

Optimización de las herramientas de predicción de propiedades mecánicas de materiales compuestos termoplásticos reforzados con fibras obtenidos por moldeo por inyección

Tesis de grado
Ingeniería en Materiales

Autor: Ruiz María Paula (paular_92@hotmail.com)

Director: Dr. Ludueña, Leandro Nicolás (luduenanmdp@gmail.com)

Lugar de trabajo: Grupo de Materiales Compuestos Termoplásticos (CoMP) del Instituto de Investigaciones en Ciencias y Tecnología de Materiales (INTEMA) dependiente del CONICET y de la Universidad Nacional de Mar del Plata (UNMdP). Av. Colón 10890 (7600) – Mar del Plata – Argentina – TEL: 54-223-6260627 FAX: 54-223-4810046.

17 de julio de 2019



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/).

Lista de Abreviaciones

ζ	Factor de arrastre anisotrópico
C_b	Coefficiente de rotura
S	Factor de control del perfil de probabilidad
l	Longitud
d	Diámetro
l/d	Relación de esbeltez
l_c	Longitud crítica
σ_f	Resistencia (tensión) máxima de la fibra
τ	Resistencia de unión matriz / fibra
P	Módulo de corte transversal o módulo de corte longitudinal para fibras alineadas
P_f	Módulo de Young de la fibra
P_m	Módulo de Young de la matriz
v_f	Fracción volumétrica de la fibra
t_R	Tiempo de residencia
ΔP	Caída de presión
ΔP_{exc}	Caída de presión en exceso
PP	Polipropileno
SFRP	Short-fiber reinforced polymer (Polímero reforzado con fibra corta)
LFT	Long-fiber thermoplastic (Termoplástico con fibra larga)
GMT	Glass-mat thermoplastic (Termoplástico con "Mat" de fibras de vidrio al Azar)
CFRP	Continuous-fiber reinforced polymer (Polímero reforzado con fibra continua)
PRFV	Plástico reforzado con fibra de vidrio

PRFA	Plástico reforzado con fibra de aramida
PRFC	Plástico reforzado con fibra de carbono
PBE	“Population Balance Equation”
EBP	Ecuación de Balance Poblacional
$B(\xi)$	Tasa de rotura adimensional
$h(\xi, s)$	Función redistribución.
$\dot{\gamma}_P$	Velocidad de corte en la pared del capilar
$b(\xi)$	Función de tasa de rotura
ξ	Longitud normalizada de las fibras
n	Índice de Ley de la Potencia
k	Factor pre-exponencial (índice de consistencia)
P_i	Probabilidad de rotura de una fibra bajo fuerzas hidrodinámicas
$\dot{\gamma}_{\max}$	Velocidad de corte máxima en el campo de flujo
F_i	Fuerza
F_i / F_{crit}	Fuerza de compresión hidrodinámica
\hat{D}	Tensor de velocidad de deformación
\hat{A}	Tensor de orientación de la fibra
$R(l, l')$	Función de redistribución
$G_{norm.} \left(l, \frac{l'}{2}, Sl' \right)$	Función densidad de probabilidad normal de Gauss para la variable de longitud de fibra (l) con media $l'/2$ y desviación estándar Sl' .
MFR	Índice de fluidez
μ	Viscosidad de corte
T	Temperatura

N_i	Frecuencia absoluta
L_n	Longitud de fibra promedio en número
L_w	Longitud de fibra promedio en peso
D_n	Diámetro de fibra promedio en número
D_w	Diámetro de fibra promedio en peso
L_{nDPL}	Longitud de fibra promedio en número después de la plastificación
RCC	Reómetro capilar convencional
RCMI	Reómetro capilar adaptado a moldeo por inyección
DR	Diámetro del reservorio
LR	Longitud del reservorio
AE	Angulo de entrada
DC	Diámetro del capilar
LC	Longitud del capilar
VP	Velocidad del pistón
Q_{RCC}	Caudal
$Q1$	Caudal máximo
EN	Distribución de longitud de fibra del material residual dentro del reservorio del reómetro
EN1	Distribución de longitud de fibra de los primeros 5 mm de filamento dentro del capilar
S	Distribución de longitud de fibra del material a la salida del capilar
EN_{Ln}	Longitud promedio en número de fibra de la distribución de longitud de fibra
EN	
EN_{Lw}	Longitud promedio en peso de fibra de la distribución de longitud de fibra EN
$EN1_{Ln}$	Longitud promedio en número de fibra de la distribución de longitud de fibra
EN1	

$EN1_{LW}$	Longitud promedio en peso de fibra de la distribución de longitud de fibra
EN1	
S_{Ln}	Longitud promedio en número de fibra de la distribución de longitud de fibra
S	
S_{LW}	Longitud promedio en peso de fibra de la distribución de longitud de fibra S
RF	Rotura de la fibra
RFEC	Rotura de fibras en la entrada del capilar
CF	Contenido de fibras

Contenido

1	RESUMEN.....	7
	ABSTRACT.....	9
2	INTRODUCCIÓN.....	11
3	EXPERIMENTAL.....	25
3.1	Material.....	25
3.2	Caracterización.....	25
3.2.1	Reómetro capilar convencional.....	25
3.2.2	Contenido de fibras.....	27
3.2.3	Mediciones de longitud y diámetro de fibra.....	28
3.3	Análisis experimental de la rotura de fibra.....	32
3.3.1	Reómetro capilar convencional (RCC).....	32
3.3.2	Reómetro capilar adaptado al moldeo por inyección (RCMI).....	34
3.3.3	Preparación de muestras.....	41
4	RESULTADOS Y DISCUSIONES.....	43
4.1	Comparación de la rotura de fibras por RCC y RCMI.....	43
4.2	Rotura de fibras por RCMI.....	45
4.2.1	Efecto de la contracción en la entrada del capilar.....	45
4.2.2	Efecto del tiempo de residencia.....	46
4.2.3	Efecto de la velocidad de corte.....	48
4.3	Trabajos futuros.....	51
4.3.1	Estudio experimental para la cuantificación de la rotura de fibras debido a interacciones equipo-fibra y fibra-fibra.....	51
4.3.2	Estudio experimental para el aislamiento de la velocidad de corte como único mecanismo responsable de la rotura de fibras.....	52
4.3.3	RCMI como herramienta para encontrar los parámetros empíricos de entrada para las simulaciones de rotura de fibra de MoldFlow.....	53
5	CONCLUSIONES.....	54
6	DIFICULTADES ENCONTRADAS DURANTE EL DESARROLLO DEL TRABAJO.....	55
7	REFERENCIAS.....	57
8	ANEXO.....	61

1 RESUMEN

En la actualidad, uno de los factores más importantes a la hora de diseñar un vehículo es la constante búsqueda en la reducción del peso. Esta disminución ofrece no solo beneficios económicos sino también ambientales que están directamente relacionados con el ahorro de energía en los procesos de fabricación y en la posterior vida en servicio.

Las autopartes inyectadas basadas en polímeros proveen soluciones en cuanto a la disminución de peso, incrementos en las velocidades de producción y disminución de costos con respecto a piezas metálicas, pero se ven limitadas en algunas aplicaciones estructurales donde no pueden competir con los metales. Por tal motivo y con el fin de ampliar el espectro de aplicaciones, la tecnología de polímeros reforzados con fibras es una de las estrategias más utilizadas para mejorar el desempeño mecánico de los polímeros manteniendo sus ventajas. Las propiedades mecánicas de estos materiales son proporcionales a la relación de esbeltez de las fibras. Es por ello que, en el caso de autopartes fabricadas por moldeo por inyección a partir de polímeros reforzados con fibras, la ruptura de fibras durante el llenado de moldes es un factor clave que se debe minimizar. El aislamiento experimental de los parámetros que causan la rotura de la fibra es crítico para la validación de los modelos matemáticos que permitan predecir este fenómeno.

La Reometría Capilar de polímeros es un método experimental que permite controlar el tiempo de residencia del polímero bajo la acción de una tensión y velocidad de corte controlados en flujo por presión a través de un capilar. El tipo de flujo desarrollado en el llenado de moldes presenta las mismas características que el de reometría capilar con la diferencia de que el primero se desarrolla en geometrías complejas y en condiciones no-isotérmicas. Esto produce que la tensión y velocidad de corte sean función de la posición y del tiempo, lo cual limita el control de los parámetros fluidodinámicos bajo los cuales se desarrolla el proceso de ruptura de fibras. Estas características hacen que la reometría capilar sea un potencial candidato para mejorar la precisión de la validación experimental de modelos de ruptura de fibras en llenado de moldes. En este trabajo, se demostró que los reómetros capilares convencionales no son útiles para cumplir con los objetivos propuestos. Esto se atribuyó a que no es posible evitar interacciones fibra-equipos debido a que el diámetro de los capilares es del mismo orden de magnitud que la longitud de las fibras utilizadas en compuestos de fibras cortas. Estas interacciones actúan en simultáneo con los parámetros de flujo superponiendo sus efectos sobre la ruptura de fibra. Incrementar el diámetro del capilar a su vez manteniendo la velocidad de deformación en el rango de la de procesos de moldeo por inyección tampoco es posible por las limitaciones en la velocidad de travesía de

reómetros convencionales. Por esta razón, es de interés el desarrollo de reómetros con diámetros de capilar entre 4 y 10 mm adaptables a máquinas de moldeo por inyección donde las presiones máximas de trabajo son de al menos 1 orden de magnitud mayores que las de los reómetros capilares convencionales permitiendo alcanzar velocidades de corte en el rango de moldeo por inyección.

El objetivo general de este trabajo fue cuantificar la ruptura de fibras en condiciones de flujo controladas por medio de un reómetro capilar con capilares de 4 mm de diámetro adaptado a una inyectora de termoplásticos, el cual surge como continuación del proyecto iniciado por el Dr. Ludueña, quien a su vez se desempeñó como director de esta tesis, en el marco de su estancia de Investigación en el Instituto de Polímeros y Compuestos de la Universidad de Minho, Guimaraes, Portugal. En el transcurso de dicho proyecto el Dr. Ludueña diseñó y construyó un reómetro capilar adaptable a inyectoras de polímeros a partir del cual se obtuvieron las muestras de materiales analizadas en el presente trabajo.

El proceso de ruptura de fibras se cuantificó a velocidades de corte en la pared del capilar constantes en el rango de 7000 a 28000 seg^{-1} . También se analizó el efecto del tiempo de residencia dentro del capilar en el rango 5 a 21 ms a velocidad de corte constante de 28000 seg^{-1} . Las longitudes promedio de fibra disminuyeron linealmente en función de la velocidad de corte. Por otro lado, se encontró que tiempos de residencia del orden de milisegundos dentro del capilar tienen un efecto significativo en la rotura de la fibra, lo cual no ha sido reportado previamente en la literatura.

Como trabajo a futuro, los datos experimentales obtenidos podrán ser utilizados para validar el modelo de ruptura de fibras implementado en el simulador de inyección MoldFlow hallando así el factor de arrastre anisotrópico (ζ), el coeficiente de rotura (C_b) y el factor de control del perfil de probabilidad (S) del modelo de rotura de fibra de Phelps y col. para diferentes compuestos termoplástico/fibra. [1]

ABSTRACT

Currently, one of the most important factors in the design of a vehicle is the constant search for weight reduction. This reduction offers not only economic but also environmental benefits as well that are directly related to energy savings in manufacturing processes and subsequent service life.

Injected polymer-based spare parts provide solutions in terms of weight reduction, increasing production rate and decreasing costs with respect to metal parts, but they are limited in some structural applications where they cannot compete with metals. For this reason and in order to offer different applications, fiber-reinforced polymer technology is one of the most used strategies to improve the mechanical performance of polymers maintaining their advantages. The mechanical properties of these materials are proportional to the aspect ratio of the fibers. That is why, in the case of auto parts manufactured by injection molding, the fiber breakage during the filling stage is a key factor that should be minimized. The experimental isolation of the parameters that cause the fiber breakage is critical for the validation of the mathematical models used for the simulation of this phenomenon.

The capillary rheometry of polymers is an experimental method that allows to control the residence time of the polymer inside the capillary at constant shear rate by pressure flow. The type of flow developed in the filling of molds has the same characteristics as that of capillary rheometry, with the difference that the former develops in complex geometries and non-isothermal conditions. It produces shear rate to be a function of space and time, which limits the control of the fluid dynamics parameters under which the fiber breakage process is taking place. These characteristics make capillary rheometry a potential candidate to improve the accuracy of the experimental validation of fiber rupture models in mold filling.

In this work, it was demonstrated that conventional capillary rheometers are not useful to meet the proposed objectives. This was attributed to the fact that it is not possible to avoid fiber-equipment interactions due to the similar dimensions between capillary diameter and length of fibers. These interactions act simultaneously with the flow parameters, overlapping their effects on fiber breakage. Increasing the diameter of the capillary while maintaining the shear rate in the range of the injection molding process is not possible because of the limitations in the crosshead speed of conventional rheometers. For this reason, the development of capillary rheometers with diameters between 4 and 10 mm adaptable to injection molding machines is of interest, where the maximum working pressures are at least 1 order of magnitude higher than those of conventional capillary rheometers allowing to reach shear rates in the injection molding range.

The main objective of this work was to quantify the fiber breakage at controlled flowing conditions by means of a capillary rheometer with capillaries 4 mm in diameter adapted to an injection molding machine. The project was initiated by Dr. Ludueña, whom is the director of this thesis, within the framework of his research stay at the Institute of Polymers and Composites of the University of Minho, Guimaraes, Portugal. During this project, Dr. Ludueña designed and constructed a capillary rheometer adaptable to injection molding machines, from which the samples of materials analyzed in the present work were obtained.

The fiber breakage process was quantified at constant shear rates at wall in the range of 7000 to 28000 seg^{-1} . The effect of residence time in the range of 5 to 21 ms at shear rate at wall of 28000 seg^{-1} was also analyzed. The average fiber lengths decreased linearly as a function of the shear rate at wall. On the other hand, it was found that residence times of the order of milliseconds within the capillary have a significant effect on the fiber breakage, which has not been previously reported in the literature.

As future work, the experimental data obtained may be useful to validate the fiber breakage model implemented in the MoldFlow injection molding simulator, thus finding the anisotropic drag factor (ζ), the breakage coefficient (C_b) and the probability profile control factor (S) of the fiber breakage model of Phelps et al. for different thermoplastic / fiber compounds. [1]

2 INTRODUCCIÓN

En la actualidad, la industria automotriz a nivel mundial apuesta a la innovación tecnológica para la disminución del peso de vehículos.

En respuesta a preocupaciones ambientales en los últimos años, se han estudiado alternativas a los metales para su uso en diversas industrias [2]. Las autopartes inyectadas basadas en polímeros se ven limitadas para algunas aplicaciones estructurales donde no pueden competir comparando propiedades mecánicas respecto a piezas metálicas. Allí es donde entran en escena los polímeros reforzados y tecnologías tales como mejora de adhesión interfacial matriz/refuerzo y optimización de relación de longitud/diámetro de fibra, entre otras, que buscan optimizar las propiedades mecánicas de estos materiales.

Los materiales compuestos suelen clasificarse en función de la forma o la naturaleza de la fase dispersa, por ejemplo, materiales compuestos reforzados con partículas, filamentos o con fibras [3].

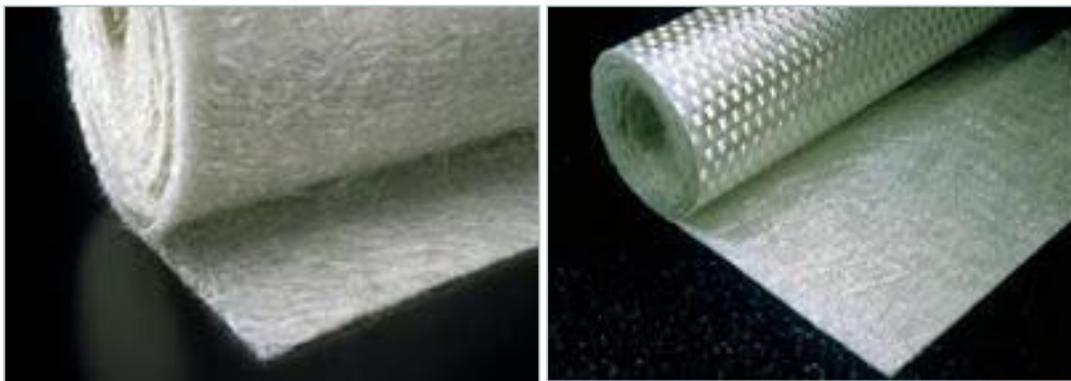
Existen tres tipos de fibra predominantemente utilizadas para reforzar polímeros; la fibra de vidrio, la fibra de aramida y la fibra de carbono, donde los compuestos de matriz de polímero reforzado con dichas fibras se los conoce en general como PRFV, PRFA y PRFC respectivamente. Estos ofrecen ventajas significativas en resistencia específica y su uso es creciente en aviones, componentes electrónicos, automotores y artículos deportivos [3].

La fibra de vidrio es el refuerzo más utilizado debido a que produce mejoras significativas en la rigidez, resistencia y tenacidad a costos razonables. En la industria de los polímeros reforzados con fibras de vidrio, dependiendo de la pieza que se desee obtener, así como el método de conformación utilizado, existen una amplia gama de estructuras de fibras de vidrio que se pueden emplear, las cuales se muestran en la Figura 1. En la Tabla 6 del anexo se muestra las composiciones de las distintas clases de vidrio utilizados.



(a)

(b)



(c)

(d)



(e)

Figura 1. (a) *Rovings*: hebra de hilos continuos de filamentos de fibra de vidrio; (b) *Hilos cortados* (fibras cortas de vidrio): hilos continuos de vidrio cortados en longitudes específicas; (c) *Mat de filamento continuo*: fibras de vidrio continuas que forman una tela no tejida constituyendo un aglomerado compacto; (d) *Tejidos*: rovings tejidos; (e) *Velos*: finas telas de fibra de vidrio (tejida o no tejida).

En los materiales compuestos son importantes las propiedades y las fracciones volumétricas de cada fase individual. También es importante la adhesión de las fases, lo cual se refiere a la forma en que dos o más fases están interconectadas en el material compuesto [3].

La mayoría de los materiales compuestos reforzados con fibras muestran una mayor resistencia a la tracción y flexión, una mejor resistencia a la fatiga, mejor módulo de Young y una mejor relación resistencia a peso al incorporar fibras resistentes, rígidas, aunque frágiles, en una matriz de menor rigidez y mayor ductilidad. El material de la matriz transmite la fuerza a las fibras, las cuales soportan la mayor parte de la sollicitación mecánica aplicada [3].

Al diseñar un material compuesto reforzado con fibras, deben tomarse en consideración muchos factores, incluyendo longitud, diámetro, orientación, fracción volumétrica y propiedades de las fibras, así como las propiedades de la matriz y de la adhesión entre ambas. Las fibras pueden ser cortas, largas o incluso continuas. Sus dimensiones suelen caracterizarse en función de su relación de esbeltez (l/d), donde l es la longitud de la fibra y d su diámetro. Las fibras de vidrio utilizadas como refuerzo de polímeros tienen diámetros que varían desde $10 \mu m$ (10×10^{-4} cm) hasta $150 \mu m$ (150×10^{-4} cm) [3].

La resistencia del material compuesto se mejora en función de la relación de esbeltez. Con frecuencia, las fibras se fracturan debido a defectos superficiales. Al hacer que los diámetros sean tan pequeños como sea posible, las fibras tienen menos área superficial y, en consecuencia, menos defectos que pudieran propagarse durante el proceso o bajo carga. También se prefieren las fibras largas, ya que los extremos de una fibra soportan menos carga que el resto; en consecuencia, cuantos menos extremos existan, mayor será la capacidad de absorción de carga de las fibras [3].

La longitud de la fibra, l determinará en gran medida las propiedades finales del compuesto, de manera que se requiere una longitud crítica, l_c para una transferencia adecuada de la carga aplicada a las fibras por la matriz.

El modelo de Kelly-Tyson [4] establece, para un dado sistema polímero/fibra, cuál debe ser la longitud crítica del refuerzo para alcanzar la resistencia a la tracción máxima:

$$l_c = \frac{\sigma_f \cdot D}{2 \cdot \tau} \quad (1)$$

donde D es el diámetro de fibra, σ_f es la resistencia (tensión) máxima de la fibra y τ es la resistencia de unión matriz / fibra.

La ecuación 1 se refiere a las fibras con una sección transversal circular, con un diámetro de valor D . Por lo tanto, hay dos dimensiones físicas características en una fibra, su longitud y diámetro.

Si la longitud de la fibra l es inferior a l_c , el refuerzo no será eficiente ya que la matriz se deforma alrededor de la fibra de modo que disminuye la transferencia del esfuerzo. Si l es más larga que aproximadamente $15l_c$, el comportamiento puede considerarse como el de fibra continua [3]. Según el modelo de Kelly-Tyson la resistencia del compuesto aumenta en función de l hasta llegar a l_c , valor a partir del cual se mantiene constante. Este fenómeno se puede observar esquemáticamente en la figura 2 [5].

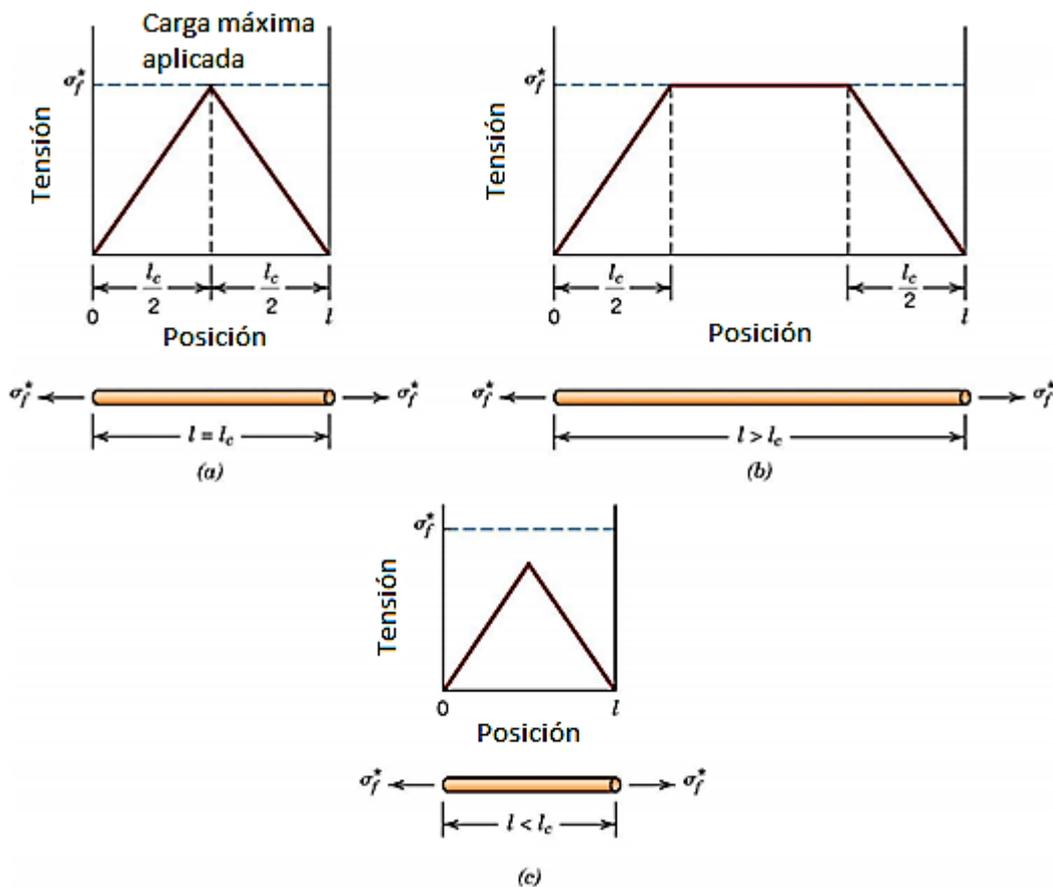


Figura 2. Perfiles tensión-posición.

La disposición u orientación relativa de las fibras y su concentración y distribución influyen significativamente en la resistencia y en otras propiedades de los materiales compuestos reforzados con fibras. Con respecto a la orientación existen dos situaciones extremas: (1) alineación paralela de los ejes longitudinales de las fibras y (2) alineación al azar. Las fibras continuas normalmente se alinean (Figura 3-a), mientras que las fibras discontinuas se pueden alinear (Figura 3-b), se pueden orientar al azar (Figura 3-c) o alinearse parcialmente [5].

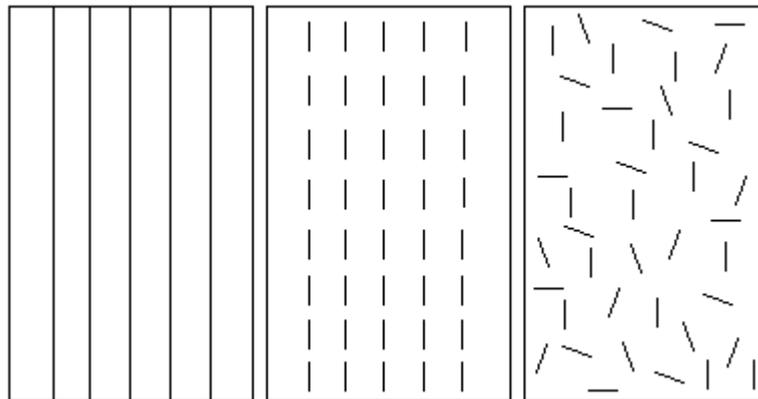


Figura 3. Representaciones esquemáticas de compuestos reforzados con fibras, a) continuas y alineadas, b) discontinuas y alineadas y c) discontinuas y orientadas al azar.

Respecto a la cantidad de fibras, una fracción volumétrica mayor de fibras incrementa la resistencia y la rigidez del material compuesto. Sin embargo, la fracción volumétrica máxima es de aproximadamente 80%, más allá de la cual las fibras ya no pueden estar totalmente recubiertas o rodeadas por la matriz [3].

Los modelos micromecánicos aplicados a materiales compuestos se han utilizado para examinar cómo los parámetros estructurales del refuerzo (por ejemplo, forma, relación de esbeltez y orientación) afectan las propiedades mecánicas de una matriz pura [6]. Existen distintos modelos que predicen la rigidez de los compuestos de fibra corta. Las ecuaciones de Halpin-Tsai [7] han sido populares durante mucho tiempo para predecir las propiedades de dichos compuestos, véase en la ecuación 2:

$$\frac{P}{P_m} = \frac{1 + \xi \eta v_f}{1 - \eta v_f} \quad \text{con} \quad \eta = \frac{\left(\frac{P_f}{P_m}\right)^{-1}}{\left(\frac{P_f}{P_m}\right)^{-1} + 1} \quad (2)$$

Aquí, P representa cualquiera de los módulos (módulo de corte transversal y módulo de corte longitudinal para fibras alineadas), P_f y P_m son los módulos correspondientes de las fibras y la matriz, v_f es la fracción volumétrica de la fibra, mientras que ξ es un parámetro que depende del coeficiente de Poisson de la matriz y de la propiedad elástica en particular que se considera.

Se pueden encontrar distintas modificaciones de este modelo, por ejemplo considerando la orientación de las fibras. El caso más simple es aquel que permite predecir el módulo elástico del compuesto asumiendo fibras unidireccionales con adhesión perfecta en su interfaz, permaneciendo así durante la deformación [7]. Dentro de este modelo se encuentra la relación de esbeltez de las fibras como parámetro. En el caso de piezas inyectadas la información de relación de esbeltez podría estimarse a partir de simulaciones de llenado de molde junto con predicción de ruptura de fibras.

De esta manera, conocer o poder predecir la morfología de las fibras (diámetro y longitud) en un producto fabricado a partir de polímeros reforzados con fibras es de vital importancia para el diseño estructural del compuesto durante su vida en servicio ya que permitiría predecir propiedades mecánicas de los mismos utilizando modelos matemáticos tales como los descritos en las ecuaciones 1 y 2.

La matriz cumple un rol importante ya que soporta las fibras y las mantiene en su posición correcta, transfiere la carga a las fibras, las protege contra daños durante su manufactura y uso del material compuesto y evita la propagación de las grietas en las fibras hacia todo el resto del material. Las matrices poliméricas son particularmente comunes y están disponibles en grados reforzados con fibras cortas de vidrio [3]. Las matrices de Polipropileno (PP) y refuerzo de fibra de vidrios son un sistema ampliamente utilizado en la industria autopartista.

Los materiales compuestos tienen la ventaja de que en forma conjunta, los materiales que lo componen, actúan al mismo tiempo complementando las propiedades del otro. El refuerzo puede disponerse dentro de la matriz polimérica de distintas maneras y así obtener las propiedades buscadas. Dichos polímeros reforzados se pueden clasificar también según la longitud de la fibra por su efecto significativo sobre las propiedades mecánicas de la pieza. Se distinguen entonces cuatro grupos: Plásticos Reforzados con Fibras Cortas,

Termoplásticos con Fibras largas, Termoplásticos con “Mat” de Fibras al Azar y Plásticos Reforzados con Fibras Continuas, reconocidos por sus siglas SFRP, LFT, GMT y CFRP, respectivamente provenientes de sus nombres en idioma inglés. En la Figura 4 se puede observar un esquema que representa el rol de la longitud de fibra sobre la resistencia, módulo de Young y tenacidad al impacto de compuestos basados en Polipropileno [8].

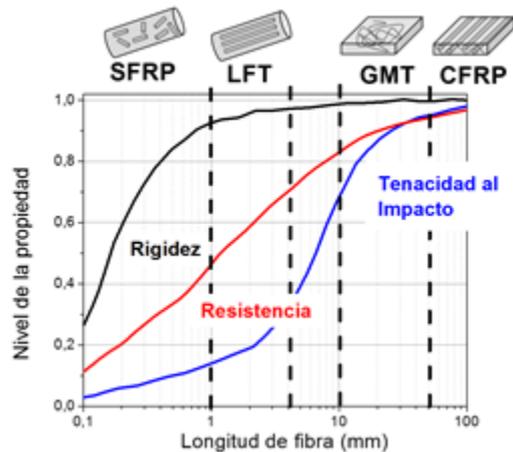


Figura 4. Propiedades mecánicas de los compuestos termoplásticos en función de la longitud de fibra.

Los LFT han unido una brecha entre los compuestos SFRP y los GMT, ofreciendo mejores propiedades mecánicas que los primeros, conservando la factibilidad de fabricación de piezas por moldeo por inyección con geometrías complejas y a altas velocidades de producción [9].

En el caso de autopartes fabricadas por moldeo por inyección a partir de polímeros reforzados con fibras, la ruptura de fibras durante el procesamiento es un aspecto fundamental que se debe minimizar para optimizar sus propiedades mecánicas [2, 9, 10, 11]. Se puede decir entonces que cuando dichos compuestos mantienen la relación de esbeltez de fibra lo más alta posible y una orientación adecuada, es cuando se obtiene un mejor rendimiento mecánico de estos materiales. En la Figura 5 podemos observar un esquema donde se muestra como varía la longitud de la fibra a lo largo de la inyectora para LFTs [12].

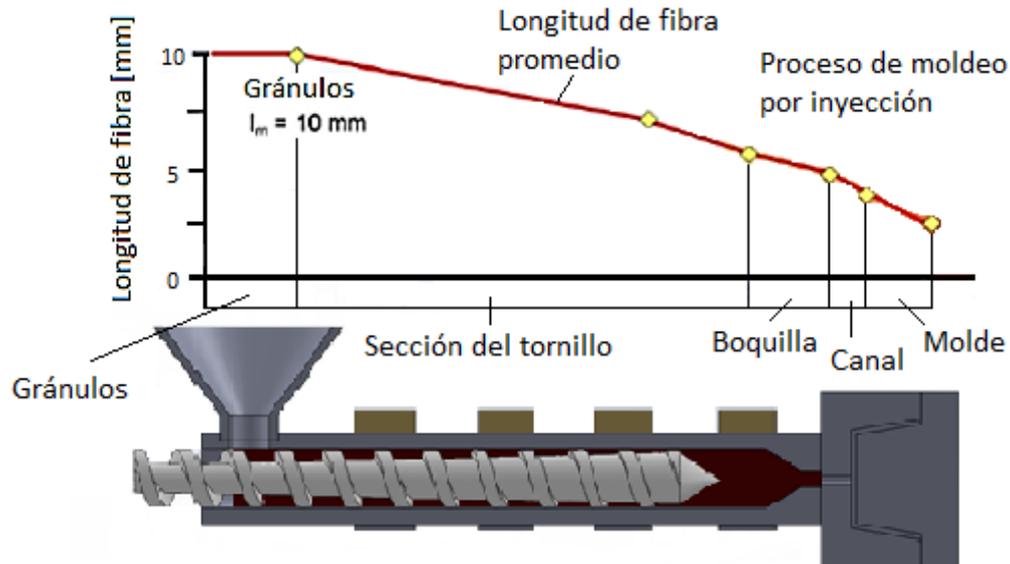


Figura 5. Variación de la longitud de la fibra a lo largo de la inyectora.

La herramienta tecnológica más actualizada para el estudio de ruptura de fibras en moldeo inyección de compuestos es el análisis predictivo del proceso mediante modelado matemático y simulación numérica. Si bien se ha demostrado experimentalmente que la mayor parte de la ruptura de fibras en el proceso de inyección ocurre durante la fusión del polímero [11], en la práctica industrial dicho fenómeno puede considerarse invariante y dependiente de la inyectora, tornillo y camisa utilizados ya que los parámetros de fusión tales como perfil de temperaturas en la camisa y la velocidad de rotación y geometría de tornillo suelen permanecer fijos para un dado material buscando la optimización del proceso. Esta optimización se logra equilibrando la dispersión, la longitud de la fibra y la velocidad de plastificación. Se conoce que la rotura de las fibras se puede minimizar al reducir las fuerzas hidrodinámicas durante el proceso de plastificación. Sin embargo, esto también puede disminuir el grado de dispersión de las fibras, lo cual podría favorecer la formación de aglomerados, lo que es indeseable debido a que no solo reducen la calidad superficial de los productos, sino que también disminuyen las propiedades mecánicas [13]. Una vez optimizada la etapa de plastificación, la distribución final de la longitud de la fibra dependerá de las infinitas combinaciones entre parámetros de inyección durante el llenado del molde y la geometría del molde [11]. Por estas razones, es suficiente medir solo una vez la distribución de tamaños de fibras luego del proceso de fusión. La distribución de longitudes resultante puede ser luego utilizada como condición de contorno inicial en cualquier modelo matemático de ruptura de fibras implementado en simuladores de llenado de moldes. Por estas razones, respecto al moldeo por inyección de compuestos polímero/fibra, el estudio predictivo de ruptura de fibras durante el llenado de molde es al que se ha prestado especial atención en

los últimos años en el ámbito científico [9, 10]. El diseño de un modelo matemático para predecir la distribución de longitudes de fibra después del llenado del molde es crucial para la predicción de las propiedades mecánicas finales de la pieza mediante modelos micromecánicos [10].

En el caso del llenado de moldes de inyección, la implementación de modelos de ruptura de fibras basados en ecuaciones de balance poblacional (PBE de “Population Balance Equation” o EBP de “Ecuación de Balance Poblacional”) es el último avance en esta temática [9, 14]. La estructura de la EBP adaptada al problema de ruptura de fibras en llenado de moldes de inyección de compuestos se muestra en la Figura 6 [14].

Distribución de longitudes de fibras en x/X

$$\frac{\partial f(\xi, \bar{x})}{\partial \bar{x}} = -B(\xi) * f(\xi, \bar{x}) + \frac{1}{2} * \int_{\xi}^{\xi_{max}} h(\xi, s) * B(s) * f(s, \bar{x}) * ds$$

Velocidad de ruptura, controla la tasa de ruptura de fibras padre.

Función de redistribución. Controla la distribución de las nuevas longitudes de fibras hijas.

Figura 6. Estructura de la EBP adaptada al problema de ruptura de fibras en llenado de moldes de inyección de compuestos.

Esta ecuación realiza una descripción estadística de la evolución de una función densidad de un grupo de entidades que pasan por un proceso que genera la muerte de estas entidades y a partir de ello el nacimiento de nuevas entidades con diferente función densidad. En nuestro caso de estudio las entidades son fibras, la función densidad es la distribución de longitud de fibras y el proceso es la ruptura de las mismas. En dicha ecuación existen funciones de velocidad de ruptura y redistribución que determinan a qué velocidad se rompen las fibras “padre” y cuál es la longitud de las fibras “hijas” luego de la ruptura, respectivamente [9, 14]. Para que el modelo basado en EBP represente la física de la ruptura de fibras en procesos de inyección, la función de velocidad de ruptura debe incorporar los principales parámetros que intervienen en el proceso.

En un trabajo anterior, Ludueña y col. han desarrollado un modelo para predecir la evolución de la rotura de la fibra en compuestos de fibra corta / polímero termoplástico durante la extrusión capilar basado en ecuación de balance poblacional (EBP). En el caso de la rotura de la fibra en la extrusión capilar, la EBP adopta su forma más simple: sólo ruptura binaria,

unidimensional, estado estacionario y velocidad constante, dando como resultado la ecuación 3.

$$\frac{\partial f(\xi, \tilde{x})}{\partial \tilde{x}} = -B(\xi) \cdot f(\xi, \tilde{x}) + 1/2 \cdot \int_{\xi}^{\xi_{max}} h(\xi, s) \cdot B(s) \cdot f(s, \tilde{x}) \cdot ds \quad (3)$$

donde $B(\xi)$ es la función de tasa de rotura y $h(\xi, s)$ es la función redistribución.

El principal desafío en el marco de la EBP es la determinación de correlaciones numéricas o analíticas para las funciones que dictan el comportamiento estadístico de las fibras: funciones de tasa de rotura y redistribución. Phelps y col. [9] también han desarrollado un modelo basado en una EBP para la rotura de fibras de compuestos de polímeros durante el llenado de moldes en moldeo por inyección. Con respecto a los métodos numéricos, la principal diferencia proviene de las funciones de tasa de rotura y redistribución seleccionadas. Ludueña y col. diseñaron funciones $B(\xi)$ y $h(\xi, s)$ empíricas. $B(\xi)$ es descripta por las ecuaciones 4-6.

$$B(\xi) = \frac{b(\xi)}{\dot{\gamma}_p} \quad (4)$$

$$b_i(\xi) = k \cdot \xi^i \quad (5)$$

$$\xi = \frac{l}{L} = \frac{\text{longitud de fibra}}{\text{longitud de la fibra más larga}} \quad (6)$$

donde $B(\xi)$ es la tasa de rotura adimensional, $\dot{\gamma}_p$ es la velocidad de corte en la pared del capilar (valor máximo en el campo de flujo), $b(\xi)$ es la función de tasa de rotura, ξ es la longitud normalizada de las fibras, i es un índice de potencia ($i = 0,1,2,3$) y k es el factor pre-exponencial. Los parámetros empíricos i y k se movieron para obtener el mejor ajuste de los datos experimentales para $\dot{\gamma}_p = 1640 \text{ seg}^{-1}$. Se adoptó una función de distribución beta para $h(\xi, s)$ [14]. Se probó que el modelo EBP puede ser una herramienta poderosa para la

predicción de la rotura de la fibra, pero se necesitan más trabajos con respecto al modelo de tasa de rotura y las técnicas de validación experimentales.

El modelo desarrollado por Phelps y col. [9] utiliza una ecuación constitutiva para la tasa de rotura. Se basa en el criterio de pandeo para la fuerza hidrodinámica determinado por el modelo Dinh-Armstrong [15] que describe la probabilidad de rotura de una fibra debido a las fuerzas de pandeo y corte en un campo de flujo. Para una sola fibra, la probabilidad de romperse bajo las fuerzas fluido dinámicas se puede expresar mediante la ecuación 7.

$$P_i = C_b \cdot \dot{\gamma}_{\max} \cdot \left\{ 0, \left[1 - \exp \left(1 - \frac{F_i}{F_{crit}} \right) \right] \right\} \quad (7)$$

donde C_b es un parámetro empírico denominado "coeficiente de rotura", $\dot{\gamma}_{\max}$ es la velocidad de corte máxima en el campo de flujo y la relación de fuerza F_i/F_{crit} es la fuerza de compresión fluido dinámica, descrita por Dinh y Armstrong, [15] en comparación con la fuerza de pandeo crítica, descrita por la ecuación 8.

$$\frac{F_i}{F_{crit}} = \frac{8 \cdot \zeta \cdot \eta_m \cdot l_i^4}{\pi^3 \cdot E_f \cdot d_f^4} \cdot (-\hat{D} : \hat{A}) \quad (8)$$

donde \hat{D} y \hat{A} son el tensor de velocidad de deformación y el tensor de orientación de la fibra, respectivamente. Otras variables son las propiedades de la fibra y la matriz, a excepción de ζ , que es otro factor empírico denominado "factor de arrastre". La función de redistribución definida en el enfoque de Phelps y col. se define en la ecuación 9.

$$R(l, l') = G_{norm} \cdot \left(l, \frac{l'}{2}, Sl' \right) \quad (9)$$

donde $G_{norm} \cdot \left(l, \frac{l'}{2}, Sl' \right)$ es la función densidad de probabilidad normal de Gauss para la variable de longitud de fibra (l) con media $l'/2$ y desviación estándar Sl' . S es un parámetro de ajuste empírico sin dimensiones denominado "factor de control del perfil de probabilidad" el cual puede ser usado para controlar la forma del perfil de rotura Gaussiano. Este modelo

se implementó junto con el código de llenado de moldes ORIENT [16]. Este código utiliza la formulación de Hele-Shaw [17] y resuelve el llenado, la transferencia de calor y la orientación de la fibra en dos geometrías de molde simples: una de geometría rectangular con punto de inyección en un extremo y otra en forma de disco con punto de inyección en el centro. El modelo Phelps y col. se implementó en el año 2012 en los “software” MoldFlow y Moldex 3D de simulación de llenado de molde en moldeo por inyección.

El principal inconveniente de esta tecnología es que aún no se han reportado métodos experimentales que permitan aislar los principales parámetros que causan la ruptura de fibras emulando condiciones fluidodinámicas de moldeo por inyección y, por lo tanto, la validación experimental de los modelos matemáticos propuestos no es precisa.

Respecto al estudio experimental de ruptura de fibras en moldeo por inyección de compuestos, se ha demostrado en la literatura [2, 9, 10] que existen diferentes parámetros del material y de las condiciones de procesamiento que modifican la magnitud de ruptura de fibras en el llenado de una determinada geometría de molde. Entre estos cabe destacar las propiedades reológicas del polímero, la velocidad de inyección y el ciclo de presión de inyección, que determinarán las magnitudes de los esfuerzos de corte, y las propiedades de interface polímero/fibra, propiedades mecánicas y longitud de fibra. La desventaja de estos estudios es que la característica no estacionaria del proceso de moldeo por inyección no permite aislar y controlar cada uno de estos parámetros para cuantificar su efecto individual sobre el proceso de ruptura de fibras. Por otro lado, existen también otros parámetros que intervienen en este proceso, tales como la interacción de las fibras con las paredes del molde, el tiempo de residencia del compuesto dentro de la cavidad y la interacción entre fibras, los cuales aún no han sido estudiados experimentalmente en el rango de parámetros fluidodinámicos de moldeo por inyección, lo cual limita la aplicación de estos resultados experimentales para la validación de modelos de ruptura de fibras.

Según lo descrito por Wolf y col., durante el flujo de materiales compuestos confinados en una geometría cerrada, la longitud de la fibra se reduce al experimentar tres interacciones llamadas equipo-fibra, fibra-fibra y fibra-polímero [18]. Las interacciones entre fibra y polímero son aquellas relacionadas con parámetros fluidodinámicos durante el flujo por presión tales como las tensiones de corte. Las interacciones equipo-fibra pueden referirse a choques de fibras con partes metálicas donde se desarrolla el flujo. Las interacciones fibra-fibra pueden ser un mecanismo significativo de rotura de fibra en materiales compuestos con alto contenido de refuerzo [19, 20]. En el caso del modelo de ruptura de fibras desarrollado por Phelps y col. e implementado en “MoldFlow” y “Moldex 3D”, las interacciones entre equipo-fibra y fibra-fibra no están incorporadas como mecanismos de ruptura de fibras del modelo constitutivo que dicta la velocidad de ruptura de fibras, por lo tanto estas interacciones deben evitarse

para que los resultados experimentales sean precisos en la validación del modelo matemático.

Se han informado pocos intentos para el aislamiento de parámetros fluidodinámicos en el desgaste de la longitud de la fibra [19, 20, 21]. Los resultados más confiables se han obtenido utilizando reómetros Couette, donde se lograron velocidades de corte por debajo de 500 seg^{-1} que pueden considerarse valores bajos para la validación de modelos para moldeo por inyección [19, 20]. Quijano-Solis y Yan [21] han utilizado reometría capilar convencional con capilares de 1 mm de diámetro para estudiar el desgaste de la fibra de madera en materiales compuestos de polipropileno con una longitud de fibra promedio inicial cercana a 1 mm. El rango de velocidad de corte fue mayor que el flujo de Couette. La desventaja fue el uso de capilares con el mismo diámetro que la longitud de la fibra ya que puede inducir la rotura de la fibra debido a las interacciones del equipo con la fibra.

Debido a la falta de métodos de caracterización eficientes y precisos, el fenómeno de la rotura de fibra durante el llenado de moldes en moldeo por inyección todavía no se ha entendido completamente.

Respecto al modelo de Phelps y col., la validación experimental se realizó sobre una pieza con geometría de disco con punto de inyección en el centro de una de las caras [22]. Mediante este tipo de validación experimental no fue posible aislar el efecto de los parámetros fluido dinámicos sobre la ruptura de fibra, el cual es el principal mecanismo físico de rotura de fibras del modelo de velocidad de rotura de Phelps y col. Además, el efecto de otros parámetros como el tiempo de residencia, los contactos fibra-fibra y los contactos pared del molde-fibra en la rotura de la fibra no se pueden estudiar con esta configuración experimental. Phelps y col. ejecutan simulaciones en las mismas condiciones de inyección que las pruebas experimentales y luego encuentran el conjunto de parámetros empíricos que se ajustan mejor a las distribuciones de longitud de fibra experimental en diferentes puntos a lo largo de la distancia radial del disco. Como se mencionó anteriormente, estos tres parámetros de entrada empíricos en el modelo son:

1. el factor de arrastre anisotrópico (ζ);
2. el coeficiente de rotura (C_b); y
3. el factor de control del perfil de probabilidad (S).

MoldFlow implementó el modelo de Phelps y col. pero no tiene una base de datos con estos parámetros empíricos para diferentes materiales. Se proponen valores predeterminados de $\zeta = 3$, $C_b = 0.002$ y $S = 0.25$ para ejecutar simulaciones para cualquier sistema polímero/fibra o condición de inyección.

Hopmann y col. [23] validaron el modelo de rotura de fibra de MoldFlow utilizando los valores sugeridos $\zeta = 3$, $C_b = 0.002$ y $S = 0.25$, para un mismo material variando geometrías de pieza y condiciones de moldeo por inyección. Observaron diferencias significativas entre las longitudes de fibra promedio teóricas y las experimentales, encontrando que la magnitud del error era dependiente de la velocidad de flujo de inyección y de la geometría de la pieza. Llegaron a la conclusión de que el modelo debería ser calibrado para mejorar el rendimiento de la simulación.

El objetivo de este trabajo fue diseñar un método experimental para estudiar la ruptura de fibras bajo un campo de flujo a velocidades de corte y tiempos de residencia controlados ambos en el rango de moldeo por inyección minimizando las interacciones equipo-fibra que puedan interferir con la correcta cuantificación y/o interpretación de los resultados. Para cumplir con este objetivo, se diseñó un reómetro capilar para ser adaptado a la unidad de inyección de una máquina de moldeo por inyección.

3 EXPERIMENTAL

3.1 Material

Se utilizó Domolen P1-014-V20-N (PPV20N) de “Domo Chemicals & Polymers”, que es un Polipropileno homopolímero reforzado con 20 % en peso de fibras de vidrio modificadas químicamente en su superficie para la mejora de la adhesión interfacial con el polímero. El índice de fluidez (MFR) es de 7 g/10 min a 230 °C – 2.16 kg. Dichos datos son proporcionados por el proveedor.

El código DOMOLEN® PPHG20 NC también se utiliza para este material en la página web del proveedor.

En la Figura 23 del anexo se muestra la ficha técnica del polímero utilizado.

3.2 Caracterización

3.2.1 *Reómetro capilar convencional*

Se midieron los datos de viscosidad en función de la velocidad de deformación en un reómetro capilar Rosand RH10, el cual se muestra en la Figura 7.



Figura 7. Reómetro Capilar Rosand RH10.

Las temperaturas a las cuales se realizaron las pruebas fueron 190, 210 y 230 °C. Se utilizaron dos capilares con 1 mm de diámetro y longitudes de 8 y 16 mm.

Una vez obtenidos los datos extraídos del reómetro, se aplicaron las correcciones de Bagley y Rabinowitsch para obtener la viscosidad de corte (μ) en función de la velocidad de corte en la pared del capilar ($\dot{\gamma}_P$). El ajuste lineal del gráfico experimental $\log(\mu)$ como función del $\log(\dot{\gamma}_P)$ para un rango de $20 < \dot{\gamma}_P < 2550 \text{ seg}^{-1}$ se utilizó para calcular los parámetros de la Ley de la Potencia mediante la ecuación 10.

$$\log \mu (\dot{\gamma}_P) = (n - 1) \cdot \log(\dot{\gamma}_P) + \log K \quad (10)$$

donde K y n son comúnmente llamados índice de consistencia y de Ley de la Potencia, respectivamente [24]. La Tabla 1 muestra los valores de estos parámetros a cada temperatura de ensayo (T) para velocidades de corte en la pared en el rango de $20 < \dot{\gamma}_P < 2550 \text{ seg}^{-1}$.

Tabla 1. Parámetros de la Ley de la Potencia de reometría capilar de PPV20N
($20 < \dot{\gamma}_P < 2550 \text{ seg}^{-1}$).

T (°C)	K (Pa.seg ⁿ)	n	R^2
190	7424	0.33	0.9991
210	4098	0.36	0.9892
230	3857	0.34	0.9885

Los valores típicos de los parámetros de Ley de la Potencia para los polímeros comúnmente utilizados en la industria se encuentran en los siguientes rangos [25]:

$$-n = 0.2 - 0.5$$

$$-K = 5 \cdot 10^2 - 1 \cdot 10^5 \text{ Pa} \cdot \text{seg}^n$$

Por lo que podemos verificar que los resultados obtenidos se encuentran dentro del rango esperado.

3.2.2 Contenido de fibras

Se colocaron 5 gr de gránulos en un recipiente cerámico y se extrajeron las fibras después de la pirólisis del polímero en un horno eléctrico (Figura 8) a 600 °C durante 6 horas.



Figura 8. Horno eléctrico (Mufla).

Se utilizaron 4 recipientes para el análisis estadístico. El contenido de fibra se calculó mediante la siguiente ecuación:

$$CF(\% \text{ en peso}) = \frac{\text{peso de las fibras (gr)}}{\text{peso del compuesto (gr)}} \cdot 100 \quad (11)$$

El contenido de fibra de los gránulos de PPV20N sin procesar fue de 19.5 ± 0.5 % en peso, lo que concuerda con la hoja de datos técnicos del proveedor.

3.2.3 Mediciones de longitud y diámetro de fibra

Las fibras en todas las muestras se extrajeron siguiendo el procedimiento explicado en la sección 3.2.2. En la Figura 9 (a, b) puede verse el proceso de descomposición térmica del polímero a diferentes tiempos.



Figura 9. Pirólisis del polímero en la Mufla a 600 °C durante, a) 60 min, b) 6 horas.

Después de la extracción, se pesaron 15 mg de fibras en una balanza analítica y las mismas se dispersaron en un vaso de precipitado de vidrio de 50 ml con 20 ml de agua destilada, como se observa en la Figura 10 (a, b, c). La suspensión se agitó manualmente durante 30 segundos a temperatura ambiente con una espátula-cuchara metálica de laboratorio de pequeño tamaño. La agitación fue débil y cuidadosamente realizada para que la espátula no toque las paredes del recipiente y así evitar la rotura de la fibra durante el proceso de dispersión.

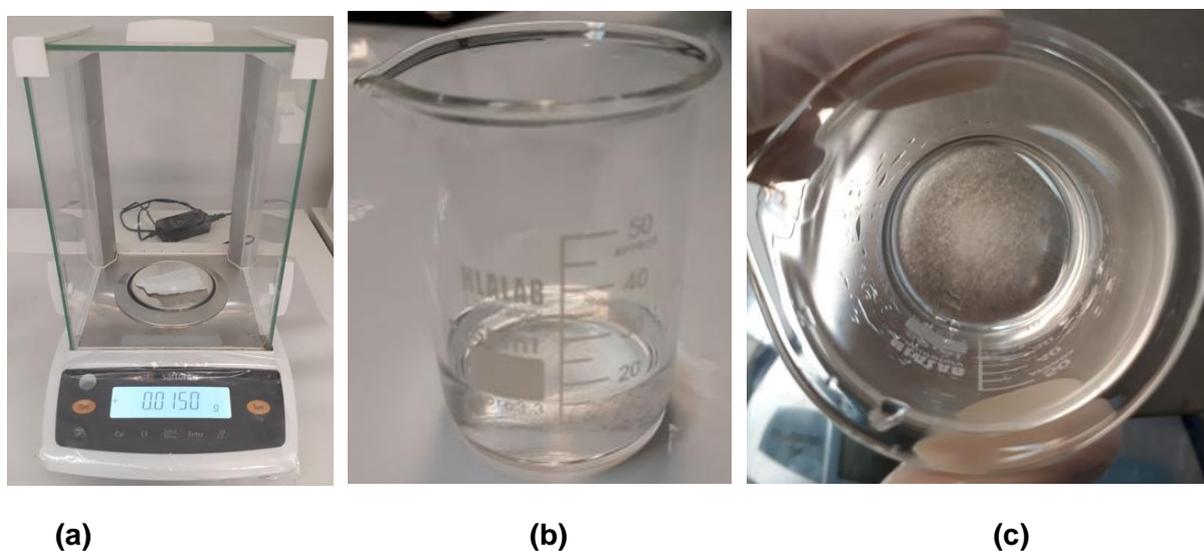


Figura 10. (a) Balanza Analítica. (b, c) Vaso de precipitado con las fibras dispersas en su interior.

Después de agitar, se recogió la suspensión con la cuchara y se vertió en un portaobjetos de microscopio.

El agua se evaporó colocando el portaobjetos de vidrio sobre una placa calefactora, donde la temperatura de su superficie se fue aumentando progresivamente hasta alcanzar 80 °C. Esto puede observarse en la Figura 11.

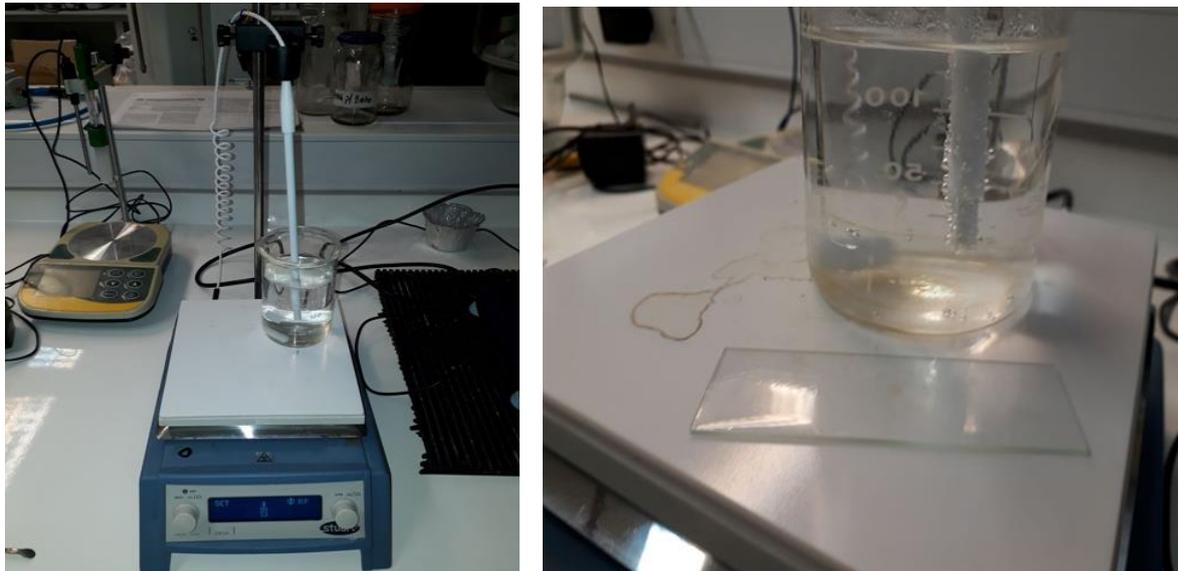


Figura 11. Placa Calefactora.

Una vez evaporada el agua del portaobjetos, la temperatura de la placa calefactora se llevó nuevamente a temperatura ambiente y el proceso de colada se realizó nuevamente. Esto último se repitió tres veces.

Luego, las fibras se observaron en un microscopio óptico Olympus modelo BH-2 con un aumento de observación de 40 X 1.67 y 4 X 1.67 para mediciones de diámetro y longitud, respectivamente, el cual se muestra en la Figura 12. Se tomaron fotografías de las fibras a lo largo y ancho del portaobjetos, evitando repetir una misma fibra en distintas imágenes.



Figura 12. Microscopio Óptico Leica DM LB.

Una vez obtenidas suficientes fotografías, se midieron manualmente, mediante el software Image Pro-Plus, al menos 3000 fibras de cada muestra para el análisis estadístico del diámetro y longitud. La Figura 13 (a, b) muestra las micrografías típicas utilizadas para las mediciones de longitud (Figura 13-a) y diámetro (Figura 13-b). Estas micrografías corresponden a fibras extraídas de los gránulos sin procesar.

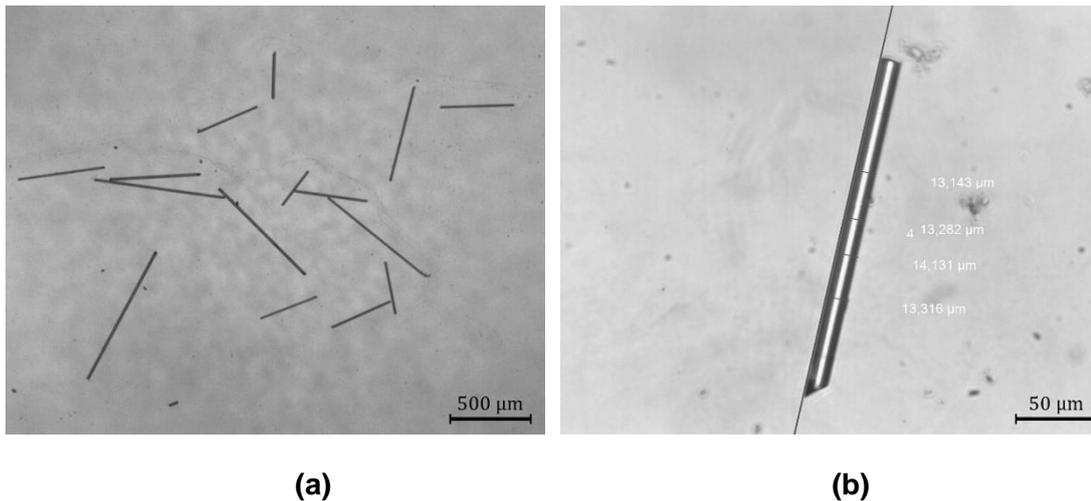


Figura 13. Micrografías típicas utilizadas para las medidas de longitud (a) y diámetro (b) de las fibras. Estas imágenes corresponden a fibras en gránulos de PPV20N sin procesar.

La medición del diámetro de cada fibra se realizó al menos en tres posiciones utilizando una línea recta en la superficie de la fibra como referencia para mantener todas las mediciones perpendiculares a la superficie de la fibra. Los datos obtenidos de cada fotografía se pasaron a una hoja de cálculo, y las distribuciones de diámetro y longitud de fibra se

obtuvieron utilizando la regla de Sturges [26] para el cálculo del número de intervalos de longitud de fibra. Se representó la frecuencia absoluta (N_i) en función del punto medio del intervalo (el promedio de los límites inferior y superior, l_i para la longitud y d_i para el diámetro). Los datos de distribución de longitud se suelen resumir mediante un valor de longitud promedio. Una distribución representaría todo el espectro de longitudes o diámetros de fibra. Sin embargo, generalmente se desea cuantificar y caracterizar el efecto de una distribución mediante un valor único o una estimación puntual [21]. La longitud de la fibra ha sido representada por diferentes promedios. Los promedios comúnmente utilizados son el promedio en número (L_n) y el promedio en peso (L_w) [21].

La longitud de fibra promedio en número L_n se calculó como la media aritmética ponderada de la distribución como se muestra en la ecuación 12:

$$L_n = \frac{\sum N_i \cdot l_i}{\sum N_i} \quad (12)$$

donde l_i es el punto medio del intervalo, N_i es el número de fibras con longitud l_i en el intervalo i y $\sum N_i$ es el número total de fibras medido.

Al estudiar los modelos para la distribución de la longitud de la fibra, también es útil definir la longitud de la fibra promedio en peso como se muestra en la ecuación 13:

$$L_w = \frac{\sum N_i \cdot l_i^2}{\sum N_i \cdot l_i} \quad (13)$$

Se realizó el mismo análisis para el diámetro, obteniendo D_n y D_w para el diámetro promedio en número y en peso de la fibra, respectivamente. Las dimensiones promedio para los gránulos sin procesar fueron:

- $D_n = 13.3 \mu\text{m}$, $D_w = 13.4 \mu\text{m}$
- $L_n = 411 \mu\text{m}$ y $L_w = 601 \mu\text{m}$.

Se asume que el diámetro de las fibras de vidrio no cambiará durante el proceso de rotura en reometría capilar. Las publicaciones que tratan el análisis experimental y el modelado de procesos de rotura de fibra de vidrio en moldeo por inyección o extrusión no tienen en cuenta

el diámetro. [2, 9, 10, 23]. Por este motivo, en este trabajo sólo se analizó el diámetro de los gránulos sin procesar y se cuantificó la rotura de fibras por medio de cambios en la longitud de las mismas.

3.3 Análisis experimental de la rotura de fibra

3.3.1 Reómetro capilar convencional (RCC)

Se utilizó un reómetro capilar INSTRON SR50 para estudiar la rotura de la fibra, el cual se muestra en la Figura 14.



Figura 14. Reómetro Capilar Convencional INSTRON SR50.

El reservorio tiene 15 mm de diámetro (DR) y 300 mm de longitud (LR). El ángulo de entrada (AE) fue de 180 °C. Se utilizó un capilar de 1 mm de diámetro (DC) y 5 mm de longitud (LC) y la temperatura se fijó a 190 °C. La velocidad del pistón (VP) fue de 2.65 mm.seg⁻¹.

El caudal (Q_{RCC}) se calculó mediante la ecuación 14:

$$Q_{RCC} = VP \cdot \pi \cdot \left(\frac{DR}{2}\right)^2 = 468.8 \text{ mm}^3 \cdot \text{seg}^{-1} \quad (14)$$

La velocidad de corte en la pared del capilar ($\dot{\gamma}_P$) se calculó mediante la expresión de la ley de potencia como se muestra en la ecuación 15 [27]:

$$\dot{\gamma}_P = \frac{2 \cdot (1 + 3 \cdot n)}{n} \cdot \frac{4 \cdot Q_{RCC}}{\pi \cdot DC^3} = 7084 \text{ seg}^{-1} \quad (15)$$

donde n es el índice de la Ley de la Potencia (se utilizó $n = 0.34$ para los cálculos, el cual es el valor promedio de la Tabla 1).

Se recolectó material compuesto fundido del reómetro antes (A) y después del capilar (B) y este fue llevado a la mufla para extraer las fibras después de la pirólisis del polímero. Los recipientes que contenían al material fueron pesados en una balanza analítica con y sin la muestra a muflar, y luego fueron pesados una vez terminado dicho proceso.

Los resultados obtenidos pueden verse en la Tabla 2.

Tabla 2. Resultados obtenidos de las muestras de material compuesto fundido tomadas del reómetro antes (A) y después (B) del capilar.

Capilar	m Muestra	m Cápsula	m Total Muflada	m Muestra Muflada	%p/p de fibra
A	3.0644	45.8125	46.5042	0.6917	22.6
B	4.4426	38.4442	39.3391	0.8949	20.1

donde:

-m Muestra: masa de la muestra a muflar.

-m Cápsula: peso de la cápsula de Petri.

-m Total Muflada: masa de la muestra luego de ser muflada considerando el peso de la cápsula de Petri.

-m Muestra Muflada: masa de la muestra luego de ser muflada sin considerar el peso de la cápsula de Petri.

-%p/p de fibra: porcentaje de la masa de la muestra luego de ser muflada.

3.3.2 Reómetro capilar adaptado al moldeo por inyección (RCMI)

Se utilizó una máquina de moldeo por inyección Engel Victory 50 con un tornillo de 30 mm de diámetro. Esta máquina tiene 4 zonas de calentamiento a lo largo de la longitud del tornillo, excluyendo la boquilla de inyección. En la Figura 15 se puede observar una imagen de la inyectora mencionada.



Figura 15. Máquina de moldeo por inyección Engel Victory 50.

La Tabla 3 muestra las especificaciones de la máquina que se utilizaron para el diseño del reómetro capilar adaptado a la unidad de cierre.

Tabla 3. Especificaciones técnicas de la máquina de moldeo por inyección Engel Victory 50 utilizadas para el diseño del reómetro capilar.

Especificación técnica	Engel Victory 50
Caudal máximo (cm ³ /seg)	150
Presión máxima de inyección (MPa)	145
Volumen máximo de inyección (cm ³)	100
Máxima apertura de la unidad de cierre (mm)	400
Mínima apertura de la unidad de cierre (mm)	140
Fuerza de cierre (kN)	500
Máximo desplazamiento de la unidad de inyección (mm)	160

El máximo desplazamiento de la unidad de inyección y máxima y mínima apertura de la unidad de cierre definen los límites de las longitudes de los capilares, incluido el reservorio del reómetro, este último también denominado reservorio o depósito de masa fundida. Se utilizaron el caudal (velocidad de flujo) máximo y mínimo y la presión de inyección para diseñar la geometría de los capilares, es decir, estos definen los límites de los diámetros del capilar para las longitudes diseñadas, con el fin de trabajar a velocidades de corte en el rango de moldeo por inyección. El diámetro del capilar se mantuvo lo más alto posible para evitar los contactos de las fibras con la pared del capilar. Se utilizó el máximo volumen de inyección para diseñar la geometría del reservorio del reómetro. La restricción utilizada fue que la suma de los volúmenes del capilar más largo y el reservorio debe ser inferior al 50 % del volumen máximo de inyección de la máquina.

El reómetro capilar se diseñó siguiendo la norma ASTM D3835. El acero inoxidable 0878 R22 AISI 420 se utilizó para todas las piezas. La rugosidad de la superficie del capilar y el reservorio fue inferior a $R_a=0,2 \mu\text{m}$. El diámetro del reservorio (DR) fue de 12 mm. Se utilizó un ángulo de entrada (AE) de 90° siguiendo tres estrategias:

- 1) minimizar la caída de presión en la contracción;
- 2) minimizar la longitud de la zona de entrada al capilar;
- 3) evitar la rotura de la fibra.

McClelland y col. mostraron que $AE = 90^\circ$ es óptimo en términos de pérdidas mínimas por exceso de presión (ΔP_{exc}) en la contracción reservorio/capilar para compuestos de fibra larga de nylon 66 [28]. La longitud del reservorio (LR) se diseñó buscando el mínimo espacio necesario para la ubicación de los transductores de presión y temperatura y se seleccionó $LR = 119.5$ mm. El diámetro capilar (DC) fue de 4 mm. Se mecanizaron cuatro capilares de 50 mm de longitud para funcionar con 4 configuraciones: longitud del capilar $LC = 50, 100, 150$ y 200 mm. La Figura 16 (a, b) muestra un esquema y una imagen del reómetro con la configuración de 200 mm unida a la unidad de inyección de la máquina de moldeo por inyección.

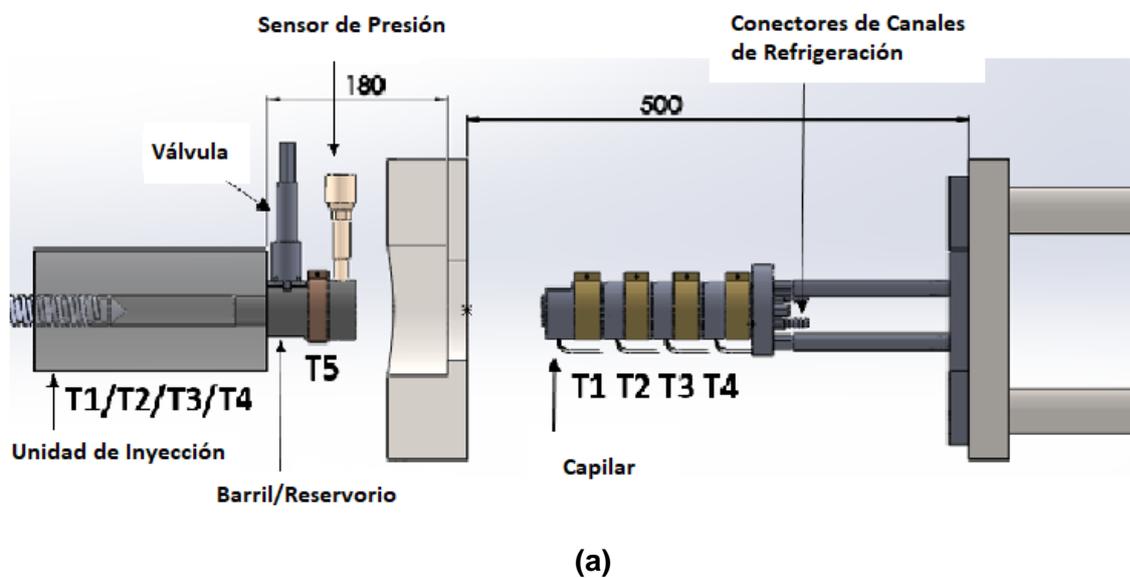


Figura 16. Esquema (a) e imagen (b) del reómetro capilar unido a la unidad de inyección de la máquina de moldeo por inyección.

Cada capilar se unió a la unidad de cierre con una placa posterior y 3 barras (lado derecho de la Figura 16) que tenían la longitud óptima para alcanzar el reservorio. El reservorio se unió a la unidad de inyección reemplazando la boquilla de inyección (lado izquierdo de la Figura 16). Se instaló un sensor de presión / temperatura Kistler tipo 4021B30HAP1 en el reservorio que permitió la adquisición de datos en tiempo real por debajo de 0.18 ms con una frecuencia de muestreo de 1200 Hz en rangos de 0 – 300 MPa y 35 – 350 °C para presión y temperatura, respectivamente. El reservorio y cada capilar tenían su propio sistema de control de temperatura y calentamiento para trabajar de 35 a 350 °C.

Los parámetros de plastificación en la unidad de inyección se mantuvieron constantes para todas las muestras. Las temperaturas T1 / T2 / T3 / T4 (ver Figura 16-a) a lo largo de la unidad de inyección se fijaron en 40 / 170 / 190 / 190 °C, la velocidad de rotación del tornillo fue de 100 rpm y la contrapresión fue de 1 MPa. El valor L_n de PPV20N después de la plastificación (L_{nDPL}) estuvo en el rango de 327 μm a 433 μm . Esto significa que la longitud inicial de las fibras, previo al paso por los capilares en sus diferentes configuraciones y distintas condiciones de inyección, se encontrará en dicho rango. Por lo tanto el diseño de un diámetro de capilar (DC) de 4 mm, lo cual determina una relación de DC/L_{nDPL} mayor a 9, fue arbitrariamente considerado suficiente para cumplir con el objetivo de minimizar las interacciones equipo-fibra durante el flujo dentro de los capilares.

El diseño de los parámetros de moldeo por inyección tuvo dos objetivos principales:

- 1) trabajar en el rango máximo de $\dot{\gamma}_P$, el cual está limitado por las características técnicas de ENGEL VC50 y el diseño del diámetro de los capilares;
- 2) aislar $\dot{\gamma}_P$ y el tiempo de residencia (t_R) para el estudio de la rotura de fibras.

Los ensayos de moldeo por inyección se realizaron a una velocidad de flujo constante y condiciones isotérmicas. La temperatura de los capilares (T1, T2, T3, T4 a la derecha de la Figura 16.a) se fijó en 190 °C para todos los casos.

Aplicando estas condiciones, asumimos una velocidad de corte constante en la pared durante el flujo dentro de los capilares. ENGEL VC50 trabaja con caudales de hasta 150 $\text{cm}^3 \cdot \text{seg}^{-1}$. La velocidad de corte en la pared se calculó con la expresión del flujo por presión isotérmico a través de un capilar para un fluido tipo ley de potencia como se muestra en la ecuación 15, usando $DC = 4 \text{ mm}$, el promedio de los índices de Ley de la Potencia de la Tabla 1 ($n = 0.34$) y reemplazando Q_{RCC} por el caudal correspondiente establecido en la máquina de moldeo por inyección (Se seleccionaron $Q = 30, 60, 90$ y $120 \text{ cm}^3 \cdot \text{seg}^{-1}$).

La caída de presión en el capilar no debe exceder la presión de inyección máxima de la máquina de moldeo por inyección, que es de 145 MPa. La caída de presión a lo largo del capilar se calculó mediante la ecuación 16 [27]:

$$\Delta P = \left(8 \cdot Q \frac{1+3 \cdot n}{n \cdot \pi \cdot DC^3} \right)^n \cdot \frac{4 \cdot K \cdot LC}{DC} \quad (16)$$

donde K es el índice de consistencia ($K (190 \text{ }^\circ\text{C}) = 7424 \text{ Pa} \cdot \text{seg}^n$) se utilizó para los cálculos, el cual es el valor a $190 \text{ }^\circ\text{C}$ que se muestra en la Tabla 1) y LC son las longitudes de capilares seleccionadas ($LC = 50, 100, 150$ y 200 mm).

El tiempo de residencia total dentro del capilar (t_R) se calculó mediante la ecuación 17:

$$t_R = LC \cdot \left(\frac{4 \cdot Q}{\pi \cdot DC^2} \right)^{-1} \quad (17)$$

donde la expresión entre paréntesis representa la velocidad promedio del fluido dentro del capilar [29]. Ville y col. [30] estudiaron la rotura de la fibra durante el procesamiento del polímero en una extrusora de doble tornillo de laboratorio. Midieron los tiempos de residencia totales y de la fibra. Encontraron que, independientemente de las condiciones de procesamiento y las configuraciones de los tornillos, la proporción de estos dos tiempos era constante y aproximadamente igual a 0.75. En nuestro caso, el tiempo de residencia calculado por la ecuación 17 es el del compuesto que, según los resultados de Ville y col., podría ser ligeramente más corto que el de las fibras.

En la Figura 17 se pueden ver aproximaciones lineales de puntos de ΔP en función de LC / DC para diferentes valores de caudal Q , calculados con las ecuaciones 15-17, las cuales son conocidas en la literatura como Curvas de Bagley [31]. Este gráfico permite comprender el criterio adoptado para la selección de combinaciones entre condiciones de inyección (caudal) y geometría de capilar (longitud) que permiten aislar los efectos de la velocidad de corte y el tiempo de residencia sobre la rotura de fibras.

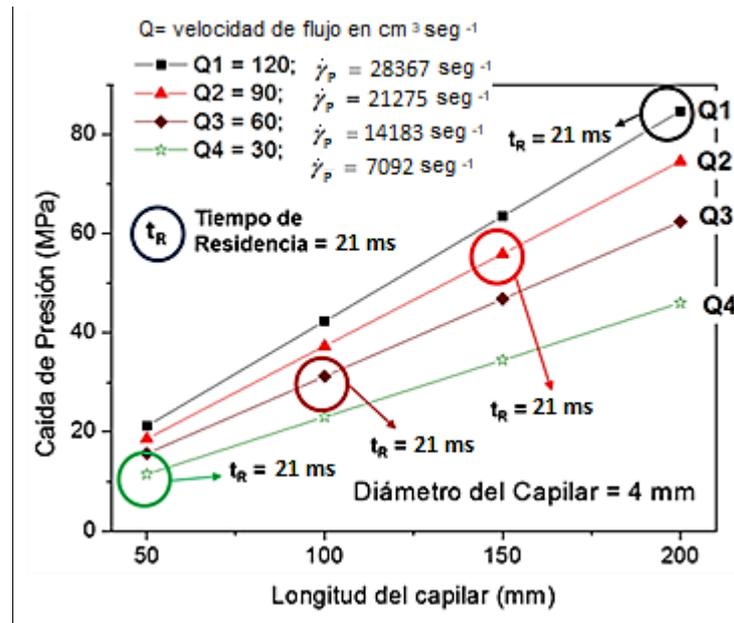


Figura 17. Condiciones experimentales para el estudio de ruptura de fibras en condiciones de flujo controladas.

Los puntos correspondientes a cada recta permiten el estudio del efecto del tiempo de residencia a velocidad/tensión de corte constante sobre la ruptura de fibras. En este trabajo solo hemos seleccionado el caudal máximo ($Q1$) para estudiar el efecto del tiempo de residencia sobre la rotura de fibras. Los puntos rodeados por un círculo permitirán el estudio del efecto de diferentes velocidades de corte en la pared del capilar a igual tiempo de residencia sobre la ruptura de fibras ya que los caudales fueron incrementados en igual proporción que la longitud del capilar. Cabe destacar que bajo estas condiciones la viscosidad del polímero disminuirá al incrementar el caudal / velocidad de corte. La variación de la viscosidad puede también influir sobre el proceso de ruptura. Para poder aislar el efecto de la velocidad de corte, se debería no solo incrementar la longitud del capilar en igual proporción que el caudal de inyección para mantener el tiempo de residencia constante si no también disminuir la temperatura al aumentar la velocidad de corte hasta un punto tal de mantener la viscosidad constante para todas las velocidades de corte estudiadas. Este procedimiento se propone como trabajo a futuro de esta tesis. Aun así, el principal objetivo de este trabajo es el diseño de una metodología experimental para la validación del modelo de Phelps et al. implementado en MoldFlow, en el cuál intervienen, entre otros parámetros, la viscosidad de la matriz y la máxima velocidad de corte en el campo de flujo como parámetros que controlan la velocidad de ruptura de fibras. Por lo tanto la validación experimental propuesta en este trabajo cumple con la estructura de la ecuación constitutiva para la velocidad de ruptura de fibras planteada en dicho modelo.

En la Tabla 4 se resumen todas las combinaciones de geometría capilar y condiciones de inyección calculadas mediante las ecuaciones 15-17 y utilizadas para el estudio de rotura de fibras.

Tabla 4. Combinaciones de geometría del capilar (AE, DC y LC), caudal experimental (Q) y parámetros de flujo calculados por las ecuaciones 15-17 (t_R , $\dot{\gamma}_P$ y ΔP) utilizados para las mediciones de rotura de fibra por RCMI.

Capilar	AE (°)	DC (mm)	LC (mm)	Q (cm ³ .seg ⁻¹)	t_R (ms)	$\dot{\gamma}_P$ (seg ⁻¹)	ΔP (MPa)
C1	90	4	200	120	21	28367	48
C2	90	4	150	120	16	28367	36
C2	90	4	150	90	21	21275	33
C3	90	4	100	120	10	28367	24
C3	90	4	100	60	21	14183	19
C4	90	4	50	120	5	28367	12
C4	90	4	50	30	21	7092	8

El volumen total del reservorio más el capilar más largo fue de 16 cm³. Se inyectaron 40 cm³ de compuesto en cada condición de la Tabla 4 para lograr una caída de presión constante dentro del capilar. La estabilización de presión fue confirmada por la adquisición de datos del sensor de presión.

En la Tabla 4 se puede observar que el desgaste de la fibra será cuantificado a 4 velocidades de corte ($\dot{\gamma}_P = 7092$; 14183; 21275 y 28367 seg⁻¹) y tiempo de residencia constante ($t_R = 21$ ms). Luego, se estudiará el efecto de 4 tiempos de residencia ($t_R = 5$; 10; 16 y 21 ms) a una velocidad de corte constante ($\dot{\gamma}_P = 28367$ seg⁻¹).

3.3.3 Preparación de muestras

La extracción de muestras para el análisis de la distribución de tamaños de fibra para todas las condiciones de inyección se realizó según se muestra en el esquema de la Figura 18.

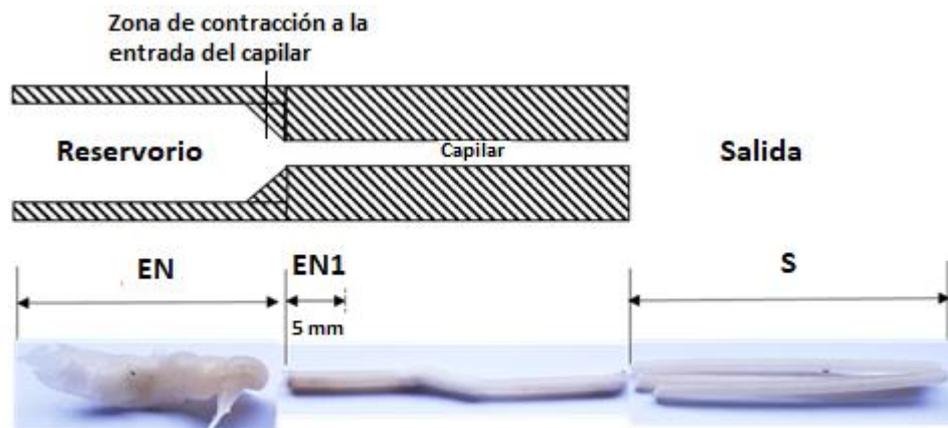


Figura 18. Esquema del procedimiento de extracción de muestras para el análisis de la distribución de tamaño de fibra.

La muestra EN corresponde al material dentro del reservorio y se obtiene al alejar el capilar del reservorio haciendo retroceder la unidad de cierre de la inyectora luego del proceso de inyección. La muestra EN1 corresponde a los primeros 5 mm de filamento dentro del capilar. Se busca que las muestras EN y EN1 no muestren diferencias significativas, en caso de encontrarlas permitirá cuantificar el efecto de la contracción en el capilar sobre la ruptura de fibras. La muestra S corresponderá a la toma de muestra de material una vez fuera del capilar. Las distribuciones de longitudes de fibra en estas muestras se denominaron EN, EN1 y S.

3.3.3.1 Rotura de fibras en la entrada al capilar

La contracción brusca en la entrada al capilar, incluido el ángulo de entrada, puede tener un efecto significativo en la rotura de la fibra debido a las interacciones del equipo con la fibra. Este estudio fue realizado por RCMI extrayendo fibras de las muestras EN y EN1 como se mostró en la figura 18. Se calcularon las longitudes medias de fibra, incluyendo los

subíndices L_n para número o L_w para peso en la nomenclatura. Por ejemplo, EN_{Ln} es la longitud promedio en número de fibra de la distribución de longitud de fibra EN.

La rotura de fibras en la entrada del capilar (RFEC) se cuantificó mediante las ecuaciones 18 y 19:

$$RFEC_{Ln}(\%) = -\frac{EN_{1Ln} - EN_{Ln}}{EN_{Ln}} \cdot 100 \quad (18)$$

$$RFEC_{Lw}(\%) = -\frac{EN_{1Lw} - EN_{Lw}}{EN_{Lw}} \cdot 100 \quad (19)$$

3.3.3.2 Rotura de fibras durante el flujo capilar

El efecto de la velocidad de corte en la pared y el tiempo de residencia, ambos dentro del capilar, en la rotura de la fibra se estudió recolectando 5 gr. de compuesto en el reservorio justo antes de la entrada capilar (muestra EN en la Figura 18) y en la salida de los capilares (muestra S en la Figura 18) para RCC y RCMI. En este caso, la rotura de la fibra (RF) se cuantificó mediante las ecuaciones 20 y 21.

$$RF_{Ln}(\%) = -\frac{S_{Ln} - EN_{Ln}}{EN_{Ln}} \cdot 100 \quad (20)$$

$$RF_{Lw}(\%) = -\frac{S_{Lw} - EN_{Lw}}{EN_{Lw}} \cdot 100 \quad (21)$$

4 RESULTADOS Y DISCUSIONES

4.1 Comparación de la rotura de fibras por RCC y RCMI

El objetivo de esta sección fue probar que la RCC no es adecuada para el objetivo de este trabajo. El compuesto fue forzado a fluir a través de capilares a velocidades de corte similar por RCC y RCMI; $\dot{\gamma}_P = 7084 \text{ seg}^{-1}$ para RCC y $\dot{\gamma}_P = 7092 \text{ seg}^{-1}$ para RCMI, ambos a $190 \text{ }^\circ\text{C}$ para mantener la misma viscosidad. La Tabla 5 muestra los resultados de rotura de la longitud de la fibra estudiado en estas condiciones.

Tabla 5. Comparación de la rotura de fibra por RCC y RCMI a la misma velocidad de corte en la pared $\dot{\gamma}_P = 7090 \text{ seg}^{-1}$ y temperatura $T=190 \text{ }^\circ\text{C}$.

DC (mm)	LC (mm)	Velocidad de corte en la pared (seg^{-1})	RCC				RCMI			
			EN_{Ln} (μm)	RF_{Ln} (%)	EN_{Lw} (μm)	RF_{Lw} (%)	EN_{Ln} (μm)	RF_{Ln} (%)	EN_{Lw} (μm)	RF_{Lw} (%)
1	5	7084	483	16.8	612	7.8	---	---	---	---
4	50	7092	---	---	---	---	433	5.5	562	2.9

Se puede observar que la rotura de fibras fue significativamente mayor cuando se sometió al flujo capilar en RCC a una velocidad de corte similar en la pared y la misma temperatura que en RCMI.

Se proponen tres mecanismos para explicar este resultado.

Primero, el contenido de fibra se midió en las muestras EN (dentro del reservorio previo a la entrada al capilar) obtenidas tanto por RCC como por RCMI, lo que resultó en 22.6 % en peso y 19.7 % en peso, respectivamente, mientras que en los gránulos sin procesar fue de 19.5 % en peso. Por lo tanto, se podría atribuir este resultado a la acumulación de fibras en la entrada al capilar en RCC como consecuencia de la contracción más estrecha entre el reservorio y el capilar y la menor proporción de diámetro capilar (DC) respecto a la longitud

de fibra promedio inicial (EN_{Ln} o EN_{Lw}). La acumulación de fibra en la entrada del capilar puede promover interacciones fibra-fibra. Su efecto sobre la rotura de la fibra no puede cuantificarse con precisión, por lo que debe evitarse en el estudio del efecto de los parámetros fluido dinámicos sobre la rotura de la fibra.

En segundo lugar, la mayor rotura de fibras observada por RCC también puede atribuirse a la relación DC a EN_{Ln} o DC a EN_{Lw} , que fue aproximadamente 4 veces menor en RCC. Una menor relación DC / EN_{Ln} puede promover la rotura de fibras debido a los contactos de la fibra con la pared del capilar como consecuencia de la rotación de las fibras durante el flujo del compuesto dentro del capilar [32]. Esta hipótesis es apoyada por los resultados mostrados por Zhuang y col. [33] quienes estudiaron el efecto de la profundidad del canal del tornillo en la rotura de la fibra durante la extrusión de simple tornillo de compuestos de polipropileno y fibra de vidrio. Encontraron que el aumento de la profundidad del canal del tornillo reducía significativamente la rotura de la fibra. Se puede pensar que la razón principal de este resultado fue la disminución de la velocidad de corte, pero llegaron a la conclusión de que la velocidad de corte en el rango de 60 a 190 seg^{-1} no presentaba diferencias en cuanto a la rotura de fibras y atribuyeron la menor rotura de fibras a la reducción de las interacciones de las fibras con el tornillo y camisa de la extrusora.

En tercer lugar, la contracción entre el reservorio y la entrada del capilar, caracterizada por la relación de diámetros entre el reservorio y el capilar (DR / DC), y el ángulo en la entrada del capilar también pueden ser responsables de la mayor rotura de la fibra observada en RCC. La relación DR a DC fue de 12 y 3 y el ángulo en la entrada del capilar (AE) fue de 180° y 90° para RCC y RCMI, respectivamente. El flujo divergente y los choques de metal-fibra en la entrada pueden promover la rotura de fibras. Este mecanismo se vuelve más fuerte para proporciones de DR a DC más altas y mayor AE. En la siguiente sección se demostrará que la relación DR a DC utilizada en RCMI no tuvo un efecto significativo en la rotura de fibras.

Ahora, supongamos que aumentamos el diámetro del capilar a 4 mm en RCC utilizando el reómetro INSTRON SR50 para evitar los indeseables mecanismos de rotura de fibras provenientes de interacciones fibra-fibra y fibra-equipo mencionadas en esta sección. Alcanzar $\dot{\gamma}_P = 7090 \text{ seg}^{-1}$ requeriría una velocidad de pistón de 17 $\text{cm} \cdot \text{seg}^{-1}$ que está fuera de rango para RCC (la velocidad máxima de pistón de INSTRON SR50 es de 2 $\text{cm} \cdot \text{seg}^{-1}$). Además, se necesitaría una velocidad de pistón de 70 $\text{cm} \cdot \text{seg}^{-1}$ para alcanzar la velocidad máxima de corte en la pared que se obtuvo por RCMI ($\dot{\gamma}_P = 28367 \text{ seg}^{-1}$).

Por estas razones, llegamos a la conclusión de que RCC no es adecuado para el objetivo de este trabajo.

4.2 Rotura de fibras por RCMI

4.2.1 Efecto de la contracción en la entrada del capilar

RCMI fue diseñado utilizando una relación de DR a DC de 3 y un AE de 90° buscando minimizar la ruptura de fibras por efecto de interacciones fibra-equipo que puedan tener lugar en la contracción a la entrada del capilar. Las distribuciones de longitud de fibra en las muestras EN y EN1 (ver Figura 18) en las condiciones de mayor velocidad de corte en la pared del capilar y tiempo de residencia estudiados ($t_R = 21$ ms, $\dot{\gamma}_P = 28367$ seg^{-1}) se midieron para estudiar el efecto de la contracción en la entrada del capilar sobre la ruptura de fibras. Se seleccionaron las condiciones de inyección de mayor intensidad suponiendo que es la peor situación para el desarrollo de interacciones fibra-equipo en la entrada del capilar. La figura 19 muestra los resultados.

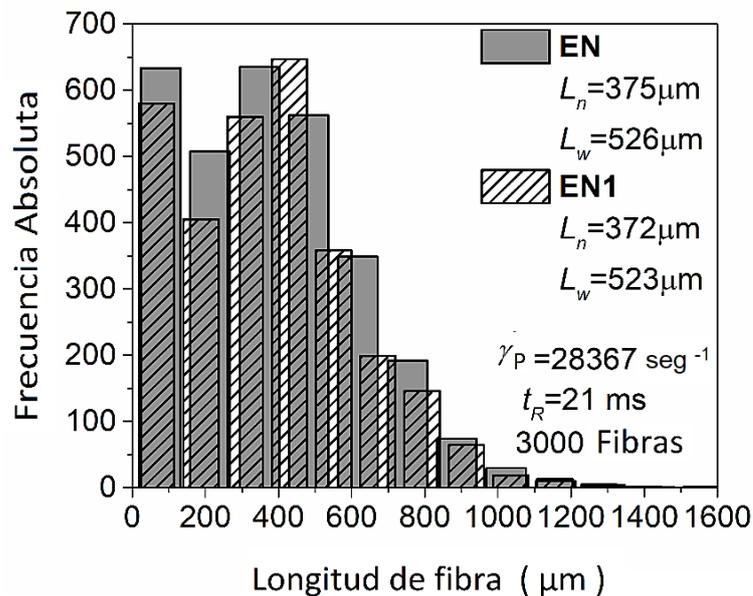


Figura 19. Efecto de la contracción en la entrada del capilar sobre la rotura de la fibra

($t_R = 21$ ms, $\dot{\gamma}_P = 28367$ seg^{-1}).

Los parámetros de rotura de fibra en esta etapa resultaron en $RFEC_{Ln} = 0.8\%$ y $RFEC_{Lw} = 0.6\%$. En contraste con los resultados obtenidos por RCC, el diseño geométrico de la contracción en la entrada del capilar y el ángulo de entrada de RCMI fue eficiente para prevenir la rotura de la fibra debido a las interacciones del equipo con la fibra en esta zona.

Se concluye que el RCMI es una técnica simple y precisa para cuantificar la rotura de fibras aislando el efecto de los parámetros fluido dinámicos en el rango de moldeo por inyección.

4.2.2 Efecto del tiempo de residencia

Trabajos previos [30, 33] establecieron correlaciones entre el tiempo de residencia y los parámetros que causan la rotura de fibras durante el proceso de mezcla de polímeros con fibras por extrusión, tales como la velocidad de corte y la configuración del tornillo. El inconveniente de estos métodos experimentales es que cambios en la velocidad de rotación o geométricos del tornillo producen cambios en la velocidad de corte y tiempo de residencia en simultaneo.

El aislamiento del tiempo de residencia y su efecto sobre la rotura de fibras requiere el flujo del compuesto en un campo de flujo controlado [19, 20]. En trabajos recientes, Goris y col. y Moritzer y col. han aislado el efecto del tiempo de residencia sobre la rotura de fibras en compuestos de fibra de vidrio-polipropileno en un flujo de Couette a velocidades de corte por debajo de 500 seg^{-1} . El tiempo de residencia más corto analizado fue de 2.5 seg. Estos valores de velocidad de corte y tiempo de residencia quedan fuera de rango para la mayoría de los procesos de llenado de moldes en moldeo por inyección ya que pueden llegar a velocidades de corte del orden de 10^4 seg^{-1} y tiempos de llenado de molde de 10^{-3} seg [34].

En esta sección, analizaremos cómo los tiempos de residencia en el orden de 10^{-3} seg a una velocidad de corte en la pared en el orden de 10^4 seg^{-1} afectan la rotura de fibras en un flujo capilar isotérmico controlado. La figura 20 muestra los resultados.

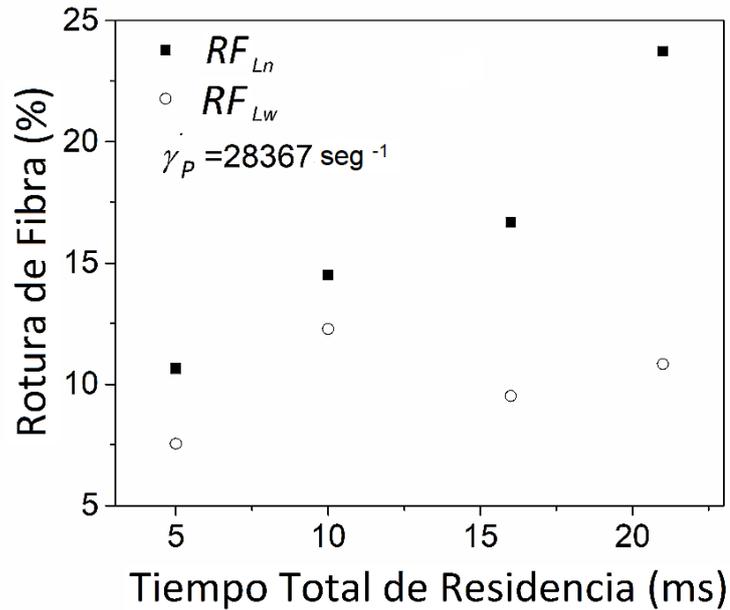


Figura 20. Efecto del tiempo total de residencia sobre la rotura de fibras a una velocidad de corte constante.

Se puede observar que el tiempo de residencia es un parámetro que promueve la rotura de fibras. Incluso en incrementos de tiempo cortos, en el orden de 10^{-3} seg, la rotura de fibras aumenta significativamente. Podemos imaginar una fibra “madre” única viajando dentro de una cavidad durante el llenado del molde. Supongamos que esta fibra se rompe y nacen dos fibras “hijas”. Después de este evento, estas fibras pueden someterse a una fuerza mayor que su valor crítico de pandeo, pero no se romperán instantáneamente después de su nacimiento. De modo que la probabilidad de que estas fibras se rompan dependerá del tiempo que permanezcan en la cavidad sometida a fuerzas fluido dinámicas.

Moritzer y col. también encontraron una fuerte dependencia de la magnitud de rotura de fibras con el tiempo de residencia para compuestos polipropileno - 20 % en peso de fibras cortas de vidrio en un flujo de Couette a velocidades de corte por debajo de 500 seg^{-1} y tiempos de residencia por encima de 2.5 seg. Encontraron un 30 % de reducción en la longitud promedio para la condición fluido dinámica más fuerte [20]. Una configuración experimental similar fue utilizada por Goris y col. pero utilizando compuestos de polipropileno - 30 % en peso de fibras largas de vidrio midiendo 90 % de reducción en la longitud media de fibras en condiciones de flujo similares [19]. Se debe tener en cuenta que los resultados de rotura de fibras mostrados por Goris y col. y Moritzer y col. pueden verse influidos por las interacciones entre el equipo y el polímero debido al tamaño similar de la brecha entre los cilindros y la longitud de la fibra y las fuerzas centrífugas que hacen que las fibras migren hacia el cilindro exterior, lo cual promueve los choques de fibra y metal.

4.2.3 Efecto de la velocidad de corte

La Figura 21 muestra el efecto de la velocidad de corte en la pared sobre las distribuciones de longitud de la fibra antes y después del flujo capilar a tiempo de residencia constante.

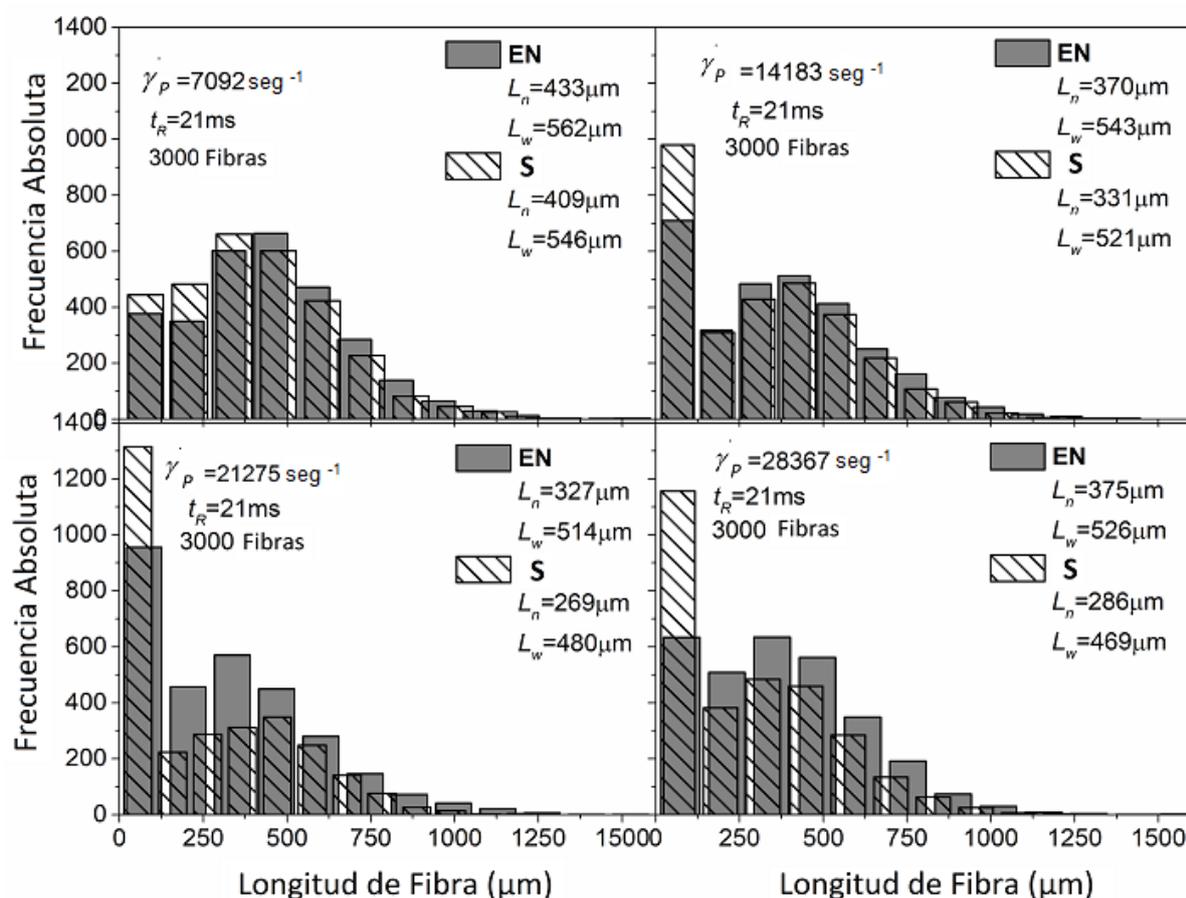


Figura 21. Efecto de la velocidad de corte en la pared sobre las distribuciones de longitud de fibra antes y después del flujo capilar por RCMI a tiempo de residencia constante.

Se puede observar en la Figura 21 que la forma de las distribuciones y la longitud promedio en número y peso de las fibras en las muestras EN (dentro del reservorio del capilar) cambian en función de la velocidad de corte. Se observa una distribución de longitud de fibra EN bimodal a velocidades de corte en la pared superior a 14000 seg^{-1} . El número de fibras en el primer intervalo de longitud ($0 - 80 \mu\text{m}$) aumenta significativamente. Atribuimos este resultado al aumento de la velocidad de corte en la pared del reservorio de la unidad de inyección y dentro del reservorio del reómetro capilar la cual aumenta proporcionalmente al

caudal de inyección. Se concluye que la distribución de longitud de la fibra en las muestras EN depende del caudal de inyección. Este es un resultado relevante para el diseño de métodos de validación experimental para modelos de rotura de fibras tales como los implementados en MoldFlow y Moldex3D. El modelo necesita una condición límite de entrada para la distribución de longitud de fibra inicial, que en nuestro caso sería la muestra EN.

El modelo de rotura de fibras en moldeo por inyección desarrollado por Phelps y col. [9], el cual fue implementado por los simuladores de moldeo por inyección MoldFlow y Moldex3D en el año 2012, fue validado utilizando como condición de entrada la distribución de longitud de fibra a una distancia de 1.5 cm desde el punto de inyección de un disco inyectado por el centro de una de sus caras. La validación se realizó con un único grupo de parámetros de inyección. En caso de que se cambien las condiciones de moldeo por inyección, se debe medir experimentalmente una nueva condición límite de entrada. Hopmann y col. [23] usaron placas rectangulares inyectadas en el centro de uno de sus lados más angostos para validar el modelo de rotura de fibras implementado en MoldFlow. En los experimentos, encontraron una mayor longitud de fibra promedio al alejarse del punto de inyección. No propusieron hipótesis para la explicación de estos resultados incongruentes. Una posible razón es que las interacciones del equipo con la fibra y la acumulación de fibra en la contracción provocada por la puerta o “gate” de inyección fueron mecanismos significativos en el proceso de rotura de fibras. En dicho trabajo, Hopmann y col. tomaron la decisión de utilizar la distribución de longitud de fibra experimental con la longitud de fibra media máxima como condición de entrada para el modelo, lo cual puede conducir a errores graves derivados del diseño incorrecto de los experimentos.

La Figura 22 muestra el efecto de la velocidad de corte en la pared sobre la rotura de fibras estudiada por RCMI.

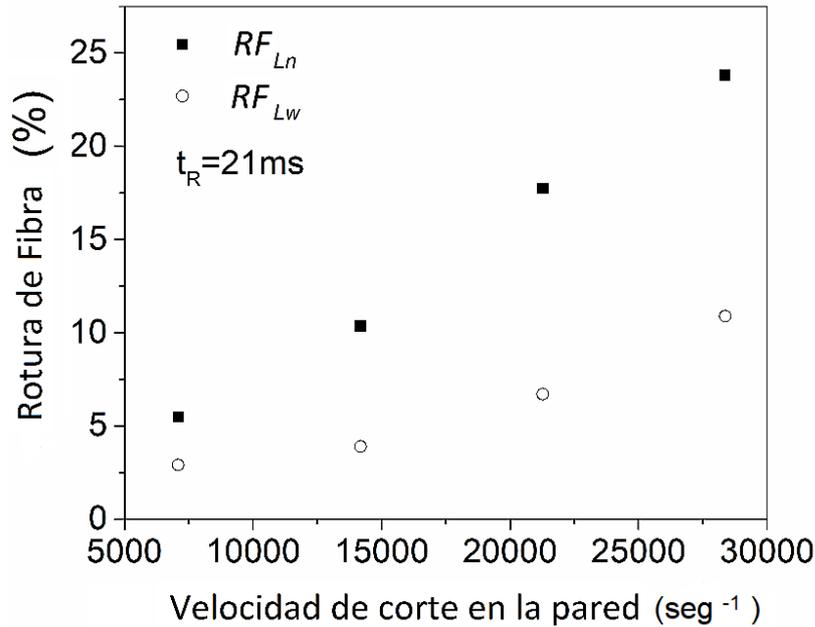


Figura 22. Efecto de la velocidad de corte en la pared sobre la rotura de fibras estudiada por RCMI.

Se puede observar que tanto RF_{Ln} como RF_{Lw} aumentan linealmente en función de $\dot{\gamma}_p$. Este resultado está de acuerdo con la función de velocidad de rotura de fibras del modelo propuesto por Phelps y col. que establece que la probabilidad de que una fibra se rompa bajo las fuerzas hidrodinámicas es directamente proporcional a la máxima velocidad de corte en el campo de flujo [9].

Moritzer y col. encontraron más del 10 % de reducción en la longitud promedio en número de fibra para la condición fluido dinámica más fuerte estudiada (230 °C, velocidad de corte por debajo de 500 seg⁻¹) después de cizallar 2.5 seg en flujo tipo Couette para compuestos de polipropileno – 20 % en peso fibra corta de vidrio [20]. La longitud de la fibra estacionaria se logró después de 10 seg, mostrando un 30 % de reducción en la longitud promedio en número de la fibra. En este trabajo se encontró un 3 % de reducción en la longitud promedio en número de fibra para un compuesto con el mismo contenido de fibra después de cizallar 21 ms a 190 °C a una velocidad de corte en la pared de 7092 seg⁻¹. Goris y col. han demostrado que una mayor viscosidad de fundido aumenta el desgaste de la longitud de la fibra debido al aumento de las tensiones de corte [19]. Moritzer y col. no informaron las propiedades reológicas de los materiales compuestos, por lo tanto, no puede determinarse si la mayor tasa de rotura de fibras observada en el flujo de Couette, incluso a velocidad de corte un orden de magnitud inferior a la observada por RCMI, es consecuencia

de una mayor viscosidad en fundido del compuesto. Por lo tanto, los resultados contradictorios de estos trabajos no pueden explicarse por las diferencias en el perfil de la velocidad de corte o el comportamiento reológico. Aun así, este resultado podría atribuirse a la siguiente hipótesis. Moritzer y col. [20], Goris y col. [19] y la sección anterior de este trabajo muestra que la tasa de rotura de fibras aumenta en función del tiempo de residencia dentro de la cavidad. Moritzer y col. y Goris y col. muestran que el tiempo de residencia necesario para alcanzar la longitud de la fibra estacionaria disminuye en función de la velocidad de corte. Probablemente, un tiempo de residencia de 21 ms a una velocidad de corte en la pared de 7092 seg^{-1} fue demasiado corto para alcanzar la longitud de fibra estacionaria en PPV20N. De hecho, se mostró en la Figura 20 que el valor de la longitud de la fibra estacionaria en PPV20N a una velocidad de corte en la pared de 28367 seg^{-1} no se alcanzó en el rango de tiempos de residencia estudiados en este trabajo. Por otro lado, el flujo de Couette desarrollado en el trabajo de Moritzer y col. [20] fue realizado con un tamaño similar de longitud de fibra y espacio entre los cilindros lo cual, sumado a las fuerzas centrífugas, puede generar interacciones fibra-equipos que podrían haber sido responsables de la mayor tasa de rotura de fibras observadas.

4.3 Trabajos futuros

4.3.1 Estudio experimental para la cuantificación de la rotura de fibras debido a interacciones equipo-fibra y fibra-fibra

En caso de que el reómetro capilar no esté diseñado adecuadamente, las interacciones equipo-fibra, como choques de fibras en la entrada del capilar y con la pared del capilar, pueden enmascarar el efecto real de las fuerzas hidrodinámicas en la rotura de la fibra. Se probó que el uso de RCMI es eficiente para prevenir las interacciones equipo-fibra. También se probó que la contracción en la entrada del capilar no era significativa como un mecanismo para la rotura de fibras en el caso de estudio del presente trabajo. Los choques de fibra con la pared del capilar no se estudiaron directamente, pero se probó que este parámetro se minimiza utilizando RCMI.

Se propone como trabajo futuro estudiar el efecto de los choques de fibra con la pared del capilar como mecanismo de rotura de fibras. Esto se realizará por RCMI utilizando fibras

con diferentes distribuciones iniciales de longitud que cambiarían las relaciones DC a EN_{Ln} y DC a EN_{Lw} .

La rotura de fibras como consecuencia de las interacciones fibra-fibra no se estudió en este trabajo. Goris y col., Quijano-Solis y col. y Moritzer y col. estudiaron el efecto del contenido de fibra en los compuestos sobre la rotura de fibras utilizando Reómetros de flujo tipo Couette y Capilar [19, 20, 21]. Encontraron una mayor rotura de fibras en función del contenido de la misma en el compuesto, pero el efecto fue menos notorio para los contenidos de fibra superiores al 30 % en peso, tal vez debido a la formación de una red rígida entre las fibras.

Proponemos el uso de RCMI para aislar el efecto de la rotura de la fibra en el rango de moldeo por inyección para materiales compuestos con diferentes contenidos de fibra que van desde 10 a 50 % en peso, diseñando la temperatura de prueba para que coincida con la misma viscosidad para cada material compuesto.

4.3.2 Estudio experimental para el aislamiento de la velocidad de corte como único mecanismo responsable de la rotura de fibras

Tal como se mencionó en la sección 3.3.2, el aislamiento del efecto de la velocidad de corte sobre la rotura de fibras de este trabajo se realizó a tiempo de residencia y temperatura constantes. Mediante este procedimiento, la viscosidad del polímero disminuirá al incrementar el caudal / velocidad de corte. Goris y col. han demostrado que una menor viscosidad de fundido disminuye el desgaste de la longitud de la fibra debido a la disminución de las tensiones de corte [19]. Este no es un inconveniente para el objetivo del presente proyecto que se basó en el diseño de una herramienta experimental para la validación del modelo de rotura de fibras implementado en MoldFlow. Sin embargo, para poder aislar el efecto de la velocidad de corte, se debería no solo incrementar la longitud del capilar en igual proporción que el caudal de inyección para mantener el tiempo de residencia constante si no también disminuir la temperatura al aumentar la velocidad de corte hasta un punto tal de mantener la viscosidad constante para todas las velocidades de corte estudiadas, lo cual se propone como trabajo a futuro de esta tesis.

4.3.3 RCMI como herramienta para encontrar los parámetros empíricos de entrada para las simulaciones de rotura de fibra de MoldFlow

El modelo de EBP propuesto por Phelps y col. [9] e implementado en MoldFlow y Moldex 3D requiere la entrada de un conjunto de parámetros empíricos relacionados con las funciones de velocidad de rotura y de redistribución de las fibras:

- 1) el factor de arrastre anisotrópico (ζ);
- 2) el coeficiente de rotura (C_b); y
- 3) El factor de control del perfil de probabilidad (S).

MoldFlow no tiene una base de datos con estos parámetros empíricos de entrada para diferentes materiales, por lo que sugieren utilizar los valores predeterminados $\zeta = 3$, $C_b = 0.002$ y $S = 0.25$ para ejecutar simulaciones. Usando este conjunto de parámetros, Hopmann y col. [23] encontraron fuertes diferencias entre las longitudes de fibras promedio experimentales y obtenidas de las simulaciones y la magnitud del error dependía de la velocidad del flujo de inyección y la geometría de la pieza. Llegaron a la conclusión de que el modelo debería calibrarse para mejorar el rendimiento de la simulación.

Proponemos como trabajo futuro el uso de RCMI para encontrar parámetros empíricos independientes de las condiciones de inyección y la geometría de la pieza para un determinado compuesto basado en polímeros termoplásticos. Al realizar simulaciones en MoldFlow en las condiciones de la Tabla 4, se espera encontrar empíricamente un conjunto de parámetros ζ , C_b y S que ajusten con precisión las longitudes de fibra promedio experimentales para las diferentes velocidades de corte. Se espera que un conjunto de parámetros de este tipo convierta al modelo independiente de la velocidad de corte para simulaciones más complejas (flujo no isotérmico y transitorio en geometrías complejas) utilizando el mismo material, pero con la restricción de utilizar geometrías que minimicen interacciones equipo-fibra.

5 CONCLUSIONES

Se diseñó un reómetro capilar adaptado a la unidad de cierre de una máquina de moldeo por inyección (RCMI) para aislar el efecto de las interacciones fibra-polímero (velocidad de corte y tiempo de residencia en el rango de moldeo por inyección) sobre la rotura de fibras durante el flujo capilar de material compuesto basado en polipropileno reforzado con fibras cortas de vidrio. Se comprobó que los reómetros capilares convencionales no son útiles para este estudio porque no se pueden evitar las interacciones equipo-fibra que influyen significativamente sobre la magnitud de rotura de fibras para las mismas condiciones fluido dinámicas. Los resultados obtenidos por RCMI para velocidades de corte entre 7000 y 28000 seg^{-1} en un tiempo de residencia de 21 ms mostraron que la rotura de las fibras aumenta linealmente de 3 a 11 % y de 5 a 24 % para las longitudes promedio en peso y en número, respectivamente. Este resultado estuvo de acuerdo con la estructura del modelo de rotura de fibra propuesto por Phelps y col. he implementado en los simuladores comerciales de moldeo por inyección MoldFlow y Moldex3D que establece que la probabilidad de que una fibra se rompa como consecuencia de fuerzas fluido dinámicas tiene una dependencia lineal con la velocidad máxima de corte en el campo de flujo. Se encontró que el tiempo de residencia total en el rango de llenado de molde en el moldeo por inyección es un parámetro significativo para el desgaste de la longitud de la fibra. La rotura de fibras aumenta casi linealmente de 8 a 11 % y de 10 a 24 % para las longitudes promedio en peso y en número, respectivamente, para tiempos de residencia de 5 a 21 ms.

La configuración experimental diseñada en este trabajo puede ser útil para calibrar el conjunto de parámetros empíricos del modelo de rotura de fibras implementado en MoldFlow. Al realizar simulaciones en MoldFlow en las condiciones de flujo y en las geometrías de las piezas de este trabajo, se pueden encontrar empíricamente un conjunto de parámetros ζ , C_b y S que se ajusten con precisión a las longitudes de fibra promedio experimentales. Se espera que un conjunto de parámetros de este tipo haga que el modelo sea independiente de la velocidad de corte para simulaciones más complejas (flujo no isotérmico y transitorio en geometrías complejas) para el mismo material, pero evitando geometrías que puedan inducir la rotura de fibras debido a las interacciones entre el equipo y la fibra.

6 DIFICULTADES ENCONTRADAS DURANTE EL DESARROLLO DEL TRABAJO

En la presente sección se mencionan algunos de los principales obstáculos y dificultades que surgieron durante el desarrollo del trabajo.

En primera instancia, fue suministrada la información y la bibliografía necesaria referida al tema a tratar y luego la metodología adecuada con la cual se debía proceder durante los ensayos de laboratorio para finalmente obtener los datos necesarios para el posterior desarrollo del trabajo. Para adquirir la metodología de ensayo y evitar posteriores errores, se utilizaron muestras a modo de prueba, donde se utilizó la misma técnica que se usaría en el transcurso del ensayo. En esta etapa se pudieron encontrar técnicas aplicadas que no eran eficientes, entre estas dispersar las fibras, las cuales se encontraban en un vaso de precipitados, con agitación mecánica constante. Al comparar la dispersión obtenida en forma mecánica y en forma manual, se vio que esta última era más eficiente, lo cual facilitaba luego la recolección de la muestra en suspensión para posteriormente evaporar el agua y obtener las fibras en el portaobjetos. Este proceso de colada se realizó tres veces, y entre cada una, mientras el agua se evaporaba del portaobjetos, hubo que continuar con la agitación ya que, en caso contrario, las fibras se depositaban en el fondo del recipiente y al realizar la colada, muy pocas fibras eran recolectadas. Dicha agitación debió realizarse cuidadosamente para no provocar la rotura de las fibras. En cada ensayo, lo ideal era utilizar un vaso de precipitados de 50 ml, la cual era la medida justa para una buena dispersión con la cantidad de agua destilada y contenido de fibras previamente prefijados; sin embargo, en ciertas ocasiones se utilizaron vasos de precipitados de 100 ml con lo cual la agitación debía ser más minuciosamente realizada debido a que el recipiente era mayor pero el contenido siempre era el mismo.

Otro inconveniente que se produjo al realizar la colada fue la rotura del portaobjetos, lo cual fue atribuido al aumento de temperatura brusco de la placa calefactora, al mal funcionamiento de ésta marcando una temperatura inferior a la que en realidad se encontraba, a fisuras que poseía el portaobjetos e incluso a la baja calidad del mismo. Esto se produjo en varias ocasiones lo cual obligaba a comenzar todo el procedimiento de colada desde el principio.

Una vez realizadas las tres coladas, el portaobjetos estaba listo para ser llevado cuidadosamente al microscopio y tomar las fotografías necesarias para las mediciones

posteriores. En esta etapa, el inconveniente surgido fue que en algunos portaobjetos no se distinguían todas las fibras por la marca dejada por el agua cuando se evaporó en la placa calefactora o incluso a la acumulación excesiva de las fibras en algunas zonas del portaobjetos.

Posterior a este paso, se procedió a contar las fibras en un software adecuado. Primero se utilizó uno, que, por falta de conocimiento, no se conocía que los datos obtenidos de las mediciones podían exportarse directamente a un archivo de Excel, con lo cual, cada dato se pasó uno por uno, lo que produjo una gran pérdida de tiempo, tomando más de un día, medir la longitud de 3000 fibras. Por dicho motivo, luego de algunos ensayos, se probó realizar las mediciones con otro software, pero las mediciones eran incorrectas. Luego, se investigó en profundidad el primer software utilizado y se encontró la manera de exportar los datos medidos. Si bien aún el tiempo requerido para realizar las mediciones era largo, se optimizó mucho más dicho procedimiento y fue la forma con la cual se continuaron las mediciones. En esta etapa, también se tomó extrema precaución en no medir la longitud de una misma fibra más de una vez.

Además de las dificultades propias surgidas al realizar los ensayos, se encontraron otras dificultades debido a que los recursos disponibles no bastan producto de la gran demanda de los mismos. Los inconvenientes surgieron cuando la mufla, las placas calefactoras o el microscopio óptico no estaban disponibles, ya que estos equipos no podían ser sustituidos por otros.

7 REFERENCIAS

- [1] Novel experimental approach for the study of fibre length attrition in injection-molded polymer composites. Autores: M.P. Ruiz, A.J.V. Pontes, L.N. Ludueña. Enviado a Revista: Composites Science and Technology. Editorial: Elsevier.
- [2] Inoue A, Morita K, Tanaka T, Arao Y, Sawada Y. Effect of screw design on fiber breakage and dispersion in injection-molded long glass-fiber-reinforced polypropylene. *J Compos Mater* 2013; 49:75–84. doi:10.1177/0021998313514872.
- [3] Askeland, Donald R., Phulé Pradeep P. Ciencia e ingeniería de los materiales, 4ª edición. ISBN 970-686-361-3.
1. Ciencia e ingeniería de los materiales. 2. Análisis de la estructura atómica de los materiales, sus propiedades, su resistencia a los esfuerzos y su comportamiento a distintas condiciones.
- [4] Ludueña, L., Vázquez, A., & Alvarez, V. (2012). Effect of lignocellulosic filler type and content on the behavior of polycaprolactone based eco-composites for packaging applications. *Carbohydrate Polymers*, 87(1), 411–421. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.07.064>
- [5] Ultima, M. D. E., & Materiales, G. Y. (2007). EFICIENTES: Retrieved from [https://portal.uah.es/portal/page/portal/GP_EPD/PD-GP-ASIG/PD-GP-ASIG-200637/TAB42359/Introducci%F3n Composites %28Alberto Moral %2B Marar Nogueira%29.pdf](https://portal.uah.es/portal/page/portal/GP_EPD/PD-GP-ASIG/PD-GP-ASIG-200637/TAB42359/Introducci%F3n%20Composites%20Alberto%20Moral%20Marar%20Nogueira%29.pdf).
- [6] Ludueña, L. N., Alvarez, V. A., & Vazquez, A. (2007). Processing and microstructure of PCL/clay nanocomposites. *Materials Science and Engineering: A*, 460–461, 121–129. <https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2007.01.104>
- [7] Tucker, C. L., & Liang, E. (1999). Stiffness predictions for unidirectional short- fiber composites: Review and evaluation. 59.
- [8] Duzamet, P. Innovative manufacturing process adapted for the production of structural modules, in *Plastics in Automotive Engineering*, R. Stauber Editor. 2007, Hanser. Munich.

- [9] Phelps JH, Abd El-Rahman AI, Kunc V, Tucker CL. A model for fibre length attrition in injection-molded long-fibre composites. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2013; 51:11–21. doi:10.1016/J.COMPOSITESA.2013.04.002.
- [10] Durin A, De Micheli P, Ville J, Inceoglu F, Valette R, Vergnes B. A matricial approach of fibre breakage in twin-screw extrusion of glass fibres reinforced thermoplastics. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2013; 48:47–56. doi:10.1016/J.COMPOSITESA.2012.12.011.
- [11] Chen H, Cieslinski M, Baird DG. Progress in modeling long glass and carbon fibre breakage during injection molding. *AIP Conf Proc* 2015; 1664:60004. doi:10.1063/1.4918422.
- [12] Simpatec, T. S. (n.d.). Influences of LS-DYNA-results by coupling with injection molding simulation. Retrieved from <https://www.dynamore.de/de/download/papers/2018-ls-dyna-forum/papers-2018/mittwoch-17.-oktober-2018/materials-short-fiber-reinforced-polymers/der-einfluss-auf-ls-dyna-resultate-durch-die-kopplung-mit-der-spritzgussimulation>.
- [13] Fu S-Y, Lauke B, Mai Y-W. 2 - Extrusion compounding and injection moulding. In: Fu S-Y, Lauke B, Mai Y-W, BT-S and E of SFRPC, editors. *Woodhead Publ. Ser. Compos. Sci. Eng.*, Woodhead Publishing; 2009, p. 6–28. doi:<https://doi.org/10.1533/9781845696498.6>.
- [14] Sporleder, F., Carella, J. M., Dorao, C. A., & Ludueña, L. N. (2017). Novel Approach for Modeling the Dynamics of Fiber Breakage in Polymer Matrix Composites during Capillary Extrusion. *Advances in Polymer Technology*, 36(4), 507–516. <https://doi.org/10.1002/adv.21635>.
- [15] Dinh, S.M. and Armstrong, R.C., A Rheological Equation of State for Semi-Concentrated Fiber Suspensions. *J. Rheol.*, 28(3):207-227 (1984)
- [16] Bay RS, Tucker III CL. Fiber orientation in simple injection moldings. Part I: theory and numerical methods. *Polym Compos* 1992; 13(4):317–31.
- [17] Hieber CA, Shen SF. A finite-element/finite-difference simulation of the injection-molding filling process. *J Non-Newtonian Fluid Mech* 1980; 7:1–3
- [18] Wolf D, Holin N, White DH. Residence time distribution in a commercial twin-screw extruder. *Polym Eng Sci* 1986; 26:640–6. doi:10.1002/pen.760260910.

- [19] Goris S, Simon S, Montoya C, Bechara A, Candal MV, Brands D, et al. Experimental Study on Fibre Attrition of Long Glass Fibre-Reinforced Thermoplastics under Controlled Conditions in a Couette Flow, SPE ANTEC® Anaheim 2017; 2017, p. 600–6.
- [20] Moritzer E, Heiderich G. Fibre length reduction during shearing in polymer processing. AIP Conf Proc 2017; 1914:30002. doi:10.1063/1.5016689.
- [21] Quijano-Solis C, Yan N. Characterization of biofibre breakage in composite processing using a capillary rheometer. J Reinf Plast Compos 2014; 33:1463–73. doi:10.1177/0731684414537360.
- [22] International organization for standardization. Plastics – injection moulding of test specimens for thermoplastic materials – Part 5: preparation of standard specimens for investigation anisotropy; 2001. [ISO 294-5:2001]
- [23] Hopmann C, Weber M, van Haag J, Schöngart M. A validation of the fibre orientation and fibre length attrition prediction for long fibre-reinforced thermoplastics. AIP Conf Proc 2015; 1664:50008. doi:10.1063/1.4918412.
- [24] Lakkanna M, Mohan Kumar GC, Kadoli R. Computational design of mould sprue for injection moulding thermoplastics. J Comput Des Eng 2016; 3:37–52. doi:10.1016/j.jcde.2015.06.006.
- [25] Ludueña, L. N., Procesamiento de Polímeros UNMdP. Apuntes de Cátedra, Capítulo 4. 1–62.
- [26] Sturges HA. The Choice of a Class Interval. J Am Stat Assoc 1926; 21:65–6. doi:10.1080/01621459.1926.10502161.
- [27] Middleman S. Fundamentals of Polymer Processing. Houghton Mifflin Company; 1977.
- [28] McClelland AN, Gibson AG. Rheology and fibre orientation in the injection moulding of long fibre reinforced nylon 66 composites. Compos Manuf 1990; 1:15–25. doi:10.1016/0956-7143(90)90270-7.
- [29] Tadmor Z, Gogos C. Principles of Polymer Processing. 2nd. 2006.
- [30] Ville J, Inceoglu F, Ghamri N, Pradel JL, Durin A, Valette R, et al. A Study of Fibre Breakage during Compounding in a Buss Kneader. Int Polym Process 2012; 27:245–51. doi:10.3139/217.2525.

- [31] Mitsoulis, E., & Hatzikiriakos, S. G. (2003). Bagley correction: The effect of contraction angle and its prediction. *Rheologica Acta*, 42(4), 309–320. <https://doi.org/10.1007/s00397-003-0294-y>
- [32] Forgacs O., Mason S. Particle motions in sheared suspensions: IX. Spin and deformation of threadlike particles. *J Colloid Sci* 1959; 14:457–72. doi:10.1016/0095-8522(59)90012-1.
- [33] Zhuang H, Pu R, Zong Y, Dai GC. Relationship between fibre degradation and residence time distribution in the processing of long fibre reinforced thermoplastics. *Express Polym Lett* 2008; 2:560–8. doi:10.3144/expresspolymlett.2008.68.
- [34] Yang SY, Nian SC, Sun IC. Flow Visualization of Filling Process during Micro-Injection Molding. *Int Polym Process* 2002; 17:354–60. doi:10.3139/217.1706.

8 ANEXO

Tabla 6. Composición (% en peso) de los distintos vidrios (valores típicos).

Oxido	Vidrio E	Vidrio C	Vidrio S	Vidrio A	Vidrio D	Vidrio R	Vidrio ERC
SiO_2	55,0	66,0	65,0	67,5	74,0	60,0	61,0
Al_2O_3	14,0	4,0	25,0	3,5	-	24,0	13,0
TiO_2	0,2	-	-	-	-	-	-
B_2O_3	7,0	5,0	-	1,5	22,5	-	-
CaO	22,0	14,0	-	6,5	-	9,0	22,0
MgO	1,0	3,0	10,0	4,5	-	6,0	3,0
Na_2O	0,5	7,5	-	13,5	1,5	0,5	-
K_2O	0,3	5,0	-	3,0	2,0	0,1	0,5
Fe_2O_3	-	-	-	-	-	-	-
Punto de ablandamiento	840 °C	750 °C	950 °C	700 °C	720 °C	950 °C	840 °C

Vidrio E (eléctrico): excelente aislante eléctrico. Es el tipo de fibra más utilizado por su buena relación propiedades/precio.

Vidrio C (químico): resistencia mecánica entre el E y el A, pero mejor resistencia química que ambos. Se puede utilizar en las capas superficiales de estructuras sometidas a atmósferas agresivas.

Vidrio R o S (resistente): resistencia a la tracción y módulo de elasticidad muy superiores a los otros tipos de fibra de vidrio.

Vidrio A (rico en álcalis): es menos resistente mecánicamente que el vidrio E pero tiene una mayor resistencia química.

Vidrio D (dieléctrico): tiene excelentes propiedades dieléctricas, se utiliza en la fabricación de radares y otros elementos de telecomunicación.

Vidrio ERC (eléctrico y resistente químico): combina un excelente aislamiento eléctrico con una alta resistencia química.

DOMO® Engineering Plastics

Technical Data Sheet



The strength of chemicals.

DOMOLEN® PPHG20 NC

(DOMOLEN P1-014-V20-N)

Polypropylene homopolymer, 20% glass fiber reinforced - chemically coupled, natural color

24.02.2016

TYPICAL PROPERTIES	CONDITION	STANDARD	UNIT	VALUE
PHYSICAL				
Density		ISO 1183	[g/cm ³]	1,03
Mold shrinkage parallel	72 hrs, 23°C, 50% RH	ISO 2577	[%]	
RHEOLOGICAL				
Melt Flow Rate (MFR)	230 °C - 2,16 kg	ISO 1133	[g/10 min]	7
MECHANICAL				
Tensile modulus	1 mm/min	ISO 527	[MPa]	5100
Tensile stress at break	5 mm/min	ISO 527	[MPa]	81
Tensile strain at break	5 mm/min	ISO 527	[%]	3,3
Charpy unnotched	+23 °C	ISO 179/1eU	[kJ/m ²]	43
Charpy notched	+23 °C	ISO 179/1eA	[kJ/m ²]	8
THERMAL				
Melting point		ISO 11357-1	[°C]	167
Heat Deflection Temperature (HDT-B)	0,45 MPa	ISO 75	[°C]	157
Heat Deflection Temperature (HDT-A)	1,80 MPa	ISO 75	[°C]	136

Test run at 23°C if not differently specified, DAM state (dry as moulded).

Figura 23. Ficha técnica de Domolen P1-014-V20-N (PPV20N).