

CAPÍTULO II

PARTE EXPERIMENTAL

CAPÍTULO II: PARTE EXPERIMENTAL

2.1. FABRICACIÓN DE PELÍCULAS ELÁSTICAS.

2.1.1. Materiales utilizados.

Como ya se ha explicado en secciones anteriores, el presente estudio se basa en 2 familias de elastómeros termoplásticos.

- Copolímeros de bloque de estireno: Elastómeros termoplásticos amorfos.
- Elastómeros de poliolefina: Elastómeros termoplásticos semicristalinos.

La primera familia fue seleccionada debido a que son los materiales con que convencionalmente se han fabricado películas y laminados elásticos, y por lo tanto representan el material de referencia ó de comparación en el presente estudio.

La segunda familia fue seleccionada, con base en sus características técnicas, como una alternativa novedosa para desarrollar películas y laminados elásticos; la información teórica disponible conlleva a esta propuesta. El presente estudio determina las características elásticas de películas elaboradas con estos materiales y en todo momento permite compararlas con la familia de elastómeros de referencia.

2.1.1.1 Copolímeros de bloque de estireno: Elastómeros termoplásticos amorfos.

Son 4 los materiales mas representativos en esta familia: SBS, SIS, SEBS y SEPS.

Los SBS y SIS se caracterizan por que su bloque central es un polidieno, a diferencia de los SEBS y SEPS en donde el bloque central es una estructura saturada; cabe aclarar que los SEBS y SEPS provienen de un proceso de hidrogenación del bloque central de los SBS y SIS, respectivamente.

En procesos de extrusión monohusillo y doble husillo para películas y recubrimientos, los SIS y SEBS son los que mejor aceptación han tenido debido a sus características de procesamiento y costo.

En el estudio se utilizó un copolímero representativo de los SIS y uno representativo de los SEBS.

Los materiales se consiguieron con la compañía líder a nivel mundial que fabrica estos materiales; en las siguientes secciones del desarrollo experimental, resultados y conclusiones, se hace referencia a ellos con la simbología “SIS” y “SEBS”. Por cuestiones de confidencialidad no se especifican los nombres comerciales de los materiales ni el nombre del proveedor.

2.1.1.2 Elastómeros de Poliolefina: Elastómeros termoplásticos semicristalinos.

Son elastómeros de última generación polimerizados con catalizadores de metallocenos y técnicas de adición de comonómeros que permiten obtener estructuras de baja cristalinidad bien controladas con características elásticas.

De los grados comercialmente disponibles se escogieron 4 materiales que difieren entre si por sus características elásticas; de igual forma, por cuestiones de confidencialidad, durante el estudio se hace referencia a ellos como: EP-A, EP-B, EP-C y EP-D, de acuerdo a la información técnica recibida por parte del fabricante, A ofrece el mejor desempeño elástico mientras que D el menor.

2.1.2. Tipo de proceso utilizado.

Dentro de los diversos métodos de fabricación de películas que existen, el proceso de fabricación seleccionado para realizar el trabajo fue el de “Extrusión monohusillo de película plana con rodillo de enfriamiento sin orientación mecánica”, también conocido como extrusión tipo “*cast*”. La Figura 7 muestra un esquema típico de una línea industrial (Hensen 1988), los equipos mas completos consisten regularmente de:

- A. Sistema de alimentadores para el polímero y aditivos como pigmentos (u otro polímero).
- B. Tolva de alimentación al extrusor.
- C. Cañón con husillo.
- D. Filtro o malla.

- E. Dado para película plana.
- F. Rodillo ó rodillos de enfriamiento que reciben y enfrían el material fundido que proviene del dado.
- G. Sistema de inspección de defectos (típicamente agujeros).
- H. Sistema de medición de calibre o peso de la película.
- I. Sistema de tratamiento superficial (para incrementar la energía superficial del material).
- J. Sistema para enrollar ó embobinar la película.

A lo largo de la línea, existen puntos de control de tensión y/o velocidad que tiran ó “jalan” de la película desde la salida del dado hasta el enrollador, de aquí el término “cast” con que normalmente son conocidos estos procesos (extrusión de película “cast”). Estos controles están diseñados para únicamente transportar el material, en ningún momento su intención es dar orientación mecánica a la película; este aspecto es crítico para nuestros propósitos de estudio. La orientación mecánica de las películas se traduce en que las moléculas del polímero se alinean en la dirección en que es aplicada la fuerza de orientación, esta alineación provoca un cambio significativo en las propiedades mecánicas del material. Esta fue la razón principal por la que seleccionó el método de extrusión tipo “cast” (transporte de la película sin orientación mecánica intencional), otros motivos de la selección obedecen a aspectos de productividad, flexibilidad e infraestructura para llevar los resultados obtenidos a nivel laboratorio a un nivel industrial ó de manufactura.

2.1.3. Características del equipo de extrusión utilizado.

- Sistema de alimentación.

Un alimentador volumétrico con control de velocidad manual, independiente al extrusor.

- Extrusor.

Monohusillo de 1 pulgada de diámetro y L/D de 30.

Cuatro zonas de calentamiento a través de resistencia eléctricas y enfriamiento con aire (ventiladores).

- Dado

Ancho de 10 pulgadas, diseñado para película plana con ajuste de perfil de calibre manual a través de tornillos.

- Sistema de enfriamiento y recolección de la película.

Rodillos de enfriamiento primario y secundario con unidad de enfriamiento y calentamiento de agua de 5°C a 40°C.

Sistema de transporte y recolección a través de 3 puntos de control de velocidad.

2.1.4. Condiciones de operación y procedimiento de extrusión.

La Tabla 2.1 muestra las condiciones de operación usadas para la extrusión de las películas.

Tabla 2.1. Condiciones de operación usadas para fabricar las películas.

Variable	Elastómero SIS	Elastómero SEBS	Elastómeros EP-A, EP-B, EP-C, EP-D
Flujo de alimentación (g/min)	90	90	90
Velocidad del Husillo de extrusión (rpm)	80	80	80
Temperaturas de calentamiento en el extrusor y dado:			
Zona 1 (°C)	125	160	160
Zona 2 (°C)	160	180	180
Zona 3 (°C)	180	210	210
Zona 4 (°C)	190	235	235
Brida y adaptador (°C)	190	235	235
Dado (°C)	190	235	235
Temperatura del agua de los rodillos de enfriamiento (°C)	5	5	5
Velocidad de línea, m/min	Variable para obtener un calibre igual en todos los materiales (el calibre de las películas no se especifica por cuestiones de confidencialidad para la compañía).		

En la Figura 2.1 se muestra el diagrama del sistema de extrusión empleado, el procedimiento de operación se describe a continuación:

El elastómero termoplástico se colocó en un alimentador de tipo volumétrico, las revoluciones por minuto del husillo de este alimentador fueron calibradas para cada polímero con el fin de tener en una dosificación constante de 90 g/min en todos los casos. El elastómero fue extrudido en el extrusor monohusillo utilizando las condiciones de operación descritas en la Tabla 2.1, a la salida del dado se obtuvo una cortina ó película de material en estado fundido, la cuál era recibida y enfriada por un sistema de rodillos de enfriamiento (primario y secundario) dentro de los cuales circulaba agua a 5°C de temperatura. La película fue transportada través de rodillos jaladores hasta un sistema de embobinado ó enrollador.

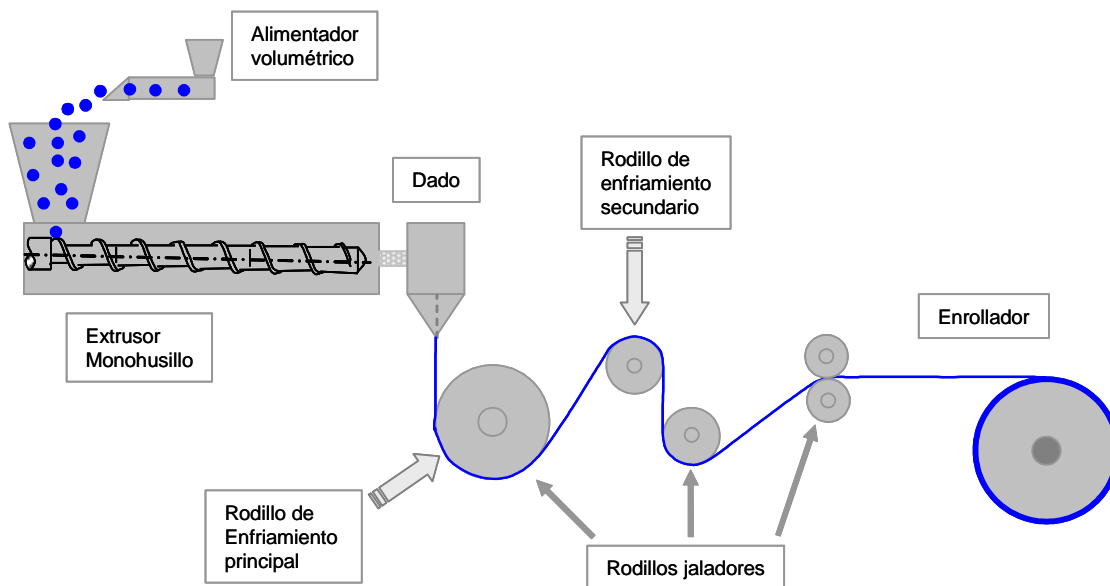


Figura 2.1. Sistema de extrusión monohusillo utilizado.

2.2. RELACIÓN DE PELÍCULAS ELÁSTICAS FABRICADAS.

La fabricación se estructuró en 2 etapas:

Etapa 1:

Se fabricaron las películas de los materiales: SIS, SEBS, EPA, EPB, EPC y EPD, y se identificaron con el mismo nombre de los elastómeros.

Todos estos materiales se caracterizaron con las técnicas de desempeño elástico, tensión y elongación a la ruptura y DMA.

Etapa 2:

Con base en los resultados obtenidos de la etapa 1, se fabricaron dos nuevas películas elásticas utilizando los materiales EP-A y EP-B, buscando tener desempeño similar ó superior a productos que hoy en día se importan de USA y Europa. Además de los elastómeros también se emplearon pigmentos y ayudas de proceso, en ambos casos el elastómero termoplástico estuvo presente en más del 95% en peso de la formulación. Las 2 nuevas películas fabricadas se identificaron como PEX-1 y PEX-2; las películas importadas fueron identificadas como PER-1 y PER-2, de acuerdo a la información de los proveedores estas películas son fabricadas con copolímeros tipo SIS y SEBS respectivamente.

Finalmente, la Tabla 2.2 muestra una relación de las películas fabricadas, su identificación, descripción y tipo de caracterización realizada.

Tabla 2.2. Identificación de películas fabricadas, descripción y caracterización.

Etapa	Identificación de la película	Descripción	Caraterizaciones
1	SIS	Fabricada con elastómero SIS.	- Recuperación Elástica.
1	SEBS	Fabricada con elastómero SEBS.	- Deformación Permanente.
1	EP-A	Fabricada con elastómero EP-A.	- Esfuerzo retenido.
1	EP-B	Fabricada con elastómero EP-B.	- Resistencia a la Tensión y elongación.
1	EP-C	Fabricada con elastómero EP-C.	- Análisis Mecánico Dinámico.
1	EP-D	Fabricada con elastómero EP-D.	

2	PEX-1	Fabricada con EP-A y aditivos.	- Resistencia a la Tensión y Elongación.
2	PEX-2	Fabricada con EP-B y aditivos.	
2	PER-1	Material importado base SIS.	- Histéresis de 3 ciclos.
2	PER-2	Material importado base SEBS.	

2.3. CARACTERIZACIÓN DE LAS PELÍCULAS ELÁSTICAS.

La caracterización de las películas obtenidas se estructuró en 3 diferentes técnicas:

- A. Pruebas de desempeño elástico con base en la norma ASTM D5459.
- B. Pruebas mecánicas de tensión y elongación en el punto de ruptura, basadas en la norma ASTM D882.
- C. Análisis mecánico dinámico de tipo axial (DMA).
- D. Prueba de histéresis de 3 ciclos.

2.3.1. Pruebas de desempeño elástico. ASTM D5459.

Esta norma internacional permite evaluar las siguientes propiedades elásticas en materiales en forma de lámina ó película:

- A. Recuperación elástica.
- B. Deformación permanente.
- C. Esfuerzo retenido.

La metodología consiste en aplicar el esfuerzo necesario al material para provocarle deformaciones específicas por determinado tiempo (50%, 100%, 150% de deformación, por ejemplo); posteriormente se le permite al material que libremente tienda a recuperar su forma ó dimensiones originales. La prueba debe ser realizada en un máquina de ensayos universales, en nuestro estudio utilizamos una máquina INSTRON modelo 5564. Los materiales caracterizados por esta técnica fueron: SIS, SEBS, EP-A, EP-B, EP-C y EP-D.

2.3.1.1. Recuperación elástica.

Esta propiedad nos da la capacidad, en porcentaje, que un material tiene para recuperar sus dimensiones originales después de haber sido sometido a una deformación específica por un tiempo determinado.

Se toma una probeta del material en estudio, se estira a un porcentaje de deformación determinado (50%, por ejemplo) y se mantiene en esa deformación por un tiempo determinado (60 segundos, por ejemplo), finalmente se le permite al material que tienda a regresar a sus dimensiones originales libre de cualquier esfuerzo. La recuperación elástica esta medida en función de las dimensiones finales a las que regresa el material en relación a las dimensiones que tenia antes de ser deformado (se reporta en porcentaje). Un material elástico ideal, debería tener una recuperación elástica del 100%.

Comúnmente este procedimiento se realiza a diferentes niveles de deformación (a mayor deformación, menor es la recuperación elástica). Para nuestro estudio se probaron 5 niveles de deformación en los materiales: 15, 50, 100, 150 y 200% de deformación.

2.3.1.2. Deformación permanente.

Representa lo contrario de la recuperación elástica, un elástico ideal debería tener 0% de deformación permanente. Se reporta en porcentaje y representa el nivel de deformación con que finalmente se queda un material después de haber sido sometido a un proceso de esfuerzo-deformación. Su medición se realiza dentro de la misma metodología de la recuperación elástica:

$$\% \text{ Recuperación Elástica} + \% \text{ Deformación Permanente} = 100\%$$

2.3.1.3. Esfuerzo retenido.

Las aplicaciones de películas y laminados elásticos son muy variadas, muchas de ellas requieren que el material elástico sirva de ajuste ó inmovilización como es el caso de una venda elástica; en este tipo de aplicaciones es critico que el material elástico retenga el

esfuerzo con el cual fue aplicado ó posicionado, de lo contrario se corre el riesgo de que se debilite y falle durante la aplicación ó uso final.

La medición del esfuerzo retenido es precisamente un indicador de que tanta fuerza puede retener el material elástico toda vez que ha sido deformado y forzado a permanecer en esa deformación durante cierto tiempo. Se reporta en porcentaje, su cálculo esta en función de la fuerza necesaria para llevar el material a cierto nivel de deformación respecto de la fuerza que retuvo después de cierto tiempo de relajación a esa nivel de deformación. Un elástico ideal, debería ofrecer un 100% de esfuerzo retenido.

2.3.2. Tensión y elongación en el punto de ruptura.

Este tipo de pruebas se utiliza para determinar la carga ó fuerza y la deformación máxima que un material puede soportar instantes antes de romperse. Al igual que las propiedades elásticas, la técnica se realiza en un equipo de ensayos universales. En nuestro estudio se utilizó la misma máquina INSTRON mod. 5564 y la metodología se basó en la norma internacional ASTM D882, con modificaciones con base a procedimientos internos de la compañía.

Los materiales caracterizados por esta técnica fueron: SIS, SEBS, EP-A, EP-B, EP-D, PEX-1, PEX-2, PER-1 y PE-R2.

2.3.3. Análisis mecánico dinámico de tipo axial (DMA).

Esta es una técnica en la cuál los módulos de almacenamiento y pérdida de un material, bajo una carga oscilatoria, son monitoreados en función del tiempo, temperatura ó frecuencia de oscilación. Es una técnica muy usada para materiales que se usan en procesos de extrusión, entre otras cosas para predecir el comportamiento durante su procesamiento y su desempeño en la aplicación final (Haines, 1995).

En nuestro estudio se realizaron caracterizaciones dinámico mecánicas con el fin de comparar la propiedades viscoelásticas de los elastómeros termoplásticos semicristalinos (materiales de estudio), contra los copolímeros de bloque de estireno y contra materiales que sensorialmente

podemos percibir como elásticos (una liga, por ejemplo) y plásticos rígidos (polietileno y policarbonato, por ejemplo).

Los materiales caracterizados por esta técnica fueron: SIS, SEBS, EP-A, EP-B, EP-C, EP-D, Liga comercial, parafilm, policarbonato, polietileno y PVC flexible (compuesto flexible base PVC). Las muestras de los últimos 5 materiales (liga, parafilm, etc.) se consiguieron de artículos comerciales cotidianos, por ejemplo, el PVC flexible pertenece a una muestra de cinta de aislamiento eléctrico.

2.3.4. Prueba de histéresis de 3 ciclos.

Es una prueba de esfuerzo contra deformación, en materiales elásticos el fenómeno de histéresis se describe de la siguiente forma:

Un material es llevado de un punto inicial sin deformación A, a un punto final B definido por un valor de deformación ó de fuerza en particular. El punto A normalmente es el estado inicial, en donde no se ha aplicado aún esfuerzo alguno y por consiguiente no existe todavía deformación en el material; al someter el material a un esfuerzo este se deforma hasta llegar al punto B, los valores de deformación y fuerza para alcanzar el punto B son definidos por el usuario y están en función de la aplicación final del producto elástico. El fenómeno de histéresis está definido por la curva de descenso que presenta el material (camino B-A) respecto a la curva de ascenso que mostró el mismo material (camino A-B).

La curva de descenso de un material elástico ideal (B-A) debería ser idéntica a su curva de ascenso (A-B), entre mas separadas se encuentren ambas curvas menos elástico es el material en estudio.

Una forma de calcular el valor de histéresis es la siguiente:

Para un valor determinado de deformación, 100% por ejemplo, se obtiene el esfuerzo ó fuerza que presenta el material en su curva de ascenso y a este valor se le resta la fuerza que presenta en su curva de descenso a la misma deformación; para un elástico ideal, esta operación debería reportar un valor de cero -0-.

Para películas y laminados elásticos es común que se realice la prueba de “histéresis de 3 ciclos”; el ciclo 1 representa el primer proceso de estiramiento del material el cuál en muchas ocasiones es realizado por el mismo fabricante de la película, los ciclos posteriores son más representativos del desempeño del material en la aplicación final. Los materiales caracterizados por esta técnica fueron: PEX-1, PEX-2, PER-1 y PER-2.

2.4. FABRICACIÓN DE LOS LAMINADOS ELÁSTICOS.

2.4.1. Materiales utilizados.

Se utilizaron los siguientes materiales:

- A. Elastómero SIS
- B. Elastómero EP-B
- C. Tela no-tejida de polipropileno convencional, identificada como NT-A.
- D. Tela no-tejida de polipropileno especial desarrollada por 3M, identificada como NT-B.

Al igual que en los elastómeros termoplásticos, por cuestiones de confidencialidad no se indica el nombre comercial ni el proveedor de la tela no-tejida convencional identificada como NT-A.

La tela no-tejida de polipropileno identificada como “NT-B” es un desarrollo especial realizado por la compañía 3M México, es resultado de un trabajo de investigación desarrollado en paralelo y como complemento al trabajo de la presente tesis. Los detalles técnicos de este material no se incluyen por razones de confidencialidad y patente internacional en trámite. El motivo de incluir este material en la presente tesis fue el de poder comparar el desempeño de los elastómeros de poliolefina semicristalinos (EP-B) versus los copolímeros de bloque amorfos (SIS) en laminados elásticos con telas no-tejidas de polipropileno.

2.4.2. Tipo de proceso utilizado y procedimiento de laminación.

El proceso utilizado aprovecha la temperatura de la película fundida que proviene del dado, y a través de puntos de presión con diseño y valores específicos se lamina a una ó dos películas de tela no-tejida.

En la Figura 2.2 se muestra el diagrama del sistema de extrusión y laminación empleado para fabricar los laminados elásticos; como se aprecia en esta figura, el sistema está basado en el sistema de extrusión de la Figura 2.1 con la adición de dos desenrolladores para poder laminar una ó dos películas de tela no-tejida a la película elástica y, por supuesto, la estación ó método de laminación. En este momento no es posible dar detalles más específicos del sistema de laminación por razones de confidencialidad y patente internacional en trámite.

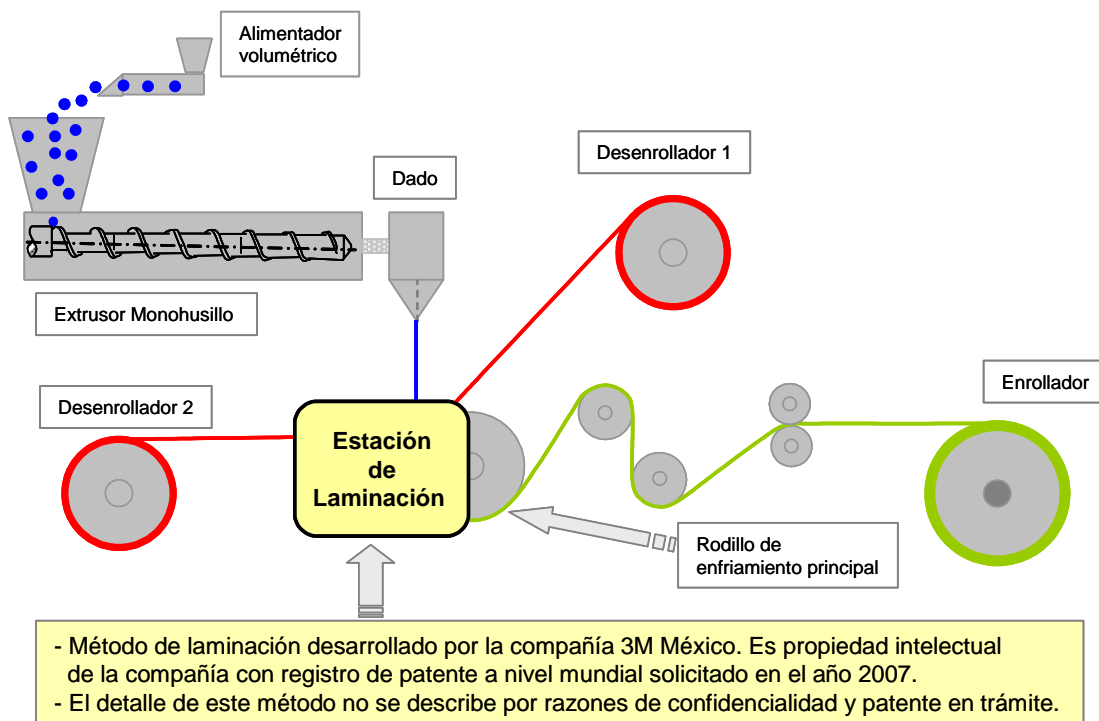


Figura 2.2. Sistema de laminación utilizado.

2.5. RELACIÓN DE LAMINADOS ELÁSTICOS FABRICADOS.

La fabricación se estructuró en 3 etapas:

Etapa 1:

Se fabricaron laminados elásticos con una sola cara de tela no-tejida, con el fin de estudiar el desempeño de los elastómeros de poliolefina en laminaciones con materiales no-tejidos convencionales y especiales (materiales NT-A y NT-B ya descritos); en todo momento el estudio fue comparativo con los elastómeros de bloque de estireno tipo SIS. La Tabla 2.3 muestra los laminados fabricados.

Para su elaboración se siguió el diagrama mostrado en la Figura 2.2; la tela no-tejida se colocó en el desenrollador número 2, el desenrollador número 1 no se utilizó en esta primera etapa de laminados.

Tabla 2.3. Laminados elaborados con una sola cara de tela no-tejida.

Material utilizado en desenrollador 2	Material utilizado en desenrollador 1	Elastómero SIS	Elastómero EP-B
Tela no-tejida NT-A	No aplica	<i>SIS+NT-A</i>	<i>EP-B+NT-A</i>
Tela no-tejida NT-B	No aplica	<i>SIS+NT-B</i>	<i>EP-B+NT-B</i>

Los códigos *SIS+NT-A*, *SIS+NT-B*, *EP-B+NT-A* y *EP-B+NT-B* representan los laminados obtenidos. Los elastómeros SIS y EP-B fueron extrudidos utilizando las condiciones de operación ya descritas en la Tabla 2.1.

Etapa 2:

En esta etapa se estudió el desempeño de los elastómeros de poliolefina en laminados con 2 caras de tela no-tejida, de forma comparativa a los copolímeros de bloque de estireno tipo SIS. Los laminados con dos caras de tela no-tejida se elaboraron de acuerdo a la Figura 2.2 y a la información contenida en la Tabla 2.4. Se obtuvieron 2 laminados, identificados con los códigos: LE-2T-A y LE-2T-B.

Tabla 2.4. Laminados elaborados con dos caras de tela no-tejida.

Material utilizado en desenrollador 2	Material utilizado en desenrollador 1	Elastómero SIS	Elastómero EP-B
Tela no-tejida NT-B	Tela no-tejida NT-B	<i>NT-B+SIS+NT-B</i>	<i>NT-B+EP-B+NT-B</i>

Etapa 3:

Finalmente, con base en toda la información experimental generada hasta este punto del trabajo, se fabricaron 2 nuevos laminados elásticos buscando tener desempeño similar ó superior a productos que hoy en día se importan de USA y Europa. Estos 2 nuevos laminados fueron identificados como LEX-1 y LEX-2. Los laminados importados de referencia fueron identificados como: LER-1 y LER-2. La Tabla 2.5 muestra una relación de los laminados fabricados, su identificación y tipo de caracterización realizada.

Tabla 2.5. Identificación de los laminados fabricados y caracterización realizada.

Etapa	Identificación del laminado	Caraterizaciones
1	<i>SIS+NT-A</i>	- Resistencia a la Tensión y elongación.
1	<i>SIS+NT-B</i>	
1	<i>EP-B+NT-A</i>	
1	<i>EP-B+NT-B</i>	
2	<i>NT-B+SIS+NT-B</i>	- Resistencia a la Tensión y Elongación.
2	<i>NT-B+EP-B+NT-B</i>	- Histéresis de 3 ciclos.
3	LEX-1	- Histéresis de 3 ciclos.
3	LEX-2	
3	LER-1	
3	LER-2	

2.6. CARACTERIZACIÓN DE LOS LAMINADOS ELÁSTICOS.

La caracterización de los laminados se realizó de acuerdo a lo indicado en la Tabla 2.5, las técnicas empleadas ya fueron descritas en la sección 2.3.