. Predominan las fisuras circunferenciales por sobre las radiales, lo cual es indicio de la ductilidad de esta fractura.

6.5.2. Compuestos

En los materiales compuestos todas las fracturas se mostraron frágiles y los patrones no difirieron mucho entre sí. La figura 6.12. muestra las fractografías de los compuestos de 20% de fibras y la figura 6.13 las correspondientes a los compuestos de 30% de refuerzo.

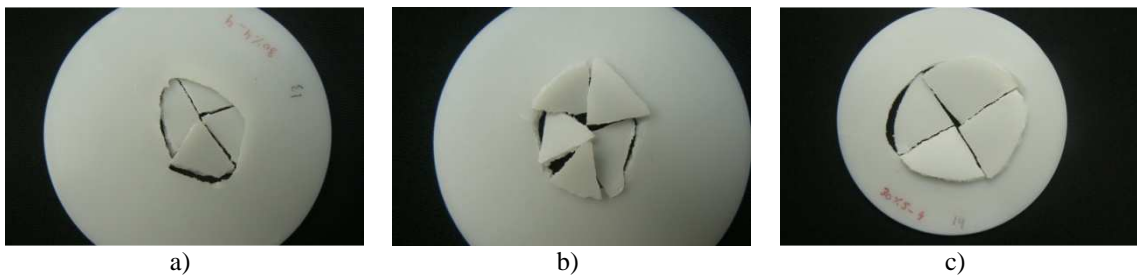


Figura 6.12. Compuestos con 20%FV

La figura 6.12a muestra el patrón de fractura más repetido en las probetas ensayadas. Fisuras radiales que conllevan a la obtención de 4 trozos.

En aquellos casos donde la fractura fue como la mostrada en la figura b), donde se obtienen 5 pedazos, muestran una mayor absorción de energía. Esto es lógico pues la superficie de fractura es mayor.

El caso c) es similar al a) pero la superficie afectada por la fractura es notablemente mayor y por lo tanto la energía de perforación también.

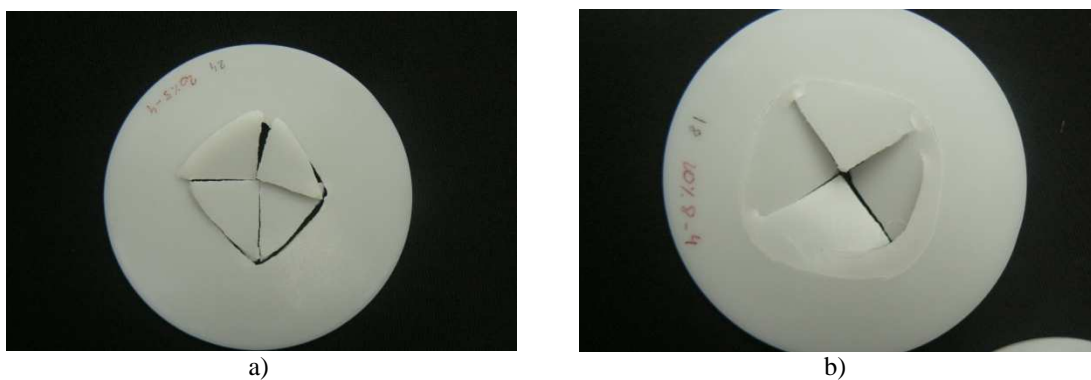


Figura 6.13. Compuestos con 30%FV

El típico patrón de fractura exhibido por los compuestos reforzados en un 30% es el correspondiente a la figura 6.13a. Cuanto mayor sea el tamaño de la superficie de fractura, mayor será la energía absorbida durante el impacto. En la figura 6.13b puede

observarse un caso donde si bien la zona afectada por la fractura es grande, la superficie generada a raíz de la perforación es pequeña (puede verse que no hubo desprendimiento de trozos de la probeta) por lo que la energía absorbida fue baja.

6.6. Referencias

[1] Fujiyama, M, “Higher order structure of injection-molded polypropylene”, in “Polypropylene structure, blends and composites: Structure and morphology”, ed. J. Karger-Kocsis, vol. 1, chap. 6, Chapman & Hall, London (1995), p. 167-24

7. SUMARIO Y CONCLUSIONES

7.1. Sistema de inyección

Se puso en funcionamiento automático la inyectora Multiplas HM-10T y el atemperador de moldes MTR 2E 9o.

Se escogió un diseño de experimento tipo Taguchi L8 y los niveles de sus factores se establecieron a través de las puestas a punto para cada corrida, contemplando las limitaciones del sistema de inyección.

En relación al funcionamiento del sistema de inyección nuestro trabajo permitió esclarecer algunos aspectos operacionales del mismo:

- ✓ La fuerza de cierre de la inyectora resulta baja para piezas de superficie relativamente grande. En consecuencia, debió trabajarse dentro de un entorno de procesamiento reducido.
- ✓ Las pérdidas de calor por conducción generaban una caída de la temperatura en el “noozle”. Esto se corrigió programando el retroceso del cañón luego de cada inyección.
- ✓ El análisis de representatividad de las piezas producidas indicaron que el proceso presentó fluctuaciones en sus parámetros, lo que puede ser una fuente de error en los resultados.

7.2. Influencia del procesamiento sobre las propiedades mecánicas

En cuanto al comportamiento exhibido por las piezas inyectadas, se pudieron establecer las siguientes aseveraciones:

7.2.1. Polipropileno

- ✓ Se observó un mayor espesor de piel en las piezas inyectadas con bajas temperaturas de pared.

- ✓ Se determinó que los factores significativos para el aumento de la cristalinidad en el PP son la temperatura de pared, el tiempo y la presión de mantenimiento y el tiempo de enfriamiento.
- ✓ Se observó que el PP de la firma PETROKEN en estudio se encuentra claramente en transición-dúctil-frágil a la temperatura y a la velocidad de los ensayos de impacto efectuados.
- ✓ La media aritmética no fue representativa de los valores de resistencia al impacto en las corridas del PP. Se realizó un ajuste al modelo de Weibull obteniéndose valores de energía umbral nula. A fines prácticos, para definir un umbral de energía se escogió como criterio al intervalo de confianza del 68%, pecando de no ser conservativos.
- ✓ La temperatura de pared resultó ser el parámetro de mayor contribución (35,8%) al incremento de la resistencia al impacto. A menor temperatura de pared, mayor es el espesor de piel formado y mayor el umbral de energía.

7.2.2. Compuestos

- ✓ No se identificó una morfología tipo Skin-Core en las muestras correspondientes a los materiales compuestos.
- ✓ En comparación al PP, los compuestos presentaron una dispersión notablemente menor en sus resultados y no se observó presencia de estado de transición dúctil-frágil.
- ✓ El refuerzo del PP con fibras de vidrio aumenta la energía umbral de perforación; no ocurre lo mismo si analizamos la energía media. Los compuestos reforzados en 30% muestran un umbral mayor que aquellos reforzados en un 20%.
- ✓ Se observó que el parámetro de mayor contribución para los compuestos de 20%FV fue la presión de mantenimiento, con una contribución de 64,71%

(conviene emplear altas presiones de mantenimiento). Los demás parámetros no fueron significativos.

- ✓ Se observó que en los compuestos de 30%FV el factor más significativo fue el tiempo de enfriamiento, con una contribución del 28% (conviene emplear prolongados tiempos de enfriamiento). Las temperaturas de fundido y pared también resultaron ser significativas, siendo conveniente trabajar con el fundido a elevada temperatura y las paredes del molde a bajas temperaturas. También el caudal de inyección resultó significativo, siendo conveniente emplear bajos niveles.

7.3. Perspectivas

Se considera fundamental haber iniciado una línea de trabajo alrededor de inyección de termoplásticos y se continuará investigando sobre las propiedades mecánicas de piezas procesadas por este método, gracias a una beca otorgada por la UNMDP para la iniciación de la carrera doctoral.