

# UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ingeniería



Producción de filamento de resinas de grado comercial en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

Trabajo de Graduación presentado por Sergio David Polanco Mejía para optar al grado académico de Licenciado en Ingeniería Química Industrial

Guatemala,  
2021



# UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ingeniería



Producción de filamento de resinas de grado comercial en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

Trabajo de Graduación presentado por Sergio David Polanco Mejía para optar al grado académico de Licenciado en Ingeniería Química Industrial

Guatemala,  
2021

Vo. Bo.:

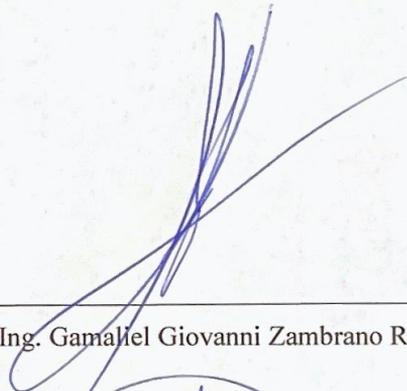
(f)



Ing. Luis Ernesto Núñez González, M. Sc.

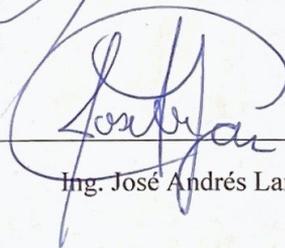
Tribunal Examinador:

(f)



Ing. Gamaliel Giovanni Zambrano Ruano, M. Sc

(f)



Ing. José Andrés Lam Ceballos.

(f)



Ing. Luis Ernesto Núñez González, M. Sc.

Fecha de aprobación: Guatemala , 7 de Diciembre de 2021

## **PREFACIO**

El desarrollo de este trabajo de graduación ha sido posible gracias al apoyo del departamento de Ingeniería Química. Unidad que proporcionó la extrusora de laboratorio, herramientas y material disponible que permitieron alcanzar el objetivo general, producir filamento de resinas de grado comercial.

En primer lugar, agradezco a Dios la oportunidad de haber estudiado en la Universidad del Valle de Guatemala, donde he obtenido los aprendizajes más valiosos y he desarrollado mis cualidades, a través de la carrera Ingeniería Química Industrial y las actividades extracurriculares, como el equipo Taq Balam y las Asociaciones Estudiantiles. En segundo lugar, expreso mi sincero agradecimiento y aprecio al Ingeniero Luis Núñez, asesor de este Trabajo de Graduación, por su excelente dirección, retroalimentación y resolución de dudas en el tema en cuestión. También, agradezco profundamente al Ingeniero Gamaliel Zambrano por el apoyo brindado en el laboratorio de operaciones unitarias, que me abrió las puertas desde el inicio hasta el final de esta investigación.

En el ámbito personal, deseo mencionar a todas aquellas personas que me han apoyado a lo largo de la carrera. En primer lugar, agradezco profundamente a mi madre, Marisol Mejía, y a mis abuelos, Sergio Mejía y Cristina Alburez, quienes han visto de primera mano el esfuerzo, tiempo y dedicación que he impreso en mi carrera y en el trabajo de graduación, y han provisto de todo lo necesario para que yo pudiera cumplir esta meta personal. Además, agradezco a mis tíos, Sergio Mejía Alburez y Carmen Grajeda, y primos, María Fernanda Mejía y Matías Mejía, que me han demostrado todo su cariño desde el inicio. Aunque la vida nos haya distanciado, también agradezco a mi padre, David Polanco. Finalmente, a mis amigos personales, Henry, Vale, Jorge y Kevin quienes me han sabido aconsejar en momentos difíciles. Y a aquellos a quienes conocí en esta Institución, que hemos vivido esta travesía juntos y me han permitido sacar lo mejor de mí; Fortuny, Jenny, José Pablo y Emilio.

A todos, reitero mi profundo agradecimiento.

## CONTENIDO

PREFACIO .....	i
LISTA DE FIGURAS .....	iv
LISTA DE CUADROS .....	viii
LISTA DE ECUACIONES .....	x
RESUMEN .....	xi
ABSTRACT .....	xii
I. INTRODUCCIÓN .....	1
II. ANTECEDENTES .....	3
III. JUSTIFICACIÓN .....	4
IV. OBJETIVOS .....	5
A. Objetivo general .....	5
B. Objetivos específicos .....	5
V. MARCO TEÓRICO .....	6
A. Extrusión .....	6
B. Datos de extrusión .....	9
C. Tornillo, cámara de extrusión y calentadores .....	11
D. Inestabilidades en la mezcla .....	14
E. Sistema de tracción .....	15
F. Aplicación industrial .....	16
G. Polímeros .....	19
H. Manual operativo .....	33
VI. METODOLOGÍA .....	35
A. Instalación de extrusora de laboratorio .....	35
B. Operación .....	36
C. Análisis de características de filamento para un perfil comercial .....	38
D. Calibración del equipo .....	40

E.	Limpieza .....	44
F.	Desarrollar manual de operación .....	45
VII.	RESULTADOS.....	47
A.	Esquematización de instalación .....	47
B.	Calibraciones en el equipo.....	49
C.	Implementación de sistemas auxiliares y producción de filamento con perfil comercial.....	53
D.	Manual de operación de extrusora de laboratorio <i>Dynisco</i> .....	65
VIII.	ANÁLISIS DE RESULTADOS .....	66
IX.	CONCLUSIONES .....	76
X.	RECOMENDACIONES.....	77
XI.	BIBLIOGRAFÍA .....	78
XII.	ANEXOS .....	80
A.	Análisis estadístico de variación de diámetro en filamentos de extrusión.....	80
B.	Referencias ilustrativas de la experimentación del análisis de superficie del filamento. ....	88
C.	Referencias ilustrativas de la experimentación del análisis de transición vítrea del filamento. ....	92
D.	Datos originales para la obtención de resultados.....	113
E.	Datos intermedios para la obtención de resultados.....	123
F.	Cálculos de muestra .....	126
G.	Análisis de error .....	128
H.	Fotografía y cotizaciones .....	131

## LISTA DE FIGURAS

Figura	Página
1. Diagrama de una extrusión común.....	6
2. Flujo idealizado de una extrusión .....	7
3. Diagrama de una prensa extrusión o tipo ram.....	8
4. Diagrama de operación de una extrusora de tornillo sinfín .....	9
5. Dado de plato .....	10
6. Dado de entrada simplificada.....	10
7. Comparación de dados .....	11
8. Secciones en tornillo sinfín de extrusora .....	12
9. Relación de compresión en tornillo sinfín .....	13
10. Tipos de fractura de mezcla .....	15
11. Diagrama de LME marca Dynisco.....	17
12. Mecanismo de reloj comparador.....	17
13. Diagrama de vista de planta de extrusora de laboratorio. ....	18
14. Instrumento de prueba del índice de fusión. ....	29
15. Sistema de tracción de filamento .....	37
16. Bandeja de aluminio con muestras de polietilenos distintos. ....	38
17. Pie de rey marca Stanley utilizado para calibrar reloj indicador .....	41
18. Termómetro infrarrojo marca Digi-Sense utilizado para calibrar sensores y resistencias del rotor y del cabezal. ....	42
19. Calcomanía reflectiva en el rotor. ....	43
20. Tacómetro calibrado marca Extrech utilizado para calibración de rotor. ....	43
21. Bloque desensamblado en calibración de rotor con tacómetro en operación .....	44
22. Esquema de operación de extrusora de laboratorio y equipos auxiliares .....	47
23. Diseño 3D de sistema de tracción de filamento .....	48
24. Parámetros de diseño para sistema de tracción de filamento.....	48
25. Curva de calibración de velocidad en rotor .....	49
26. Curva de calibración de rotor con relación al % de voltaje utilizado .....	50
27. Curva de calibración de temperatura de resistencia en el rotor .....	51
28. Curva de calibración de resistencia en el cabezal / orificio de extrusión .....	52
29. Vista de planta de la implementación de extrusora y sistemas auxiliares. ....	53
30. Vista frontal de implementación de extrusora y sistemas auxiliares. ....	54
31. Vista de perfil de implementación de extrusora y sistemas auxiliares instalados en vista de perfil. ....	54
32. Comparación entre esquema e implementación de extrusora y sistemas auxiliares instalados en vista de planta.....	55

33. Comparación entre esquema e implementación de extrusora y sistemas auxiliares instalados en vista frontal.....	56
34. Comparación entre esquema e implementación de extrusora y sistemas auxiliares instalados en vista de perfil.....	57
35. Comparación entre diseño e implementación de sistema de tracción.....	58
36. Implementación de extrusora con sistemas auxiliares. ....	58
37. Diagrama de caja y bigotes de la variación del diámetro a lo largo del primer filamento de polietileno con hexeno. ....	59
38. Histograma de la variación del diámetro a lo largo del primer filamento de polietileno con hexeno. ....	60
39. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Hexeno 1”.....	63
40. Fotografía de diferentes filamentos a 93 °C.....	64
41. Diagrama de caja y bigotes de la variación del diámetro a lo largo del segundo filamento de polietileno con hexeno .....	80
42. Histograma de la variación del diámetro a lo largo del segundo filamento de polietileno con hexeno .....	81
43. Diagrama de caja y bigotes de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno de baja densidad.....	82
44. Histograma de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno de baja densidad .....	82
45. Diagrama de caja y bigotes de la variación del diámetro a lo largo del filamento de filamento de polietileno fraccional .....	83
46. Histograma de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno fraccional.....	84
47. Diagrama de caja y bigotes de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno de alta densidad.....	85
48. Histograma de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno de alta densidad .....	85
49. Diagrama de caja y bigotes de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno con enable .....	86
50. Histograma de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno con enable .....	87
51. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Alta Densidad”.....	88
52. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Fraccional”. ....	89
53. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Baja Densidad”.....	89
54. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “LLDPE en polvo” .....	90

55. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Antiblock” .....	90
56. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “LLDPE en pellet” .....	91
57. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Baja Densidad” .....	91
58. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Enable” .....	92
59. Fotografía de diferentes filamentos a 97 °C.....	92
60. Fotografía de diferentes filamentos a 102 °C.....	93
61. Fotografía de diferentes filamentos a 107 °C.....	93
62. Fotografía de diferentes filamentos a 113 °C.....	94
63. Fotografía de diferentes filamentos a 118 °C.....	94
64. Fotografía de diferentes filamentos a 123 °C.....	95
65. Fotografía de diferentes filamentos a 128 °C.....	95
66. Fotografía de diferentes filamentos a 133 °C.....	96
67. Fotografía de diferentes filamentos a 138 °C.....	96
68. Fotografía de diferentes filamentos a 143 °C.....	97
69. Fotografía de diferentes filamentos a 149 °C.....	97
70. Fotografía de diferentes filamentos a 153 °C.....	98
71. Fotografía de diferentes filamentos a 158 °C.....	98
72. Fotografía de diferentes filamentos a 163 °C.....	99
73. Fotografía de diferentes filamentos a 167 °C.....	99
74. Fotografía de diferentes filamentos a 173°C.....	100
75. Fotografía de diferentes filamentos a 178 °C.....	100
76. Fotografía de diferentes filamentos a 182 °C.....	101
77. Fotografía de diferentes filamentos a 188 °C.....	101
78. Fotografía de diferentes filamentos a 193 °C.....	102
79. Fotografía de diferentes filamentos a 95 °C.....	102
80. Fotografía de diferentes filamentos a 99°C.....	103
81. Fotografía de diferentes filamentos a 103 °C.....	103
82. Fotografía de diferentes filamentos a 107 °C.....	104
83. Fotografía de diferentes filamentos a 112 °C.....	104
84. Fotografía de diferentes filamentos a 118 °C.....	105
85. Fotografía de diferentes filamentos a 123 °C.....	105
86. Fotografía de diferentes filamentos a 128 °C.....	106
87. Fotografía de diferentes filamentos a 133 °C.....	106
88. Fotografía de diferentes filamentos a 138 °C.....	107
89. Fotografía de diferentes filamentos a 142 °C.....	107
90. Fotografía de diferentes filamentos a 147 °C.....	108
91. Fotografía de diferentes filamentos a 152 °C.....	108

92. Fotografía de diferentes filamentos a 157 °C.....	109
93. Fotografía de diferentes filamentos a 162 °C.....	109
94. Fotografía de diferentes filamentos a 167 °C.....	110
95. Fotografía de diferentes filamentos a 172 °C.....	110
96. Fotografía de diferentes filamentos a 177 °C.....	111
97. Fotografía de diferentes filamentos a 182 °C.....	111
98. Fotografía de diferentes filamentos a 187°C.....	112
99. Fotografía de diferentes filamentos a 192 °C.....	112
100. Código desarrollado en Rstudio para el desarrollo de diagrama de caja y bigotes e histograma. ....	127
101. Estadística descriptiva de datos del diámetro de la muestra hexeno. ....	130
102. Regresión de datos de curva de calibración de resistencia y sensor de temperatura. ....	130
103. Prototipo de sistema de tracción de filamento. ....	131
104. Sistema de tracción automatizado marca Filabot.....	131
105. Cama de aire para sistema de tracción automatizado Marca Filabot.....	132
106. Cotización de dados de distintos orificios de extrusión marca Dynisco.....	132

## LISTA DE CUADROS

Cuadro	Página
1. Grupos estructurales más importantes .....	21
2. Clases de homopolímeros .....	22
3. Clase de polímeros heterocadena .....	24
4. Densidades, medidas arriba de Tg como función de temperatura .....	26
5. Efecto de la viscosidad en las propiedades físicas acorde al decremento del MI.....	30
6. Temperatura de fusión de distintos polímeros .....	30
7. Definiciones de cristalinidad.....	31
8. Tipos de cadena en distintos polímeros .....	32
9. Propiedades viscoelásticas .....	33
10. Muestras utilizadas para extruir. ....	38
11. Muestras utilizadas los distintos análisis de un filamento de perfil comercial .....	40
12. Valores de ecuación de la curva de calibración del rotor .....	49
13. Ecuación de curva de calibración de RPM acorde a % voltaje.....	50
14. Ecuación de curva de calibración de resistencia en rotor .....	51
15. Ecuación de curva de calibración de resistencia en cabezal .....	52
16. Resultados de calibración de reloj indicador .....	53
17. Variación de diámetros de los filamentos en extrusión .....	59
18. Propiedades de primer filamento de polietileno con hexeno .....	60
19. Índice de fluidez experimental de las muestras de polietileno.....	61
20. Densidad de muestras de polietileno.....	62
21. Densidad de muestras de polietileno.....	62
22. Resultados del análisis cualitativo de superficie de los filamentos. ....	63
23. Rango de temperaturas de transición vítrea de los filamentos.....	64
24. Propiedades de segundo filamento de polietileno con hexeno .....	81
25. Propiedades de filamento de polietileno de baja densidad .....	83
26. Propiedades de filamento de polietileno fraccional .....	84
27. Propiedades de filamento de polietileno de alta densidad .....	86
28. Propiedades de filamento de polietileno de enable .....	87
29. Mediciones experimentales del tacómetro acorde a las velocidades nominales.....	113
30. Mediciones experimentales del termómetro infrarrojo acorde a temperaturas nominales del rotor. ....	114
31. Mediciones experimentales del termómetro infrarrojo acorde a temperaturas nominales del cabezal.....	115
32. Mediciones experimentales de distancia para calibración del reloj indicador.....	116
33. Mediciones experimentales de diámetro en los filamentos producidos.....	116
34. Mediciones experimentales de pesos de muestra para determinación de densidad...	118

35. Mediciones experimentales del cambio de volumen en probeta para determinación de densidad. ....	119
36. Mediciones experimentales de pesos de muestra para determinación de índice de fusión. ....	119
37. Mediciones experimentales de longitud y diámetros para distintas muestras de filamento “Enable” para determinación de densidad. ....	120
38. Mediciones experimentales de longitud y diámetros para distintas muestras de filamento “Antiblock” para determinación de densidad. ....	121
39. Mediciones experimentales de longitud y diámetros para distintas muestras de filamento “Alta Densidad” para determinación de densidad. ....	121
40. . Mediciones experimentales de longitud y diámetros para distintas muestras de filamento “Fraccional” para determinación de densidad. ....	122
41. Mediciones experimentales de longitud y diámetros para distintas muestras de filamento “Hexeno” para determinación de densidad. ....	122
42. Promedio experimental de velocidad del tacómetro acorde a las velocidades nominales ....	123
43. Promedio de mediciones experimentales acorde a % de voltaje ....	123
44. Promedio y desviación estándar experimental de mediciones de temperatura del rotor ....	124
45. Promedio y desviación estándar experimental de mediciones de temperatura del cabezal. ....	125
46. Distancia por unidad indicada en calibración del reloj indicador ....	126
47. Volúmenes estimados acorde a cada muestra para análisis de densidad. ....	126

## LISTA DE ECUACIONES

Ecuación	Página
1. Cálculo de presión aplicada para una tasa de corte específica.....	7
2. Determinación de densidad.....	25
3. Determinación de densidad con coeficiente de expansión térmica.....	25
4. Densidad función de presión – Ecuación de Tait.....	27
5. Parámetro B dependiente de temperatura .....	27
6. Capacidad calorífica a presión constante .....	27
7. Capacidad calorífica a volumen constante.....	27
8. Entalpía de mezcla .....	30
9. Propagación de error de suma o resta .....	34
10. Propagación error de multiplicación o división .....	34

## RESUMEN

Este trabajo presenta los resultados de la implementación de la extrusora de laboratorio marca Dynisco para la producción de filamento de resinas de grado comercial. Esto requirió de un proceso de diseño y selección de equipos especializados en la producción de filamentos, que se implementaron en el laboratorio de operaciones unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

Para esquematizar la instalación del equipo y el proceso de extrusión, se identificó la necesidad de un sistema de recirculación de agua, y uno de tracción para el filamento producido. Se obtuvo curvas de calibración para las resistencias, sensores de temperatura, velocidad de rotor y reloj comparado, las cuales presentaron coeficientes de determinación  $R^2$  de 0.9985, 0.9993 y 0.9954 respectivamente. Los equipos auxiliares fueron implementados e instalados, satisfaciendo las necesidades de operación identificadas. Se produjo cinco muestras distintas de polietileno que superaron los cinco metros de largo. De las cuales, tres presentaron perfil comercial con las siguientes características: diámetros de 3.00 mm con una desviación estándar no mayor a  $\pm 0.14$  mm. Estos filamentos, se analizaron de manera cualitativa, determinando que la superficie de todos los filamentos extruidos no presentó piel de tiburón, ni fractura en la mezcla, y mostraron un comportamiento normalizado de acuerdo con el perfil comercial. Por último, se presentó un manual de operación de la extrusora para alcanzar la producción de filamentos comerciales. Este cuenta con información general del equipo, seguridad operacional, componentes del equipo, metodologías de operación, calibración de componentes del equipo, limpieza y mantenimiento.

## ABSTRACT

This investigation presents the results of the implementation of the laboratory extruder *Dynisco*, to produce filaments with a commercial profile. This process required the design and selection of the right complimentary equipment for the operation, that were later implemented at the unit operations laboratory in Universidad del Valle de Guatemala.

A water recirculation system and a puller system were needed for the extrusion process; this was later schematized. The calibrations of the electric resistance of the header and the rotor, and the rotor speed were done, which presented calibration curves with coefficients of determination of 0.9985, 0.9993, and 0.9954 respectively. The auxiliary equipment was implemented; and fulfilled the operating needs. It was possible to produce five different filaments that surpassed the five meters of longitude. Three of these samples presented a commercial profile with the following characteristics of their diameter: a mean of 3.00 mm with a standard deviation not bigger than  $\pm 0.14$  mm. These filaments were also qualitatively analyzed. It was determined that neither sample had sharkskin effect nor melt fracture, that meant a normalized behavior towards the commercial profile. Finally, an operations manual was presented to achieve the production of filaments. That documented was structured by the general information of the extruder, operational safety, components of the equipment, operation methods, calibration techniques, cleaning, and maintenance.

## I. INTRODUCCIÓN

En la actualidad, se cuentan con muchos polímeros para distintos usos, especialmente en la producción de plásticos. Un polímero es una macromolécula compuesta por la unión de una o más moléculas de menor tamaño, llamados monómeros, que se repiten a lo largo de una cadena. Después de la producción estos necesitan ser transportados de una manera sencilla, es por lo que se les da forma de pellets, esferas de alrededor de dos milímetros de diámetro del material que se emplean en la transformación en productos finales.

Dichos pellets son utilizados para el proceso de extrusión en el que se forma un filamento. Esta operación unitaria consiste en calentar el material hasta que fluya. Esto se da a través del uso de resistencias que convierten la energía eléctrica en calor, además por el tornillo sinfín, en el interior de la cámara, se da fricción y roce entre pellets que promueve un aumento de temperatura. Este mecanismo hace que el polímero fluya a través de un dado de forma definida convirtiéndose en un filamento. Este producto cuenta con muchas aplicaciones en el sector clínico, producción de adhesivos, producción de plásticos, industria eléctrica y especialmente en la novedosa industria de la impresión 3D.

La extrusión es una operación unitaria comúnmente utilizada en la industria. Actualmente, con el desarrollo de nuevas resinas amigables al ambiente, es necesario contar con investigación profunda al respecto para determinar las características principales de estas. Los estudios pueden realizarse a nivel laboratorio con el objetivo de tener menor consumo de reactivos, que consecuentemente genera menor cantidad de residuos. Empleando los datos recolectados en estos estudios, se puede proponer escalar a nivel industrial. Además, esta nueva modalidad abre las puertas a nuevas tecnologías y a instalaciones de menor costo con productos de una calidad igual o superior.

La implementación de un equipo cumple con el objetivo de satisfacer la necesidad por la que se adquirió. Esto implica la instalación y correcta operación del dispositivo. Además, esto conlleva consigo la determinación de los parámetros de operación, diseño e instalación de sistemas auxiliares, esquematización del proceso, desarrollo de manual de operación para que cualquier individuo pueda hacer uso de este a través de metodologías específicas. Por lo tanto, una implementación se ve reflejada en un proceso funcional que genera un producto con estándares comerciales.

En este trabajo se encuentra la información necesaria para la implementación de la extrusora de laboratorio “*Dynisico*” que condujo a la producción de filamento con perfil comercial. A través de los apartados del cuerpo como objetivos, metodología, resultados y discusión se visualizan las acciones tomadas para la implementación y su justificación.

Decisiones que se fundamentan con base en el marco teórico, y la prueba y error característica de estos procesos.

## II. ANTECEDENTES

*Dynisco* es la empresa creadora de la extrusora de laboratorio, de la cual se discute la implementación en este trabajo de graduación. Ellos han desarrollado manuales de operación para los nuevos modelos de extrusora. Sin embargo, ya no cuentan con la versión trabajada. Se utilizó un manual reciente como guía para iniciar la operación del equipo (Dynisco, 2016).

Se utilizaron pellets de polietileno de alta densidad y de fibra natural de palma datilera. En este estudio, se comparó el comportamiento de pellets con diferentes concentraciones de fibra de palma datilera. Utilizaron una extrusora de laboratorio *Dynisco* para fundir ambos compuestos y mezclarlos, produciendo un filamento. Sin embargo, utilizaron dos equipos auxiliares. Un productor de listones y una peletizadora. Posteriormente, analizaron la morfología de la superficie de las muestras, las características térmicas de las distintas composiciones, y el comportamiento reológico de la muestra (Chafidz, *et al.*, 2018).

En el análisis de propiedades de las mezclas de polietileno de alta densidad y la fibra natural de la palma datilera, el objetivo principal no giró entorno a la extrusora. Sin embargo, fue de vital importancia para poder mezclar y fundir ambas muestras. Lo que comprueba su aplicación para nuevos materiales sostenibles, desarrollados en laboratorios. Cabe resaltar, que los análisis posteriores se realizaron en conjunto con laboratorios especializados e internacionales (Chafidz, *et al.*, 2018).

La marca *Dynisco* creadora de una extrusora de laboratorio, realizó una investigación para analizar otra función del equipo. Se descubrió su función como una herramienta giratoria para fibrilar la fase de gota, en la extrusión de una mezcla de polipropileno con tereftalato de politrimetileno (PP/PTT). Estudio en el que se trabajaron diámetros de filamento de  $1.9 \pm 0.9 \mu\text{m}$ . Cabe resaltar que utilizaron un dado de 1/8 in, pero con un sistema de tracción que permitió obtener un filamento de diámetro considerablemente menor. Finalmente, a las muestras se les analizó la superficie y sus características viscoelásticas (Hajiraissi, 2019).

### III. JUSTIFICACIÓN

Actualmente, el proceso de extrusión es una operación unitaria muy utilizada industrialmente. Especialmente, en la producción de polímeros. Mundialmente, la producción de plástico sigue siendo vital para el humano promedio. En el 2020, se produjeron 367 millones de toneladas métricas de plástico, donde más del 30% pertenece para el uso de empaques. Cabe resaltar que esta es una industria con un valor \$ 579.75 mil millones, para 2020. Así mismo, la operación de impresión en 3D está creciendo rápidamente, y en algunas industrias incluso está superando a las tecnologías antiguas de producción maquinado de piezas, que se ve reflejado en el pronóstico de alcanzar un valor de \$ 2,552 millones para 2025.

En Guatemala, la impresión 3D todavía es un campo de investigación, siendo la Universidad del Valle de Guatemala una de las instituciones que más apuesta por ella. Además, en la realidad nacional el plástico sigue utilizándose en todos los ámbitos. Incluso materiales amigables al ambiente se obtienen a través de los métodos convencionales, como la extrusión.

La Universidad del Valle de Guatemala posee una nueva extrusora de laboratorio, en el departamento de Ingeniería Química. Dicho equipo no contaba con una guía de operación, ni diseños experimentales o metodologías para el uso correcto, ni con sistemas auxiliares que le permitan producir filamentos de grado comercial. Debido a esto, el trabajo de graduación “Producción de filamento de resinas de grado comercial en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala” presentó una metodología con técnicas de metrología para calibrar el equipo, implementar e instalar equipos auxiliares, esquematizar el sistema y desarrollar un manual de operación para lograr la producción de filamento con perfil comercial.

Poder contar con este equipo funcionando y operando constantemente presenta oportunidades de investigación con nuevos materiales o materia prima desarrollada en la Institución con beneficios para el departamento y el centro de procesos industriales. Atraerá el interés de estudiantes, promoviendo investigación en conjunto con el sector industrial a través de productos que puedan analizarse en el Maker Space, donde se realiza impresión 3D. Además, este mismo puede funcionar como guía para estudiantes con intención de realizar investigación profunda en la extrusión. El equipo de extrusión permite una variedad de análisis como el índice de fluidez, grado de cristalinidad, calidad de extrusión y temperatura de transición vítrea.

## **IV. OBJETIVOS**

### **A. Objetivo general**

- Producir filamento de resinas de grado comercial en el Laboratorio de Operaciones Unitarias en la Universidad del Valle de Guatemala.

### **B. Objetivos específicos**

- Esquematizar la instalación del equipo y el proceso de extrusión a escala laboratorio para identificar las operaciones unitarias necesarias y especificar los equipos auxiliares.
- Calibrar resistencias, sensores de temperatura, velocidad de rotor y reloj comparador con técnicas de metrología, para mantener condiciones de operación.
- Implementar e instalar equipos auxiliares, satisfaciendo las necesidades de operación para la producción de filamento con perfil comercial.
- Desarrollar un manual de operación de la extrusora implementada que permita el manejo de los sistemas propuestos, para alcanzar la producción de filamentos comerciales.

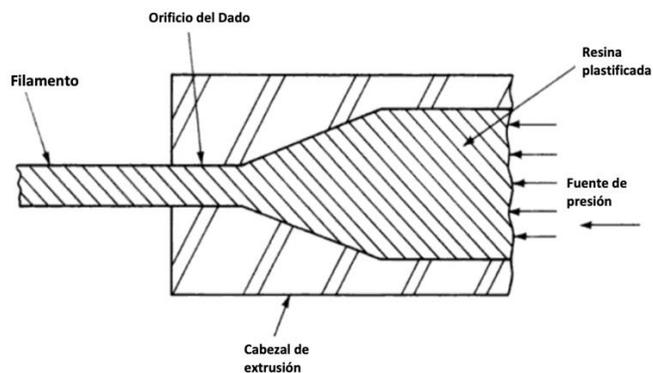
## V. MARCO TEÓRICO

### A. Extrusión

La extrusión de un material es un proceso donde dicho compuesto es forzado a atravesar un orificio con una forma predeterminada. El material se solidifica instantáneamente después de ser extruido. Sin embargo, para trabajar con plásticos se necesita de un calentamiento previo. Estos, al extruirse, deben enfriarse rápido y contar con soporte porque lo más importante es la forma que se produzca. En la Figura 1, se puede observar un diagrama del proceso idealizado (Levy & Carley, 1989).

En plantas de polimerización, los equipos extrusores ya reciben la mezcla derretida solo para presionarla a través de un plato con una gran cantidad de agujeros para producir pellets. Sin embargo, lo más común es que solo se cuenten con los plásticos en forma de pellets o polvo y no como mezcla fundida. Por lo que dichos equipos deben calentar, derretir y homogenizar la mezcla. Es así como aproximadamente el 93% de la energía utilizada es para convertir el plástico de un sólido a temperatura ambiente a una mezcla caliente y viscosa. Mientras que el proceso de empujar el plástico hacia el orificio solo consume entre el 10% o 5% de la energía (Levy & Carley, 1989).

**Figura 1. Diagrama de una extrusión común**

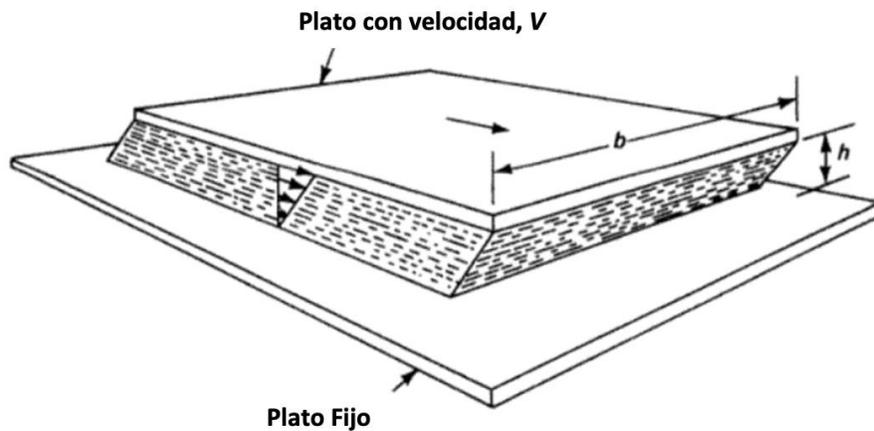


El flujo de la extrusión se puede idealizar de la siguiente manera. En la Figura 2, se pueden observar dos platos distintos, uno estacionario y otro móvil con velocidad  $V$ , siguiendo una dirección  $x$  e impulsado por una fuerza  $F$ . Además, el área del plato móvil se conoce como  $A$ , aplica también para las láminas del flujo paralelas a este. Dado que el flujo es constante y no hay fuerzas desbalanceadas, se asume que la presión actúa de la misma manera para todas las láminas del flujo, representadas como  $F/A$ . El efecto de esta presión y de la velocidad permite cortar el flujo a una razón constante, conocido como tasa de corte,  $V/h$ . Por último, hay un factor importante que es la viscosidad Newtoniana,  $\mu_N$ , indicando que su valor permanece constante a distintas presiones o tasas de corte, pero a temperatura constante (Levy & Carley, 1989).

**Ecuación 1. Cálculo de presión aplicada para una tasa de corte específica**

$$\frac{F}{A} = \frac{\mu_N V}{h}$$

**Figura 2. Flujo idealizado de una extrusión**



(Levy & Carley, 1989).

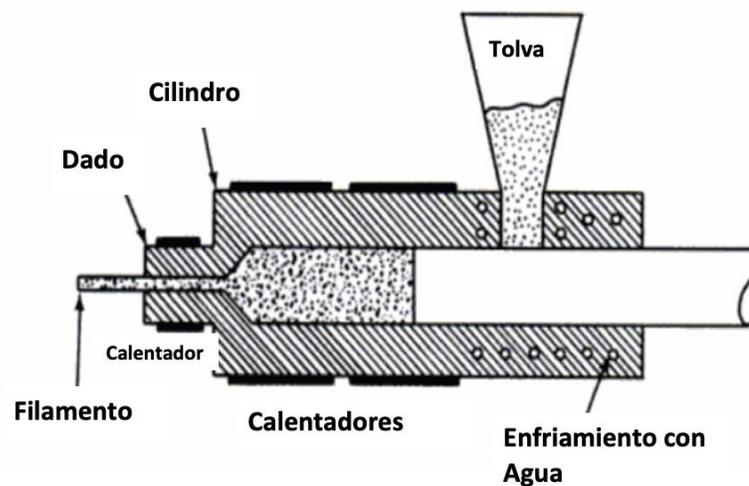
Los plásticos que se trabajan tienen aspectos técnicos que pueden hacer más difícil el control de las condiciones de la operación. Propiedades como la densidad de bulto del polvo o de los pellets tienen una fuerte influencia en el trabajo del tornillo sinfín debido a la fricción que provocan. Por lo tanto, antes de iniciar una gran operación industrial es necesario determinar específicamente los materiales que se emplearán, para diseñar los equipos acordes a ellos. Dado que, si hay problemas en la tolva de alimentación, esto se reflejará en un producto con inconformidades (Levy & Carley, 1989).

Las propiedades térmicas son muy importantes también. Se debe alcanzar la temperatura crítica de trabajo para que este material fluya adentro de la extrusora, y estos

varían acorde al tipo de plástico. Además, la capacidad calorífica es un factor crucial en el consumo de energía eléctrica, ya que de este depende la cantidad de calor que se necesita para alcanzar la temperatura de trabajo. Por último, se debe trabajar cuidadosamente ya que un fluido muy caliente puede hacer que la extrusión no sea la esperada, y una mezcla muy fría puede causar problemas mecánicos y un producto defectuoso (Levy & Carley, 1989).

Existen equipos distintos de extrusión. El más común y utilizado en la industria es de tornillo simple. Sin embargo, otros tipos importantes son la prensa extrusión, Figura 3. Esta se utiliza comúnmente con materiales que no son compatibles con los movimientos del tornillo. Además, esta tiene una entrada de materia prima a temperatura ambiente y conforme lo empuja la prensa, el equipo calienta el material. Es un proceso intermitente, lo que hace más difícil conseguir condiciones constantes y el producto casi nunca es uniforme (Levy & Carley, 1989).

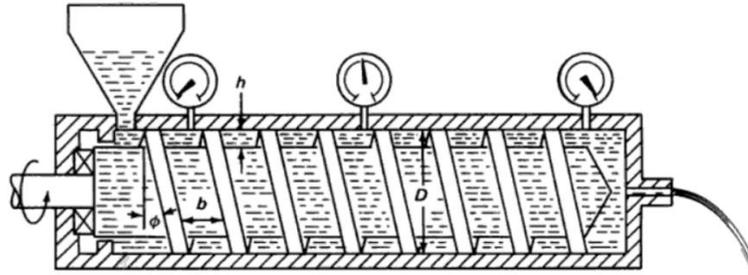
**Figura 3. Diagrama de una prensa extrusión o tipo ram**



(Levy & Carley, 1989).

En cuanto a la extrusora de tornillo, funciona similarmente al flujo idealizado. La presión es ejercida por el tornillo, la carcasa o paredes que encierran el proceso y la velocidad. En este equipo, se reciben los pellets o polvo, es entonces donde el tornillo empieza su acción de compresión y el cilindro empieza el calentamiento para derretir el material. Hay distintas termocuplas en el equipo que verifican que sean distintas temperaturas en los puntos específicos de la extrusora (ver Figura 4). Esta operación permite una mayor estabilidad y un producto más uniforme. Cabe resaltar que, a medida que incrementa la cantidad de pellets se vuelve más difícil controlar la operación (Levy & Carley, 1989).

**Figura 4. Diagrama de operación de una extrusora de tornillo sinfín**



(Levy & Carley, 1989).

Existen extrusoras de doble tornillo. Estas son más utilizadas para productos específicos que presentan altas resistencias a fluir debido a que son equipos capaces de desarrollar presiones muy altas, en la operación. También pueden trabajar al vacío para retirar gases nocivos o reactivos que son producidos por los materiales a trabajar. Otro tipo distinto de equipo es la extrusora de fusión elástica. Este hace uso de una acción de bombeo, pero entrega presiones muy bajas (Levy & Carley, 1989).

En cuanto a la producción de filamento para la impresión 3D, esta inició con filamentos de 3.00 mm. Debido que la industria de soldadura de plástico ya utilizaba material de rellano con el mismo diámetro. Además, los equipos ya contaban con cámaras donde se podía calentar el material y hacerlo cambiar de fase, por lo que fue más económico adaptar dicha tecnología que crear una completamente nueva (Dwamena, 2022). El desarrollo de la impresión 3D hizo más eficientes los equipos y consiguió traer filamentos de otros diámetros como el de 1.75 mm. Este se desarrolló para poder controlar mejor las variables en las impresoras, y poder contar con acabados de mayor precisión. Así mismo, los equipos consumirían menos energía por la reducción en calor aplicado al filamento de menor volumen (Izdebska-Podsiadly, 2022).

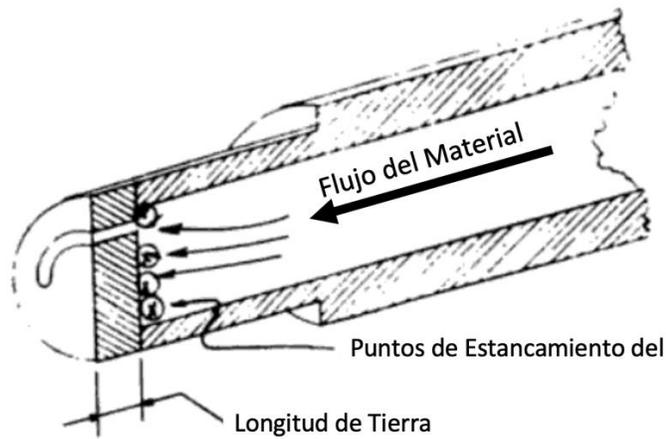
## **B. Datos de extrusión**

Al contar con el plástico ya con la nueva forma, se debe tener un cuidado especial con él. Este debe removerse con cuidado del orificio de la extrusora, esto se realiza a una velocidad constante con equipos específicos acorde al producto esperado. El motivo es porque se desea que mantenga la forma final y que se enfríe sin problemas, ya que algunos de estos equipos incluso sirven como intercambiadores de calor para los plásticos (Levy & Carley, 1989)

Una de las partes más importantes de la extrusión es el dado, ya que este le da la forma al filamento producido. Los dados de perfil y de tubo son de los más comunes, siendo el de tubo el más utilizado. Por otro lado, se manejan perfiles rectangulares, losa gruesa, tipo banda, entre otras formas utilizadas en el maquinado de piezas (Levy & Carley, 1989).

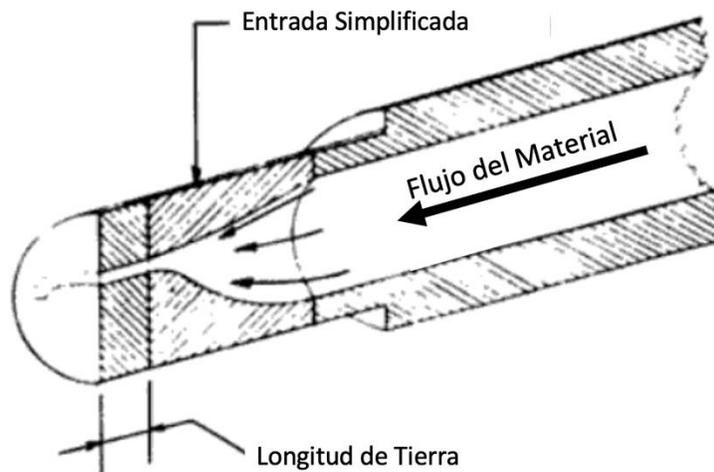
Hay dos principales categorías: dado de plato y dado de entrada simplificada. El primero se observa en la Figura 5, en donde el plato posee la forma del filamento y está ensamblada directamente al extrusor. Es evidente que hay mucho estancamiento, en la región trasera al dado. Este no es un problema para materiales termoestables. Sin embargo, para aquellos materiales sensibles al calor es un gran problema, ya que habrá materia que no circulará y empezará a degradarse; reflejado en un producto no usable. Por otro lado, la Figura 6 muestra el dado de entrada simplificada que cuenta con una zona de transición que hace coincidir el flujo del extrusor al orificio con forma. Se eliminan los puntos de estancamiento (Levy & Carley, 1989).

**Figura 5. Dado de plato**



(Levy & Carley, 1989)

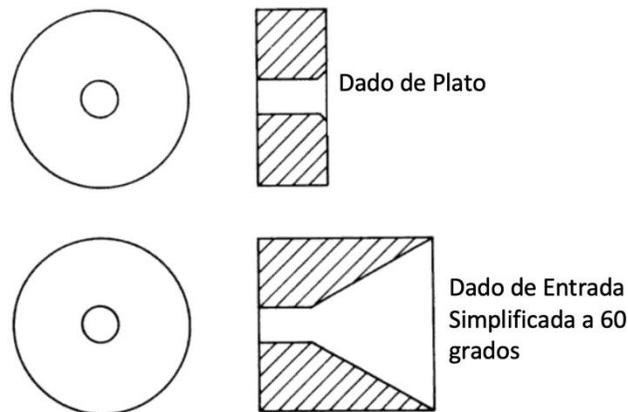
**Figura 6. Dado de entrada simplificada**



(Levy & Carley, 1989)

El filamento de tubo redondo puede ser extruído en cualquiera de los dados anteriores. Sin embargo, se prefiere utilizar los de entrada simplificada con una entrada cónica, como en la Figura 7. Usualmente, los ángulos más pronunciados son para materiales más sensibles como el PVC o resinas acrílicas. Mientras que los ángulos más bajos son para materiales como el polietileno. El flujo en esta extrusión es unidimensional, es decir, que el perfil de velocidad desde el centro hasta la pared es el mismo en todas las direcciones. Esto permite ser caracterizado por la derivada respecto a una coordenada. La circunferencia simétrica de la forma de tubo hace que sea una de las formas más fáciles de extruir (Levy & Carley, 1989).

**Figura 7. Comparación de dados**



(Levy & Carley, 1989)

### **C. Tornillo, cámara de extrusión y calentadores**

Los tornillos son los encargados de mover y mezclar el material, mientras se caliente, funde y homogeniza, en ese orden. Los calentadores de la cámara de extrusión ayudan a calentar y a fundir el polímero, mientras que el controlador regula la temperatura para que no se sobre caliente, ni se degrade. Asimismo, el tornillo sinfín junto con la cámara de extrusión hacen que la presión se incremente para que el polímero fluya a través del dado (Wagner, Mount, & Giles, 2014).

Usualmente, las cámaras de extrusión cuentan con termocuplas en cada zona de control de temperatura. De igual manera, los calentadores cubren cuanto área sea práctica para minimizar los puntos calientes y fríos. Además, en una extrusora individual puede haber hasta tres bandas calentadores con una termocupla de control. Si la más cercana a la termocupla se arruina, las otras dos deberán suplir la energía extra requerida. Esto provoca un área más caliente cerca de las bandas que sí funcionan. Si la banda más lejana del sensor se quema, la cámara tendrá un área más fría que en donde sí funcionan correctamente. Esto

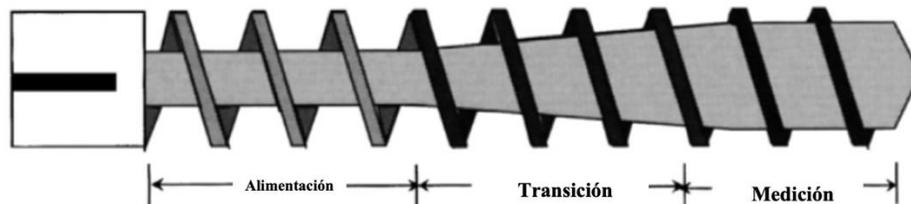
se debe corregir prontamente para contar con una entrada de calor uniforme (Wagner, Mount, & Giles, 2014).

Los calentadores de las cámaras de extrusión son hechos usualmente de aluminio fundido con pequeñas aletas para ser enfriadas por el aire, o bien con tubería interna para enfriar con agua. Los calentadores deberían cubrir la mayor área posible y estar sujetos firmemente para evitar puntos calientes y proveer un calentamiento uniforme. Las extrusoras más grandes utilizan calentadores fundidos, mientras que las pequeñas utilizan bandas (Wagner, Mount, & Giles, 2014).

El agua es un agente refrigerante eficiente, sin embargo, requiere un sistema de recirculación que es propenso a problemas de mantenimiento. Las líneas de agua pueden ensuciarse y taparse, por lo que válvulas solenoides deben recibir mantenimientos preventivos para mantener una operación constante. El agua tiene la ventaja de no regresar aire caliente de vuelta al área donde se da la extrusión. Si un sistema de recirculación de agua tiene un mantenimiento correcto, es muy eficiente y trabaja muy bien (Wagner, Mount, & Giles, 2014).

Una extrusora de un tornillo sinfín, usualmente solo tiene tres secciones, figura 8. La sección de alimentaciones tiene vuelos profundos para transportar pellets o polvo hacia la sección de transición. En la siguiente sección, se cambian de vuelos profundos de pellets sin fundir a vuelos poco profundos que contienen la mezcla fundida. La resina se comprime y se funde entre la sección de alimentación y la de medición. La última, tiene la parte menos profunda y puede proveer de la presión necesaria para hacer fluir la mezcla hacia el dado (Wagner, Mount, & Giles, 2014).

**Figura 8. Secciones en tornillo sinfín de extrusora**

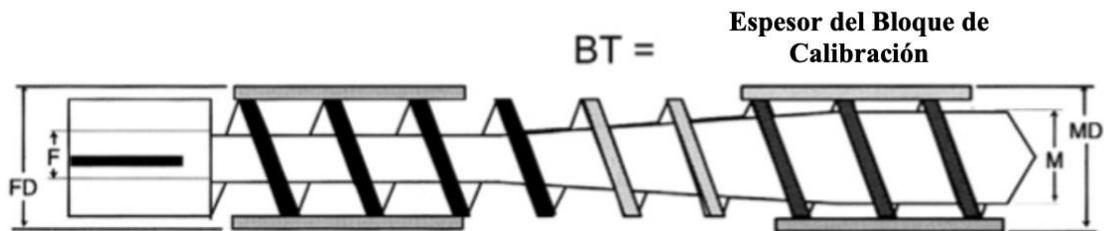


(Wagner, Mount, & Giles, 2014)

La relación de compresión del tornillo es crítica en el procesamiento de distintos polímeros. Lo ideal sería tener una extrusora que procesara todo tipo de polímero, sin embargo, esto está alejado de la realidad. Esto se debe a que cada material presenta distintas propiedades viscoelásticas. Algunos trabajan mejor con una relación de compresión 2.5:1, otros con 3.5:1 o 4:1. Por esta razón es importante medir la relación de compresión. En la Figura 9 se observa como se realizan las mediciones.  $F$  representa el diámetro del eje en la zona de alimentación, mientras que  $M$  es el diámetro del eje en la zona de medición.  $FD$  es el diámetro externo del tornillo sinfín incluyendo el bloque de calibración, en la zona de alimentación.  $MD$  es igual al  $FD$ , pero en la zona de medición. Si el espesor del bloque de

calibración es igual en ambas zonas, entonces  $FD$  y  $MD$  son equivalentes (Wagner, Mount, & Giles, 2014).

**Figura 9. Relación de compresión en tornillo sinfín**



**Relación de Compresión = Profundidad Zona de Alimentación / Profundidad Zona de Medición**

**Profundidad Zona de Alimentación =  $(FD - 2BT) - F$**

**Profundidad Zona de Medición =  $(MD - 2BT) - M$**

**Relación de Compresión =  $[(FD - 2BT) - F] / [(MD - 2BT) - M]$**

(Wagner, Mount, & Giles, 2014)

Por lo tanto, antes de adquirir un nuevo tornillo sinfín se requieren las siguientes especificaciones.

- Polímero
- Rendimiento requerido
- Diámetro del tornillo
- Proveedor del extrusor
- Relación de compresión
- Profundidad en zona de alimentación y de medición
- Vuelos en zona de alimentación
- Vuelo en zona de transición
- Vuelo en zona de medición
- Tipo de enfriamiento

(Wagner, Mount, & Giles, 2014)

Las propiedades de fricción entre partículas individuales en la alimentación de la tolva, o en el movimiento en el interior de la cámara de extrusión pueden determinar las características de alimentación y la eficiencia de los materiales en la extrusión. Existen dos tipos de de fricción en el área de alimentación:

- Fricción interna entre las partículas individuales del polímero, ingredientes de formulación, y entre ellos.
- Fricción externa entre los componentes de la formulación y la superficie metálica de la tolva, o de la cámara de extrusión.

(Wagner, Mount, & Giles, 2014)

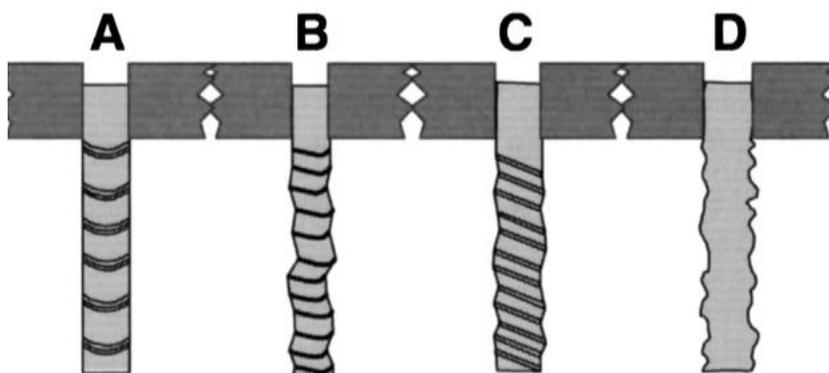
Las buenas características de alimentación en la tolva requieren de fricción baja tanto interna, como externamente. Una baja fricción interna permite que los componentes de la formulación fluyan libremente entre ellos, en el interior de la extrusora. Mientras que una baja fricción externa, permite que fluyan libremente al estar en contacto con las paredes metálicas. Por otro lado, en la zona de alimentación en el tornillo sinfín es deseable una fricción interna alta para que el material se mantenga unido y pueda moverse fácilmente (Wagner, Mount, & Giles, 2014).

## **D. Inestabilidades en la mezcla**

Algunas inestabilidades de la mezcla incluyen la piel de tiburón y la fractura de la mezcla. La piel de tiburón hace referencia a una superficie del filamento con ondas repetitivas o con una distorsión regular que es perpendicular a la dirección de la extrusión. Una piel de tiburón menos severa presenta una superficie mate, en donde se espera una superficie suave y brillante. Esto se da principalmente en el dado de extrusión debido a la rápida aceleración de las capas de la superficie, mientras este sale. En instancias más severas, el área se puede fracturar. La piel de tiburón es dependiente de la temperatura de fusión y la velocidad de extrusión. Las acciones correctivas son incrementar la temperatura en el dado, reducir la velocidad de extrusión, o utilizar un lubricante externo (Wagner, Mount, & Giles, 2014).

La fractura de mezcla se define como una extrusión altamente distorsionada debido a fluctuaciones en la presión de la extrusión. No es un fenómeno de la superficie como la piel de tiburón, sino que es completamente a través del extruido. La superficie puede mantenerse suave y brillante, pero el filamento está completamente distorsionado. En la Figura 10, se observan distintos tipos de fractura de mezcla. La fractura *A* es llamada en espiral, *B* tipo bambú, *C* ondulación regular y *D* fractura aleatoria (Wagner, Mount, & Giles, 2014).

**Figura 10. Tipos de fractura de mezcla**



(Wagner, Mount, & Giles, 2014)

A pesar de que la fractura de la mezcla, al igual que la piel de tiburón, se produzca en el dado de extrusión, se entiende que las razones varían específicamente acorde al tipo de polímero trabajado. Sin embargo, si hay un esfuerzo cortante crítico es muy probable que ocurre fractura en la mezcla. Las acciones correctivas son alinear el filamento del dado, reducir la velocidad de extrusión, reducir la viscosidad de la mezcla, incrementar el diámetro del dado, aumentar la temperatura de trabajo y añadir un lubricante externo (Wagner, Mount, & Giles, 2014).

En la extrusión de polietileno, se toma en cuenta sus principales características. Este polímero no es higroscópico, por lo que no se humedece. Típicamente, no requiere de secado posterior a la extrusión. A menos que la materia prima se haya expuesto directamente a agua o lluvia (Wagner, Mount, & Giles, 2014).

## **E. Sistema de tracción**

El sistema de tracción o “puller” es un equipo que controla el ritmo de extrusión y la tensión del material, a través de un proceso de enfriamiento y solidificación. Las dimensiones del producto final son controladas por la tasa de extrusión y por la velocidad del sistema de tracción. Cabe resaltar que con un dado de extrusión con diámetro fijo y una velocidad de extrusión dada, solo existe una velocidad correcta para que el sistema de tracción produzca las dimensiones correctas. Consecuentemente, la velocidad debe coincidir con la tasa de producción. Si ocurren variaciones periódicas en el sistema de tracción o en la extrusora, las dimensiones del producto estarán en constante cambio (Wagner, Mount, & Giles, 2014).

La presión ejercida por el sistema de tracción debe ser lo suficientemente alta para que el producto no se deslice, pero lo suficientemente baja para evitar que este se distorsione o que tenga marcas en la superficie del producto. Una presión extrema del sistema de tracción puede aplastar el filamento. Este sistema puede estar a distancias largas, pero debe estar correctamente alineado con el extrusor para prevenir que el filamento tome otra dirección (Wagner, Mount, & Giles, 2014).

## F. Aplicación industrial

En la industria, la extrusión se puede utilizar de muchas maneras. Una de ellas es para hacer cubiertas de alambres. Esto es para aislamiento eléctrico y principalmente de protección para los cables. Este es forzado a tomar esa forma redonda por la presión del equipo. Por otro lado, está la extrusión por hoja, una operación más sensible y que utiliza principalmente UPVC, ABS o poliestireno. Otra forma importante es la de filamento o fibras, proceso que usualmente utiliza agua a contracorriente para enfriar el producto. Por último, existen otras opciones menos comunes como películas delgadas, mallas, películas tubulares (Stevens & Covas, 1995).

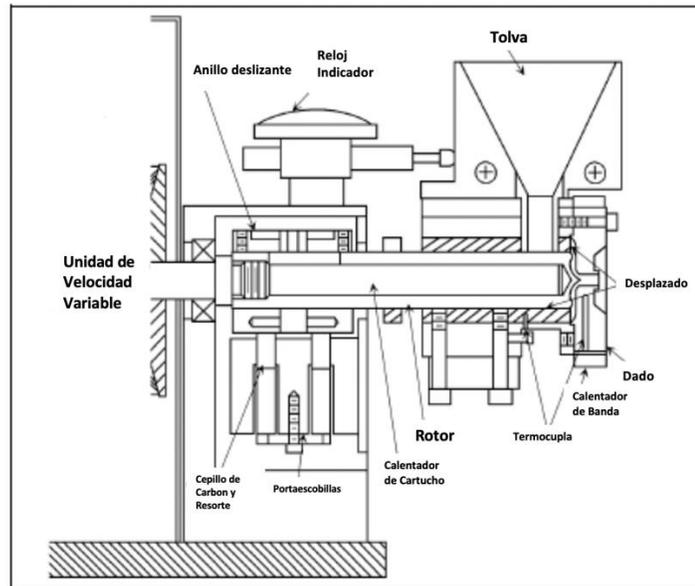
La extrusión de polietileno de baja densidad es similar al proceso común. Los equipos más importantes para un sistema así son tolva, tornillo sinfín, calentadores, cilindro y sistema de control. El material debe ingresar en la tolva de alimentación y sufre los cambios de temperatura para derretirse. Sin embargo, no existe solo un tipo específico para esto. Además, así es como se manejan las extrusiones a nivel laboratorio. Los proveedores desarrollan distintos tipos de resinas acorde a las necesidades de los clientes (Goh, Aswathi, Sabu, & De Silva, 2020).

Los análisis de laboratorio son una parte fundamental para poder realizar el trabajo a gran escala. En teoría, las prácticas y condiciones de operación deben ser iguales. Sin embargo, hay condiciones que no se pueden analizar en el laboratorio. Por lo que se aconseja acompañar las experimentaciones con métodos algebraicos más precisos, o con una simulación avanzada. Esto permitirá obtener datos más realistas para la producción a gran escala (Stevens & Covas, 1995).

Un equipo comúnmente usado para la extrusión en laboratorios es el *Dynisco* Laboratory Mixing Extruder. Mintz indica que la ha utilizado en la preparación de un polímero que es una combinación de PCL y óxido de polietileno. Eso con el fin de evaluar las propiedades físicas de dicho producto para evaluar su implementación a nivel industrial (Mintz, James, & Cooper, 2013).

La extrusora *Dynisco* Laboratory Mixing Extruder es una herramienta de laboratorio que está diseñada para evaluar la procesabilidad de ciertos plásticos. Además, esta puede evaluar plásticos en polvo o pellets. Dicho equipo cuenta con un cabezal móvil que permite ajustar la mezcla de manera constante, rotor, resistencia para aumentar temperatura y un reloj comparador para medir el espacio entre el cabezal y el rotor. Esta herramienta necesita de condiciones estables de operación, humedad y temperaturas constantes. Es capaz de producir cintas, hileras, tubo, revestimiento de alambres entre otros tipos de extrusiones (Dynisco, 2016).

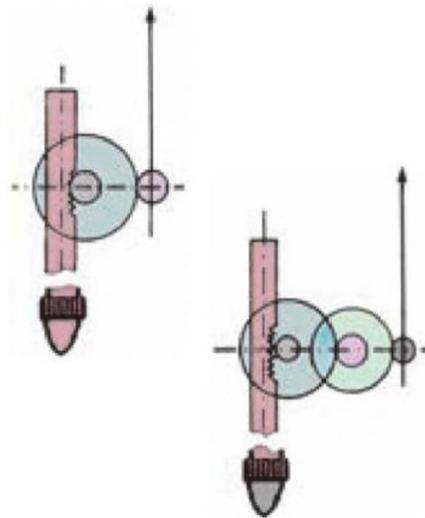
**Figura 11. Diagrama de LME marca Dynisco**



(Dynisco, 2016)

Un reloj indicador es un instrumento de alta precisión para medir el desplazamiento axial entre dos puntos. Esta es una medición indirecta ya que mide la desviación o el movimiento del husillo. Su mecanismo de funcionamiento se basa en engranajes y palancas que se encuentran en el interior del instrumento con forma circular, se puede observar en la Figura 12. En el interior, se encuentra el eje que se mueve acorde a la punta esférica del husillo. El movimiento es el que permite el movimiento de la aguja del reloj (Morales, Águeda, & García, 2011).

**Figura 12. Mecanismo de reloj comparador**

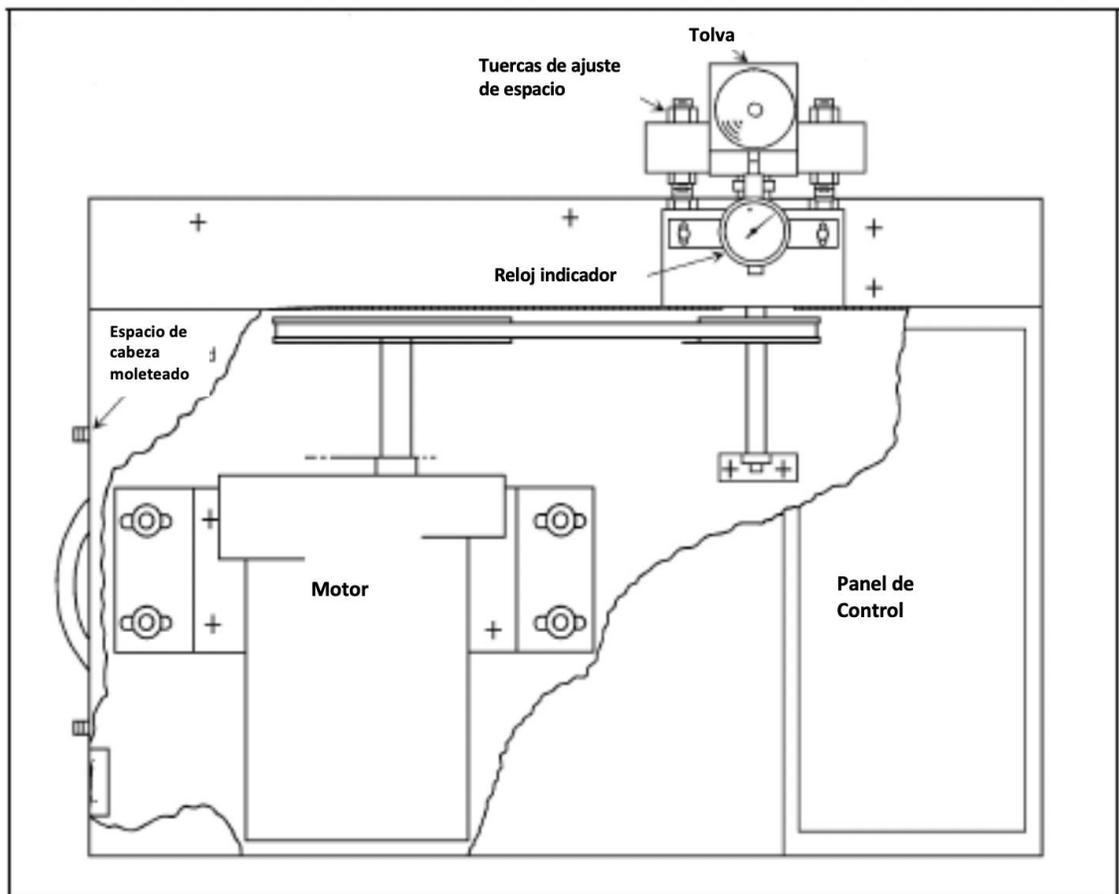


(Morales, Águeda, & García, 2011).

El reloj de uso más común es el que tiene una medición mínima de 0.01 mm. Esto se refleja en el reloj, en 100 divisiones y cada una es capaz de medir 0.01mm, por lo que una vuelta consiste en una medida de 1 mm. En el sistema inglés, el reloj más común es de 0.001 in. Algunos relojes traen consigo cuentavuelvas para no depender del humano. Para obtener una mejor precisión estos instrumentos deben estar acompañados del tipo de soporte adecuado. Existen los siguientes tipos: soporte fijado mediante tornillos y tienen usos específicos, los magnéticos utilizados para medir alturas, y soportes manuales para comparación de interiores (Morales, Águeda, & García, 2011).

En el caso de la extrusora de laboratorio “Dynisco”, se emplea un reloj comparador de apreciación de 0.001 in, con un soporte fijado mediante tornillos. En este caso, es el reloj el que se mantiene fijo, mientras que el cabezal junto con la tolva son los que se ajustan con las tuercas correspondientes como se observa en la Figura 13. El objetivo del diseño es poder mantener un desplazamiento axial de 0.020 in para una extrusión correcta. Si se desea una mayor mezcla intensiva se debe reducir el desplazamiento. O bien, si se desea una mayor producción de filamento se debe aumentar la distancia (Dynisco, 2016).

**Figura 13. Diagrama de vista de planta de extrusora de laboratorio.**



(Dynisco, 2016)

## G. Polímeros

Los polímeros son macromoléculas compuestas por la unión de una o más moléculas de menor tamaño, y estas se repiten a lo largo de una cadena. Esta unidad se llama monómero, y se transforma en un polímero gracias a la polimerización.

Las propiedades de los polímeros usualmente se determinan por dos métodos distintos. La primera es correlacionar las propiedades de polímeros conocidos con su estructura química. De esta manera se establecen relaciones propiedades-estructura. La segunda manera es proponiendo métodos de estimación o predicción de las propiedades más importantes de los polímeros, en estado líquido, gaseoso o sólido; cuando no hay información experimental al respecto (Van Krevelen, 2003).

Las estimaciones de las propiedades se dividen en tres grandes grupos. La que es empírica puramente, sin embargo, al extrapolar valores no se obtienen datos confiables. Le sigue la forma teórica que tiene el problema de la practicidad o lo adecuadas que son para los distintos casos. Por último, está la combinación de ambas que es en parte empírica pero bien fundamentada teóricamente. Usualmente estas son las más usadas y las más confiables (Van Krevelen, 2003).

Los polímeros o macromoléculas sintéticas tienen una estructura simple ya que están constituidas por unidades constitucionalmente idénticas. Si los polímeros solo tienen un tipo de unidad básica, entonces se llaman homopolímeros. Sin embargo, si tiene dos o más tipos de unidades básicas se llama un copolímero (Van Krevelen, 2003).

En esencia los polímeros solo tienen dos características fundamentales: la estructura química (CS) y el patrón de distribución de su masa molecular (MMD). La primera se compone de la naturaleza de sus unidades repetidoras, la naturaleza de sus grupos finales, la composición de las posibles ramificaciones y enlaces cruzados, y la naturaleza de los defectos en la secuencia estructural. Por otro lado, la MMD provee información acerca del peso molecular promedio y describe lo regular que es el tamaño molecular; este es susceptible al método de polimerización que se emplee (Van Krevelen, 2003).

Por lo tanto, el CS y la MMD son las que determinan todas las propiedades del polímero. Directamente, determina las fuerzas de cohesión (fuerza que mantiene unidas las moléculas), densidad de empaquetamiento, movilidad molecular y posiblemente el grado de cristalinidad. Indirectamente, controlan la morfología y el fenómeno de relajación (Van Krevelen, 2003).

En el arreglo geométrico de los átomos en una cadena se pueden discernir entre dos categorías:

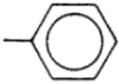
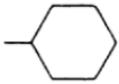
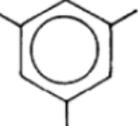
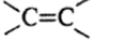
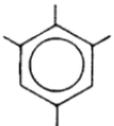
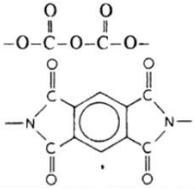
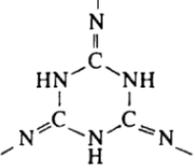
- a) Los arreglos se pueden dar por enlaces químicos, conocidos como configuraciones. Estas no pueden ser cambiadas a menos que los enlaces se rompan o se reformen

- b) Arreglos que se dan por la rotación de enlaces simples, conocidos como conformaciones. En las soluciones diluidas, las moléculas están en constante movimiento y asumen distintas conformaciones.

(Van Krevelen, 2003).

Cada molécula de un polímero consta de un esqueleto, que puede ser lineal o con muchas ramificaciones, y con átomos periféricos o grupos de átomos. Además, estos cuentan con grupos finales que no se encuentran en la repetitividad de la estructura. Tienen un efecto en las propiedades químicas, sin embargo, su efecto en las propiedades físicas es muy bajo. Por lo tanto, cualquier polímero puede ser considerado una suma de grupos estructurales (Van Krevelen, 2003).

**Cuadro 1. Grupos estructurales más importantes**

Grupos	Monovalente	Bivalente	Trivalente	Tetravalente
Grupos hidrocarburos	$-\text{CH}_3$ $-\text{CH}=\text{CH}_2$  	$-\text{CH}_2-$ $-\text{CH}=\text{CH}-$      	 $-\text{CH}=\text{C}$ 	   
Grupos No-hidrocarburos	$-\text{OH}$ $-\text{SH}$ $-\text{NH}_2$ $-\text{F}$ $-\text{Cl}$ $-\text{Br}$ $-\text{I}$ $-\text{C}\equiv\text{N}$	$-\text{O}-$ $-\text{S}-$ $-\text{NH}-$ $\text{O}$ $\parallel$ $-\text{C}-$ $\text{O}$ $\parallel$ $-\text{S}-$ $\text{O}$		
Grupos compuestos	$-\text{COOH}$ $-\text{CONH}_2$	$\text{O}$ $\parallel$ $-\text{O}-\text{C}-$ $\text{O}$ $\parallel$ $-\text{NH}-\text{C}-$ $\text{O}$ $\parallel$ $-\text{O}-\text{C}-\text{O}-$ $\text{O}$ $\parallel$ $-\text{O}-\text{C}-\text{NH}-$ $\text{O}$ $\parallel$ $-\text{NH}-\text{C}-\text{NH}-$ $\text{O}$ $\text{O}$ $\parallel$ $\parallel$ $-\text{C}-\text{O}-\text{C}-$ $\text{O}$ $\text{O}$ $\parallel$ $\parallel$ $-\text{O}-\text{C}-\text{O}-\text{C}-\text{O}-$ 		

(Van Krevelen, 2003)

Por otro lado, las cadenas de polímeros lineales se pueden distinguir en dos clases distintas:

1. Homopolímeros que contienen únicamente átomos de carbono en su estructura principal. Estos son usualmente preparados por adición o polimerización de reacción en cadena.
2. Heteropolímeros que pueden tener otro tipo de átomos en su estructura principal. Usualmente preparados por condensación o polimerización de un paso de reacción.

**Cuadro 2. Clases de homopolímeros**  $\left[ R' \equiv (CH_2)_n - B \text{ con } B \equiv \begin{cases} -CH_3 \\ -CH(CH_3)_2 \\ -C(CH_3)_3 \end{cases} \right]$

Familia de polímeros	Unidad básica	Unidad básica $\alpha$ -sustituidas	Derivados de unidades básicas	Derivados de unidades básicas $\alpha$ -sustituidas
Poliiolefinas	Polietileno $-CH_2-CH_2-$	Polipropileno $\begin{array}{c} CH_3 \\   \\ -CH-CH_2- \end{array}$	$\begin{array}{c} -CH-CH_2- \\   \\ R' \end{array}$	$\begin{array}{c} CH_3 \\   \\ -C-CH_2- \\   \\ R' \end{array}$
Poliesterino	$\begin{array}{c} -CH-CH_2- \\   \\ \text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$	$\begin{array}{c} CH_3 \\   \\ -C-CH_2- \\   \\ \text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$	$\begin{array}{c} -CH-CH_2- \\   \\ \text{C}_6\text{H}_5 \\   \\ R' \end{array}$	$\begin{array}{c} CH_3 \\   \\ -C-CH_2- \\   \\ \text{C}_6\text{H}_5 \\   \\ R' \end{array}$
Polivinilo	Alcohol Polivinílico $\begin{array}{c} -CH-CH_2- \\   \\ OH \end{array}$		Éter polivinílico $\begin{array}{c} -CH-CH_2- \\   \\ O \\   \\ R' \end{array}$ Éster polivinílico $\begin{array}{c} -CH-CH_2- \\   \\ O \\   \\ C=O \\   \\ R' \end{array}$	

(Van Krevelen, 2003)

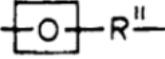
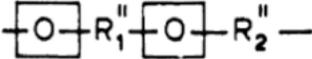
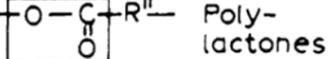
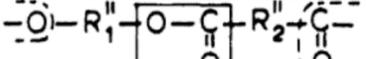
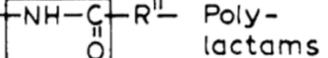
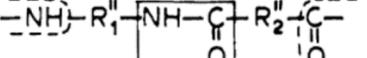
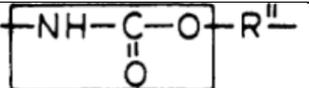
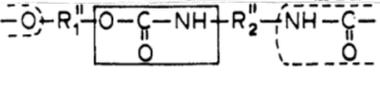
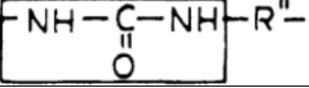
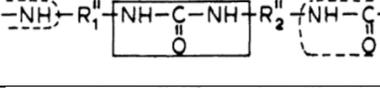
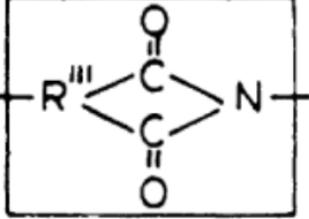
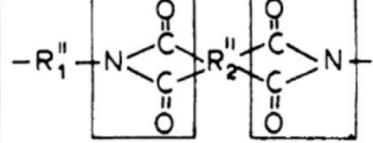
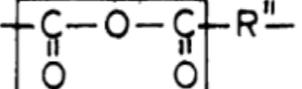
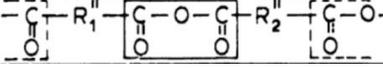
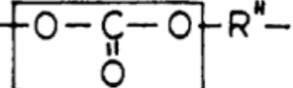
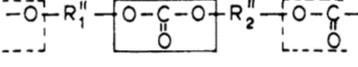
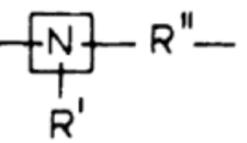
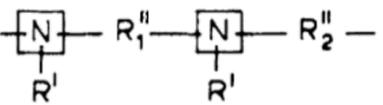
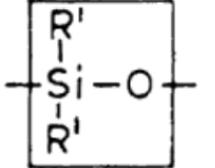
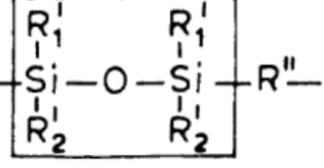
**Cuadro 2. (Continuación)**

Familia de polímeros	Unidad básica	Unidad básica $\alpha$ -sustituidas	Derivados de unidades básicas	Derivados de unidades básicas $\alpha$ -sustituidas
Poliacrílicos	<p>Ácido poliacrílico<sup>1</sup></p> $\begin{array}{c} -\text{CH}-\text{CH}_2- \\   \\ \text{COOH} \end{array}$ <p>Poliacrilamida</p> $\begin{array}{c} -\text{CH}-\text{CH}_2- \\   \\ \text{C}=\text{O} \\   \\ \text{NH}_2 \end{array}$	<p>Ácido polimetacrílico<sup>1</sup></p> $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ -\text{C}-\text{CH}_2- \\   \\ \text{COOH} \end{array}$ <p>Polimetacrilimida</p> $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ -\text{C}-\text{CH}_2- \\   \\ \text{C}=\text{O} \\   \\ \text{NH}_2 \end{array}$	<p>Poliacrilatos</p> $\begin{array}{c} -\text{CH}-\text{CH}_2- \\   \\ \text{C}=\text{O} \\   \\ \text{OR}' \end{array}$ <p>Poliacrilamidas</p> $\begin{array}{c} -\text{CH}-\text{CH}_2- \\   \\ \text{C}=\text{O} \\   \\ \text{NHR}' \end{array}$	<p>Polimetacrilato</p> $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ -\text{C}-\text{CH}_2- \\   \\ \text{C}=\text{O} \\   \\ \text{OR}' \end{array}$ <p>Polimetacrilimid as</p> $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ -\text{C}-\text{CH}_2- \\   \\ \text{C}=\text{O} \\   \\ \text{NHR}' \end{array}$
Polialfaolefinas	$\begin{array}{c} \text{X}_1 \text{X}_2 \quad \text{X}=\text{H} \\   \quad   \quad \text{F} \\ -\text{C}-\text{C}- \\   \quad   \quad \text{Cl} \\ \text{X}_3 \text{X}_4 \quad \text{Br} \\ \quad \quad \quad (\text{CN}) \end{array}$			
Polienos	<p>Polibutadieno</p> $-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2-$	<p>Polisopropeno</p> $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ -\text{CH}_2-\text{C}=\text{CH}-\text{CH}_2- \end{array}$	$-\text{CH}_2-\underset{\text{R}'}{\text{C}}=\text{CH}-\text{CH}_2-$	

<sup>1</sup>Usualmente el poliacrilonitrilo y el polimetacrilonitrilo (-COOH reemplazados por -CN) son incluidos en esta familia.

(Van Krevelen, 2003)

**Cuadro 3. Clase de polímeros heterocadena**

Familia de polímeros	Unidad básica más pequeña	Unidad básica bivalente
Polióxidos/éteres/acetales		
Polisulfuros/Tioesteres		
Poliésteres	 Poly-lactones	
Poliamidas	 Poly-lactams	
Poliuretanos		
Poliureas		
Poliimidas		
Polianhídridos		
Policarbonatos		
Poliaminas		
Polisiloxanos		

(Van Krevelen, 2003)

Los copolímeros pueden distinguirse entre estadísticos (aleatorios), alternativos, en bloque y en injerto. Los alternativos pueden considerarse de homopolímeros con una unidad estructural compuesta. Los aleatorios se obtienen de dos o más monómeros que están presentes en una polimerización. En injerto, se prepara primero un homopolímero y luego se injertan uno o dos monómeros; el resultado final es una estructura ramificada. El copolímero de bloque es una cadena lineal con una secuencia de distintos segmentos (Van Krevelen, 2003).

Los polímeros obtenidos en la polimerización por condensación deben ser usualmente cadenas lineales de monómeros bifuncionales. Las cadenas producidas en la polimerización por adición pueden presentar ramificaciones cortas o largas aleatoriamente en los ejes. Estos polímeros ramificados sufren cambios en sus propiedades fisicoquímicas (Van Krevelen, 2003).

### **Propiedades físicas de los polímeros**

La densidad de los polímeros puede determinarse a través de funciones de temperatura o de presión. En el Cuadro 4, se observan las densidades medidas arriba de la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) y rangos temperaturas para los polímeros. En este caso se emplea la ecuación 2 para determinar dicha densidad (Mark, 2007).

#### **Ecuación 2. Determinación de densidad**

$$\rho(t) = a_0 + a_1t + a_2t^2 + \dots,$$

En este caso,  $t$  representa la temperatura en grados centígrados. En otros casos, se puede utilizar el coeficiente de expansión térmica para determinar la densidad. Dicho coeficiente es el cociente que mide el cambio de longitud respecto al tamaño original de un objeto, debido al cambio de temperatura (Mark, 2007).

#### **Ecuación 3. Determinación de densidad con coeficiente de expansión térmica**

$$\rho(t) = \rho(0)e^{-\alpha_0 t}$$

**Cuadro 4. Densidades, medidas arriba de Tg como función de temperatura**

<b>Polímero</b>	<b><math>\rho</math>, g/cm<sup>3</sup> (<math>t</math> en °C)</b>	<b>Rango de temperatura °C</b>
Caucho natural sin vulcanizar	$0.9283 - 6.10 \times 10^{-4}t$	0-25
Caucho natural curado	$0.9210 - 5.86 \times 10^{-4}t$	0-25
Poliamida, Nylon 6	$1.316 \exp(-4.70 \times 10^{-4}t)$	236-295
Poliamida, Nylon 6,6	$1.306 \exp(-6.60 \times 10^{-4}t)$ $1.145 - 6.47 \times 10^{-4}t$	245-297 270-285
Poli(buteno-1), isotáctico	$0.876 \exp(-6.75 \times 10^{-4}t)$	133-246
Poli(n-butil metacrilato)	$1.0695 - 5.82 \times 10^{-4}t - 0.98 \times 10^{-6}t^2 + 0.241 \times 10^{-8}t^3$ $1.070 - 6.95 \times 10^{-4}t + 0.40 \times 10^{-6}t^2$	34-200 20-120
Poli( $\epsilon$ -caprolactona)	$1.110 - 7.81 \times 10^{-4}t + 0.519 \times 10^{-6}t^2$	101-148
Policarbonato con Bisfenol A	$1.254 - 6.35 \times 10^{-4}t - 0.116 \times 10^{-6}t^2$ $1.2739 \exp(-6.21 \times 10^{-4}t)$	151-340 171-330
Poli(ciclohexilo metacrilato)	$1.1394 - 5.90 \times 10^{-4}t - 0.163 \times 10^{-6}t^2$	110-199
Poli(2,6-dimetilfenileno de éter)	$1.168 - 6.95 \times 10^{-4}t - 0.070 \times 10^{-6}t^2$	203-320
Poli(dimetilsiloxano)	$0.9919 - 8.925 \times 10^{-4}t + 0.265 \times 10^{-6}t^2 - 0.0030 \times 10^{-8}t^3$ $0.994 - 9.76 \times 10^{-4}t + 0.904 \times 10^{-6}t^2$ $0.990 - 8.59 \times 10^{-4}t + 0.23 \times 10^{-6}t^2$	20-207 25-70 16-145
Poli(1,3-dioxepano)	$1.064 - 3.5 \times 10^{-4}t$	6-16
Poli(1,3-dioxolano)	$1.254 - 10.9 \times 10^{-4}t$	25-80
Polieteretercetona	$1.397 \exp(-6.69 \times 10^{-4}t)$	338-400
Poli(etileno, ramificado)	$0.868 \exp(-6.73 \times 10^{-4}t)$ $0.882 - 7.97 \times 10^{-4}t + 0.74 \times 10^{-6}t^2$	112-225 135-198
Poli(etileno, lineal)	$0.8674 - 6.313 \times 10^{-4}t + 0.367 \times 10^{-6}t^2 - 0.055 \times 10^{-8}t^3$ $0.863 - 4.73 \times 10^{-4}t - 0.38 \times 10^{-6}t^2$	130-207 142-200
Poli(etileno de tereftalato)	$1.390 - 7.82 \times 10^{-4}t$	274-342
Poli(etilo de metacrilato)	$1.156 - 6.59 \times 10^{-4}t$	65-95
Poliisobutileno	$0.9297 - 5.123 \times 10^{-4}t + 0.0615 \times 10^{-6}t^2$	0-150
Poli(metilo de metacrilato)	$1.223 - 5.29 \times 10^{-4}t - 0.507 \times 10^{-6}t^2$ $1.2135 - 4.64 \times 10^{-4}t - 0.648 \times 10^{-6}t^2$ $1.228 \exp(-5.23 \times 10^{-4}t)$ $1.211 - 5.96 \times 10^{-4}t$ $1.229 - 7.12 \times 10^{-4}t$	120-270 114-159 115-230 105-150 110-194

(Mark, 2007).

La densidad también puede describirse como una función de presión. En la mayoría de las situaciones se utiliza la ecuación de Tait que representa precisamente la relación entre densidad y presión, ecuación 4. En ella, el parámetro  $C$  es usualmente 0.0894, mientras que el término  $B$  es función de la temperatura, ecuación 5. Sin embargo, estas funciones son para casos donde se cuenta con la medida exacta de presión (Mark, 2007).

**Ecuación 4. Densidad función de presión – Ecuación de Tait**

$$\rho(P, t) = \frac{\rho(0, t)}{1 - C \ln \left[ 1 + \frac{P}{B(t)} \right]}$$

**Ecuación 5. Parámetro B dependiente de temperatura**

$$B(t) = b_0 e^{-b_1 t}$$

La capacidad calorífica se entiende como la cantidad de energía necesaria para cambiar un grado de temperatura en una unidad de masa del objeto en cuestión. Es un parámetro macroscópico que puede relacionarse a la estructura molecular y a movimientos vibracionales en un nivel microscópico. Esta capacidad a presión constante se conoce como  $C_p$ . Mientras que a volumen constante se conoce como  $C_v$ . En ambas ecuaciones,  $m$  significa la cantidad de materia en la muestra,  $\Delta T$  representa el cambio de temperatura y  $\Delta Q$  es la cantidad de energía necesaria (Joules) (Mark, 2007).

**Ecuación 6. Capacidad calorífica a presión constante**

$$C_p = \frac{\Delta Q}{m \Delta T} \quad (\text{unidad: } \frac{J}{gK})$$

**Ecuación 7. Capacidad calorífica a volumen constante**

$$C_v = \frac{\Delta Q}{m \Delta T} \quad (\text{unidad: } \frac{J}{gK})$$

La capacidad calorífica es una propiedad fundamental de cualquier material. Puede ser medida a través de un calorímetro adiabático, si el rango es de 0-100 K. En caso de temperaturas superiores a 100K se puede utilizar la calorimetría diferencial de barrido (DSC). Dicha capacidad es dependiente de la temperatura para cualquier polímero (Mark, 2007).

**Temperatura de transición vítrea**

La mayoría de las manifestaciones del comportamiento vidrioso se han identificado como cinéticas en la naturaleza. Cualquier líquido que no se cristalice al enfriarse, está destinado a ser un vidrio. Cuando se enfría continuamente, la sustancia reduce su razón de difusividad y aumenta su viscosidad que refleja una pérdida en la movilidad molecular. A

temperaturas muy altas, la movilidad de las moléculas es lo suficientemente grande para mantener una densidad constante (Mark, 2007).

En el enfriamiento, se llega al punto en que la movilidad se reduce hasta el punto en que los reordenamientos moleculares alteran la estructura del líquido, ya que no pueden seguir con la misma tasa de enfriamiento. Subsecuentemente, el volumen específico del líquido empieza a incrementar a comparación de su valor en el equilibrio, por cada grado que baja. Al mismo tiempo, el líquido muestra propiedades vidriosas como una viscosidad muy alta (mayor a  $10^{12}$  poise). En estas condiciones se puede considerar como un viscoelástico (Mark, 2007).

La salida del equilibrio, en el enfriamiento, muestra la temperatura vítrea ( $T_g$ ). De momento se sigue llamada temperatura y no transición vítrea, ya que no ocurre una transición. Sigue siendo un líquido al estar por debajo de  $T_g$ , aunque con una gran viscosidad. Para que  $T_g$  sea una función caracterizable de algún material, debe ser definido en un Experimento de enfriamiento. Al hacerlo así,  $T_g$  se vuelve una función de la tasa de enfriamiento,  $q$ . Esto debido a la manifestación del comportamiento viscoelástico (Mark, 2007).

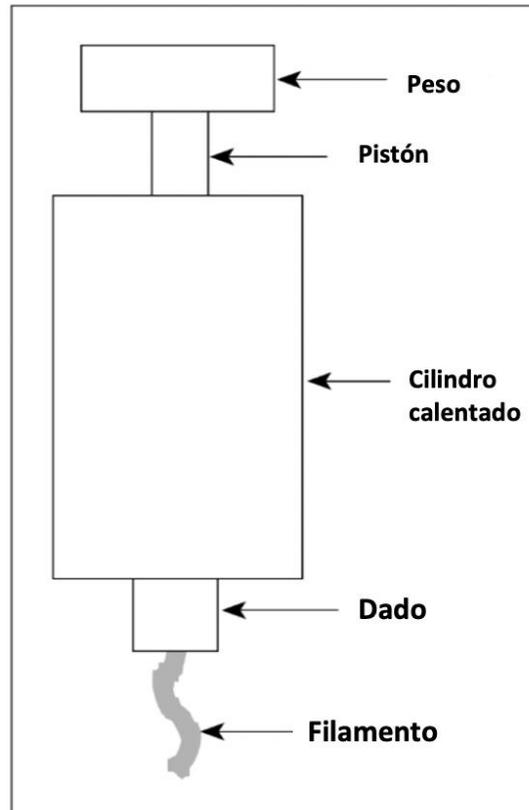
La temperatura vítrea  $T_g$  de cualquier polímero depende de la tasa de enfriamiento,  $q$ , la presión,  $P$ , el peso molecular promedio,  $M_n$ , y si es una solución también de la fracción de volumen  $\phi_2$ . Para un polímero policristalino los cambios en  $T_g$  ocurren con la variación del grado de cristalinidad y la naturaleza de la morfología del material (Mark, 2007).

## **Índice de fusión**

En la determinación de características del filamento se estudian ciertas propiedades. La viscosidad es una medida de la resistencia a fluir de un líquido, esto se relaciona con que tan espesa puede ser la sustancia. Por lo que las resinas con viscosidades altas necesitan de mayores presiones de operación para ser extruidas que las de baja viscosidad. Estos también necesitan de diámetros más grandes (Bryce, 1998).

La viscosidad indica la presión necesaria para el proceso. Esta puede medirse por distintos métodos, pero existe uno de inversión baja. Este método es el ASTM D 1238 o comúnmente llamado como prueba de índice de fusión. Consiste en utilizar una pequeña porción del plástico e introducirla en una cámara que será presionada por un pistón. Esto simula el proceso de extrusión como se observa en la Figura 14. El número del índice de fusión o melt index number (MIN) permite determinar la fluidez del material (Bryce, 1998).

**Figura 14. Instrumento de prueba del índice de fusión.**



(Bryce, 1998)

La prueba del índice de fusión inicia al llenar la cámara con resinas vírgenes. Se coloca el émbolo posteriormente con una carga o peso predeterminado. Luego, debe medirse la cantidad de material extruido exitosamente, en una ventana de 10 minutos. Ese es el número buscado, la cantidad de gramos extruidos en 10 minutos. Usualmente los plásticos se encuentran en el rango entre 2-50 g/10 min, siendo 12-14g/10 min el rango más común. Mientras más bajo sea el número del índice indica que el material es más rígido, lo que implica una presión de operación mucho más alta y, diámetros y volúmenes más grandes. En el Cuadro 5, se observan todas las propiedades físicas que cambian conforme lo hace el MI (Bryce, 1998).

**Cuadro 5. Efecto de la viscosidad en las propiedades físicas acorde al decremento del MI**

Rigidez	Incrementa
Fuerza de tensión	Incrementa
Fuerza de producción	Incrementa
Dureza (resistencia a la abrasión)	Incrementa
Resistencia a la fluencia	Incrementa
Resiliencia de material	Incrementa
Temperatura de ablandamiento	Incrementa
Resistencia a las rajaduras por estrés	Incrementa
Resistencia química	Incrementa
Peso molecular	Incrementa
Permeabilidad	Decrece
Brillo	Decrece

\*Nota: la permeabilidad y el brillo son las únicas que decrecen junto con el MI (Bryce, 1998)

### **Punto cristalino de fusión**

A pesar de no contar con relaciones estructuradas, existe mucha información disponible sobre punto de fusión. Además, se ha observado cierta correspondencia entre el  $T_g$  y  $T_m$  para el mismo polímero. Esto propone analogías para poder determinar la  $T_m$ . El punto de fusión es una transición real de primer orden, en donde las energías libres de ambas fases están en equilibrio.

### **Ecuación 8. Entalpía de mezcla**

$$T_m \Delta S_m = \Delta H_m$$

$\Delta S_m$  entropía de fusión  
 $\Delta H_m$  entalpía de fusión

**Cuadro 6. Temperatura de fusión de distintos polímeros**

Polímero	$T_m$ exp(K)	$T_m$ calc(K)
Polietileno	410/414	407
Polipropileno	385/481	445
Poliisobutileno	275/317	445
Poliestireno	498/523	516
Polibuteno	379/415	361
Polioceno	235	235
Poliocadecano	314/383	361

## Cristalinidad

La transformación de un líquido de estructura aleatoria a una bien ordenada es el proceso de cristalización. Los polímeros no pueden ser perfectamente cristalinos por su naturaleza, sin embargo, se puede clasificar por su cristalinidad. En este caso, los polímeros cuentan con pequeños cristalitos (regiones ordenadas), que están distribuidas aleatoriamente y conectadas a través de áreas amorfas. Las moleculares poliméricas son parte de una gran cantidad de cristalitos y áreas amorfas.

Además, existen varias formas de definir la cristalinidad acorde a otras propiedades físicas del material.

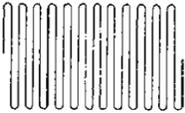
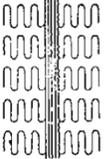
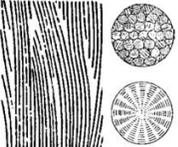
**Cuadro 7. Definiciones de cristalinidad**

Basado en	Definición
Volumen específico ( $v$ )	$x_c = \frac{v_a - v}{v_a - v_c}$
Capacidad calorífica	$x_c = \frac{c_p^a - c_p}{c_p^a - c_p^c}$
Entalpía	$x_c = \frac{h_a - h}{h_a - h_c}$
Entalpía de fusión	$x_c = \frac{\Delta h_m}{\Delta h_m^c}$
Coefficiente infrarrojo de extinción másica	$x_c = \frac{\varepsilon_\lambda}{\varepsilon_\lambda^{(c)}}$
Intensidad de dispersión Rayos X	$x_c = \frac{I_c}{I_c + I_a}$

Varios polímeros sólidos consisten grandemente en cadenas dobladas. Además, la difracción en las líneas de los rayos-x son provocadas por el tamaño de la distribución de los cristalitos y por el desorden dentro de la lámina.

Por otro lado, al hablar de la tasa de cristalización es el producto del factor de nucleación (probabilidad de nucleación) y la transportabilidad (autodifusividad de las cadenas). Además, el siguiente cuadro muestra la morfología de la cristalización de los polímeros. En esta se desarrolla desde las cadenas completamente doblas hasta las puramente extendidas.

**Cuadro 8. Tipos de cadena en distintos polímeros**

Tipo de cadena de polímero	Conformación en solución	Modo de Cristalización	Sub-estructura básica de cristalitas	Condiciones de Formación	Tipo	Ilustración de sus características
Flexible	Bobina aleatoria	Espontánea	Láminas hechas de cadenas dobladas	Solución inactiva muy diluida	Cristales singulares	
				Fusión en reposo	Esferulitas	
	Parcialmente orientado	Inducido por presión, flujo, esfuerzo, entre otros.	Estructura Híbrida, exterior de cadenas extendidas e interior de láminas	Solución muy diluida en agitación	Fibrillas de Kebab	
				Solución en vueltas	Cristalitos nucleados en fila	
			Microfibras de cadenas extendidas	Gel-hilado	Microfibras de cadenas extendidas	
Rígida	Cristales líquidos de varillas rígidas	Espontáneo	Microfibras hechas de varillas rígidas	Hilado de soluciones	Microfibras para-cristalinas	

### Viscoelasticidad

No existen materiales puramente elásticos, ya que a ciertas condiciones muestran características no elásticas. Esto es especialmente cierto para los polímeros que pueden demostrar deformaciones no elásticas, en circunstancias donde ciertos metales sí. Sin embargo, existen tres fenómenos que combinados llegan a la viscoelasticidad. Además, se acostumbra a utilizar la frase de deformación viscoelástica para aquellas que no son puramente elásticas. Los ejemplos son relajación de esfuerzos, arrastre y dinámica mecánica.

**Cuadro 9. Propiedades viscoelásticas**

Fenómeno	Tensión			Corte		
	Ajustable	Medible	Calculado	Ajustable	Medible	Calculado
Relajación de Esfuerzo	$\varepsilon_o$	$\sigma(t)$	$E(t)$	$\gamma_o$	$\sigma_{sh}(t)$	$G(t)$
Arrastre	$\sigma_o$	$\varepsilon(t)$	$S(t)$	$\sigma_{sh,o}$	$\gamma(t)$	$J(t)$
Dinámica Mecánica	$\varepsilon_o, \omega$	$\sigma, \delta$	$E'(\omega), E''(\omega)$	$\gamma_o, \omega$	$\sigma_{sh,o}, \delta$	$G'(\omega), G''(\omega)$

En la relajación de esfuerzo, se utiliza una muestra deformada con cierta tensión  $\varepsilon_o$  o hasta cierta deformación de corte  $\gamma_o$  y la disminución de esfuerzo se mide como función del tiempo:  $\sigma(t)$  o  $\sigma_{sh}(t)$ . Los factores proporcionales entre esfuerzo y deformación son el módulo de Young  $E(t)$  y el módulo de corte  $G(t)$ .

La dinámica mecánica es una medida de la respuesta de la deformación del material a fuerzas periódicas, o a la respuesta del esfuerzo a deformaciones periódicas. Por último, el arrastre es dependiente del tiempo y relativo a la deformación de una fuerza constante. Es decir, es función del esfuerzo y del tiempo.

## H. Manual operativo

El manual operativo es un documento que tiene como objetivo general informar al lector o usuario sobre las partes más importantes del proceso o del equipo a utilizar. En este se han desarrollado las metodologías más importantes para obtener los mismos resultados, que quien lo desarrolló. Además, este documento indica las características generales del equipo. Se identifican los potenciales riesgos en la operación. Así mismo, se incluyen áreas para identificar las partes del equipo y sus funciones (Errossa, 2005).

Esto es para que la información más importante, encontrada en la operación continua del equipo, esté al alcance de cualquier nuevo usuario. Esto permite una capacitación rápida y también una reducción en la curva de aprendizaje, en cuanto al tiempo de uso del equipo. Es decir, evitar todos los errores más comunes a través de la lectura del manual. Usualmente tiene tres partes importantes: portada, índice y desarrollo. En el último, se encuentran todas las partes como: información, seguridad, partes del equipo, operación, limpieza, mantenimiento, entre otros. Esto dependerá del equipo y proceso a operar (Errossa, 2005).

El manual de operación debe redactarse de una forma sencilla para que cualquier usuario pueda entender el documento. Además, si se añade contenido visual se facilita el entendimiento de este. No existe un tamaño definido y debe ser lo suficientemente largo para que se pueda operar el equipo. Finalmente, este debe estar probado con los futuros usuarios para determinar si es entendible o realizar correcciones para ello (Errossa, 2005).

## Teorema del límite central

En el análisis de datos, se utiliza el teorema del límite central. Este indica que, para muestras grandes, se puede obtener una aproximación cercana de la distribución muestral de la media con una distribución normal. Es de mucha importancia este teorema, ya que justifica el uso de métodos de curva normal. No se puede indicar que tan grande debe ser  $n$  (cantidad de datos de la muestra) para que se asemeje a una distribución normal, sin embargo, se considera que 30 datos es una muestra lo suficientemente alta (Freund & Simon, 1994).

### **Desviación estándar en el análisis de datos**

Para una suma o resta, la desviación estándar de la respuesta es la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de las desviaciones estándar de los números utilizados en el cálculo. Usualmente, esta última se le conoce como incertidumbre del instrumento o equipo del cual se obtuvo el dato (Skoog, 2014).

#### **Ecuación 9. Propagación de error de suma o resta**

$$S(y) = \sqrt{s_a^2 + s_b^2}$$

(Skoog, 2014)

Para una multiplicación o división, la desviación estándar relativa de la respuesta es la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de las desviaciones estándar relativas de los números que son multiplicados o divididos. De los cuales, la desviación estándar relativa es la incertidumbre del equipo o instrumento del cual se obtuvo el dato (Skoog, 2014).

#### **Ecuación 10. Propagación error de multiplicación o división**

$$\frac{S(y)}{y} = \sqrt{\left(\frac{s_a}{a}\right)^2 + \left(\frac{s_b}{b}\right)^2}$$

(Skoog, 2014)

## VI. METODOLOGÍA

En la implementación de una extrusora de laboratorio se contemplaron dos grandes áreas: instalación y operación. La metodología consiste en desarrollar ambas partes, en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala. Cabe resaltar que, la instalación solo se realizó una vez. Mientras que, la operación fue constante para que no ocurran daños por desuso y las calibraciones se deben realizar al menos dos veces al año.

### A. Instalación de extrusora de laboratorio

1. Desembalar el equipo. Esto se hace quitando cuidadosamente el empaque de la caja y sacar la extrusora de la misma.
2. Revisar que el equipo esté en perfectas condiciones. Es decir, no debe tener ningún golpe, abolladura, o rayones.
3. Cubrir el rotor y lubricar la interfaz de desplazamiento del rotor. Dynisco ha procesado polietileno y polipropileno previamente como prueba de calidad del equipo.
4. Colocar el instrumento en una superficie lisa, a nivel constante y condiciones de temperatura y humedad estables. Rango de temperatura aceptable 16°C – 29°C. Humedad relativa máxima del 80%.
5. Checar que vengan todas las herramientas y accesorios complementarios.
  - a. Espátula
  - b. Varilla de latón
  - c. Llave fina (7/16)
  - d. Un juego de llave allen
  - e. 6 tornillos de cabeza (6-32x3/5)
6. Verificar que estén todos los componentes del equipo:
  - a. Cabezal
  - b. Calentador de banda
  - c. Bloque de soporte
  - d. Rotor
  - e. Tubo de deslizamiento
  - f. Tolva
  - g. Panel de control
7. Verificar que los controles de temperatura estén funcionando correctamente.
8. Determinar el nuevo punto fijo.
  - a. Presionar la flecha de arriba o abajo hasta alcanzar la temperatura deseada. Presionar ENTER para almacenar el nuevo punto fijo.
  - b. Esperar 15 minutos para que la temperatura se estabilice.

9. Determinar el punto límite superior
  - a. El punto límite superior predeterminado es de 400°C. El indicador A1 se mantendrá encendida si la temperatura de operación está debajo del límite.
  - b. Si se selecciona un nuevo límite superior a 400°C y se supera en la operación, la extrusora se apagará.

## **B. Operación**

### **Ajuste del tamaño del espacio axial**

1. Aflojar las cuatro tuercas en las varillas roscadas sobre las que se desliza el bloque de soporte del cabezal.
2. Mover el bloque hacia el frente hasta que el final del rotor toque el interior del cabezal.
3. Colocar el indicador del reloj en el punto cero.
4. Mover el bloque hasta alcanzar un aproximado de 0.018 in (el deseado es 0.020in) en el reloj indicador.
5. Ajustar la tuerca frontal derecha hasta alcanzar 0.020 pulgadas.
6. Ajustar la tuerca frontal izquierda y verificar que se mantengan las 0.020 pulgadas de distancia.
7. De no alcanzar las 0.020 pulgadas se debe aflojar la tuerca derecha o izquierda dependiendo de las observaciones reales.
8. Al alcanzar la distancia deseada, ajustar las tuercas traseras de ambos lados para asegurar la distancia.

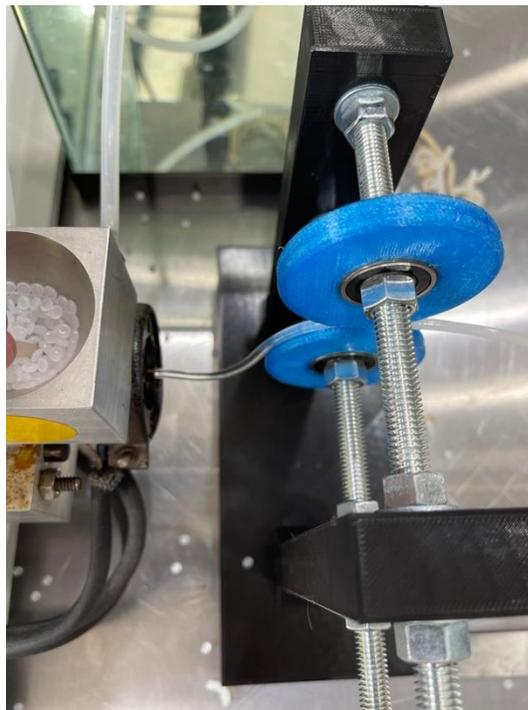
### **Extrusión**

1. Apagar los interruptores del calentador, rotor y del motor principal.
2. Conectar instrumento a la fuente de energía de corriente eléctrica.
3. Conectar el suministro de agua a la tolva. Los “fittings” están ubicados en la base de la tolva. Se requiere un flujo de 200 centímetros cúbicos de agua por minuto.
  - a. Colocar recipiente de agua, cercano al cabezal.
  - b. Llenar de agua lo suficientemente profundo para que la bomba quede sumergida.
  - c. Sumergir bomba de agua.
  - d. Conectar tuberías de silicón a la bomba y a la tolva.
  - e. Conectar bomba a corriente eléctrica.
  - f. Verificar que el sistema esté recirculando agua correctamente.
4. Encender el equipo, y resistencias del rotor y el calentador.
5. Ajustar la temperatura del rotor y del cabezal aproximadamente 20°C arriba del punto de fusión del material a trabajar. Esto se logra con presionar la flecha hacia arriba hasta alcanzar dicha temperatura. Presionar ENTER para ajustarlo.
  - a. Aclaración: si el botón de ENTER no se presiona, el equipo regresará a su punto previo.
6. Mientras el equipo se caliente, intentar poner en contacto un pellet del material con la superficie externa de la tolva para ver si se derrite. Cuando empiece a derretirse

es una señal de que el instrumento ya está listo para empezar a procesar. Si el pellet se derrite muy rápido es porque está demasiado caliente.

7. Realizar lo mismo con el rotor. Cuando la temperatura del rotor empiece a elevarse, se debe comprobar con un pellet en la tolva y usar la varilla para empujarla gentilmente contra la superficie del rotor. Se debe anotar la temperatura a la que empiezan a derretirse los pellets y ajustar la temperatura del rotor a ese valor. Si el rotor está muy caliente, se debe reducir la temperatura para controlarlo.
8. Encender el movimiento del rotor, ya que la extrusora de laboratorio ya es capaz de operar con muestras. Introducir el material lentamente en la tolva. Mientras se llena la zona de extrusión, la muestra derretida empezará a ser extruida del orificio. La operación se estabilizará.
9. Al obtener un buen tramo de filamento, alinear cuidadosamente en el sistema auxiliar de tracción y estandarización de diámetro. Es decir, utilizando los guantes protectores y la espátula, agarrar el filamento (aún caliente) y colocarlo en el medio de ambas ruedas de tracción. Como se muestra en la siguiente Figura 15.

**Figura 15. Sistema de tracción de filamento**



Fuente: Elaboración propia

10. Al contar con el filamento alineado, se debe mover la rueda superior a la velocidad de extrusión para que este salga con un diámetro uniforme. Se finaliza la operación al obtener el largo deseado.

#### **Consideraciones importantes:**

- La velocidad variable del motor viene con un sensor para controlar y mantener constante esta velocidad a pesar de que haya cargas variables.

- Antes de utilizar la extrusora con otra muestra, se debe extruir al menos 50 g de la nueva muestra para limpiar la cámara de extrusión y que el filamento no sea una mezcla, sino el nuevo polímero.

**Cuadro 10. Muestras utilizadas para extruir.**

Nombre	Identificador
Alta densidad	FIO 750
Baja densidad	202351
Hexeno	L62009H
Fraccional	LDF 0025
Enable	2705MC

Fuente: Elaboración propia

En esta tabla, se observan los nombres de los tipos de muestras utilizados para la operación del equipo. Cabe resaltar que, todas las muestras son fundamentalmente polietileno, pero el nombre proviene de los aditivos que tienen o el tipo de polietileno que es.

### C. Análisis de características de filamento para un perfil comercial

#### Comprobación de diámetro del filamento

1. Extender el filamento por completo.
2. Realizar medición del diámetro del filamento cada 10 centímetros, utilizando un pie de rey. Anotar todos los diámetros.
3. Calcular la media y desviación estándar de los datos obtenidos.
4. Analizar la desviación estándar. Si el diámetro presenta una desviación estándar menor o igual que  $\pm 0.10$  mm, se considera una baja variación del diámetro en todo el filamento. De ser mayor que  $\pm 0.10$  mm, pero menor que  $\pm 0.14$  mm, aún es aceptable dependiendo del uso y del promedio. Pero si es superior que  $\pm 0.14$  mm se debe volver a extruir el filamento del polímero deseado.

#### Determinación de temperatura de transición vítrea

1. Utilizar una muestra de 5 cm de cada filamento extruido y colocarla en una bandeja de aluminio.
2. Extraer una muestra de pellets de cada polímero utilizado para extruir y colocarlo en una bandeja de aluminio, acorde al filamento.

**Figura 16. Bandeja de aluminio con muestras de polietilenos distintos.**



Fuente: Elaboración propia

3. Encender mufla e introducir 90°C como temperatura inicial. Esperar hasta que el equipo alcance dicha temperatura.
4. Colocar bandeja de aluminio, en el interior de la mufla. Esperar cinco minutos para que la temperatura se estabilice, en el interior.
5. Abrir mufla y observar el estado de las muestras. Tomar fotografía.
6. Introducir una temperatura 5°C superior a la previa. Esperar cinco minutos para que la temperatura se estabilice.
7. Abrir mufla y observar el estado de las muestras. Tomar fotografía.
8. Repetir pasos 6 y 7 hasta alcanzar 195°C.
9. Analizar los cambios físicos entre temperaturas, para estimar la temperatura de transición vítrea de cada muestra.

### **Análisis de superficie del filamento**

1. Encender estereoscopio y verificar que el plato esté limpio.
2. Colocar una muestra de 5 cm del filamento a observar y fijarlo con los agarradores del equipo.
3. Ajustar la mira del estereoscopio hasta observar una imagen completamente clara y definida.
4. Anotar las principales observaciones y tomar una fotografía de lo observado.
5. Repetir los pasos anteriores para cada muestra distinta de filamento.

### **Análisis del índice de fusión**

1. Emplear metodología de operación del equipo hasta el paso 8 para poder iniciar el análisis.
2. Utilizar una muestra de 50 g de polietileno identificado como hexeno. Excluir todo para limpiar la cámara de extrusión.
3. Detener el equipo y colocar nuevamente material en la tolva de alimentación.
4. Excluir durante un minuto exacto a una temperatura de 190°C y una % Voltaje de 60%.
5. Pesar la muestra obtenida del filamento de hexeno y anotarla.
6. Los pasos del 3 al 5 se deben realizar en triplicado.
7. Obtener el cociente entre el peso del filamento y el tiempo empleado para ello (debe ser un minuto exacto) de cada medida, y obtener un promedio y desviación estándar. El resultado se obtuvo en g/min, sin embargo, se debe multiplicar por 10 ya que se desea en dimensionales de g/10 min.
8. Repetir pasos del 2 al 7 para cada tipo de muestra distinta.

### **Análisis de densidad con pie de rey**

1. Utilizar tres muestras de filamento de aproximadamente 5 cm de largo de cada tipo de polietileno utilizado. Se pueden reutilizar las muestras del análisis del índice de fusión.
2. Pesar cada muestra de filamento y anotar el dato.
3. Medir la longitud exacta de cada muestra, utilizando el pie de rey.

4. Realizar al menos 8 mediciones de diámetro de la muestra del filamento, y obtener promedio. Mientras más largo el filamento, se recomiendan más mediciones del diámetro.
5. Estimar el volumen del filamento analizándolo como un cilindro, utilizando el diámetro promedio y el largo exacto.
6. Obtener el cociente del peso de la muestra entre el volumen estimado para cada muestra.
7. Realizar los pasos del 2-6 en triplicado por cada tipo distinto de muestra.

#### **Análisis de densidad con etanol al 95 % (v/v)**

1. Utilizar tres muestras de filamento de aproximadamente 5 cm de largo de cada tipo de polietileno utilizado. Se pueden reutilizar las muestras del análisis del índice de fusión.
2. Pesar cada muestra de filamento y anotar el dato.
3. Verter 50mL de etanol al 95% (v/v), en una probeta de 100 mL.
4. Introducir muestra de filamento, medir el volumen desplazado en la probeta y anotar el valor obtenido. Se debe realizar para cada una de las tres muestras.
5. Obtener el cociente del peso de la muestra entre el volumen estimado para cada muestra.
6. Realizar los pasos del 2-5 en triplicado por cada tipo distinto de muestra.

#### **Cuadro 11. Muestras utilizadas los distintos análisis de un filamento de perfil comercial**

<b>Nombre</b>	<b>Identificador</b>
Alta densidad	FIO 750
Baja densidad	202351
Hexeno	L62009H
Fraccional	LDF 0025
Enable	2705MC
Antiblock	733-8AB
LLDPE	Polvo
LLDPE	Pellet

Fuente: Elaboración propia

En esta tabla, se observan los nombres de los tipos de muestras utilizados para la operación del equipo. Cabe resaltar que, todas las muestras son fundamentalmente polietileno, pero el nombre proviene de los aditivos que tienen o el tipo de polietileno que es.

## **D. Calibración del equipo**

### **Calibración de reloj indicador**

Empleando galgas

1. Aflojar las cuatro tuercas en las varillas roscadas sobre las que se desliza el bloque de soporte del cabezal.
2. Mover el bloque hacia el frente hasta que el final del rotor toque el interior del cabezal.
3. Colocar el indicador del reloj en el punto cero.
4. Mover el bloque hasta alcanzar el indicador y la tolva estén lo suficientemente cerca, pero que el reloj indique 0 desplazamiento.
5. Introducir en ese espacio una combinación de galas que de un ancho de 0.01 pulgadas.
6. Leer el dato y apuntarlo.
7. Repetir pasos 5 y 6 dos veces más.
8. Repetir pasos 5, 6 y 7 para los siguientes anchos 0.02, 0.05, 0.10, 0.15, 0.20 y 0.25 pulgadas.
9. Realizar una curva de calibración y obtener ecuación de la curva.
10. Obtener el resultado de cuanto distancia en pulgadas mide cada unidad del reloj indicador.

#### Empleando pie de rey

1. Aflojar las cuatro tuercas en las varillas roscadas sobre las que se desliza el bloque de soporte del cabezal.
2. Mover el bloque hacia el frente hasta que el final del rotor toque el interior del cabezal.
3. Colocar el indicador del reloj en el punto cero.
4. Realizar medición con el pie de rey, ver Figura 17., desde la punta del indicador hasta el tubo que lo sostiene. Anotar las pulgadas que hay.

**Figura 17. Pie de rey marca Stanley utilizado para calibrar reloj indicador**



Fuente: Elaboración propia

5. Colocar el indicador del reloj hasta su punto máximo desde el tubo que lo sostiene hasta la punta del indicador y anotar medición del reloj y las pulgadas desplazadas

acorde al pie de rey (habrá al menos dos revoluciones del medidor, cada una representa 100 unidades medidas).

6. Realizar paso 4 y 5 por lo menos tres veces. Las mediciones deben coincidir entre sí.
7. Restar la distancia medida del pie de rey entre el cero y el punto máximo.
8. Dividir el resultado anterior entre las mediciones correspondientes del indicador en el punto máximo
9. Obtener el resultado de cuanta distancia en pulgadas mide cada unidad del reloj indicador.

### **Calibración de sensores de temperatura y resistencias del rotor y del cabezal**

1. Conectar el equipo a corriente eléctrica.
2. Encender el equipo y la temperatura del rotor y del cabezal. En el instrumento se llaman main power, rotor temp y header temp respectivamente.
3. Determinar la temperatura a 70 grados centígrados en el rotor y cabezal.
4. Utilizar un termómetro calibrado para medir y anotar la temperatura del cabezal y el rotor, ver Figura 18. Se debe buscar cerca de donde está la termocupla para obtener el valor más exacto.

**Figura 18. Termómetro infrarrojo marca Digi-Sense utilizado para calibrar sensores y resistencias del rotor y del cabezal.**



Fuente: Elaboración propia

5. Repetir pasos 3 y 4 aumentando cinco grados por medición hasta alcanzar los 200 grados centígrados.
6. Realizar curva de calibración para obtener ecuación de la curva y obtener la temperatura real en cada punto.

## Calibración de rotor

1. Apagar el equipo y desconectar de corriente eléctrica.
2. Remover la banda de calentamiento del dado de extrusión al aflojar el tornillo que lo sostiene. Dicha banda debe colocarse en un lugar seguro y sin mover bruscamente los cables.
3. Remover los tornillos de cabeza hexagonal utilizando llave hexagonal “allen” de 7/64 in. Gentilmente colocar el dado en superficie plana y estable. No se debe dejar que el dado caiga, se retirara con cuidado.
4. Conectar el equipo a corriente eléctrica.
5. Colocar una calcomanía reflectiva en el rotor, ver Figura 19.

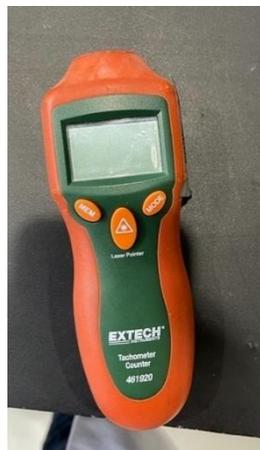
**Figura 19. Calcomanía reflectiva en el rotor.**



Fuente: Elaboración propia

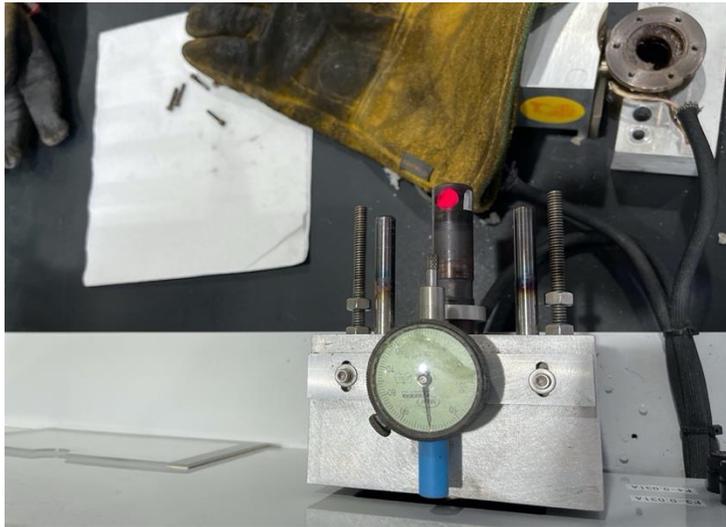
6. Encender el equipo y el motor que impulsa al rotor “Drive Motor”.
7. Configurar la velocidad en 20%.
8. Utilizar un tacómetro calibrado, apuntando hacia la calcomanía en el rotor, ver figuras 20 y 21. El instrumento indicará las revoluciones por minuto y se debe anotar la medición.

**Figura 20. Tacómetro calibrado marca Extrech utilizado para calibración de rotor.**



Fuente: Elaboración propia

**Figura 21. Bloque desensamblado en calibración de rotor con tacómetro en operación**



Fuente: Elaboración propia

9. Realizar dos mediciones más a la misma velocidad.
10. Realizar los pasos 8 y 9 con las siguientes velocidades: 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 y 100%.
11. Realizar curva de calibración con velocidades nominales para los porcentajes medidos para determinar la velocidad real del rotor.

## **E. Limpieza**

### **Limpieza de extrusora con bastante tiempo en desuso**

1. Verificar que el equipo esté apagado y desconectar de corriente eléctrica.
2. Remover la banda de calentamiento del dado de extrusión al aflojar el tornillo que lo sostiene. Dicha banda debe colocarse en un lugar seguro y sin mover bruscamente los cables.
3. Remover los tornillos de cabeza hexagonal utilizando llave hexagonal “allen” de 7/64 in. Gentilmente colocar el dado en superficie plana y estable. No se debe dejar que el dado caiga, se retirara con cuidado.
4. Utilizar tela de algodón para limpiar el cabezal junto con un palillo de dientes para remover cualquier polímero residual.
5. Remover termocupla del rotor al aflojar el tornillo que lo asegura al equipo.
6. Remover el bloque que sostiene a la tolva y al dado, al deslizarlo de los tubos y el rotor que lo sostienen.
7. Utilizar un cepillo de acero inoxidable para limpiar los tubos de deslizamiento. Además, emplear una almohadilla de acero inoxidable para limpiar el rotor.

8. Ensamblar nuevamente todos los componentes en orden reverso a la limpieza. Utilizar lubricante de antiadherente de altas temperaturas en todas las roscas de los tornillos.

### **Limpieza de extrusora después de operación**

1. Mientras el equipo siga caliente, apagarlo y desconectar de corriente eléctrica.
2. Colocarse guantes aislados térmicamente.
3. Remover la banda de calentamiento del dado de extrusión al aflojar el tornillo que lo sostiene. Dicha banda debe colocarse en un lugar seguro y resistente al calor, y sin mover bruscamente los cables.
4. Remover los tornillos de cabeza hexagonal utilizando llave hexagonal “allen” de 7/64 in. Gentilmente colocar el dado en superficie plana y estable. No se debe dejar que el dado caiga, se retirara con cuidado.
5. Utilizar tela de algodón para limpiar el cabezal junto con un palillo de dientes para remover cualquier polímero residual.
6. Remover termocupla del rotor al aflojar el tornillo que lo asegura al equipo.
7. Remover el bloque que sostiene a la tolva y al dado, al deslizarlo de los tubos y el rotor que lo sostienen.
8. Utilizar un cepillo de acero inoxidable para limpiar los tubos de deslizamiento. Además, emplear una almohadilla de acero inoxidable para limpiar el rotor.
9. Ensamblar nuevamente todos los componentes en orden reverso a la limpieza. Utilizar lubricante de antiadherente de altas temperaturas en todas las roscas de los tornillos.

### **F. Desarrollar manual de operación**

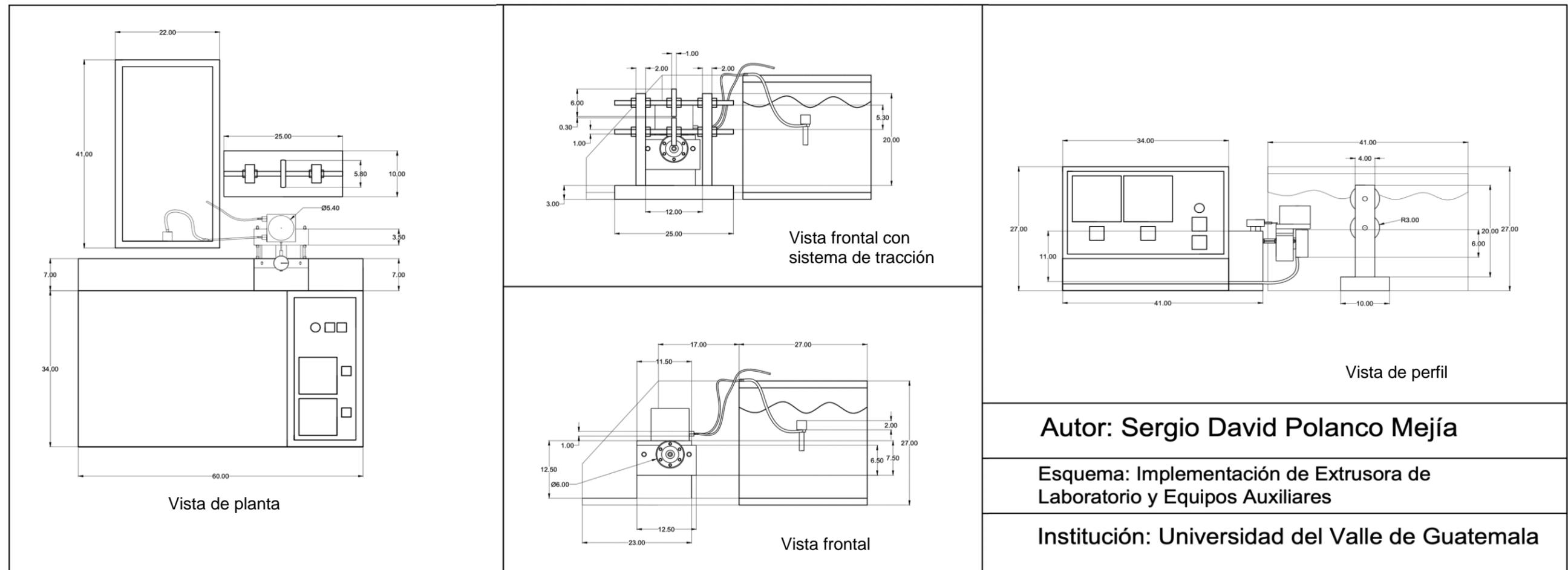
1. Realizar un benchmark de manuales de distintos equipos de laboratorio y analizar la estructura de estos.
2. Investigar manuales de usuario de equipos marca *Dynisco*. Especialmente, enfocarse en manuales de extrusoras de otros modelos.
3. Proponer áreas principales que abarcará el manual de operación, basado en la investigación previa. En este caso, proponer: información general, introducción, seguridad operacional, componentes del equipo, operación del equipo, calibración del equipo, limpieza y mantenimiento.
4. Crear la etapa de información general con los datos del proveedor sobre el modelo de extrusora, medidas del equipo y condiciones de operación.
5. Realizar una introducción breve para que el usuario comprenda el objetivo general del manual.
6. Desarrollar el área de seguridad con los aspectos más importantes observados en la operación. Además, incorporar información sobre las precauciones operacionales encontradas en otros manuales.

- a. Desarrollar código de símbolos de seguridad para resaltar peligros en las distintas partes del manual.
7. Identificar todas las partes del equipo y explicar el funcionamiento de cada una. Además, desarrollar metodología para utilizar los controladores de temperatura del equipo.
8. Desarrollar metodologías para la operación correcta del equipo. Incluyendo las observaciones y sugerencias más importantes, analizadas en la sección previa de operación.
9. Desarrollar metodologías para la calibración de cada parte del equipo. Utilizar como fundamento, las prácticas empleadas para realizarlo.
10. Proponer metodologías de limpieza acorde a la investigación previa de equipos similares.
11. Contactar con el proveedor para solicitar metodologías de mantenimiento, e incorporarlas en el manual.

## VII. RESULTADOS

### A. Esquematación de instalación

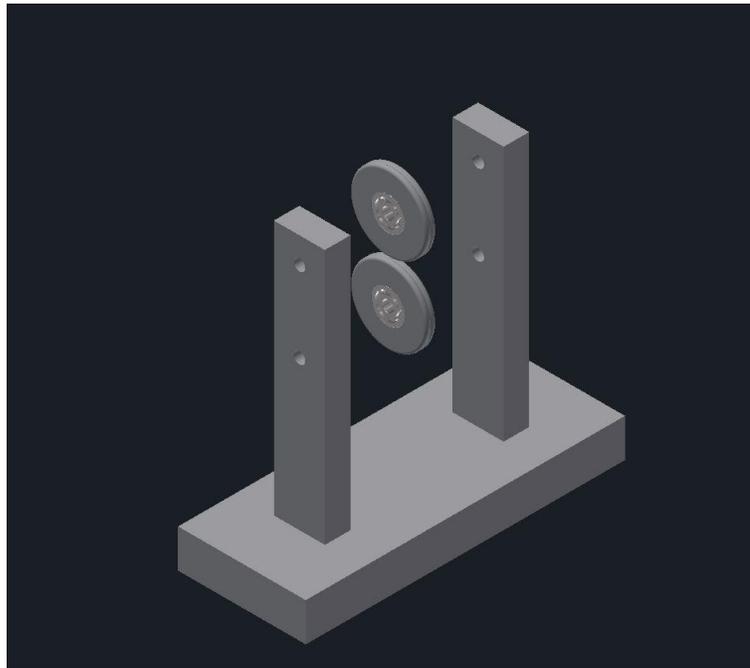
Figura 1. Esquema de operación de extrusora de laboratorio y equipos auxiliares



Fuente: Elaboración propia en AutoCAD

Nota: Se realizó el esquema de operación para el equipo, siendo los principales equipos auxiliares una bomba y un tanque para el sistema de recirculación, y un sistema de tracción para estandarizar el diámetro de salida del filamento. Además, las unidades de las cotas son cm

**Figura 23. Diseño 3D de sistema de tracción de filamento**



Fuente: Elaboración propia en Autodesk Inventor

Nota: Se realizó el diseño en 3D del sistema de tracción de filamento para estandarizar el diámetro de la extrusión.

**Figura 24. Parámetros de diseño para sistema de tracción de filamento**

Parameters

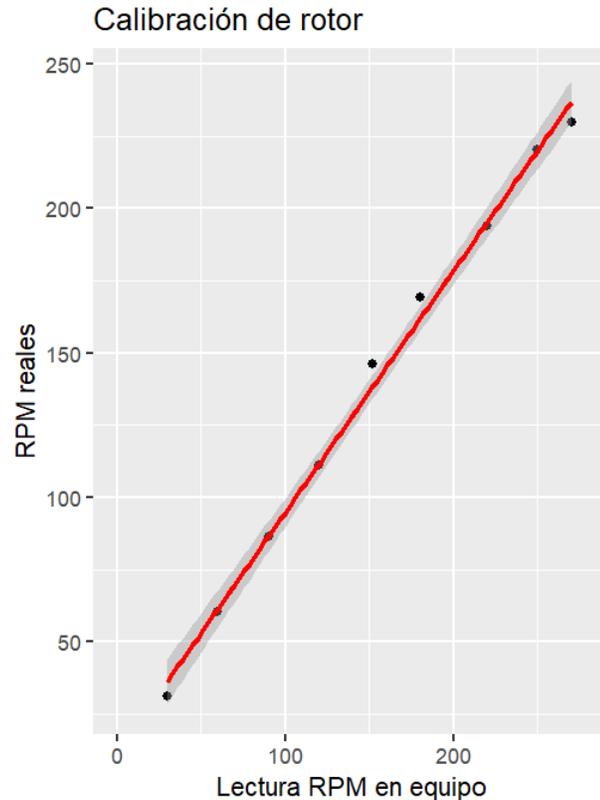
Parameter Name	Consumed by	Unit/Type	Equation
Model Parameters			
ancho_base	Sketch1	mm	100 mm
largo_base	Sketch1	mm	250 mm
altura_base	Extrusion1	mm	30 mm
d3	Extrusion1	deg	0.0 deg
ancho_postes	Sketch2	mm	20 mm
largo_postes	Sketch2	mm	40 mm
espacio_entre_postes	Sketch2	mm	120 mm
altura_postes	Extrusion2	mm	200 mm
d8	Extrusion2	deg	0.0 deg
distancia_final_poste_primer_agujero	Sketch3	mm	20 mm
espacio_entre_agujeros	Sketch3	mm	62 mm
diametro_agujeros	Hole1	mm	10 mm
User Parameters			

Fuente: Elaboración propia en Autodesk Inventor

Nota: Se realizó el diseño de sistema de tracción y en la figura se muestran las dimensiones más importantes para el mismo, teniendo como objetivo principal que la separación entre llantas fuera de 3 mm exactos, en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

## B. Calibraciones en el equipo.

Figura 25. Curva de calibración de velocidad en rotor



Fuente: Elaboración propia en RStudio

Notas: Se realizó la curva de calibración con los datos obtenidos por la metodología de calibración de rotor, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue un tacómetro de laser *Extech* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  rpm, ver Figura 20 tacómetro, en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

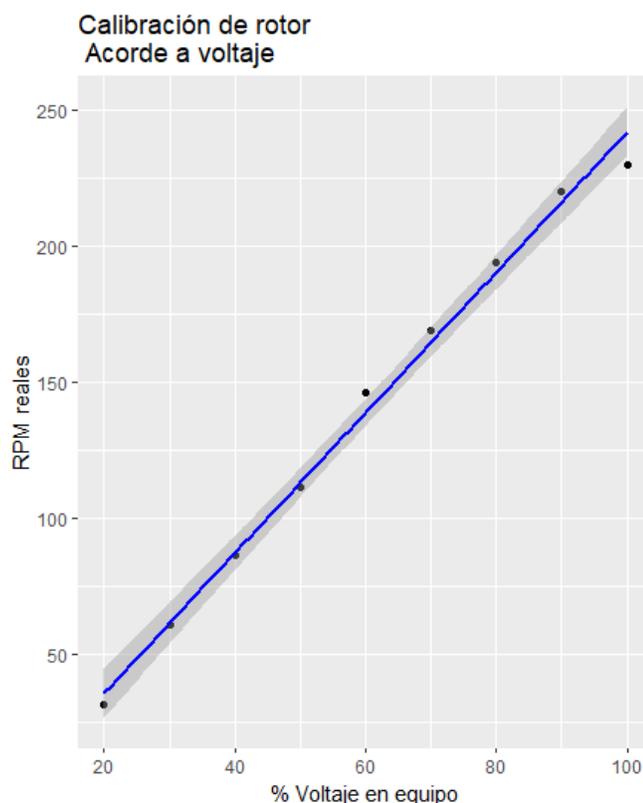
**Cuadro 12. Valores de ecuación de la curva de calibración del rotor**

	Valor	Error típico
Pendiente	0.83645	$\pm 0.02201$
Intercepto	11.22128 RPM	$\pm 3.7867$ RPM
$R^2$	0.9954	-
Ecuación	$y (RPM) = 0.8365x + 11.2213 (RPM)$	

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvo los valores de la ecuación de curva de calibración con los datos obtenidos por la metodología de calibración de rotor, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue un tacómetro de laser *Extech* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  rpm, ver Figura 20 tacómetro, en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

**Figura 26. Curva de calibración de rotor con relación al % de voltaje utilizado**



Fuente: Elaboración propia en RStudio

Notas: Se realizó la curva de calibración con los datos obtenidos por la metodología de calibración de rotor, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue un tacómetro de laser *Extech* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  rpm, ver Figura 20 tacómetro, en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

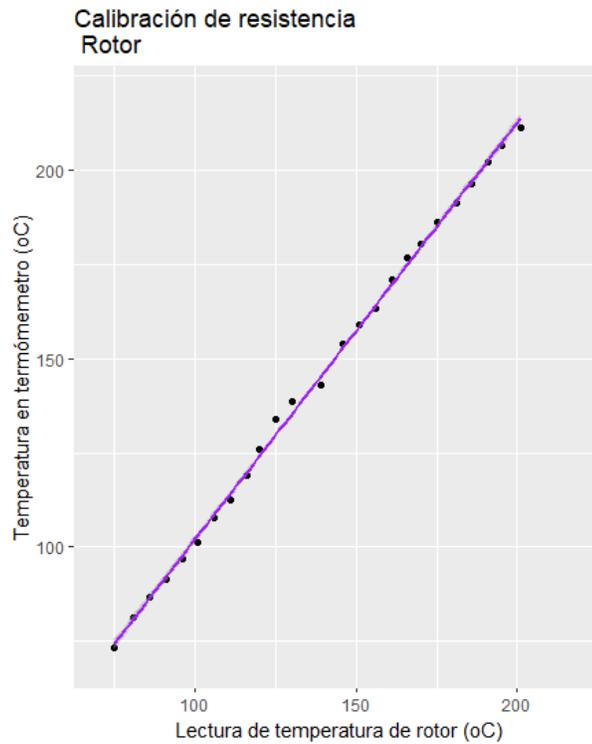
**Cuadro 13. Ecuación de curva de calibración de RPM acorde a % voltaje**

	Valor	Error típico
Pendiente	$2.57900 \frac{RPM \text{ reales}}{\% \text{ Voltaje}}$	$\pm 0.08039 \frac{RPM \text{ reales}}{\% \text{ Voltaje}}$
Intercepto	-16.00667 RPM	$\pm 5.25112$ RPM
$R^2$	0.9923	-
Ecuación	$y (RPM) = 2.5790 \left( \frac{RPM \text{ reales}}{\% \text{ Voltaje}} \right) x - 16.0067RPM$	

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvo los valores de la ecuación de curva de calibración con los datos obtenidos por la metodología de calibración de rotor, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue un tacómetro de laser *Extech* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  rpm, ver Figura 20 tacómetro, en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

**Figura 27. Curva de calibración de temperatura de resistencia en el rotor**



Fuente: Elaboración propia en RStudio

Nota: Se realizó la curva de calibración de resistencia del rotor con los datos obtenidos por la metodología de calibración de sensores de temperatura y resistencias del rotor y del cabezal, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue termómetro infrarrojo *Digi-Sense* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  °C, ver Figura 18 termómetro, en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

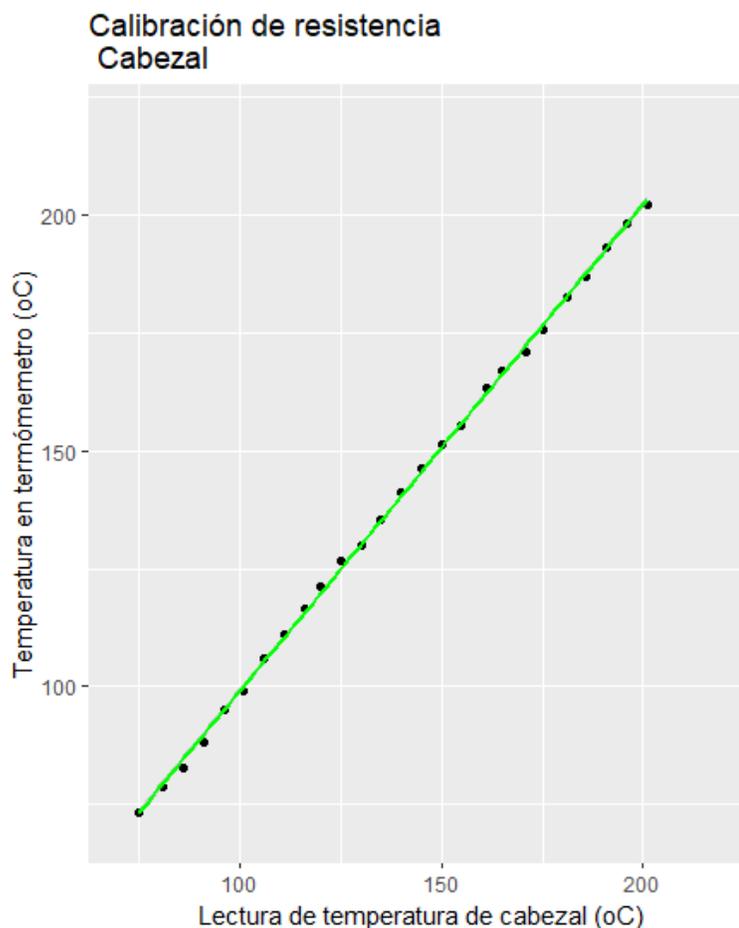
**Cuadro 14. Ecuación de curva de calibración de resistencia en rotor**

	Valor	Error Típico
Pendiente	1.107919	$\pm 0.008699$
Intercepto	-8.786738 °C	$\pm 1.247654$ °C
R <sup>2</sup>	0.9985	-
Ecuación	$y(^{\circ}C) = 1.1079 x - 8.7867 ^{\circ}C$	

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvo la ecuación de la curva de calibración de resistencia del rotor con los datos obtenidos por la metodología de calibración de sensores de temperatura y resistencias del rotor y del cabezal, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue termómetro infrarrojo *Digi-Sense* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  °C, ver Figura 18 termómetro, en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

**Figura 28. Curva de calibración de resistencia en el cabezal / orificio de extrusión**



Fuente: Elaboración propia en RStudio

Nota: Se realizó la curva de calibración de la resistencia en el dado con los datos obtenidos por la metodología de calibración de sensores de temperatura y resistencias del rotor y del cabezal, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue termómetro infrarrojo *Digi-Sense* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  °C, ver Figura 18 termómetro.

**Cuadro 15. Ecuación de curva de calibración de resistencia en cabezal**

	Valor	Error típico
Pendiente	1.032966	$\pm 0.005297$
Intercepto	-4.236480 °C	$\pm 0.757819$ °C
R <sup>2</sup>	0.9993	-
Ecuación	$y(^{\circ}C) = 1.1033 x - 4.2365 ^{\circ}C$	

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvo la ecuación de la curva de calibración de la resistencia en el dado con los datos obtenidos por la metodología de calibración de sensores de temperatura y resistencias del rotor y del cabezal, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue termómetro infrarrojo *Digi-Sense* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  °C, ver Figura 18 termómetro.

**Cuadro 16. Resultados de calibración de reloj indicador**

	Distancia por unidad
Promedio	0.0011 in/u
Desviación estándar	$\pm 4.1093E-07$

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvo un promedio de las pulgadas que indica cada unidad del reloj indicador. Estos datos se obtuvieron acorde a la metodología de calibración de reloj indicador utilizando el pie de rey *Stanley* con incertidumbre  $\pm 1/1000$  in, procedimiento detallado en el capítulo IV, inciso D.

### **C. Implementación de sistemas auxiliares y producción de filamento con perfil comercial**

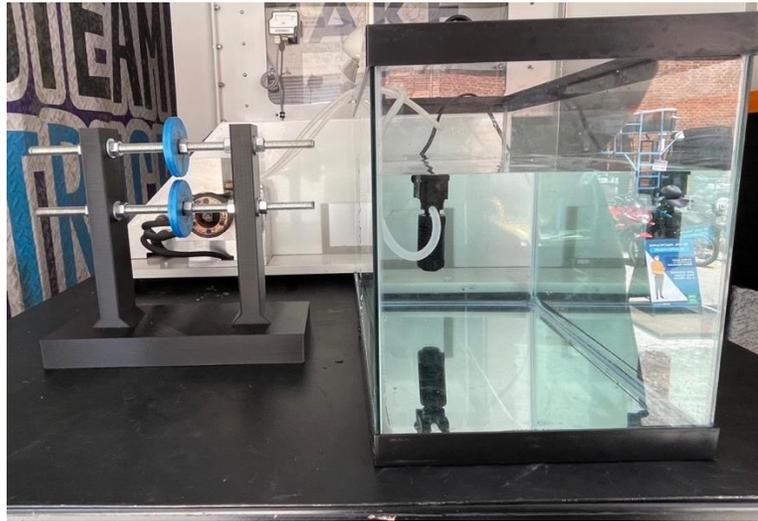
**Figura 29. Vista de planta de la implementación de extrusora y sistemas auxiliares.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se implementó el sistema de recirculación de agua y sistema de tracción para el filamento extruido en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala. Esta figura presenta la perspectiva de planta.

**Figura 30. Vista frontal de implementación de extrusora y sistemas auxiliares.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se implementó el sistema de recirculación de agua y sistema de tracción para el filamento extruido en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala. Esta figura presenta la perspectiva frontal.

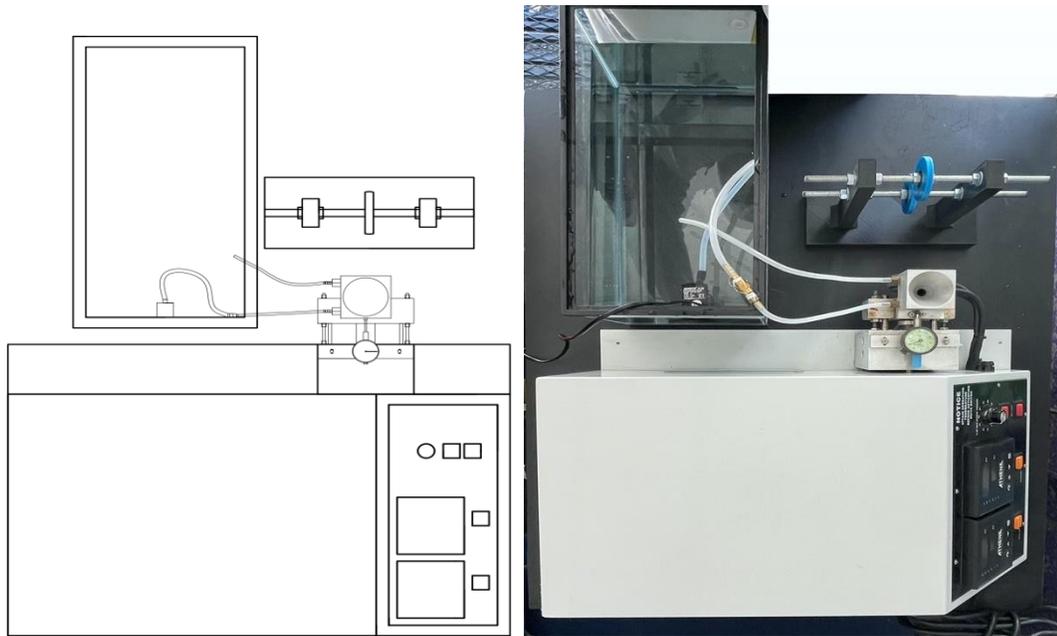
**Figura 31. Vista de perfil de implementación de extrusora y sistemas auxiliares instalados en vista de perfil.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se implementó el sistema de recirculación de agua y sistema de tracción para el filamento extruido en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala. Esta figura presenta la perspectiva de perfil.

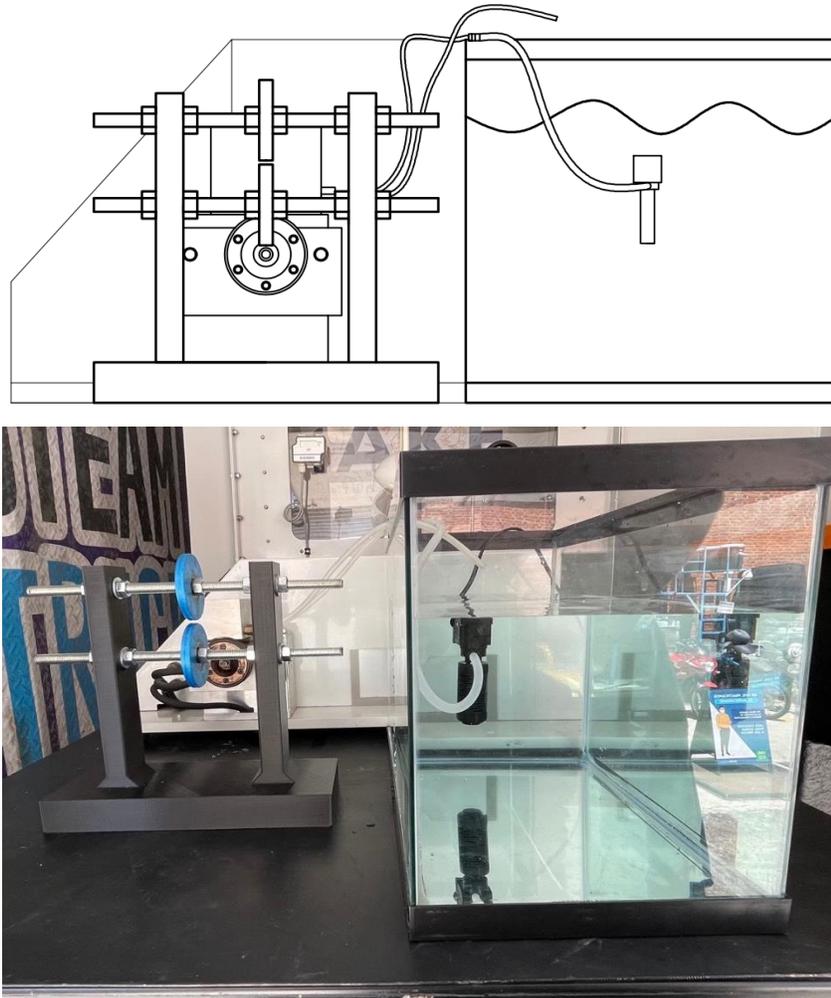
**Figura 32. Comparación entre esquema e implementación de extrusora y sistemas auxiliares instalados en vista de planta.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se implementó el sistema de recirculación de agua y sistema de tracción para el filamento extruido en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala. Esta figura presenta la perspectiva de planta. Se compara la propuesta contra la implementación final.

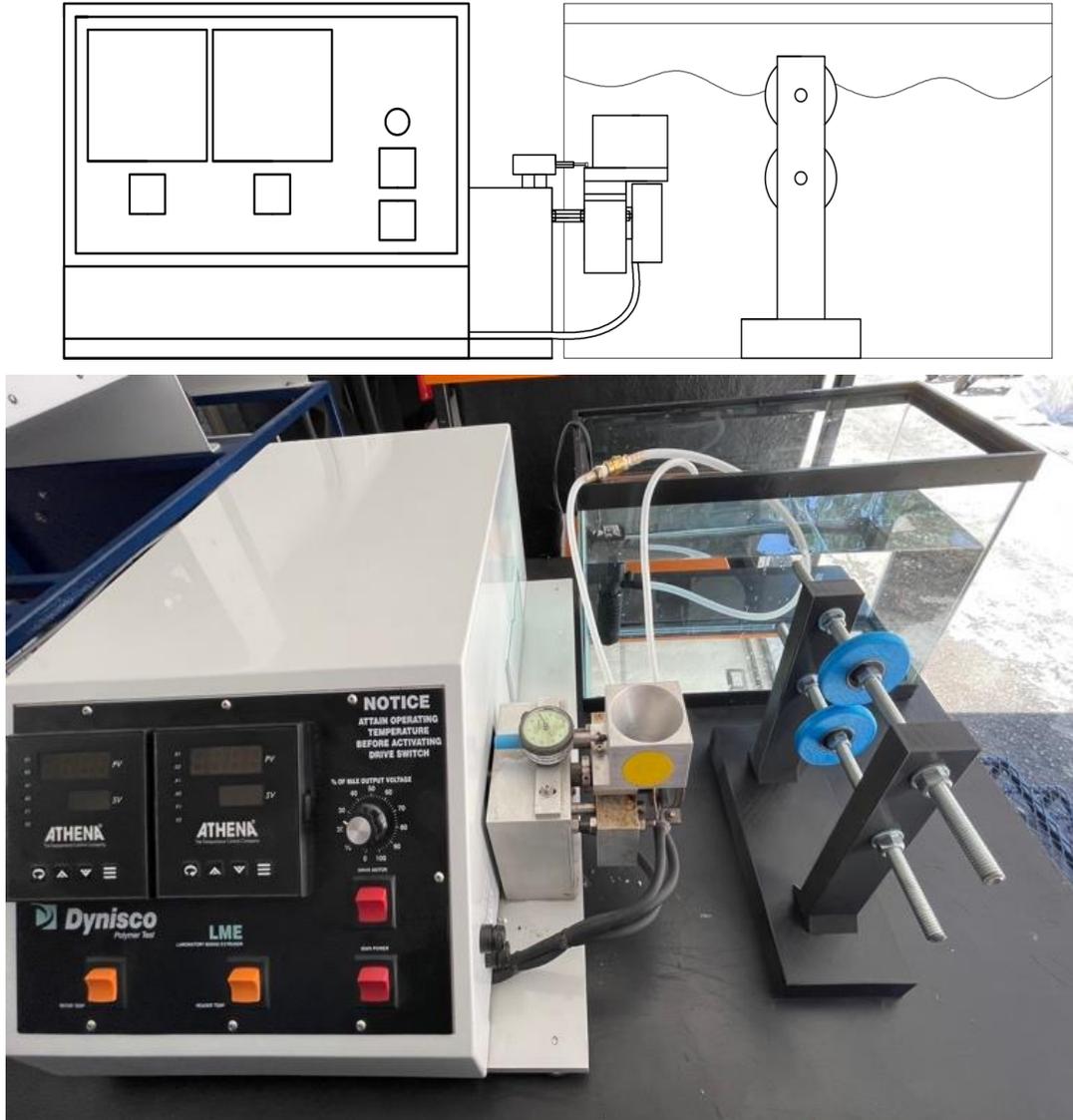
**Figura 33. Comparación entre esquema e implementación de extrusora y sistemas auxiliares instalados en vista frontal.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se implementó el sistema de recirculación de agua y sistema de tracción para el filamento extruido Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala. Esta figura presenta la perspectiva frontal. Se compara la propuesta contra la implementación final.

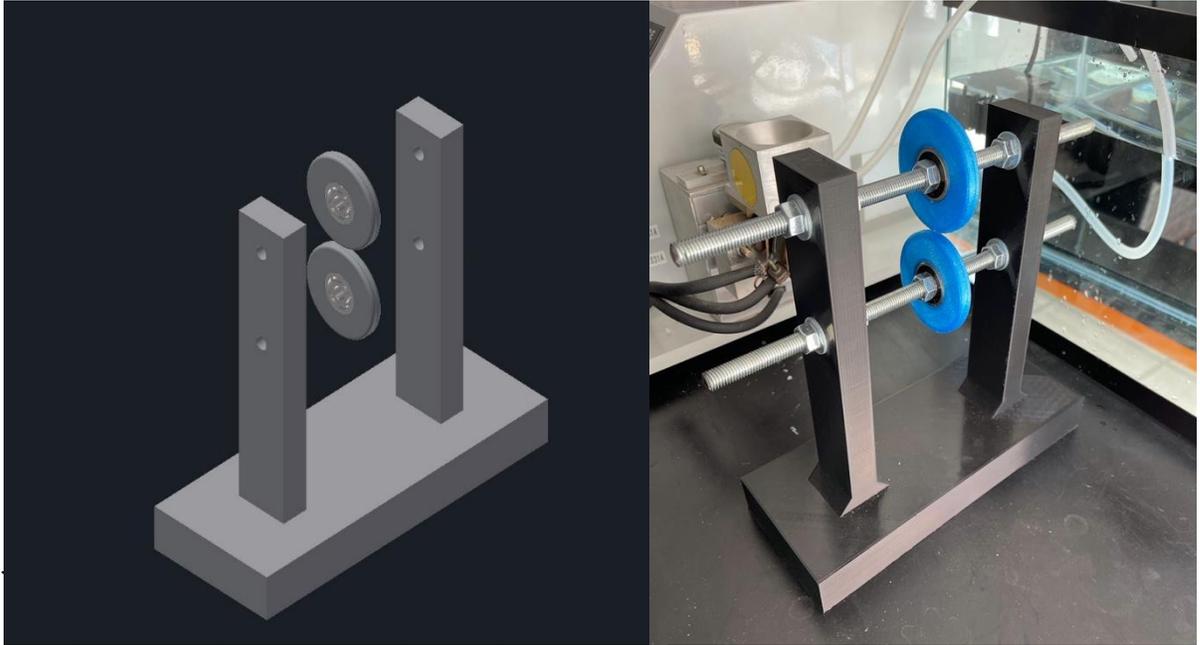
**Figura 34. Comparación entre esquema e implementación de extrusora y sistemas auxiliares instalados en vista de perfil**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se implementó el sistema de recirculación de agua y sistema de tracción para el filamento extruido Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala. Esta figura presenta la perspectiva de perfil. Se compara la propuesta contra la implementación final.

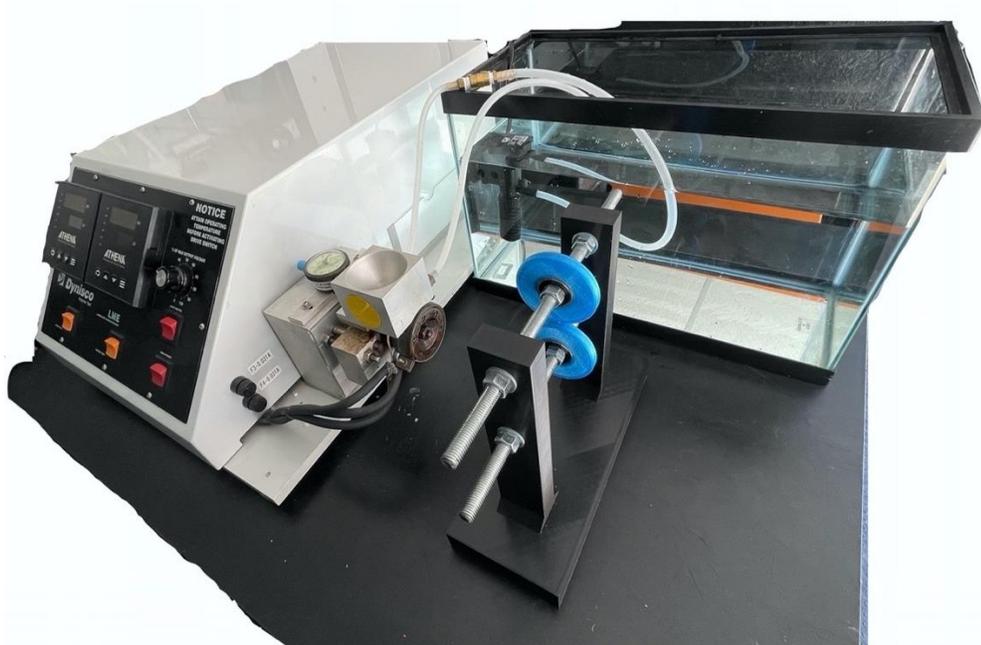
**Figura 35. Comparación entre diseño e implementación de sistema de tracción.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se elaboró el diseño del sistema de tracción y se imprimió en 3D. La base fue impresa con PLA, mientras que las ruedas son hechas a base de TPU. Además, se utilizaron dos cojinetes de bolas *SKF* de 10 mm de diámetro interior.

**Figura 36. Implementación de extrusora con sistemas auxiliares.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se observó la implementación exitosa de la extrusora y los sistemas auxiliares, en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala. Así lució el equipo después de la implementación.

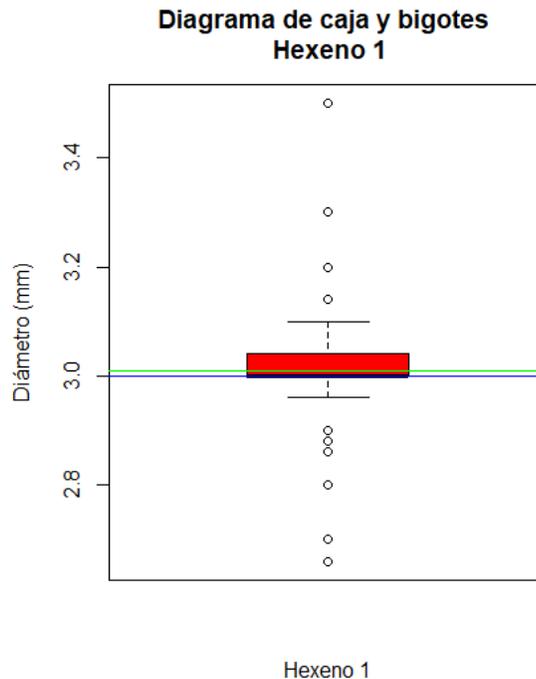
**Cuadro 17. Variación de diámetros de los filamentos en extrusión**

Nombre	Identificador	Diámetro (mm)	Largo (m)
Hexeno 1	L62009H	3.01±0.11	8.39 ± 0.01
Hexeno 2	L62009H	2.79±0.24	8.50 ± 0.01
Baja Densidad	202351	3.23±0.37	6.60 ± 0.01
Fraccional	LDF 0025	3.41±0.36	3.65 ± 0.01
Alta Densidad	FIO 750	3.02±0.14	5.35 ± 0.01
Enable	2705MC	3.06±0.12	7.68 ± 0.01

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se realizaron seis corridas distintas de extrusiones mayores a los 3 metros de largo. En este caso, se trabajó un duplicado de Hexeno, por lo que hay Hexeno 1 y 2, haciendo referencia a qué corrida fue primero. Además, se presentaron los promedios del diámetro junto con su desviación estándar. El código identificador fue asignado por el proveedor de muestras. El diámetro se midió con el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm) y el largo con cinta métrica *Milwaukee* ( $\pm 0.01$  m), en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

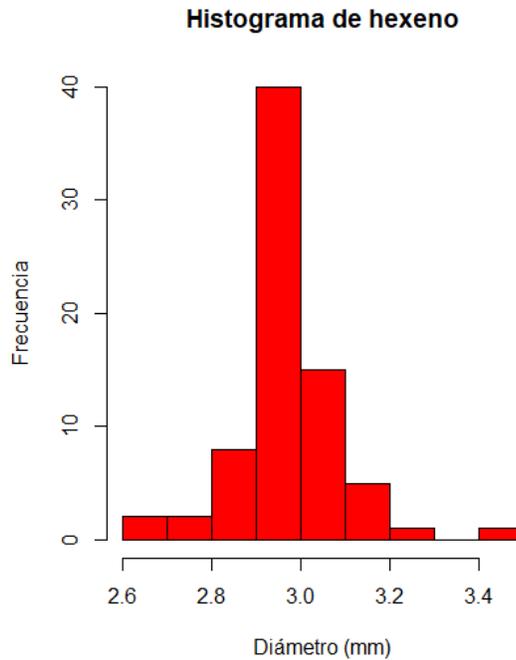
**Figura 37. Diagrama de caja y bigotes de la variación del diámetro a lo largo del primer filamento de polietileno con hexeno.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm) para la medición de los diámetros que componen los datos del diagrama, medidos cada 10 cm a lo largo del filamento. La línea horizontal azul representa la mediana y la verde representa la media. Este análisis se repitió con otras muestras. Los resultados se encuentran en anexos.

**Figura 38. Histograma de la variación del diámetro a lo largo del primer filamento de polietileno con hexeno.**



Fuente: Elaboración propia en RStudio

Nota: Se utilizó el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm) para la medición de los diámetros que componen los datos del histograma, medidos cada 10 cm a lo largo del filamento. Este análisis se repitió con otras muestras. Los resultados se encuentran en anexos.

**Cuadro 18. Propiedades de primer filamento de polietileno con hexeno**

Nombre	Hexeno
Código identificador	L62009H
Largo de filamento	$8.39 \pm 0.01$ m
Fecha	14/07/2021
Media del diámetro	3.009 mm
Mediana del diámetro	3.000 mm
Desviación estándar	$\pm 0.1148$ mm
Diámetro mínimo	2.660 mm
Diámetro máximo	3.500 mm

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvieron los datos estadísticos más representativos de los diámetros anotados, los cuales fueron medidos con el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm), en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala. Este análisis se repitió con otras muestras. Los resultados se encuentran en anexos.

## Resultados de índice de fluidez y densidad

**Cuadro 19. Índice de fluidez experimental de las muestras de polietileno**

Muestra	MFI 1 ( $\pm 0.001$ g/10min)	MFI 2 ( $\pm 0.001$ g/10min)	MFI 3 ( $\pm 0.001$ g/10min)	Media (g/10 min)	Desviación Estándar
Baja densidad	20.502	20.468	23.093	21.354	$\pm 1.506$
Enable	33.243	29.457	22.785	28.495	$\pm 5.295$
antiblock	35.102	27.489	51.22	37.973	$\pm 12.117$
Alta densidad	11.714	10.921	10.437	11.024	$\pm 0.645$
Fracional	11.636	18.947	15.289	15.291	$\pm 3.655$
Hexeno	16.640	15.712	16.953	16.435	$\pm 0.645$
LLDPE polvo	53.57	39.42	34.398	42.463	$\pm 9.942$
LLDPE pellet	46.841	53.752	46.841	48.108	$\pm 5.129$

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvieron los índices de fluidez de ocho muestras distintas, las cuales no están relacionadas con los resultados de los diámetros anteriores, ya que fueron extrusiones preparadas específicamente para estas pruebas a 190 °C y 60% de voltaje. Dichas operaciones se realizaron en triplicado acorde a la metodología de análisis de índice de fluidez en capítulo VI, inciso C. Se utilizó el cronómetro del dispositivo móvil *Iphone* y balanza analítica *OHAUS* ( $\pm 0.0001$ g), en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

**Cuadro 20. Densidad de muestras de polietileno**

Muestra	Densidad 1 (g/mL)	Densidad 2 (g/mL)	Densidad 3 (g/mL)	Promedio	Desviación Estándar
Baja densidad	0.8178±0.0681	0.7309±0.0731	0.8523±0.8523	0.8003	±0.0625
Enable	0.7454±0.0248	0.8707±0.0352	0.8384±0.0938	0.8182	±0.0650
Antiblock	0.9706±0.0277	0.9469±0.0631	1.0249±0.1025	0.9808	±0.0400
Alta densidad	1.0640±0.0967	0.9483±0.0862	1.0909±0.1091	1.0344	±0.0758
Fraccional	0.9701±0.0808	0.8494±0.0472	0.8010±0.0572	0.8735	±0.0871
Hexeno	1.0204±0.1020	1.0972±0.0997	0.9864±0.0986	1.0347	±0.0568
LLDPE polvo	0.9141±0.0397	0.7626±0.0424	0.8109±0.0280	0.8292	±0.0774
LLDPE pellet	0.8680±0.0620	0.8770±0.0214	0.8496±0.0218	0.8649	±0.0139

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvieron las densidades de filamento de ocho muestras distintas. Estos resultados pertenecen a la metodología de análisis de densidad con solución de etanol al 95 % (v/v), del capítulo VI, inciso C. Dichas operaciones se realizaron en triplicado. Se utilizó una probeta de 100 mL *PYREX* y balanza analítica *OHAUS* ( $\pm 0.0001$ g), en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

**Cuadro 21. Densidad de muestras de polietileno**

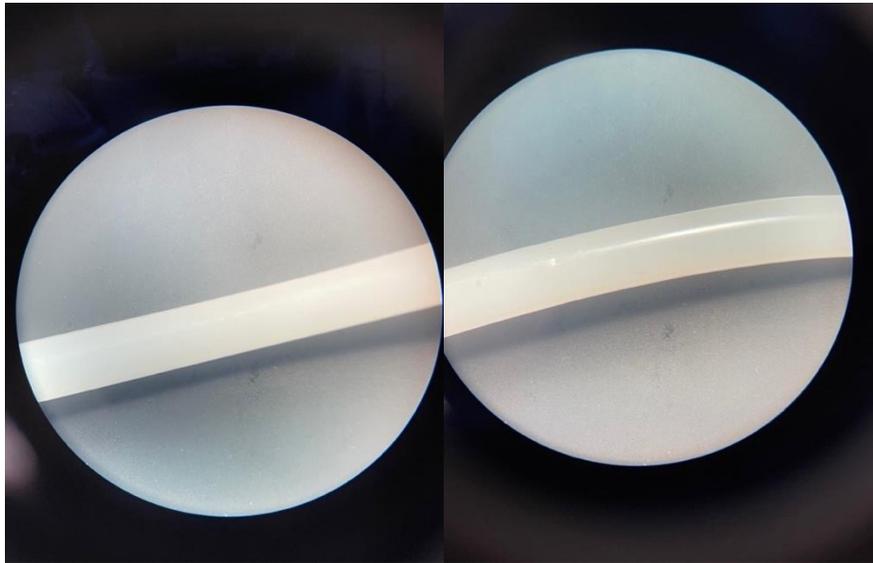
Muestra	Densidad 1 (g/mL)	Densidad 2 (g/mL)	Densidad 3 (g/mL)	Promedio	Desviación Estándar
Enable	1.2039±0.0926	1.1518±0.0352	1.1406±0.0938	1.1654	±0.0338
Antiblock	2.4749±0.4914	1.4471±0.2913	1.1576±0.1028	1.6932	±0.6923
Alta densidad	1.2305±0.0664	1.1324±0.0568	1.1703±0.0790	1.1777	±0.0495
Fraccional	1.0900±0.0691	1.1539±0.0541	1.1130±0.0655	1.1190	±0.0324
Hexeno	1.1114±0.2857	1.2087±0.0811	0.9864±0.0480	1.1022	±0.1115

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvieron las densidades de filamento de ocho muestras distintas. Estos resultados pertenecen a la metodología de análisis de densidad con pie de rey, del capítulo VI, inciso C. Dichas operaciones se realizaron en triplicado. En este caso, no se trabajó con LLDPE en polvo, ni en pellet, ni con polietileno de baja densidad debido a la forma de la extrusión. El método propagaría más el error, en esos casos. Se utilizó un pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$ mm) y balanza analítica *OHAUS* ( $\pm 0.0001$ g), en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

## Análisis de superficie de filamento

**Figura 39. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Hexeno 1”**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el estereoscopio *Premiere* para observar la superficie del filamento, en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala. En este caso, se analizó una muestra de hexeno de la extrusión de 8.39m. Este análisis se realizó con otras muestras. Los resultados se encuentran en anexos.

**Cuadro 22. Resultados del análisis cualitativo de superficie de los filamentos.**

Muestra	Presencia de piel de tiburón	Presencia de fractura de mezcla	Semejanza a perfil comercial
Hexeno 1*	Negativa	Negativa	Positiva
Alta densidad*	Negativa	Negativa	Positiva
Fraccional*	Negativa	Negativa	Positiva
Baja densidad*	Negativa	Negativa	Positiva
LLDPE en polvo**	Negativa	Negativa	Positiva
Antiblock**	Negativa	Negativa	Positiva
LLDPE en pellet**	Negativa	Negativa	Positiva
Baja densidad**	Negativa	Negativa	Positiva
Enable**	Negativa	Negativa	Positiva

Fuente Elaboración propia

Nota: Se resumió la semejanza al perfil comercial de cada muestra trabajada acorde al análisis cualitativo de superficie de los filamentos trabajados, ver Figura 39. Se analizó la presencia de los fenómenos de presencia de piel de tiburón y de fractura de mezcla; que ninguna muestra presentó. Las fotografías utilizadas se encuentran en anexos.

\*Muestra trabajada para una producción de perfil comercial.

\*\*Muestra trabajada para el análisis de MFI, la cuál también se analizó cualitativamente.

### Temperatura de transición vítrea

**Figura 40. Fotografía de diferentes filamentos a 93 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*, en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala. Este análisis se realizó con otras muestras. Los resultados se encuentran en anexos.

**Cuadro 23. Rango de temperaturas de transición vítrea de los filamentos.**

Muestra	Rango de transición vítrea
Baja Densidad	102 °C – 107 °C
Alta Densidad	123 °C – 128 °C
Fraccional	102 °C – 107 °C
Enable	118 °C – 123 °C
Hexeno	113 °C – 118 °C
LLDPE en polvo	112 °C - 123 °C
Antiblock	118 °C – 123 °C
LLDPE en pellets	112 °C – 123 °C

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvo el rango de temperaturas de transición vítrea para los filamentos trabajados. La Figura 40 muestra el análisis, que fue variando cada cinco grados centígrados. Las transiciones completas se encuentran en anexos.

## **D. Manual de operación de extrusora de laboratorio *Dynisco***

A continuación, se encuentra una sección completa con el manual desarrollado para la operación correcta de la extrusora de laboratorio

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA



*Excelencia que trasciende*

**DEL VALLE**  
GRUPO EDUCATIVO

Manual de Operación  
Extrusora de Laboratorio *Dynisco*

## Tabla de contenido

<b>1. Información general del equipo</b> .....	<b>3</b>
<b>2. Introducción</b> .....	<b>4</b>
<b>3. Seguridad operacional</b> .....	<b>5</b>
3.1 Símbolos de seguridad .....	5
3.2 Precauciones operacionales .....	6
3.3 Advertencias .....	7
<b>4. Componentes del equipo</b> .....	<b>8</b>
4.1 Nombres y funciones .....	8
4.2 Controladores de temperatura .....	9
<b>5. Operación del equipo</b> .....	<b>11</b>
5.1 Operación .....	11
<b>6. Calibración de equipo</b> .....	<b>14</b>
<b>7. Limpieza de equipo</b> .....	<b>16</b>
<b>8. Mantenimiento</b> .....	<b>18</b>

## 1. Información general del equipo

En esta página se encuentra la información detallada del modelo de equipo. Esta información se encuentra en la placa de este.

**Tabla 1.** Información de extrusora de laboratorio

Modelo LME-120
Serie No. 280AJF0012
Fusible Principal 5 Amperios
Unifase 115 voltios corriente alterna

**Tabla 2.** Modelo del equipo

Modelo LME-120
LME 280AJF0012
Tipo: Extrusora de Laboratorio

**Tabla 3.** Dimensiones del equipo

Ancho	41 cm
Largo	60 cm
Alto	23 cm
Cabezal (Dado)	Diámetro del orificio 0.3125 cm (1/8 in)
Peso	54.5 kg (120 lb)

**Tabla 4.** Condiciones de operación

Uso en interiores
Altitud: hasta 2000 m
Temperatura ambiente: 16 a 29 °C
Humedad relativa: 80% máximo
Fluctuaciones en el suministro de voltaje: $\pm 10\%$ del voltaje nominal
Grado de polución: 2
Área de Trabajo recomendada: 90 x 60 cm

## 2. Introducción

El manual de operación de la Extrusora de Laboratorio *Dynisco* es un documento que cuenta con la información más importante para el uso del equipo. Esto inicia con la descripción de los símbolos de seguridad, los peligros potenciales y las precauciones necesarias. Luego, está detallada la información sobre los componentes del equipo y su función. Asimismo, se describe el procedimiento para una exitosa extrusión. Por último, se desarrolla la información de la calibración del equipo y la limpieza de este.

Se recomienda leer por completo este manual para asegurar la seguridad del usuario y del equipo. Asimismo, se propician las condiciones para una extrusión exitosa. De no seguir los procedimientos establecidos por el manual, no se puede garantizar la producción correcta de filamento, ni el bienestar físico del operador y de la extrusora.

### 3. Seguridad operacional

En esta sección se encuentran los símbolos de seguridad que aparecerán a lo largo del manual. Además, se describen las principales advertencias y precauciones que se deben tomar en cuenta al operar el equipo.

#### 3.1 Símbolos de seguridad

- **Alto voltaje:** Indica que existe riesgo de electrocutarse si no se siguen las instrucciones adecuadas.



**Alto Voltaje**

- **Peligro de quemaduras:** Indica del posible riesgo de quemaduras si no se siguen las instrucciones.



**Peligro de Quemadura**

- **Advertencia:** Indica de posible daño al equipo si no se siguen las instrucciones.



**Advertencia**

- **Nota:** Indica información importante para la operación.



**Nota**

### 3.2 Precauciones operacionales

El uso de este equipo involucra peligros potenciales. Por lo tanto, es responsabilidad del operador tomar todas las precauciones al respecto. Asimismo, se deben seguir las indicaciones de este manual. En la siguiente tabla se observan las principales precauciones que deben tomarse.

**Tabla 5.** Precauciones operacionales

<b>Precaución</b>
Este equipo debe ser operado como lo indica el manual. De no ser así, tanto el operador como el equipo pueden sufrir daños severos. Antes de iniciar a operar la extrusora, se debe leer por completo el manual de operación. Además, no se debe usar el equipo con pellets con un diámetro superior a 3 mm.
El equipo cuenta con una cubierta que protege todos los componentes eléctricos y mecánicos del equipo. En el interior, no hay partes para ser utilizadas por el usuario. Por lo tanto, si hay algún desperfecto que involucre partes internas se debe comunicar directamente con <i>Dynisco</i> .
Antes de iniciar el proceso de extrusión, verificar que el reloj indicador esté separado 0.020 in (desplazamiento de 18 unidades en el reloj), que la temperatura de rotor y cabezal hayan alcanzado el valor deseado. Además, que el sistema de recirculación de agua esté correctamente instalado y en funcionamiento.
Antes de encender el movimiento del rotor, verificar que haya guantes de protección, una varilla de latón (o bien un tramo de filamento antiguo de 15-20 cm), pellets del polímero en un beaker y una espátula de laboratorio.
Nunca dejar el equipo sin supervisión, al estar en operación.
Después de finalizar la operación, se debe esperar a que el equipo se enfríe. Por lo tanto, no se debe desconectar el sistema de recirculación de agua hasta que se alcance temperatura ambiente en el cabezal y el rotor.
Antes de desconectar el equipo, se debe apagar las resistencias del cabezal y el rotor, el movimiento del rotor y por último el equipo.

### 3.3 Advertencias

En la siguiente tabla se describen las principales advertencias de la operación de la extrusora de laboratorio. El equipo es capaz de alcanzar temperaturas muy altas que pueden provocar daños severos al usuario. Estas partes son el cabezal, rotor, dado de extrusión y el bloque que sostiene todos los componentes.

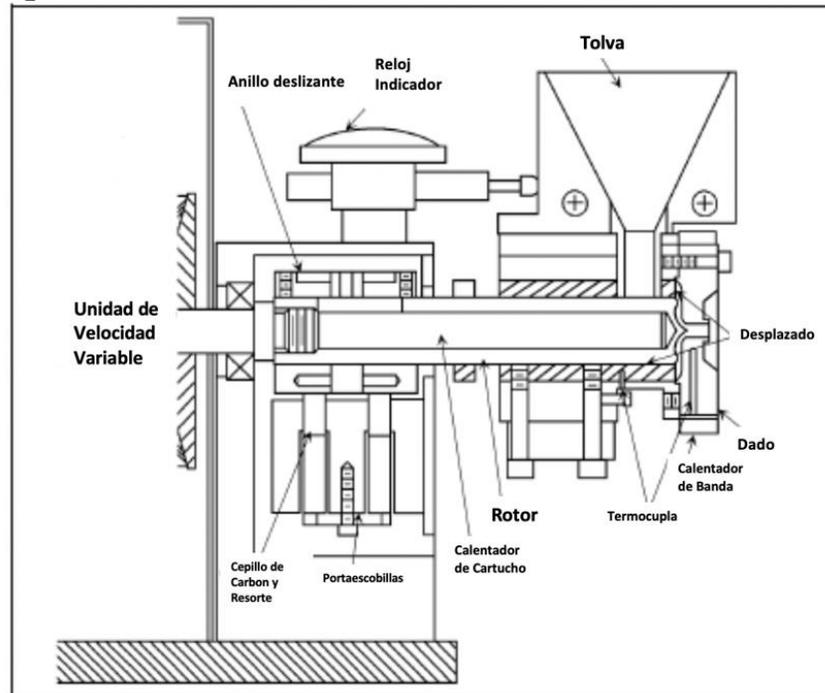
**Tabla 6.** Advertencias en operación

<b>Advertencias</b>
Asegurarse que el equipo esté correctamente conectado a corriente eléctrica.
Este equipo no está diseñado para materias primas muy grandes. Los pellets deben tener un diámetro de 3 mm o menor.
No usar este equipo si se encuentra frío. El rotor puede dañarse permanentemente.
Conectar el sistema de recirculación de agua, antes de encender el equipo.
Debe estar seguro de usar guantes de protección, en todo momento.
Durante la operación, no se debe apagar la resistencia del cabezal ni del rotor.
Debe ser cuidadoso de no introducir la mano en la tolva, aunque el material se atragante. En este caso, se debe utilizar la varilla de latón o el filamento de 15-20 cm para empujar al material.
Antes de realizar mantenimiento, el equipo debe estar apagado y desconectado correctamente. En el caso de realizar mantenimiento en caliente, se debe de utilizar guantes de protección.

## 4. Componentes del equipo

### 4.1 Nombres y funciones

**Figura 1.** Diagrama de extrusora de laboratorio



1. Cabezal: es un componente estacionario que incluye un dado con orificio 1/8 de pulgada. Se puede observar en la Figura 1 como dado.
2. Calentador de Banda del Dado: componente encargado de calentar el dado para mantener una extrusión constante.
3. Bloque de soporte: encargado de dar soporte a todo el mecanismo de extrusión.
4. Rotor: cilindro rotatorio calentado (Figura 1).
5. Tubo de deslizamiento: tubo estacionario entre el bloque y el rotor que guía al polímero hacia el orificio.
6. Tolva: apertura cónica que es enfriada con un sistema de circulación de agua. (Figura 1)
7. Panel de control: encargado de encender el equipo en el botón de *Main Power*, y también de encender las resistencias del rotor y del cabezal. Asimismo, allí se puede iniciar y regular el movimiento del rotor.

## 4.2 Controladores de temperatura

Figura 2. Panel frontal del equipo



1. Variable del proceso. Es un monitor que presenta la temperatura del rotor y cabezal respectivamente.
2. Set point o Valor deseado. Monitor que presenta la temperatura deseada en el sistema. Es la temperatura que se registra con los botones inferiores.
3. Index. Botón para reiniciar los valores de temperatura.
4. Flecha superior. Botón para aumentar la temperatura del set point.
5. Flecha inferior. Botón para reducir la temperatura del set point.
6. Enter. Botón para confirmar la temperatura deseada en el set point y que el sistema empiece a trabajar para llegar a ello.
7. Interruptor de temperatura de rotor. Interruptor para encender las resistencias del rotor.
8. Interruptor de temperatura de cabezal. Interruptor para encender las resistencias del cabezal.
9. Interruptor principal. Interruptor de encendido del equipo.
10. Interruptor del motor. Interruptor de encendido del movimiento del rotor.
11. Perilla de % Voltaje. Perilla para regular la velocidad del rotor.

**Tabla 7.** Velocidad del rotor acorde al % de voltaje

% Voltaje	Nominal (RPM)
10	16
20	30
30	60
40	90
50	120
60	152
70	180
80	220
90	250
100	270

Para seleccionar correctamente un nuevo set point se deben utilizar las flechas hasta alcanzar la temperatura deseada. Al tenerla, se debe presionar enter. Se debe esperar 15 minutos para que la temperatura estabilice. El valor de temperatura máxima del equipo es de 400 °C, de superar esta temperatura el equipo automáticamente se apagará por seguridad.

**Nota**

Si se interrumpe la energía y el equipo se apaga antes de haber presionado el botón “ENTER” para ingresar el nuevo “set point”, el equipo regresará al set point anterior.

La siguiente tabla provee información sobre problemas que pueden ocurrir durante la operación, y cómo resolverlo.

**Tabla 8.** Problemas en la operación.

Problema	Posible causa
El monitor de PV muestra (----) o HHHH	La termocupla necesita reparación o reemplazo.
El monitor de PV muestra LLLL o el valor empieza a decrecer mientras la temperatura aumenta.	La termocupla puede estar puesta al revés.
La temperatura de PV es incorrecta por una diferencia de 30% aproximadamente.	Está conectado el tipo incorrecto de termocupla.
No hay calor.	Cableado del calentador incorrecto o modelo erróneo de salida.
El monitor parpadea o el valor ingresado cambia.	Interferencia electromagnética. Para eliminar picos de alto voltaje, el cableado del sensor y del controlador deberán separarse de líneas de poder con mucho “ruido”. Los dispositivos calentados deben aterrizar correctamente.
El monitor no enciende.	No hay energía o un fusible se quemó.

## 5. Operación del equipo

### 5.1 Operación

#### Ajuste del tamaño del espacio axial

1. Aflojar las cuatro tuercas en las varillas roscadas sobre las que se desliza el bloque de soporte del cabezal.
2. Mover el bloque hacia el frente hasta que el final del rotor toque el interior del cabezal.
3. Colocar el indicador del reloj en el punto cero.
4. Mover el bloque hasta alcanzar un aproximado de 0.018 in (el deseado es 0.020in) en el reloj indicador.
5. Ajustar la tuerca frontal derecha hasta alcanzar 0.020 pulgadas.
6. Ajustar la tuerca frontal izquierda y verificar que se mantengan las 0.020 pulgadas de distancia.
7. De no alcanzar las 0.020 pulgadas se debe aflojar la tuerca derecha o izquierda dependiendo de las observaciones reales.
8. Al alcanzar la distancia deseada, ajustar las tuercas traseras de ambos lados para asegurar la distancia.

#### Extrusión de filamento



**Nota**

Se recomienda que los primeros intentos de operación se realicen con materiales fáciles de procesar como el polietileno de baja o alta densidad.

1. Apagar los interruptores del calentador, rotor y del motor principal.
2. Conectar instrumento a la fuente de energía de corriente eléctrica.
3. Conectar el suministro de agua a la tolva. Los “fittings” están ubicados en la base de la tolva. Se requiere un flujo de 200 centímetros cúbicos de agua por minuto.
  - a. Colocar recipiente de agua, cercano al cabezal.
  - b. Llenar de agua lo suficientemente profundo para que la bomba quede sumergida.
  - c. Sumergir bomba de agua.
  - d. Conectar tuberías de silicón a la bomba y a la tolva.
  - e. Conectar bomba a corriente eléctrica.
  - f. Verificar que el sistema esté recirculando agua correctamente.
4. Encender el equipo, y resistencias del rotor y el calentador.
5. Ajustar la temperatura del rotor y del cabezal aproximadamente 20°C arriba del punto de fusión del material a trabajar. Esto se logra con presionar la flecha hacia arriba hasta alcanzar dicha temperatura. Presionar ENTER para ajustarlo.

**Nota**

Aclaración: si el botón de ENTER no se presiona, el equipo regresará a al “set point” antiguo. Se requiere de un tiempo de 15 minutos para que la temperatura se estabilice.

6. Mientras el equipo se caliente, intentar poner en contacto un pellet del material con la superficie externa de la tolva para ver si se derrite. Cuando empiece a derretirse es una señal de que el instrumento ya está listo para empezar a procesar. Si el pellet se derrite muy rápido es porque está demasiado caliente.
7. Realizar lo mismo con el rotor. Cuando la temperatura del rotor empiece a elevarse, se debe comprobar con un pellet en la tolva y usar la varilla para empujarla gentilmente contra la superficie del rotor. Se debe anotar la temperatura a la que empiezan a derretirse los pellets y ajustar la temperatura del rotor a ese valor. Si el rotor está muy caliente, se debe reducir la temperatura para controlarlo.

**Advertencia**

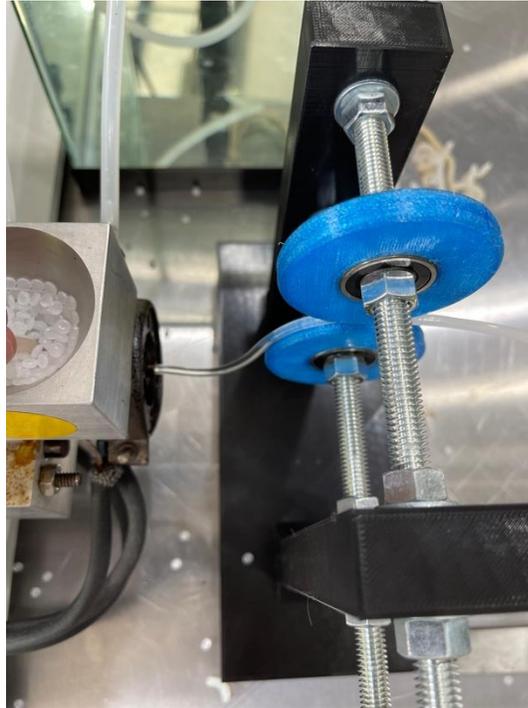
Temperaturas de rotor innecesariamente altas pueden empezar la descomposición del material y pueden dañar el rotor.

**Peligro de quemadura**

En la operación se pueden alcanzar temperaturas muy altas. Siempre debe usarse guantes de protección para operar el equipo.

8. Encender el movimiento del rotor, ya que la extrusora de laboratorio ya es capaz de operar con muestras. Introducir el material lentamente en la tolva. Mientras se llena la zona de extrusión, la muestra derretida empezará a ser extruida del orificio. La operación se estabilizará.
9. Al obtener un buen tramo de filamento, alinear cuidadosamente en el sistema auxiliar de tracción y estandarización de diámetro. Es decir, utilizando los guantes protectores y la espátula, agarrar el filamento (aún caliente) y colocarlo en el medio de ambas ruedas de tracción. Cómo se muestra en la siguiente Figura 3.

**Figura 3.** Sistema de tracción de filamento



10. Al contar con el filamento alineado, se debe mover la rueda superior a la velocidad de extrusión para que este salga con un diámetro uniforme. Se finaliza la operación al obtener el largo deseado.

**Consideraciones importantes:**

- La velocidad variable del motor viene con un sensor para controlar y mantener constante está velocidad a pesar de que haya cargas variables.
- Antes de utilizar la extrusora con otra muestra, se debe extruir al menos 50 g de la nueva muestra para limpiar la cámara de extrusión y que el filamento no sea una mezcla, sino el nuevo polímero.

**Comprobación de diámetro del filamento**

1. Extender el filamento por completo.
2. Realizar medición del diámetro del filamento cada 10 centímetros, utilizando un pie de rey. Anotar todos los diámetros.
3. Calcular la media y desviación estándar de los datos obtenidos.
4. Analizar la desviación estándar. Si el diámetro presenta una desviación estándar menor o igual que  $\pm 0.10$  mm, se considera una baja variación del diámetro en todo el filamento. De ser mayor que  $\pm 0.10$  mm, pero menor que  $\pm 0.14$  mm, aún es aceptable dependiendo del uso y del promedio. Pero si es superior que  $\pm 0.14$  mm se debe volver a extruir el filamento del polímero deseado.

## **6. Calibración de equipo**

### **Calibración de reloj indicador**

Empleando galgas

1. Aflojar las cuatro tuercas en las varillas roscadas sobre las que se desliza el bloque de soporte del cabezal.
2. Mover el bloque hacia el frente hasta que el final del rotor toque el interior del cabezal.
3. Colocar el indicador del reloj en el punto cero.
4. Mover el bloque hasta alcanzar el indicador y la tolva estén lo suficientemente cerca, pero que el reloj indique 0 desplazamiento.
5. Introducir en ese espacio una combinación de galgas que de un ancho de 0.01 pulgadas.
6. Leer el dato y apuntarlo.
7. Repetir pasos 5 y 6 dos veces más.
8. Repetir pasos 5, 6 y 7 para los siguientes anchos 0.02, 0.05, 0.10, 0.15, 0.20 y 0.25 pulgadas.
9. Realizar una curva de calibración y obtener ecuación de la curva.
10. Obtener el resultado de cuanta distancia en pulgadas mide cada unidad del reloj indicador.

Empleando pie de rey

1. Aflojar las cuatro tuercas en las varillas roscadas sobre las que se desliza el bloque de soporte del cabezal.
2. Mover el bloque hacia el frente hasta que el final del rotor toque el interior del cabezal.
3. Colocar el indicador del reloj en el punto cero.
4. Realizar medición con el pie de rey desde la punta del indicador hasta el tubo que lo sostiene. Anotar las pulgadas que hay.
5. Colocar el indicador del reloj hasta su punto máximo desde el tubo que lo sostiene hasta la punta del indicador y anotar medición del reloj y las pulgadas desplazadas acorde al pie de rey (habrá al menos dos revoluciones del medidor, cada una representa 100 unidades medidas).
6. Realizar paso 4 y 5 por lo menos tres veces. Las mediciones deben coincidir entre sí.
7. Restar la distancia medida del pie de rey entre el cero y el punto máximo.
8. Dividir el resultado anterior entre las mediciones correspondientes del indicador en el punto máximo
9. Obtener el resultado de cuanta distancia en pulgadas mide cada unidad del reloj indicador.

### **Calibración de sensores de temperatura y resistencias del rotor y del cabezal**

1. Conectar el equipo a corriente eléctrica.
2. Encender el equipo y la temperatura del rotor y del cabezal. En el instrumento se llaman “main power”, “rotor temp” y “header temp” respectivamente.

3. Determinar la temperatura a 70 grados centígrados en el rotor y cabezal.
4. Utilizar un termómetro calibrado para medir y anotar la temperatura del cabezal y el rotor. Se debe buscar cerca de donde está la termocupla para obtener el valor más exacto.
5. Repetir pasos 3 y 4 aumentando cinco grados por medición hasta alcanzar los 200 grados centígrados.
6. Realizar curva de calibración para obtener ecuación de la curva y obtener la temperatura real en cada punto.

### **Calibración de rotor**

1. Apagar el equipo y desconectar de corriente eléctrica.
2. Remover la banda de calentamiento del dado de extrusión al aflojar el tornillo que lo sostiene. Dicha banda debe colocarse en un lugar seguro y sin mover bruscamente los cables.
3. Remover los tornillos de cabeza hexagonal utilizando llave hexagonal “allen” de 7/64 in. Gentilmente colocar el dado en superficie plana y estable. No se debe dejar que el dado caiga, se retirara con cuidado.
4. Conectar el equipo a corriente eléctrica.
5. Colocar una calcomanía reflectiva en el rotor
6. Encender el equipo y el motor que impulsa al rotor “Drive Motor”.
7. Configurar la velocidad en 20%.
8. Utilizar el tacómetro apuntando hacia la calcomanía en el rotor. El instrumento indicará las revoluciones por minuto y se debe anotar la medición.
9. Realizar dos mediciones más a la misma velocidad.
10. Realizar los pasos 8 y 9 con las siguientes velocidades: 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 y 100%.
11. Realizar curva de calibración con velocidades nominales para los porcentajes medidos para determinar la velocidad real del rotor.

## 7. Limpieza de equipo

### Limpieza de extrusora con bastante tiempo en desuso

1. Verificar que el equipo esté apagado y desconectar de corriente eléctrica.
2. Remover la banda de calentamiento del dado de extrusión al aflojar el tornillo que lo sostiene. Dicha banda debe colocarse en un lugar seguro y sin mover bruscamente los cables.
3. Remover los tornillos de cabeza hexagonal utilizando llave hexagonal “allen” de 7/64 in. Gentilmente colocar el dado en superficie plana y estable. No se debe dejar que el dado caiga, se retirara con cuidado.
4. Utilizar tela de algodón para limpiar el cabezal junto con un palillo de dientes para remover cualquier polímero residual.
5. Remover termocupla del rotor al aflojar el tornillo que lo asegura al equipo.
6. Remover el bloque que sostiene a la tolva y al dado, al deslizarlo de los tubos y el rotor que lo sostienen.
7. Utilizar un cepillo de acero inoxidable para limpiar los tubos de deslizamiento. Además, emplear una almohadilla de acero inoxidable para limpiar el rotor.
8. Ensamblar nuevamente todos los componentes en orden reverso a la limpieza. Utilizar lubricante de antiadherente de altas temperaturas en todas las roscas de los tornillos.

### Limpieza de extrusora después de operación



**Peligro de quemadura**

Este procedimiento requiere guantes térmicos aislados.

1. Mientras el equipo siga caliente, apagarlo y desconectar de corriente eléctrica.
2. Colocarse guantes aislados térmicamente.
3. Remover la banda de calentamiento del dado de extrusión al aflojar el tornillo que lo sostiene. Dicha banda debe colocarse en un lugar seguro y resistente al calor, y sin mover bruscamente los cables.
4. Remover los tornillos de cabeza hexagonal utilizando llave hexagonal “allen” de 7/64 in. Gentilmente colocar el dado en superficie plana y estable. No se debe dejar que el dado caiga, se retirara con cuidado.
5. Utilizar tela de algodón para limpiar el cabezal junto con un palillo de dientes para remover cualquier polímero residual.
6. Remover termocupla del rotor al aflojar el tornillo que lo asegura al equipo.
7. Remover el bloque que sostiene a la tolva y al dado, al deslizarlo de los tubos y el rotor que lo sostienen.
8. Utilizar un cepillo de acero inoxidable para limpiar los tubos de deslizamiento. Además, emplear una almohadilla de acero inoxidable para limpiar el rotor.

9. Ensamblar nuevamente todos los componentes en orden reverso a la limpieza. Utilizar lubricante de antiadherente de altas temperaturas en todas las roscas de los tornillos.

## 8. Mantenimiento

### Revisión en el interior de la caja

1. Desconectar el equipo de la corriente eléctrica
2. Remover la tapa de todo el equipo con mucho cuidado.
3. Revisar el interior del equipo.
4. Revisar específicamente la caja reductora del movimiento del eje.
5. Revisar cada pieza del mecanismo interior y lubricar las partes móviles.
6. Anotar las piezas que ya estén muy desgastadas y realizar una solicitud de compra. Se anticipa una compra por lo menos 3 meses antes de necesitar la pieza.
7. Terminar de lubricar las piezas móviles y de limpiar las piezas fijas.
8. Tapar el equipo nuevamente.
9. Conectar a corriente eléctrica.
10. Encender el equipo y comprobar que funcione el rotor.

Nota: en caso de encontrar una pieza dañada, o encontrar alguna falla en el mecanismo de movimiento. **NO INTENTAR REPARARLO**. Esto debe ser realizado por el proveedor *Dynisco* o su representante autorizado en la región, ya que esto debe ser realizado únicamente por expertos.

## VIII. ANÁLISIS DE RESULTADOS

En el trabajo de graduación “Producción de filamento de resinas de grado comercial en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala” se realizó una esquematización detallada de la instalación del equipo y de los sistemas auxiliares a utilizar; la cual sirvió para la posterior implementación e instalación de dichos equipos. Esta implementación se vio reflejada en la producción de filamento. Asimismo, se calibraron las resistencias y sensores de temperatura, velocidad del rotor y reloj calibrador del equipo. Por último, se desarrolló un manual de operación del equipo para realizar producciones de filamentos con perfil comercial.

En la Figura 22, se observa el esquema de operación de la extrusora de laboratorio junto con los equipos auxiliares. En la vista de planta, se observa un sistema de tracción para conducir al filamento y poder estandarizar el diámetro a 3 mm. Dado el diámetro de 3.125 mm del dado del equipo, se decidió trabajar a 3 mm. Esto facilita al sistema de tracción alcanzar la estandarización deseada, a pesar de que un filamento de 1.75 mm tiene más ventajas operativas. Además, se encuentra un tanque de agua con una bomba sumergible. Esta cumple la función de recircular agua para enfriar la tolva y no permitir que el calor de la cámara de extrusión se transfiera a la tolva. Esto para que los pellets de entrada mantengan esa forma sólida, hasta entrar a la cámara. En la vista frontal, se encuentran dos diseños. Uno con el sistema de tracción y otro sin él. Esto permite entender la conexión de la tubería desde la tolva hasta la bomba de agua. En el diseño, se muestra un adaptador, ya que el sistema lo requiere debido a los diámetros distintos entre la bomba y la salida de la tolva. Con este diseño también se evidencia que es necesario alinear el centro de las llantas del sistema de tracción con el orificio de extrusión del dado, para que el filamento no se desvíe en la operación. Finalmente, la vista de perfil es a la que el operador está acostumbrado, debido a que el usuario debe manejar las variables del tablero del equipo, controlar la velocidad de la extrusión y asegurarse que el filamento esté encarrilado.

El sistema de tracción de filamento tiene una influencia considerable en la calidad del filamento. Especialmente, en el diámetro, largo y características superficiales de este. Considerando estos factores, se diseñó un sistema 3D, en Autodesk Inventor para cumplir con ello. Posteriormente se imprimió en 3D. La base está hecha con filamento PLA, mientras que las ruedas están hechas con TPU. Además, este sistema se complementó con dos ejes horizontales que sostuvieran los cojinetes sobre los cuales están las ruedas. Asimismo, las distancias están especificadas para que la distancia entre ruedas esté a 3 mm. En la Figura 23, se observa el resultado del diseño final, mientras que en la Figura 24 se observa las medidas utilizadas. Las consideraciones más importantes del diseño son que la base es lo suficientemente ancha para ser estable en la operación y que las ruedas cuentan con un perfil en el medio que les permite encarrilar el filamento extruido.

Se realizó la curva de calibración para la velocidad en rotor comparado con la velocidad nominal, Figura 25. Dicha parte del equipo es la encargada de darle movimiento al eje para que desplace el polímero, en su temperatura de transición vítrea. La cual mueve el material desde la cámara hasta el orificio de extrusión, que se encuentra en el dado. Esté se calibró, acorde a la metodología de calibración en el inciso D, del capítulo VI. Se utilizó el tacómetro *Extrech* y se obtuvo la ecuación  $y (RPM) = 0.8365(\pm 0.0220)x + 11.2213 (\pm 3.7867RPM)$  con un  $R^2$  de 0.9954, Cuadro 12. Esto significa que las revoluciones por minuto, que indica el equipo acorde al porcentaje de voltaje, tienen un ajuste muy cercano al valor verdadero. Por lo tanto, el equipo está correctamente calibrado. Cabe resaltar que estos resultados se obtuvieron con un tacómetro calibrado, y los valores utilizados son los promedios de tres mediciones, Cuadro 29.

Además, se obtuvo una curva de calibración para la velocidad de rotor, pero comparado contra el porcentaje de voltaje que indica el equipo, Figura 26. En este caso, se obtuvo  $y (RPM) = 2.5790 \left( \pm 0.0804 \frac{RPM \text{ reales}}{\% \text{ Voltaje}} \right) x - 16.0067(\pm 5.2511RPM)$  con un  $R^2$  de 0.9923, Cuadro 13. En comparación con el anterior, el ajuste de los datos es menos preciso, ya que el coeficiente de determinación está más alejado de uno. Sin embargo, aún presenta valores muy cercanos al valor real. Además, esta calibración es importante ya que el equipo solo indica el porcentaje de voltaje, por lo tanto, la ecuación permite determinar las RPM reales en el momento de operación. Cabe resaltar que, los valores utilizados para realizar las curvas de calibración se encuentran en el Cuadro 29.

En cuanto a las resistencias y sensores de temperatura del rotor y del cabezal, dichas partes del equipo se encargan de mantener la temperatura en la cámara de extrusión y en el dado donde se obtiene el filamento. Es importante que el equipo esté calibrado, ya que de esta temperatura depende el estado del polímero que se trabajó. Es decir, que el equipo realmente alcance las temperaturas que indica, no más y no menos. Ya que bajas temperaturas repercuten en que polímero no alcance la temperatura de transición vítrea y temperaturas muy altas puede iniciar la degradación del material. Se obtuvo la curva de calibración de temperatura en la resistencia y el sensor del rotor, Figura 27. La ecuación de la curva obtenida fue  $y( ^\circ C) = 1.1079(\pm 0.0087) x - 8.7867(\pm 1.2477 ^\circ C)$  con un  $R^2$  de 0.9985, Cuadro 14. En este caso, la temperatura real del rotor es muy cercana al valor nominal que indica el equipo, debido a que el ajuste de los datos es muy bueno porque el coeficiente de determinación es muy cercano a uno. Por lo tanto, se puede utilizar la

ecuación previa para determinar la temperatura real de operación. Se utilizó el termómetro infrarrojo *Digi-Sense*, el cuál ya estaba previamente calibrado, se realizaron tres mediciones y los valores se observan en el Cuadro 30.

Asimismo, se obtuvo la curva de calibración de la resistencia y el sensor en el cabezal, Figura 28. Se obtuvo la ecuación de la curva  $y(^{\circ}C) = 1.1033(\pm 0.0053)x - 8.7867(\pm 0.7578^{\circ}C)$  con un  $R^2$  de 0.9993. Esta curva de calibración fue la que mejor resultado presentó, debido a que el coeficiente de determinación es el más cercano a uno en comparación con las demás ecuaciones. Por lo que la temperatura nominal, que indica el equipo para el cabezal, es la que mejor se aproxima a la temperatura real. Esta calibración, también se realizó en triplicado con el termómetro infrarrojo *Digi-Sense*, el cual ya estaba previamente calibrado, los valores se observan en el Cuadro 31 de los anexos.

En el Cuadro 16, se observan la calibración del reloj indicador. Se obtuvo un promedio de  $0.0011 \pm 4.11E-07$  in/u. Esto se obtuvo a través de la metodología del inciso D del capítulo VI. Se utilizó un pie de rey *Stanley*. Dado que el reloj indicador no tiene dimensionales, sino únicamente unidades. Se determinó el tamaño que le toma para completar su medición máxima. Se realizó en triplicado. Es importante que el reloj esté calibrado ya que la tolva debe mantener una separación de 0.020 in para una operación constante y estable.

En las calibraciones, hubo factores que pueden analizarse como fuentes de error. En el caso de la velocidad del rotor, el método depende de que el tacómetro se encuentre estable. Por lo tanto, una fuente de error es que este instrumento no se encuentre estable. A esto se deben las desviaciones estándar de las mediciones en el Cuadro 29, de los anexos. Por otro lado, la calibración del rotor y del cabezal dependen de que el sistema alcance el equilibrio en la temperatura del sistema, por lo tanto, una posible fuente de error es medir la temperatura antes de alcanzar el equilibrio. Sin embargo, la desviación estándar de estas mediciones fue baja y se observan en los cuadros 30 y 31.

La implementación completa de los sistemas auxiliares para la producción de filamento con perfil comercial se observa en la Figura 29, desde una vista de planta. Además, la Figura 30 comparte la vista frontal. Mientras que la Figura 31 es la vista de perfil de dicha implementación. Esta es la forma en la que debe lucir el equipo y sus sistemas, previo a iniciar la extrusión.

En la Figura 32, se observa la comparación entre la esquematización de la operación y el resultado final del equipo y los sistemas auxiliares. Del lado derecho de la Figura se observa el sistema de tracción y la recirculación de agua correctamente implementados. En este caso, la bomba se sumergió en el interior de tanque y se conectó a la tubería de la tolva. Además, se observa como el sistema de tracción se alineó correctamente con el dado de extrusión. En las figuras 32 y 33, se observan la vista frontal y de perfil del sistema y su comparación entre lo propuesto y el resultado. Además, en la Figura 35, se observa el resultado final del sistema de tracción. Se utilizaron cojinetes *SKF* para darle movilidad a las ruedas, y estas se aseguraron con tuercas. Las arandelas sirven de protección para la base, ruedas y cojinete.

El sistema completamente implementado e instalado se observa en la Figura 36. Este fue el resultado final que sí permitió la operación del equipo para obtener filamentos de diámetro constante, y poder obtener largos mayores a los cinco metros. La Figura 103 de los anexos es un prototipo previo; con otro tipo de sistema de tracción. Sin embargo, este no fue útil ya que el filamento se adhería a la superficie y eso repercutía en que el filamento se acumulara por tramos. Es decir, el diámetro era completamente irregular y no era posible controlarlo. Además, hubo otro inconveniente, cuando el filamento superó la distancia de ese carril, el peso de este hacía que cayera directamente al suelo arrastrando el filamento recién extruído; interrumpiendo por completo la operación. Esta fue la principal razón por la cuál no se logró extruir por más de un metro con esa banda. Finalmente, el sistema de tracción final logró estandarizar los diámetros y permitir una operación constante ya que el peso del filamento residió en las ruedas. Fue este diseño el que logró los resultados que se discuten posteriormente.

Las muestras utilizadas para la producción de filamentos, y para los análisis de MFI y densidad están hechas a base de polietileno. Sin embargo, son 8 muestras distintas que tienen características diferentes, ya sea por aditivos que tenga la materia prima o por el tipo de densidad que presente. Estas son muestras provistas por el Laboratorio de Operaciones Unitarias, que ya cuentan con un nombre y código identificador propio. A lo largo, de este análisis se hará mención al nombre de cada muestra. Las muestras son: “Alta Densidad”, “Baja Densidad”, “Hexeno”, “Enable”, “Fraccional”, “Antiblock”, “LLDPE en pellets” y “LLDPE en polvo”.

En total, se logró producir seis filamentos de largos considerables y de diámetros estables. En el Cuadro 17, se observan los nombres y largos de las seis muestras. Cabe resaltar que todas las muestras son polietileno, sin embargo, el nombre de cada uno cambia acorde al aditivo o sustancia adicional que tenga. Se trabajó un duplicado de “Hexeno”, el primer intento fue de  $8.39 \pm 0.01$  m de largo y  $3.01 \pm 0.11$  mm de diámetro. La segunda muestra fue de  $2.79 \pm 0.24$  mm de diámetro y  $8.50 \pm 0.01$  m de largo. La principal diferencia en diámetro se debe a que esta segunda se sometió a pruebas en el Makers Space de la Universidad del Valle y el diámetro solicitado era menor a 2.80 mm. También se obtuvo “Baja Densidad” presentó un diámetro de  $3.23 \pm 0.37$  mm y un largo de  $6.60 \pm 0.01$  m, “Alta Densidad” de  $3.02 \pm 0.14$  mm y  $5.35 \pm 0.01$  m, “Fraccional” de  $3.41 \pm 0.36$  mm y  $3.65 \pm 0.01$  m, “Enable” de  $3.06 \pm 0.12$  y  $7.68 \pm 0.01$  m de diámetro y largo respectivamente.

Los diámetros de la primera prueba con “Hexeno” se observan en las figuras 37 y 38 con un diagrama de caja y bigotes, y un histograma. En el diagrama se observa como la media y la mediana están muy cerca, lo que sugiere una distribución normal. Sin embargo, se observan muchos datos atípicos, especialmente en la parte superior. Esto es debido a que al inicio del proceso, el filamento suele presentar diámetros mayores. De la misma manera, esto sucede cuando se atraganta el flujo de pellets en la tolva, luego el equipo extruye más material que lo normal. Al observar el histograma, se observa que sigue una distribución normal, pero con un ligero sesgo a la derecha ya que la media está más cerca del valor mínimo que del máximo, Cuadro 18. Finalmente, la media de este filamento es de 3.009

mm y una desviación estándar  $\pm 0.115$  mm lo que significa que se aproxima bien a los criterios de perfil comercial que se ofrecen actualmente.

La segunda prueba de “Hexeno” presentó un diagrama de caja y bigotes, Figura 41, con menor cantidad de datos atípicos, lo que supone una operación más constante y estable, sin embargo, con valores de cuartiles más grandes. Lo que significa que hubo una mayor variación y por eso los datos están más dispersos. El histograma, Figura 42, presenta un histograma con una distribución normal y un pequeño sesgo hacia la izquierda. En este caso, la variación de los datos se debe al objetivo de trabajo que era obtener un diámetro menor a 2.80 mm. Esto provocó que la extrusora trabajara con una velocidad mayor, y que el sistema de tracción tuviera que conducir más rápido el filamento sin que este tocara la rueda superior. Es decir, las ruedas no estandarizaron estos diámetros. La media obtenida fue de  $2.80 \pm 0.24$  mm, Cuadro 24. En este caso, el diámetro sí fue el deseado pero la desviación estándar es muy alta para ser considerada como un perfil comercial.

El diagrama de caja y bigotes de “Baja Densidad”, Figura 43, presentó únicamente un valor atípico. Sin embargo, se observa que los cuartiles están más espaciados. Esto significa que hubo muchos diámetros que variaron respecto a la media, y solo uno fue extremadamente grande. Por otro lado, el histograma, Figura 44, confirma la presencia de bastantes datos que están cerca del objetivo, pero que son superiores o inferiores. Además, tiene un pequeño sesgo a la derecha debido al valor atípico. Estas variaciones se deben al tipo de material y la temperatura de extrusión. Se trabajó a 145 °C, sin embargo, en la operación el material rápidamente regresaba a su estado sólido después de estar en transición vítrea, y estos pellets presentaron más atragantamiento en la tolva, que las demás muestras. Esto no permite una operación regular. La media fue  $3.324 \pm 0.369$  mm. La desviación estándar es muy alta para ser de perfil comercial.

El filamento “Fraccional” presentó un diagrama de caja y bigotes, Figura 45, con valores atípicos en la parte inferior. Además, la media y mediana son casi iguales. Esto indica una distribución normal. De igual manera, los tamaños de los cuartiles indica que hay mayor variación entre los valores. Al observar el histograma, Figura 46, se observa que sí tiene una distribución normal, con un sesgo a la izquierda. Esto se debe a que la diferencia entre el valor mínimo y la media es mucho mayor que la diferencia entre el máximo y la media. La media fue de  $3.409 \pm 0.362$  mm, Cuadro 26. En este caso la desviación estándar es muy grande. Estas variaciones se deben a las propiedades del material y la temperatura de operación. A pesar de ser manejable, dicho filamento ya era extruido con mayor diámetro de lo normal y el sistema de tracción no lo pudo corregir. Este material fue el más rígido, una vez alcanzaba su estado sólido.

El filamento de polietileno de “Alta Densidad” de largo 5.35 m presentó un diagrama de caja y bigotes, Figura 47, con una separación menor entre cuartiles, comparada con las otras muestras. Además, hubo datos atípicos en la parte superior e inferior. El histograma, Figura 48, presentó una distribución normal, y los valores entre 2.9 y 3.0 fueron los más frecuentes. Esto se refleja en el diámetro de  $3.021 \pm 0.141$  mm, Cuadro 27. Filamento que sí se asemeja a un perfil comercial. En este caso, el material fue más fácil de trabajar. Incluso, en estado sólido fue más flexible que otros. El sistema de tracción sí

funcionó ya que logró estandarizar el diámetro y mantenerlo con una desviación estándar baja.

El diagrama de caja y bigotes de “Enable”, Figura 49, presenta una diferencia muy pequeña entre cuartiles. Además, presenta bastantes valores atípicos en la parte superior. La media y mediana son prácticamente iguales. Esto indica que hubo poca variación en toda la operación y fueron pocos los datos que no cumplieron con esta tendencia. En el histograma, Figura 50, se observa una distribución normal con un sesgo a la derecha. Además, la media fue de  $3.062 \pm 0.116$  mm, la cual sí se asemeja a un perfil comercial. Este material también fue fácil de trabajar, y el sistema de tracción cumplió su trabajo estandarizando el diámetro y manteniendo una desviación estándar baja. La operación fue estable y constante.

Los histogramas presentaron tendencias de distribución normal, algunos con sesgos debido a los datos. Sin embargo, la presencia de esta distribución se adjudica al teorema del límite central, ya que todos los filamentos cuentan con más de 30 datos de diámetro. Así mismo, algunos tienen colas más grandes, pero es debido a la variación que hubo entre datos. Sin embargo, sí mantienen la tendencia. Los mejores resultados en cuanto a media y desviación estándar fueron “Hexeno 1”, “Alta densidad” y “Enable”. Esto debido a sus bajas desviaciones estándar comparada con los perfiles comerciales, y porque la media es muy cercana a 3.00 mm que era el objetivo del sistema de tracción. Además, algo importante es que cinco de la cuatro de los seis filamentos producidos, fueron de más de 6.6 metros. Siendo los más largos, los dos filamentos de “Hexeno”.

El número de índice de fluidez (MFI) permitió determinar que materiales fueron más fáciles de operar. Al observar el Cuadro 19, el material “LLDPE” presentó los valores más altos para el MFI,  $42.463 \pm 9.942$  g/10min y  $48.108 \pm 5.129$  g/10min para la presentación en polvo y pellets respectivamente. El polietileno lineal de baja densidad es uno de los materiales más fáciles de trabajar industrialmente. Sin embargo, este polímero fue difícil de manejar después de extruido. Le sigue el “Antiblock”, material que fue el que más problemas trajo con su extrusión dado que fue la materia prima que presentó mayor dificultad para su posterior limpieza. Así mismo, la temperatura de operación fue muy alta y se superó la temperatura de transición vítrea.

El MFI de “Baja densidad” y “Enable” fue de  $21.354 \pm 1.506$  g/10 min y  $28.495 \pm 1.506$ g/10 min respectivamente. En este caso, el ritmo de operación era mayor que los demás, pero aún así controlable para el usuario. Por otro lado, “Hexeno”, “Fraccional” y “Alta Densidad” fueron los polímeros con menor MFI,  $16.435 \pm 0.645$  g/10min,  $15.291 \pm 3.655$  g/10min y  $11.024 \pm 0.645$  g/10min respectivamente. Debido a estos materiales poseen una temperatura de transición vítrea más alta. Dichos polímeros fueron los más fáciles de manejar, ya que el proceso de extrusión es de un ritmo menor ya que el flujo disminuye considerable. Esto permite que el sistema de tracción actúe mejor en ellos. Esta es la razón por la que “Alta densidad” y “Hexeno” presentaron los diámetros con un perfil comercial.

En el Cuadro 20, se observan las densidades experimentales de las muestras trabajadas. Estas corresponden a la metodología con etanol al 95%. Práctica que presentó posibles fuentes de error como la medición del volumen desplazado. Esto se reflejó en los resultados, donde la mayoría presentaron valores inferiores al teórico del polietileno de baja densidad de 0.92g/ml. Sin embargo, todas las muestras cuentan con aditivos que modifican ciertas características de los materiales. Además, los resultados son coherentes ya que son valores menores a la densidad del agua, y estos materiales efectivamente flotan en el agua. Razón por la cuál, dicha experimentación se realizó en etanol para asegurarse que los polímeros tocaran el fondo de la probeta.

En el Cuadro 21, se observan las densidades experimentales a través de la estimación de volumen, utilizando las medidas del pie de rey. Estos resultados no son coherentes, ya que todos son valores superiores a la densidad del agua. Valores que no coinciden con que los materiales floten en dicha sustancia. Además, esta es una metodología que propaga el error ya que se asume idealmente que son tubos perfectos.

Una de las características a tomar en cuenta para el perfil comercial es la superficie del filamento. En este caso, se analizó la superficie del filamento de las muestras utilizadas para las pruebas de MFI y de las muestras de las producciones largas, las que sirvieron para el análisis de diámetros. En el Cuadro 22, se encuentran resumidas las características de todas las muestras trabajadas. Cabe resaltar que el objetivo en la extrusión es que no haya fractura en la mezcla, ni efecto antideslizante y que no haya piel de tiburón. Se utilizó el estereoscopio para tener la vista adecuada de cada muestra. Esta es una prueba cualitativa por lo que no habrá valores que determinen si es o no piel de tiburón, efecto antideslizante o fractura de mezcla.

Al observar la Figura 39, se encontró que la superficie del filamento de “Hexeno 1” no presenta ninguna inconformidad. Es bastante lisa y no presenta fracturas en la mezcla. Esto se comprueba con la textura lisa que se visualiza y con el diámetro que es uniforme en ese tramo. La Figura 51, presentó la superficie del filamento de “Alta Densidad” y a diferencia del previo, este sí tiene textura, pero es acorde a las características del material. No hay fractura en la mezcla, ni se observa efecto antideslizante. Por lo tanto, ambas se asemejan a un perfil comercial.

La superficie del filamento “Fraccional”, Figura 52, presenta una textura con pequeñas líneas horizontales. Sin embargo, es parte de sus características como material. Se observa que no es piel de tiburón ya que las líneas son horizontales y se mantiene así a lo largo de todo el filamento. Además, la estructura se mantiene estable por lo que no hubo fractura en la mezcla. La superficie del filamento de “Baja Densidad”, Figura 53, muestra una superficie lisa y sin imperfecciones. Se notan pequeños altibajos, pero es debido a la extrusión. La mezcla no presenta fracturas ni piel de tiburón. Ambas, se asemejan a un perfil comercial.

La superficie del filamento “LLDPE en polvo” presentó variaciones en el diámetro, sin embargo, se observó una superficie lisa. En la parte derecha de la Figura 54, se observa una pequeña deformidad. Esta se debe al contacto que tuvo con otra parte del filamento sólido, de la cuál se tuvo que despegar. En ese caso, la operación no tuvo nada que ver.

Dado que esta muestra era para análisis MFI, no se utilizó el sistema de tracción. En cuanto a la Figura 55 de “Antiblock”, este presentó un diámetro pequeño con una superficie lisa y sin fractura en la mezcla. Por lo tanto, ambas muestras sí se asemejan a un perfil comercial.

Al observar la Figura 56 del “LLDPE en pellet”, ésta presentó una textura lisa y sin fractura en la mezcla. Además, las variaciones en el diámetro se deben a que no se utilizó el sistema de tracción. No hubo efecto antideslizante. La Figura 57 presentó la superficie del filamento de baja densidad utilizado en las pruebas MFI y mantiene las características de superficie lisa y sin fracturas. Nuevamente, variación de diámetro debido al nulo uso del sistema de tracción. Finalmente, la superficie del filamento “Enable”, Figura 58, presentó las mismas características que el filamento previo. En conclusión, todas las muestras sí se asemejan a un perfil comercial en cuanto a la superficie del filamento.

La temperatura de transición vítrea es vital para el proceso de extrusión, ya que es en esta parte donde el polímero es más maleable y aún manejable. En este caso, se utilizó una mufla para determinar los rangos de transición vítrea para los materiales y muestras del filamento. El resumen de los rangos de temperatura de transición vítrea de los filamentos trabajados se encuentra en el Cuadro 23. En la Figura 60, a 102 °C se observa el cambio físico en la muestra de “Baja Densidad” y “Fraccional”, ya que han perdido el color blanco y empieza a ser transparente. Es entre 102 °C y 107 °C que estos materiales presentan su transición. Por otro lado, la muestra de “Hexeno” inició su transición a 113 °C, en la Figura 62, y lo terminó a 118 °C.

En el caso de la muestra de “Enable”, su transición inició en 118 °C, Figura 63, y finalizó a 123 °C, Figura 64. Finalizando, la muestra de “Alta Densidad” fue la última en alcanzar ese cambio debido a sus propiedades físicas. El rango de temperatura fue de 123 °C a 128 °C, Figuras 64 y 65. Una observación importante es que todas las muestras cambiaron simultáneamente con los pellets de materia prima. Por lo tanto, esta característica no se alteró en la operación. Asimismo, se observó que la única muestra en empezar su degradación con el aumento de temperatura fue la muestra de “Alta Densidad”, ya que en la Figura 78 se observa un tono café en la superficie del filamento.

A pesar de que la temperatura de transición vítrea sí se mantiene entre pellets y filamento, se observa que la temperatura de fusión sí es distinta para “Alta Densidad”, “Fraccional” y “Enable”. Esto debido a que, con el aumento de temperatura, se mantuvieron por más tiempo en forma sólida los pellets de “Alta Densidad” y de “Fraccional”. A diferencia de la muestra de “Enable”, que los pellets sufrieron el cambio de estado antes que el filamento.

Por otro lado, se realizó el mismo análisis para las muestras de “LLDPE en pellets” y polvo, y para “Antiblock”. En este caso, se observó que el cambio físico inició a 112 °C para ambas muestras de “LLDPE”, Figura 83, y finalizó a 123 °C, Figura 85. En cambio, para “Antiblock” este proceso inició a los 118 °C, Figura 81, y culminó a los 123 °C. Se observó que la muestra de materia prima en polvo alcanzó antes el punto de fusión, esto debido a la forma en la que viene dicha materia prima. Por otro lado, las otras dos materias primas sí mantuvieron el mismo rango de transición. Finalmente, ambas muestras alcanzaron el punto de fusión entre 157 °C, Figura 92, y 162 °C, Figura 93.

Cabe resaltar que este análisis de transición vítrea fue cualitativo, para estimar el rango de temperatura de transición vítrea a través de los cambios físicos a simple vista. Pero más importante aún, determinar si hubo variaciones de los rangos entre materia prima y filamento extruido. Resultados que indicaron que la mayoría de las muestras coinciden para la transición vítrea, pero sí hay diferencias para el punto de fusión. Diferencia que radica en la presentación de la materia prima, ya que mientras más pequeño sea el diámetro de la partícula, se alcanzará más rápido el punto de fusión.

El análisis de índice de fusión se ve afectado directamente por las estructuras moleculares de los polímeros utilizados. El análisis más importante surge de la comparación entre los polietilenos de alta, baja densidad y baja densidad lineal. En el Cuadro 19, se observa que el que mayor MFI tiene es el “LLDPE” y es porque su estructura molecular larga, y con pocas ramificaciones permite alcanzar rápidamente el punto de transición vítrea. Mientras, que una estructura con más ramificaciones como la de baja densidad, presentó un valor más alto de MFI. Debido a la complejidad de cambio de fase de dicho polímero. Finalmente, el de alta densidad posee una estructura lineal, que facilita el cambio de fase, pero por su densidad requiere más energía para llevarlo a la transición vítrea y eso se refleja en el MFI más bajo.

Además, para el análisis de transición vítrea es importante comparar las estructuras moleculares. En el caso de la muestra “LLDPE” es una estructura larga y con ramificaciones cortas y ordenadas, a diferencia de la muestra “Baja Densidad” que cuenta con una estructura aún más larga, pero con más ramificaciones y desordenadas. Por lo tanto, el punto de temperatura de transición vítrea debería ser menor para “LLDPE” que para “Baja Densidad”. Sin embargo, la temperatura de transición vítrea se encuentra en un rango menor para el de “Baja Densidad” que “LLDPE”. Por lo tanto, se recomienda realizar más pruebas para comprobar dicho rango. O bien, hubo posibles fuentes de error respecto a las condiciones del “LLDPE” que pudieron afectar los resultados.

La implementación de la extrusora de laboratorio y de los sistemas auxiliares presentó resultados satisfactorios. Ya que, se obtuvo filamentos sin piel de tiburón, ni fractura de mezcla para todas las muestras analizadas. Además, se obtuvo tres muestras que presentaron largo y diámetro de perfil comercial. Sin embargo, estos filamentos son de polietileno. Por lo tanto, una oportunidad de investigación es analizar el funcionamiento del equipo para extruir filamentos de otros polímeros. Esto permitirá determinar si la efectividad de la implementación depende del material, o si funciona correctamente con cualquier muestra comercial.

Además, la extrusora de laboratorio y los equipos auxiliares implementados permiten una nueva oportunidad de investigación. Dado que los resultados fueron satisfactorios, se puede realizar un análisis de las características de las muestras de polietileno. El equipo permite variar la temperatura y la velocidad de la extrusión. Por lo tanto, se puede realizar un estudio de características térmicas y cómo esto repercute en el filamento extruido. Esto se puede lograr a través de la variación de la temperatura, manteniendo constante la velocidad de extrusión. De esta manera, se obtendrá un perfil de

filamentos con dichas variaciones. Posteriormente, se realiza otro perfil, pero con la temperatura constante, a distintas velocidades de extrusión. Así se obtendrá una matriz amplia de pruebas para un tipo de muestra. Sin embargo, dicha investigación tendría un enfoque específico en las características del material, y no en el comportamiento del equipo.

Por otro lado, se puede investigar profundamente la efectividad de la implementación de la extrusora y de los sistemas auxiliares, en la producción de filamentos de polietileno. Se recomienda realizar estudios de resistencia mecánica y análisis de propiedades fisicomecánicas para los filamentos extruidos. Esto permitirá obtener resultados más específicos, en conjunto con laboratorios especializados, para comprobar de mejor manera el perfil comercial de los productos del sistema. Esta oportunidad de investigación puede propiciar una mejora continua en el desarrollo de los sistemas auxiliares, ya sea para modificar los existentes o complementar el sistema con nuevos equipos.

Se desarrolló un manual de operación para el uso correcto de la extrusora y de los sistemas auxiliares. Este documento tiene como objetivo guiar y orientar a usuarios nuevos del equipo para que pueda operar y producir filamentos de perfil comercial. Asimismo, que ellos puedan leerlo antes de operarlo y que conozcan cada una de las partes que tiene, y como utilizar los sistemas auxiliares que no incluía la compra de la extrusora. Debido a que este equipo no contaba con un manual, en el Laboratorio de Operaciones Unitarias, se desarrolló para que cualquier usuario pueda operarlo sin necesidad de realizar una investigación al respecto.

Este manual de operaciones cuenta con el capítulo de información general del equipo donde se comparten las dimensiones, modelo, peso y corriente eléctrica necesaria para el funcionamiento del mismo. Luego, un capítulo de introducción para darle la bienvenida a nuevos lectores. Una parte de vital importancia es la de seguridad operacional que contiene símbolos de seguridad y qué significan. De esta manera el lector podrá saber que operaciones involucran potenciales riesgos. Además, se detallan las precauciones operaciones y las advertencias. Luego, se encuentra el apartado de componentes del equipo. En esta parte, el usuario se podrá familiarizar con todas las partes del equipo y sobretodo entenderá como funcionan los controladores de temperatura en el rotor y el cabezal y cómo interpretar los mensajes de error en la interfaz. Le sigue la parte medular del manual, la metodología de operación. En esta sección, se detalla paso a paso cómo se debe conectar el equipo, colocar los sistemas auxiliares y cómo operarlo correctamente. Se encuentran sugerencias importantes para los primeros intentos. La parte de calibración de equipo indica como calibrar cada elemento del equipo, o bien si es necesario solicitar la ayuda directamente del proveedor. El capítulo de limpieza presentó la metodología de como asear la extrusora. Finalmente, la etapa de mantenimiento que explica los procesos que sí puede hacer el usuario y cuándo debe solicitar ayuda al proveedor.

## IX. CONCLUSIONES

1. Se esquematizó la instalación del equipo y el proceso de extrusión, que incluye el tornillo de extrusión, los controles de presión, velocidad de giro, medición y control de temperatura del cuerpo de tornillo y de salida, un sistema de recirculación de agua para enfriar la tolva y un sistema de tracción para la estandarización del diámetro del filamento.
2. Se calibraron las resistencias y sensores de temperatura en el rotor y en el cabezal. De los cuales se obtuvieron las ecuaciones de la curva y el coeficiente de determinación de ambos sensores, que fueron de  $y(^{\circ}C) = 1.1079(\pm 0.0087)x - 8.7867(\pm 1.2477^{\circ}C)$  con  $R^2$  de 0.9985,  $y(^{\circ}C) = 1.1033(\pm 0.0053)x - 8.7867(\pm 0.7578^{\circ}C)$  con un  $R^2$  de 0.9993 respectivamente.
3. Se calibró el rotor del motor de giro del tornillo sin fin, y se obtuvo la ecuación de la curva de la velocidad del mismo:  $(RPM) = 0.8365(\pm 0.0220)x + 11.2213 (\pm 3.7867RPM)$  con un  $R^2$  de 0.9954.
4. Se implementaron e instalaron los equipos auxiliares seleccionados y esquematizados, probando su funcionamiento en la producción de filamentos de diferentes materiales. Con lo que se produjeron cinco muestras de filamentos con un largo mayor a los a cinco metros, de los cuales tres presentaron perfil comercial, con diámetros de  $3.021 \pm 0.141$  mm,  $3.062 \pm 0.116$  mm y  $3.01 \pm 0.11$  mm para alta densidad, enable y hexeno 1 respectivamente.
5. Los filamentos producidos con el sistema implementado se evaluaron cualitativamente, determinando que la superficie de todos los filamentos extruidos no presentó piel de tiburón, ni fractura en la mezcla, y mostraron un comportamiento normalizado de acuerdo al perfil comercial.
6. Se desarrolló un manual de operación para que el usuario sea capaz de utilizar el equipo y los sistemas auxiliares, para producir un filamento de perfil comercial. Dicho manual cuenta con información general del equipo, seguridad operacional, componentes del equipo, metodologías de operación, calibración de componentes del equipo, limpieza y mantenimiento.

## X. RECOMENDACIONES

1. Implementación de un sistema de tracción automatizada, Figura 101 en anexos. Esto permitirá obtener resultados cercanos al perfil comercial al igual que el sistema propuesto en este trabajo, sin embargo, se obtendrán producciones mucho más largas e ininterrumpidas, y rollos de filamento enrollados automáticamente. Asimismo, dicho sistema requiere de una cama de aire para enfriar el filamento en el trayecto entre el dado y la estandarización de diámetro, figura 102 en anexos, ya que para incrementar flujos, la extrusora requiere mayores temperaturas.
2. Adquirir un dado de extrusión, Figura 103, y desarrollar una alternativa a las ruedas del sistema de tracción utilizado en el diseño actual. El sistema implementado puede trabajar con un diámetro de 3.00 mm, pero en la Universidad del Valle de Guatemala, en los laboratorios de impresión 3D, se emplean filamentos de diámetro de 2.80 mm. Por lo tanto, se recomienda desarrollar un set de ruedas que tenga 2.80 mm de distancia y combinarlo con el dado adquirido del mismo diámetro para tener la capacidad de producir filamentos de las características requeridas.
3. Utilizar la extrusora de laboratorio y los sistemas auxiliares para la producción de filamentos de distintos polímeros. Esto permitirá analizar los resultados con diferentes materias primas. Proveyendo así nuevas oportunidades de investigación para agregar equipos auxiliares o modificar los existentes.
4. Realizar estudios de resistencia mecánica y de propiedades físico-mecánicas de los filamentos extruidos, en función de distintas condiciones de operación. Estos análisis pueden realizarse en conjunto con laboratorios especializados. Lo cual aportará más información para clasificar a los filamentos y profundizar respecto a la efectividad del equipo y los sistemas auxiliares.
5. Realizar un estudio complementario de características térmicas y su influencia en el filamento a diferentes condiciones de operación de la extrusora. Es decir, utilizar distintas muestras y analizar los cambios que sufre el filamento conforme se aumenta la temperatura, dejando constante la velocidad del rotor. Además, se debe realizar el mismo análisis, pero cambiando la velocidad con una temperatura constante. Esto permitirá una investigación profunda del perfil de los filamentos, con una matriz amplia de pruebas.

## XI. BIBLIOGRAFÍA

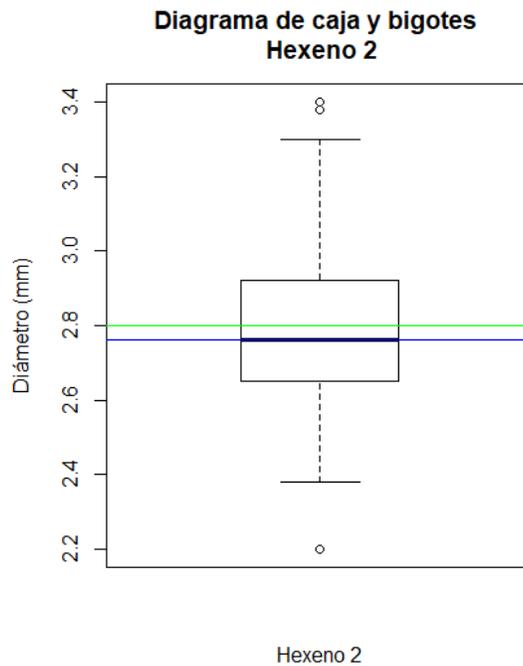
- Bryce, D. (1998). *Plastic Injection Molding: Mold Design and Construction Fundamentals*. Dearborn: Society of Manufacturing Engineers.
- Chafidz, A., Rizal, M., RM, F., Kaavessina, M., Hartanto, D., & AlZahrani, S. (Septiembre de 2018). Processing and properties of high density polyethylene/date palm fiber composites prepared by a laboratory mixing extruder. *Journal of Mechanical Engineering and Sciences*, 12(3), 3771-3785.
- Dynisco. (2016). *Dynisco*. Obtenido de Dynisco Laboratory Mixing Extruder (LME): [https://www.dynisco.com/userfiles/files/lme\\_datasheet.pdf](https://www.dynisco.com/userfiles/files/lme_datasheet.pdf)
- Dynisco. (2016). *Dynisco*. Obtenido de LME - Laboratory Mixing Extruder - Instruction Manual: [http://www.dynisco.com/userfiles/files/lme\\_manual.pdf](http://www.dynisco.com/userfiles/files/lme_manual.pdf)
- Dwamena, M. (2022). *3D Printerly*. Obtenido de 3D Printer Filament 1.75mm vs 3mm: <https://3dprinterly.com/3d-printer-filament-1-75mm-vs-3mm-all-you-need-to-know/#:~:text=A%20product%20called%20a%20plastic,plastic%20filament%20to%20be%20used.>
- Errossa, V. (2005). *Proyectos de Inversión en ingeniería, su metodología*. México. Ed. Limusa. 225 p
- Freund, J., & Simon, G. (1994). *Estadística Elemental* (Vol. 8va ed). Ciudad de México: Pearson.
- Goh, K., Aswathi, M., Sabu, T., & De Silva, R. (2020). *Interfaces in Particle and Fibre Reinforced Composites*. Londres : ELSEVIER.
- Hajiraissi, R. (8 de Mayo de 2019). *Dynisco*. Obtenido de Laboratory Mixing Extruder as Spinning Tool to Fibrillate Droplet Phase of Polymer Blend Systems: [http://www.dynisco.com/userfiles/files/dynisco\\_paper.pdf](http://www.dynisco.com/userfiles/files/dynisco_paper.pdf)
- Izdebska-Podsiadly, J. (2022). *Polymers for 3D printing: Methods, Properties, and Characteristics*. Oxford: Elsevier.

- Levy, S., & Carley, J. (1989). *Plastics Extrusion Technology Handbook*. Nueva York: Industrial Press.
- Mark, J. (2007). *Physical Properties of Polymers Handbook*. Cincinnati: Springer.
- Mintz, R., James, A., & Cooper, J. (2013). Hybrid hyaluronic acid hydrogel/poly( $\epsilon$ -caprolactone) scaffold provides mechanically favorable platform for cartilage tissue engineering studies. *Wiley Online Library*, 1-9.
- Morales, T., Águeda, E., & García, J. N. (2011). *Mecanizado Básico Para Electromecánica*. Madrid: Editorial Paraninfo.
- Stevens, M., & Covas, J. (1995). *Extruder Principles and Operation*. Londres: Chapman & Hall.
- Skoog, D. (2014). *Fundamentos de química analítica*. México. Cengage Learning. Pags 958.
- Tavanaie, M., & Mahmudi, A. (30 de Junio de 2014). Green Engineered Polypropylene Biodegradable Fibers Through Blending with Recycled Poly(lactic) Acid Plastic Wastes. *Journal of Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 53, 1506-15017.
- Van Krevelen, D. (2003). *Properties of Polymers (Vol. 3ra Ed)*. Delft: Elsevier.
- Wagner, J., Mount, E., & Giles, H. (2014). *Extrusion : The Definitive Processing Guide and Handbook (Vol. 2a Ed)*. Waltham: Elsevier.

## XII. ANEXOS

### A. Análisis estadístico de variación de diámetro en filamentos de extrusión.

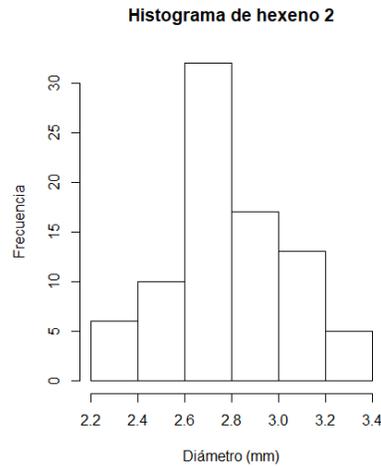
Figura 41. Diagrama de caja y bigotes de la variación del diámetro a lo largo del segundo filamento de polietileno con hexeno



Fuente: Elaboración propia en RStudio

Nota: Se utilizó el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm) para la medición de los diámetros que componen los datos del diagrama, medidos cada 10 cm a lo largo del filamento. La línea horizontal azul representa la mediana y la verde representa la media.

**Figura 42. Histograma de la variación del diámetro a lo largo del segundo filamento de polietileno con hexeno**



Fuente: Elaboración propia en RStudio

Nota: Se utilizó el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm) para la medición de los diámetros que componen los datos del histograma, medidos cada 10 cm a lo largo del filamento.

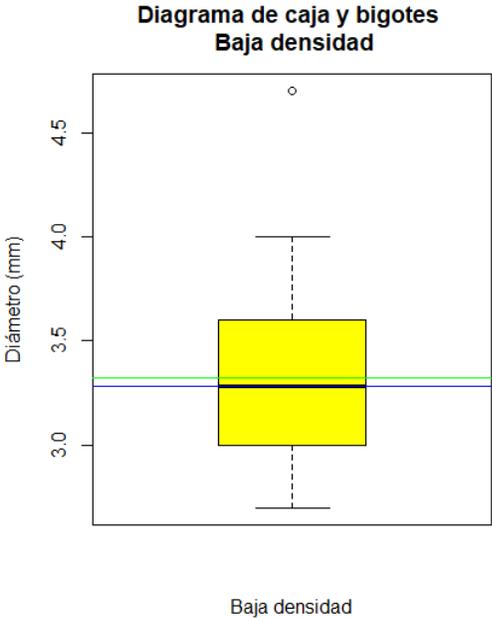
**Cuadro 24. Propiedades de segundo filamento de polietileno con hexeno**

Nombre	Hexeno
Código identificador	L62009H
Largo de filamento	$8.50 \pm 0.01$ m
Fecha	02/08/2021
Media del diámetro	2.799 mm
Mediana del diámetro	2.760 mm
Desviación estándar	$\pm 0.2448$ mm
Diámetro mínimo	2.200 mm
Diámetro máximo	3.400 mm

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvieron los datos estadísticos más representativos de los diámetros anotados, los cuales fueron medidos con el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm), Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

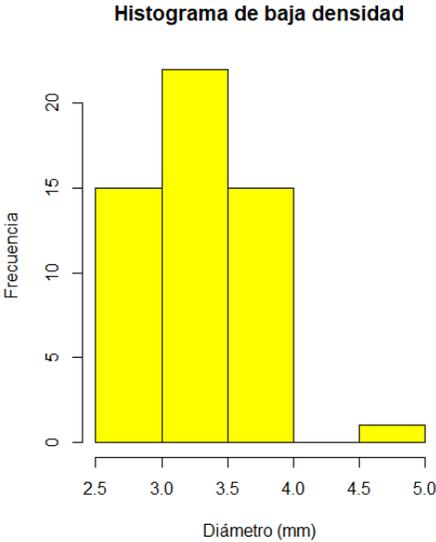
**Figura 43. Diagrama de caja y bigotes de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno de baja densidad**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm) para la medición de los diámetros que componen los datos del diagrama, medidos cada 10 cm a lo largo del filamento. La línea horizontal azul representa la mediana y la verde representa la media.

**Figura 44. Histograma de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno de baja densidad**



Fuente: Elaboración propia en RStudio

Nota: Se utilizó el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm) para la medición de los diámetros que componen los datos del histograma, medidos cada 10 cm a lo largo del filamento.

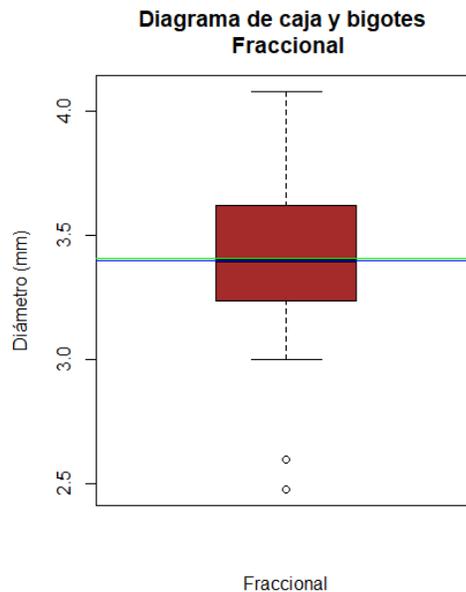
**Cuadro 25. Propiedades de filamento de polietileno de baja densidad**

Nombre	Baja Densidad
Código identificador	202351
Largo de filamento	$6.6 \pm 0.01$ m
Fecha	14/07/2021
Media del diámetro	3.324 mm
Mediana del diámetro	3.280 mm
Desviación estándar	$\pm 0.3691$ mm
Diámetro mínimo	2.700 mm
Diámetro máximo	4.700 mm

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvieron los datos estadísticos más representativos de los diámetros anotados, los cuales fueron medidos con el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm), Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

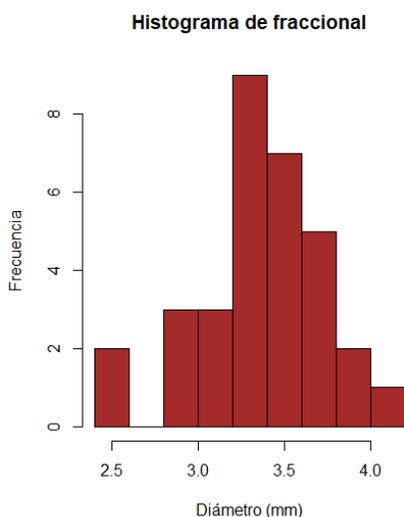
**Figura 45. Diagrama de caja y bigotes de la variación del diámetro a lo largo del filamento de filamento de polietileno fraccional**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm) para la medición de los diámetros que componen los datos del diagrama, medidos cada 10 cm a lo largo del filamento. La línea horizontal azul representa la mediana y la verde representa la media.

**Figura 46. Histograma de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno fraccional**



Fuente: Elaboración propia en RStudio

Nota: Se utilizó el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm) para la medición de los diámetros que componen los datos del histograma, medidos cada 10 cm a lo largo del filamento.

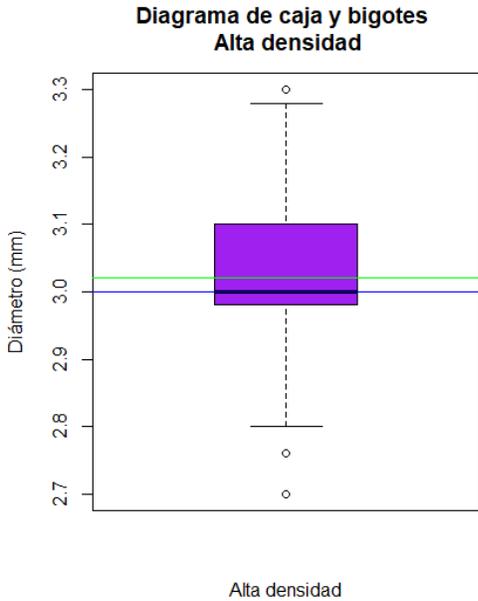
**Cuadro 26. Propiedades de filamento de polietileno fraccional**

Nombre	Fraccional
Código identificador	LDF 0025
Largo de filamento	$3.65 \pm 0.01$ m
Fecha	12/07/2021
Media del diámetro	3.409 mm
Mediana del diámetro	3.400 mm
Desviación estándar	$\pm 0.3618$ mm
Diámetro mínimo	2.480 mm
Diámetro máximo	4.080 mm

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvieron los datos estadísticos más representativos de los diámetros anotados, los cuales fueron medidos con el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm), Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

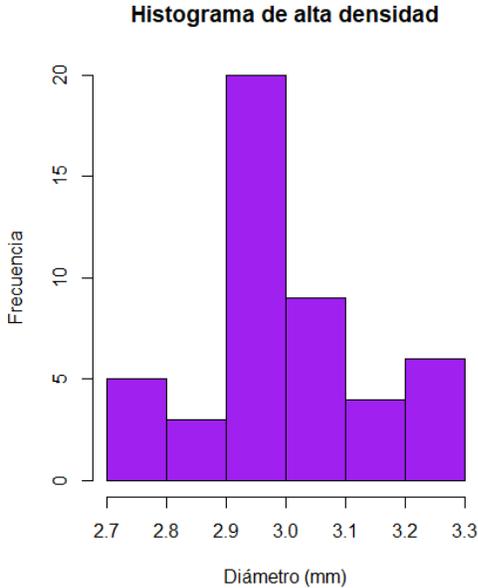
**Figura 47. Diagrama de caja y bigotes de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno de alta densidad**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm) para la medición de los diámetros que componen los datos del diagrama, medidos cada 10 cm a lo largo del filamento. La línea horizontal azul representa la mediana y la verde representa la media.

**Figura 48. Histograma de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno de alta densidad**



Fuente: Elaboración propia en RStudio

Nota: Se utilizó el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm) para la medición de los diámetros que componen los datos del histograma, medidos cada 10 cm a lo largo del filamento.

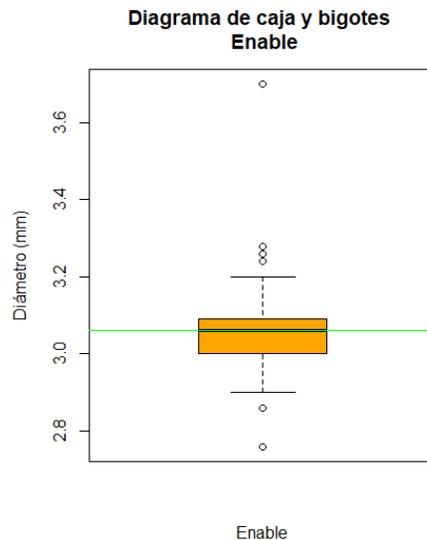
**Cuadro 27. Propiedades de filamento de polietileno de alta densidad**

Nombre	Alta Densidad
Código identificador	FIO 750
Largo de filamento	$5.35 \pm 0.01$ m
Fecha	24/06/2021
Media del diámetro	3.021 mm
Mediana del diámetro	3.000 mm
Desviación estándar	$\pm 0.141$ mm
Diámetro mínimo	2.700 mm
Diámetro máximo	3.300 mm

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvieron los datos estadísticos más representativos de los diámetros anotados, los cuales fueron medidos con el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm), Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

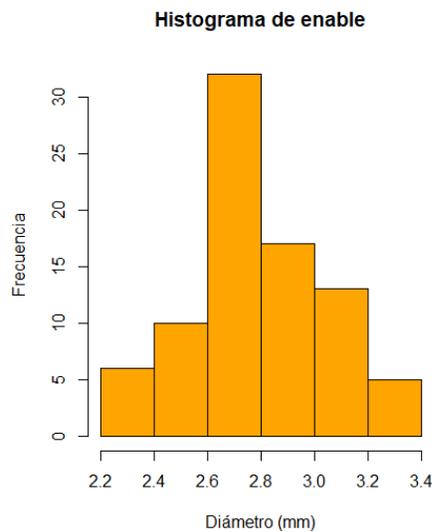
**Figura 49. Diagrama de caja y bigotes de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno con enable**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm) para la medición de los diámetros que componen los datos del diagrama, medidos cada 10 cm a lo largo del filamento. La línea horizontal azul representa la mediana y la verde representa la media.

**Figura 50. Histograma de la variación del diámetro a lo largo del filamento de polietileno con enable**



Fuente: Elaboración propia en RStudio

Nota: Se utilizó el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm) para la medición de los diámetros que componen los datos del histograma, medidos cada 10 cm a lo largo del filamento.

**Cuadro 28. Propiedades de filamento de polietileno de enable**

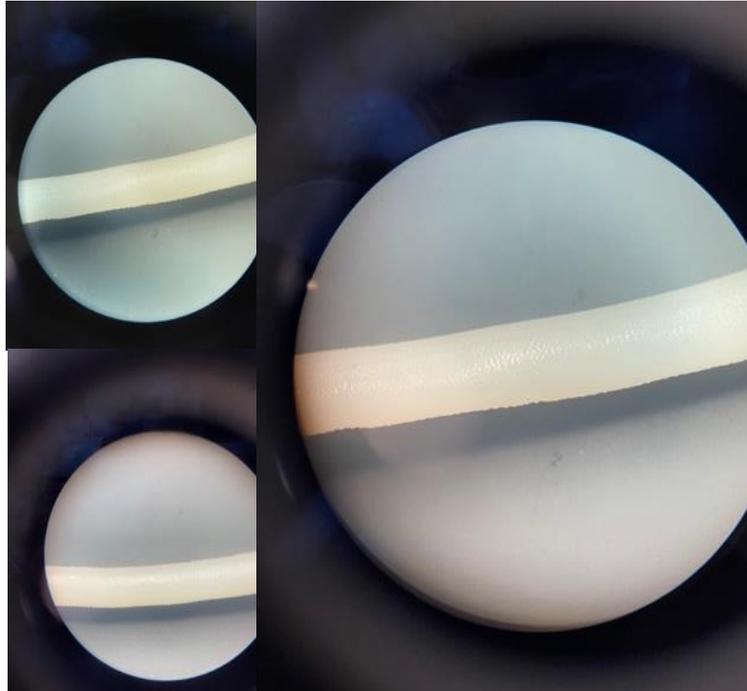
Nombre	Enable
Código identificador	2705MC
Largo de filamento	$7.68 \pm 0.01$ m
Fecha	21/07/2021
Media del diámetro	3.062 mm
Mediana del diámetro	3.060 mm
Desviación estándar	$\pm 0.116$ mm
Diámetro mínimo	2.760 mm
Diámetro máximo	3.700 mm

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvieron los datos estadísticos más representativos de los diámetros anotados, los cuales fueron medidos con el pie de rey *Stanley* ( $\pm 0.01$  mm), en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala.

## B. Referencias ilustrativas de la experimentación del análisis de superficie del filamento.

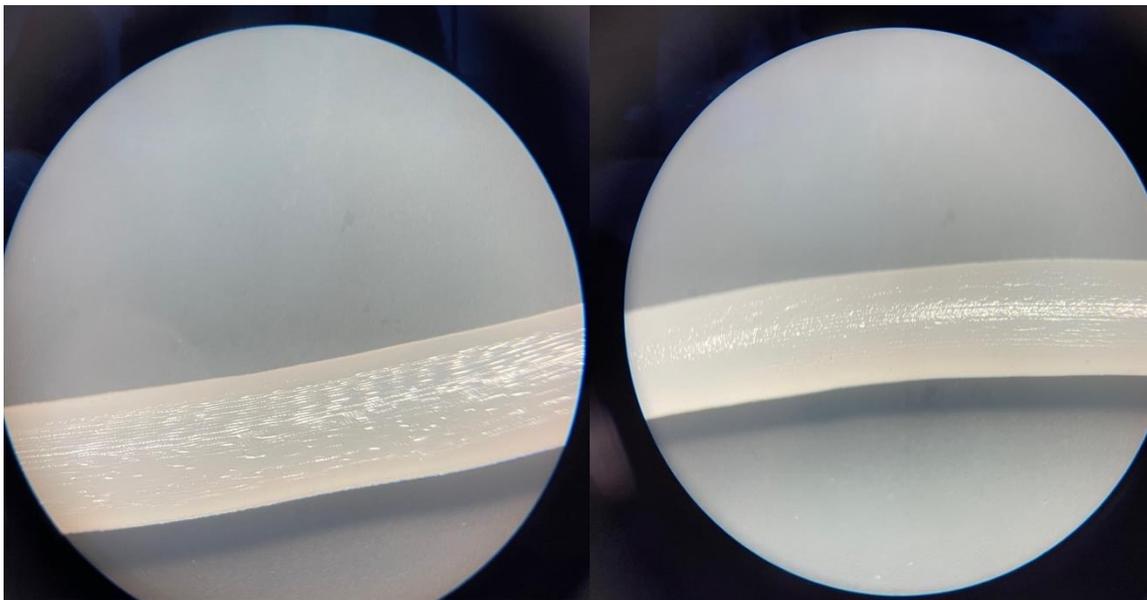
**Figura 51. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Alta Densidad”.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el estereoscopio *Premiere* para observar la superficie del filamento. En este caso, se analizó una muestra de Alta Densidad de largo 5.35m

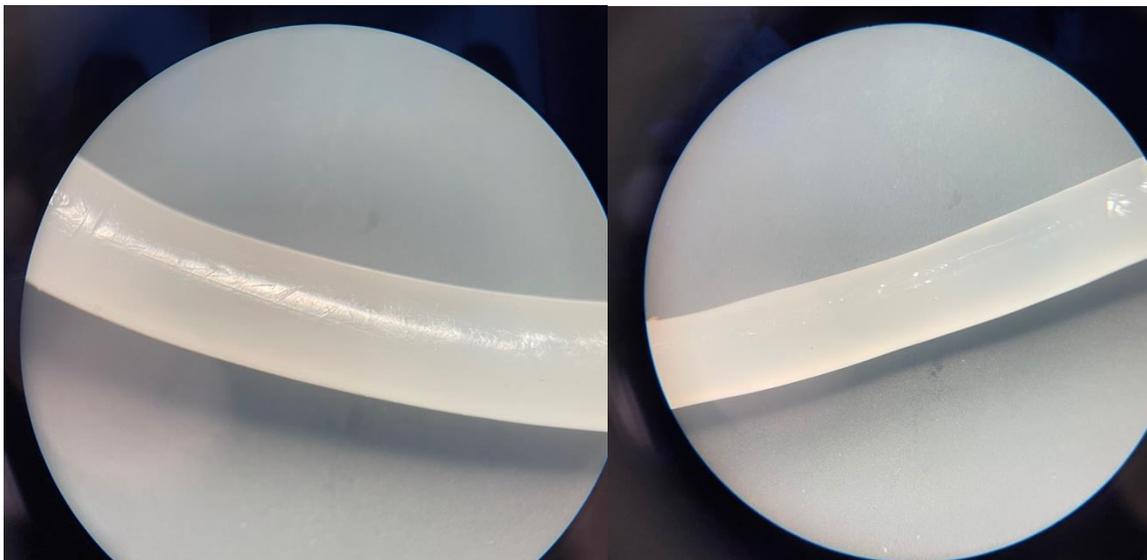
**Figura 52. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Fraccional”.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el estereoscopio *Premiere* para observar la superficie del filamento. En este caso, se analizó una muestra de Fraccional de largo 3.65 m.

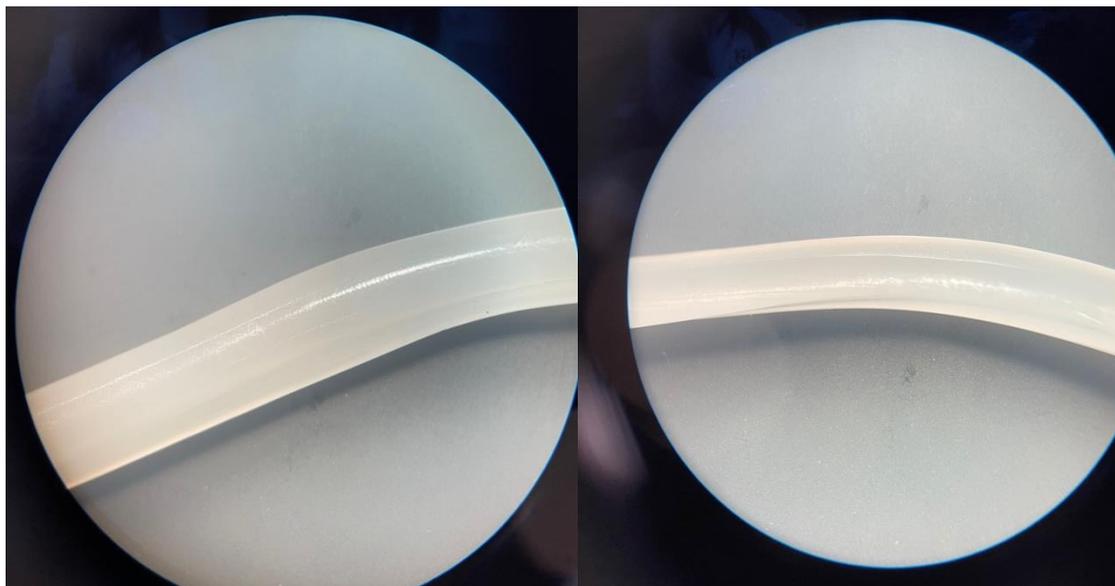
**Figura 53. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Baja Densidad”**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el estereoscopio *Premiere* para observar la superficie del filamento. En este caso, se analizó una muestra de Baja Densidad de largo 6.60 m.

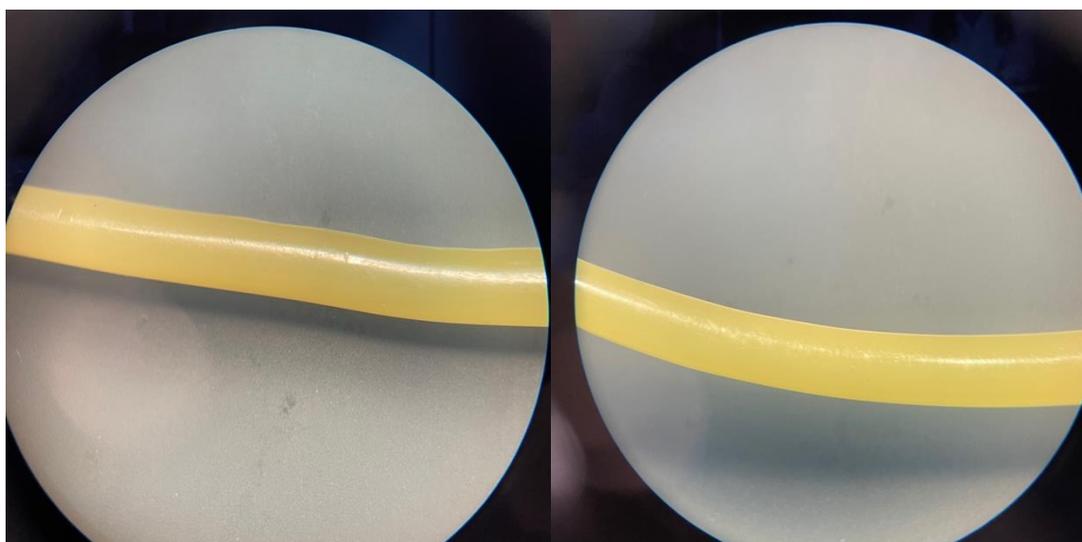
**Figura 54. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “LLDPE en polvo”**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el estereoscopio *Premiere* para observar la superficie del filamento. En este caso, se analizó la muestra utilizada para la determinación de MFI de LLDPE en polvo.

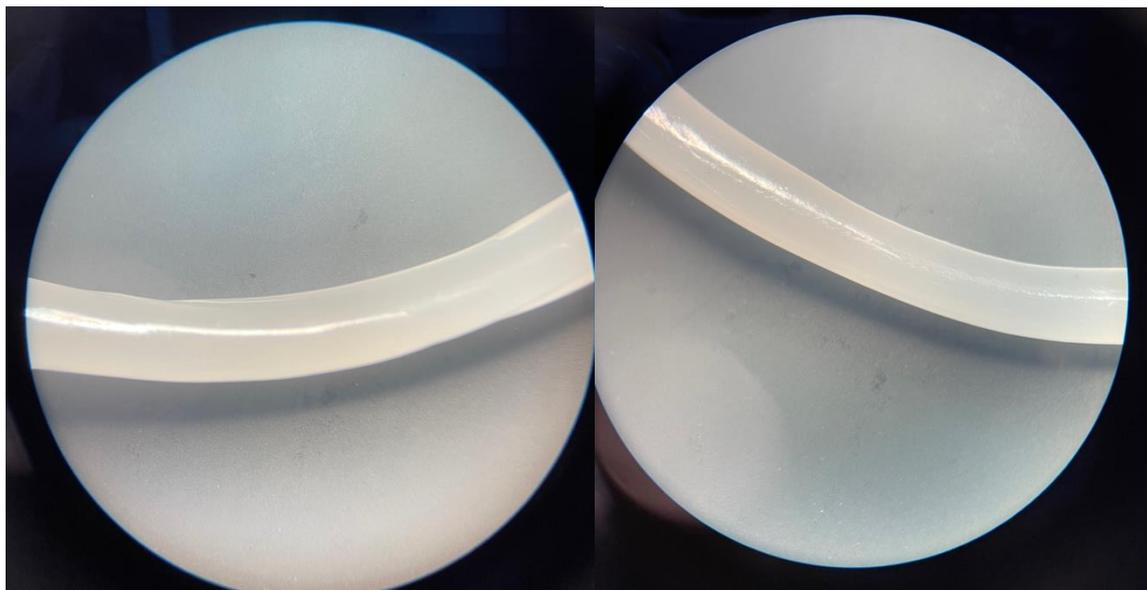
**Figura 55. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Antiblock”**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el estereoscopio *Premiere* para observar la superficie del filamento. En este caso, se analizó la muestra utilizada para determinación de MFI de Antiblock.

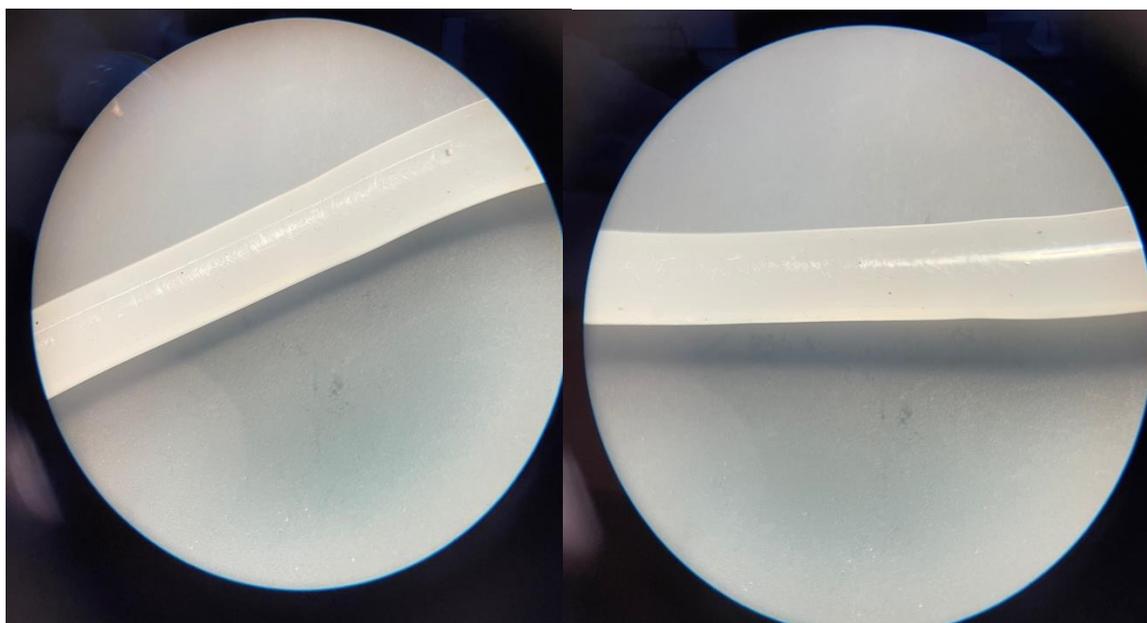
**Figura 56. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “LLDPE en pellet”.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el estereoscopio *Premiere* para observar la superficie del filamento. En este caso, se analizó la muestra utilizada para la determinación de MFI de LLDPE en pellets.

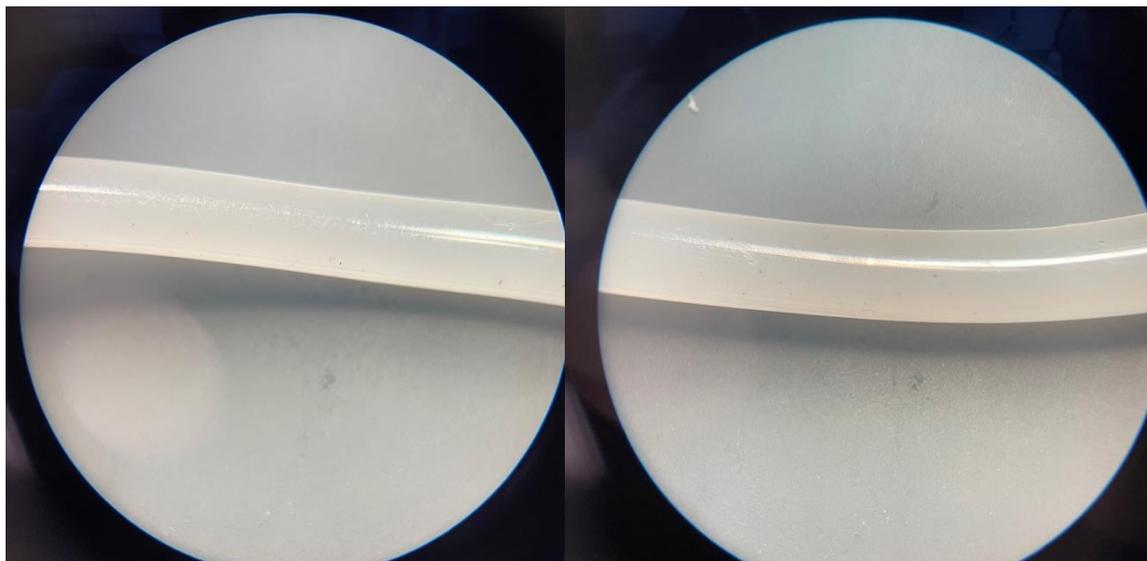
**Figura 57. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Baja Densidad”.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el estereoscopio *Premiere* para observar la superficie del filamento. En este caso, se analizó la muestra utilizada para la determinación de MFI de Baja Densidad.

**Figura 58. Fotografía de la superficie del filamento producido con la muestra identificada “Enable”**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó el estereoscopio *Premiere* para observar la superficie del filamento. En este caso, se analizó la muestra utilizada para la determinación de MFI de Enable.

### **C. Referencias ilustrativas de la experimentación del análisis de transición vítrea del filamento.**

**Figura 59. Fotografía de diferentes filamentos a 97 °C.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 60. Fotografía de diferentes filamentos a 102 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 61. Fotografía de diferentes filamentos a 107 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 62. Fotografía de diferentes filamentos a 113 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 63. Fotografía de diferentes filamentos a 118 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 64. Fotografía de diferentes filamentos a 123 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 65. Fotografía de diferentes filamentos a 128 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 66. Fotografía de diferentes filamentos a 133 °C.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 67. Fotografía de diferentes filamentos a 138 °C.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 68. Fotografía de diferentes filamentos a 143 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 69. Fotografía de diferentes filamentos a 149 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 70. Fotografía de diferentes filamentos a 153 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 71. Fotografía de diferentes filamentos a 158 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 72. Fotografía de diferentes filamentos a 163 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 73. Fotografía de diferentes filamentos a 167 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 74. Fotografía de diferentes filamentos a 173°C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 75. Fotografía de diferentes filamentos a 178 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 76. Fotografía de diferentes filamentos a 182 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 77. Fotografía de diferentes filamentos a 188 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 78. Fotografía de diferentes filamentos a 193 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra de pellets de baja densidad, alta densidad, fraccional, enable y hexeno (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 79. Fotografía de diferentes filamentos a 95 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 80. Fotografía de diferentes filamentos a 99°C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 81. Fotografía de diferentes filamentos a 103 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 82. Fotografía de diferentes filamentos a 107 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 83. Fotografía de diferentes filamentos a 112 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 84. Fotografía de diferentes filamentos a 118 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 85. Fotografía de diferentes filamentos a 123 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 86. Fotografía de diferentes filamentos a 128 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 87. Fotografía de diferentes filamentos a 133 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 88. Fotografía de diferentes filamentos a 138 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 89. Fotografía de diferentes filamentos a 142 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 90. Fotografía de diferentes filamentos a 147 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 91. Fotografía de diferentes filamentos a 152 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 92. Fotografía de diferentes filamentos a 157 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 93. Fotografía de diferentes filamentos a 162 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 94. Fotografía de diferentes filamentos a 167 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 95. Fotografía de diferentes filamentos a 172 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 96. Fotografía de diferentes filamentos a 177 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 97. Fotografía de diferentes filamentos a 182 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 98. Fotografía de diferentes filamentos a 187°C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

**Figura 99. Fotografía de diferentes filamentos a 192 °C**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Se utilizó una muestra de filamento de polietileno y otra antes de procesar de LLDPE en polvo, antiblock, LLDPE en pellets (ordenados de izquierda a derecha en la bandeja). Se utilizó una mufla *Thermolyne*.

## D. Datos originales para la obtención de resultados.

**Cuadro 29. Mediciones experimentales del tacómetro acorde a las velocidades nominales**

RPM Nominal	Medición 1 ( $\pm 0.1$ RPM)	Medición 2 ( $\pm 0.1$ RPM)	Medición 3 ( $\pm 0.1$ RPM)
30	31.6	30.7	31.3
60	60.9	61.1	59.6
90	86.4	86.9	85.5
120	110.7	111.6	111.3
152	145.5	148	145
180	169.6	168.3	169.3
220	193	194.3	194.4
250	220.9	220.4	219.4
270	230.2	228.5	231.2

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se realizaron las mediciones de velocidad del rotor para la metodología de calibración de rotor, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue un tacómetro de laser *Extech* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  RPM, ver Figura 20 tacómetro.

**Cuadro 30. Mediciones experimentales del termómetro infrarrojo acorde a temperaturas nominales del rotor.**

<b>Temperatura rotor (°C)</b>	<b>Medición 1 (±0.1 °C)</b>	<b>Medición 2 (±0.1 °C)</b>	<b>Medición 3 (±0.1 °C)</b>
75	73.0	73.0	73.2
81	81.3	81.2	81.4
86	86.6	86.9	86.3
91	91.3	91.2	91.6
96	96.7	96.6	96.8
101	101.3	101.1	101.7
106	107.4	107.8	107.4
111	112.8	113.0	112.2
116	118.9	118.8	119.0
120	125.9	126.1	125.9
125	133.9	133.5	134.1
130	138.9	139.1	138.3
139	142.9	143.5	142.5
146	153.7	153.8	154.0
151	159.1	158.7	159.3
156	163.5	163.6	163.2
161	171.0	171.1	170.9
166	176.7	176.6	176.8
170	180.4	180.0	180.6
175	186.1	185.7	186.5
181	191.4	191.4	191.2
186	196.7	196.8	196.4
191	202.2	202.5	201.9
195	206.5	206.9	206.1
201	211.3	211.0	211.4

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se realizaron las mediciones de temperatura para la metodología de calibración de sensores de temperatura y resistencias del rotor y del cabezal, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue termómetro infrarrojo *Digi-Sense* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  °C, ver Figura 18 termómetro.

**Cuadro 31. Mediciones experimentales del termómetro infrarrojo acorde a temperaturas nominales del cabezal**

<b>Temperatura Cabezal (°C)</b>	<b>Medición 1 (±0.1°C)</b>	<b>Medición 2 (±0.1°C)</b>	<b>Medición 3 (±0.1°C)</b>
75	73.0	73.0	73.2
81	81.3	81.2	81.4
86	86.6	86.9	86.3
91	91.3	91.2	91.6
96	96.7	96.6	96.8
101	101.3	101.1	101.7
106	107.4	107.8	107.4
111	112.8	113.0	112.2
116	118.9	118.8	119.0
120	125.9	126.1	125.9
125	133.9	133.5	134.1
130	138.9	139.1	138.3
135	142.9	143.5	142.5
140	153.7	153.8	154.0
145	159.1	158.7	159.3
150	163.5	163.6	163.2
155	171.0	171.1	170.9
161	176.7	176.6	176.8
165	180.4	180.0	180.6
171	186.1	185.7	186.5
175	191.4	191.4	191.2
181	196.7	196.8	196.4
186	202.2	202.5	201.9
191	206.5	206.9	206.1
196	198.2	198.1	198.3
201	201.9	201.9	202.3

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se realizaron las mediciones de temperatura para la metodología de calibración de sensores de temperatura y resistencias del rotor y del cabezal, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue termómetro infrarrojo *Digi-Sense* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  °C, ver Figura 18 termómetro.

**Cuadro 32. Mediciones experimentales de distancia para calibración del reloj indicador**

	Punto 1 (±0.0001in)	Punto 2 (±0.0001in)	Distancia recorrida (±0.0001 in)	Medida de reloj indicador (u)
Medición 1	0.5000	0.2030	0.297	281
Medición 2	0.5000	0.2030	0.297	281
Medición 3	0.5000	0.2032	0.2968	281

Nota: Se realizaron las mediciones en pulgadas para la calibración del reloj indicador. Estos datos se utilizaron acorde a la metodología de calibración de reloj indicador utilizando el pie de rey *Stanley* con incertidumbre  $\pm 1/1000$  in, procedimiento detallado en el capítulo IV, inciso D.

**Cuadro 33. Mediciones experimentales de diámetro en los filamentos producidos**

Hexeno	Baja densidad	Fraccional	Alta densidad	Enable	Hexeno
L62009H	202351	LDF 0025	FIO 750	2705MC	L62009H
8.39	6.6	3.65	5.35	7.68	8.5
14/07/21	14/07/21	12/07/21	24/06/21	21/07/21	2/08/21
3.5	4.7	4.08	3.24	3.7	3.4
2.86	2.9	4	3.14	3	2.56
3.1	3.24	2.6	3.14	3.1	2.46
3.3	3.6	3.3	3.1	3.1	2.86
3.1	3	3.5	3	3.06	2.66
3.2	3.52	3.58	2.94	3.06	2.72
3.2	3.48	3.5	3.08	3	2.66
3.08	3.7	3.8	3.1	3	2.8
3	3.1	3.32	3	3.06	2.44
3	4	4	3	3	2.76
3.06	3.18	3.6	2.7	3.08	2.68
3.08	4	3.68	3.18	3.24	2.82
3	3.2	3.28	3.06	3.06	2.64
3	3.28	3.7	3.24	3.16	2.86
3.04	3	3.4	3.26	2.96	2.76
3	3	3.1	3	3	3.3
3.04	3	3.4	3.04	3.04	2.66
2.86	3.3	3.7	3	3.08	2.84
2.88	3.08	3.64	2.94	3	2.76
3	3.6	3.5	2.86	3.24	2.56
2.7	3.3	3.54	3	3.1	2.86
3	3.6	3	3.08	3.06	2.6
3.02	3.3	3.4	3.3	3.08	3.2
3	3.28	3.2	3	3.04	2.86

-Continuación en siguiente página-

-Continuación-					
Hexeno	Baja densidad	Fraccional	Alta densidad	Enable	Hexeno
3.04	3.28	3	2.7	3	2.82
3	3.2	3	3	2.96	2.8
2.9	3.3	3.08	3	2.98	2.4
2.9	3.7	2.48	3	3.12	2.46
3	2.8	3.6	2.8	3.1	2.92
2.96	3	3.4	3	3	2.76
3	3	3.4	3	3	2.88
3	2.7	3.3	2.88	3	2.4
3	3		3	3.04	2.86
3	3.3		3.04	2.86	3.12
3	3		3.14	3.08	2.74
2.66	3		3.1	3.08	2.86
2.9	3.08		3	2.9	2.76
3	3.8		2.96	3	2.76
3.1	3.5		2.94	3.28	2.64
3.02	3		3.1	3	2.56
2.9	3.6		3.28	3.26	2.6
3	3.7		3.24	3	2.66
3.14	3.6		3	3.28	2.38
3	3.14		2.76	3.04	2.74
3	3.5		2.8	3.06	3.18
3	3.7		2.86	3	3.24
3.08	3		3	3.08	2.76
3	3.7			3.1	2.72
3	2.7			3.08	3.02
3.08	3.2			3.06	2.64
3	3.4			3.06	2.8
3	3.2			3.08	2.66
3.1	3.7			3	2.7
3				3.1	3.02
2.9				3.08	2.92
3				3.06	2.94
3				3	3.02
3				3	2.74
3.14				3.1	3.02
3				3.18	3.14
3				3	2.8
3				3.04	3.22
3.06				3.1	2.64
3				3.2	2.74
3				3.04	2.76
3				3	3.1

-Continuación en siguiente página-

-Continuación-					
Hexeno	Baja densidad	Fraccional	Alta densidad	Enable	Hexeno
2.8				2.76	2.64
3.2				3.04	2.52
3				3	2.6
3				3	2.2
3				3	3.18
2.8					2.4
3					2.72
3					2.74
					2.84
					3.16
					3.38
					2.92
					3.04
					2.88
					3.14
					2.38
					2.94

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se realizaron las mediciones de diámetro en milímetros. Estos datos se utilizaron acorde a la metodología de comprobación de diámetro del filamento, utilizando el pie de rey *Stanley* con incertidumbre  $\pm 0.01$  mm. Procedimiento detallado en el capítulo IV, inciso C.

#### **Cuadro 34. Mediciones experimentales de pesos de muestra para determinación de densidad**

Muestra	Peso 1 ( $\pm 0.0001$ g)	Peso 2 ( $\pm 0.0001$ g)	Peso 3 ( $\pm 0.0001$ g)
Baja densidad	0.9813	0.7309	0.8523
Enable	2.2363	1.8285	1.5092
Antiblock	3.3972	1.4204	1.0249
Alta densidad	1.1704	1.0431	1.0909
Fraccional	1.1641	1.5289	1.1214
Hexeno	1.0204	1.2069	0.9864
LLDPE polvo	2.1024	1.3726	2.3515
LLDPE pellet	1.2152	3.5956	3.3136

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvo el peso de cada muestra. Estos datos se utilizaron acorde a la metodología de análisis de densidad, utilizando la balanza analítica OHAUS con incertidumbre  $\pm 0.0001$ g. Procedimiento detallado en el capítulo IV, inciso C.

**Cuadro 35. Mediciones experimentales del cambio de volumen en probeta para determinación de densidad.**

Muestra	Volumen 1 ( $\pm 0.1\text{mL}$ )	Volumen 2 ( $\pm 0.1\text{mL}$ )	Volumen 3 ( $\pm 0.1\text{mL}$ )
Baja densidad	1.2	1	1
Enable	3	2.1	1.8
Antiblock	3.5	1.5	1
Alta densidad	1.1	1.1	1
Fraccional	1.2	2.3	1.8
Hexeno	1	1.1	1
LLDPE polvo	2.3	1.8	2.9
LLDPE pellet	1.4	4.1	3.9

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvo el incremento de volumen en la probeta al introducir la muestra. Estos datos se utilizaron acorde a la metodología de análisis de densidad con solución de etanol, utilizando una probeta *Fischer* con incertidumbre  $\pm 0.1\text{mL}$ . Procedimiento detallado en el capítulo IV, inciso C.

**Cuadro 36. Mediciones experimentales de pesos de muestra para determinación de índice de fusión.**

Muestra	Peso 1 ( $\pm 0.0001\text{g}$ )	Peso 2 ( $\pm 0.0001\text{g}$ )	Peso 3 ( $\pm 0.0001\text{g}$ )
Baja Densidad	2.0502	2.0468	2.3093
Enable	3.3243	2.9457	2.2785
Antiblock	3.5102	2.7489	5.122
Alta Densidad	1.1714	1.0921	1.0437
Fraccional	1.1636	1.8947	1.5289
Hexeno	1.664	1.5712	1.6953
LLDPE polvo	5.357	3.942	3.4398
LLDPE pellet	4.3731	5.3752	4.6841

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvo el peso de cada muestra. Estos datos se utilizaron acorde a la metodología de análisis de índice de fusión, utilizando la balanza analítica OHAUS con incertidumbre  $\pm 0.0001\text{g}$ . Procedimiento detallado en el capítulo IV, inciso C.

**Cuadro 37. Mediciones experimentales de longitud y diámetros para distintas muestras de filamento “Enable” para determinación de densidad.**

Enable		
Largo ( $\pm 0.01$ mm)		
190.16	165	142
Diámetro ( $\pm 0.01$ mm)		
3.3	3.4	3.5
3.4	3.3	3.3
3.7	3.5	3.6
3.2	3.5	3.8
3.4	3.5	3.4
3.5	3.6	3.1
3.6	3.6	3.1
3	3.6	3.3
4		3.9
3.9		
3.6		
3.5		
3.7		
3.3		
3.8		

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se realizaron las mediciones de diámetro, en milímetros. Estos datos se utilizaron acorde a la metodología de análisis de densidad utilizando el pie de rey *Stanley* con incertidumbre  $\pm 0.01$  mm. Procedimiento detallado en el capítulo IV, inciso C.

**Cuadro 38. Mediciones experimentales de longitud y diámetros para distintas muestras de filamento “Antiblock” para determinación de densidad.**

Antiblock		
Largo ( $\pm 0.01$ mm)		
241	181	132.6
Diámetro ( $\pm 0.01$ mm)		
3.34	2.6	3
2.7	2.2	2.8
2.76	2.26	3
2.76	2.3	2.86
2.3	2.56	2.76
2.3	3	3
2	2.7	3
1.8	2.3	2.86
2	1.78	2.6
2.3	2.36	2.36
2.6	3	2.88
2.9	3.4	3
2.86	3.7	3.3
2.76		3.4
3.5		
3.6		
3.3		

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se realizaron las mediciones de diámetro, en milímetros. Estos datos se utilizaron acorde a la metodología de análisis de densidad utilizando el pie de rey *Stanley* con incertidumbre  $\pm 0.01$  mm. Procedimiento detallado en el capítulo IV, inciso C.

**Cuadro 39. Mediciones experimentales de longitud y diámetros para distintas muestras de filamento “Alta Densidad” para determinación de densidad.**

Alta Densidad		
Largo ( $\pm 0.01$ mm)		
114	107.46	111.4
Diámetro ( $\pm 0.01$ mm)		
3.22	3.38	3.5
3	3.38	3.6
3	3.24	3.4
3.1	3.2	3.34
3.2	3.6	3.14
3.34	3.14	3
3.5		3.1
3.3		

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se realizaron las mediciones de diámetro, en milímetros. Estos datos se utilizaron acorde a la metodología de análisis de densidad utilizando el pie de rey *Stanley* con incertidumbre  $\pm 0.01$  mm. Procedimiento detallado en el capítulo IV, inciso C.

**Cuadro 40. . Mediciones experimentales de longitud y diámetros para distintas muestras de filamento “Fraccional” para determinación de densidad.**

Fraccional		
Largo ( $\pm 0.01$ mm)		
92.7	113.9	90.6
Diámetro ( $\pm 0.01$ mm)		
3.84	3.5	3.8
3.72	4	4.1
3.5	3.84	4
4.1	4	3.74
4.12	3.8	3.6
3.7	3.8	3.6
	4	3.5

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se realizaron las mediciones de diámetro, en milímetros. Estos datos se utilizaron acorde a la metodología de análisis de densidad utilizando el pie de rey *Stanley* con incertidumbre  $\pm 0.01$  mm. Procedimiento detallado en el capítulo IV, inciso C.

**Cuadro 41. Mediciones experimentales de longitud y diámetros para distintas muestras de filamento “Hexeno” para determinación de densidad.**

Hexeno		
Largo ( $\pm 0.01$ mm)		
129	130.6	126.7
Diámetro ( $\pm 0.01$ mm)		
3	3.5	3
1	3.4	3
2.9	3.1	3
2.8	2.96	3
2.8	3	3
2.7	3	3
3.1	3	3
3	3	3.3

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se realizaron las mediciones de diámetro, en milímetros. Estos datos se utilizaron acorde a la metodología de análisis de densidad utilizando el pie de rey *Stanley* con incertidumbre  $\pm 0.01$  mm. Procedimiento detallado en el capítulo IV, inciso C.

## E. Datos intermedios para la obtención de resultados

**Cuadro 42. Promedio experimental de velocidad del tacómetro acorde a las velocidades nominales**

RPM Nominal	Promedio (RPM)	Desviación Estándar (RPM)
30	31.2	±0.5
60	60.5	±0.8
90	86.3	±0.7
120	111.2	±0.5
152	146.2	±1.6
180	169.1	±0.7
220	193.9	±0.8
250	220.2	±0.8
270	230.0	±1.4

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvo el promedio y la desviación estándar de las velocidades de rotor para la metodología de calibración de rotor, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue un tacómetro de laser *Extech* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  RPM, ver Figura 20 tacómetro.

**Cuadro 43. Promedio de mediciones experimentales acorde a % de voltaje**

% Voltaje	Promedio (RPM)	Desviación Estándar (RPM)
20	31.2	0.5
30	60.5	0.8
40	86.3	0.7
50	111.2	0.5
60	146.2	1.6
70	169.1	0.7
80	193.9	0.8
90	220.2	0.8
100	230.0	1.4

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvo el promedio y la desviación estándar de las velocidades de rotor para la metodología de calibración de rotor, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue un tacómetro de laser *Extech* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  RPM, ver Figura 20 tacómetro.

**Cuadro 44. Promedio y desviación estándar experimental de mediciones de temperatura del rotor**

<b>Temperatura Rotor</b>	<b>Promedio (°C)</b>	<b>Desviación Estándar (°C)</b>
75	73.1	±0.1
81	81.3	±0.1
86	86.6	±0.3
91	91.4	±0.2
96	96.7	±0.1
101	101.4	±0.3
106	107.6	±0.2
111	112.6	±0.4
116	118.9	±0.1
120	126.0	±0.1
125	133.8	±0.3
130	138.7	±0.4
139	143.0	±0.5
146	153.9	±0.1
151	159.0	±0.3
156	163.4	±0.2
161	171.0	±0.1
166	176.7	±0.1
170	180.3	±0.3
175	186.1	±0.4
181	191.3	±0.1
186	196.6	±0.2
191	202.2	±0.3
195	206.5	±0.4
201	211.2	±0.2

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvo el promedio y la desviación estándar de las temperaturas del rotor para la metodología de calibración de sensores de temperatura y resistencias del rotor y del cabezal, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue termómetro infrarrojo *Digi-Sense* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  °C, ver Figura 18 termómetro.

**Cuadro 45. Promedio y desviación estándar experimental de mediciones de temperatura del cabezal.**

<b>Temperatura cabezal (°C)</b>	<b>Promedio (°C)</b>	<b>Desviación estándar (°C)</b>
75	73.1	±0.1
81	81.3	±0.1
86	86.6	±0.3
91	91.4	±0.2
96	96.7	±0.1
101	101.4	±0.3
106	107.6	±0.2
111	112.6	±0.4
116	118.9	±0.1
120	126.0	±0.1
125	133.8	±0.3
130	138.7	±0.4
135	143.0	±0.5
140	153.9	±0.1
145	159.0	±0.3
150	163.4	±0.2
155	171.0	±0.1
161	176.7	±0.1
165	180.3	±0.3
171	186.1	±0.4
175	191.3	±0.1
181	196.6	±0.2
186	202.2	±0.3
191	206.5	±0.4
196	198.2	±0.1
201	202.1	±0.2

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se obtuvo el promedio y la desviación estándar de las temperaturas del cabezal para la metodología de calibración de sensores de temperatura y resistencias del rotor y del cabezal, del inciso D del capítulo VI. El equipo utilizado fue termómetro infrarrojo *Digi-Sense* con incertidumbre de  $\pm 0.1$  °C, ver Figura 18 termómetro.

**Cuadro 46. Distancia por unidad indicada en calibración del reloj indicador**

	Distancia por unidad
Medición 1	0.0011 in/u
Medición 2	0.0011 in/u
Medición 3	0.0011 in/u

Nota: Se obtuvo el valor en pulgadas por cada unidad indicada en el reloj indicador. Estos datos se utilizaron acorde a la metodología de calibración de reloj indicador utilizando el pie de rey *Stanley* con incertidumbre  $\pm 1/1000$  in, procedimiento detallado en el capítulo IV, inciso D.

**Cuadro 47. Volúmenes estimados acorde a cada muestra para análisis de densidad.**

Muestra	Volumen 1 (mL)	Volumen 2 (mL)	Volumen 3 (mL)	Muestra
Enable	1.8575 $\pm$ 0.0053	1.5875 $\pm$ 0.0045	1.3232 $\pm$ 0.0038	Enable
Antiblock	1.3727 $\pm$ 0.0051	0.9816 $\pm$ 0.0037	0.8854 $\pm$ 0.0030	Antiblock
Alta Densidad	0.9211 $\pm$ 0.0029	0.9321 $\pm$ 0.0028	0.9512 $\pm$ 0.0029	Alta Densidad
Fraccional	1.0680 $\pm$ 0.0028	1.3250 $\pm$ 0.0034	1.0075 $\pm$ 0.0027	Fraccional
Hexeno	0.7182 $\pm$ 0.0027	0.9985 $\pm$ 0.0032	0.9181 $\pm$ 0.0030	Hexeno

Fuente: Elaboración propia

Nota: Se calcularon los estimados del volumen de cada muestra, en milímetros. Estos datos se utilizaron acorde a la metodología de análisis de densidad utilizando el pie de rey *Stanley* con incertidumbre  $\pm 0.01$  mm. Procedimiento detallado en el capítulo IV, inciso C.

## F. Cálculos de muestra

### Cálculo de muestra 1. Calibración de reloj indicador

Para el cálculo de calibración de reloj indicador se utilizaron dos puntos. El primero fue desde la punta esférica completamente extendida y sin marca en el reloj, hasta la tolva. Se midió la distancia utilizando el pie de rey.

$$\text{Punto 1: } 0.5 \pm 0.001 \text{ in}$$

Luego, se midió la distancia de la punta esférica completamente utilizada, es decir, hasta la medida máxima permitida, hasta la tolva. Además, esta medición indicó 281 unidades en el reloj.

$$\text{Punto 2: } 0.203 \pm 0.001 \text{ in}$$
$$281 \text{ u}$$

Por lo tanto, la diferencia entre distancias es lo que representó las unidades totales del reloj.

$$\frac{0.5 \pm 0.001in - 0.203 \pm 0.001 in}{281 u} = 0.001 \pm 5.03 \times 10^{-06} \frac{in}{u}$$

Este mismo cálculo se realizó en triplicado para obtener distintas mediciones y poder calcular un promedio. Además, esta calibración fue de gran importancia para la operación, ya que se debe mantener una distancia de 0.02 in acorde al reloj comparador.

### Cálculo de Muestra 2. Diagrama de caja y bigotes e histograma

Para el desarrollo del diagrama de caja y bigotes e histograma se utilizaron los datos del Cuadro 33 para cada muestra. Además, se utilizó el software *RStudio* para elaborar cada figura.

#### Figura 100. Código desarrollado en Rstudio para el desarrollo de diagrama de caja y bigotes e histograma.

```
cajahex <- boxplot(Hexeno1,col="red",ylab="Diámetro (mm)",xlab="Hexeno 1", main="Diagrama de Caja y Bigotes \n Hexeno 1")
abline(h=3.000, col="blue")
abline(h=3.009, col="green")
hist(Hexeno1,col="red",main="Histograma de Hexeno", xlab="Diámetro (mm)",ylab="Frecuencia" )
```

Se utilizó el código de la figura anterior para todas las muestras trabajadas. Donde el comando “boxplot” desarrolla el diagrama de caja y bigotes. Cabe resaltar que la línea “abline col=blue” hace referencia a que la mediana será una línea horizontal azul, representada en el diagrama de caja y bigotes. Mientras que el “col=green” es una línea horizontal verde que representa la media. Finalmente, el comando “hist” desarrolla el histograma. El nombre “Hexeno 1” hace referencia a la base de datos de dicha muestra. Se realizó el mismo cálculo para cada filamento producido.

### Cálculo de muestra 3. Cálculo del índice de fusión

En el cálculo de índice de fusión se utilizó el cuadro 36 de los pesos de cada muestra. Cabe resaltar que cada dato corresponde específicamente a un minuto cronometrado.

$$\frac{2.0502 \pm 0.0001g}{1 min} = 2.0502 \pm 0.0001 g/min$$

En esta parte ya se tiene un índice, sin embargo, internacionalmente estos se analizan como gramos en diez minutos de extrusión. Por lo tanto, el dato se corrige.

$$2.0502 \pm 0.0001 \frac{g}{min} * \frac{10}{10} = 20.502 \pm 0.001 \frac{g}{10 min}$$

Este cálculo pertenece a la muestra de “Baja Densidad”. Este cálculo se realizó en triplicado para cada muestra, observar Cuadro 24.

#### Cálculo de muestra 4. Cálculo de Densidad

Para realizar este cálculo se utilizaron los cuadros 34, 35 y 47. La diferencia entre los volúmenes radica en el método para obtenerlo. En el caso del 35 son valores directos que no requirieron de cálculos posteriores.

$$\text{Baja Densidad} = \frac{0.9813 \pm 0.0001 \text{ g}}{1.2 \pm 0.1 \text{ mL}} = 0.8178 \pm 0.0681 \text{ g/mL}$$

En este caso, se analizó la primera muestra de Baja Densidad, pero se realizó el mismo cálculo para todas las muestras de la metodología de solución de etanol, Cuadro 25.

Para la estimación en la que se utilizó el pie de rey, se utilizaron los datos cuadros 37-40. En este caso, se obtuvo el diámetro promedio de la muestra del filamento y el largo de este, para estimar el volumen simulando un cilindro.

$$V = \pi \left(\frac{D}{2}\right)^2 L$$
$$\text{Enable}; V = \pi \left(\frac{3.53 \pm 0.27 \text{ mm}}{2}\right)^2 * 190.16 \pm 0.01 \text{ mm} = 1857.54 \pm 142.82 \text{ mm}^3$$
$$1857.54 \pm 142.82 \text{ mm}^3 * \left(\frac{1 \text{ mL}}{1000 \text{ mm}^3}\right) = 1.8575 \pm 0.1428 \text{ mL}$$

En este caso, se obtuvo el volumen de la primera muestra de Enable. Sin embargo, se realizó el mismo cálculo para las demás muestras de este método. Ya con el volumen estimado, se logró calcular la nueva densidad.

$$\text{Enable}; \frac{2.2363 \pm 0.0001 \text{ g}}{1.8575 \pm 0.1428 \text{ mL}} = 1.2039 \pm 0.0926 \text{ g/mL}$$

Se realizó el mismo cálculo de densidad para las otras muestras de polietileno.

## G. Análisis de error

### Análisis de error 1. Propagación de error de suma

Para realizar este análisis se utilizó la ecuación de propagación de error de suma o resta. En este caso, se utilizó el cálculo de calibración de reloj indicador para realizar el análisis de error.

$$\Delta c = \sqrt{\Delta a^2 + \Delta b^2}$$
$$0.5 \pm 0.001 \text{ in} - 0.203 \pm 0.001 \text{ in}$$

Se observó una resta entre distancias, y cada medida tiene una incertidumbre asignada. Por lo tanto, se obtuvo la propagación de error de dicha resta.

$$\Delta c = \sqrt{(0.001 \text{ in})^2 + (0.001 \text{ in})^2} = \pm 0.0014 \text{ in}$$

$$0.2970 \pm 0.0014 \text{ in}$$

Este análisis de propagación de error de suma o resta también se aplicó para las otras mediciones de la calibración de reloj indicador.

**Análisis de error 2.** Propagación de error de multiplicación o división

En el análisis de error de multiplicación se necesitó de los datos de los cuadros 34 y 35, del cálculo de densidad. Además, se utilizó la ecuación de propagación del mismo tipo.

$$S(y) = y \sqrt{\left(\frac{Sa}{a}\right)^2 + \left(\frac{Sb}{b}\right)^2}$$

$$\text{Baja Densidad} = \frac{0.9813 \pm 0.0001 \text{ g}}{1.2 \pm 0.1 \text{ mL}} = 0.8178 \text{ g/mL}$$

$$S(y) = 0.8178 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \sqrt{\left(\frac{\pm 0.0001 \text{ g}}{0.9813 \text{ g}}\right)^2 + \left(\frac{\pm 0.1 \text{ mL}}{1.2 \text{ mL}}\right)^2} = \pm 0.0681 \text{ g/mL}$$

$$\text{Baja Densidad; } 0.8178 \pm 0.0681 \text{ g/mL}$$

En este caso, se realizó el análisis de error del cálculo de densidad de la muestra “Baja Densidad”. Este procedimiento se realizó para todas las muestras y los dos métodos de obtener la densidad, cuadros 25 y 26. Además, también se utilizó para los resultados del índice de fusión, Cuadro 24.

**Análisis de error 3.** Media y desviación estándar

Se utilizó el Cuadro 33 para obtener la media y desviación estándar del diámetro de la muestra “Hexeno”. Estos resultados se observan en el Cuadro 19. Se utilizó el programa *Excel* y su función de *Análisis de Datos*, del cual se utilizó *Estadística Descriptiva*. De esta manera se obtuvo la media, mediana, desviación estándar, dato mínimo y máximo.

**Figura 101. Estadística descriptiva de datos del diámetro de la muestra hexeno.**

<i>Hexeno</i>	
Media	2.798795181
Error típico	0.026874288
Mediana	2.76
Moda	2.76
Desviación estándar	0.244836419
Varianza de la muestra	0.059944872
Curtosis	0.019417335
Coefficiente de asimetría	0.283152101
Rango	1.2
Mínimo	2.2
Máximo	3.4
Suma	232.3
Cuenta	83

Este análisis de error se utilizó para los diámetros de las otras muestras de polietileno.

**Análisis de error 4. Ecuación de curva de calibración**

Se utilizó el Cuadro 44 para la calibración de sensor y resistencia de temperatura del cabezal. Se obtuvo la ecuación de la curva de calibración y el coeficiente de determinación utilizando el software *Excel* y su función de *Análisis de Datos*, del cual se utilizó *Regresión*.

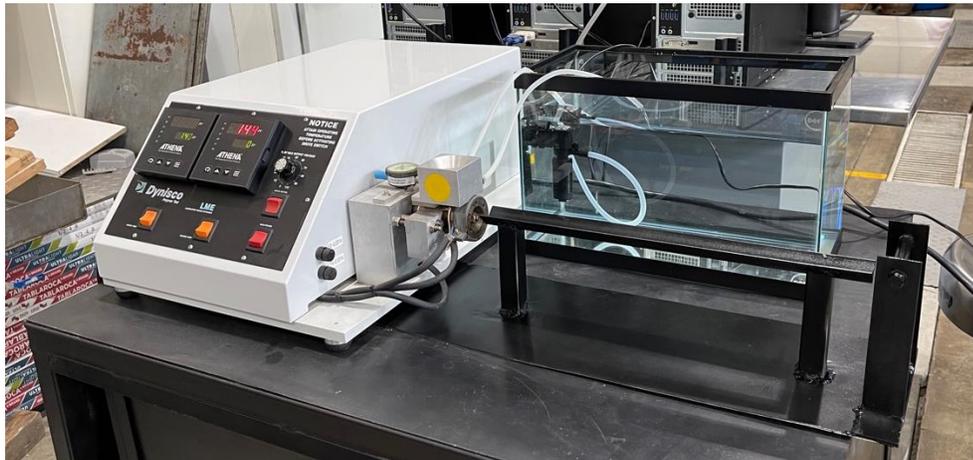
**Figura 102. Regresión de datos de curva de calibración de resistencia y sensor de temperatura.**

<i>Estadísticas de la regresión</i>		
Coefficiente de correlación	0.999291781	
Coefficiente de determinación	0.998584064	
R <sup>2</sup> ajustado	0.998522502	
Error típico	1.661970609	
Observaciones	25	
<hr/>		
	<i>Coefficientes</i>	<i>Error típico</i>
Intercepción	-8.786737957	1.247653816
Variable X 1	1.107919111	0.008699085

Este análisis de error se utilizó para las curvas de calibración de la velocidad del rotor, y de resistencias y sensores de temperatura del cabezal y el rotor.

## H. Fotografía y cotizaciones

**Figura 103. Prototipo de sistema de tracción de filamento.**



Fuente: Elaboración propia

Nota: Fotografía capturada para ilustrar un prototipo del sistema de tracción como equipo auxiliar para la extrusora. Dicho prototipo no presentó los resultados esperados.

**Figura 104. Sistema de tracción automatizado marca Filabot**



Fuente: Imagen cortesía de *Filabot*

**Figura 105. Cama de aire para sistema de tracción automatizado Marca Filabot**



Fuente: Imagen cortesía de *Filabot*

**Figura 106. Cotización de dados de distintos orificios de extrusión marca Dynisco**

	14158300	1/16 inch (1.6mm) Orifice ORIFICE, 1/16 STANDARD HEADER <input type="checkbox"/> Favorite	\$368.00	<input type="checkbox"/>	<a href="#">Add to Cart</a> <a href="#">Show Approximate Ship Date</a>
	14158400	1/32 inch (.08mm) Orifice ORIFICE, 1/32 STANDARD HEADER (LME) <input type="checkbox"/> Favorite	\$352.00	<input type="checkbox"/>	<a href="#">Add to Cart</a> <a href="#">Show Approximate Ship Date</a>
	14158100	1/8 inch (3.2mm) Orifice ORIFICE, 1/8 STANDARD HEADER R <input type="checkbox"/> Favorite	\$352.00	<input type="checkbox"/>	<a href="#">Add to Cart</a> <a href="#">Show Approximate Ship Date</a>
	14158200	3/32 inch (2.4mm) Orifice ORIFICE, 3/32 <input type="checkbox"/> Favorite	\$368.00	<input type="checkbox"/>	<a href="#">Add to Cart</a> <a href="#">Show Approximate Ship Date</a>

Fuente: Imagen cortesía de *Dynisco*.