



UNIVERSIDAD POLITÉCNICA SALESIANA

SEDE CUENCA

CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA

**“ESTUDIO TÉCNICO E IMPLEMENTACIÓN DEL
LABORATORIO DE ANÁLISIS DE POLÍMEROS PARA EL
ÁREA DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE LA UNIVERSIDAD
POLITÉCNICA SALESIANA SEDE CUENCA”**

Tesis previa a la obtención del
Título de Ingeniero Mecánico

Autor:

José Andrés Guerrero Beltrán

Director:

Ing. Luis López

CUENCA - ECUADOR

Septiembre 2014

DECLARATORIA DE RESPONSABILIDAD Y DERECHOS DE AUTOR

El trabajo de grado que presento, es original y basado en el proceso de investigación y/o adaptación tecnológica establecido en la Carrera de Ingeniería Mecánica de la Universidad Politécnica Salesiana. En tal virtud los fundamentos teóricos - científicos y los resultados son exclusiva responsabilidad del autor.

A través de la presente declaración cedemos los derechos de propiedad intelectual correspondiente a este trabajo, a la Universidad Politécnica Salesiana, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la Normativa Institucional Vigentes

A handwritten signature in blue ink, consisting of a large, stylized initial 'J' followed by a surname, all enclosed within a large, loopy oval shape.

José Andrés Guerrero Beltrán

CERTIFICADO

Que el presente proyecto de tesis “ESTUDIO TÉCNICO E IMPLEMENTACIÓN DEL LABORATORIO DE ANÁLISIS DE POLÍMEROS PARA EL ÁREA DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE LA UNIVERSIDAD POLITÉCNICA SALESIANA SEDE CUENCA”, es autoría del estudiante José Andrés Guerrero Beltrán.

A handwritten signature in blue ink, consisting of stylized, overlapping loops and lines, positioned above a horizontal line.

Ing. Luis López

AGRADECIMIENTO

Al Ing. Luis Marcelo López director de este trabajo de tesis, por su guía y paciencia.

A todas las personas que han colaboraron en la realización y culminación de este trabajo, de manera especial a Freddy y Cristian.

DEDICATORIA

A mis padres Lupe y Pepe por su inagotable aliento y apoyo incondicional en la búsqueda de un crecimiento y mejora constante, que me ha sido inculcado y ha permanecido como una constante en todos los ámbitos de mi vida.

A mis hermanas Daniela y Paulina con quienes he compartido mi día a día desde nuestros comienzos.

A mi esposa María José y mi hijo Iker José, por su confianza e inspiración con quienes comparto este logro, los que están por venir y el resto de mi vida.

José Andrés

INDICE

INDICE	6
INDICE DE FIGURAS	10
INDICE DE TABLAS	11
INDICE DE ECUACIONES	12
CAPÍTULO 1	14
1.1 POLÍMEROS	14
1.1.1 PRUEBAS EN MATERIALES POLIMÉRICOS	15
1.2 MELT FLOW TESTER (INDEXER) MFI 3000 SERIES (QUALITEST)	16
1.2.1 Principio de funcionamiento.	16
1.2.2 Descripción del Equipo	17
1.2.3 Aplicaciones.....	17
1.2.4 Procedimiento de la Prueba	17
1.2.5 Factores que Afectan los Resultados	18
1.2.6 Interpretación de Resultados	19
1.2.7 Especificaciones:.....	19
1.3 REÓMETRO CAPILAR RC ROSAND RH2200 (MALVERN).....	20
1.3.1 Reología.....	20
1.3.2 Principio de Funcionamiento.....	22
1.3.3 Descripción del Equipo	23
1.3.4 Aplicaciones.....	25
1.3.5 Procedimiento de la Prueba	27
1.3.6 Efecto del esfuerzo Cortante en la Viscosidad [4].	28
1.3.7 Efecto del Peso Molecular en la Viscosidad [4].	29
1.3.8 Efecto de la Temperatura en la Viscosidad [4].	29
1.3.9 Efecto de la Presión en la Viscosidad [4].	29
1.3.10 Efecto Weissenberg [4].	30
1.3.11 Flujo Irregular o Fractura de Fusión.....	30
1.3.12 Interpretación de resultados.	31
1.3.13 Especificaciones.....	31
1.4 PLASTOGRAFO EC PLUS (BRABENDER)	32
1.4.1 Principio de Funcionamiento.....	32
1.4.2 Descripción del equipo.	32

1.4.3	Aplicaciones.....	34
1.4.4	Procedimiento de la Prueba.	35
1.4.5	Factores que afectan el resultado.	35
1.4.6	Interpretación de resultados.	36
1.4.7	Especificaciones.....	36
1.5	ANALIZADOR DE PERMEABILIDAD, VAC V1 GAS. (QUALITEST).....	37
1.5.1	Principio de Funcionamiento.....	37
1.5.2	Aplicaciones.....	41
1.5.3	Pruebas de Permeabilidad y Transmisión de Vapor.	42
1.5.4	Permeabilidad de Gas en Células de Prueba [8].	42
1.5.5	Procedimiento de la prueba.	43
1.5.6	Especificaciones.....	43
1.6	CORTADOR ABRASIVO MEGA M250 (PACE TECHNOLOGIES)	44
1.6.1	Principio de funcionamiento y descripción del equipo.....	44
1.6.2	SELECCIÓN Y EXTRACCIÓN.....	45
1.6.3	PROCEDIEMIENTO DEL PROCESO DE CORTE ABRASIVO.	46
1.7	PRENSA PARA MONTAR PROBETAS, TERAPRESS (PEACE TECHNOLOGIES).....	48
1.7.1	Montaje de Probetas.....	48
1.7.2	MONTAJE POR COMPRESIÓN [9].....	50
1.8	PULIDOR AUTOMÁTICO FEMTO 1000, NANO (PEACE TECHNOLOGIES)	52
1.8.1	Desbaste Mecánico	52
1.8.2	Pulido Mecánico	53
CAPÍTULO 2		56
2.1	Normas y Técnicas en los Ensayos para el Análisis de Polímeros y Metalográfico. 56	
2.1.1	Especificaciones, Normas, Pruebas de Plásticos y Preparación de Muestras Metalográficas.	56
2.2	Especificaciones Técnicas de cada uno de los Bancos de Pruebas.	59
2.2.1	MELT FLOW TESTER (INDEXER) MFI 3000 SERIES.	60
2.2.2	REÓMETRO CAPILAR RC ROSAND RH2200 (MALVERN).	61
2.2.3	PLASTOGRAFO EC PLUS (BRABENDER).	62
2.2.4	ANALIZADOR DE PERMEABILIDAD VAC V1 GAS (QUALITEST)	63
2.2.5	CORTADOR ABRASIVO MEGA M250 (PACE TECHNOLOGIES)	64
2.2.6	PRENSA PARA ARMAR PROBETAS, TERAPRESS (PEACE TECHNOLOGIES)	65
2.2.7	PULIDOR AUTOMÁTICO FEMTO 1000, NANO (PEACE TECHNOLOGIES)	66

CAPÍTULO 3	68
3.1 Laboratorio de Ensayos en Materiales Poliméricos.....	68
3.1.1 Capacidad.....	68
3.1.2 Distribución de Planta.....	69
3.2 Laboratorio de Ensayos Metalográficos.....	70
3.2.1 Capacidad.....	70
3.2.2 Distribución de Planta.....	72
3.3 Codificación de Máquinas, Dispositivos y Equipos.....	73
3.4 Equipo Auxiliar.....	76
CAPÍTULO 4	79
4.1 Acondicionamiento del Espacio Físico.....	79
4.2 Montaje y Puesta a Punto.....	80
4.2.1 Necesidades de Servicio.....	80
4.3 Instalación de cada uno de los Equipos.....	82
4.3.1 MELT FLOW TESTER (INDEXER) MFI 3000 SERIES (QUALITEST).....	82
4.3.2 REÓMETRO CAPILAR RC ROSAND RH2200 (MALVERN).....	85
4.3.3 PLASTOGRAFO EC PLUS (BRABENDER).....	88
4.3.4 Analizador de Permeabilidad, VAC V1 GAS. (QUALITEST).....	90
4.3.5 Cortador Abrasivo MEGA M250 (PACE TECHNOLOGIES).....	91
4.3.6 Prensa Para Montar Probetas, TERAPRESS (PEACE TECHNOLOGIES).....	92
4.3.7 Pulidor Automático FEMTO 1000, NANO (PEACE TECHNOLOGIES).....	93
CAPÍTULO 5	96
5.1 Estructura de las prácticas.....	96
5.1.1 Estructura en que las prácticas serán presentadas al estudiante.....	97
5.2 Elaboración de las Prácticas de Laboratorio.....	103
5.2.1 MELT FLOW TESTER (INDEXER) MFI 3000 SERIES (QUALITEST).....	104
5.2.2 REÓMETRO CAPILAR RC ROSAND RH2200 (MALVERN).....	111
5.2.3 PLASTOGRAFO EC PLUS (BRABENDER).....	119
5.2.4 ANALIZADOR DE PERMEABILIDAD, VAC V1 GAS. (QUALITEST).....	126
5.2.5 CORTADOR ABRASIVO MEGA M250 (PACE TECHNOLOGIES).....	134
5.2.6 PRENSA PARA ARMAR PROBETAS, TERAPRESS (PEACE TECHNOLOGIES).....	140
5.2.7 PULIDOR AUTOMÁTICO FEMTO 1000, NANO (PEACE TECHNOLOGIES).....	146
5.3 Validación de las Prácticas de Laboratorio.....	155
5.3.1 MELT FLOW TESTER (INDEXER) MFI 3000 SERIES (QUALITEST).....	156
5.3.2 REÓMETRO CAPILAR RC ROSAND RH2200 (MALVERN).....	165

5.3.3	PLASTOGRAFO EC PLUS (BRABENDER)	174
5.3.4	CORTADOR ABRASIVO MEGA M250 (PACE TECHNOLOGIES)	185
5.3.5	PRENSA PARA ARMAR PROBETAS, TERAPRESS (PEACE TECHNOLOGIES)	193
5.3.6	PULIDOR AUTOMÁTICO FEMTO 1000, NANO (PEACE TECHNOLOGIES)	201
ANEXOS.....		218

INDICE DE FIGURAS

Fig. 1: MFI-3000 Melt Flow Indexer.....	16
Fig. 2: Esquema de funcionamiento de un equipo MFI.....	18
Fig. 3: Reómetro Capilar RC RosandRH 2200 (MALVERN).....	20
Fig. 4: Distribución de velocidad de un líquido entre dos placas paralelas.	21
Fig. 5: Curvas de flujo (τ vs γ) para diferentes tipos de fluidos.....	22
Fig. 6: Esquema Reómetro Capilar.....	23
Fig. 7: Esquema dado capilar.....	24
Fig. 8: a) Rangos de tasas de deformación en procesos de transformación comunes. b) Rangos de tasas de deformación en reómetros comunes.	26
Fig. 9: Típica curva de esfuerzos cortantes a cinco temperaturas diferentes. Curva 1 la de mayor temperatura.	28
Fig. 10: Clasificación de grupos de fluidos.....	31
Fig. 11: Plastograph EC Plus.....	32
Fig. 12: Cuchillas giratorias en un reómetro de torque.	33
Fig. 13: Esquema de un reómetro de torsión.....	34
Fig. 14: Analizador de Permeabilidad, VAC V1 Gas. (QUALITEST).....	37
Fig. 15: Modelo de solución-difusión de permeación a través de membranas poliméricas.....	38
Fig. 16: Representación esquemática de la disposición para recoger datos para una gráfica de medición tiempo retardo.....	40
Fig. 17: Gráfica típica de permeabilidad en relación al tiempo (tiempo retardado) para membrana de una sola capa.....	41
Fig. 18: Representación esquemática de una célula de prueba para permeabilidad.....	42
Fig. 19: Procedimiento de prueba del permeómetro.....	43
Fig. 20: Cortador Abrasivo MEGA M250.....	44
Fig. 21: Discos de corte para requerimientos específicos.....	45
Fig. 22: Corte de muestras con recubrimiento.....	46
Fig. 23: Prensa Terapress.....	48
Fig. 24: Inclusiones metalográficas (izq) frío y (der) caliente.....	49
Fig. 25 Resinas para moldeo por compresión.....	49
Fig. 26: Pulidor Automático FEMTO 1000.....	52
Fig. 27: Rotación de Disco/Muestra.....	53
Fig. 28: (Izq) Paños de pulido, (Der) pulido con óxidos.....	54
Fig. 29: Área del Laboratorio de Análisis de Polímeros.....	69
Fig. 30: Distribución de Planta, Laboratorio Análisis de Poliméricos.....	70
Fig. 31: Laboratorio de Ensayos Metalográficos.....	71
Fig. 32: Distribución de Planta, Laboratorio de Análisis Metalográficos.....	72
Fig. 33: Desmantelamiento de la caja de envío Melt Index.....	82
Fig. 34: Vista superior del equipo.....	83
Fig. 35: Vista superior del equipo método de nivelación.....	83
Fig. 36: Sistema de corte.....	84
Fig. 37: Desmantelamiento de la caja de envío Reómetro Capilar.....	85
Fig. 38: Diagrama de conexiones Reómetro Capilar.....	86
Fig. 39: Posición de los Transductores de Presión.....	87
Fig. 40: Desmantelamiento de la caja de envío Plastógrafo.....	88
Fig. 41: Soporte de envío del Plastógrafo.....	89
Fig. 42: Desmantelamiento de la caja de envío Permeómetro.....	90
Fig. 43: Desmantelamiento de la caja de envío Cortador Abrasivo.....	91
Fig. 44: Desmantelamiento de la caja de envío Prensa Terapress.....	92
Fig. 45: Desmantelamiento de la caja de envío Pulidor Automático.....	93

INDICE DE TABLAS

<i>Tabla 1: Factores que afectan los resultados del ensayo</i>	<i>36</i>
<i>Tabla 2: Guías de Elección de Discos Abrasivos de Corte</i>	<i>47</i>
<i>Tabla 3 Guía para solucionar problemas con disco de corte abrasivo</i>	<i>47</i>
<i>Tabla 4: Tipos de resinas para moldeo por compresión</i>	<i>50</i>
<i>Tabla 5: Características de resinas para moldeo por compresión</i>	<i>51</i>
<i>Tabla 6: Propiedades de la alúmina abrasiva</i>	<i>54</i>
<i>Tabla 7: Tabla de los Equipos y los Ensayos con respecto a Normas ASTM</i>	<i>57</i>
<i>Tabla 8: Listado de equipos de laboratorios de ensayo de polímeros/metalográficos.....</i>	<i>73</i>
<i>Tabla 9: Código de identificación de los equipos de LEP/LAM.....</i>	<i>75</i>
<i>Tabla 10: Codificación completa de los equipos del LEP/LAM.....</i>	<i>75</i>
<i>Tabla 11: Tabla de Equipos Auxiliares del Laboratorio</i>	<i>76</i>
<i>Tabla 12: Tabla de Consumibles para cada Equipo de Laboratorio</i>	<i>77</i>
<i>Tabla 13: Tabla de Atmosferas Estándar.....</i>	<i>80</i>
<i>Tabla 14: Definición de los Colores de Identificación de Tuberías</i>	<i>81</i>

INDICE DE ECUACIONES

<i>Ecuación 1: Melt flow rate</i>	17
<i>Ecuación 2: Gradiente de velocidad</i>	21
<i>Ecuación 3: Viscosidad aparente</i>	21
<i>Ecuación 4: Viscosidad aparente en función de (v,t,t,p,c)</i>	21
<i>Ecuación 5: Esfuerzo cortante en el centro del capilar</i>	23
<i>Ecuación 6: Velocidad de corte</i>	24
<i>Ecuación 7: Viscosidad aparente del fundido</i>	24
<i>Ecuación 8: Corrección de Bagley</i>	25
<i>Ecuación 9: Corrección de Rabinowitsch</i>	25
<i>Ecuación 10: Igualdad de Arrhenius</i>	29
<i>Ecuación 11: Permeabilidad</i>	39
<i>Ecuación 12: Difusividad</i>	40

CAPITULO 1

**Descripción de los Equipos y
Principio de Funcionamiento.**

CAPÍTULO 1

1.1 POLÍMEROS

En principio nos preguntamos, ¿Qué es un polímero?, y entre algunas definiciones tenemos las siguientes.

MERO que significa una unidad y POLI es muchos, así dentro de este contexto definimos como un grupo unitario de átomos o moléculas en cierto orden o arreglo que se define con sus características propias del polímero. A estas moléculas las cuales están constituidas de un grupo de átomos los cuales están entrelazados con fuertes enlaces entre sí, pero con enlaces relativamente débiles a moléculas adyacentes. Los polímeros están formados por cientos y hasta millones de átomos en una sola molécula, a las cuales se las conoce como macromoléculas. Los polímeros se los conforma de grandes números de pequeñas moléculas llamadas monómeros que en definitiva se los considera como las unidades base en la formación de una estructura mayor, como en la relación de los ladrillos a un edificio completo [1].

Por lo general los monómeros son moléculas orgánicas simples de doble enlace o como mínimo dos grupos funcionales activos. De esta manera estas actúan como la fuerza que lleva a este grupo de moléculas o monómero a sumarse con otras de manera repetitiva hasta llegar a formar un polímero. A este proceso de unión de unión de moléculas de manera continua y repetitiva se conoce como polimerización. Cuando estas moléculas o monómeros, como por ejemplo el etileno que consta de un monómero altamente reactivo porque tiene un enlace doble, se encuentran en presencia de calor, luz o agentes químicos estos enlaces se activan de tal manera que una reacción en cadena con auto-enlaces ocurre de moléculas de etileno generando una alta producción de moléculas de alto peso molecular, dando como resultado al Polietileno.

Los polímeros son el material que se forma de varias macromoléculas en cadena con pesos moleculares promedio, así la diferencia entre compuestos orgánicos y compuestos provenientes de materiales poliméricos está dada por el gran tamaño y forma de las moléculas de un polímero. Los materiales orgánicos comunes como el ether están formados de moléculas pequeñas con pesos moleculares que rodean los 1000 g/mol. En tanto que los pesos moleculares de los polímeros pueden estar de entre los 10.000 a más de 1000 000 g/mol que se forman al unir muchos meros o unidades mediante enlace químico [1].

Los “plásticos” son materiales que se componen de polímeros de origen natural o artificial que en ocasiones constan con aditivos entre los cuales tenemos fibras, cargas, pigmentos u otras sustancias que ayudan a mejorar sus propiedades originales. De entre estos plásticos tenemos la clasificación por uso como son; los termoplásticos, los termoestables y los elastómeros.

1.1.1 PRUEBAS EN MATERIALES POLIMÉRICOS

Un plástico de ingeniería puede ser definido como un polímero sintético con ciertas propiedades mecánicas que se lo puede usar como una forma que soporta una carga [2]. Los polímeros que son la mayor porción de los plásticos de ingeniería son conformados de cadenas moleculares muy grandes en el proceso de polimerización de diferentes monómeros. Plásticos de ingeniería se caracterizan por tener como su principal constituyente uno o más resinas poliméricas y por lo común en su gran universo también contienen aditivos. Los aditivos que son moléculas de mucho menor tamaño que los polímeros dotan de flexibilidad, rigidez, color, resistencia a la llama, resistencia a las inclemencias del clima y procesabilidad. Así de esta manera se los puede categorizar en dos grupos: 1) los que modifican las características del polímero en su estructura física, como son, plastificantes, lubricantes, modificadores de impacto, rellenos y por su puesto los pigmentos, 2) los que provocan su efecto por medio de reacciones químicas, como pueden ser, retardadores de llama, estabilizadores, protectores a los rayos UV y antioxidantes.

En un polímero su estructura básica es la que determina o influye en la propiedades tanto de los polímeros como la de los plásticos que son resultado de los primeros. El buen conocimiento de estas estructuras básicas permite al usuario entender que polímeros son los más adecuados para cierta aplicación y cual no. La estructura química de un polímero es de suma importancia ya que esta dicta muchas de las propiedades del polímero y la importancia en el entendimiento dará como resultado el efecto eventual al final en el desarrollo del plástico de ingeniería.

La caracterización y evaluación durante las diferentes fases de diseño y hasta el análisis de fallos. La evaluación de los materiales o su caracterización son una parte básica y fundamental de la rama de la ingeniería dentro de sus procesos de diseño, ya que al momento de elegir el material apropiado y su procesamiento inciden de manera directa en su función final para la cual fue creado. Estas fases de diseño envuelven una muy compleja consecución de pasos evaluando las alternativas existentes y su relación de los materiales, formas de procesos, formas y funcionalidad [3].

De entre muchas podemos citar estas como las principales razones por las cuales se debe realizar la evaluación y caracterización de los plásticos:

1. Probar los conceptos de diseño
2. Proveer las bases de su confiabilidad
3. Seguridad
4. Control de calidad
5. Satisfacer los estándares y especificaciones
6. Verificar los procesos de manufactura
7. Evaluar productor competidores
8. Generar un historial de nuevos materiales

1.2 MELT FLOW TESTER (INDEXER) MFI 3000 SERIES (QUALITEST).

Fig. 1: MFI-3000 Melt Flow Indexer



Fuente: www.worldoftest.com

1.2.1 Principio de funcionamiento.

El Índice de Fluidez, MFI por sus siglas en inglés (*Melt Flow Indexer*), es una prueba que se la realiza para monitorear la calidad del plástico. La calidad del material que se indica en esta prueba a razón del índice de fluidez a través de un dado diseñado a funcionar en normas establecidas de temperatura, carga y posición del pistón dentro del cilindro en función del tiempo. Esta prueba es principalmente usada para medir la uniformidad de la razón de flujo del material. Estos valores nos ayudan a diferenciar entre los diferentes grados del polímero. El índice del fluidez que pasa a través de un dado capilar es inversamente proporcional a la viscosidad en estado fundido del material, si la razón del índice de fluidez es medida bajo una carga constante y temperatura constante [3]; o un material de alto peso molecular es más resistente al flujo que un material de bajo peso molecular.

Nota: Sin embargo los datos obtenidos de esta prueba no necesariamente nos demuestra la procesabilidad del material. Ya que este está en estado puro, es decir sin ningún aditivo.

La viscosidad en estado fundido o MFR por sus siglas en inglés (*Melt Flow Rate*), se encuentra relacionado al peso molecular del material, si las estructuras moleculares son las mismas. La extrusión plasto-métrica como es especificada en la norma ASTM D-1238 está equipada con un ensamble de pistón-vástago y pesas, orificio removible de una relación $L/D = 4/1$, con control de temperatura y lectura de temperatura, perforación de un orificio, herramienta de carga y la herramienta de limpieza del cilindro [3].

1.2.2 Descripción del Equipo

Este ensayo nos presenta una medida indirecta de la viscosidad de un polímero además nos entrega da alguna idea sobre el peso molecular medido, siendo estos parámetros los que nos resultan útiles en el procesamiento del termoplástico. El MFI no es una propiedad netamente dicha del polímero sino más bien un parámetro que al ser realizado de manera empírica depende de las propiedades tanto físicas y de la estructura molecular de dicho polímero. Así esta medición resulta útil al momento de comparar los materiales, que siendo afectados o sometidos a altas temperaturas o grandes grados de cizallamiento se han llegado a degradar o no [4].

A este índice de fluidez que es gravimétrico se lo puede considerar como el flujo másico de un polímero extruido a través de un capilar de características ya determinadas, bajo condiciones controladas tanto de presión como de temperatura.

El la figura 2 se muestra de manera general y explicativa de las partes en qué consiste esta prueba. En el cilindro que es donde se coloca el polímero a medir, en la parte inferior se encuentra la boquilla con un dado con un pequeño orificio (capilar). Para el control de la temperatura existen unas resistencias arregladas a lo largo del cilindro. El polímero fundido se hace pasar por el capilar o boquilla por medio de un pistón empujado por pesos. A medida que el material fluye de la boquilla este es cortado en trozos de polímero extruido en tiempos fijos. A estos trozos luego se los mide para de esta manera calcular el índice de fluidez gravimétrico a razón de g/10 min [4].

$$MFR(T, w) = \frac{m \cdot 600s}{t} \quad (1)$$

donde *MFR* es el melt flow rate (índice de fluidez), *T* es la temperatura de prueba, *w* es el peso usado en la prueba, *m* es peso de la muestra extraída y *t* son los intervalos de tiempo de corte de las muestras.

1.2.3 Aplicaciones

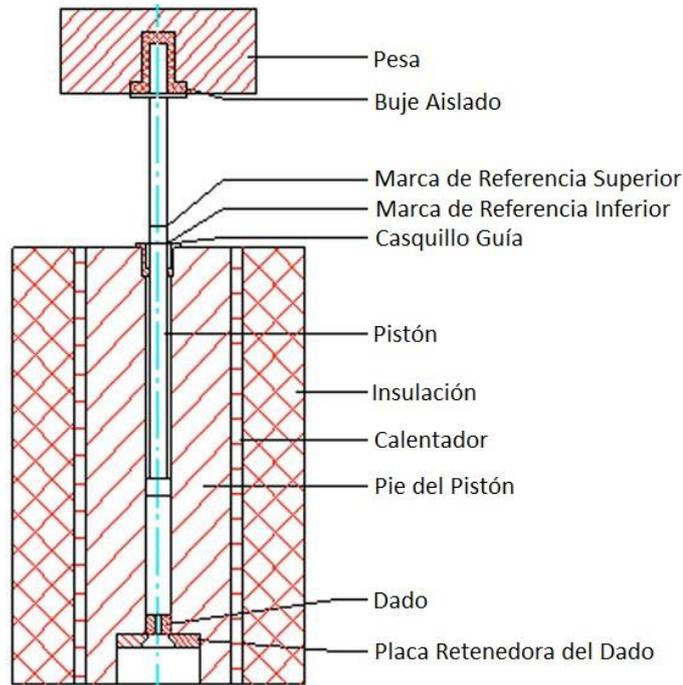
Este equipo está diseñado para determinar la propiedad del índice de flujo de los termoplásticos, acogiendo todos los controles dimensionales de temperatura y especificaciones de rendimiento de las normas ISO 1133:2005, ASTM 1238 y GB/T 3682. Este instrumento puede ser usado para pruebas de MFR, así como la densidad de fundido.

1.2.4 Procedimiento de la Prueba

La máquina es pre-calentada a una temperatura específica. Se carga el material a ser probado dentro del cilindro por la parte superior, luego como dicta la norma se coloca una pesa específica sobre el pistón. Las condiciones más usadas para esta prueba están especificadas en las tablas; en los anexos, en la norma ASTM 1238. al material se le permite pasar a través del dado. La primera extrusión se la deshecha por la posibilidad

de tener burbujas y/o contaminantes. Dependiendo del material o de su tasa de flujo, los cortes para la prueba son realizados en diferentes periodos de tiempo. La porción de la extrusión es entonces medida y valores del (melt index) índice fundido y son calculados en gramos por cada 10 min.

Fig. 2: Esquema de funcionamiento de un equipo MFI



Fuente: Norma ASTM D1238 – 10

1.2.5 Factores que Afectan los Resultados

- **Tiempo de pre-calentamiento:** El cilindro debe ser pre-calentado por un periodo de tiempo determinado, aunque el termómetro muestre la temperatura establecida no siempre el total del cilindro estará a dicha temperatura. Esto causa que la velocidad de flujo varíe considerablemente, por lo que el gradiente de temperatura en el cilindro deberá ser cero.
- **Humedad:** Humedad en el material especialmente en los que contienen aditivos puede causar la aparición de burbujas en la extrusión las cuales pueden ser invisibles a simple vista. El constante pesaje de pequeños trozos de las extrusiones en la prueba mostraría humedad en el material.
- **Apisonamiento:** La muestra a ser puesta a prueba debe estar muy bien apisonada para de esta manera asegurarse de que el aire entre los pellets de la

muestra salga. Al bajar el pistón se hace un sello del cual el aire no podrá salir afectando así la prueba y sus resultados.

- Volumen de la Muestra: El volumen de la muestra debe ser exacto en cada prueba, para que de esta manera poder obtener resultados idénticos, cualquier cambio en la muestra ocasionaría que el calor del cilindro varíe significativamente.

1.2.6 Interpretación de Resultados

Los valores del índice de fundido obtenidos de una prueba pueden llegar a tener diferentes maneras de interpretarlas. En primer lugar, una pequeña variación en el valor, no puede o debería ser interpretado de manera que se ponga en duda al material. Ya que le productor deberá ser consultado por para la reproducibilidad de un grado de material particular. Ahora de si el valor de la prueba tiene una diferencia mayor en su índice de fundido que la muestra de control puede significar diferentes situaciones. El material puede tener un grado diferente con un flujo distinto. También puede significar que el peso molecular promedio o la distribución del peso molecular es diferente a del control y por lo mismo puede mostrar diferentes propiedades.

El valor de *Melt Index* es una medida inversa a la del peso molecular. Por lo que las características del flujo son inversamente proporcional al peso molecular, un polímero con bajo peso molecular tendrá un alto valor de índice de *melt index* y vice versa [4].

1.2.7 Especificaciones:

- Rango de control de temperatura: 120°C - 450°C (248°F - 842°F)
- Precisión de temperatura: +/- 0.5°C
- Requerimientos Eléctricos: 110V/60 Hz.

1.3 REÓMETRO CAPILAR RC ROSAND RH2200 (MALVERN).

Fig. 3: Reómetro Capilar RC RosandRH 2200 (MALVERN)



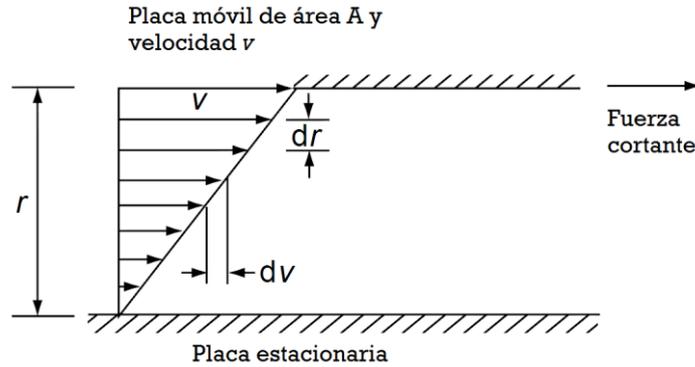
Fuente: www.malvern.com

1.3.1 Reología

La reología estudia la deformación de los materiales, es definida como el estudio del flujo o la relación entre fuerza y deformación.

La viscosidad es la medida de la resistencia al flujo debido a la fricción interna de una capa del fluido en relación a otra capa del fluido en cuestión. “A mayor fricción más grande la fuerza requerida para producir dicho movimiento llamado cizallamiento [4]. El cizallamiento se presenta cuando el fluido es perturbado como cuando está siendo vertido, mezclado y roseado. Por lo que fluidos con mayor viscosidad necesitan de una mayor fuerza para ser movidos que otros de menor viscosidad. El gradiente de velocidad es la medida de la rapidez a la cual las capas intermedias se mueven una con respecto a la otra, figura 4. Esto muestra el cizallamiento del líquido a lo cual se lo conoce como “*velocidad de cizallamiento*”. El “*esfuerzo cortante*” es el esfuerzo desarrollado en el polímero fundido visto desde su sección transversal sus capas están deslizándose una sobre otra. Cuando la razón del esfuerzo de deformación y el esfuerzo cortante son constantes, como lo es en el caso del agua se lo llama un “Fluido Newtoniano”. Ya que la razón del esfuerzo cortante varía en la misma proporción del esfuerzo cortante. Cuando el esfuerzo cortante es variado, este no cambia en las mismas proporciones por lo que la viscosidad de estos fluidos cambiará a medida del cizallamiento. Todos los materiales poliméricos muestran un comportamiento en su flujo de tipo No-Newtoniano [4]. Figura 5

Fig. 4: Distribución de velocidad de un líquido entre dos placas paralelas.



Fuente: Adaptado de *Plastics Technology Handbook 4th ed*

El gradiente de velocidad entre estas dos placas es dv/dr , a esto se lo conoce como *esfuerzo cortante*.

$$\gamma = \frac{dv}{dr} \quad (2)$$

Si el líquido es ideal y mantiene una temperatura constante el esfuerzo de deformación es lineal y directamente proporcional al esfuerzo cortante por lo que:

$$\tau = \eta \left(\frac{dv}{dr} \right) = \eta \gamma \quad \text{ó}$$

$$\eta = \frac{\tau}{\gamma} \quad (3)$$

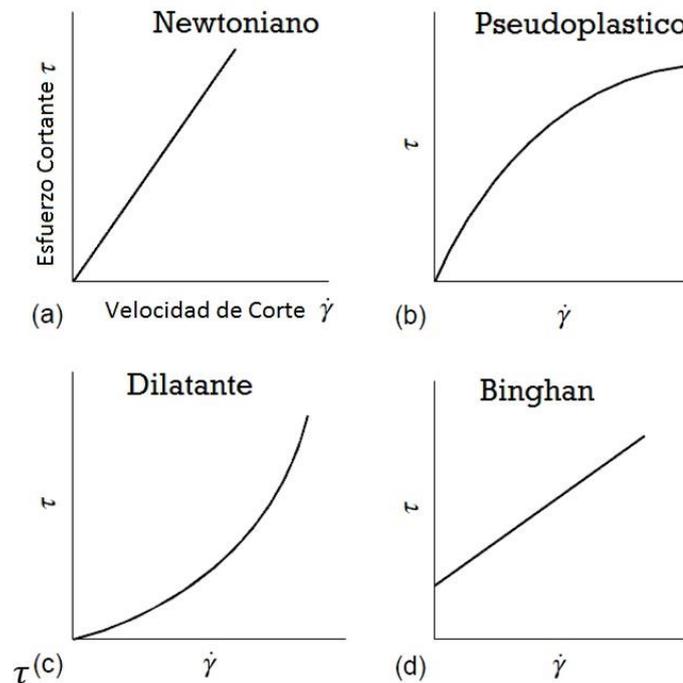
cuando η es el coeficiente de viscosidad o la fricción interna del líquido. A esta relación se la encuentra en fluidos Newtonianos para fluidos ideales. Los polímeros por otra parte se desvían de esta ley de Newton y se los conocen como No-Newtonianos la Ecuación 2 para estos fluidos se la define como viscosidad aparente.

En realidad los polímeros fundidos siguen ley de Newton cuando el esfuerzo cortante tiende a cero, por lo que la ecuación que mejor define este comportamiento es:

$$\eta = f(\gamma, T, t, P, c, \dots) \quad (4)$$

donde las variables son γ = esfuerzo cortante, (en función de la deformación cortante), T = temperatura, t = tiempo, P = presión (en función del volumen), c = concentración, peso molecular, distribución del peso molecular, cristalinidad, presencia de aditivos, etc.

Fig. 5: Curvas de flujo (τ vs $\dot{\gamma}$) para diferentes tipos de fluidos



Fuente: *Plastics Technology Handbook 4th ed.*

Los datos o medidas reológicas son de mucha utilidad en la determinación de propiedades moleculares, elásticas y físicas de los polímeros, con simulaciones de procesamientos de grandes escalas e investigación básica. Quizás el factor más importante en un proceso de ingeniería es predecir el comportamiento de extrusión o moldeo en la viscosidad del material fundido. Existen muchos métodos para obtener la viscosidad de un polímero fundido de manera experimental en función de la velocidad de cizallamiento. Estos elementos para hacer estas mediciones deben cumplir con dos condiciones (1) el fluido debe cortarse o cizallarse a tasas medibles, y (2) el esfuerzo desarrollado debe ser conocido.

1.3.2 Principio de Funcionamiento.

“Reómetros capilares pueden medir cómo cambia la viscosidad de un material en función de la temperatura y la presión. Una prueba puede completar un ciclo a través de 10 diferentes velocidades de pistón a una temperatura controlada y un seguimiento de cómo los cambios de viscosidad respecto a velocidad de corte (velocidad de flujo) y la tensión de corte (fuerza aplicada). El resultado es una curva de reología que grafica tensión de cizallamiento, medida en Pascales (Pa), en el eje X y la velocidad de cizallamiento (en seg^{-1}) en el eje Y. La relación de los dos es la viscosidad en milipascales.segundo ($\text{mPa} \cdot \text{s}$). Una $\text{mPa} \cdot \text{s}$ es igual a 1 centipoises (cp), que es la viscosidad del agua a temperatura ambiente”. [5]

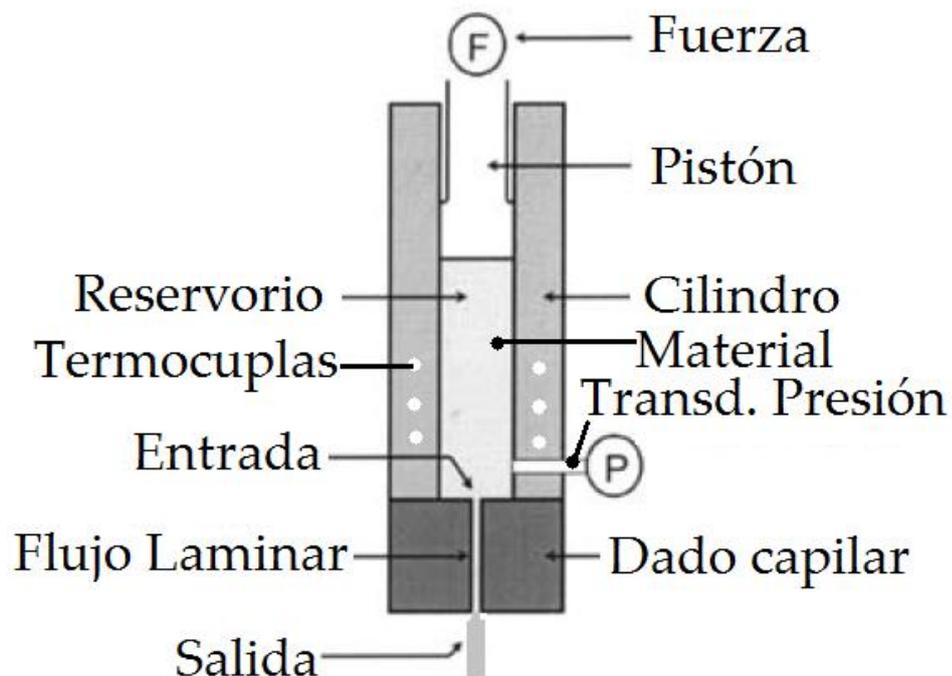
De acuerdo al esquema de la figura 6, de un típico reómetro capilar, el polímero fundido esta contenido dentro de un reservorio cilíndrico y calentado a la temperatura predeterminada. Un pistón controlado por un motor es usado para aplicar la fuerza sobre el material hacia abajo dentro del cilindro y por entre el dado, la velocidad o tasa de corte es determinada por la velocidad del pistón, una vez que la presión alcanza el equilibrio el pistón puede cambiar al medir el material a una tasa diferente. Los parámetros importantes a ser controlados y/o medidos son la temperatura, presión (en el pistón), la tasa de flujo del material (determinada de la velocidad del pistón y la sección del cilindro), y la geometría del dado.

Bajo un flujo estable y condiciones isotérmicas para un fluido incompresible (asumiendo que es un flujo axial y no hay deslizamiento en las paredes), la fuerza de la viscosidad que se resiste al movimiento de la columna de fluido del material en capilar es igual a la fuerza aplicada que mueve la columna en la dirección del flujo, por lo tanto:

$$\tau = \frac{R\Delta P}{2L} \quad (5)$$

1.3.3 Descripción del Equipo

Fig. 6: Esquema Reómetro Capilar



Adaptado de: Plastics Technology Handbook 4th ed

donde R y L son el radio y la altura de la columna y ΔP es la caída de presión a través del capilar. El esfuerzo de corte τ es por lo tanto cero en el centro del capilar e

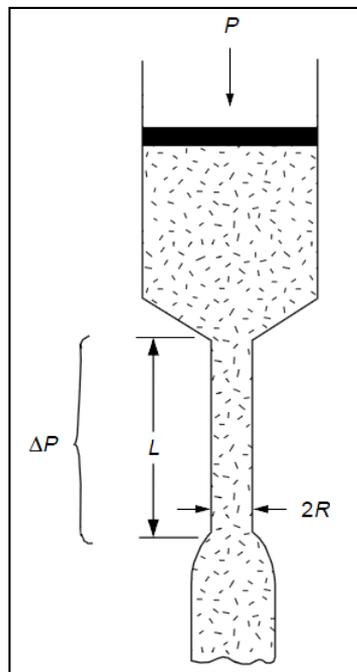
incrementa a su valor máximo en la pared del capilar. Este valor máximo es el que generalmente se usa para el esfuerzo de corte en el flujo capilar.

Dentro de la reometría capilar normal en polímeros fundidos, la corriente de flujo se halla en la atmósfera, y el movimiento estático de presión en el reservorio es tomado como ΔP , en estos casos los efectos de las deformaciones viscosas y elásticas en la entrada y salida del capilar deben ser tomados en cuenta al calcular el verdadero esfuerzo de deformación en la pared del capilar, en particular si la relación altura-radio L/D del capilar es pequeño. Figura 7.

Para fluidos que muestran un comportamiento Newtoniano la tasa de cizalladura o corte ($\dot{\gamma}$) a la pared está dada por:

$$\dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad (6)$$

Fig. 7: Esquema dado capilar



Fuente: Manas Chanda. Plastics Technology Handbook.

donde Q es la velocidad flujo volumétrico a través del capilar bajo una caída de presión ΔP . La viscosidad en fundido es [6]:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{\pi R^4 \Delta P}{8LQ} \quad (7)$$

Los valores tomados del flujo del polímero por reómetros capilares son frecuentemente presentados como gráficos esfuerzo de deformación versus tasa de deformación a ciertas temperaturas. A estos datos se los conoce como esfuerzo y tasa de deformación aparentes en la pared del tubo capilar. Algunas correcciones deben ser realizadas a estos valores para así obtener valores reales o verdaderos. El valor correcto del esfuerzo de deformación por **Bagley** es [6]:

$$\tau_c = \frac{R\Delta P}{2(L + e)} \quad (8)$$

donde τ_c es valor corregido y e es la corrección de la altura expresada como función del radio.

La corrección de la tasa de corte por lo que en un flujo newtoniano isotérmico donde la distribución de velocidades desde la pared hasta su eje central dentro en el tubo es parabólico, una curva no-parabólica es la más adecuada para la distribución de velocidades. La corrección de **Rabinowitsch** [6] es aplicada a la tasa de deformación en orden para eliminar ese error:

$$\gamma_c = \frac{3n + 1}{4n} \gamma_a \quad (9)$$

donde el subíndice c describe al valor corregido y el subíndice a se refiere al valor aparente de la tasa de corte en la pared del tubo; el valor de corrección n está dado por $d \log \tau_a / d \log \dot{\gamma}$ y es 1 para flujos Newtonianos.

Razones por las cuales el reómetro capilar es ampliamente usado en la industria del plástico:

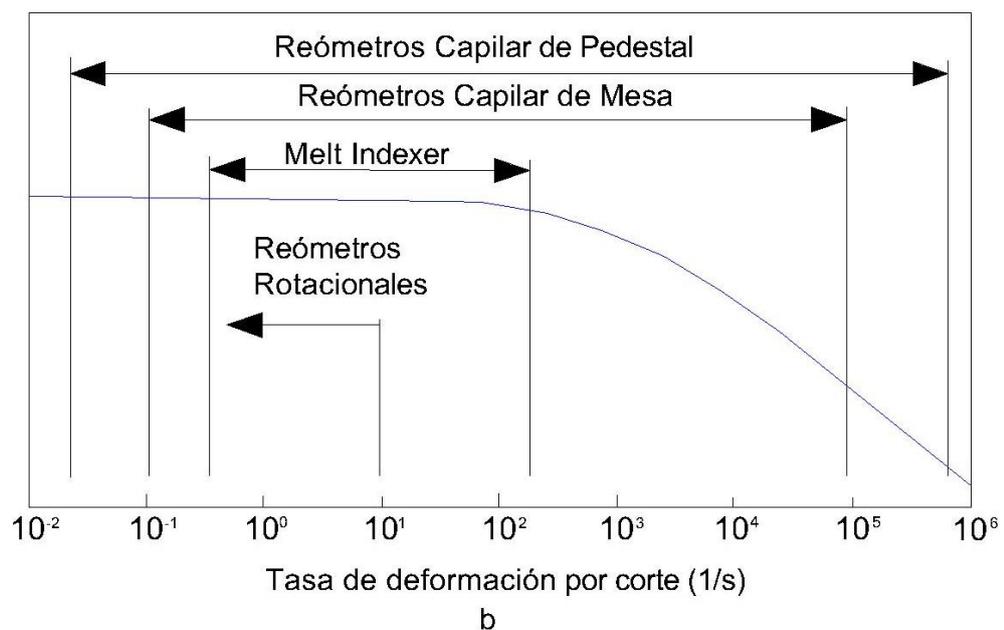
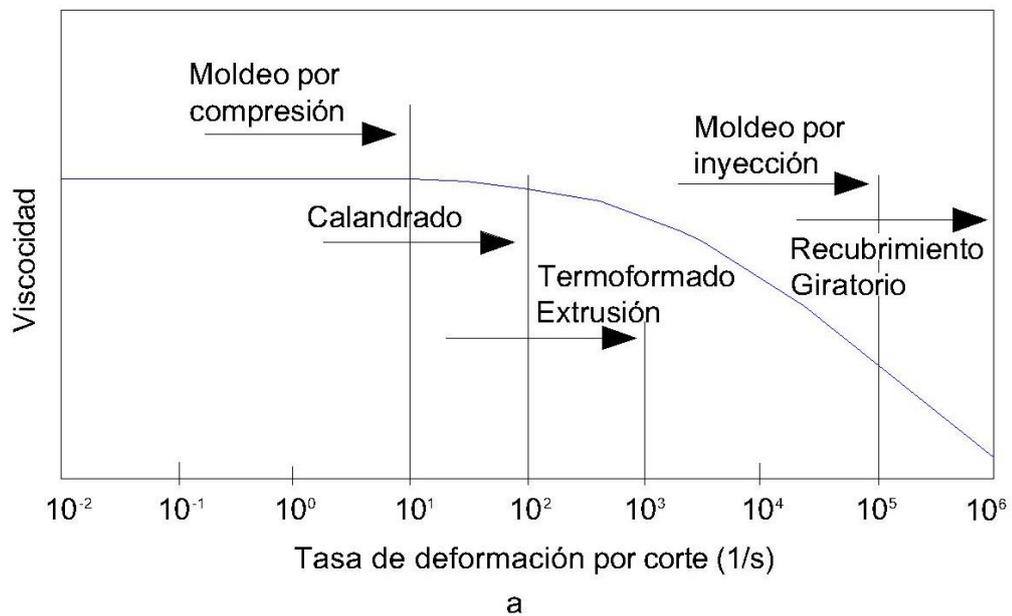
- La tasa de deformación y la geometría del flujo en el reómetro capilar son muy similares a las condiciones encontradas en extrusión y moldeo por inyección.
- El reómetro capilar generalmente cubre el mayor rango de tasas de corte.
- Un reómetro capilar entrega datos prácticos e información sobre el hinchamiento del dado, estabilidad del fundido y defectos de la extrusión.

1.3.4 Aplicaciones.

Este tipo de reómetros son los más usados para la medición y caracterización en el comportamiento de polímeros en su estado fundido, ya que estos están diseñados para la caracterización de los polímeros en estado fundido en rangos de esfuerzos cortantes que van desde 10 a 10,000 s^{-1} [6]; estos rangos son fácilmente alcanzados en el reómetro capilar y en procesos de transformación. Figura 8.

Un reómetro capilar mide las propiedades de viscosidad de un fluido determinando la presión requerida para que este fluya por un pequeño capilar de sección cilíndrica o sección rectangular a una velocidad de flujo determinada. En muchos reómetros la velocidad de flujo es controlada por medio de la velocidad pistón y se mide la caída de presión a través del capilar, algunos métodos para controlar la presión y medir el flujo son a manera de gas o masas.

Fig. 8: a) Rangos de tasas de deformación en procesos de transformación comunes. b) Rangos de tasas de deformación en reómetros comunes.



Adaptado de: Burke Nelson. Handbook of Plastic Analysis, 2003.

La Asociación Americana para Prueba de Materiales, ASTM, o American Society for Testing and Materials por sus siglas en inglés ha determinado un método estándar de título “Standard Test Method for Determination of Polymeric Materials by Means of Capillary Rheometer” [6] designada como D3835-96. Este método abarca las mediciones de la viscosidad de materiales a temperaturas y velocidades de cizallamiento ya probadas en procesos comunes en plásticos. Asuntos como; rangos en control de temperatura, calibraciones, especificaciones del reómetro y el dado, rangos de temperaturas comunes, procedimientos, análisis de resultados y reproducibilidad de ensayo son tomados en cuenta dentro de esta norma.

En muchas ocasiones el MFR o índice de flujo fundido no detalla la suficiente información porque esta prueba del melt index es simplemente un ensayo de un un solo punto. La temperatura especificada en la prueba no es necesariamente la real, dentro los procesos productivos. Además la prueba se realiza a bajas velocidades de corte o cizallamiento, lo cual no es cierto en los productivos. Las velocidades de flujo son medidas bajo un solo esfuerzo cortante y velocidad de corte realizados en un conjunto de temperaturas y condiciones geométricas. Debido a esto es que es muy posible encontrar dos materiales distintos con el mismo número de melt index con comportamientos distintos a los esfuerzos cortantes diferentes de los usados en las mediciones del melt index. En el caso de un reómetro capilar mide la viscosidad aparente o melt index sobre un variado rango de esfuerzos cortantes y velocidades de cizallamiento que son los que aparecen en procesos de moldeo por compresión, calandrado, extrusión, moldeo por inyección y muchos otros procesos en un polímero fundido.

Aplicaciones Adicionales

- a) Mini Extrusor el reómetro capilar a menudo sirve como un mini extrusor cuando se lo combina una unidad de estiramiento para la extrusión. Wagner (2001) muestra datos típicos y propuestos un buen análisis a este experimento.
- b) Reómetro Extensional (Método de Cogswell) Cogswell (1972) observó que las propiedades del material extensionales dominan el flujo convergente desde el depósito de ancho hacia el capilar estrecho. Separó la caída de presión de entrada (de la corrección Bagley,) en corte y extensión componentes dominantes.

1.3.5 Procedimiento de la Prueba

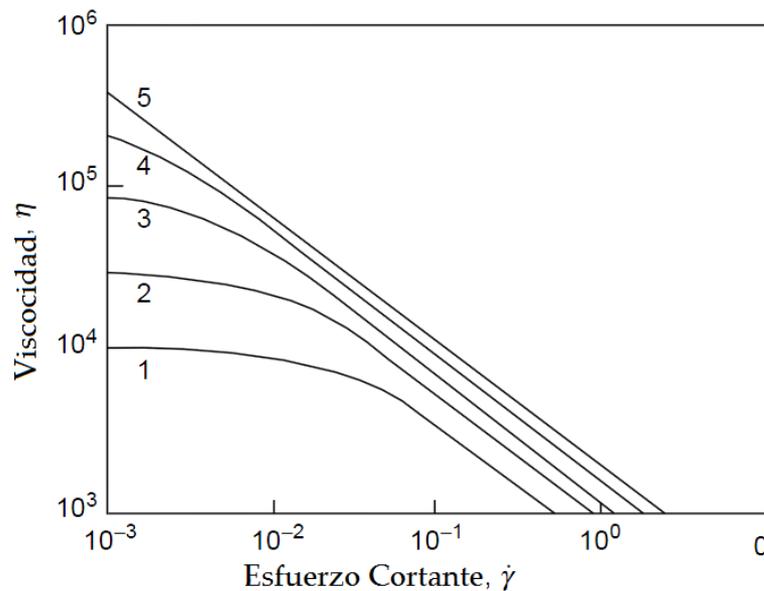
1. Poner el equipo en marcha.
2. Carga el tipo de prueba a ser realizada.
3. Colocar los transductores de presión de acuerdo a la prueba y al material.

4. Ajuste de la temperatura y permitir que el reómetro alcance el equilibrio térmico.
5. Colocar los dados.
6. Calibración de la temperatura.
7. Cargar la muestra/s.
8. Comprimir la carga con el pistón.
9. Proceder a correr la prueba establecida.
10. Guardar los resultados y analizar mediante el software.
11. Limpiar el equipo de acuerdo al manual de usuario.

1.3.6 Efecto del esfuerzo Cortante en la Viscosidad [4].

La mayoría de los polímeros fundidos muestran un comportamiento No-Newtoniano con una viscosidad aparente decreciendo con el incremento del esfuerzo cortante. Una curva típica de esfuerzo cortante vs viscosidad figura 6. La viscosidad del polímero a esfuerzos cortantes altos puede ser bastante más pequeña que la viscosidad bajo esfuerzos cortantes muy bajos. La reducción de la viscosidad con el aumento de la tasa de cizallamiento es aprovechada en la consecución de viscosidad deseable y óptima para los polímeros en máquinas y equipos de procesamiento sin elevar la temperatura hasta niveles perjudiciales [6].

Fig. 9: Típica curva de esfuerzos cortantes a cinco temperaturas diferentes. Curva 1 la de mayor temperatura.



Fuente: *Plastics Technology Handbook 4th ed.*

1.3.7 Efecto del Peso Molecular en la Viscosidad [4].

El peso molecular de un polímero es el factor más importante que afecta su reología. Como consecuencia, el aumento de peso molecular se asocia con una tasa muy alta de aumento de la viscosidad.

La distribución de pesos moleculares de un polímero también influye en su reología. En general, cuanto más amplía la gama, menor es la velocidad de cizallamiento a la que de fluidificación por cizalla (disminución de la viscosidad) se desarrolla. Por lo tanto polímeros con amplia distribución de peso molecular son más fáciles de extruir que aquellos con distribución estrecha.

1.3.8 Efecto de la Temperatura en la Viscosidad [4].

La viscosidad de la mayoría de los polímeros cambia bajo los efectos de la temperatura, esto se describe con la ecuación de Arrhenius:

$$\eta = Ae^{E/RT} \quad (10)$$

Donde A es una constante y E es la energía de activación, así relacionando a la temperatura y viscosidad. De acuerdo a la ecuación de WFL (Williams-Ladel-Ferry), la cual no se explicara en esta trabajo pero que puede ser tratada bajo la bibliografía presentada.

1.3.9 Efecto de la Presión en la Viscosidad [4].

Mientras que los aumentos de temperatura a presión constante causan una disminución de la viscosidad, se eleva la presión a temperatura constante causan un aumento en la viscosidad ya que esto provoca una disminución de volumen libre.

En otras palabras, si el volumen y por lo tanto volumen libre se hacen constante mediante el aumento de la presión así como la temperatura se aumenta, la viscosidad también se mantiene constante. Se considera como un hecho que cuando a un rango de temperatura de procesamiento normal para un polímero, es posible considerar un incremento en presión equivalente en su efecto a la viscosidad al decrecimiento en temperatura.

1.3.10 Efecto Weissenberg [4].

El efecto Weissenberg se manifiesta claramente en el aumento en el diámetro de los perfiles extruidos de una variedad de polímeros fundidos. El hinchamiento de lo extruido, más comúnmente conocido como hinchamiento en la matriz, surge probablemente debido a una combinación de los efectos de esfuerzos normales y una posible recuperación elástica consecuente a la compresión previa antes de la masa fundida o líquida entra al dado.

Un aspecto práctico del efecto Weissenberg o hinchamiento después del dado es que, en la extrusión o calandrado, la masa fundida que sale es más grande que el tamaño del dado o línea de pellizco. El control del tamaño se realiza en parte por el uso de una abertura más pequeña y por tener en parte un aumento del estirado.

1.3.11 Flujo Irregular o Fractura de Fusión.

Por encima de una cierta tensión de cizallamiento considerado como el esfuerzo de cizallamiento crítico, inestabilidades en el flujo de muchos polímeros fundidos exhibidos por un cambio abrupto en la forma del material extruido fundido se encontró que ocurren. Las irregularidades en el flujo puede deberse a Reynolds, turbulencia o turbulencias estructurales y la descomposición termo-mecánica del polímero.

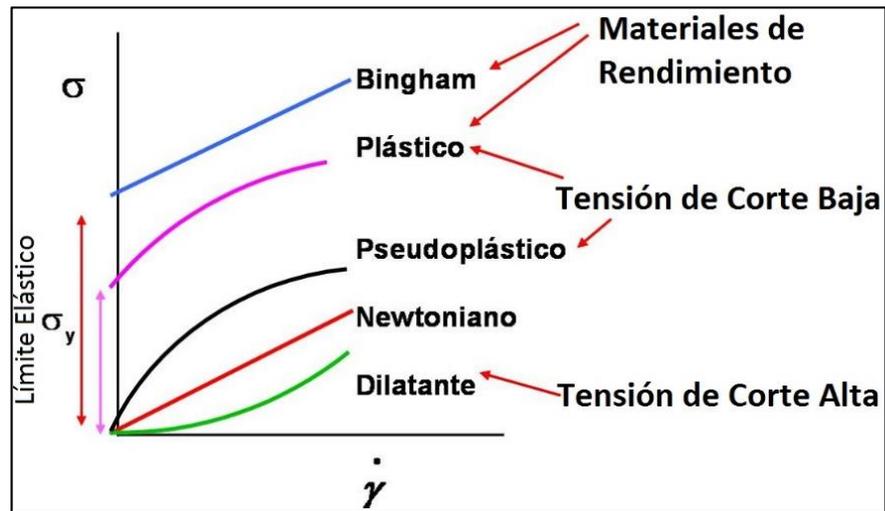
Por encima de la tensión de cizallamiento crítica, el material cerca de la pared se relaja mucho más rápido que el material del núcleo que conduce a las irregularidades de flujo, que, de acuerdo con Tordella, es causada por una fractura de la masa fundida antes de su entrada en el dado. Los polímeros que muestran irregularidades en el flujo de salida a tasas bajas son aquellos que tienen tiempos de relajación comparativamente largos. El origen de las irregularidades de flujo y el sitio de la fractura en fusión es cerca de la entrada al dado ya que esta es la zona de mayor tensión de cizallamiento. La subida de la tensión es tan grande en comparación con el tiempo de relajación que la masa fundida del polímero se fractura tanto como un sólido [8].

Las propiedades estudiadas por la reología se las pueden medir por medio de aparatos denominados reómetros los cuales someten al material a diferentes tipos de esfuerzos y deformaciones de manera controlada con sus respectivas mediciones.

Entre las propiedades más importantes tenemos:

- *Viscosidad aparente (relación entre esfuerzo de corte y velocidad de corte).*
- *Coefficientes de esfuerzos normales.*
- *Viscosidad compleja (respuesta ante esfuerzos de corte oscilatorio).*
- *Módulo de almacenamiento y módulo de pérdidas (comportamiento viscoelástico lineal).*
- *Funciones complejas de viscoelasticidad no lineal.*

Fig. 10: Clasificación de grupos de fluidos



Fuente: www.iq.usp.br

1.3.12 Interpretación de resultados.

Al terminar cada prueba, los datos tomados generan resultados en tablas y gráficas para de esta manera estudiar, comparar y determinar estos resultados obtenidos con otros resultados patrón o para la finalidad de investigación de nuevos materiales o combinaciones así caracterizando el material para sus usos posteriores. Las pruebas que se pueden hacer en este equipo son muchas entre las cuales está la de identificar el comportamiento del material a diferentes esfuerzos cortantes, la curva generada de un polímero con los valores altos y bajos críticos de dicho material.

1.3.13 Especificaciones.

- Poder: 3.8 KW
- Rango de medición: 200 Nm
- Desviación de Torque: 0.15%
- Rango de velocidad: 0.2 – 150 min^{-1}
- Control de temperatura: 6 zonas
- Medidas: 630 x 450 x 1100 mm
- Peso: 150 Kg

1.4 PLASTOGRAFO EC PLUS (BRABENDER)

Fig. 11: Plastograph EC Plus



Fuente: www.brabender.com

1.4.1 Principio de Funcionamiento.

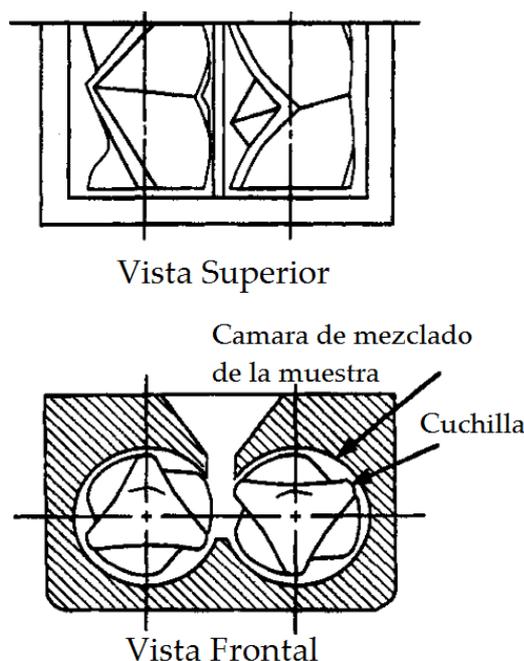
En cuanto a los dispositivos de tornillo helicoidales son los instrumentos mezcladores llamados reómetros de par o torque. Se componen de una cámara grande con dos cuchillas o tornillos contra-rotantes. Hay diferentes configuraciones de cuchilla. Uno muy común se muestra en la figura 12. Estos dispositivos se utilizan principalmente como simuladores de mezcladoras de mayor envergadura y extrusoras y para preparar muestras compuestas tanto en los campos de I&D y C&C.

Uno de los ejes giratorios tiene un transductor de par de torsión que registra como polímeros se funden y se mezclan con otros aditivos. Blyler y Daane (1967) han demostrado que cuando la muestra ha alcanzado el estado estacionario, se puede obtener una buena medida de n (pero no m) para los fluidos de ley de potencia de torque y velocidad del tornillo [4].

1.4.2 Descripción del equipo.

El reómetro de torsión es una de las piezas más versátiles de equipo para la investigación y desarrollo, control de la producción, y el trabajo de control de calidad en los materiales poliméricos. Se trata de una herramienta de laboratorio que a menudo se utiliza para predecir el comportamiento de procesamiento y para simular condiciones de uso realistas. Algunas aplicaciones típicas incluyen la determinación de valores del flujo en estado fundido y la estabilidad de los polímeros y sus tiempos de degradación a diferentes velocidades de cizallamiento, el estudio de las propiedades reológicas y la dispersión del pigmento, caracterizar diferentes formulaciones, y la observación de los efectos del cambio de ingredientes y temperaturas.

Fig. 12: Cuchillas giratorias en un reómetro de torque.



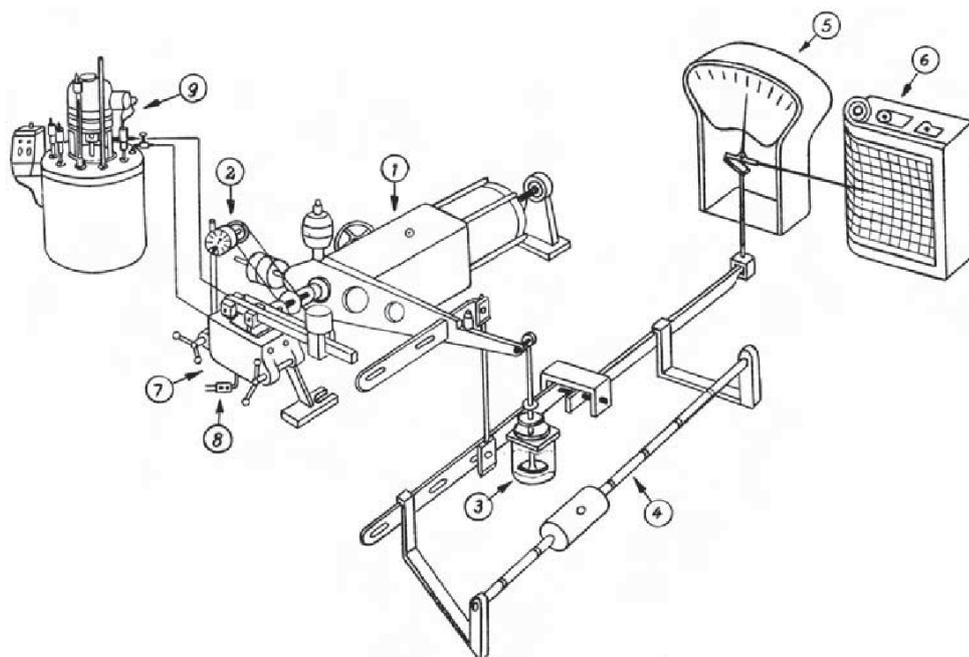
Fuente: Macosko, Christopher W., *Rheology Principles, Measurements and Applications*, 1994.

El reómetro de torsión es un medidor de torsión basado en el principio del dinamómetro. Una muestra del material a ensayar se coloca en la cámara de mezclado, donde se somete a cizallamiento por medio de dos cuchillas giratorias. El material de la muestra es también sometido a altas temperaturas. El dinamómetro está suspendido libremente entre dos bloques de cojinete, mientras conduce a las unidades de los rotores para la medición. La velocidad de cizallamiento, medida por la velocidad angular de los rotores, está establecida de acuerdo a un tacómetro.

Los rotores de medición se encuentran con un par de torsión resistente por el material de ensayo que hace que el dinamómetro gire en la dirección opuesta. La reacción par se equilibra a través del sistema de palanca en contra de la escala indicadora de par de torsión, simultáneamente grabándolo en una gráfica. Un amortiguador de aceite amortigua el movimiento del sistema de palanca. Al deslizar el peso sobre el brazo, el cero puede ser suprimido varias veces, aumentando así el rango sin influenciado en su sensibilidad ya establecida. El cabezal de medición es calentado por medio de electricidad o por aceite. Figura 13 ilustra esquemáticamente un reómetro de torsión [4].

En las unidades de nuevo desarrollo, el dinamómetro está montado junto a un unidad de medición de torsión electrónico de alta precisión en una placa base de entorno estable y sin distorsiones. El par del dinamómetro lineal se mide directamente a través de una célula de carga sin ningún elemento intermedio, aumentando de esta manera la fiabilidad global del reómetro de torsión.

Fig. 13: Esquema de un reómetro de torsión



Fuente: C. W. Brabender Instruments

1.4.3 Aplicaciones

El reómetro de torsión se utiliza ampliamente en la operación de compuestos de PVC. Una gran cantidad de información útil puede derivar de una prueba de fusión simple. La prueba de la fusión se lleva a cabo pesando una cantidad predeterminada de compuesto de PVC y la introducción de la carga en el cabezal mezclador precalentado con las palas del rotor que giran a una velocidad específica. El material se deja fluir hasta que alcance un punto de fusión y continúe hasta el punto de degradación. El par de torsión se registra como una función del tiempo en una gráfica. Al alterar la cantidad de los diferentes aditivos, tales como lubricantes y estabilizadores, se puede observar el efecto de estas variaciones en términos de par de torsión de fusión, tiempo de fusión, y la estabilidad total. La correlación entre los valores obtenidos a partir del experimento en un reómetro de par de torsión y la fabricación procesos reales, tales como la extrusión y moldeo por soplado puede ser establecida. El reómetro de torsión también se puede utilizar para llevar a cabo el análisis de flujo capilar con sólo conectar una pequeña extrusora para el dinamómetro en lugar de la cabeza de mezcla [6].

Tres métodos básicos se han desarrollado para estudiar las características en la absorción de plastificante:

- 1) Plastificante método de absorción-Bureta
- 2) La absorción del plastificante usando un reómetro de torsión
- 3) Absorción del plastificante por la fuerza centrífuga aplicada

1.4.4 Procedimiento de la Prueba.

- a. Poner el equipo en marcha.
- b. Activar el equipo con el botón “Start”.
- c. Preparar la muestra, peso.
- d. Iniciar el programa WinMix en el computador.
- e. Ingresar los parámetros de la prueba.
- f. Dar inicio a la prueba y esperar calibración del equipo.
- g. Cargar la muestra, la prueba inicia automáticamente.
- h. Esperar la culminación del tiempo de prueba y guardar datos.
- i. Limpiar el equipo de acuerdo al manual de usuario.

1.4.5 Factores que afectan el resultado.

- Peso de la muestra
- La naturaleza del material de muestra (temperatura, tamaño de los gránulos, capacidad de vertido, la humedad, etc)
- Calefacción / refrigeración de la mezcladora de medición
- Limpieza de la mezcladora
- Operatividad de todos los componentes del sistema
- Velocidad
- Desgaste de cuchillas y / o bujes
- La tasa de desgaste de las superficies interiores del mezclador
- Daño de cartuchos calefactores
- La observación de las especificaciones de prueba

Tabla 1: Factores que afectan los resultados del ensayo

CRITERIO	DEMANDA
✓ Temp. De inicio	_La temp. de inicio constante por al menos 3 min antes de cargar la muestra.
✓ Tiempo de carga muestra.	_Entre 5 -20 s
✓ Temp. Cuando se halla alcanzado el equilibrio	_Temp. + max. 20°C
✓ Ancho de banda de la curva de torque	_Excesiva vibración
✓ Perfil de la curva de torque	_La curva del torque debe estar completa.

Fuente: Manual de Usuario del equipo

1.4.6 Interpretación de resultados.

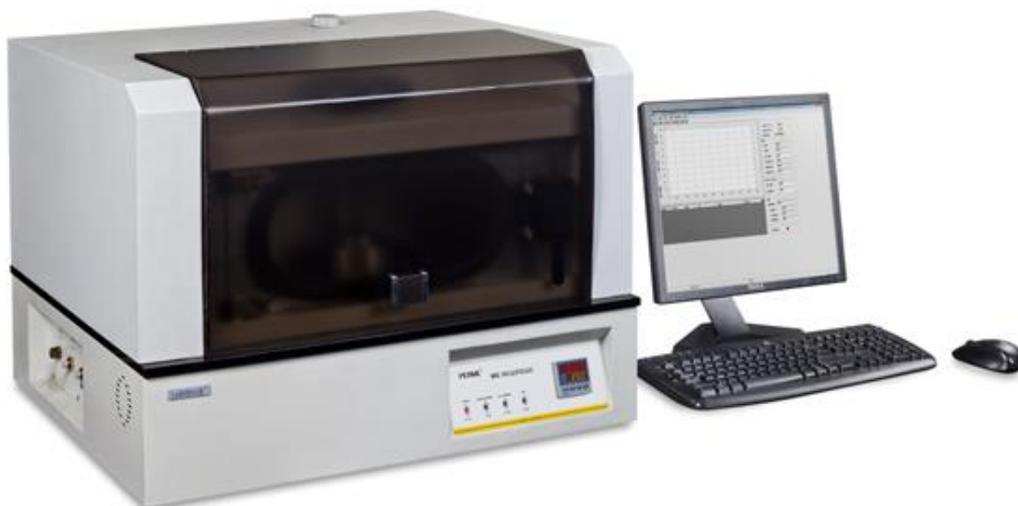
Los resultados son usados normalmente para predecir los comportamientos de procesamiento y para simular condiciones reales de uso. Una prueba de fusión puede generar una buena cantidad de información, como el tiempo de estabilización, punto de fusión y de degradación así como la formación de geles durante el proceso. La grafica Torque vs tiempo, registra el torque necesario para dicho material en relación del tiempo e influenciado por la temperatura. Al variar el tipo de material y/o sus aditivos se puede observar estas alteraciones en función torque de fusión, tiempo de fusión, el tiempo total y de estabilización. La relación entre los valores experimentales obtenidos de la prueba del reómetro de torque y los valores de los procesos de manufactura, como extrusión y soplado pueden ser establecidos.

1.4.7 Especificaciones.

- Numero de cilindros: 2
- Fuerza max: 12 kN
- Velocidad max: 600 mm/min
- Rango de temperatura: 5 a 200 °C
- Diámetro del cilindro: 15 mm
- Longitud del cilindro: 250 mm
- Transductores de presión: 1500 y 10,000 psi
- Dados: Carburo de tungsteno, precisión $\pm 5\mu\text{m}$
- Medidas: 1.1 x 0.55 x 0.65 m
- Peso: 120 Kg

1.5 ANALIZADOR DE PERMEABILIDAD, VAC V1 GAS. (QUALITEST)

Fig. 14: Analizador de Permeabilidad, VAC V1 Gas. (QUALITEST)



Fuente: www.labthink.com

1.5.1 Principio de Funcionamiento.

PROPIEDADES DE BARRERA.

En muchas aplicaciones los polímeros son usados como barrera, bien para mantener los contenidos dentro o los contaminantes fuera. El empaquetamiento de comestibles es un muy buen ejemplo de sus usos. Contenedores y capas de diversos tipos son usadas para este propósito. El proceso de soplado para la elaboración de botellas a menudo contiene varias capas, con cada una obteniendo diferentes beneficios específicos. Capas de Polietileno Tereftalato impide la difusión de dióxido de carbono de las bebidas carbonatadas. Otras aplicaciones de barrera están en los tubos de pasta dental, hojas posteriores de los pañales, geomembranas, usadas en pozos y rellenos [9].

MODELOS DE SOLUCIÓN-DIFUSIÓN Y POROSOS

Una relación que define la permeabilidad es la primera ley de difusión de Fick y la de solubilidades de Henry. Las leyes de Fick nos describen a la difusión y nos ayudan a definir el coeficiente, D , de difusión. La ley de Henry es una de las leyes de gases.

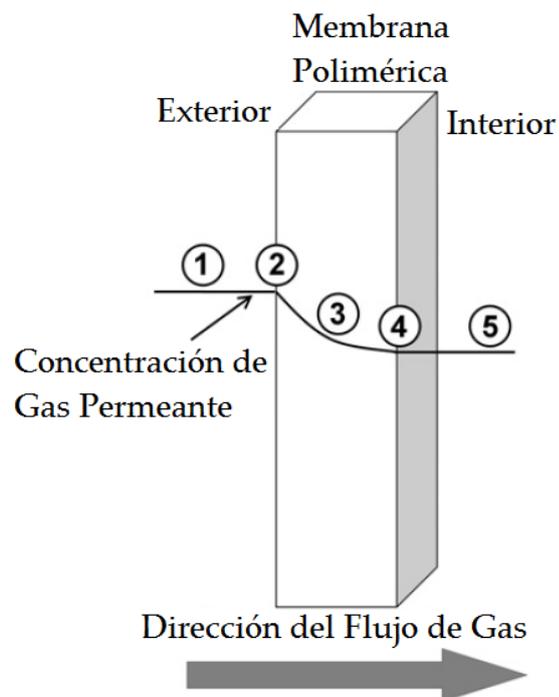
Estas dos leyes toman en cuenta el tamaño relativo de las moléculas y comparadas con las dimensiones del pasaje de los materiales sólidos. En algunas ocasiones el tamaño

de la molécula se la asimila directamente con su peso molecular, lo cual no es siempre cierto, por ejemplo. El Oxígeno tiene un peso molecular mayor a del Nitrógeno, pero la molécula de Oxígeno es realmente más pequeña en tamaño.

“Con la combinación de las leyes de Fick y Henry, nos da una ecuación que gobierna la permeabilidad de moléculas muy pequeñas, como lo son los gases, a través de materiales sólidos como plásticos y cauchos [9].

Los modelos de solución-difusión y flujo en porosos son de uso común para ayudarnos a entender y predecir la permeabilidad a través de distintas películas. Estos dos modelos son similares y sugieren la transferencia del permeante por películas o membranas poliméricas, de acuerdo a los cinco pasos que se demuestran en la figura 15.

Fig. 15: Modelo de solución-difusión de permeación a través de membranas poliméricas



Fuente: Laurence W. Mackeen, *Permeability and Properties of Plastics and Elastomers*.

1. Difusión del permeante a la película polimérica de la atmósfera exterior.
2. Absorción del permeante por el polímero a la interfase con la atmósfera exterior.
3. Difusión del permeante dentro de la capa del polímero. Este paso de difusión es el más lento y es el dato de la tasa permeabilidad del gas.
4. Desorción del permeante en la interfase del interior de la película.
5. Difusión del permeante fuera del polímero hacia la atmósfera interior.

La principal diferencia entre los modelos de solución-difusión y de flujo en poroso es asumir que la presión diferencial a través de la membrana, para el modelo solución-difusión. Se asume que la presión es uniforme a través de la membrana e igual a la presión exterior. Para el modelo de flujo en poroso se asume a la presión con una caída uniforme a través de la membrana. Esta diferencia afecta al modelo matemático de la membrana en los procesos de diálisis, separación de gas, osmosis inversa y per-vaporación.

En realidad es una diferencia pequeña, pero la permeación a través de una membrana polimérica densa no porosa se la describe por lo general con el modelo de solución-difusión, mediante la siguiente ecuación.

$$P = DS \quad (11)$$

donde, P representa la *permeabilidad*, D representa la *difusividad* y S representa la *solubilidad*.

Las unidades de permeabilidad son:

Permeabilidad de Gas

$$P = \frac{(cantidad\ de\ gas) \times (espesor\ de\ la\ membrana)}{(área\ membrana) \times (tiempo) \times (presión)}$$

Permeabilidad de vapor o líquidos

$$P = \frac{(cantidad\ de\ líquido) \times (espesor\ de\ la\ membrana)}{(área\ membrana) \times (tiempo)}$$

Las unidades estándar usadas son:

$$P = \frac{cm^3 \cdot mm}{cm^2 \cdot s \cdot bar}$$

Cuando se usa volúmenes de gas generalmente gas a temperatura y presión en condiciones estándar, así por ejemplo:

IUPAC (STP) → $T = 0^\circ C$ (273.15 K, 32°F), $P_a = 100$ KPa (14.504 psi, 0.986 atm)

NIST (STP) → $T = 20^\circ C$ (293.15 K, 68°F), $P_a = 101.325$ KPa (14.696 psi, 1 atm)

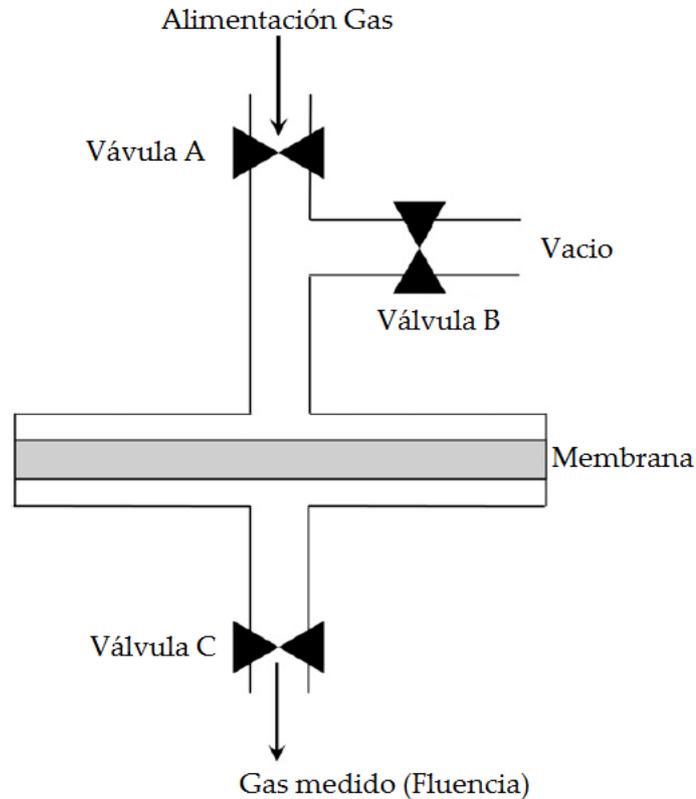
Las unidades de solubilidad son:

$$S = \frac{(cantidad\ de\ gas)}{(tiempo)}$$

Todos estos tres parámetros pueden ser determinados experimentalmente por una prueba de retardo de tiempo, asumiendo que la membrana es totalmente libre del

permeante y que el coeficiente de difusión sea asumido constante. La base del experimento es para determinar la cantidad de gas que ha cruzado a través de la membrana versus el tiempo. En la figura 16 se muestra una gráfica tipo.

Fig. 16: Representación esquemática de la disposición para recoger datos para una gráfica de medición tiempo retardo



Fuente: Laurence W. Mackeen, *Permeability and Properties of Plastics and Elastomers*.

Antes de que el experimento comience la válvula es cerrada y se realiza en vacío a través de las válvulas A y C. la válvula C es cerrada y la válvula A es abierta al principio de la prueba y la cantidad de gas que pasa a través de la membrana es medida.

La gráfica muestra la cantidad de vapor que cruza a través de la membrana de espesor l , área a y diferencial de presión ΔP versus el tiempo. Figura 17.

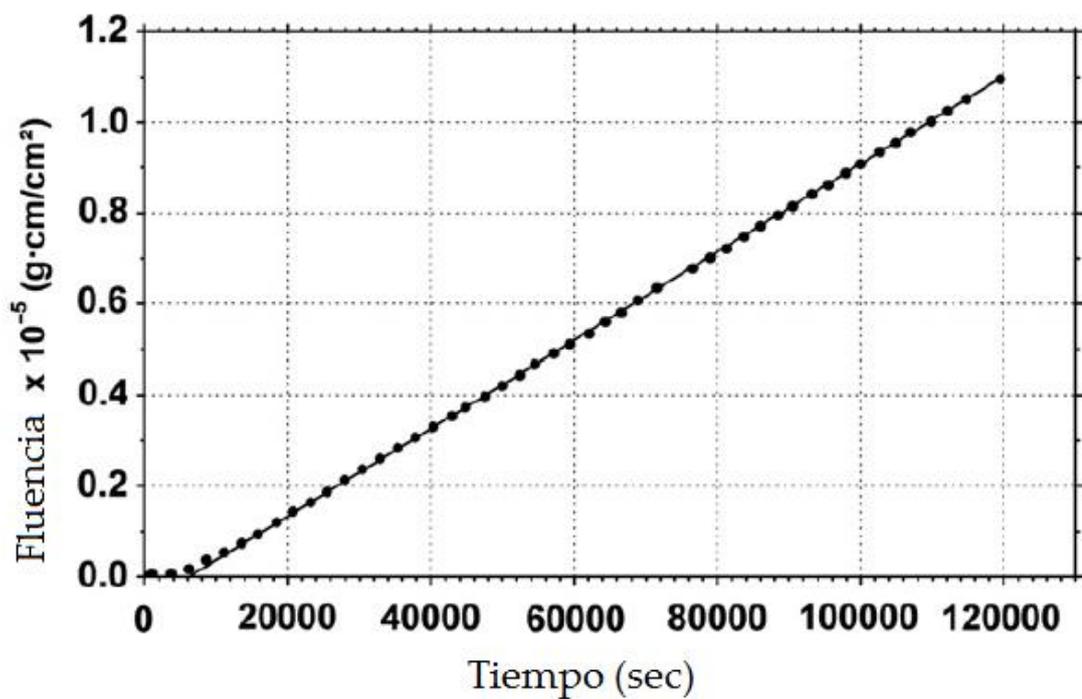
En el eje x se intercepta el tiempo retardado L . El tiempo de retardo es usado para determinar la difusividad D utilizando la siguiente ecuación.

$$D = \frac{l^2}{6L} \quad (12)$$

donde l es el espesor de la membrana y L es el tiempo retardado determinado de la gráfica.

Cabe explicar que en esta ecuación de tiempo retardado se aplica cuando el coeficiente de difusión es constante y no dependiente de la concentración. La concentración puede afectar el coeficiente de difusión si la membrana se hincha.

Fig. 17: Gráfica típica de permeabilidad en relación al tiempo (tiempo retardado) para membrana de una sola capa



Fuente: Laurence W. Mackeen, Permeability and Properties of Plastics and Elastomers.

1.5.2 Aplicaciones.

- Dentro de las aplicaciones básicas para este equipo tenemos:
- Películas de plástico.
- Películas compuestas de plástico.
- Películas compuestas de plástico-papel.
- Geo membranas
- Películas coextruidas.
- Películas aluminadas.
- Películas compuestas de papel aluminio
- Láminas de plásticos de ingeniería.
- Caucho.
- Materiales de construcción, ejemplo (PP, PVC, PVDC).

1.5.3 Pruebas de Permeabilidad y Transmisión de Vapor.

Existen muchas pruebas de permeabilidad y transmisión de vapor que se enlistan en los Anexos.

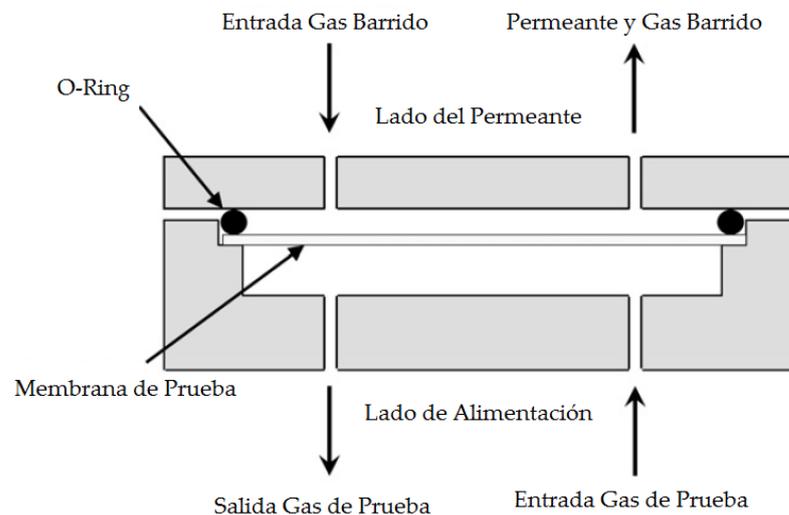
A pesar de que hay pruebas específicas para cada material con formas específicas de detectar y medir los permeantes, todos se desarrollan de manera similar.

1.5.4 Permeabilidad de Gas en Células de Prueba [8].

La permeabilidad medida por medio de una prueba de célula se representa de manera esquemática en la figura 18.

Este tipo de célula trabaja usualmente a presión atmosférica. La membrana a ser puesta a prueba separa la célula en dos mitades, la parte de alimentación y la parte del permeante. En la parte de la alimentación, el gas a probarse, oxígeno por ejemplo, es alimentado de manera continua. En el otro lado se hace un barrido con gas nitrógeno para remover el gas permeante a medida que se difusa a través de la membrana a examinar.

Fig. 18: Representación esquemática de una célula de prueba para permeabilidad



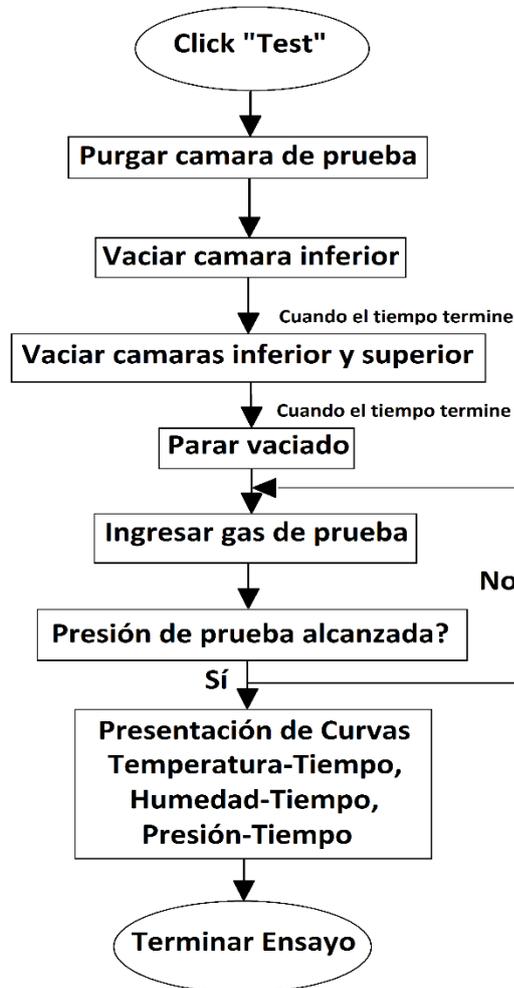
Fuente: Laurence W. Mackeen, *Permeability and Properties of Plastics and Elastomers*, 2012.

Al hacer este barrido del permeante fuera de la célula, la presión parcial del gas permeante se mantiene cerca de cero. La corriente del gas barrido y el gas permeante son analizados para determinar la cantidad de permeante que ha pasado a través de la membrana. El método de análisis depende del gas. Como ya se explicó anteriormente existen muchas formas de analizar los permeantes. Los datos obtenidos del experimento están en peso o volumen del permeante versus el tiempo.

1.5.5 Procedimiento de la prueba.

1. Preparar la muestra según los requerimientos.
2. Establecer los parámetros para la prueba.
3. Iniciar el ensayo presionando el botón "Start".

Fig. 19: Procedimiento de prueba del permeómetro



Adaptado de: Manual de usuario del equipo

1.5.6 Especificaciones.

- Rango de prueba: 0.1 – 100,000 cm³/m² x 24h x 0.1 MPa
- Grado de vacío: < 20 MPa
- Tamaño muestra: Ø 97 mm
- Rango temperatura: Ambiente-50°C
- Diferencial presión: ±0.1 MPa
- Dimensiones: 680 mm x 565 mm x 550 mm
- Peso: 130 Kg

1.6 CORTADOR ABRASIVO MEGA M250 (PACE TECHNOLOGIES)

Fig. 20: Cortador Abrasivo MEGA M250



Fuente: www.metallographic.com

1.6.1 Principio de funcionamiento y descripción del equipo.

La metalografía es la ciencia que estudia las características estructurales o de constitución de un metal o una aleación para de esta manera relacionar tanto las propiedades físicas como mecánicas. Definitivamente la parte más importante de la metalografía es un examen microscópico de una probeta preparada adecuadamente, así con una buena y abundante información sobre la constitución del metal o la aleación puesta bajo estas pruebas, conociendo datos como tamaño de grano, forma y distribución de varias fases e inclusiones que tienen gran efecto sobre las propiedades mecánicas del metal. Una microestructura nos muestra los tratamientos por los cuales el material metálico ha sido expuesto tanto como mecánicos como térmicos [9].

De acuerdo a las experiencias recogidas a lo largo de los años los especialistas definen que el estudio microscópico depende de gran manera de los cuidados que se toman al preparar las muestras. El procedimiento que se da en las preparaciones de las muestras es relativamente sencillo y la forma de llegar a una óptima técnica es la práctica.

La preparación de la muestra o probeta es en primer lugar obtener una superficie plana y semipulida, por medios como papeles de liga con finuras de granos crecientes, para luego con disco de pulido y un material abrasivo se da el pulido fino final, como último paso en esta operación se da la obtención de una superficie especular que es la deseada para luego realizar un ataque químico y así poder observar adecuadamente la estructura.

Método de preparación:

- Selección y extracción.
- Montaje (en caso de necesitarse).
- Lijado grueso a fino.
- Pulido final.

1.6.2 SELECCIÓN Y EXTRACCIÓN.

La elección de la muestra es de suma importancia, ya que esta debe ser representativa del material a estudiar, aunque en muchas ocasiones no se le da la importancia del caso. Estas probetas deben demostrar las características del metal a probar y desempeñar el fin de su uso, como puede ser el caso de una pieza rota o deformada y las causas de porqué se dieron estos fenómenos, la muestra necesariamente debe tomarse de la región específica de la fractura o deformación, así suministrando la mayor y mejor información posible. De esta forma comparar la muestra tomada de la región afectada con una muestra de una sección normal [10].

Si la muestra tomada es blanda, la extracción se la puede hacer mediante métodos simples como con el uso de una sierra mecánica o manual. Cuando las aleaciones son frágiles como son los casos de fundiciones o bronceos ricos en estaño una forma de extracción puede ser con golpes de martillo. Cuando el material es duro como los aceros templados y aleaciones no férricas endurecidas por envejecimiento se las pueden cortar con discos abrasivos, como lo muestra la figura 21.

Fig. 21: Discos de corte para requerimientos específicos



Fuente: ZIPPERIAN, Donald C. Ph.D. Metallographic Handbook. 2011.

Estos discos son hechos de un conglomerado de un abrasivo tipo como la rueda de un esmeril. El enfriamiento es dado manteniendo a la probeta sumergida en agua u otro tipo de refrigerante líquido. Con una adecuado elección del disco de corte y una buena refrigeración se evita que la estructura de la probeta cortado cambie debido a las altas temperaturas alcanzadas durante el corte en sí mismo, al menos en la superficie de la pieza donde se hace el corte.

El tamaño de la probeta debe ser manejable y que muestre con claridad los datos que se pretende observar, que de ser demasiado grande hace que el trabajo de preparación sea muy extenso e innecesario y si es muy pequeña puede que en el proceso de desbaste la probeta termine con bordes redondeados dando así superficies curvas imposibilitando la correcta visualización de las estructuras metalográficas.

1.6.3 PROCEDIMIENTO DEL PROCESO DE CORTE ABRASIVO.

El corte y seccionamiento por medio de discos abrasivos son usados generalmente en materiales dúctiles, como por ejemplo metales, plásticos, matrices poliméricas con compuestos, matrices metálicas con compuestos y cauchos. La elección de un adecuado disco de corte se necesita de un adecuado conocimiento de la relación entre las partículas abrasivas y su aglutinante con las propiedades de la muestra a ser estudiada [11].

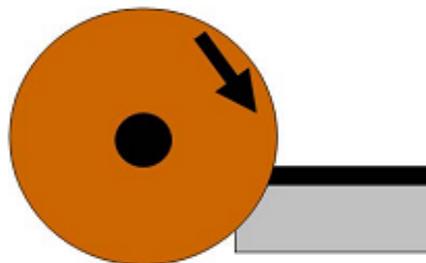
Tipo Abrasivo.- los discos abrasivos usan alúmina o carburo de silicio. La alúmina es medianamente dura y muy resistente lo cual la hace ideal para cortar metales ferrosos. El carburo de silicio es un abrasivo bastante duro y auto-afilado y es más comúnmente utilizado para el corte de metales no ferrosos.

Material Aglutinante.- la dureza y las características del desgaste de la muestra determinan la resina que mejor cumpla con el corte abrasivo. El mejor aglutinante es aquel que se rompe los abrasivos a la misma velocidad que los embota, así exponiendo los nuevos abrasivos para un corte más eficiente y eficaz.

1.6.4 RECOMENDACIONES PARA PROCESO DE CORTE [10].

- Seleccionar el disco abrasivo de corte adecuado.
- Asegurar correctamente la muestra para evitar daños en el disco, muestra y principalmente el usuario.
- Trabajar con la velocidad de corte óptima.
- Usar una fuerza constante así como una velocidad de avance optima de acuerdo al material de la muestra.
- Cuando se corte materiales con recubrimientos, orientar la muestra para que el disco corte entrando por el recubrimiento, para mantener el recubrimiento en compresión.

Fig. 22: Corte de muestras con recubrimiento



Fuente: ZIPPERIAN, Donald C. Ph.D. Metallographic Handbook. 2011.

Tabla 2: Guías de Elección de Discos Abrasivos de Corte

Material	Composición	Disco recomendado
Metales no ferrosos blandos (aluminio, latón, cinc, etc)	Alúmina / resina en condiciones de servicio	MAX-E
Iretals no ferrosos duros (Titanio, circonio, etc)	El carburo de silicio / enlace de la resina de goma	MAX-C
Aceros suaves	Alúmina / resina en condiciones de servicio	MAX-D
Aceros endurecidos duro y de caja	Alúmina / resina en condiciones de servicio	MAX-D-RT
Acero General y metales ferrosos	Alúmina / resina en condiciones de servicio cuchilla reforzada-delgado	MAX-A
Lámina de resina / goma fina universal	Alúmina / resina de caucho en condiciones de servicio	MAX-1

Fuente: ZIPPERIAN, Donald C. Ph.D. Metallographic Handbook. 2011.

Tabla 3 Guía para solucionar problemas con disco de corte abrasivo

Síntomas	Causa	Acción
Disco roto o trizado	_Muestra se movió en el corte	_Asegurar muestra adecuadamente
	_Fuerza de corte muy alta	_Reducir fuerza de corte
Muestra quemada o azulada	_Fluido de corte inadecuado	_Usar fluido de corte adecuado
	_Disco incorrecto o fuerza excesiva	_Consultar guía de discos o usar disco con resina más suave

Fuente: ZIPPERIAN, Donald C. Ph.D. Metallographic Handbook. 2011.

1.7 PRENSA PARA MONTAR PROBETAS, TERAPRESS (PEACE TECHNOLOGIES)

Fig. 23: Prensa Terapress



Fuente: www.metallographic.com

1.7.1 Montaje de Probetas

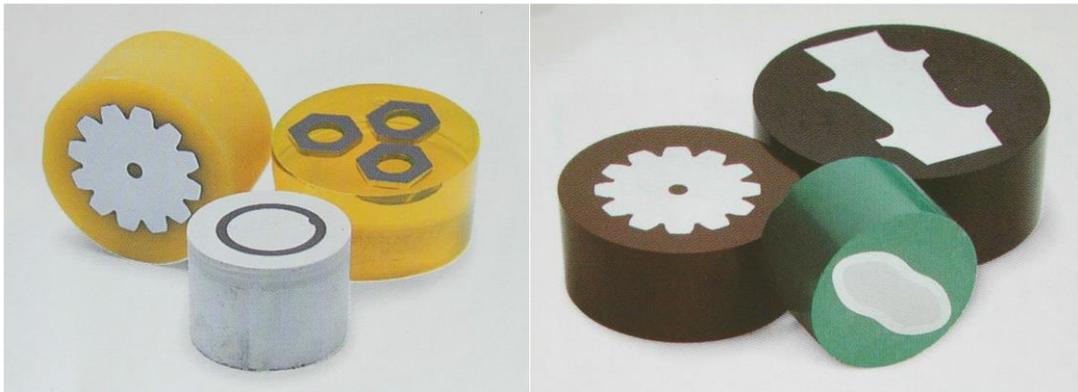
En muchos casos las muestras que se tienen no son de fácil manejo para la preparación y estudio de la muestra por lo que es necesario montarlas en un material adecuado.

Existen muchos materiales que pueden cumplir con este fin, con limitaciones en cada caso, por ejemplo el azufre, el lacre, los plásticos dentales y las aleaciones de bajo punto de fusión, y debido a esta variedad en sus puntos de fusión deben seleccionarse el específico para que el calentamiento requerido no altere la estructura de la probeta [10].

Dentro de los diferentes tipos de montaje existentes nosotros aquí nos enfocaremos en el de tipo de *montaje en plásticos sintéticos*, tales como la bakelita, lucita, etc, siendo los métodos más idóneos que se usan hoy en día, por su fácil manejo. En consecuencia es que este tipo de montajes se use la aplicación de calor y presión simultáneamente para lo cual se requiere una prensa como la de la figura 23.

Resinas Termoendurecibles: estos plásticos como la bakelita y los compuestos de anilina y formaldehídos están entre los más usados. Los polvos de bakelita por ejemplo se los puede usar en una gran variedad de colores, de esta forma ayudando a identificar y clasificar las probetas [9].

Fig. 24: Inclusiones metalográficas (izq) frío y (der) caliente



Fuente: www.struers.com

Estos termoendurecibles, se endurecen durante el proceso de moldeo a temperatura y presión adecuadas transformando su química en sí, a diferencia de las resinas termoplásticas. Por lo que su estado más duro al que ha llegado ya no se modifica con la temperatura. En la mayoría de los polvos de resina para moldeo como la bakelita su temperatura máxima para su endurecimiento esta entre los 135 y 150°C y una presión de entre 2500 a 3500 libras por pulgada cuadrada, figura 24.

Resinas Termoplásticas: estas resinas como el poliestireno, compuestos de metacrilato de metilo (lucita), y bases de celulosa, tiene la propiedad de se ser transparente como el cristal. Estas resinas no se endurecen durante el proceso de moldeo al contrario se reblandecen y se modifican cada vez que son sometidas a combinaciones de temperatura y presión. Presiones de entre 2500 a 3500 libras sobre pulgada cuadrada y temperaturas de 140 y 165°C. Figura 25.

Fig. 25: Resinas para moldeo por compresión



Fuente: www.metallographic.com

1.7.2 MONTAJE POR COMPRESIÓN [9].

El montaje por compresión es un método de mucha utilidad, el cual da una mejor retención del borde de la muestra a comparación de las resinas para montaje moldeable. Los montajes de compresión son rápidos y de fácil reproducción, toma algunos minutos para curar a la temperatura de montaje adecuada. La mayor parte de este tiempo se da en las fases de calentamiento y enfriamiento.

Características de montaje por compresión:

- Medio conveniente para sostener la muestra
- Proporciona un formato estándar para montar múltiples muestras
- Protege los bordes
- Proporciona orientación de la muestra adecuada
- Ofrece la posibilidad de etiquetar y almacenar las muestras

Las resinas de montaje por compresión son:

- Resinas fenólicas (colores estándar son el negro, rojo y verde).
- Resinas Acrílicas.
- De ftalato de dialilo Resinas (azul y negro).
- Resinas epoxi (con fibra de vidrio).
- Resinas conductor (cobre o fenólicos con carga de grafito).

Existen una variedad de materiales de montaje por compresión. Los dos tipos de materiales principales por compresión tenemos a los termoestables y a los termoplásticos.

Tabla 4: Tipos de resinas para moldeo por compresión

	FENÓLICOS	ACRÍLICOS	EPOXI (Con fibra de vidrio)	Dialil FTALATOS
Tipo	Termoestable	Termoplástico	Termoestable	Termoestable
Coste	Bajo	Moderado	Moderado	Moderado
Fácil de usar	Excelente	Moderado	Bueno	Bueno
Colores	Si	No	No	Si
Tiempos de ciclo	Excelente	Moderado	Bueno	Bueno
Retención de borde	Aceptable	Buena	Excelente	Excelente
Claridad	Ninguno	Excelente	Ninguno	Ninguno
Dureza	Bajo	Mediano	Alto	Alto

Fuente: ZIPPERIAN, Donald C. Ph.D. Metallographic Handbook. 2011.

Tabla 5: Características de resinas para moldeo por compresión

	FENÓLICOS	ACRÍLICOS	EPOXI (Con fibra de vidrio)	Dialil FTALATOS
Forma	Granular	Polvo	Granular	Granular
Gravedad específica (g / cm³)	1.4	0.95	1,75 - 2,05	01.07 - 01.09
Colores	Negro, Rojo, Verde	Trasparente	Negro	Azul, Negro
Contracción (pulg/pulg)	0.006	Nada	0,001-0,003	0,001 -0,003
Coef de dilatación térmica lineal (pulg/pulg / ° C x 10⁶)	50	Nada	28	19
Resistencia a Químicos	Glicol, petroquímicos, solventes, algunos ácidos y bases	Alcohol, ácidos diluidos y bases y oxidantes	Solventes, ácidos, bases	Solventes, ácidos, bases
Temperatura de Moldeo	150-200 °C	185-200 °C	143-200 °C	160-200 °C
Dureza	N / R	Rockwell M63	Barcol 72	N / R
Min. tiempo de curado (1/2 "de montaje @ temperatura y presión)	3-5 minutos	5-7 minutos	5 Minutos	5 Minutos

Fuente: ZIPPERIAN, Donald C. Ph.D. Metallographic Handbook. 2011.

1.8 PULIDOR AUTOMÁTICO FEMTO 1000, NANO (PEACE TECHNOLOGIES)

Fig. 26: Pulidor Automático FEMTO 1000



Fuente: www.metallographic.com

1.8.1 Desbaste Mecánico

Un desbaste más efectivo tanto en calidad como en tiempos es el que se realiza por medio de una máquina como la que se presenta aquí, usando abrasivos con partículas cada vez más finas.

En este tipo de procedimientos con el uso de esta máquina se debe tener en cuenta que no ocurra un sobrecalentamiento por una presión excesiva de la probeta sobre el disco giratorio de la máquina ya que esto causaría alteraciones estructurales en las probetas térmicamente tratadas y una exagerada distorsión del metal superficial.

Lijado Grueso.

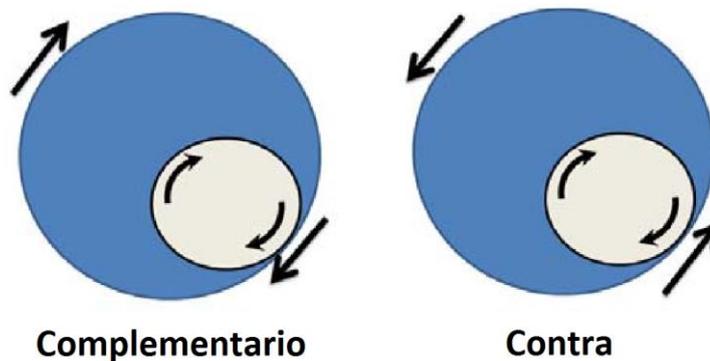
El fin de esta etapa en el proceso es de eliminar la superficie de la muestra que quedó expuesta luego del corte de extracción y que quedó deformada por el corte, para así lograr un solo plano ya pulido para las subsecuentes etapas. Se usan abrasivos de grano grueso de 80-230, de disco de papeles abrasivos al agua [10].

Para obtener un pulido o lijado grueso óptimo se debe tener en cuenta los siguientes parámetros [9]:

- Presión de lijado
- Velocidad relativa y dirección de lijado
- Consideraciones de la máquina

Los parámetros que afectan la preparación de una muestra metalográfica incluyen presión en el lijado/pulido, la distribución en la velocidad relativa entre la muestra y la superficie de lijado y la dirección lijado/pulido en función a la muestra. Figura 27.

Fig. 27: Rotación de Disco/Muestra



Fuente: ZIPPERIAN, Donald C. Ph.D. Metallographic Handbook. 2011.

Lijado Mediano y Fino.

Es la parte final del esmerilado, es el mismo procedimiento al anterior pero ahora con papeles abrasivos de 100-1200 o diamante en pasta desde 3 a 0.25 micrones.

Este es un paso crítico en el proceso de lijado. En este paso se debe remover la sub-superficie. Luego de este procedimiento la verdadera microestructura del material debe aparecer, para luego eliminar el resto de imperfecciones con el pulido final.

1.8.2 Pulido Mecánico

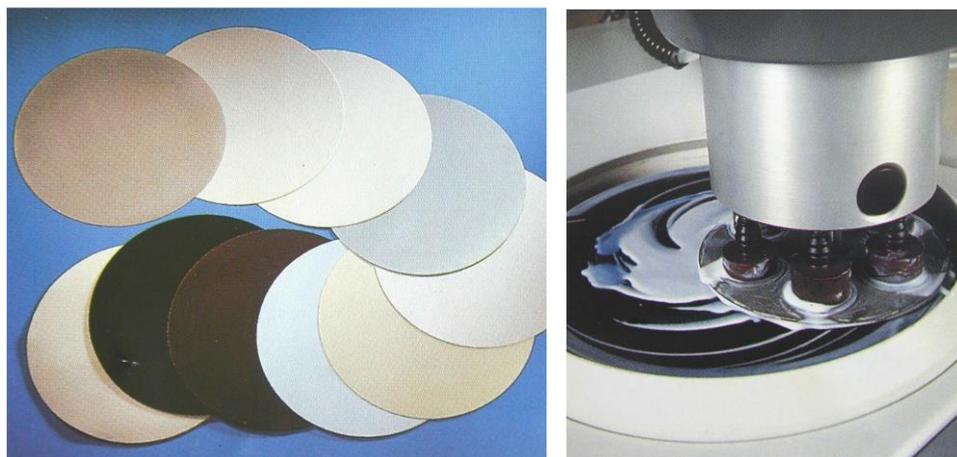
Con diamante:

En este paso se debe lograr una eliminación efectiva del material, obteniendo los mejores resultados con respecto a la planitud de la probeta, esto se realiza en paños especiales en el plato giratorio. La elección del paño y tamaño de grano de la pasta de diamante y el lubricante dependen del material a pulir. Figura 28.

Con óxidos:

Son generalmente usados en materiales muy blandos y dúctiles como pueden ser Sio, Al₂O₃, Mgo, que son suspensiones coloidales en una proporción determinada en agua destilada. Figura 28.

Fig. 28: (Izq) Paños de pulido, (Der) pulido con óxidos



Fuente: www.struers.com

El pulido final se llega al usar alúmina, diamantes, sílice coloidal, óxido de cerio y óxido de hierro, pero el más usado es la alúmina. En la siguiente tabla se describen algunas propiedades del abrasivo.

Tabla 6: Propiedades de la alúmina abrasiva

Propiedad	Policristalino	Calcinado	Levigada
Estructura cristalina	Policristalino alfa alúmina	Alúmina alfa monocristalino	Monocristalino gamma o alfa alúmina
Forma	Partículas esféricas rugosas	Hexagonal plaquetas	Hexagonal plaquetas
Tamaño de la partícula	0,05-0,25 micras	0,5 a 15 micras	<1 micra
Gravedad específica	3.95 gm / cc	3.95 gm / cc	3.95 gm / cc
Dureza	Knoop 2000 (de Mohs 9)	Knoop 2000 (de Mohs 9)	De Mohs 8 o 9
Aplicaciones	Disponible en una suspensión ya sea un pH 4 o pH 10, principalmente para el pulido de metal	Disponible en polvos, lodos o suspensiones, pulido áspero	Más comúnmente conocido como Linde A (0,30 micras), Linde B (0,05 micras), Linde C (1 micra)

Fuente: ZIPPERIAN, Donald C. Ph.D. Metallographic Handbook. 2011.

CAPITULO 2

Requerimientos Técnicos y de Infraestructuras para los Equipos.

CAPÍTULO 2

En el presente capítulo nos enfocaremos en las diferentes especificaciones técnicas a ser usadas para llegar al correcto uso del Laboratorio de Análisis de Polímeros y Metalográfico y de cada uno de los bancos de prueba.

Como es que conocimiento general todo proceso de inspección o investigación se rige a una serie de normativas nacionales e internacionales que guían al correcto procedimiento de cada prueba así como su repetividad o reproducibilidad, "El estudio entre laboratorios es el primer paso para obtener valores de contraste para la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de prueba. Es una manera de saber el comportamiento de un método de prueba cuando se realiza en diferentes situaciones". [11]

De esta manera continuaremos a detallar los aspectos más importantes de cada una de las normas en relación a cada equipo y a las pruebas que en serán descritas en el capítulo V.

2.1 Normas y Técnicas en los Ensayos para el Análisis de Polímeros y Metalográfico.

Todo ensayo está sujeto a normas y guías de procedimientos a seguir que están dictados por diferentes entidades con acreditaciones internacionales como son:

- **ASTM:** American Society for Testing and Materials.
- **ISO:** Internacional Standar Organization
- **JIS:** Japanese Industrial Standards
- **GB:** Normas dadas por; (SAC) Standarization Administration of China

Existen muchas otras normas con las cuales se pueden trabajar pero para nuestro caso específico aquí nos regiremos a las normas ASTM por lo general. Para lo cual se muestra una tabla de las normas que se usan dentro de este trabajo para cada uno de los equipos del laboratorio de ensayos en polímeros.

2.1.1 Especificaciones, Normas, Pruebas de Plásticos y Preparación de Muestras Metalográficas.

De acuerdo a la ASTM existen diferentes requerimientos en lo que consiste a preparación de muestras tanto en el área de polímeros con en la de ensayos metalográficos.

Por lo que como parte de los requerimientos técnicos se presenta y describe brevemente algunas normas que son de suma importancia en los diferentes ensayos.

Tabla 7: Tabla de los Equipos y los Ensayos con respecto a Normas ASTM

EQUIPO	NORMA	DESCRIPCIÓN SEGÚN ASTM
MELT FLOW TESTER (INDEXER) MFI 3000 SERIES (QUALITEST)	ASTM D1238 -- 10	_Este método cubre la determinación de la tasa de extrusión de resinas termoplásticas fundidas.
REÓMETRO CAPILAR RC ROSAND RH2200 (MALVERN)	ASTM D 3835 – 08	_Este método cubre la medición de las propiedades reológicas de los materiales poliméricos a diversas temperaturas y velocidades de cizallamiento comunes a los equipos de procesamiento.
PLASTOGRAFO EC PLUS (BRABENDER)	PRUEBAS Y ENSAYOS DE PROCESABILIDAD	_Esta método sirve para probar la procesabilidad de diferentes polímeros así como sus cargas y pigmentos
Analizador de Permeabilidad, VAC V1 Gas. (QUALITEST)	ASTM D1434 – 09	_Este método cubre la velocidad de transmisión de un gas a través de los plásticos en películas, láminas de papeles recubiertos de plástico o telas.
Cortador Abrasivo MEGA M250 (PACE TECHNOLOGIES)	ASTM E3-11	_El objetivo de los exámenes metalográficos es revelar la estructura de los metales y sus aleaciones.
Prensa Para Armar Probetas, TERAPRESS (PEACE TECHNOLOGIES)	ASTM E3-11	_ El objetivo de los exámenes metalográficos es revelar la estructura de los metales y sus aleaciones.
Pulidor Automático FEMTO 1000, NANO (PEACE TECHNOLOGIES)	ASTM E3-11	_ El objetivo de los exámenes metalográficos es revelar la estructura de los metales y sus aleaciones.

Fuente: www.astm.org

➤ **ASTM D618 Practicas para el Acondicionamiento de Plásticos en Pruebas. (Practice for Conditioning Plastics for Testing).**

En aspectos generales las propiedades tanto físicas como eléctricas de los plásticos son influenciadas por temperatura y la humedad relativa, de tal manera que afecta los resultados de las pruebas. Por lo tanto para que las pruebas sean confiables y comparables entre diferentes laboratorios, la humedad y temperatura en que las muestras de diversos materiales son sometidos antes y durante a las diferentes pruebas. Estas prácticas son procedimientos para condicionar a los plásticos antes de cada prueba y las condiciones específicas bajo las cuales deben ser ensayadas.

En algunos materiales, puede requerir de especificaciones especiales en su procedimiento. Para lo cual nos tenemos que referir a otra norma por parte de la ASTM listada más adelante en este trabajo (ASTM D 4000).

Cabe recalcar que esta norma no cubre todos los procedimientos de seguridad que requieren cada uno de los equipos. Los cuáles serán descritos posteriormente.

➤ **ASTM D883 Terminología Estándar Relativo a Plásticos. (Standard Terminology Relating to Plastics).**

Bajo esta norma está definida la terminología técnica usada en el área de plásticos.

Según este documento por parte de la ASTM cuando un término es usado dentro del relato de alguna de sus normas, esta terminología debió haber sido juzgada mediante una revisión por el Sub-comité D20.92 para de esta manera poder ser usada de forma generalizada.

En caso de definiciones relacionadas con otros cuerpos normativos son identificados con su respectiva abreviación, como ejemplo ISO, IUPAC, etc.

Para expandir esta información revisar los anexos, dentro de esta norma en este documento específico, el cual se muestra en su totalidad dentro de este trabajo de grado.

➤ **ASTM E691 Práctica para la Realización de un Estudio entre Laboratorios para Determinar la Precisión de un Método de Prueba (Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method).**

Dentro de esta norma se describen las prácticas así como las técnicas que deben ser usadas para la planeación, conducción, análisis y el tratamiento que los resultados de una prueba deben proporcionar para un correcto estudio entre laboratorios o (ILS), Inter-Laboratory Study, por sus siglas en inglés. Las técnicas estadísticas descritas y mostradas en la práctica de esta norma enseñan una adecuada información en la formulación precisa, en la declaración de un método de prueba.

Para ser más claros esta norma describe el método en que los resultados de un método de prueba son recolectados por medio de una enunciación precisa del proceso de

ensayo. Lo recolectado en un ILS, pueden indicar a lo mejor que más ensayos son necesarios para mejorar el método de prueba.

Ya que el propósito de estas prácticas son las de desarrollar información para de esta manera articular una precisa declaración de un método de prueba, los diseños experimentales dentro de esta práctica no podrían ser aptos para la evaluación de materiales, aparatos o laboratorios individuales.

Esta práctica es exclusiva únicamente con el método de prueba y mas no con el desarrollo de la prueba en sí misma. Por lo que una sola medida es derivada del método así esta haya sido obtenida calculando un conjunto de medidas.

➤ **ASTM D4000 Sistema de Clasificación Estándar para Especificar Materiales Plásticos. (Classification System for Specifying Plastic Materials).**

El objetivo de esta norma es la de clasificar mediante un sistema para de esta manera identificar los materiales plásticos adecuadamente, así tener un sistema universal. También nos indica y ayuda para especificar estos materiales con una simple designación.

Esta norma nos provee con un sistema para tabular las propiedades de estos materiales como los sin relleno, rellenos y los reforzados característicos para el procesamiento de piezas.

El sistema de clasificación usado en este documento se basa en la premisa que los materiales plásticos pueden ser ordenados en una gran cantidad familias genéricas usando sus propiedades básicas, integrándolos en grupos, clases y grados. Es un sistema establecido el cual junto con los valores que describen requerimientos adicionales nos permite una completa descripción del material seleccionado.

La clasificación es determinada para identificar los materiales plásticos usados en la fabricación de productos terminados. Así no es la intención de esta norma cubrir lo que corresponde a la selección de la materia prima. La selección de los materiales debe ser escogido y es también recomendado por la institución que realiza estas normas, por personal debidamente capacitado y con la experiencia requerida en todos y cada uno de los aspectos que toman parte en la realización y producción de un producto.

2.2 Especificaciones Técnicas de cada uno de los Bancos de Pruebas.

Para una mejor y rápida familiarización con los equipos que forman parte del Laboratorio de Polímeros, se presentan en forma de fichas técnicas.

En cada una de estas fichas se encuentra información como la de medidas, marcas, modelos, componentes y elementos de cada una de las máquinas. Además se describen las características técnicas de cada equipo y componente, de esta manera ayudando con el próximo punto el cual se refiere al estudio y análisis del área definida para este laboratorio.

2.2.1

MELT FLOW TESTER (INDEXER) MFI 3000 SERIES.

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA SALESIANA ECUADOR		LABORATORIO ANÁLISIS DE POLÍMEROS			
SEDE CUENCA		FICHA TÉCNICA			
AREA MECÁNICA		Melt Flow Tester (Indexer) MFI 3000 Series			
Equipo		Marca:	Qualitest		
Características Generales:		Modelo:	MFI 3000 Q2		
Altura:	840 mm	Serie No.:	11108/1007022		
Ancho:	550 mm	Fabricante:	Qualitest		
Largo:	430 mm	Año:	2012		
Peso:	62 kg	Representante:	ING. JOSE JALIL		
					
Equipos		Marca	Referencia/Serial	Cant.	Observaciones
Componentes					
Elementos					
Unidad Básica MFL-MFV					
	Mesa	Qualitest		1	Características Técnicas
	Bastidor	Qualitest		1	Rango Temp. Horno 120-450 °C
	Horno-Termocuplas	Qualitest		1	Resolución lectura de Temp. 0.1 °C
	Caja de Control Electrónica	Qualitest		1	Fluctuación de Temp. ±0.5 °C
	Pantalla Táctil	Qualitest		1	Error de visualización de Temp. ≤ 0.2 °C
	Cortador	Qualitest		1	Precisión Temporizador 0.1 s
	Sistema de carga	Qualitest		1	Carga aplicable del pistón Encoder
	Juego de pesas	Qualitest		1	Recorrido peso base móvil 130 mm
	Juego de Herramientas	Qualitest		1	Suministro Eléctrico: 220 X (1-15%) VAC ~ (1+10%) VAC, 50Hz, 700W (MonoFase y 3 Lineas)

2.2.2 REÓMETRO CAPILAR RC ROSAND RH2200 (MALVERN).

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA SALESIANA ECUADOR		LABORATORIO ANÁLISIS DE POLÍMEROS			
SEDE CUENCA		FICHA TÉCNICA			
AREA MECÁNICA		REÓMETRO CAPILAR RC ROSAND RH2200 (MALVERN)			
Equipo	REÓMETRO CAPILAR RC ROSAND RH2200 (MALVERN)	Marca:	Malvern		
Características Generales:		Modelo:	RH 2200		
Altura:	1100/650 mm	Serie No:	7067028		
Ancho:	550/340 mm	Fabricante:	Malvern/Rosand		
Largo:	650/530 mm	Año:	2012		
Peso:	120/30 kg	Representante:	ING. JOSE JALIL		
					
Equipos	Componentes	Marca	Referencia/Serial	Cant.	Observaciones
	Elementos				
Reómetro Rosand RH 2200		Malvern/Rosand		1	Características Técnicas
	Reómetro	Malvern/Rosand		1	No. De cilindros
	Computador de control	Malvern/Rosand		1	Fuerza Max.
	Caja de control Electrónica	Malvern/Rosand		1	Velocidad Max.
	Cabeza/Bastidor	Malvern/Rosand		1	Rango Temp. / Control Temp.
	Guías de pistones	Malvern/Rosand		1	Transductores de Presión
	Cilindro-Horno	Malvern/Rosand		1	Dados
	Pistones	Malvern/Rosand		2	Dimensiones cilindro D-L
	Dados	Malvern/Rosand		3	Suministro Electrico: MonoFase AC 230V, 50Hz, 16A
	Transductores	Malvern/Rosand		2	
	Botones Arr/Abaj/P.Emer.	Malvern/Rosand		3	

2.2.3

PLASTOGRAFO EC PLUS (BRABENDER).

		LABORATORIO ANÁLISIS DE POLÍMEROS	
SEDE CUENCA		FICHA TÉCNICA	
ÁREA MECÁNICA		PLASTOGRAFO EC PLUS (BRABENDER)	
Características Generales:		Marca: BRABENDER	
Altura: 450 mm	Modelo: Plastograph EC-Plus	Modelo: BRABENDER	
Ancho: 630 mm	Serie No: 1925856	Serie No: BRABENDER	
Largo: 1100 mm	Fabricante: BRABENDER	Fabricante: BRABENDER	
Peso: 150 kg	Año: 2012	Año: 2012	
	Representante: ING. JOSE JALIL	Representante: ING. JOSE JALIL	
Equipos			
Componentes		Marca	Referencia/Serial
Elementos		Cant.	Observaciones
Plastografo de Torque EC Plus		BRABENDER	
Plastografo EC Plus		BRABENDER	Características Técnicas
Mezclador Tipo 50 EHT		BRABENDER	Potencia 3,8 KW
Computador de Control		BRABENDER	Rango de Medición 200 Nm
Mesa móvil		BRABENDER	Desviación de Torque 0.15 %
Placa base para Mezclador		BRABENDER	Rango de Velocidad 0.2 - 150 min-1
Adaptador de Embrague		BRABENDER	Control de Temperatura 6 Zonas
Transductor de Torque		BRABENDER	Dados W6C±5µm
Torreta y Pesa de Carga		BRABENDER	Dimensiones cilindro D-L 15-250 mm
Cuchillas Tipo Roller		BRABENDER	Suministro Eléctrico: 3 x 400V, 50/60 Hz, 32A, +N, +PE
Juego de Herramientas		BRABENDER	

2.2.4 ANALIZADOR DE PERMEABILIDAD VAC V1 GAS (QUALITEST)

		LABORATORIO ANÁLISIS DE POLÍMEROS	
		FICHA TECNICA	
SEDE CUENCA AREA MECÁNICA		Analizador de Permeabilidad, VAC V1 Gas (QUALITEST)	
Equipo	Analizador de Permeabilidad, VAC V1 Gas (QUALITEST)		
Características Generales:	Marca:	QUALITEST	
Altura:	mm	VAC V1	
Ancho:	mm	II108/1108	
Largo:	mm	QUALITEST	
Peso:	kg	2012	
	Representante:	ING. JOSE JALIL	
			
Equipos	Componentes	Marca	Referencia/Serial
	Elementos		
Analizador de Permeabilidad, VAC V1 Gas	Unidad Central	QUALITEST	1
	Bomba de vacío	QUALITEST	1
	Computador de Control	QUALITEST	1
	Camara Alta y Baja	QUALITEST	1
	Camara Temp-Hum. Const	QUALITEST	1
	Valvula de Calibración	QUALITEST	1
	Tanque de Gas	QUALITEST	1
	Manómetro	QUALITEST	1
	Cortador de muestras	QUALITEST	2
	Juego de Herramientas	QUALITEST	1
		Observaciones	Características Técnicas
		Rango de Temp. Control	~50 °C
		Resolución de Vacío	0.1 Pa
		Presión de Prueba	0.1~+0.1MPa
		Vacío en la Camara de Prueba	-20Pa
		Presión de la Fuente de Gas	0.4aSP≤0.6MPa
		Area de Transmisión	38,4cm²,D70mm
		Rango de Prueba:	0.1~1MPa cm³/m² •24h•0.1Mpa
		Suministro Electrico:	AC 220V 50HZ/60HZ

2.2.7 PULIDOR AUTOMÁTICO FEMTO 1000, NANO (PEACE TECHNOLOGIES)

 UNIVERSIDAD SALESIANA <small>ECUADOR</small>		LABORATORIO ANÁLISIS DE POLÍMEROS	
SEDE CUENCA AREA MECÁNICA		FICHA TECNICA	
Equipo	Pulidor Automático Femto 1000 Nano (Pace Technologies)	Marca:	PACE TECH
Características Generales:			
Altura:	450 mm	Modelo:	Femto 1000 Nano
Ancho:	330 mm	Serie No:	PACE TECH
Largo:	450 mm	Fabricante:	PACE TECH
Peso:	25 kg	Año:	2010
		Representante:	ING. JOSE JALIL
			
Equipos		Referencia/Serial	Cant.
Componentes			
Elementos			
Pulidor Automático Femto 1000 Nano	Pace Technologies		1
Base y Componentes Internos	Pace Technologies		1
Cabezal y Componentes Internos	Pace Technologies		1
Plato Giratorio	Pace Technologies		1
Panel de control cabezal	Pace Technologies		1
Panel de control base	Pace Technologies		1
Dispensador de agua	Pace Technologies		1
Dispensador de Aceite	Pace Technologies		1
Manometro Presión	Pace Technologies		1
		Características Técnicas	
		Potencia del Motor	120 W
		Velocidad del Cabezal	0-200 rpm var.
		Fuerza de Aplicación	Pistón Indivi.
		Número de Muestras	1-6, 1-1.5"
		Tamaños de los Moldes	1,1.25,1.5,2"
		Temperatura de Trabajo	0 - 40 ° C
		Conexiones	FLR
		Suministro Eléctrico:	110V / 220V (50/60 Hz)
		Observaciones	

CAPITULO 3

Diseño Técnico del Laboratorio de Materiales Poliméricos para Implementación de los Bancos de Prueba

CAPÍTULO 3

Con la descripción y datos técnicos de cada equipo se procede a realizar un análisis del área del laboratorio de ensayos, para lo cual se tomara en cuenta la disposición presentada en la distribución de los equipos dentro de las áreas designadas por parte de la Universidad.

Las áreas de los laboratorios tanto de ensayos en materiales poliméricos como la de ensayos metalográficos se encuentra en el edificio Cornelio Merchán de la Universidad Politécnica Salesiana sede Cuenca, campus el Vecino.

Cada laboratorio necesitara de instalaciones y adecuaciones específicas de acuerdo al trabajo a realizarse en cada uno de ellos. Así mismo dentro de cada laboratorio, cada uno de los equipo tendrán requerimientos especiales con lo que respecta a su correcto funcionamiento tanto en lo que el equipo en si necesite así como el área de trabajo para cada uno de ellos tomando en cuenta los espacios o áreas de trabajo óptimas para el personal que usara dichas instalaciones.

3.1 Laboratorio de Ensayos en Materiales Poliméricos.

3.1.1 Capacidad.

El espacio físico designado a cada de los equipos se muestra en la figura 29 mostrada. Esta área para el laboratorio ensayos en polímeros es aproximadamente de 40.75 metros cuadrados los cuales han sido distribuidos para cada equipo rigiéndose a las dimensiones de los mismo y a sus necesidades específicas.

En concordancia con lo estipulado por la Cleapss School Science Service, sugiere un área de trabajo para el desarrollo de las pruebas, realizadas por el analista o los estudiantes de 0.36 m². Además se considera el tamaño del equipo, para esto consideramos el de mayor tamaño en cual representa 4m².

Por lo tanto las áreas requeridas serán:

$$\text{Área total de trabajo} = 5 \times (0.36\text{m}^2) = 1.8\text{m}^2$$

$$\text{Área total para los equipos} = 5 \times (4\text{m}^2) = 20 \text{ m}^2$$

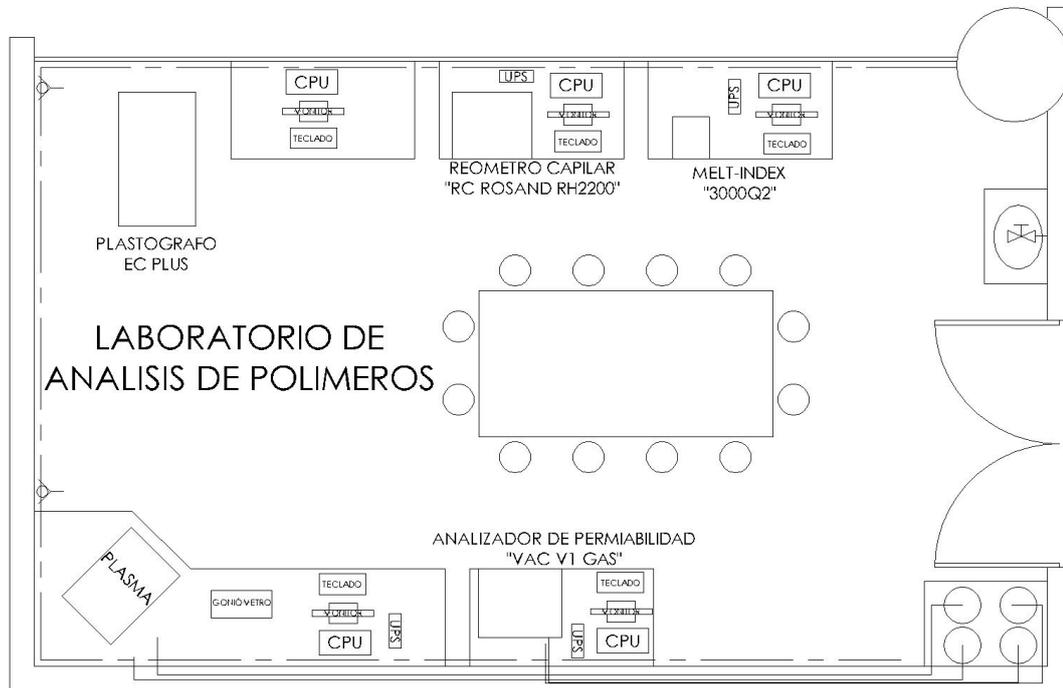
$$\text{Área de varios} = 5 \text{ m}^2$$

$$\text{Área total del Laboratorio} = 26.8 \text{ m}^2$$

De acuerdo a estos cálculos tenemos un área de 26.8 m² que se requiere para este conjunto de máquinas en este laboratorio, y una área para usar de 40.75 m², lo que nos deja con una gran área libre en la cual se colocara una mesa central para uso general en actividades complementarias en los campos de investigación y verificación así

- Plasma.- este equipo no esta parte de este trabajo de grado pero por sus características especiales, tamaño y relación con ensayos en polímeros se lo tomo en cuenta para ser ubicado dentro de estas instalaciones. Al igual que el permeámetro este también requiere de suministro de gases para su operación, por esto su ubicación junto a una pared externa del laboratorio.

Fig. 30: Distribución de Planta, Laboratorio Análisis de Poliméricos



Fuente: Autor

3.2 Laboratorio de Ensayos Metalográficos.

3.2.1 Capacidad.

Frente al laboratorio de ensayos en materiales poliméricos se encuentra el de ensayos metalográficos al igual que con el laboratorio anterior con este se tomaron en cuenta las mismas especificaciones con respecto a la necesidades dimensionales de cada equipo así como también sus requerimientos especiales.

El espacio físico de este laboratorio es de un área aproximada de 39.88 metros cuadrados los cuales se han distribuido para cada uno de los equipos y que se muestran en la figura 31.

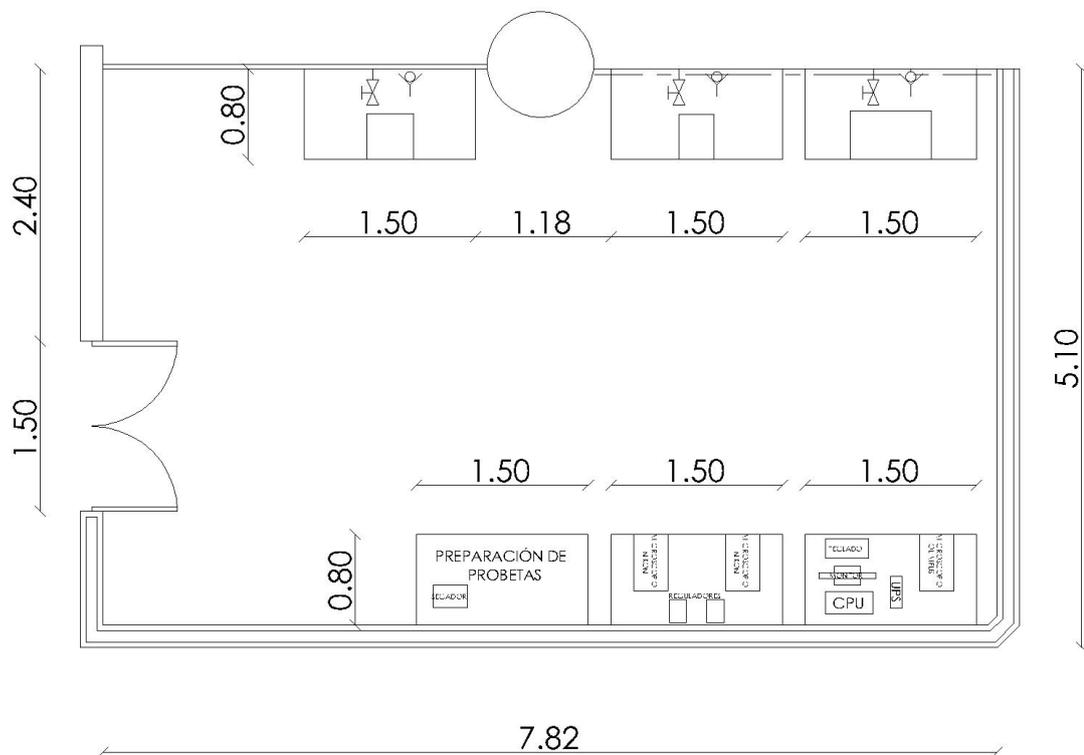
En concordancia con lo estipulado por la Cleapss School Science Service, sugiere un área de trabajo para el desarrollo de las pruebas, realizadas por el analista o los estudiantes de 0.36 m². Además se considera el tamaño del equipo, para esto consideramos el de mayor tamaño en cual representa 2 m².

Por lo tanto las áreas requeridas serán:

$$\begin{aligned} \text{Área total de trabajo} &= 8 \times (0.36\text{m}^2) &&= 2.88 \text{ m}^2 \\ \text{Área total para los equipos} &= 8 \times (2\text{m}^2) &&= 16 \text{ m}^2 \\ \text{Área de varios} &&&= 5 \text{ m}^2 \\ \text{Área total del Laboratorio} &= &&= 23.88 \text{ m}^2 \end{aligned}$$

De acuerdo a estos cálculos tenemos un área de 23.88 m² que se requiere para este conjunto de máquinas en este laboratorio, y una área para usar de 39.88 m², lo que nos deja con una gran área libre en la cual se colocara una mesa central para uso general en actividades complementarias en los campos de investigación y verificación así como en el campo de la enseñanza, con espacio suficiente a su alrededor para la libre circulación del personal.

Fig. 31: Laboratorio de Ensayos Metalográficos

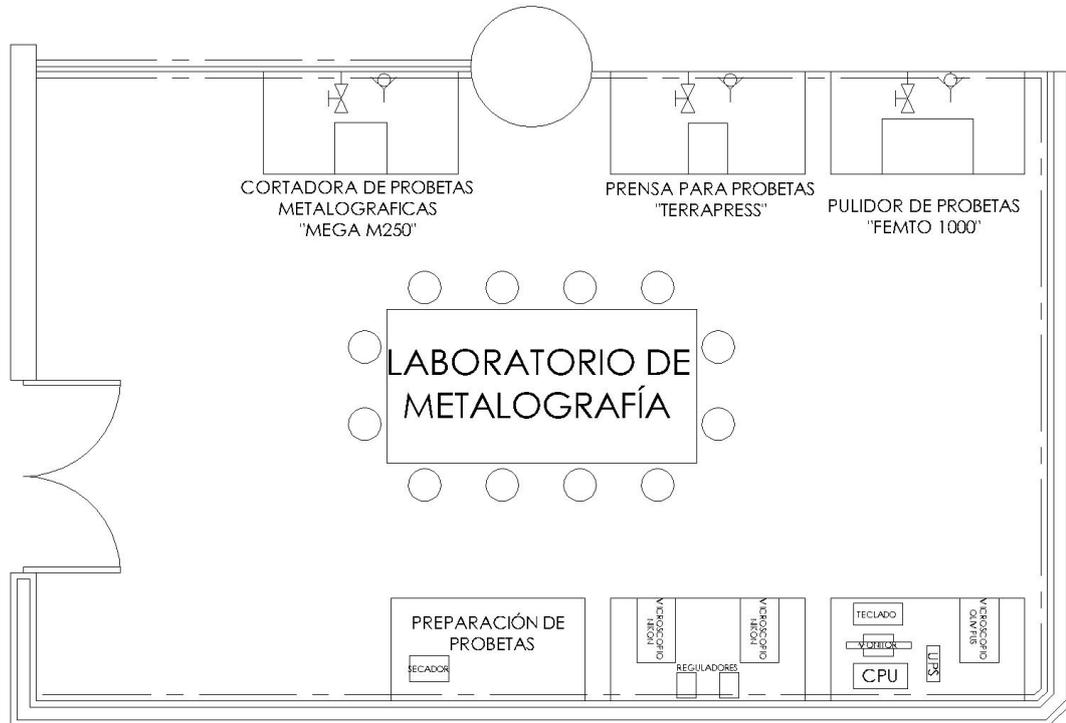


Fuente: Autor

3.2.2 Distribución de Planta

La distribución de planta para este laboratorio será de acuerdo al esquema mostrado en la figura 32. El cual está sujeto a las disposiciones solicitadas por los fabricantes y a las características de cada una de las máquinas.

Fig. 32: Distribución de Planta, Laboratorio de Análisis Metalográficos



Fuente: Autor

Dentro de este esquema en la distribución, debe tomar en cuenta que existen prioridades en algunos equipos como son los casos de los equipos siguientes:

- Cortadora MEGA M250.- Para este equipo se requiere un área de trabajo más grande que lo que sus dimensiones generales lo disponen, ya que en algunos casos existirán elementos sobre dimensionados que sobrepasaran a las del equipo para lo cual este consta de una entrada a su costado para este tipo de circunstancias. De igual se dejara acceso a los componentes del tanque de recirculación.
- Pulidor FEMTO 1000.- La necesidad primordial para este equipo es un área de fácil limpieza, principalmente de derrames de agua, para lo cual este equipo estará colocado junto a una cañería o canal de desfogue.

3.3 Codificación de Máquinas, Dispositivos y Equipos.

Tabla 8: Listado de equipos de laboratorios de ensayo de polímeros/metalográficos

Fotografía	Nombre/Empresa	Modelo	Descripción
	Melt Flow Tester, Indexer QUALITEST	MFI 3000 Series	IMF-3000 Series Melt Flow Indexer, con una pantalla táctil integral mide “melt mass-flow rate” (MFR), “melt volumen-flow rate”,(MVR), así como Melt density Test de acuerdo con las normas ASTM D 1238 (Métodos A y B), ISO 1133 y GB / T 3682.
	Analizador de permeabilidad QUALITEST	VAC-V1	Probador de la permeabilidad de gas se ajusta a la norma internacional ISO 2556, ISO15105 1 y ASTM D 1434, etc. Aplicable para la prueba de la propiedad del gas de permeación para una película de plástico, film laminado, tapicería de cuero hecha por el hombre y diversos materiales de barrera.
	Plastógrafo BRABENDER	EC PLUS	Sirve para probar la procesabilidad de termoplásticos, termoestables, elastómero, material para moldes de cerámica, rellenos, pigmentos, y muchos otros plásticos y materiales plastificables, orientado para condiciones de prácticas, de manera rentable y fiable, con poco gasto de tiempo y material.
	Reómetro Capilar MALVERN	RC Rosand RH2200	Un reómetro capilar son sistemas compactos capaces de la mayoría de requerimientos encontrados en reometría capilar. Esta serie está equipada con doble cilindro. Un nuevo sistema de accionamiento digital, ofrece el desempeño insuperable en términos de control de velocidad, precisión y rango de funcionamiento dinámico.
	Cortador de probetas metalográficas PACE TECHNOLOGIES	Mega M250	<ul style="list-style-type: none"> _Altamente reproducible _Fácil de usar _Fácil de usar _Diseño robusto y duradero _Bajo costo _De fácil mantenimiento
	Pulidor automático de probetas PACE TECHNOLOGIES	Femto 1000	Las máquinas de pulido NANO son de velocidad variable (0-1000 rpm) máquina de lijado y pulido de para la preparación de la muestras metalográficas.
	Prensa para montar probetas PACE TECHNOLOGIES	Terapress	La prensa de compresión de montaje tiene un sólido, fácil de usar y diseño robusto. Con un elemento de calefacción de 180 grados íntimamente conectado con el molde, el calentamiento es muy eficiente.

Fuente: Autor

La codificación de los equipos está basado en el sistema de registro con el que cuenta la dirección de laboratorios de la Universidad Politécnica Salesiana. Se tomara en cuenta el tipo de los equipos adquiridos así como su funcionalidad dentro de los laboratorios de ingeniería, su ubicación general, la carrera de los que hacen parte, ubicación específica y el código del equipo.

De acuerdo al trabajo de fin de carrera realizado por Elsa Dumaguala, para la dirección de laboratorios de la carrera de Ingeniería Mecánica, con el sistema de codificación permitiendo la identificación correcta de los equipos y cuyo lenguaje debe manejar ítems de forma simple y accesible para todos los usuarios [12].

3.2.1 Codificación por niveles. [12].

Nivel 1: se considera como una planta a cada área de la sede Cuenca. En este caso para este laboratorio tenemos:

- **Área de la sede Cuenca:** Mecánica.
- **Denominación:** IM

Nivel 2: Se asignara dos dígitos para enumerar los diferentes laboratorios. En este caso para estos laboratorios tenemos:

- **Laboratorios y secciones:** Ensayo de polímeros y Metalografía.
- **Codificación de nivel 2:** 13 y 18, respectivamente.

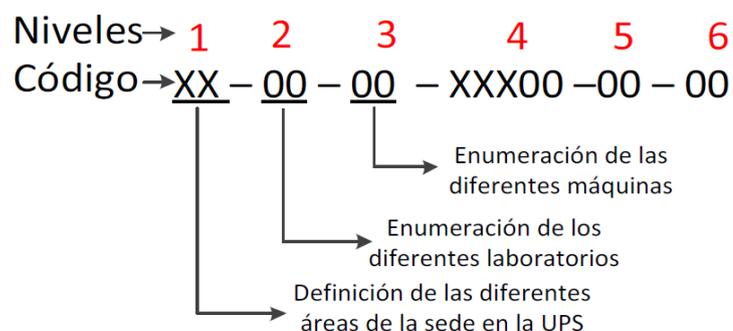
Nivel 3: asignación de dos dígitos para enumerar las máquinas existentes en cada laboratorio.

Nivel 4: a este nivel se le asignan tres letras y dos números, dados por el software de mantenimiento.

Nivel 5: se enfoca a hacer referencia a los componentes que conforman cada equipo, por medio de dos dígitos numéricos.

Nivel 6: hace referencia a los elementos que conforman cada componente.

Fig. 1: Modelo de codificación.



Autor: DUMAGUALA E. Gestión e Imple. del Plan de Mant. Labs. del Area de Ing. Mec. UPS. 2014

Tabla 9: Código de identificación de los equipos de LEP/LAM

Equipo	Descripción y Modelo	Cód. Identificación
Melt Flow Tester, Indexer	MFI 3000 Series	01
Analizador de permeabilidad	VAC-V1	02
Plastógrafo	EC PLUS	03
Reómetro Capilar	RC Rosand RH2200	04
Cortador de probetas metalográficas	Mega M250	01
Pulidor automático de probetas	Femto 1000	02
Prensa para armar probetas	Terapress	03

Fuente: Autor

La designación completa con la que quedarían designados cada uno de los equipos del Laboratorio de Ensayos Poliméricos se presenta en la tabla 9.

Tabla 10: Codificación completa de los equipos del LEP/LAM

Equipo	Descripción y Modelo	Cód. Identificación
Melt Flow Tester, Indexer QUALITEST	MFI 3000 Series	IM – 13 - 01
Analizador de permeabilidad QUALITEST	VAC-V1	IM – 13 - 02
Plastógrafo BRABENDER	EC PLUS	IM – 13 - 03
Reómetro Capilar MALVERN	RC Rosand RH2200	IM – 13 - 04
Cortador de probetas metalográficas PACE TECHNOLOGIES	Mega M250	IM – 18 - 01
Pulidor automático de probetas PACE TECHNOLOGIES	Femto 1000	IM – 18 - 02
Prensa para armar probetas PACE TECHNOLOGIES	Terapress	IM – 18 - 03

Fuente: Autor

3.4 Equipo Auxiliar

Además de las necesidades especiales de cada equipo también se nombraran los componentes complementarios para el correcto funcionamiento de cada uno de los equipos como son equipos auxiliares y necesidades específicas. Para esto a continuación se explicaran dichos complementos, su función dentro en el proceso y los consumibles en los procesos de los ensayos.

Tabla 11: Tabla de Equipos Auxiliares del Laboratorio

<i>Equipo Auxiliar</i>	<i>Marca</i>	<i>Función</i>	<i>Equipo</i>
Pesa Electrónica	Ohaus	Se usa en el pesaje de las muestras y consumibles	MFI.
			RC.
			P.
			PER.
Compresor	R&R	Operación, limpieza o refrigeración	TODOS
Horno Pequeño		Limpieza componentes (dados)	MFI.
			RC.
			P.
Bandeja	Genérica	Recolección muestras	MFI.
			RC.
			P.
Manómetro	Festo	Calibración presiones y flujos.	PER.
F.L.R.	Festo	Filtrar, Lubricar, Regular Flujo.	P.
			PER.
Guantes, Gafas, Mascarillas	Genéricos	Protección.	TODOS
Impresora	H.P.	Impresión de datos.	TODOS

Fuente: Autor

Tabla 12: Tabla de Consumibles para cada Equipo de Laboratorio

Consumibles	Marca	Función	Equipo
Algodón	Genérico	Limpieza de los cilindros de extrusión.	MFI.
			RC.
Grasa para vacío	Qualitest	Sellado de la muestra en las cámaras.	PER.
Papel de filtro	Qualitest	Filtrar cuerpos extraños a la muestra.	PER.
Grasa lubricación	Genérica	Lubricación de los componentes mecánicos internos.	TODOS
Discos de corte.	Pace Technologies	Cortar muestras de elemento a ser estudiado	C.
Resinas de compresión de monturas.	Pace Technologies	Monturas para las muestras metalográficas.	PRE.
Papel abrasivo (Lija)	Pace Technologies	Pulido grueso, medio, fino.	PUL.
Disco con compuestos abrasivos	Pace Technologies	Pulido medio y fino.	PUL.
Paños de pulido.	Pace Technologies	Paños para el pulido final.	PUL.
Alumina	Pace Technologies	Compuesto semi-líquido de pulido final.	PUL.

Fuente: Autor.

CAPITULO 4

Implementación del Laboratorio de Materiales Poliméricos.

CAPÍTULO 4

4.1 Acondicionamiento del Espacio Físico.

Los laboratorios para este tipo de ensayos se acogen a las normas y reglas generales usadas en la configuración de un laboratorio de estas características.

Aquí se exponen las normas usadas para el acondicionamiento de los laboratorios:

- *ASTM D 618-00: Practicas Estándar para el Acondicionamiento de Pruebas en Plásticos.*
- *ISO 291: Atmosferas Estándares para el Acondicionamiento y Pruebas.*
- *ISO/IEC 17025-2000, Norma de calidad para laboratorios.*

La norma ISO-IEC 17025, compete a los requisitos generales para los laboratorios de ensayo y calibración, mencionando que:

Las instalaciones del laboratorio, incluyendo pero no limitándose a las fuentes de energía, iluminación y condiciones ambientales deben ser tales que faciliten el correcto desempeño de los ensayos...el laboratorio debe garantizar que las condiciones ambientales no invaliden los resultados o afecten de manera adversa la calidad requerida de cualquier medición.

Dentro del área general de los laboratorios e instalaciones que se encuentran adjuntas a los laboratorios descritos en este trabajo se debe tener en cuenta si existen y en qué medida las siguientes circunstancias.

- Temperatura
- Humedad
- Suministro Electrónico
- Sonido y Vibraciones
- Radiación
- Perturbaciones Electromagnéticas
- Polvo

Para una operación correcta y que esté de acuerdo a la norma ASTM e ISO, consideramos que los laboratorios deberían trabajar bajo las siguientes consideraciones.

La temperatura de la Habitación: esta temperatura debe estar en el rango de 20 a 30°C (68 a 85 °C). Con tolerancias de más-menos 2 °C.

Atmosfera Estándar: con una atmosfera con una temperatura de 23 °C, y una humedad relativa de 50% con tolerancias estándar. Con tolerancias demás más-menos 2%.

Nota: las medidas tanto de temperatura como de la humedad relativa deben ser realizadas tan al centro de la habitación como sea posible.

Tabla 13: Tabla de Atmosferas Estándar

Símbolo para atmosferas estándar	Temperatura del aire. t ° C	Humedad relativa. U %	Notas
23/50	23	50	Debe ser usado a menos que se especifique diferente.
27/65	27	65	Puede ser usado en países tropicales en concordancia con los involucrados
<i>Estos valores aplican para alturas normales con presiones atmosféricas de entre 86KPa y 106KPa y una ventilación igual o mayor a 1 m/s</i>			

Fuente: Norma ISO 291, Atmosferas Estándar, Acondicionamiento y Pruebas.

4.2 Montaje y Puesta a Punto.

Para el montaje de estos laboratorios se han tomado en cuenta las siguientes necesidades que el laboratorio debe cumplir:

- a) Mesones laterales que soportaran los equipos.
- b) Mesones principales de trabajo adicionales.
- c) Muebles con cajones.
- d) Masa central.
- e) Cobertores para las máquinas
- f) Extractor de gases
- g) Almacén de muestras y materia prima.
- h) Fregadero
- i) Extintor
- j) Ducha
- k) Tablero
- l) Biblioteca

4.2.1 Necesidades de Servicio

Redes de agua.- para el funcionamiento de los laboratorios de necesitar estos tipos de consumo:

- Servicio de agua que provendrá de la red pública
- Extintor contra fuego
- Sistema de drenaje

Las presiones de la fuente de agua deben ser de entre 70-90 psi. Los puntos de agua se encuentran distribuidos dentro de los planos diseño, que se encuentran en los Anexos.

Líneas de energía eléctrica.- este servicio provendrá de la red pública, el manejo de esta red eléctrica se hará desde la caja de controles.

Los puntos eléctricos para cada equipo en específico se encuentran especificados dentro del plano de diseño de los laboratorios. Anexos.

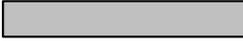
Además de los puntos eléctricos de cada máquina se deberá proporcionar puntos de 110V, dos por cada equipo, para uso de equipos complementarios como computadores e impresoras, con un total de 10 tomacorrientes.

Sistema de ventilación.- será un sistema de ventiladores de tiro inducido.

Líneas de gas oxígeno.- este servicio será proporcionado por la empresa privada *INDURA*, la cual estaría a cargo tanto de las instalaciones de las líneas, así como del suministro del gas.

De acuerdo a código se deberán identificar los riesgos de cada tipo de tubería, para lo cual nos basamos en el código de tuberías de la INEN 440-04, Colores de Identificación de Tuberías.

Tabla 14: Definición de los Colores de Identificación de Tuberías

FLUIDO	CATEGORIA	COLOR	
Agua	1	Verde	
Vapor de agua	2	Azul	
Aire y oxígeno	3	Gris plata	
Gases no combustibles	5	Amarillo ocre	
Vacío	0	Gris	

Fuente: Norma INEN 440-04

4.3 Instalación de cada uno de los Equipos.

4.3.1 MELT FLOW TESTER (INDEXER) MFI 3000 SERIES (QUALITEST)

➤ Desmantelamiento de la caja de envío

- 1) Llevar la caja a la ubicación final del equipo.
- 2) Sacar los tornillos alrededor de la caja.
- 3) Remover los tornillos que aseguran la base del equipo a la plataforma.
- 4) Retirar las paredes de la caja.
- 5) Sacar el equipo y la caja de accesorios fuera de la caja.

Fig. 33: Desmantelamiento de la caja de envío Melt Index



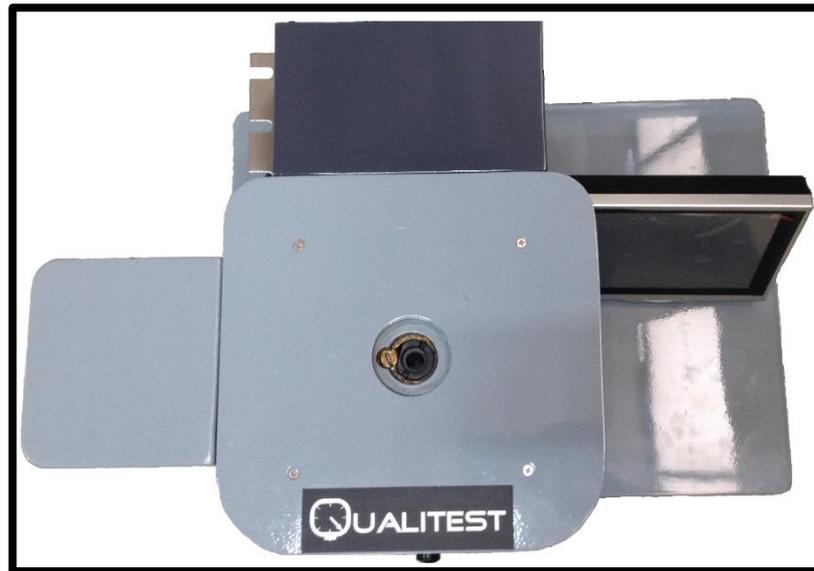
Fuente: Autor

➤ Instalación

La instalación de este aparato se realizó de acuerdo a las instrucciones del manual del mismo. Esta instalación fue realizada por el personal de la empresa proveedora *José Jalil & Hijos Cia. Ltda.*

El equipo fue colocado en un mesón de laboratorio de superficie plana, tomando en cuenta que según el manual el peso total aproximado del equipo y accesorios es de 80Kg. Considerando una distribución del peso uniforme y que la base del equipo consta de cuatro soportes, cada uno soporta 20Kg.

Fig. 34: Vista superior del equipo

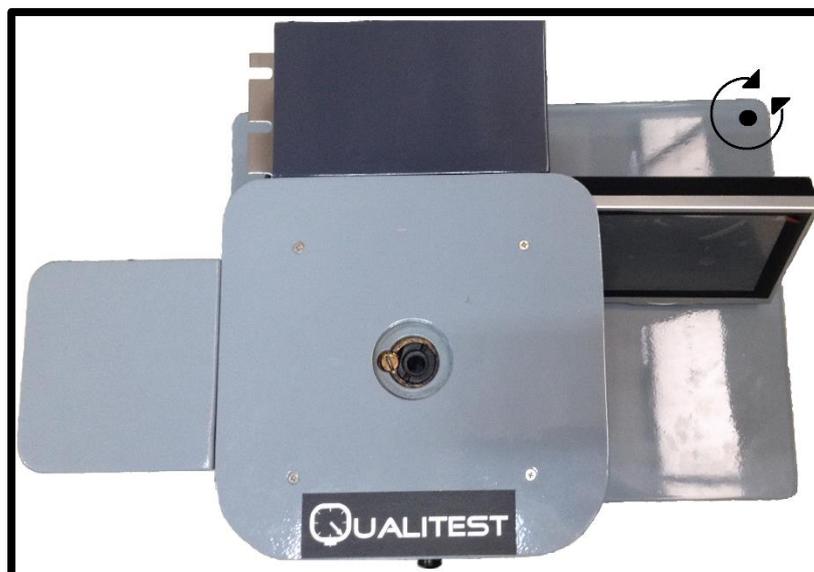


Fuente: Autor

➤ **Nivelación del Equipo**

La base del equipo tiene cuatro patas ajustables. Que al rotarlas en sentido de las manecillas del reloj suben al equipo y en contra las manecillas del reloj baja.

Fig. 35: Vista superior del equipo método de nivelación



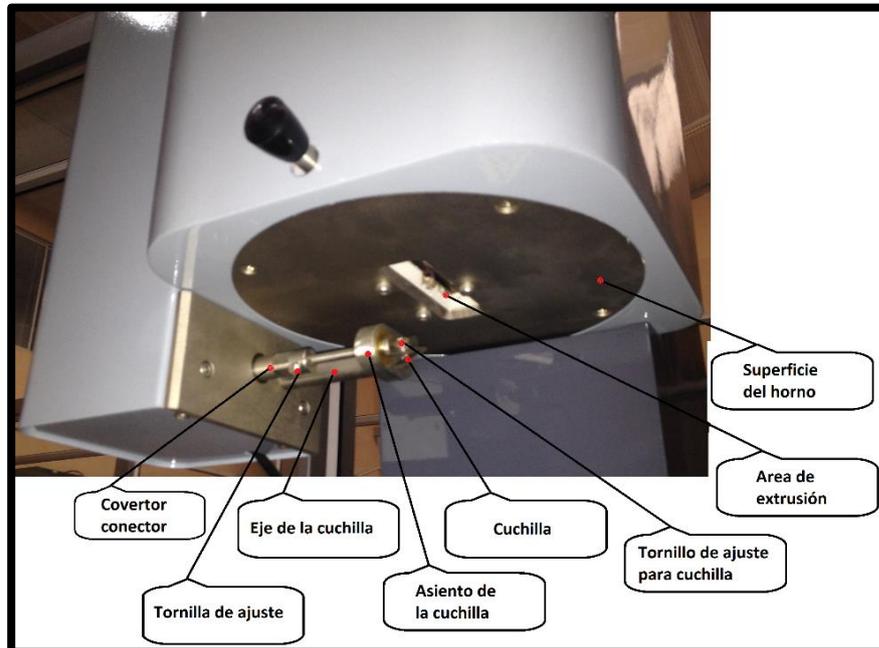
Fuente: Autor

➤ **Nivelación del cilindro.**

Insertar el medidor de nivel en el cilindro, ajustar la tuerca en la parte inferior del equipo hasta que quede perfectamente nivelado cuando la burbuja este en el centro.

➤ **Colocación y Calibración de la Cuchilla.**

Fig. 36: Sistema de corte



Fuente: Autor

- 1) Apagar el equipo por completo
- 2) Colocar el dado de carbono de tungsteno dentro del cilindro hasta tocar el fondo, con la herramienta de carga y dejarlo allí.
- 3) Aflojar el tornillo el cual ajusta la barra de la cuchilla y el colector.
- 4) Retirar la barra de la cuchilla de corte.
- 5) Ajustar la cuchilla de corte y la barra en posición vertical y ajustar con el tornillo de apriete.
- 6) Insertar la barra de la cuchilla de corte la ensamblada en su posición permanente dentro del equipo. Después hacer girar con los dedos este ensamble en sentido de las manecillas del reloj. La hoja de la cuchilla debe estar justo bajo el agujero de extrusión y tangente con la cara exterior del dado.
- 7) La cuchilla debe estar en la parte izquierda e inferior del horno y a 45 grados con la parte externa del horno.
- 8) Verificar que la cuchilla haga el trabajo requerido.
- 9) Consejo: en esta operación nosotros tuvimos dificultades ya que la cuchilla no giraba de acuerdo a lo especificado, el problema fue que dentro de la caja de controles electrónicos al lado izquierdo del horno, se encontraban un socket fuera del lugar.

➤ **Encendido.**

- 1) Conectar la impresora primero al equipo y después conectar a la alimentación eléctrica.
- 2) Verificar que la fuente de poder es la indicada en la placa de información técnica del equipo.
- 3) Verificar que el interruptor del equipo se encuentre en la posición de apagado (OFF) “O”.
- 4) Insertar el cable de poder eléctrico in el socket del equipo.
- 5) Colocar el interruptor en la posición de encendido (ON) “I”.

➤ **Operación del equipo y software.**

Referirse al manual de usuario del equipo.

4.3.2 REÓMETRO CAPILAR RC ROSAND RH2200 (MALVERN)

➤ **Desmantelamiento de la caja de envío**

Se retiró de la caja de envío del equipo de manera cuidadosa para no afectar ninguno de los componentes.

Fig. 37: Desmantelamiento de la caja de envío Reómetro Capilar



Fuente: Autor

➤ **Instalación.**

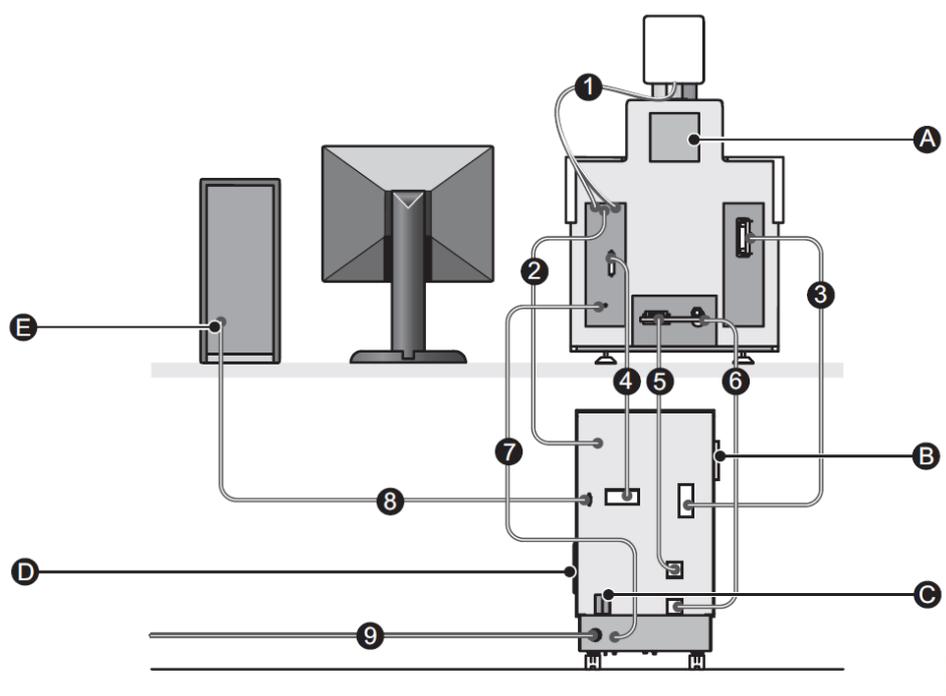
Todas las instalaciones fueron realizadas por un representante de la empresa proveedora, *José Jalil & Hijos Cia. Ltda.*

Después de retirar el empaque del equipo y sus componentes, se procedió a ubicarlo sobre el mesón destinado para este aparato cumpliendo los requerimientos técnicos, por medio de una grúa tipo pluma, debido al peso del equipo (reómetro).

➤ **Conexiones del equipo y sus componentes.**

La instalación Reómetro-Caja Electrónica-Computador, fue realizada de acuerdo al manual de usuario en el capítulo 3 página 18, y con la ayuda del siguiente diagrama.

Fig. 38: Diagrama de conexiones Reómetro Capilar



Fuente: Manual de Usuario Reómetro Capilar, Cap. 3 pg. 18-19

-Los cables van de la siguiente manera:

- 1) Cabezal / Cables de la celda de carga (en gris).
- 2) Sensor de sobre-temperatura (verde).
- 3) Fuente del calentador y circuitos de parada de emergencia (blindados).
- 4) Señales (gris).
- 5) Motor codificador (negro).
- 6) Motor Potencia (blindado, negro).
- 7) Tierra (verde / amarillo).
- 8) RS-232 (gris).
- 9) Cables de potencia principales (blindado).

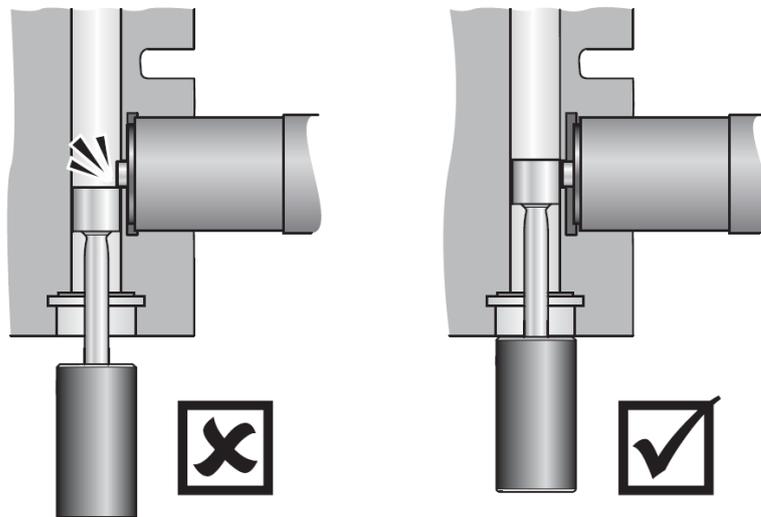
-Los otros componentes que se muestran son las siguientes:

- A. Ventilador.
- B. Parrilla ventilador.
- C. Interruptor de los circuitos principales (ICP).
- D. Ventiladores.
- E. COM1 O COM2 puerto en el ordenador.

➤ **Instalación de los transductores de presión.**

1. Después de atornillar el transductor en posición y apretándolo como se describe en el manual de usuario, empuje suavemente el medidor de enchufe en la parte inferior del orificio como se muestra en los siguientes diagramas.

Fig. 39: Posición de los Transductores de Presión



Autor: Manual de Usuario Reómetro Capilar, pg. 1-2

2. Si determina que el calibre macho no toca el transductor, como se muestra en la derecha diagrama, retire el calibre. El sistema está listo para usar.
3. Si el calibre macho no pasa la punta del transductor, como se muestra en la izquierda del diagrama, retire el transductor y compruebe que la arandela de cobre sobre el cabezal este en su lugar.

➤ **Operación del Software y Equipo**

Referirse al manual de usuario.

4.3.3 PLASTOGRAFO EC PLUS (BRABENDER)

➤ Desmantelamiento de la caja de envío

Se retiró de la caja de envío del equipo de manera cuidadosa para no afectar ninguno de los componentes.

Fig. 40: Desmantelamiento de la caja de envío Plastógrafo



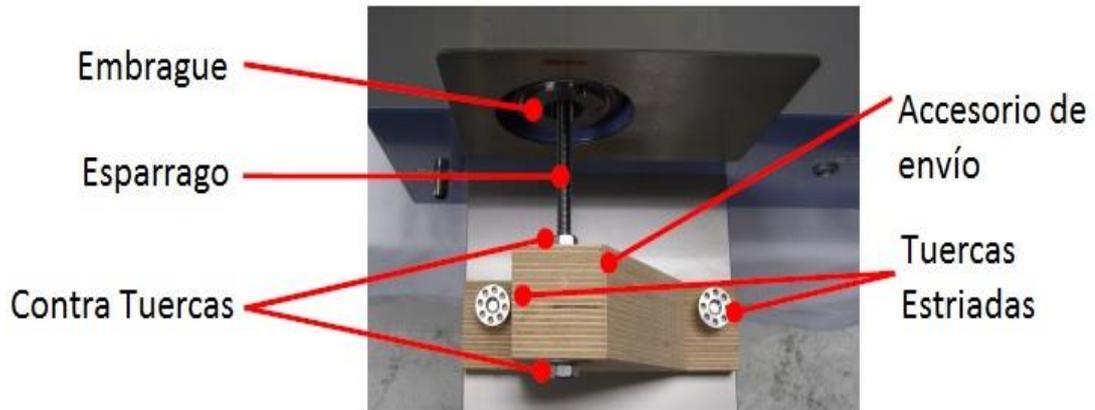
Fuente: Autor

➤ Instalación

-Remoción de accesorio de envío.

- 1) Colocar un nivel de burbuja para verificar si se encuentra nivelado. Si este no es el caso compensar con plaquitas metálicas por ejemplo.
- 2) Aflojar los pernos del accesorio de envío del motor de engranaje.
- 3) Destornillar el esparrago del embrague del equipo.
- 4) Destornillar las tuercas estriadas del accesorio de madera de envío.

Fig. 41: Soporte de envío del Plastógrafo



Fuente: Autor

-Computador y unidades periféricas.

- 1) Conectar el Plastógrafo EC PLUS por medio PC CAN bus, al computador.
- 2) Conectar el CAN bus de la computadora al socket CAN-IN en la parte posterior del Plastógrafo EC PLUS.
- 3) Conectar el CAN bus (2 21 332, 9 conectores) al socket libre del computador.
- 4) Conectar el monitor, impresora y periféricos al CPU.
- 5) Configurar el computador de acuerdo al manual de usuario capítulo 8, página 52, puntos (8.3, 8.3.1 y 8.3.2)
- 6) Instalar software de Brabender. Referirse a Manual de usuario capítulo 8, punto 8.3.3, página 55.

-Instalación de conexiones principales.

- 1) Asegurarse de que el interruptor principal ON/OFF este en la posición "O".
- 2) Conectar el cable de potencia principal.
- 3) Montar el soporte del mezclador (Tipo 50 EHT).
- 4) Conexiones eléctricas, neumáticas desde el *Measuring Mixer Type 50 EHT* al *Plastograph EC PLUS*. De acuerdo al manual de usuario capítulo 8, desde el punto 8.5.2.2 hasta el punto 8.5.2.4, páginas 61 a la 66.

➤ **Operación del Software y Equipo**

Referirse al manual de usuario.

4.3.4 Analizador de Permeabilidad, VAC V1 GAS. (QUALITEST)

➤ **Desmantelamiento de la caja de envío**

Se retiró de la caja de envío del equipo de manera cuidadosa para no afectar ninguno de los componentes.

Fig. 42: Desmantelamiento de la caja de envío Permeómetro



Fuente: Autor

➤ **Instalación:**

- 1) Posicionar el equipo sobre el mesón de laboratorio cuidadosamente.
- 2) Conectar la bomba de vacío de acuerdo al manual de usuario, capítulo 3 y 4.
- 3) Conectar suministro de gas de prueba de acuerdo al manual de usuario, capítulo 3.
- 4) Colocar el sistema de sujeción de muestras, de tornillo y volante.
- 5) Ajustar presiones de gas y cámaras, de acuerdo al manual de usuario.
- 6) Inspeccionar que entre la línea de tierra y la línea neutral del equipo este entre 0 y 8V.
- 7) Conectar el equipo al computador por medio cable de comunicación.
- 8) Conectar la bomba de vacío al equipo con el tubo de vacío.
- 9) Instalar software del producto V1 Gas desde el CD. Regirse al procedimiento en el manual de usuario, capítulo 7.

➤ **Operación del Software y Equipo**

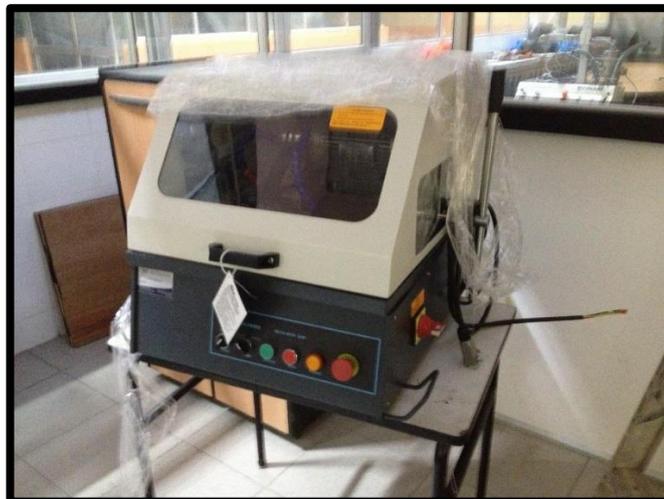
Referirse al manual de usuario.

4.3.5 Cortador Abrasivo MEGA M250 (PACE TECHNOLOGIES)

➤ Desmantelamiento de la caja de envío

Se retiró de la caja de envío del equipo de manera cuidadosa para no afectar ninguno de los componentes.

Fig. 43: Desmantelamiento de la caja de envío Cortador Abrasivo



Fuente: Autor

➤ Instalación:

- 1) El equipo debe ser colocado sobre una superficie plana, mesón de laboratorio.
- 2) Para abrir la cubierta, colocar el dispositivo de seguridad a la posición de “UNLOCK”.
- 3) Después de conectar al suministro eléctrico colocar el dispositivo de seguridad en la posición “LOCK”, para abrir la cubierta y poder usar la cortadora.
- 4) Verificar la dirección de rotación del disco de corte, esta debe girar en sentido de arriba hacia abajo.
- 5) Conectar el tanque de recirculación del refrigerante, con la manguera de ½-inch, a la cortadora.
- 6) Conectar el cable de seis pies de largo de la bomba de circulación al suministro eléctrico especificado.
- 7) Abrir la válvula la línea de presión.
- 8) Ajustar a la necesidad requerida la manguera articulada de refrigerante así como el caudal necesario, con la válvula incorporada en la misma manguera.
- 9) Encender el equipo y verificar el funcionamiento de botón de apagado de emergencia.
- 10) Verificar el sistema magnético de protección para el cierre de la cubierta mientras la máquina está en operación.
- 11) Verificar el funcionamiento del tanque de recirculación.

➤ Operación del Equipo.

Referirse al manual de usuario.

4.3.6 Prensa Para Montar Probetas, TERAPRESS (PEACE TECHNOLOGIES)

➤ Desmantelamiento de la caja de envío

Se retiró de la caja de envío del equipo de manera cuidadosa para no afectar ninguno de los componentes.

Fig. 44: Desmantelamiento de la caja de envío Prensa Terapress



Fuente: Autor

➤ Instalación:

- 1) El equipo debe situarse sobre una superficie plana que soporte al equipo y sus accesorios, (mesón de laboratorio).
- 2) Verificar el voltaje de operación del equipo y del suministro de energía eléctrica y colocar el cable de energía desde el equipo al suministro.
- 3) Conectar al desfogue del drenaje con una boquilla de ¼ de pulgada.
- 4) Conectar el alimentador de refrigerante con una boquilla de ¼ de pulgada.
- 5) Conectar el suministro de aire comprimido al equipo.
- 6) Verificar presión mediante el manómetro y controlador de presión del equipo.
- 7) Verificar el funcionamiento del pistón de subida y bajada.
- 8) Verificar funcionamiento del horno, por inspección física configurando altas temperaturas en el equipo.

➤ Operación del Equipo.

Referirse al manual de usuario.

4.3.7 Pulidor Automático FEMTO 1000, NANO (PEACE TECHNOLOGIES)

➤ Desmantelamiento de la caja de envío

Se retiró de la caja de envío del equipo de manera cuidadosa para no afectar ninguno de los componentes.

El cabezal “FEMTO 1000” y la base “NANO polishing”, fueron enviados en empaques separados.

Fig. 45: Desmantelamiento de la caja de envío Pulidor Automático



Fuente: Autor

➤ Instalación:

- 1) Aflojar la cubierta de plástico de la parte inferior de la base Nano polisher.
- 2) Aflojar la placa de bronce que se encuentra en el poste, para que puede observarse la ranura de alineación del poste.
- 3) Hacer coincidir la ranura del poste y la placa de bronce.
- 4) Remover la cubierta plástica de la parte superior de la base Nano polisher y colocar el poste en el cabezal Femto 1000 en el agujero.
- 5) Ajustar en primer lugar el poste del cabezal Femto 1000 y posicionar el poste tan abajo como sea posible.
- 6) La muesca del poste debe extenderse por debajo de base de fundición de la base Nano polisher.
- 7) Colocar nuevamente la placa de bronce y la cubierta plástica de la base Nano polisher.
- 8) Asegurarse de que el poste este correctamente apretado, mediante el ensamble tuerca/arandela/arandela de apriete, desde la parte inferior de la base Nano polisher.

- 9) El soporte de probetas del cabezal Femto debe estar centrado a los pistones de presión, mediante los dos tornillos de hexagonales.
- 10) Ajustar la altura del cabezal Femto por medio de la palanca para acoplar los pistones y levantar el cabezal.
- 11) Colocar una hoja de cartón bajo el soporte e probetas, que funciona como espaciador.
- 12) Ajustar la altura del soporte de probetas para que los pistones no dañen la base durante el funcionamiento del equipo.
- 13) Conectar al cabezal Femto 1000, el suministro de energía eléctrica.
- 14) Conectar al cabezal Femto 1000, el cable de comunicación.
- 15) Conectar al cabezal Femto 1000, la manguera de suministro de aire.
- 16) Conectar a la base Nano polisher el cable de suministro eléctrico, correspondiente.
- 17) Conectar a la base Nano polisher suministro y drenaje de agua.
- 18) Conectar a la base Nano polisher cable de comunicación.
- 19) Conectar a la base Nano polisher. cable de energía desde Femto 1000.
- 20) Verificar que el interruptor de elección de voltaje este en la posición requerida.
- 21) Asegurarse que el botón de encendido este en la posición de apagado.
- 22) Conectar a la base Nano Polisher, el cable de comunicación.
- 23) Instalar el lubricador al cabezal Femto 1000.
- 24) Conectar el cable de comunicación desde el lubricador al cabezal Femto 1000.
- 25) Conectar la manguera del sistema de lubricación al dispensador.
- 26) Posicionar el tubo dispensador dentro del riel y apretar los tornillos.
- 27) Verificar el correcto funcionamiento del botón de parada de emergencia.
- 28) Verificar la presión de aire con la ayuda del manómetro de presión y el regulador de presión.
- 29) Verificar el correcto funcionamiento del accionamiento de subida y bajada de los pistones.

➤ **Operación del Equipo.**

Referirse al manual de usuario.

CAPITULO 5

Elaboración y Validación de las Guías de Prácticas.

CAPÍTULO 5

5.1 Estructura de las prácticas.

Para la estructura de las prácticas de laboratorio se usara el diseño dispuesto por la Universidad Politécnica Salesiana y la Dirección de Laboratorios de la Carrera de Ingeniería Mecánica.

En esta estructura se muestra y explica los contenidos y los procedimientos para cada una de las prácticas de los laboratorios de Ensayos en Polímeros así como en el Laboratorio de Análisis Metalográficos.

Las prácticas constarán con los siguientes puntos:

1. Presentación de la práctica

En este documento se detallan las instrucciones para que los estudiantes presenten los informes de las prácticas en un formato específico

2. Requisitos, precauciones y evaluación

En esta sección se deben mencionar todos los requisitos, precauciones y evaluaciones necesarias para que el estudiante pueda iniciar con el desarrollo de la práctica.

3. Objetivos

En esta sección se deben plantear los objetivos de la práctica, es importante que estos objetivos sean alcanzables, lógicos y coherentes con lo realizado.

4. Equipos, instrumentos y software

En esta sección se debe mencionar todos los equipos, instrumentos y software necesarios para el desarrollo de la práctica.

5. Exposición

En esta sección se debe presentar al estudiante un marco teórico de los conceptos necesarios antes de realizar la práctica.

6. Proceso y procedimiento

Se presenta al estudiante un proceso que se debe seguir para el correcto desarrollo de la práctica así como un procedimiento paso a paso para que la práctica se la pueda desarrollar con orden.

7. Resultados y/o discusión

Deben ser presentados de forma objetiva, concisa y en secuencia lógica.

8. Conclusiones y recomendaciones

9. Referencias

10. Glosario

5.1.1 Estructura en que las prácticas serán presentadas al estudiante.

Título de la práctica

Nombre 1 Apellido 1, Nombre 2 Apellido 2.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de **Ingeniería Mecánica**

Asignatura: **Nombre de la asignatura**, Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: **D-M-A**

1. Presentación de la práctica

En este documento se detallan las instrucciones para que los estudiantes presenten los informes de las prácticas en un formato específico. Los estudiantes deben seguir las indicaciones para mantener el esquema del informe.

En esta sección se debe presentar una introducción de la práctica mencionando todo lo que se va a realizar en la misma, la persona que vaya a desarrollar la práctica cuando lee la presentación tiene una idea clara de lo que se va a realizar. Debe contener un máximo de 80 palabras y no debe incluir ecuaciones, referencias o acrónimos poco usuales. Para el texto usar alineación justificada con fuente Times New Roman en tamaño 12.

Ejemplo: En esta práctica se presenta el principio de funcionamiento, la configuración y uso de un instrumento de medición de nivel que basa su funcionamiento en la variación de la capacitancia, para lo que se procederá a configurar el equipo mediante el panel del instrumento y el software de configuración FieldCare, y posteriormente se comprobará el correcto funcionamiento del instrumento.

2. Requisitos, precauciones y evaluación

En esta sección se deben mencionar todos los requisitos, precauciones y evaluaciones necesarias para que el estudiante pueda iniciar con el desarrollo de la práctica.

Requisitos

Lecturas recomendadas: En esta sección se debe agregar referencias bibliográficas que la persona debe haber leído antes de iniciar la práctica; se debe mencionar los libros y las páginas en donde se puede encontrar la información.

Precauciones

Verificación de la alimentación de los equipos: En esta sección se debe recomendar a la persona que va a realizar la práctica que tome las debidas precauciones antes de poner en marcha los equipos.

Evaluaciones

En esta parte se debe mencionar que antes de iniciar la práctica el estudiante tendrá que rendir una evaluación oral o escrita, la cual demostrará que el estudiante tiene los conocimientos teóricos para poder asimilar la práctica que está realizando.

Ejemplo: Requisitos

Lecturas recomendadas: Principio de medición de nivel capacitivo (1) pág. 43-67, (2) pág. 78.

Precauciones

Verificar que la fuente de alimentación se encuentre dentro del rango de alimentación del instrumento (9-30VDC), y que el instrumento se encuentre correctamente polarizado.

Evaluaciones

Los conocimientos que se deben dominar en esta práctica son: el principio de funcionamiento del equipo, tipos medidores capacitivos,

aplicaciones en el campo industrial y características técnicas del equipo.

3. Objetivos

En esta sección se deben plantear los objetivos de la práctica, es importante que estos objetivos sean alcanzables, lógicos y coherentes con lo realizado.

4. Equipos, instrumentos y software

En esta sección se debe mencionar todos los equipos, instrumentos y software necesarios para el desarrollo de la práctica, se debe listar los mismos en una tabla como se muestra en la Tabla 1, con el propósito de facilitar información para su fácil ubicación en el banco de trabajo.

Tabla 1. Tabla de equipos, instrumentos y software

Descripción	Marca	Serie
Medidor de caudal	Buerkert	8035
Fuente de alimentación de 24VDC	Siemens	SITOP
Software de configuración	Endress & Hauser	Field Care v1.0

El título de la tabla se coloca en la parte superior de la misma y debe ser con fuente Times New Roman, tamaño 10 y con formato de cursiva. El título de la tabla debe tener mayúscula solamente en la primera palabra. El título de la tabla se utiliza centrado en la columna, si la descripción se extiende más de una línea el texto se debe mostrar de forma justificada. Para identificar se escribe “Tabla” y un número de secuencia Tabla 1. , Tabla 2... después del número debe terminar en punto “.” y seguir dos espacios para colocar el nombre.

5. Exposición

En esta sección se debe presentar al estudiante un marco teórico de los conceptos necesarios antes de realizar la práctica con el propósito que recuerde o refresque los conocimientos que debieron ser adquiridos en las lecturas recomendadas, en esta sección se debe referenciar los textos, se debe usar referencias cruzadas para facilidad de los lectores; además no debe pasar el texto de una página incluidos gráficos, ecuaciones y tablas.

Escriba el texto principal con la fuente Times New Roman tamaño 12, espaciado sencillo. No se debe adicionar ninguna línea en blanco entre los párrafos. El texto deberá estar totalmente justificado. Esta regla se utilizará en todo el documento a menos que se especifique lo contrario.

6. Proceso y procedimiento

En esta sección se presenta al estudiante un proceso que se debe seguir para el correcto desarrollo de la práctica así como un procedimiento paso a paso para que la práctica se la pueda desarrollar con orden.

6.1 Proceso

“Conjunto de actividades mutuamente relacionadas que interactúan, las cuales transforman elementos de entrada en resultados.”(1) Se debe asignar una gráfica como el de la Figura 1, en la que se especifique al estudiante los pasos que debe seguir para el cumplimiento de los objetivos la práctica.

Las figuras deben estar centradas en la columna. El título de la figura se coloca en la parte inferior de la misma y debe ser con fuente Times New Roman tamaño 10 y con formato de cursiva.

El título de la figura debe tener mayúscula en la primera palabra. Para identificar a la figura se escribe “Figura” y un número de secuencia Figura 1., Figura 2... después del número de secuencia de la figura terminar en punto “.” Saltar dos espacios y seguir con el nombre de la figura centrado en la columna, si la descripción se extiende más de una línea el texto se debe mostrar de forma justificada y al final del nombre un punto “.”.

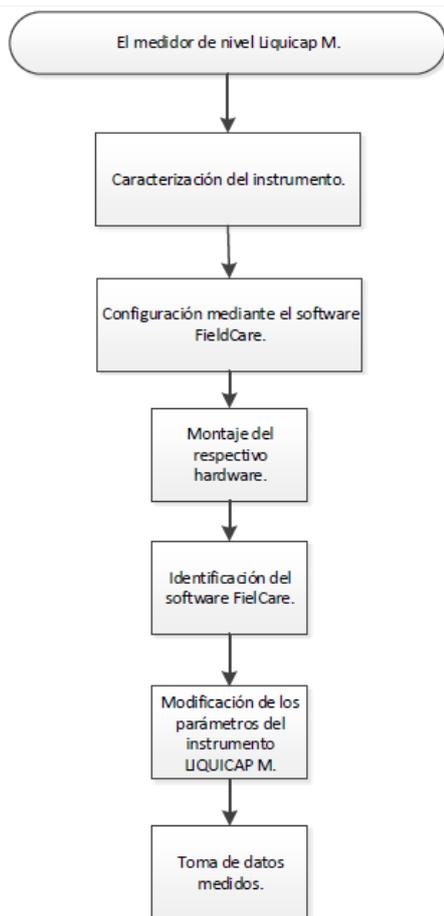


Figura 1. Proceso para la configuración

6.2 Procedimiento

“Procedimiento es un término que hace referencia a la acción que consiste en proceder, que significa actuar de una forma determinada. El concepto, por otra parte, está vinculado a un método o una manera de ejecutar algo.”(2) En esta sección se desarrolla paso a paso el proceso mencionado anteriormente, es decir se explica al estudiante detalladamente como cumplir cada uno de los apartados mencionados en el proceso. Es necesario recalcar que esto se deberá ajustar a cada una de las prácticas que se realizan.

Ejemplo: 6.2.1 Caracterización del instrumento

Se debe observar las siguientes características del instrumento y realizar una descripción.

Ubicar al equipo según la cadena de medición

Entrada del equipo (alimentación)

Salida del equipo

Tipo de comunicación

Aplicaciones

6.2.2 Configuración mediante el software FieldCare

Para la configuración con el FieldCare se necesita de la interface instrumento-pc Combox USB FAX195-P1.

También se debe montar el lazo de corriente, ver Figura 2, en el cual debemos activar la resistencia de 270 Ohm del Combox USB FAX195-P1.

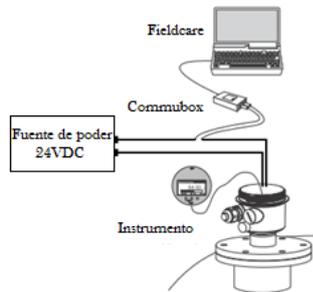


Figura 2. Esquema del lazo de corriente

Para el proceso de configuración con el FieldCare se debe seguir el siguiente procedimiento.

Se abre el software FieldCare, Inicio→Todos los programas → Endress+Hauser → FieldCare → FieldCare.

En el software se debe hacer la siguiente configuración.

Se tiene que clicar en continuar, ver Figura 3.



Figura 3. Ventana de inicio

Posteriormente se debe continuar describiendo el procedimiento necesario para poder finalizar la práctica.

En esta sección también se debe incluir los apartados de toma de mediciones, análisis de los datos, gráficas y todo lo necesario para que el estudiante pueda cumplir con los objetivos planteados en la práctica.

Ejemplo: Luego de la configuración del equipo se debe completar la Tabla 2, con las medidas de corriente, capacitancia y porcentaje.

Tabla 2. Tabla de mediciones

% del nivel	Corriente	Capacitancia
0	4mA	uF
25	8mA	uF
50	12mA	uF
100	20mA	uF

Introducir perturbaciones al tanque para observar el comportamiento y la variación del equipo.

Presentar las gráficas de cada uno de los datos tomados en la práctica.

En esta sección se debe continuar con todas las mediciones, pruebas, tablas, y gráficas que sean necesarias para cada una de las prácticas que se estén realizando.

7. Resultados y/o discusión

7.1 Resultados

Se basan exclusivamente en los datos recolectados. Deben ser presentados de forma objetiva, concisa y en secuencia lógica.

7.2 Discusión

En esta sección los resultados deben ser comparados con conceptos teóricos y hacer énfasis en el aporte de realizar la práctica. A la par se debe interpretar los resultados y las implicaciones (relación

entre el efecto y la causa, consecuencia) que tienen estos en el campo de estudio.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

Apartado para que el estudiante desarrolle sus conclusiones, observaciones y recomendaciones sobre la práctica.

Una conclusión consta de dos partes primero escriba la principal interpretación de los resultados y a continuación extienda la importancia de la práctica.

Recomendaciones

En las recomendaciones se debe proporcionar sugerencias orientadas al mejoramiento con base en los resultados, estas podrían ser, sugerencias para la mejora del proceso y procedimiento para prácticas futuras, en otras palabras las sugerencias deben estar dentro del marco de la realización de la práctica.

Referencias

Al final del trabajo liste y enumere todas las referencias bibliográficas con una fuente Times New Roman tamaño 12. Esto en caso que se esté utilizando la norma ISO 690:2010(E). Una guía práctica para aplicar esta norma se encuentra en el documento de la Universidad de Alicante disponible en el siguiente link https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing este documento también explica como emplear el estilo APA (American Psychological Association).

Es necesario referenciar todo el documento en donde: se copie texto literalmente, parafrasee un texto y se copie la idea o teoría de otra persona. (3)

Definición de proceso [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

<http://arpcalidad.com/definicion-de-proceso/>

Definición de procedimiento [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

<http://definicion.de/procedimiento/#ixzz2dxdpN2RIZ>

3. Glosario [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

<http://es.wikipedia.org/wiki/Glosario>

4. Citar la información [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing

Glosario

En la parte final del documento se debe incluir un glosario.

“Un glosario es un anexo que se agrega al final de libros, investigaciones o tesis. En él, se incluyen todos aquellos términos poco conocidos, de difícil interpretación, o que no sean comúnmente utilizados en el contexto en que aparecen.”(4)

5.2 Elaboración de las Prácticas de Laboratorio

5.2.1 MELT FLOW TESTER (INDEXER) MFI 3000 SERIES (QUALITEST).

Índice de Fluidez MFI

José Guerrero, Andrés Beltrán.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de **Ingeniería Mecánica**

Asignatura: **Análisis de Polímeros**, Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: **D-M-A**

1. Presentación de la práctica

En esta práctica desarrollaremos pruebas a materiales poliméricos, "plásticos", para determinar su Índice de Fluidez (MFR), que además nos da un viscosidad indirecta y como conjunto de estas dos características parámetros útiles en la toma de decisiones en la procesabilidad del material termoplástico.

Fig. 1: Melt Indexer 3000Q2



Fuente: Autor

Para esta práctica tomaremos muestras de los siguientes materiales; Polietileno de alta densidad (PEHD), polietileno de baja densidad (PELD) y de polipropileno (PP).

Para el proceso de usará el equipo *Melt Flow Indexer* el cual cumple con el objetivo de mostrar el flujo másico de un polímero extruido a través de un capilar, (dado o boquilla) de características

específicas a esta prueba, que además controla las condiciones de presión y temperatura.

Como resultados se obtendrá la cantidad de material que fluye a través del dado en una cantidad de tiempo determinada (g/10min). Esto se realizara en por lo menos tres ocasiones para así obtener un promedio de esta medida y comparar con la hoja técnica del material en cuestión.

2. Requisitos, precauciones y evaluación

Requisitos

Lecturas recomendadas:

- Norma ASTM D1238-10.
- Norma ISO 1133.
- Norma ASTM D618.
- Norma ASTM D883.
- Characterization and Failure Analysis of Plastics [1].
- Manual de usuario del equipo.

Precauciones.

Verificar las condiciones en las que se encuentra el equipo y si de haber alguna anomalía informar inmediatamente al profesor o al laboratorista de turno.

Asegurarse de que el equipo esté conectado de forma adecuada y lista para ser usado.

Usar el equipo de protección adecuado y requerido para trabajar con superficies calientes, como son mandil, guantes y protección para los ojos.

Evaluaciones.

Se debe recordar que antes de proceder con el ensayo en cuestión se realiza una verificación por parte del instructor de los conocimientos teóricos y prácticos

² Trabajo de grado de la Carrera de Ingeniería Mecánica, correo electrónico: jguerrero@est.ups.edu.ec

para el funcionamiento del equipo que garanticen la seguridad del operario así como del equipo. Para lo cual se evaluará:

Principio de funcionamiento del equipo.

- La norma a seguir en esta práctica.
- Normas de seguridad en los laboratorios.
- Datos técnicos del material a ensayar.

3. Objetivos

- Realizar una prueba en este equipo para la obtención del MFI de manera concisa y segura.
- Comprobar los datos obtenidos con los de las hojas técnicas y evaluarlos.
- Fortalecer los conocimientos adquiridos en clase.

4. Equipos, instrumentos y software

Tabla 1: Equipos, instrumentos y software

Descripción	Marca	Serie
Melt Flow Indexer	Qualitest	3000
Software	Qualitest	MIWORKS
Balanza	Ohaus	SC4010

Fuente: Autor

5. Exposición

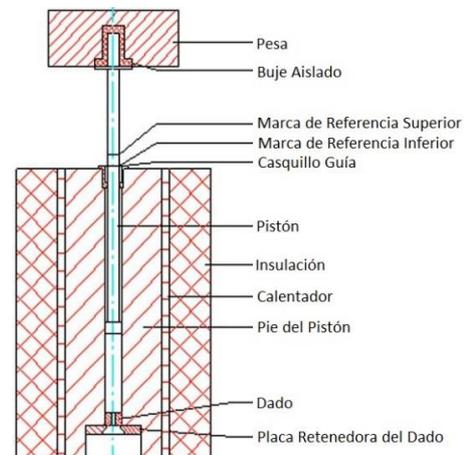
El método del índice de fluidez o MFI, es usado para monitorear la calidad del material a ser usado en cierto proceso. Esta prueba mide la cantidad de material extruido de un termoplástico a través de un capilar en el dado con especificaciones específicas en su longitud y su diámetro bajo condiciones especiales de temperatura y de carga o peso. La utilidad primordial de esta prueba es la de medir la uniformidad del flujo del material.

Según Vishu Shah [2], el dato que reporta esta prueba es un valor que

ayuda a distinguir entre diferentes grados del polímero. Un material con un alto grado de peso molecular es más resistente al flujo que uno de menor peso molecular. Esta no es razón para pensar que nos da información sobre su procesabilidad ya que este número no es una propiedad del material como lo son la temperatura o viscosidad, sino más bien es el índice de su fluidez con respecto a la máquina en sí. Esto se da a las características del capilar en el dado que se usa, ya que la relación L/D según la norma ASTM D1238 [3], nos dicta que el orificio debe estar entre 2.095 ± 0.005 mm en diámetro y 8.000 ± 0.025 mm de longitud. Por lo que los resultados de del índice de fluidez según Nelson Burke [4], son afectados severamente por los efectos en la entrada y salida del material en le dado (corrección de Bagley).

El MFI está estrechamente relacionado al peso molecular por lo que podemos decir que; el índice de fluidez MFI es una medida inversa a peso molecular ya que las características de flujo son inversamente proporcionales a el peso molecular, un peso molecular bajo tendrá un índice de fluidez alto y que un polímero con un peso molecular alto tendrá un índice de fluidez bajo.

Fig. 2: Esquema de funcionamiento de un equipo MFI



Fuente: Norma ASTM D1238

Es por esto que muchos usuarios prefieren materiales de pesos moleculares altos ya que esto se correlaciona con un producto de mejor rendimiento, al impacto a la fatiga, envejecimiento al medio ambiente o ESCR y a las propiedades de barrera todas estas características se mejoran cuando el peso molecular del material es mayor.

Para una mejor comprensión del sistema que se usa se presenta un esquema del sistema de funcionamiento de un equipo de melt flow indexer.

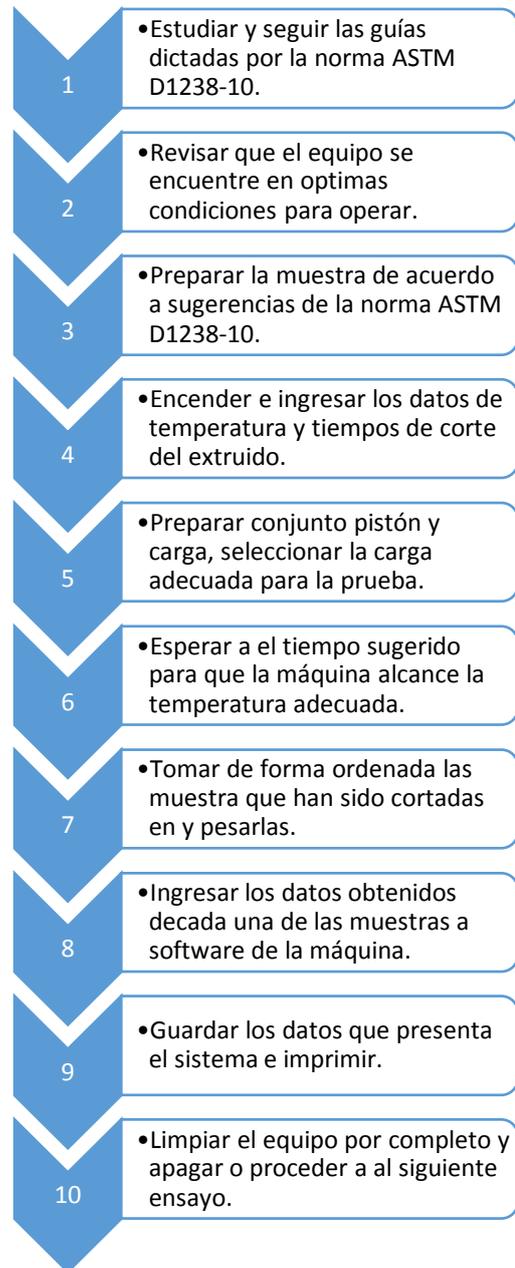
Como se muestra en la figura 1 el dispositivo está formado por un cilindro, dentro del cual se coloca el material a ser probado el cual a su vez es empujado por el pistón mediante un peso específico según sea el polímero. Este cilindro es calentado por medio de resistencias eléctricas colocadas en su contorno y controladas por el software del equipo. En la parte inferior se coloca el dado que con las medidas del capilar específico. Así el material se funde y comienza a moverse hacia abajo a una tasa de corte constante. Una vez que el material comienza a mostrarse una cuchilla en el caso de este equipo automática corta el material en intervalos de tiempos fijos especificados según la norma. Estos pedazos de material se pesan y se obtiene un promedio entre ellos para determinar el índice de fluidez del este material, en gramos por cada 10 minutos, (g/10min).

6. Proceso y procedimiento

A continuación se presenta un gráfico de los pasos a seguir para el correcto desarrollo de la práctica. Aunque no se describe aquí tomar en cuenta todas las normas de seguridad.

6.1 Proceso

Fig. 3: Proceso a seguir para la operación del equipo Melt Indexer.

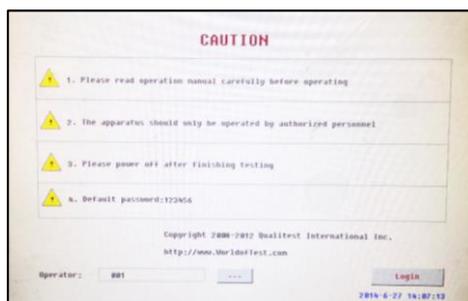


Fuente: Autor

6.2 Procedimiento

1. Encender el equipo desde el interruptor que se encuentra en la parte posterior del equipo.
2. Encender la PC y la impresora.
3. En el monitor del equipo aparecerá la pantalla mostrada en la figura 4, e ingresar con la contraseña 123456.

Fig. 4: Pantalla de ingreso



Fuente: Software MIWORKS

4. Aparecerá la pantalla principal del software del equipo como indica la figura 5. En esta pantalla los botones para ingresar a las diferentes opciones del equipo e ingreso de datos para la prueba.

Fig. 5: Pantalla principal (Menú)



Fuente: Software MIWORKS

5. A continuación se ingresa los datos para la prueba a efectuarse presionando sobre el botón “Setting”, figura 6. Aquí llenaremos todos los campos requeridos de acuerdo a la norma ASTM 1238 correspondiente y al material a ser analizado.
6. Cuando se termine de ingresar los datos presionamos sobre el botón “OK” y regresaremos a la pantalla principal (figura 4).
7. Aquí se ingresa los datos de masa de la muestra “Sample mass”, se inicia el calentamiento del barril calefactor a la temperatura especificada,

presionando el botón “Temp. Rinsing”.

Fig. 6: Ingreso de datos “Setting”

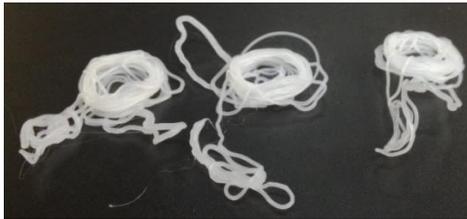


Fuente: Software MIWORKS

8. Mientras se calienta y llega a la temperatura de prueba, se procede a posicionar el dado y el pistón dentro del barril según especificaciones en el manual.
9. Escoger las pesas correctas para esta prueba según la norma ASTM y el manual de usuario.
10. Cuando la temperatura haya alcanzado la especificada se espera 15 minutos, para que el equipo llegue a un equilibrio térmico.
11. Seguir los pasos descritos en la Norma ASTM 1238, según el procedimiento A operación manual.
12. Proceder a cargar el material dentro del equipo, retirando el pistón y utilizando el embudo de las herramientas del equipo, (seguir consideraciones en la norma ASTM).
13. Colocar nuevamente el pistón y las pesas sobre el pistón.
14. Presionar sobre el botón superior derecho, (cronometro contador) ▶, y esperar a que transcurra el tiempo dispuesto según la norma o el fabricante del material, para que este alcance su equilibrio térmico.
15. Al momento que el pistón llegue a su primera muesca o marca, presionar en el botón “Start”, así iniciando la prueba.

16. Al finalizar la prueba se obtendrá las muestras del material extruido (figura 7), se procede a pesarlas en la balanza de laboratorio y colocar la cantidad obtenida en el campo “Cut mass”, esto dará el resultado en el campo “MFR”.
22. Para terminar se debe proceder a la limpieza del equipo de acuerdo a lo especificado por el manual de usuario.

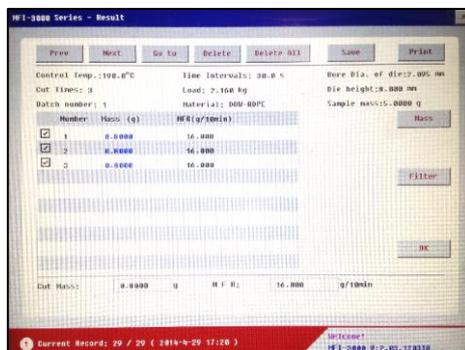
Fig. 7: Ejemplo de una muestra extruida.



Fuente: Software MIWORKS

17. A continuación se procede a presionar sobre el botón “View”, y aparecerá la pantalla mostrada en la figura 8.

Fig. 8: Pantalla de resultados “View”.



Fuente: Software MIWORKS

18. En esta pantalla se presentan los resultados de la prueba. Si hubiese diferentes medidas de pesos en las muestras podemos ingresarlas bajo la columna de Mass (Masa) y el programa calcula automáticamente el MFR correspondiente.
19. Guardar los resultados en el equipo presionando el botón “Save”.
20. Crear el reporte mediante el software testDMS, en la PC.
21. Guardar el reporte e imprimirlo.

7. Resultados y/o discusión

7.1 Resultados

Se basan exclusivamente en los datos recolectados. Deben ser presentados de forma objetiva, concisa y en secuencia lógica.

7.2 Discusión

En esta sección los resultados deben ser comparados con conceptos teóricos y hacer énfasis en el aporte de realizar la práctica. A la par se debe interpretar los resultados y las implicaciones (relación entre el efecto y la causa, consecuencia) que tienen estos en el campo de estudio.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

Apartado para que el estudiante desarrolle sus conclusiones, observaciones y recomendaciones sobre la práctica.

Una conclusión consta de dos partes primero escriba la principal interpretación de los resultados y a continuación extienda la importancia de la práctica.

Recomendaciones

En las recomendaciones se debe proporcionar sugerencias orientadas al mejoramiento con base en los resultados, estas podrían ser, sugerencias para la mejora del proceso y procedimiento para prácticas futuras, en otras palabras las sugerencias deben estar dentro del marco de la realización de la práctica.

Referencias

Al final del trabajo liste y enumere todas las referencias bibliográficas con una fuente Times New Roman tamaño 12. Esto en caso que se esté utilizando la norma ISO 690:2010(E). Una guía práctica para aplicar esta norma se encuentra en el documento de la Universidad de Alicante disponible en el siguiente link https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing este documento también explica como emplear el estilo APA (American Psychological Association).

Es necesario referenciar todo el documento en donde: se copie texto literalmente, parafrasee un texto y se copie la idea o teoría de otra persona. (3)

1. Definición de proceso [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

<http://arpcalidad.com/definicion-de-proceso/>

2. Definición de procedimiento [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

<http://definicion.de/procedimiento/#ixzz2dxdpN2RIZ>

3. Glosario [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

<http://es.wikipedia.org/wiki/Glosario>

4. Citar la información [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing

[deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing](https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing)

Glosario

En la parte final del documento se debe incluir un glosario.

“Un glosario es un anexo que se agrega al final de libros, investigaciones o tesis. En él, se incluyen todos aquellos términos poco conocidos, de difícil interpretación, o que no sean comúnmente utilizados en el contexto en que aparecen.”(4)

5.2.2 REÓMETRO CAPILAR RC ROSAND RH2200 (MALVERN).

Reómetro Capilar

José Guerrero, Andrés Beltrán.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de **Ingeniería Mecánica**

Asignatura: **Análisis de Polímeros**, Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: **D-M-A**

1. Presentación de la práctica

En esta práctica de desarrollar las pruebas de carácter reológico en materiales poliméricos para medir y evaluar viscosidad de cizallamiento y la elasticidad de estos materiales viscosos a altos esfuerzos cortantes. El interés por obtener estas medidas a altos esfuerzos de corte, es que en los procesos de extrusión, soplado de películas, y moldeo por inyección ejercen dichos esfuerzos al material, y la tarea de un reómetro capilar es proporcionar los datos del comportamiento del fluido en dichos procesos. Este sistema de pistón y dado capilar puede asemejar a las condiciones de trabajo de los procesos mencionados tanto como 10^7 s^{-1} . La elasticidad puede ser medida al determinar la capacidad de expansión de la muestra a la salida del el dado, llamado también hinchamiento del material. Por lo que el reómetro capilar puede ser usado ampliamente tanto en el campo de la investigación como en el de control de calidad.

Fig. 1: Reómetro Capilar RC RosandRH 2200 (MALVERN)



Fuente: Fuente: www.malvern.com

Para esta práctica tomaremos muestras de los siguientes materiales; Polietileno de alta densidad (PEHD), polietileno de baja densidad (PELD) y del polipropileno (PP).

2. Requisitos, precauciones y evaluación

Requisitos

Lecturas recomendadas:

- Norma ASTM D3835-10
- Norma ASTM D618
- Norma ASTM D883
- Rosand RH2000 User Manual [1].
- Hand Book of Plastic Analysis [2].

Precauciones

Verificar las condiciones en las que se encuentra el equipo y si de haber alguna anomalía informar inmediatamente al profesor o al laboratorista de turno.

Asegurarse de que el equipo esté conectado de forma adecuada y lista para ser usado.

Seguir las instrucciones del manual de usuario.

Usar el equipo de protección adecuado y requerido para trabajar con superficies calientes, como son mandil, guantes y protección para los ojos.

Evaluaciones

Se debe recordar que antes de proceder con el ensayo en cuestión se realizará una verificación por parte del instructor de los conocimientos teóricos y prácticos para el funcionamiento del equipo que garanticen la seguridad del operario así como del equipo.

Para lo cual se evaluara:

- Principio de funcionamiento del equipo.
- La norma a seguir en esta práctica.
- Normas de seguridad en los laboratorios.
- Datos técnicos del material a ensayar.

3. Objetivos

- Realizar una prueba en este equipo para la obtención de una medida de la viscosidad (η), su resistencia al flujo, $\eta = \delta / \dot{\gamma}$.
- Comprobar los datos obtenidos con los de las hojas técnicas y evaluarlos.
- Fortalecer los conocimientos adquiridos en clase.

4. Equipos, instrumentos y software

Tabla 1: Tabla de equipos, instrumentos y software

Descripción	Marca	Serie
Reómetro Capilar	Malvern	RH2200
Software FlowMaster	Malvern	3000
Balanza	Ohaus	SC4010

Fuente: Autor

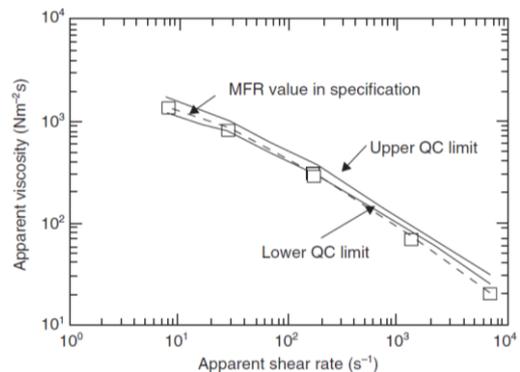
5. Exposición

En muchas ocasiones la medida del índice de flujo o melt index no proporciona la suficiente información ya que esta prueba se la realiza a un solo punto del esfuerzo cortante. Las temperaturas a las que se lleva a cabo en la prueba del MFI no son necesariamente las que se tienen dentro de los diversos procesos de conformación. La tasa de deformación tampoco representa fielmente las encontradas en los procesos de transformación del material ya que las tasas de corte son medidas en un solo punto del esfuerzo cortante.

Para esto el uso de un reómetro capilar no ayuda en las mediciones de la viscosidad aparente (melt index), a través de un gran rango de esfuerzos cortantes y tasa de corte que se encuentran en el moldeo por inyección, extrusión, moldeo por compresión, etc. el reómetro capilar es un instrumento de precisión que proporciona medidas precisas y reproducibles que son necesarias a la hora de caracterizar un material. Por lo que un reómetro capilar puede ser usado para asegurarse de que el material entrante a los procesos de conformación están acorde y dentro de las tolerancias del grado de un material en particular.

Como en se presenta en la figura 1, como muestra Shah [3]; se puede generar graficas de la curva de flujo de los polímeros con puntos críticos límites altos y bajos de la viscosidad, en un amplia rango de tasas de flujo a la materia prima.

Fig. 2: Gráfica de control de calidad de la curva de flujo de un polímero.



Fuente: Autor

La estabilidad térmica de los polímeros también puede ser predicha por un este equipo, los tiempos que un material puede soportar son capacidades que pueden ser estudiadas en amplias condiciones de temperaturas y esfuerzos de corte para así llegar a la temperatura adecuado de procesamiento. Para lo cual se requieren de curvas de viscosidad-

tiempo de residencia, viscosidad-temperatura.

Bajo un flujo estable e isotérmico, las fuerzas que aparecen debida a la viscosidad del material al movimiento de este a través de una columna de fluido dentro del capilar es igual a la fuerza aplicada, la cual tiende mover dicha columna en la dirección de flujo. Representamos dicho fenómeno con la siguiente ecuación:

$$\tau = \frac{R\Delta P}{2L}$$

Donde R y L son las dimensiones del capilar y ΔP es la caída de presión. Así τ es cero en el centro del “tubo” capilar y se incrementa a medida que se acerca a la pared, este el valor usado por la tasa de cizallamiento en el flujo capilar. La muestra extruida sala a una presión atmosférica y la presión estática en el cilindro es la que se asume como ΔP . En estos casos y en particular cuando la razón entre la longitud del dado y su radio (L/R) es menor de 61. Los efectos concernientes a la viscosidad y las deformaciones elásticas a la entrada y salida del dado deben ser tomados en cuenta. Para un fluido Newtoniano el comportamiento de la tasa de cizallamiento ($\dot{\gamma}$) en la pared es:

$$\dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3}$$

Donde Q es el la tasa del flujo volumétrico que pasa por el capilar bajo una caída de presión ΔP , por lo tanto la viscosidad es:

$$\eta_c = \tau / \dot{\gamma} = \frac{\pi R^4 \Delta P}{8LQ}$$

Los valores obtenidos en un reómetro capilar se los conoce como esfuerzo cortante aparente y tasa de corte aparente, por lo que algunas correcciones deben ser realizadas:

Según Nelson Burke, la corrección de Bagley [4, Cap. 2], para el esfuerzo cortante:

$$\tau_c = \frac{R\Delta P}{2(L + e)}$$

Donde e es el valor de corrección en función al radio.

Según Nelson Burke la corrección de Rabinowitsch [4, Cap. 2] para la tasa de corte es:

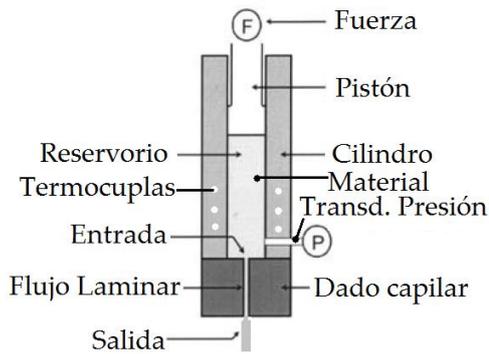
$$\dot{\gamma}_c = \frac{3n + 1}{4n} \dot{\gamma}_a$$

Donde n es un factor de corrección y l es por haber considerado como un flujo Newtoniano.

En la figura 2 se muestra de manera esquemática a un reómetro capilar. Se ingresa la muestra del polímero dentro del cilindro calentado a la temperatura adecuada. El pistón que es controlado por un motor una fuerza/s designada para empujar el material hacia abajo del cilindro y a través del dado capilar, con una tasa de flujo determinada por la velocidad del pistón. Una vez alcanzada la presión haya alcanzado el equilibrio, la velocidad del pistón puede cambiar para obtener otras medidas a un rango diferente [5]. Lo principales parámetros a controlar o medir son la temperatura, presión, la tasa de flujo del material y la geometría del dado.

Los componentes básicos de los que consta un reómetro capilar son; un cilindro, pistón, dado capilar que va dentro del cilindro, manómetro y un transductor de presión. El material es colocado dentro del cilindro caliente el pistón empuja el material a través del dado a un rango específico. Por sobre el dado dentro del cilindro se encuentra un transductor de presión que el cual realiza la lectura de la pérdida de presión (ΔP) en el agujero capilar del dado [5].

Fig. 3: Esquema del reómetro capilar.



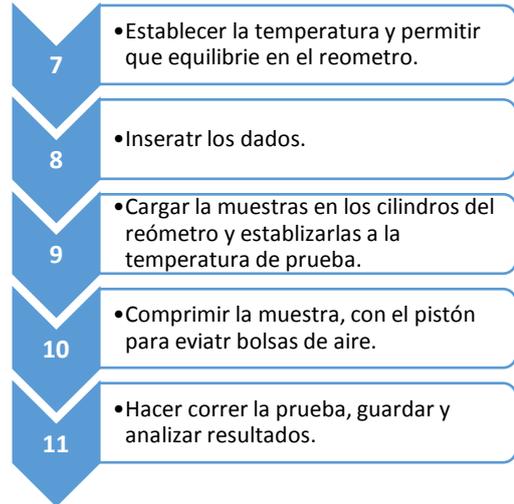
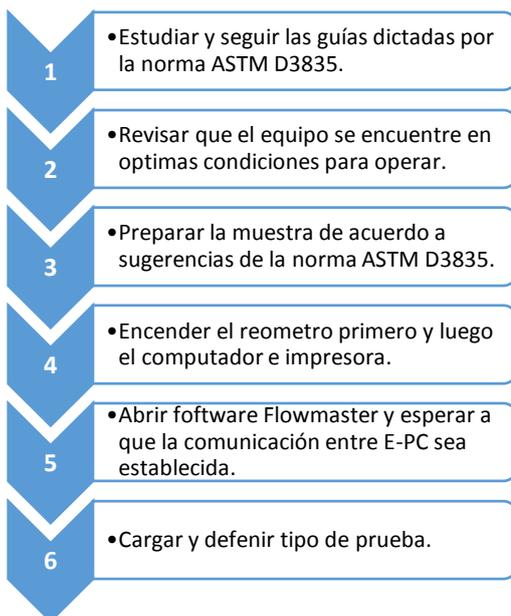
Fuente: Autor

Cualquier pérdida en fricción que no sea la del flujo del material es incluido en la medición. Usando la ΔP y sabiendo el rango de flujo controlado, se puede calcular la viscosidad de la muestra. Al controlar la velocidad del pistón se controla la tasa de corte de la muestra material a través del capilar y así calcular la viscosidad.

6. Proceso y procedimiento

6.1 Proceso

Fig. 4: Proceso a seguir para la operación del equipo Reómetro Capilar.

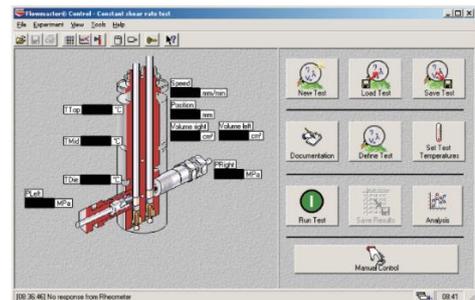


Fuente: Autor

6.2 Procedimiento

1. Encender el reómetro desde la caja de electrónicos mediante el interruptor principal.
2. Encender la PC y la impresora.
3. Dentro del escritorio de la PC se encuentra el icono del software Flowmaster, figura 4, ingresar al software y esperar a que se establezca comunicación entre el reómetro y la PC.

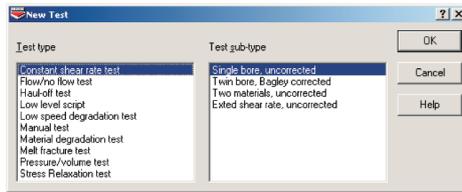
Fig. 5: Pantalla principal del software Flowmaster



Fuente: FlowMaster

4. Presionar el botón del reómetro para subir el cabezal hasta su máximo superior.
5. Definir la prueba y sus parámetros presionando sobre el botón de “New Test” en la pantalla principal, aparecerá el siguiente dialogo, figura 5.

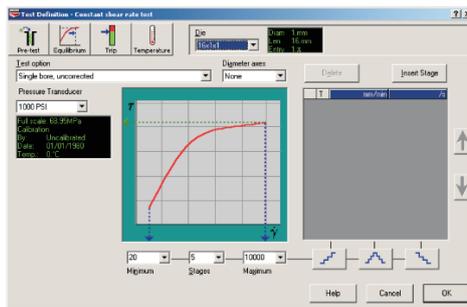
Fig. 6: Ventana de Nueva prueba, tipo y sub-tipo.



Fuente: FlowMaster

6. Seleccionar el tipo de prueba “Constant shear rate test” y sub-tipo de prueba “Twin bore, Bagley corrected” y presionar “OK”.
7. Presionar sobre el botón “Define Test” en la pantalla principal, aparecerá el dialogo de la figura 6.

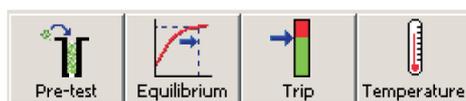
Fig. 7: Venta de Nueva Prueba, Definir Prueba.



Fuente: FlowMaster

8. Definir los parámetros para, Pre-prueba, Equilibrio, Desactivador y Temperatura, presionando los botones presentados en la figura 7.

Fig. 8: Botones para definir parámetros de prueba.



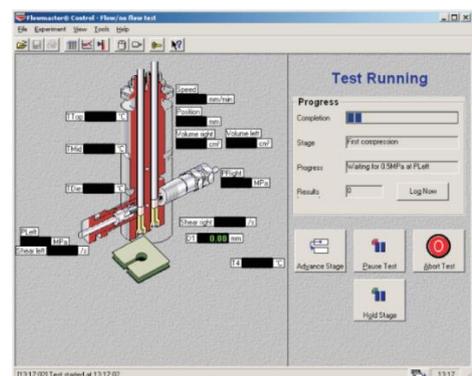
Fuente: FlowMaster

9. Botón de “Pre-test”; no ayudara a mantener una consistencia en la prueba comprimiendo el material para evitar vacíos y burbujas de aire.

Esto se define en cuatro etapas.

- Compresión 1: 50 mm/min
 - Pre-calentamiento: 5 min.
 - Compresión 2: 50 mm/min
 - Pre-calentamiento: 4 min.
10. Botón de “Equilibrium”; Pre-establecido no modificar.
 11. Botón de “Trip”; Pre establecido no modificar.
 12. Botón de “Temperatura”; establecer la temperatura a la cual la prueba será realizada en cada una de las zonas. Para esto referirse a la norma ASTM 3835 o a la hoja técnica del material.
 13. Dentro de la ventana de Nueva Prueba, Definir Prueba, en la figura 6, se encontrara las opciones para establecer: Transductores de Presión, para cada cilindro y Dados para cada cilindro. Especificar los límites mínimo y máximo para las velocidades de cizallamiento y el número de etapas. Presionar “OK”.
 14. Una vez terminado con la definición de los parámetros de la prueba, podemos presionar el botón de “Run test” el cual cambia la ventana principal a la ventana mostrada en la figura 8.

Fig. 9: Ventana progreso de la prueba.



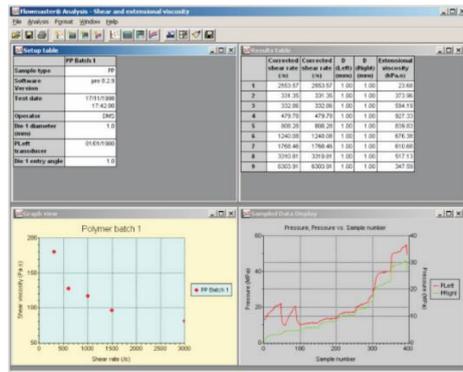
Fuente: FlowMaster

15. En esta etapa la prueba comienza a correr desde la pre-prueba hasta terminar la prueba. Los botones de esta ventana son explicados en

detalle en el capítulo 4, pp 4.15, del Manual de Usuario.

- Cuando la prueba haya sido completada aparecerá una ventana de Análisis como la que se muestra en la figura 9.

Fig. 10: Ventana Análisis de la prueba.



Fuente: FlowMaster

- Aquí se obtienen los resultados y las gráficas de la prueba realizada.
- Guardar los parámetros presionando el botón “Save Test” para su uso en una futura prueba con la extensión .RTS.
- Presionar el botón “Save Results” para guardar los datos de la prueba, con extensión .RTD.
- Imprimir los resultados.

7. Resultados y/o discusión

7.1 Resultados

Se basan exclusivamente en los datos recolectados. Deben ser presentados de forma objetiva, concisa y en secuencia lógica.

7.2 Discusión

En esta sección los resultados deben ser comparados con conceptos teóricos y hacer énfasis en el aporte de realizar la práctica. A la par se debe interpretar los resultados y las implicaciones (relación entre el efecto y la causa, consecuencia) que tienen estos en el campo de estudio.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

Apartado para que el estudiante desarrolle sus conclusiones, observaciones y recomendaciones sobre la práctica.

Una conclusión consta de dos partes primero escriba la principal interpretación de los resultados y a continuación extienda la importancia de la práctica.

Recomendaciones

En las recomendaciones se debe proporcionar sugerencias orientadas al mejoramiento con base en los resultados, estas podrían ser, sugerencias para la mejora del proceso y procedimiento para prácticas futuras, en otras palabras las sugerencias deben estar dentro del marco de la realización de la práctica.

Referencias

Al final del trabajo liste y enumere todas las referencias bibliográficas con una fuente Times New Roman tamaño 12. Esto en caso que se esté utilizando la norma ISO 690:2010(E). Una guía práctica para aplicar esta norma se encuentra en el documento de la Universidad de Alicante disponible en el siguiente [link](https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing) https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing este documento también explica como emplear el estilo APA (American Psychological Association).

Es necesario referenciar todo el documento en donde: se copie texto literalmente, parafrasee un texto y se copie la idea o teoría de otra persona. (3)

1. Definición de proceso [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

<http://arpcalidad.com/definicion-de-proceso/>

Definición de procedimiento [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013].

Disponible en:

<http://definicion.de/procedimiento/#ixz2dxdpN2RIZ>

3. Glosario [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

<http://es.wikipedia.org/wiki/Glosario>

4. Citar la información [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013].

Disponible en:

https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_adeFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing

Glosario

En la parte final del documento se debe incluir un glosario.

“Un glosario es un anexo que se agrega al final de libros, investigaciones o tesis. En él, se incluyen todos aquellos términos poco conocidos, de difícil interpretación, o que no sean comúnmente utilizados en el contexto en que aparecen.”(4)

5.2.3 PLASTOGRAFO EC PLUS (BRABENDER)

Plastógrafo

José Guerrero, Andrés Beltrán.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de **Ingeniería Mecánica**

Asignatura: **Análisis de Polímeros**, Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: **D-M-A**

1. Presentación de la práctica

Por mucho tiempo el reómetro de torque ha sido considerado como una importante y versátil herramienta, para análisis y estudio de termoplásticos en sistemas o mezclas de estos materiales, para ayudar en conocer mejor los procesos y comportamientos de los mismos. Un reómetro de torque está diseñado para asistir en las mediciones de la viscosidad de los materiales en relación a la resistencia que estos generan a un esfuerzo cortante dentro el proceso de mezclado, tanto en su propio comportamiento del material como la influencia que presentan los aditivos, la sensibilidad térmica, sensibilidad a los esfuerzos cortantes, comportamiento de compuestos y muchos otros. Es por esto que este tipo de reómetro sirve de gran ayuda en determinar la fórmula más estable en los diferentes procesos de transformación.

Fig. 1: Plastografo EC PLUS



Fuente: www.brabender.com

Para esta práctica tomaremos muestras de los siguientes materiales; Polietileno de alta densidad (PEHD), polietileno de baja densidad (PELD) y del polipropileno (PP).

Para el proceso se usará el equipo *Plastograph EC-Plus* el cual cumple con

² Trabajo de grado de la Carrera de Ingeniería Mecánica, correo electrónico: jguerrero@est.ups.edu.ec

el objetivo de caracterizar el material en la relación viscosidad-torque-temperatura-velocidad de corte.

2. Requisitos, precauciones y evaluación

Requisitos

- Lecturas recomendadas:
- Norma ASTM D618
- Norma ASTM D883
- Norma ASTM D2538
- Handbook of Plastics Testing and Failure Analysis, pp (274-281) [1].
- Manual de Usuario del equipo [2].

Precauciones

Verificar las condiciones en las que se encuentra el equipo y si de haber alguna anomalía informar inmediatamente al profesor o al laboratorista de turno.

Asegurarse de que el equipo esté conectado de forma adecuada y lista para ser usado.

Usar equipo de protección adecuado y requerido para trabajar con superficies calientes, como son mandil, guantes y protección para los ojos.

Evaluaciones

Se debe recordar que antes de proceder con el ensayo en cuestión se realiza una verificación por parte del instructor de los conocimientos teóricos y prácticos para el funcionamiento del equipo que garanticen la seguridad del operario así como del equipo. Para lo cual se evaluará:

Principio de funcionamiento del equipo.

- La norma a seguir en esta práctica.

- Normas de seguridad en los laboratorios.
- Datos técnicos del material a ensayar.

3. Objetivos

Realizar pruebas en los materiales (HDPE, LDPE y PP) antes mencionados y evaluar los resultados con respecto a datos de muestras patrón.

4. Equipos, instrumentos y software

Tabla 1: Equipos, instrumentos y software

Descripción	Marca	Serie
Plastograph	Brabender	EC-Plus
Measuring Mixer	Brabender	W-50 EHT
WinMix Software	Brabender	4.0

Fuente: Autor

5. Exposición

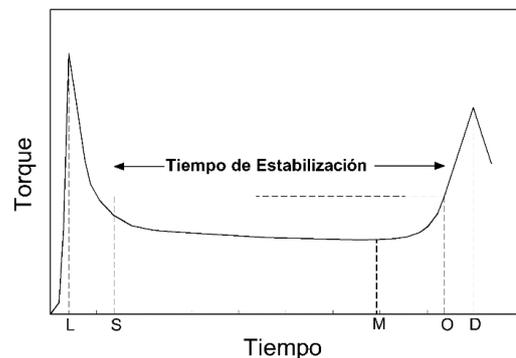
El reómetro de torque es un equipo muy versátil tanto para la investigación, desarrollo, control de la producción y control de calidad de los materiales poliméricos. Entre sus usos dentro de un laboratorio está el de predecir los comportamientos de los diferentes materiales involucrados en la producción de los diferentes tipos de procesamientos llevados a cabo por una simulación de tipo realístico bajo las condiciones que cada proceso presenta. Entre algunas de las habilidades de este equipo está la de determinar los valores del flujo, la estabilidad del material, sus tiempos de degradación a diferentes esfuerzos cortantes, estudiar sus propiedades reológicas y la valoración de los cambios en diferentes formulaciones, (resinas, colorantes, y aditivos).

Así un plastógrafo de este tipo mide la relación que existe entre la viscosidad y

el torque generado por la resistencia que el material presenta a un esfuerzo cortante dentro del proceso de plastificación, ayudando a determinar la o las causas de algún problema en particular.

Para esto estudiaremos la curva característica de procesamiento, en la figura 2.

Fig. 2: Curva estándar para termoplásticos



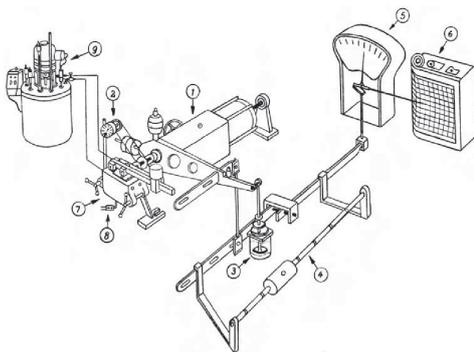
Fuente: Autor

Este tipo de curva da la información en el comportamiento del flujo de plastificación, tiempo de estabilización y de degradación. Según Ampacet [3], los puntos que se presentan en la curva se usan para la evaluación de la misma. El punto de carga, L, muestra cuando la cavidad del cabezal del mezclado está completamente lleno y cerrado. Este punto es usado como un a base de cálculo solamente. El punto, S, del tiempo de estabilización de la formulación del material estudiado, es cuando el torque llega a un valor estable, normalmente se lo toma un 10% sobre el punto mínimo. El punto mínimo, M, es el que muestra cuando el material ha alcanzado su viscosidad más baja. El punto de degradación, O, demuestra cuando el material a comenzado a degradarse por medio del “cross-linking” entrecruzamiento de las cadenas y este se toma un 10% por sobre el punto mínimo. La distancia entre S y O es el tiempo de estabilización del

procesamiento y se usa como para evaluar la estabilidad del material. Por último el punto de degradación, D, muestra cuando el material ha sido ya degradado luego del cual el proceso de rompimiento de cadenas del polímero toma lugar, este el punto que se usa para calcular la velocidad de degradación del material.

El reómetro de torque está basado en el principio del dinamómetro. En la figura 3, se muestra un esquema básico de los componentes y funcionamiento. Una muestra del material se coloca en el cabezal de mezclado donde por medio de las dos cuchillas de características especiales para cada tipo de material, giran y se presentan esfuerzos de corte a la muestra [4].

Fig.3: Esquema del reómetro de torque.



Fuente: Autor

También se expone el material a temperaturas comunes de procesamiento. La resistencia que crea el material a las fuerzas expuestas por las cuchillas y por ende al motor del sistema, se obtienen las velocidades del corte por medio de la velocidad angular del rotor. Y todo este proceso se demuestra en lo que se conoce como un torque-grama [5].

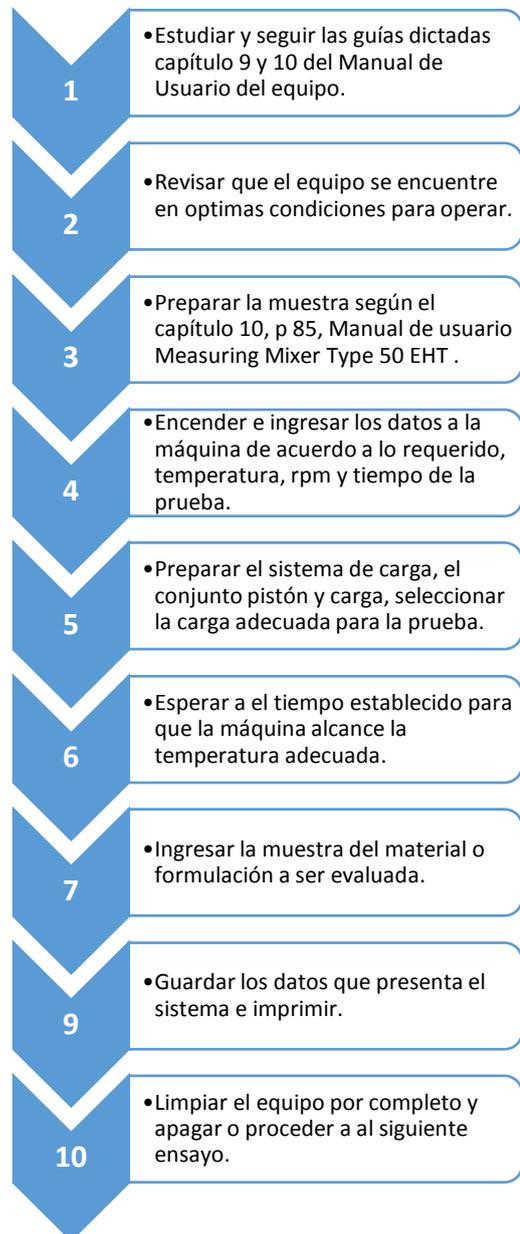
6. Proceso y procedimiento

A continuación se presenta un gráfico de los pasos a seguir para el correcto

desarrollo de la práctica. Aunque no se describe aquí tomar en cuenta todas las normas de seguridad.

6.1 Proceso

Fig. 4: Proceso para la configuración



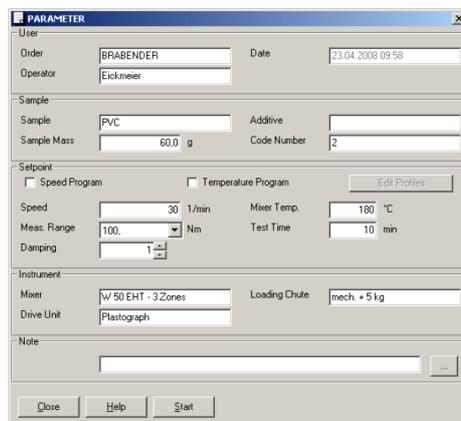
Fuente: Autor

6.2 Procedimiento

1. Encender el equipo girando el interruptor a l posición “ | ”. Luego el computador y la impresora.

- Presionar el botón “Start” en el panel de control del equipo, para activar la unidad accionamiento.
- Preparar la muestra del material o formulación a ser ensayada. Ayudarse de la formula $m = V \cdot \rho_M \cdot K$.
- Iniciar el software WinMix en la PC. Iniciar una nueva prueba, “File – New” y llenar la ventana de parámetros.

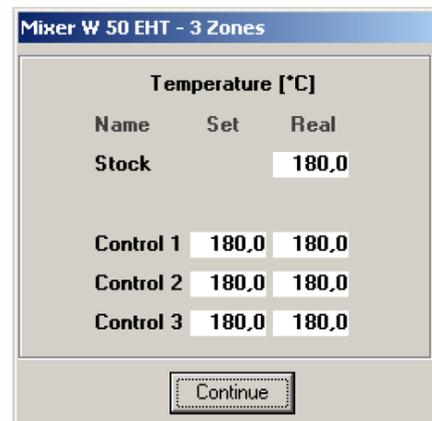
Fig. 5: Ventana de parámetros, software WinMix.



Fuente: Autor

- Hacer clic en el botón Star de la venta de parámetros o seleccionar el menú “Run – Start Test”.
- Esperar a que se equilibre las temperaturas de la prueba, para ello se muestra la siguiente ventana.
- Al ser las temperaturas constantes presionar el botón “Continue”.
- Aparecerá un mensaje en la pantalla que el sistema al presente está calibrado.
- Después de aparecer el mensaje de calibrado la siguiente ventana aparecerá. Figura 6.
- A continuación procedemos a cargar la muestra ya pesada del material a ser ensayo siguiendo la guía en el manual de usuario del Mixer 50 EHT, capítulo 10 pp 89-95.

Fig. 6: Ventana de temperaturas.



Fuente: Autor

Fig. 7: Ventana de inicio de la prueba.



Fuente: Autor

- La PC registrara los valores de medición al sobrepasar el límite de torque de 1Nm, y los mostrara en la pantalla. Si la prueba no ha comenzado presionar en el botón “Start” de la figura 6.
- La pantalla mostrara el plastograma de la prueba.
- La prueba parara automáticamente, o se necesitarse se lo podrá hacer manualmente con el botón Stop.
- En este momento las cuchillas pararan, pero OJO la temperatura seguirá constante hasta que esta sea desconectada. (Se desconectara la calefacción solo cuando la serie de prueba/s hayan sido concluidas).
- Limpiar el cabezal de mezclado y todos sus componentes tal y como se

indica en el manual de usuario Mixer 50 EHT, capítulo 1.

16. Para la evaluación de los resultados primero referirse a los siguientes criterios para aceptar o desechar la prueba, tabla 2. Para mayor detalle referirse al capítulo 12 del Mixer 50 EHT.
17. Para obtener una tabla de información global de la prueba, hacer clic en “View – Evaluation” en el menú principal. Aquí se podrá observar los puntos de evaluación del plastograma.

Tabla2: Criterios de aceptación de prueba.

CRITERIO	DEMANDA
✓ Temp. De inicio	_La temp. de inicio constante por al menos 3 min antes de cargar la muestra.
✓ Tiempo de carga muestra.	_Entre 5 -20 s
✓ Temp. Cuando se halla alcanzo el equilibrio	_Temp. + max. 20°C
✓ Ancho de banda de la curva de torque	_Excesiva vibración
✓ Perfil de la curva de torque	_La curva del torque debe estar completa.

Fuente: Manual Plastograph EC-Plus

18. Por último se deberán guardar la prueba e imprimir los resultados.
19. Para finalizar la práctica de deberá revisar el equipo que esté limpio y en óptimas condiciones y entregar al laboratorista o instructor

7. Resultados y/o discusión

7.1 Resultados

Se basan exclusivamente es los datos recolectados. Deben ser presentados de forma objetiva, concisa y en secuencia lógica.

7.2 Discusión

En esta sección los resultados deben ser comparados con conceptos teóricos y hacer énfasis en el aporte de realizar la práctica. A la par se debe interpretar los resultados y las implicaciones (relación entre el efecto y la causa, consecuencia) que tienen estos en el campo de estudio.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

Apartado para que el estudiante desarrolle sus conclusiones, observaciones y recomendaciones sobre la práctica.

Una conclusión consta de dos partes primero escriba la principal interpretación de los resultados y a continuación extienda la importancia de la práctica.

Recomendaciones

En las recomendaciones se debe proporcionar sugerencias orientadas al mejoramiento con base en los resultados, estas podrían ser, sugerencias para la mejora del proceso y procedimiento para prácticas futuras, en otras palabras las sugerencias deben estar dentro del marco de la realización de la práctica.

Referencias

Al final del trabajo liste y enumere todas las referencias bibliográficas con una fuente Times New Roman tamaño 12. Esto en caso que se esté utilizando la norma ISO 690:2010(E). Una guía práctica para aplicar esta norma se encuentra en el documento de la Universidad de Alicante disponible en el siguiente link https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing este documento también explica como emplear el estilo APA (American Psychological Association).

Es necesario referenciar todo el documento en donde: se copie texto literalmente, parafrasee un texto y se copie la idea o teoría de otra persona. (3)

Definición de proceso [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

<http://arpcalidad.com/definicion-de-proceso/>

Definición de procedimiento [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

<http://definicion.de/procedimiento/#ixzz2dxdpN2RIZ>

Glosario [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

<http://es.wikipedia.org/wiki/Glosario>

4. Citar la información [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a_deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing

Glosario

En la parte final del documento se debe incluir un glosario.

“Un glosario es un anexo que se agrega al final de libros, investigaciones o tesis. En él, se incluyen todos aquellos términos poco conocidos, de difícil interpretación, o que no sean comúnmente utilizados en el contexto en que aparecen.”(4)

**5.2.4 ANALIZADOR DE PERMEABILIDAD, VAC V1 GAS.
(QUALITEST)**

Permeabilidad

José Guerrero, Andrés Beltrán.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de **Ingeniería Mecánica**

Asignatura: **Análisis de Polímeros**, Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: **D-M- A**

1. Presentación de la práctica

Los materiales usados como barrera para proteger o mantener productos de diversas índoles, tienen las características de restringir la transmisión de gases, vapores o materiales orgánicos a través de ellos. La construcción de estas barreras son hechas de muchos materiales, pero los que más predominan son los de materiales poliméricos que son usados generalmente en la industria del empaquetamiento.

En esta práctica nos enfocaremos en la permeabilidad o rango de transmisión de gases (O₂) y vapor de agua a través de cualquier material polimérico, depende de dos factores; la solubilidad del permeante y la tasa de difusión a través del material.

Fig. 1: Analizador de Permeabilidad, VAC VI Gas.



Fuente: www.labthink.com

Para esta práctica se hará el análisis de permeabilidad en películas de diversos materiales poliméricos, en total tres. Que sean de sola capa de material virgen (PEHD), otra de una sola capa de material reciclado (RECICLADO) y que sean de una sola capa de material virgen

(PELD). Tener en cuenta que estas muestras deberán estar en condiciones óptimas para las pruebas referirse a la norma ASTM a ser utilizada.

2. Requisitos, precauciones y evaluación

Requisitos

Lecturas recomendadas:

- Norma ASTM D1434.
- Norma ASTM D618
- Norma ASTM D883
- Permeability Properties of Plastics and Elastomers, Ed 3ra, pp 1-15.
- Manual de usuario del equipo.

Precauciones

Verificar las condiciones en las que se encuentra el equipo y si de haber alguna anomalía informar inmediatamente al profesor o al laboratorista de turno.

Asegurarse de que el equipo esté conectado de forma adecuada y lista para ser usado.

Usar el equipo de protección adecuado y requerido para trabajar con superficies calientes, como son mandil, guantes y protección para los ojos.

Tener especial cuidado con el tanque de gas para la prueba y sus partes.

Evaluaciones

Se debe recordar que antes de proceder con el ensayo en cuestión se realiza una verificación por parte del instructor de los conocimientos teóricos y prácticos para el funcionamiento del equipo que garanticen la seguridad del operario así

² Trabajo de grado de la Carrera de Ingeniería Mecánica, correo electrónico: jguerrero@est.ups.edu.ec

como del equipo. Para lo cual se evaluara:

Principio de funcionamiento del equipo.

- La norma a seguir en esta práctica.
- Normas de seguridad en los laboratorios.
- Datos técnicos del material a ensayar.

3. Objetivos

Realizar el ensayo de permeabilidad a los materiales indicados y analizar las diferencias entre ellos.

4. Equipos, instrumentos y software

Tabla 1: Equipos, instrumentos y software

Descripción	Marca	Serie
Medidor de permeabilidad de gases	Qualitest	VAC-V1
Bomba de vacío	Edwards	RV5
Software	Qualitest	VAC-1

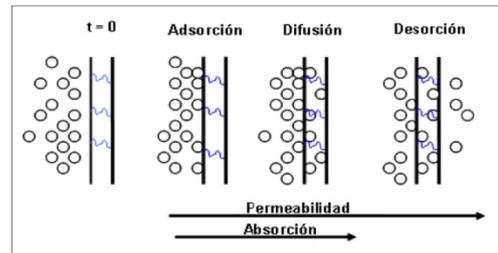
Fuente: Autor

5. Exposición

Permeabilidad es el proceso mediante el cual hay transferencia de masa por la acción de paso de moléculas a través del material polimérico. Este es un proceso que puede ser descrito por el mecanismo del proceso de permeabilidad por difusión. Este proceso de difusión por su parte está la resultante de los fenómenos de: adsorción, difusión de las moléculas a través de material y desorción. Figura 1.

Una relación que define a permeabilidad es la primera ley de difusión de Fick y la de solubilidades de Henry. Las leyes de Fick nos describen a la difusión y nos ayudan a definir el coeficiente, D , de difusión. La ley de Henry es una de las leyes de gases

Fig. 2: Transporte de masa de moléculas a través de una membrana de plástico.



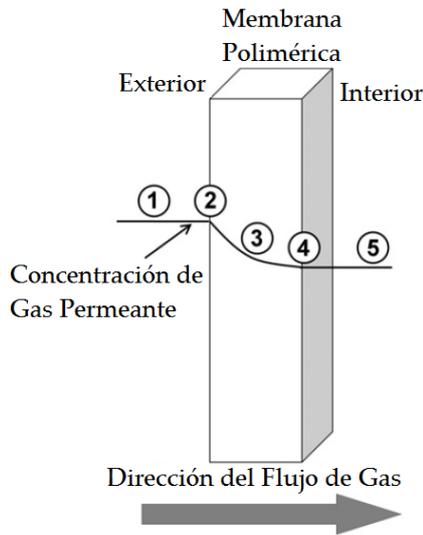
Fuente: L. W. Mackeen, Permeability and Properties of Plastics and Elastomers.

“Con la combinación de las leyes de Fick y Henry, nos da una ecuación que gobierna la permeabilidad de moléculas muy pequeñas, como lo son los gases, a través de materiales sólidos como plásticos y cauchos”[1].

Los modelos de Solución-difusión y flujo en porosos son de uso común para ayudarnos a entender y predecir la permeabilidad a través de distintas películas. Estos dos modelos son similares y sugieren la transferencia del permeante por películas o membranas poliméricas, de acuerdo a los cinco pasos que se demuestran en la figura 1.

1. Difusión del permeante a la película polimérica de la atmósfera exterior.
2. Absorción del permeante por el polímero a la interface con la atmósfera exterior.
3. Difusión del permeante dentro de la capa del polímero. Este paso de difusión es el más lento y es el dato de la tasa permeabilidad del gas.
4. Desorción del permeante en la interface del interior de la película.
5. Difusión del permeante fuera del polímero hacia la atmósfera interior.

Fig. 3: Modelo de solución-difusión de permeación en membranas poliméricas.



Fuente: L. W. Mackeen, Permeability and Properties of Plastics and Elastomers.

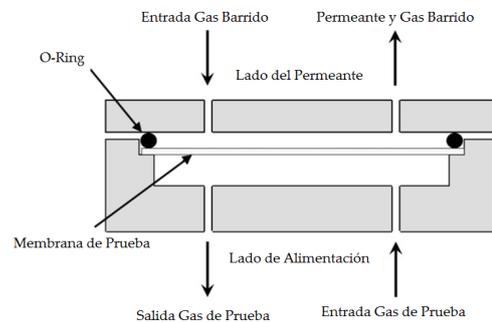
El coeficiente de permeabilidad P de una molécula a través de un material polimérico se define como el producto de los coeficientes de solubilidad S y el de difusión D , siendos estos dos independientes de la concentración del permeante sobre la superficie del material.

$$P = D \cdot S$$

La permeabilidad medida por medio de una prueba de célula se representa de manera esquemática en la figura 3. Este tipo de célula trabaja usualmente a presión atmosférica. La membrana a ser puesta a prueba separa la célula en dos mitades, la parte de alimentación y la parte del permeante. En la parte de la alimentación, el gas a probarse, oxígeno por ejemplo, es alimentado de manera continua. En el otro lado se hace un barrido con gas nitrógeno para remover el gas permeante a medida que se difusa a través de la membrana a examinar.

Al hacer este barrido del permeante fuera de la célula, la presión parcial del gas permeante se mantiene cerca de cero. La corriente del gas barrido y el gas permeante son analizados para determinar la cantidad de permeante que ha pasado a través de la membrana. El método de análisis depende del gas. Como ya se explicó anteriormente existen muchas formas de analizar los permeantes.

Fig. 4: Representación esquemática de una célula de prueba para permeabilidad.

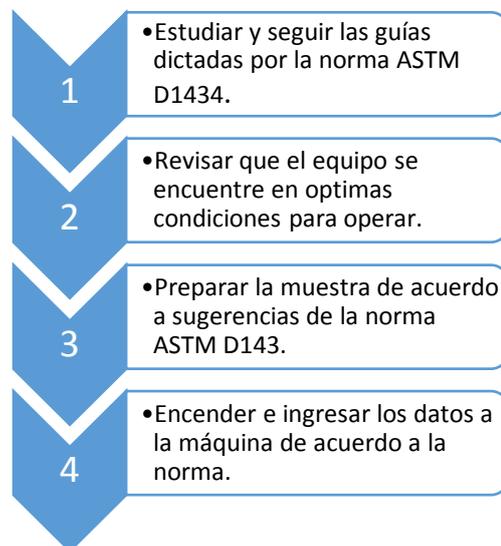


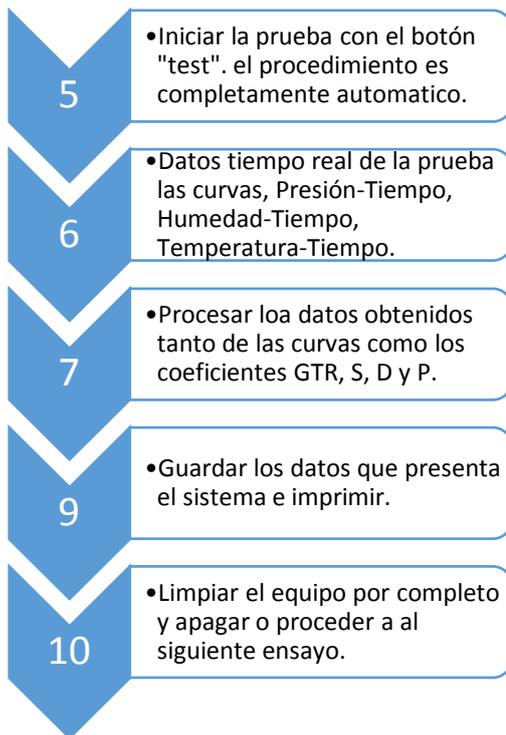
Fuente: L. W. Mackeen, Permeability and Properties of Plastics and Elastomers.

6. Proceso y procedimiento

6.1 Proceso

Fig. 5: Proceso de desarrollo de la práctica



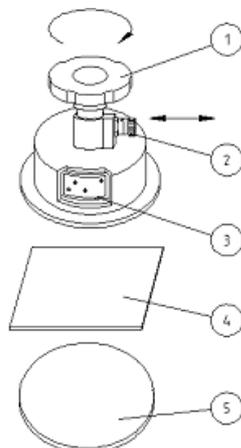


Fuente: Autor

6.2 Procedimiento

1. Preparar la muestra según la figura 4. Colocar la muestra sobre el cojín de goma.
2. Colocar el cortador sobre el cojín de goma y rotar el pin de seguridad 90 grados para mostrar la cuchilla.
3. Empujar y girar para extraer por corte una muestra del material, y retirar la presión cuando se termine.

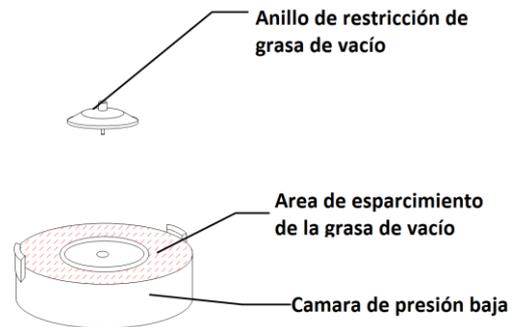
Fig: 4 Extracción de la muestra



Fuente: Manual de usuario

4. Aplicar la grasa de vacío al área correspondiente se la cámara inferior según la figura 5. Usar anillo de aplicación de grasa.

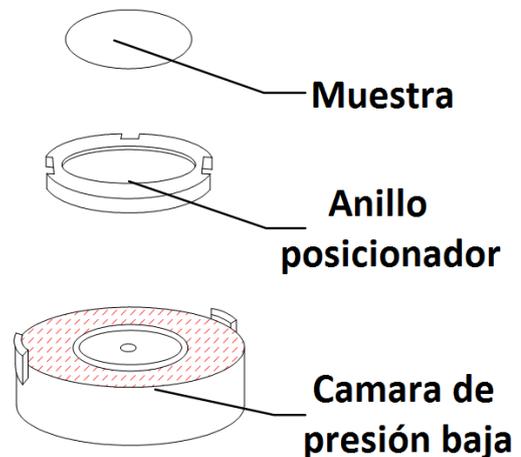
Fig: 5 Colocación de grasa de vacío



Fuente: Manual de usuario

5. Colocar la muestra sobre la cámara inferior, usando el anillo posicionador o centrador. Según figura 6.

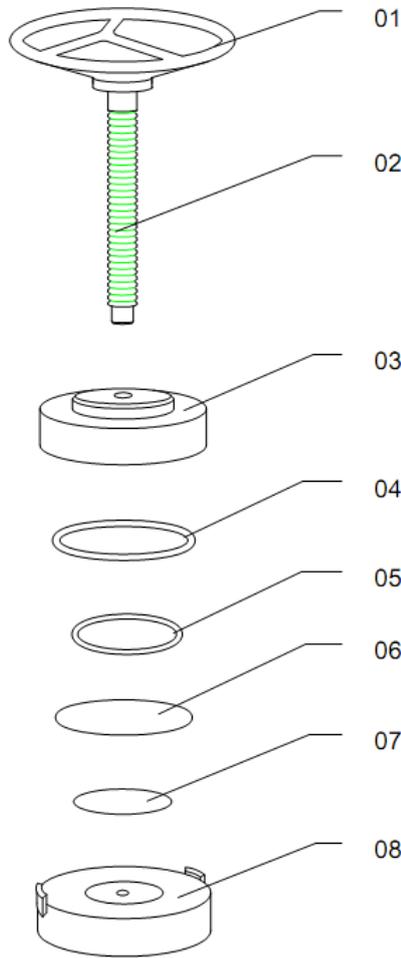
Fig: 6 Colocación de la muestra



Fuente: Manual de usuario

6. Montar la muestra en la celda de prueba como se muestra en la figura 7.
7. Abrir el espacio entre las cámaras lo máximo posible.
8. Colocar la grasa de vacío de forma uniforme como indicado en figura 5.
9. Colocar el filtro de papel en el centro de la cámara inferior.

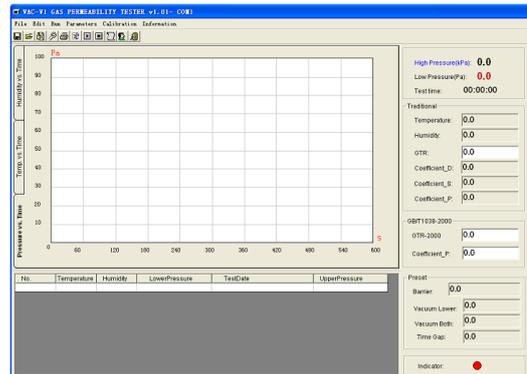
Fig: 6 Componentes de montaje.
1. Volante; 2. Tornillo; 3. Camara superior; 4y5. O-ring; 6. Muestra; 7. Flitro de papel; 8. Camara baja



Fuente: Manual de usuario

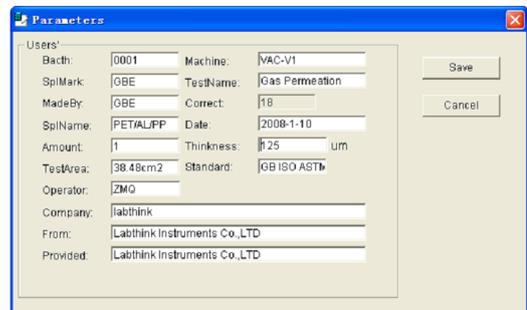
10. Colocar la muestra de prueba como indicada en figura 6.
11. Cerrar las dos cámaras, asegurándose de un buen cierre y alineamiento.
12. Hacer click sobre el icono de acceso rápido en el escritorio “VAC-V1”, para iniciar el programa. Aparecerá la pantalla principal de inicio. Figura 8.
13. Especificar los parámetros de uso, según la información del material de prueba en la ventana “Parameters”. En “User Parameters” en el manú “Edit”. Figura 9.

Fig: 8 Pantalla principal



Fuente: VAC-VI Tester

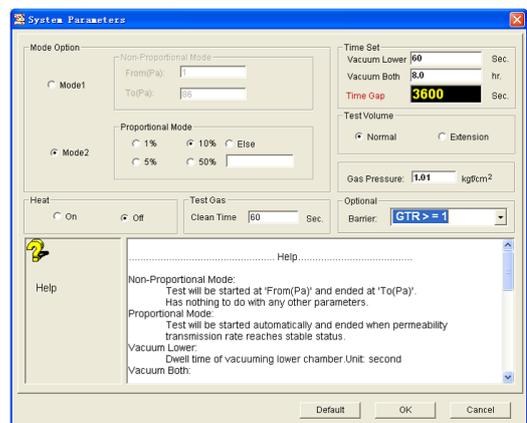
Fig: 9 Parámetros de la muestra



Fuente: VAC-VI Tester

14. Definir los parámetros del sistema, los cuales influyen directamente sobre los resultados de la prueba, haciendo click en “System Parameters” en la barra de herramientas. Figura 10.

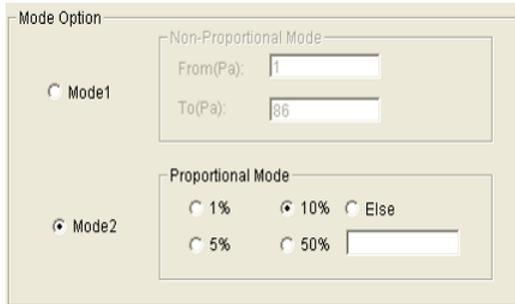
Fig: 10 Parámetros del Sistema



Fuente: VAC-VI Tester

15. Se tomaran los parámetros por defecto del equipo, en “Mode Option” seleccionaremos Mode2 10%. Figura 11.

Fig: 11 Mode Option



Fuente: VAC-VI Tester

16. La opción de calentamiento para esta práctica será Off. Realizando la prueba a temperatura ambiente.
 17. En la opción de tiempo de limpieza, se colocaran los datos expuestos en la figura 12.

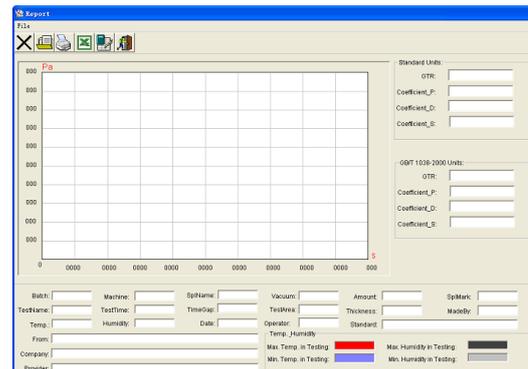
Fig: 12 Tiempos de limpieza



Fuente: VAC-VI Tester

18. En la opción “Test Volume” seleccionaremos “Normal”.
 19. En la opción “Gas Pressure” se colocara la presión absoluta por defecto de 1 kgf/cm².
 20. En la opción “Barrier” se seleccionará $GTR \geq 1$. Siendo esto una asumpcion de cómo se comportara la muestra.
 21. Luego de que la prueba termine se deberá guardar los resultados. Se podrá ver los resultados al hacer click en “Report”. Figura 13.

Fig: 13 Ventana de reporte



Fuente: VAC-VI Tester

22. Para ver la lista de resultados de debe ir a “DataList”.
 23. Luego del proceso de prueba los resultados son calculados automáticamente y expuestos en la ventana de reporte.
 24. Limpiar el equipo según la guía del manual de usuario.

7. Resultados y/o discusión

7.1 Resultados

Reporte:

El informe deberá incluir lo siguiente:

- 1) Procedimiento utilizado.
- 2) Descripción de la muestra, incluyendo identificación de composición, presencia de arrugas, burbujas u otras imperfecciones, y el fabricante, si se conoce.
- 3) Gas de prueba utilizado, y la composición del gas de prueba, incluida la pureza,
- 4) Temperatura de ensayo en grados Celsius, y la diferencia de presión que se utiliza,
- 5) Cada medición del espesor de hecho más el promedio para cada muestra. Cuando cinco o más mediciones de espesor se hacen por espécimen, la media, la desviación estándar y el número de mediciones realizadas pueden ser reportados en lugar de cada medición, y

- 6) Cada medición obtenida más los promedios correspondientes en las unidades de elección. Cuando cinco o más repeticiones se obtienen la desviación media, estándar, y el número de repeticiones pueden ser sustituidas por los anteriores.

7.2 Discusión

En esta sección los resultados deben ser comparados con conceptos teóricos y hacer énfasis en el aporte de realizar la práctica. A la par se debe interpretar los resultados y las implicaciones (relación entre el efecto y la causa, consecuencia) que tienen estos en el campo de estudio.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

Apartado para que el estudiante desarrolle sus conclusiones, observaciones y recomendaciones sobre la práctica.

Una conclusión consta de dos partes primero escriba la principal interpretación de los resultados y a continuación extienda la importancia de la práctica.

Recomendaciones

En las recomendaciones se debe proporcionar sugerencias orientadas al mejoramiento con base en los resultados, estas podrían ser, sugerencias para la mejora del proceso y procedimiento para prácticas futuras, en otras palabras las sugerencias deben estar dentro del marco de la realización de la práctica.

Glosario

En la parte final del documento se debe incluir un glosario.

“Un glosario es un anexo que se agrega al final de libros, investigaciones o tesis. En él, se incluyen todos aquellos términos poco conocidos, de difícil interpretación, o que no sean comúnmente utilizados en el contexto en que aparecen.”⁽⁴⁾

Referencias

Al final del trabajo liste y enumere todas las referencias bibliográficas con una fuente Times New Roman tamaño 12. Esto en caso que se esté utilizando la norma ISO 690:2010(E). Una guía práctica para aplicar esta norma se encuentra en el documento de la Universidad de Alicante disponible en el siguiente link https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing este documento también explica como emplear el estilo APA (American Psychological Association).

Es necesario referenciar todo el documento en donde: se copie texto literalmente, parafrasee un texto y se copie la idea o teoría de otra persona. (3)

1. Definición de proceso [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en: <http://arpcalidad.com/definicion-de-proceso/>

5.2.5 CORTADOR ABRASIVO MEGA M250 (PACE TECHNOLOGIES)

Cortador Abrasivo MEGA M250

José Guerrero, Andrés Beltrán.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de **Ingeniería Mecánica**

Asignatura: **Análisis de Polímeros**, Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: **D-M- A**

1. Presentación de la práctica

La metalografía es la ciencia que estudia las características estructurales o de constitución de un metal o una aleación para de esta manera relacionar tanto las propiedades físicas como mecánicas.

El primer paso para la preparación de una muestra en un análisis metalográfico y su micro estructura es la adecuada localización de la sección a ser estudiada. La técnica de corte es la más usada para extraer el área de interés. La operación de corte busca maximizar los efectos deseables y minimizar los efectos adversos.

Fig. 1: Cortador Abrasivo MEGA M250



Fuente: www.metallographic.com

Esta práctica constara en tomar muestras de cuatro materiales diferentes, Aluminio, Cobre, Bronce y Acero. Para lo cual se hará uso de los discos de corte adecuados a cada material, así como parámetros adecuados en función del equipo del laboratorio.

2. Requisitos, precauciones y evaluación

Requisitos

Lecturas recomendadas:

- Norma ASTM E3-03.
- Norma ASTM E7-03.
- Metallographic Handbook [1].
- Metallographic and Materialographic Specimen Preparation [2].
- Manual de usuario del equipo.

Precauciones

Verificación de la alimentación de los equipos: En esta sección se debe recomendar a la persona que va a realizar la práctica que tome las debidas precauciones antes de poner en marcha los equipos.

Evaluaciones

Se debe recordar que antes de proceder con el ensayo en cuestión se realiza una verificación por parte del instructor de los conocimientos teóricos y prácticos para el funcionamiento del equipo que garanticen la seguridad del operario así como del equipo. Para lo cual se evaluara:

Principio de funcionamiento del equipo.

- La norma a seguir en esta práctica.
- Normas de seguridad en los laboratorios.
- Datos técnicos del material a ensayar.

3. Objetivos

- Extraer las muestras para ser analizadas siguiendo la guía de la

² Trabajo de grado de la Carreara de Ingeniería Mecánica, correo electrónico: jguerrero@est.ups.edu.ec

norma ASTM E3, punto 7.1.2, y el manual de usuario.

- Elegir el disco de corte correcto para el material respectivo.
- Fijar las características de corte según el equipo el equipo MEGA M250.

4. Equipos, instrumentos y software

Tabla 1: Equipos, instrumentos y software

Descripción	Marca	Serie
Cortador abrasivo	Pace Technologies	MEGA M250
Entenalla	Pace Technologies	QCL-1000
Discos abrasivos	Pace Technologies	-

Fuente: Autor

5. Exposición

La elección de la muestra es de suma importancia, ya que esta debe ser representativa del material a estudiar, aunque en muchas ocasiones no se le da la importancia del caso. Estas probetas deben ser demostrar las características del metal a probar y desempeñar el fin de su uso, como puede ser el caso de una pieza rota o deformada y las causas de porqué se dieron estos fenómenos, la muestra necesariamente debe tomarse de la región específica de la fractura o deformación, así suministrando la mayor y mejor información posible. De esta forma comparar la muestra tomada de la región afectada con una muestra de una sección normal [1].

Estos discos son hechos de un conglomerado de un abrasivo tipo como la rueda de un esmeril. El enfriamiento es dado manteniendo a la probeta sumergida en agua u otro tipo de refrigerante líquido. Con una adecuado elección del disco de corte y una buena refrigeración se evita que la estructura de la probeta cortado cambie debido a las altas temperaturas alcanzadas durante en corte en sí mismo, al menos en la

superficie de la pieza donde se hace el corte.

Fig. 2: Discos de corte para requerimientos específicos



Fuente: Metallographic Handbook.

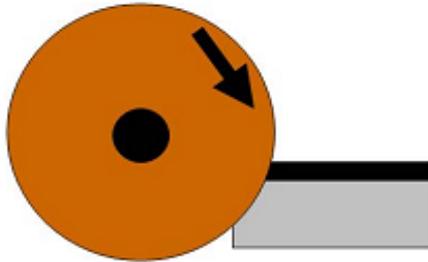
El corte y seccionamiento por medio de discos abrasivos son usados generalmente en materiales dúctiles, como por ejemplo metales, plásticos, matrices poliméricas con compuestos, matrices metálicas con compuestos y cauchos. La elección de un adecuado disco de corte se necesita de un adecuado conocimiento de la relación entre las partículas abrasivas y su aglutinante con las propiedades de la muestra a ser estudiada [3 Gells Kay].

➤ RECOMENDACIONES PARA PROCESO DE CORTE [3]:

- Seleccionar el disco abrasivo de corte adecuado.
- Asegurar correctamente la muestra para evitar daños en el disco, muestra y principalmente el usuario.
- Trabajar con la velocidad de corte óptima.
- Usar una fuerza constante así como una velocidad de avance optima de acuerdo al material de la muestra.
- Cuando se corte materiales con recubrimientos, orientar la muestra para que el disco corte entrando por

el recubrimiento, para mantener el recubrimiento en compresión.

Fig. 3: Corte de muestras con recubrimiento

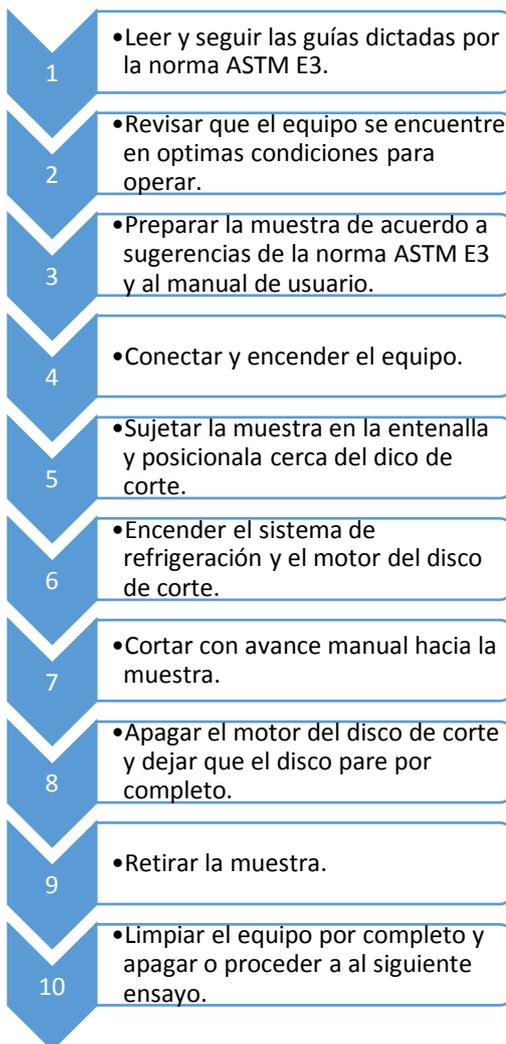


Fuente: Metallographic Handbook.

6. Proceso y procedimiento

6.1 Proceso

Fig. 4: Proceso a seguir para extracción de muestras.



Fuente: Autor

6.2 Procedimiento

6.2.1 Parámetros de Corte:

- **RPM del Disco de Corte:** según la el equipo es de 3400rpm, esto varía según el diámetro del disco de corte.
- **Velocidad del disco de corte:** es un dato fijo ya que está en función de las rpm de motor del equipo y el diámetro del disco, se calcula mediante la siguiente.

$$V = \frac{rpm \cdot \pi \cdot \text{ØDisco}(mm)}{60 \cdot 1000} = m/s$$

- **Fuerza:** está relacionado con el grado del disco (duro/suave), material de la muestra, arco de contacto.
- **Velocidad de avance:** debe estar entre los 0.005-5 mm/s. Esto es controlado por el operario y tiene relación con la fuerza de corte.
- **Arco de contacto:** preferentemente debe estar entre 12-50mm. Como regla general la muestra se debe ser posicionada para que el arco de contacto sea el menor posible.

Los pasos a seguir para la operación de corte usando el equipo MEGA M250 de corte abrasivo se detallan a continuación.

1. Encender el equipo desde el interruptor principal. (derecha del equipo). Figura 5.

Fig. 5: Interruptor principal

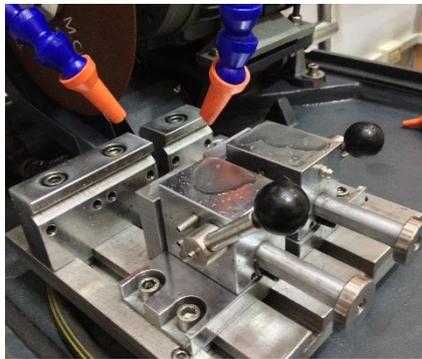


Fuente: Autor

2. Colocar el disco adecuado para cada tipo de material según los procedimientos del manual de usuario.

3. Posicionar correctamente la muestra en la entenalla y cerca del disco de corte. Figura 6.

Fig. 6: Sistema de sujeción de la muestra



Fuente: Autor

4. Encender la bomba de refrigeración y el motor del disco de corte. Figura 7.

Fig. 7: Panel de control



Fuente: Autor

5. Proceder a cortar de forma manual, por medio de la palanca del motor. Figura 8.

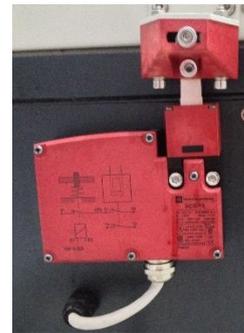
Fig. 8: Palanca motor/disco de corte



Fuente: Autor

6. Apagar la bomba de refrigeración y motor del disco de corte. Figura 7.
7. Abrir la cubierta y retirar la muestra ya extraída. Tomar en cuenta que la cubierta no podrá ser abierta si hasta 5 segundos después que el disco halla parado completamente, debido al dispositivo de seguridad que se muestra en la figura 9.

Fig. 9: Dispositivo de seguridad de la cubierta



Fuente: Autor

8. Limpiar el equipo según el manual de usuario. El fabricante recomienda dejar la cubierta abierta si el equipo para minimizar los efectos de corrosión por el refrigerante.

Tabla 2: Discos de corte sugeridos

Material	Disco
Aluminio	MAX-C o MAX-I series
Cobre	MAX-C o MAX-I series
Bronce	MAX-C o MAX-I series
Acero	MAX-D o MAX-I series

Fuente: Metallographic Handbook.

7. Resultados y/o discusión

7.1 Resultados

Se basan exclusivamente es los datos recolectados. Deben ser presentados de forma objetiva, concisa y en secuencia lógica.

7.2 Discusión

En esta sección los resultados deben ser comparados con conceptos

teóricos y hacer énfasis en el aporte de realizar la práctica. A la par se debe interpretar los resultados y las implicaciones (relación entre el efecto y la causa, consecuencia) que tienen estos en el campo de estudio.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

Apartado para que el estudiante desarrolle sus conclusiones, observaciones y recomendaciones sobre la práctica.

Una conclusión consta de dos partes primero escriba la principal interpretación de los resultados y a continuación extienda la importancia de la práctica.

Recomendaciones

En las recomendaciones se debe proporcionar sugerencias orientadas al mejoramiento con base en los resultados, estas podrían ser, sugerencias para la mejora del proceso y procedimiento para prácticas futuras, en otras palabras las sugerencias deben estar dentro del marco de la realización de la práctica.

Referencias

Al final del trabajo liste y enumere todas las referencias bibliográficas con una fuente Times New Roman tamaño 12. Esto en caso que se esté utilizando la norma ISO 690:2010(E). Una guía práctica para aplicar esta norma se encuentra en el documento de la Universidad de Alicante disponible en el siguiente link https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing este documento también explica como emplear el estilo APA (American Psychological Association).

Es necesario referenciar todo el documento en donde: se copie texto literalmente, parafrasee un texto y se copie la idea o teoría de otra persona. (3)

Definición de proceso [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013].

Disponible en:

<http://arpcalidad.com/definicion-de-proceso/>

Definición de procedimiento [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013].

Disponible en:

<http://definicion.de/procedimiento/#ixzz2dxdpN2RIZ>

Glosario [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

<http://es.wikipedia.org/wiki/Glosario>

4. Citar la información [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013].

Disponible en:

https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a

[deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing](https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing)

Glosario

En la parte final del documento se debe incluir un glosario.

“Un glosario es un anexo que se agrega al final de libros, investigaciones o tesis. En él, se incluyen todos aquellos términos poco conocidos, de difícil interpretación, o que no sean comúnmente utilizados en el contexto en que aparecen.”(4)

5.2.6 PRENSA PARA ARMAR PROBETAS, TERAPRESS (PEACE TECHNOLOGIES)

Montaje de Probetas TERAPRESS

José Guerrero, Andrés Beltrán.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de **Ingeniería Mecánica**

Asignatura: **Análisis de Polímeros**, Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: **D-M- A**

1. Presentación de la práctica

Montaje o embebido es un proceso en el cual la muestra es encapsulada para facilitar y mejorar la preparación de la misma. El propósito del montaje está basado en los siguientes puntos:

- La muestra es muy pequeña y difícil de manejar.
- La muestra tiene una forma irregular y el montaje ayuda asegurar la superficie a ser estudiada.
- Ayuda en la retención de los filos de la muestra así como su planitud.
- La muestra puede ser frágil tener grietas o poros, el montaje ayuda a estabilizarla.
- En el pulidor automático es necesario una forma estándar.

Fig.1: Prensa para montaje de probetas



Fuente: www.metallographic.com

Esta práctica constara en tomar las muestras extraídas de la práctica de corte

de probetas y montarlas usando un material plástico moldeable usando presión y calor. Los materiales de las muestras son Aluminio, Cobre, Bronce y Acero.

2. Requisitos, precauciones y evaluación

Requisitos

Lecturas recomendadas:

- Norma ASTM E3-03.
- Norma ASTM E7-03.
- Metallographic Handbook [1].
- Metallographic and Materialographic Specimen Preparation [2].
- Manual de usuario del equipo.

Precauciones

Verificación de la alimentación de los equipos: En esta sección se debe recomendar a la persona que va a realizar la práctica que tome las debidas precauciones antes de poner en marcha los equipos.

Evaluaciones

Se debe recordar que antes de proceder con el ensayo en cuestión se realiza una verificación por parte del instructor de los conocimientos teóricos y prácticos para el funcionamiento del equipo que garanticen la seguridad del operario así como del equipo. Para lo cual se evaluara:

Principio de funcionamiento del equipo.

- La norma a seguir en esta práctica.
- Normas de seguridad en los laboratorios.
- Datos técnicos del material a ensayar.

² Trabajo de grado de la Carreara de Ingeniería Mecánica, correo electrónico: jguerrero@est.ups.edu.ec

3. Objetivos

- Montaje de las muestras para ser analizadas siguiendo la guía de la norma ASTM E3, punto 9.4.3, y el manual de usuario.
- Elegir el plástico de montaje adecuado.
- Fijar las características adecuadas para el montaje de cada material en el equipo TERAPRESS Mounting Press.

4. Equipos, instrumentos y software

Tabla 1: Equipos, instrumentos y material

Descripción	Marca	Serie
Prensa de Montaje	Pace Technologies	TERAPRESS
Resina	Pace Technologies	CM-1001B-25

Fuente: Autor

5. Exposición

El montaje por compresión en caliente indica que una muestra es colocada con una resina dentro de un cilindro dentro del equipo de montaje y puesta bajo presión por un tiempo específico. La resina se polimeriza alrededor de la muestra, y luego de un proceso de refrigeración, la muestra ya montada puede ser extraída de la prensa.

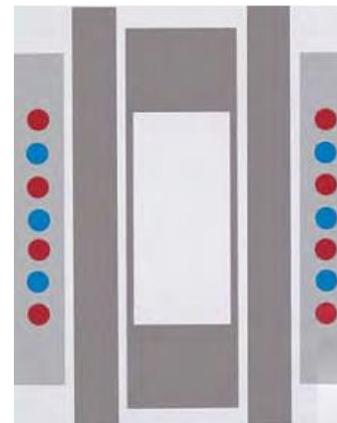
Calor, presión y refrigeración son necesarios para hacer un montaje en resinas en este procedimiento.

La temperatura debe estar dentro del rango de 100 – 200 °C y la refrigeración debe estar desde la temperatura máxima hasta aproximadamente 60°C, en un tiempo razonable. La refrigeración es necesario para termoplásticos, pero incluso en termoestables de debe refrigerar hasta 60 °C bajo presión para asegurar el más bajo índice de contracción de la resina. La fuerza de presión en el proceso debe estar dentro del rango de 1 – 50 KN, tratando de

mantener una presión entre 10 – 30 MPa dentro del cilindro de montaje para diámetros de 25 a 50 mm.

El principal componente del equipo de montaje es la unidad de calentamiento y refrigeración en el cilindro o molde. Los componentes son; cilindro y pistón, tapa de cerrado, sistema de calentamiento y enfriamiento. Figura 2.

Fig. 2: Esquema de los sistemas de calentamiento y refrigeración



Fuente: Metallographic y Materiallographic Specimen Preparation

Las principales resinas para el montaje son:

- Resinas fenólicas.
- Resinas acrílicas.
- Resinas de ftalato de dialilo.
- Resinas epoxi.
- Resinas conductoras (fenólicas con cobre o grafito).

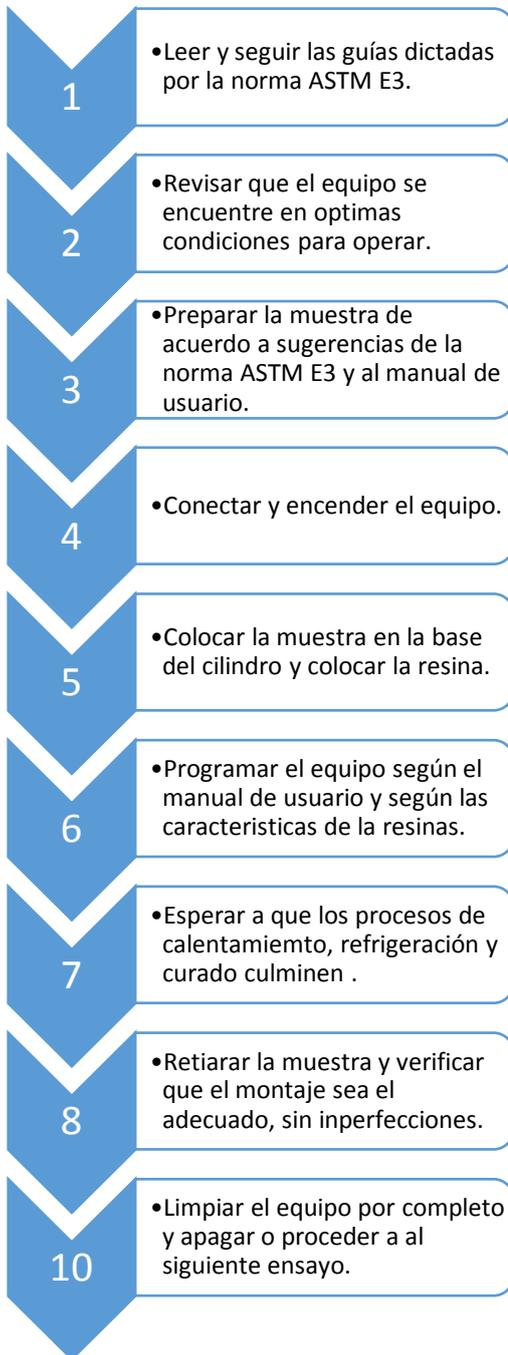
NOTA DE SALUD:

Las resinas de montaje generalmente no son peligrosas, pero la información de seguridad siempre debe estar disponible para ser estudiado antes de su uso. Vapores pueden ser generados al calentarse el material pudiendo producir irritaciones; especialmente vapores de fenólicos que pueden contener formaldehídos que deben ser evitados. Contactos muy prolongados con materiales fenólicos y epóxidos pueden causar irritaciones y sarpullidos.

6. Proceso y procedimiento

6.1 Proceso

Fig. 3: Proceso a seguir para montaje.



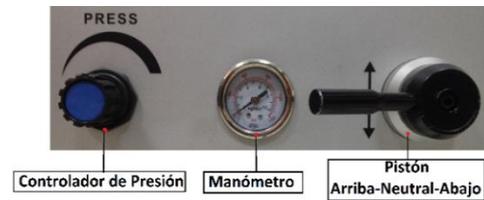
Fuente: Autor

6.2 Procedimiento

En esta sección se hará una descripción del uso del programa del equipo y sus controles.

1. Bajar el pistón con la palanca mostrada en la figura 4, para liberar la presión.

Fig. 4: Controles



Fuente: Autor

2. Girar mango de la tapa, para retirarla, levantarla la tapa y desplazarla hacia un costado. Figura 5.
3. Levantar el pistón y colocar la muestra metalográfica sobre este pistón. Figura 5.

Fig. 5: Tapa, pistón y cilindro.



Fuente: Autor

4. Bajar pistón y colocar la resina de polvo fenólico (Bakelita) con el embudo. Seguir los parámetros para este material según la tabla 2.

Tabla 2: Polvos fenólicos

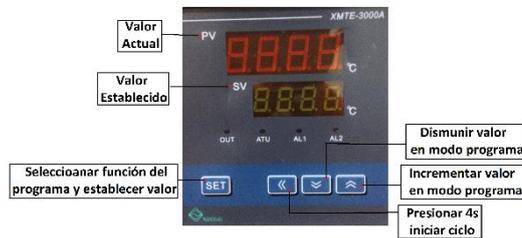
Parámetros	1 pulg	1.25 pulg	1.5 pulg	2 pulg
Temp. (°C)	200	200	200	200
Fuerza(MPa)	0.60	0.65	0.75	0.80
Tiempo (min)	8	10	12	12
Resina (g)	10.2	16	23	40.8

Fuente: Manual de Usuario

5. Cerrar cámara de moldeo con la tapa y subir pistón.

6. Ajustar parámetros en el panel de control. Figura 6.

Fig. 5: Panel de control



Fuente: Autor

7. Para entrar al modo programa use el botón “SET” para establecer parámetro o la temperatura usando los botones arriba y abajo.
8. Usar el botón “SET” para seleccionar el parámetro (tiempo) e ingresar el tiempo en minutos hasta 999 min.
9. Para cambiar la temperatura de enfriamiento, presionar el botón “SET” y mantenerlo presionado por 5 segundos. Ajustar la temperatura de al estableciéndola bajo el parámetro AL2.
10. Para ajustar la temperatura de mantenimiento presionar el botón “SET” por 5 segundos. Ajustar ALT temperatura de mantenimiento. Salir con el botón “SET”.
11. Para salir del modo programa presionar “SET”.
12. Comenzar el programa (ciclo) manteniendo presionado el botón “SET” por 4 segundos.
13. Para mayor información revisar manual de usuario páginas 10-13.
14. Retirar la muestra ya montada y revisarla por imperfecciones.
15. Limpiar el equipo de acuerdo al manual de usuario.

Consejo: aumentar la temperatura mejora las propiedades del montaje

7. Resultados y/o discusión

7.1 Resultados

Se basan exclusivamente en los datos recolectados. Deben ser presentados de forma objetiva, concisa y en secuencia lógica.

7.2 Discusión

En esta sección los resultados deben ser comparados con conceptos teóricos y hacer énfasis en el aporte de realizar la práctica. A la par se debe interpretar los resultados y las implicaciones (relación entre el efecto y la causa, consecuencia) que tienen estos en el campo de estudio.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

Apartado para que el estudiante desarrolle sus conclusiones, observaciones y recomendaciones sobre la práctica.

Una conclusión consta de dos partes primero escriba la principal interpretación de los resultados y a continuación extienda la importancia de la práctica.

Recomendaciones

En las recomendaciones se debe proporcionar sugerencias orientadas al mejoramiento con base en los resultados, estas podrían ser, sugerencias para la mejora del proceso y procedimiento para prácticas futuras, en otras palabras las sugerencias deben estar dentro del marco de la realización de la práctica.

Referencias

Al final del trabajo liste y enumere todas las referencias bibliográficas con una fuente Times New Roman tamaño 12. Esto en caso que se esté utilizando la norma ISO 690:2010(E). Una guía práctica para aplicar esta norma se encuentra en el documento de la Universidad de Alicante disponible en el siguiente link

https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing este documento también explica como emplear el estilo APA (American Psychological Association).

Es necesario referenciar todo el documento en donde: se copie texto literalmente, parafrasee un texto y se copie la idea o teoría de otra persona.
(3)

Definición de proceso [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en: <http://arpcalidad.com/definicion-de-proceso/>

Definición de procedimiento [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en: <http://definicion.de/procedimiento/#ixzz2dxdpN2RIZ>

Glosario [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en: <http://es.wikipedia.org/wiki/Glosario>
Citar la información [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en: https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing

Glosario

En la parte final del documento se debe incluir un glosario.

“Un glosario es un anexo que se agrega al final de libros, investigaciones o tesis. En él, se incluyen todos aquellos términos poco conocidos, de difícil interpretación, o que no sean comúnmente utilizados en el contexto en que aparecen.”(4)

5.2.7 PULIDOR AUTOMÁTICO FEMTO 1000, NANO (PEACE TECHNOLOGIES)

Pulidor Automático NANO/FEMTO 1000

José Guerrero, Andrés Beltrán.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de [Ingeniería Mecánica](#)

Asignatura: [Análisis de Polímeros](#), Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: [D-M- A](#)

1. Presentación de la práctica

Luego del proceso de corte por lo general la superficie que daña, el grado o profundidad del daño depende del tipo de corte realizado. Para lo cual es necesario realizar un proceso de pulido de la superficie a analizar de la muestra. Este proceso se lo realiza en tres etapas; ligado grueso, ligado medio/fino y el pulido final, para luego si es necesario hacer un revelado de la micro estructura.

Fig. 1: Pulidor automático FEMTO 1000



Fuente: www.metallographic.com

Esta práctica constara en tomar las muestras extraídas y montadas de las prácticas anteriores. Los materiales de las muestras son Aluminio, Cobre, Bronce y Acero. Y se realizara los proceso de pulido en cada etapa con la

ayuda del el equipo Pulidor automáticos NANO/FEMTO 1000.

2. Requisitos, precauciones y evaluación

Requisitos

Lecturas recomendadas:

- Norma ASTM E3-03.
- Norma ASTM E7-03.
- Metallographic Handbook [1].
- Metallographic and Materialographic Specimen Preparation [2].
- Manual de usuario del equipo.

Precauciones

Verificación de la alimentación de los equipos: En esta sección se debe recomendar a la persona que va a realizar la práctica que tome las debidas precauciones antes de poner en marcha los equipos. Se recomienda el uso de gafas protectoras.

Evaluaciones

Se debe recordar que antes de proceder con el ensayo en cuestión se realiza una verificación por parte del instructor de los conocimientos teóricos y prácticos para el funcionamiento del equipo que garanticen la seguridad del operario así como del equipo. Para lo cual se evaluara:

Principio de funcionamiento del equipo.

- La norma a seguir en esta práctica.
- Normas de seguridad en los laboratorios.
- Datos técnicos del material a ensayar.

3. Objetivos

- Pulir las muestras para ver y analizar su microestructura siguiendo la guía de la norma ASTM E3, punto 11, manual de usuario, y el capítulo 5 y 6 del libro Metallographic Handbook de Zipperian
- Determinar los parámetros de pulido necesarios en cada una de las tres etapas.

4. Equipos, instrumentos y software

Tabla 1: Equipos, instrumentos y material

Descripción	Marca	Serie
Pulidor Automático	Pace Technologies	FEMTO 1000
Discos de Pulido	Pace Technologies	-
Alumina	Pace Technologies	-

Fuente: Autor

5. Exposición

5.1 Desbaste Mecánico

Un desbaste más efectivo tanto en calidad como en tiempos es el que se realiza por medio de una máquina como la que se presenta aquí, usando abrasivos con partículas cada vez más finas.

En este tipo de procedimientos con el uso de esta máquina se debe tener en cuenta que no ocurra un sobrecalentamiento por una presión excesiva de la probeta sobre el disco giratorio de la máquina ya que esto causarían alteraciones estructurales en las probetas térmicamente tratadas y una exagerada distorsión del metal superficial [3].

Esmerilado Grueso.

El fin de esta etapa en el proceso es de eliminar la superficie de la muestra que quedo expuesta luego del corte de extracción y que quedó deformada por el corte, para así lograr un solo plano ya pulido para las subsecuentes etapas. Se usan abrasivos de grano grueso de 80-

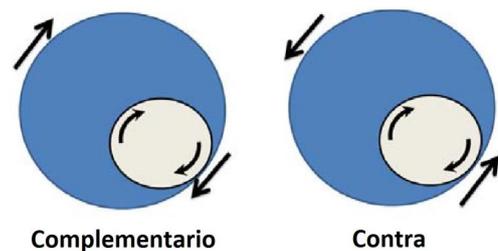
230, de disco de papeles abrasivos al agua.

Para obtener un pulido o esmerilado grueso óptimo se debe tener en cuenta los siguientes parámetros:

- Presión de lijado.
- Velocidad relativa y dirección de lijado.
- Consideraciones de la máquina.

Los parámetros que afectan la preparación de una muestra metalográfica incluyen presión en el lijado/pulido, la distribución en la velocidad relativa entre la muestra y la superficie de lijado y la dirección lijado/pulido en función a la muestra. Figura 2.

Fig. 2: Rotación de Disco/Muestra



Fuente: ZIPPERIAN, Donald C. Ph.D. Metallographic Handbook. 2011.

Esmerilado Mediano y Fino.

Es la parte final del esmerilado, es el mismo procedimiento al anterior pero en ahora con papeles abrasivos de 100-1200 o diamante en pasta desde 3 a 0.25 micrones.

Este es un paso crítico en el proceso de lijado. En este paso se debe remover la sub-superficie. Luego de este procedimiento la verdadera microestructura del material debe aparecer, para luego eliminar el resto de imperfecciones con el pulido final.

5.2 Pulido Mecánico

Con diamante:

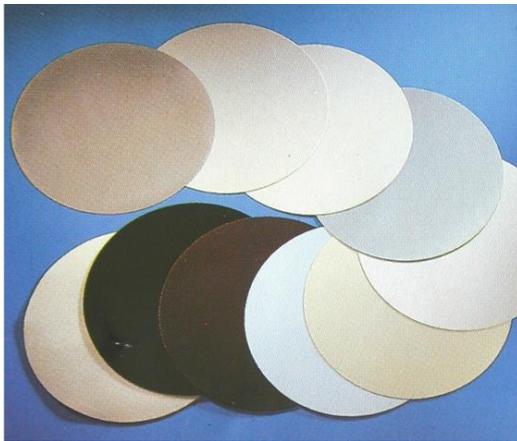
En este paso se debe lograr una eliminación efectiva del material,

obteniendo los mejores resultados con respecto a la planitud de la probeta, esto se realiza en paños especiales en el plato giratorio. La elección del paño y tamaño de grano de la pasta de diamante y el lubricante dependen del material a pulir. Figura 3 y 4.

Con óxidos:

Son generalmente usados en materiales muy blandos y dúctiles como pueden ser SiO₂, Al₂O₃, MgO, que son suspensiones coloidales en una proporción determinada en agua destilada. Figura 3y4.

Fig. 3: Paños de Pulido



Fuente: www.struers.com

Fig. 4: Pulido con óxidos



Fuente: www.struers.com

6. Proceso y procedimiento

6.1 Proceso

Fig. 5: Proceso a seguir para pulido.



Fuente: Autor

6.2 Procedimiento

En esta sección se hará una descripción del uso del programa del equipo.

1. Instalar el disco base en la base (NANO) y colocar el disco de lijado

- de acuerdo a la tabla (Anexos) del material correspondiente.
2. Encender los equipos FEMTO 1000 y NANO desde la parte posterior.
 3. Posicionar el interruptor de palanca en el cabezal FEMTO 1000 en AUTO. Figura 6.
 4. Poner la presión aproximada y la velocidad en el cabezal. Figura 6.

Fig. 6: Panel de control FEMTO 1000



Fuente: Autor

5. Colocar las muestras en el soporte del cabezal. Figura 7.

Fig. 7: Soporte de muestras



Fuente: Autor

6. Encender la base NANO usando las velocidades pre-establecidas (SPL=100, SPM=200, SPH=300) de acuerdo a la tabla del material correspondiente (Anexos) y presionar el botón START/STOP. Figura 8.

Fig. 8 Panel de control FEMTO 1000



Fuente: Autor

7. Ajustar la velocidad y presión del cabezal FEMTO.
8. El cabezal FEMTO y la base NANO se encenderán automáticamente en este modo, pero tendrán que ser apagados cuando el tiempo del proceso se cumpla, presionando el botón START/STOP.
9. Posicionar la manguera de agua sobre el disco de trabajo y ajustar el flujo.
10. Al terminar los pasos requeridos para etapa de lijado continuar con la etapa de pulido según la tabla (Anexos) de cada material.
11. Colocar el disco de pulido y la Alumina.
12. Repetir pasos del 3 al 9.
13. Retirar la muestra del soporte y lavarla en agua para retirar cualquier impureza
14. Para mayor información revisar manual de usuario páginas 15-22.
15. Para más información sobre los procesos en cada material revisar el capítulo 11 del libro “Metallographic Handbook” de Zipperian [2].
16. Limpiar el equipo de acuerdo al manual de usuario.

Nota:

Mantener las velocidades del cabezal FEMTO y la base NANO iguales y en sentido complementario para obtener un mejor resultado.

7. Resultados y/o discusión

7.1 Resultados

Se basan exclusivamente en los datos recolectados. Deben ser presentados de forma objetiva, concisa y en secuencia lógica.

7.2 *Discusión*

En esta sección los resultados deben ser comparados con conceptos teóricos y hacer énfasis en el aporte de realizar la práctica. A la par se debe interpretar los resultados y las implicaciones (relación entre el efecto y la causa, consecuencia) que tienen estos en el campo de estudio.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

Apartado para que el estudiante desarrolle sus conclusiones, observaciones y recomendaciones sobre la práctica.

Una conclusión consta de dos partes primero escriba la principal interpretación de los resultados y a continuación extienda la importancia de la práctica.

Recomendaciones

En las recomendaciones se debe proporcionar sugerencias orientadas al mejoramiento con base en los resultados, estas podrían ser, sugerencias para la mejora del proceso y procedimiento para prácticas futuras, en otras palabras las sugerencias deben estar dentro del marco de la realización de la práctica.

Referencias

Al final del trabajo liste y enumere todas las referencias bibliográficas con una fuente Times New Roman tamaño 12. Esto en caso que se esté utilizando la norma ISO 690:2010(E). Una guía práctica para aplicar esta norma se encuentra en el documento de la Universidad de Alicante

disponible en el siguiente link https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing este documento también explica como emplear el estilo APA (American Psychological Association).

Es necesario referenciar todo el documento en donde: se copie texto literalmente, parafrasee un texto y se copie la idea o teoría de otra persona. (3)

Definición de proceso [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013].

Disponible en:

<http://arpcalidad.com/definicion-de-proceso/>

Definición de procedimiento [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013].

Disponible en:

<http://definicion.de/procedimiento/#ixzz2dxdpN2RIZ>

Glosario [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013]. Disponible en:

<http://es.wikipedia.org/wiki/Glosario>

Citar la información [en línea]. [Consultado el 28 de Agosto de 2013].

Disponible en:

https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing

https://docs.google.com/file/d/0B-XbuzFK_a-deFB0R3IwR1NhUGM/edit?usp=sharing

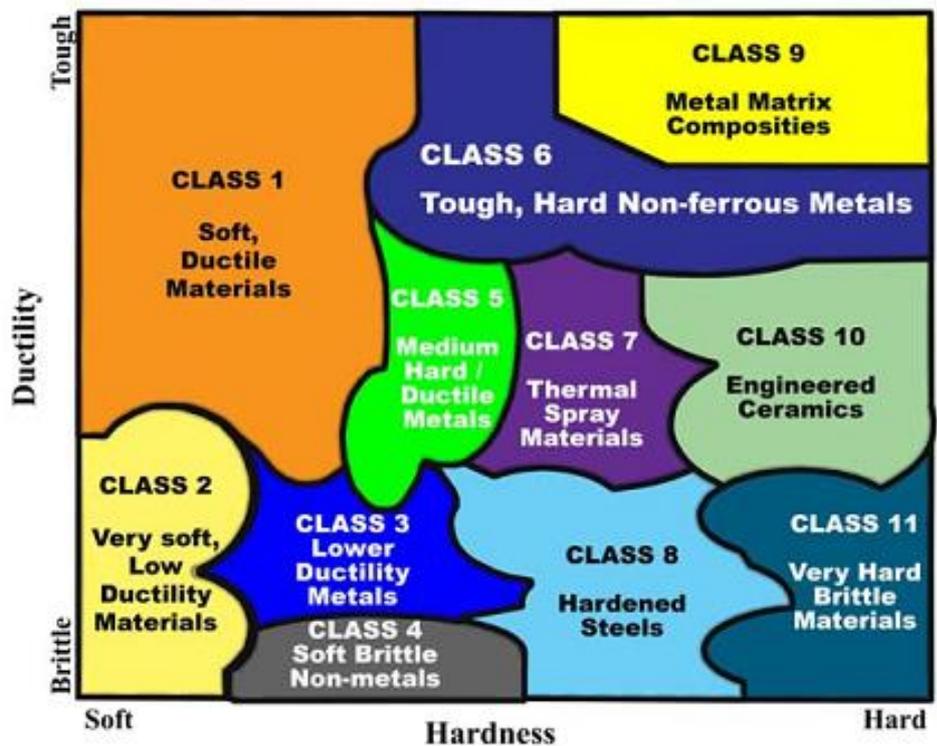
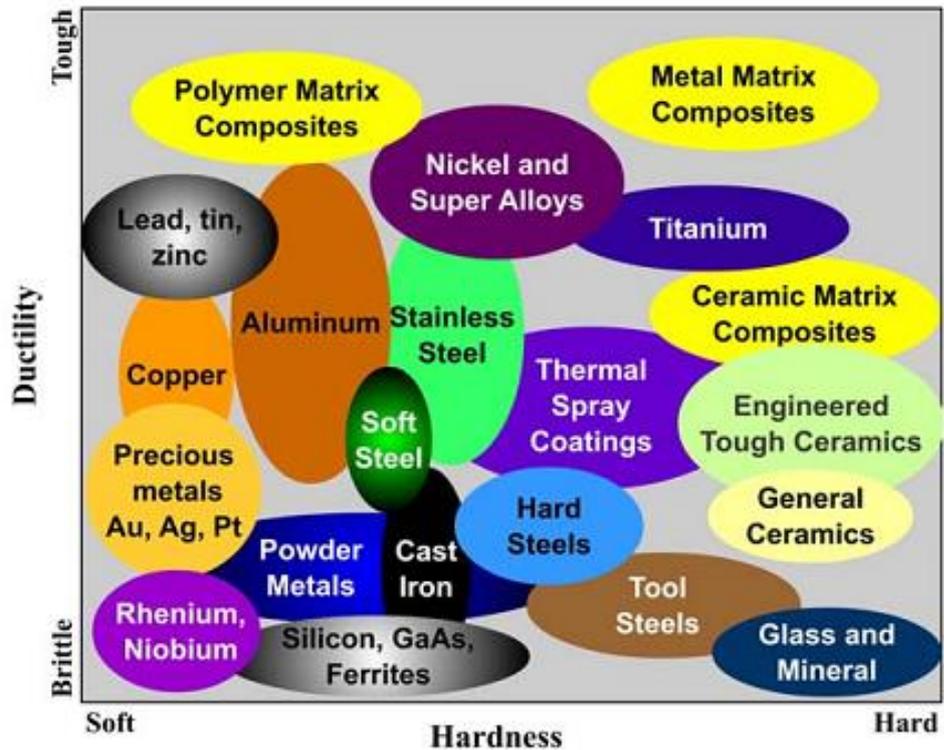
Glosario

En la parte final del documento se debe incluir un glosario.

“Un glosario es un anexo que se agrega al final de libros, investigaciones o tesis. En él, se incluyen todos aquellos términos poco conocidos, de difícil interpretación, o que no sean comúnmente utilizados en el contexto en que aparecen.”(4)

ANEXO A

Mapas de la dureza y ductilidad relativa de los materiales. Tomadas del libro “Metallographic Handbook” de Donald Zipperian.



ANEXO B

Descripción de la Preparación Metalográfica por Clases de Materiales. Tomada del libro “Metallographic Handbook” de Donald Zipperian.

Clase	Materiales	Descripción
1	Los materiales suaves, dúctiles (aluminio, cobre, plomo, estaño, zinc, PMC de)	-Relativamente fácil de preparar la mayoría de los materiales en esta clase con el uso de abrasivos de alúmina y 1-2 pasos de pulido.
2	Materiales de ductilidad muy suaves, bajos (renio, niobio, oro, plata)	-Puede ser difícil de preparar, ya que estos materiales son muy blandos y abrasivos pudiera inscribirse.
3	Metales de baja ductilidad (metales en polvo y fundiciones)	-Inicial de molienda con abrasivo de alúmina se recomienda, sin embargo, el pulido áspero debe minimizar la extracción.
4	Suaves, no metales quebradizos (silicio, GaAs, dispositivos electrónicos, ferritas)	-Relativamente fácil de preparar la mayoría de los materiales en esta clase con el uso de abrasivos de alúmina y 1-2 pasos de pulido.
5	Semidura, metales dúctiles (aceros suaves, aceros inoxidable)	-Puede ser difícil de preparar, ya que estos materiales son muy blandos y abrasivos pudiera inscribirse.
6	Tough, metales no ferrosos duros (superaleaciones, titanio)	-Inicial de molienda con abrasivo de alúmina se recomienda, sin embargo, el pulido áspero debe minimizar la extracción.
7	Materiales de pulverización térmica	-Relativamente fácil de preparar la mayoría de los materiales en esta clase con el uso de abrasivos de alúmina y 1-2 pasos de pulido.
8	Aceros templados (alta aceros al carbono para herramientas y)	-Puede ser difícil de preparar, ya que estos materiales son muy blandos y abrasivos pudiera inscribirse.
9	Compuestos de matriz de metal	-Inicial de molienda con abrasivo de alúmina se recomienda, sin embargo, el pulido áspero debe minimizar la extracción.
10	Ingeniería Cerámica (zirconio, nitruro de silicio)	-Relativamente fácil de preparar la mayoría de los materiales en esta clase con el uso de abrasivos de alúmina y 1-2 pasos de pulido.
11	Los materiales muy duros, frágiles (vidrio, minerales)	-Puede ser difícil de preparar, ya que estos materiales son muy blandos y abrasivos pudiera inscribirse.

ANEXO C:*Tabla de preparación de pulido para Aluminio y aleaciones.*

Abrasivos	Lubricación	Fuerza / muestra	Velocidad (Cabezal / base)	Hora
Papel de lija P1200 de ALO	Agua	5-10 lbs	100/100 rpm	Hasta aplanar
Papel de lija 800 de SiC Papel de lija 1200 de SiC	Agua	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto
1 micra DIAMAT diamante en paño ATLANTIS para pulir	DIALUBE Púrpura/Extender	5-10 lbs	100/100 rpm	2 minutos
Alumina de 0,05 micras sobre paño de pulido NAPPAD	---	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto

Tabla de preparación de pulido para Cobre y aleaciones.

Abrasivos	Lubricación	Fuerza / muestra	Velocidad (Cabezal / base)	Hora
Papel de lija P1200 de ALO	Agua	5-10 lbs	100/100 rpm	Hasta aplanar
Papel de lija 800 de SiC Papel de lija 1200 de SiC	Agua	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto
1 micra DIAMAT diamante en paño ATLANTIS para pulir	DIALUBE Púrpura/Extender	5-10 lbs	100/100 rpm	2 minutos
Alumina de 0,05 micras sobre paño de pulido NAPPAD	---	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto

Tabla de preparación de pulido para Bronce y aleaciones.

Abrasivos	Lubricación	Fuerza / muestra	Velocidad (Cabezal / base)	Hora
Papel de lija P1200 de ALO	Agua	5-10 lbs	100/100 rpm	Hasta aplanar
Papel de lija 800 de SiC Papel de lija 1200 de SiC	Agua	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto
1 micra DIAMAT diamante en paño ATLANTIS para pulir	DIALUBE Púrpura/Extender	5-10 lbs	100/100 rpm	2 minutos
Alumina de 0,05 micras sobre paño de pulido NAPPAD	---	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto

Tabla de preparación de pulido para Aceros Suaves y Medio-Duros.

Abrasivos	Lubricación	Fuerza / muestra	Velocidad (Cabezal / base)	Hora
Papel de lija 240 de SiC	Agua	5-10 lbs	200/200 rpm	Hasta aplanar
Papel de lija 360 de SiC				1 Minuto
Papel de lija 600 de SiC				1 Minuto
Papel de lija 800 de SiC				1 Minuto
Papel de lija 1200 de SiC				1 Minuto
1 micra DIAMAT diamante en paño ATLANTIS para pulir	DIALUBE Púrpura/Extender	5-10 lbs	200/200 rpm	2 minutos
Alumina de 0,05 micras sobre paño de pulido TRICOTE	---	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto

5.3 Validación de las Prácticas de Laboratorio

**5.3.1 MELT FLOW TESTER (INDEXER) MFI 3000 SERIES
(QUALITEST).**

Índice de Fluidez MFI

José Guerrero, Andrés Beltrán.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de **Ingeniería Mecánica**

Asignatura: **Análisis de Polímeros**, Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: **D-M-A**

1. Presentación de la práctica

En esta práctica desarrollaremos pruebas a materiales poliméricos, "plásticos", para determinar su Índice de Fluidez (MFR), que además nos da un viscosidad indirecta y como conjunto de estas dos características parámetros útiles en la toma de decisiones en la procesabilidad del material termoplástico.

Fig. 1: Melt Indexer 3000Q2



Fuente: Autor

Para esta práctica tomaremos muestras de los siguientes materiales; Polietileno de alta densidad (PEHD), polietileno de baja densidad (PELD) y de polipropileno (PP).

Para el proceso de usará el equipo *Melt Flow Indexer* el cual cumple con el objetivo de mostrar el flujo másico de un polímero extruido a través de un capilar, (dado o boquilla) de características

específicas a esta prueba, que además controla las condiciones de presión y temperatura.

Como resultados se obtendrá la cantidad de material que fluye a través del dado en una cantidad de tiempo determinada (g/10min). Esto se realizara en por lo menos tres ocasiones para así obtener un promedio de esta medida y comparar con la hoja técnica del material en cuestión.

2. Requisitos, precauciones y evaluación

Requisitos

Lecturas recomendadas:

- Norma ASTM D1238-10.
- Norma ISO 1133.
- Norma ASTM D618.
- Norma ASTM D883.
- Characterization and Failure Analysis of Plastics [1].
- Manual de usuario del equipo.

Precauciones.

Verificar las condiciones en las que se encuentra el equipo y si de haber alguna anomalía informar inmediatamente al profesor o al laboratorista de turno.

Asegurarse de que el equipo esté conectado de forma adecuada y lista para ser usado.

Usar el equipo de protección adecuado y requerido para trabajar con superficies calientes, como son mandil, guantes y protección para los ojos.

Evaluaciones.

Se debe recordar que antes de proceder con el ensayo en cuestión se realiza una verificación por parte del instructor de los conocimientos teóricos y prácticos

² Trabajo de grado de la Carreara de Ingeniería Mecánica, correo electrónico: jguerrero@est.ups.edu.ec

para el funcionamiento del equipo que garanticen la seguridad del operario así como del equipo. Para lo cual se evaluará:

Principio de funcionamiento del equipo.

- La norma a seguir en esta práctica.
- Normas de seguridad en los laboratorios.
- Datos técnicos del material a ensayar.

3. Objetivos

- Realizar una prueba en este equipo para la obtención del MFI de manera concisa y segura.
- Comprobar los datos obtenidos con los de las hojas técnicas y evaluarlos.
- Fortalecer los conocimientos adquiridos en clase.

4. Equipos, instrumentos y software

Tabla 1: Equipos, instrumentos y software

Descripción	Marca	Serie
Melt Flow Indexer	Qualitest	3000
Software	Qualitest	MIWORKS
Balanza	Ohaus	SC4010

Fuente: Autor

5. Exposición

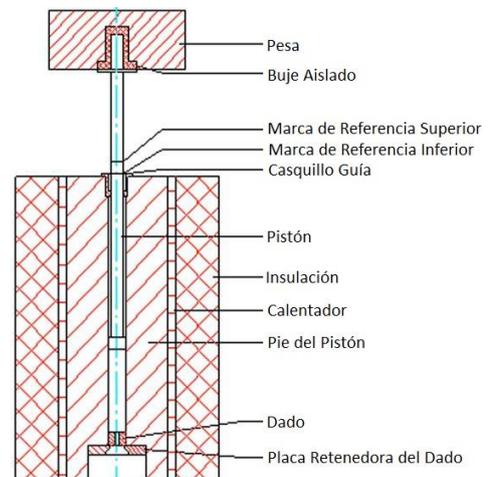
El método del índice de fluidez o MFI, es usado para monitorear la calidad del material a ser usado en cierto proceso. Esta prueba mide la cantidad de material extruido de un termoplástico a través de un capilar en el dado con especificaciones específicas en su longitud y su diámetro bajo condiciones especiales de temperatura y de carga o peso. La utilidad primordial de esta prueba es la de medir la uniformidad del flujo del material.

Según Vishu Shah [2], el dato que reporta esta prueba es un valor que

ayuda a distinguir entre diferentes grados del polímero. Un material con un alto grado de peso molecular es más resistente al flujo que uno de menor peso molecular. Esta no es razón para pensar que nos da información sobre su procesabilidad ya que este número no es una propiedad del material como lo son la temperatura o viscosidad, sino más bien es el índice de su fluidez con respecto a la máquina en sí. Esto se da a las características del capilar en el dado que se usa, ya que la relación L/D según la norma ASTM D1238 [3], nos dicta que el orificio debe estar entre 2.095 ± 0.005 mm en diámetro y 8.000 ± 0.025 mm de longitud. Por lo que los resultados de del índice de fluidez según Nelson Burke [4], son afectados severamente por los efectos en la entrada y salida del material en le dado (corrección de Bagley).

El MFI está estrechamente relacionado al peso molecular por lo que podemos decir que; el índice de Fluidez MFI es una medida inversa a peso molecular ya que las características de flujo son inversamente proporcionales a el peso molecular, un peso molecular bajo tendrá un índice de fluidez alto y que un polímero con un peso molecular alto tendrá un índice de fluidez bajo.

Fig. 2: Esquema de funcionamiento de un equipo MFI



Fuente: Norma ASTM D1238

Es por esto que muchos usuarios prefieren materiales de pesos moleculares altos ya que esto se correlaciona con un producto de mejor rendimiento, al impacto a la fatiga, envejecimiento al medio ambiente o ESCR y a las propiedades de barrera todas estas características se mejoran cuando el peso molecular del material es mayor.

Para una mejor comprensión del sistema que se usa se presenta un esquema del sistema de funcionamiento de un equipo de melt flow indexer.

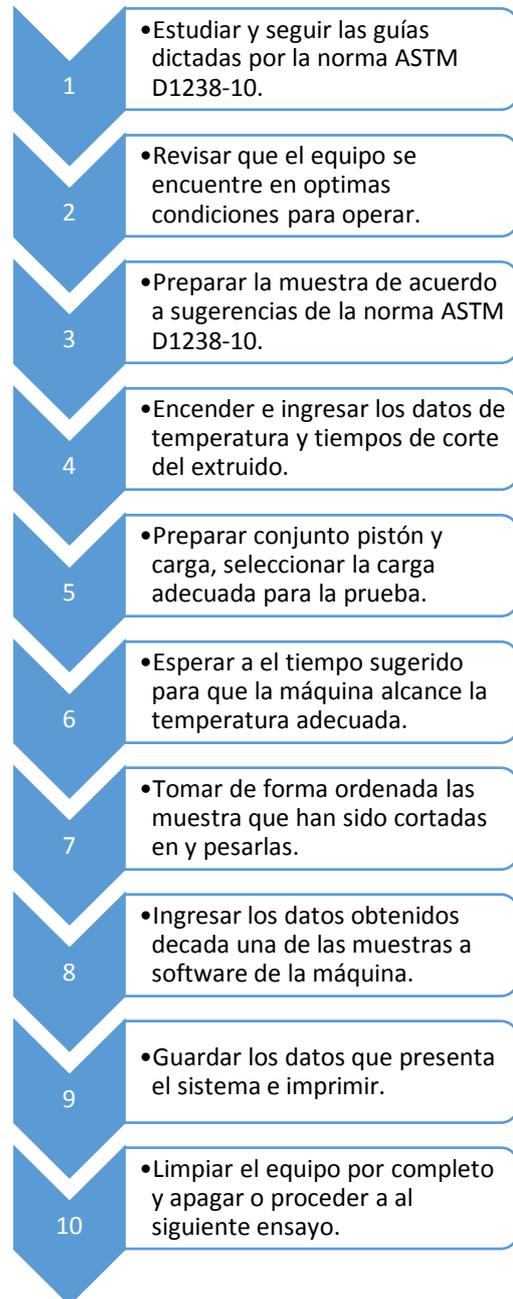
Como se muestra en la figura 1 el dispositivo está formado por un cilindro, dentro del cual se coloca el material a ser probado el cual a su vez es empujado por el pistón mediante un peso específico según sea el polímero. Este cilindro es calentado por medio de resistencias eléctricas colocadas en su contorno y controladas por el software del equipo. En la parte inferior se coloca el dado que con las medidas del capilar específico. Así el material se funde y comienza a moverse hacia abajo a una tasa de corte constante. Una vez que el material comienza a mostrarse una cuchilla en el caso de este equipo automática corta el material en intervalos de tiempos fijos especificados según la norma. Estos pedazos de material se pesan y se obtiene un promedio entre ellos para determinar el índice de fluidez del este material, en gramos por cada 10 minutos, (g/10min).

6. Proceso y procedimiento

A continuación se presenta un gráfico de los pasos a seguir para el correcto desarrollo de la práctica. Aunque no se describe aquí tomar en cuenta todas las normas de seguridad.

6.1 Proceso

Fig. 3: Proceso a seguir para la operación del equipo Melt Indexer.

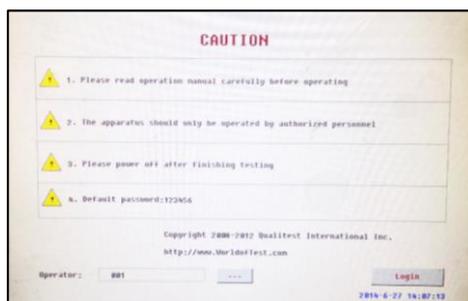


Fuente: Autor

6.2 Procedimiento

1. Encender el equipo desde el interruptor que se encuentra en la parte posterior del equipo.
2. Encender la PC y la impresora.
3. En el monitor del equipo aparecerá la pantalla mostrada en la figura 4, e ingresar con la contraseña 123456.

Fig. 4: Pantalla de ingreso



Fuente: Software MIWORKS

4. Aparecerá la pantalla principal del software del equipo como indica la figura 5. En esta pantalla los botones para ingresar a las diferentes opciones del equipo e ingreso de datos para la prueba.

Fig. 5: Pantalla principal (Menú)



Fuente: Software MIWORKS

5. A continuación se ingresa los datos para la prueba a efectuarse presionando sobre el botón “Setting”, figura 6. Aquí llenaremos todos los campos requeridos de acuerdo a la norma ASTM 1238 correspondiente y al material a ser analizado.
6. Cuando se termine de ingresar los datos presionamos sobre el botón “OK” y regresaremos a la pantalla principal (figura 4).
7. Aquí se ingresa los datos de masa de la muestra “Sample mass”, se inicia el calentamiento del barril calefactor a la temperatura especificada,

presionando el botón “Temp. Rinsing”.

Fig. 6: Ingreso de datos “Setting”

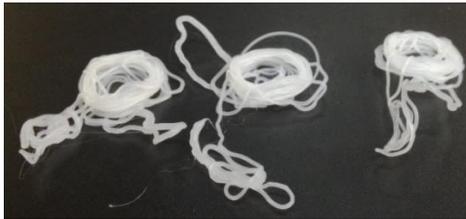


Fuente: Software MIWORKS

8. Mientras se calienta y llega a la temperatura de prueba, se procede a posicionar el dado y el pistón dentro del barril según especificaciones en el manual.
9. Escoger las pesas correctas para esta prueba según la norma ASTM y el manual de usuario.
10. Cuando la temperatura haya alcanzado la especificada se espera 15 minutos, para que el equipo llegue a un equilibrio térmico.
11. Seguir los pasos descritos en la Norma ASTM 1238, según el procedimiento A operación manual.
12. Proceder a cargar el material dentro del equipo, retirando el pistón y utilizando el embudo de las herramientas del equipo, (seguir consideraciones en la norma ASTM).
13. Colocar nuevamente el pistón y las pesas sobre el pistón.
14. Presionar sobre el botón superior derecho, (cronometro contador) ►, y esperar a que transcurra el tiempo dispuesto según la norma o el fabricante del material, para que este alcance su equilibrio térmico.
15. Al momento que el pistón llegue a su primera muesca o marca, presionar en el botón “Start”, así iniciando la prueba.

16. Al finalizar la prueba se obtendrá las muestras del material extruido (figura 7), se procede a pesarlas en la balanza de laboratorio y colocar la cantidad obtenida en el campo “Cut mass”, esto dará el resultado en el campo “MFR”.

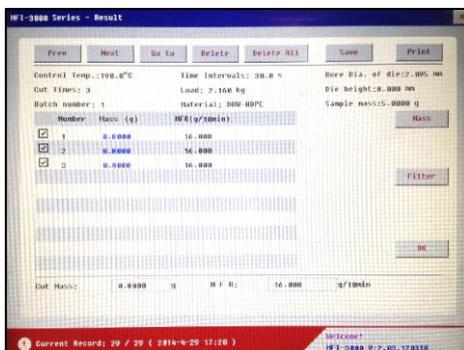
Fig. 7: Ejemplo de una muestra extruida.



Fuente: Software MIWORKS

17. A continuación se procede a presionar sobre el botón “View”, y aparecerá la pantalla mostrada en la figura 8.

Fig. 8: Pantalla de resultados “View”.



Fuente: Software MIWORKS

18. En esta pantalla se presentan los resultados de la prueba. Si hubiese diferentes medidas de pesos en las muestras podemos ingresarlas bajo la columna de Mass (Masa) y el programa calcula automáticamente el MFR correspondiente.

19. Guardar los resultados en el equipo presionando el botón “Save”.

20. Crear el reporte mediante el software testDMS, en la PC.

21. Guardar el reporte e imprimirlo.

22. Para terminar se debe proceder a la limpieza del equipo de acuerdo a lo especificado por el manual de usuario.

7. Resultados y/o discusión

7.1 Resultados

Tabla 2: Definición materiales y MFR de referencia

Fabricante	Material	MFR g/10 min
DOW	LLDPE	50
DOW	HDPE	20
Braskem	PP H306	15

Fuente: Autor

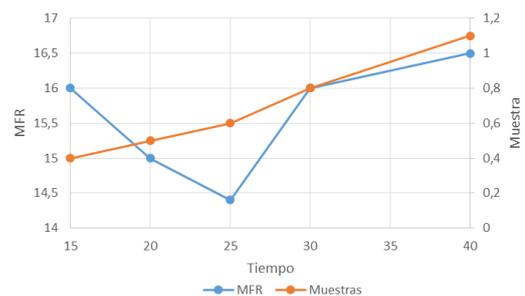
Polietileno de Alta Densidad

Tabla 3: Resultados MFR HDPE

HDPE DMDA-8920 NT7					
Muestra #	1	2	3	4	5
Carga (g)	5	5	5	5	5
Masa (Kg)	2.16	2.16	2.16	2.16	2.16
Temp. (°C)	190	190	190	190	190
Cortes (seg)	30	20	25	15	40
Cortes No.	3	3	3	3	3
Muestra (g)	0.8	0.5	0.6	0.4	1.1
MFR (g/10min)	16	15	14.4	16	16.5

Fuente: Autor

Fig. 9: Gráfica resultados HDPE



Fuente: Autor

Polietileno Lineal Baja Densidad

Tabla 4: Resultados MFR LLDPE

LLDPE DNDB-7147 NT7					
Muestra #	1	2	3	4	5
Carga (g)	6	6	6	6	6
Masa (Kg)	2.16	2.16	2.16	2.16	2.16
Temp. (°C)	190	190	190	190	190
Cortes (seg)	5	6	7	8	10
Cortes No.	3	3	3	3	3
Muestra (g)	0.4	0.5	0.6	0.6	0.8
MFR (g/10min)	48	50	51.4	45	48

Fuente: Autor

Fig. 10: Gráfica resultados LLDPE



Fuente: Autor

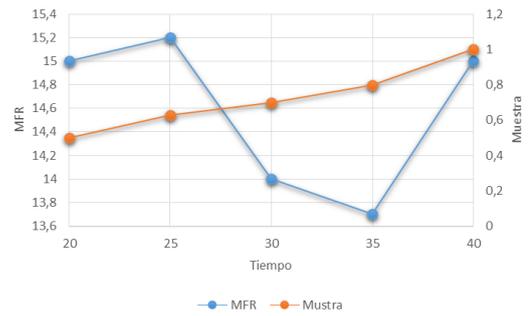
Polipropileno

Tabla 5: Resultados MFR PP

PP H306					
Muestra #	1	2	3	4	5
Carga (g)	5	5	5	5	5
Masa (Kg)	2.16	2.16	2.16	2.16	2.16
Temp. (°C)	230	230	230	230	230
Cortes (seg)	20	25	30	35	40
Cortes No.	3	3	3	3	3
Muestra (g)	0.5	0.63	0.7	0.8	1
MFR (g/10min)	15	15.2	14	13.7	15

Fuente: Autor

Fig. 11: Gráfica resultados PP



Fuente: Autor

Tabla 6: Tabla estadística de resultados

	\bar{x}	\tilde{x}	s^2	s
HDPE	15.38	16	0.782	0.884
LLDPE	48.48	48	5.881	2.425
PP	14.58	15	0.333	0.577

\bar{x} : media
 \tilde{x} : mediana
 s^2 : varianza
 s : desviación estándar

Fuente: Autor

7.2 Discusión

Tabla 7: Comparación de los resultados MFR

Material	MFR Fabricante (g/10 min)	MFR Laboratorio (g/10 min)
HDPE	20	16
LLDPE	50	48
PP	15	15

Fuente: Autor

Los resultados obtenidos en los diferentes ensayos efectuados a los tres materiales que fueron escogidos para esta práctica, se muestra que en dos de ellos los valores del MFR o MI están muy cercanos a los expuestos por el fabricante, como lo son el LLDPE y PP, lo cual nos demuestra que estos materiales están en óptimas condiciones para ser procesados de acuerdo a las necesidades del usuario.

En el caso del HDPE se obtuvo un valor del MI de 16 g/10min en contraste con 20 g/10min que indica la hoja técnica del fabricante, lo cual nos indica que este lote de material o esta bolsa de material pudo ser expuesta a diversas condiciones que pudieron modificar sus características, como pueden ser variaciones en el proceso de polimerización, así como una degradación del material debido a su transportación o condiciones de almacenaje. Otro factor que puede tener injerencia en los resultados así como lo expone el fabricante de instrumentos de medición Tinus Olsen [5], en su artículo “An introduction to MELT INDEX testing”, puede haber una variación del resultado de hasta un 10% debido al grado de un buen apisonamiento de la muestra en el momento de ser cargada. Según la norma ASTM 1238 indica que el coeficiente de variación en el laboratorio entre pruebas es de 5 a 16 %. De acuerdo a lo expuesto anteriormente y al “error” que se presenta en estas pruebas que es de un 16 a 20% con relación del MFR de este laboratorio y al del fabricante podemos considerar que el material cumple con las características necesarias para ser procesado.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

Los resultados obtenidos determinan que el proceso y procedimiento realizado en esta práctica satisface las expectativas pronosticas, cumpliendo tanto en lo teórico como en lo práctico, tomando como base la exactitud de los ensayos realizados, expuestos en la tabla 6, con los parámetros y resultados de las tablas 3, 4 y 5. Y consecuente con la fórmula para calcular MFR:

$$MFR(T, w) = \frac{m \times 600s}{t}$$

donde MFR está en g/10min, T es la temperatura de la prueba en grados Celsius, w es el peso neto de la carga (pesas y pistón) en kilogramos, m es la masa extruida en gramos, t es el intervalo de tiempos de corte en segundos, y $600s$ son los 10min en segundos.

Basándose en los resultados y lo que dicta la teoría sobre este ensayo en particular, se puede decir que estos materiales pueden ser trabajados en los diferentes procesos de manufactura.

De igual manera se puede basar en los resultados para tener una mejor idea del peso molecular promedio (PMP) de estos materiales, ya que según Sepe [6], la relación que existe entre MFR y PMP es inversa una de la otra, a mayor MFR menor PMP. De igual manera se puede decir que entre mayor viscosidad demuestre el material menor será su MFR o MI.

Por ultimo puedo decir que entre más alto sea el MFR de un material, este será más fácil de procesar, pero, sus propiedades físicas como de resistencia al impacto, fatiga, resistencia al medio ambiente o ESCR por sus siglas en inglés y sus propiedades de barrera disminuyen.

Recomendaciones

Como recomendación para el mejoramiento de la práctica y los resultados podemos decir que:

- Se debe usar una balanza con mayores rangos de exactitud de hasta tres dígitos.
- Tener un muy buen conocimiento de las condiciones previas del material hasta la fecha del ensayo.
- Para tener una mejor referencia de la exactitud de la prueba se debería realizar pruebas en más laboratorios para de esta manera mejorar nuestros procedimientos.

Glosario

- **MFR:** Melt flow rate, rango de flujo de fundido.
- **MI:** Melt index.
- **PMP:** Peso molecular promedio.
- **ESCR:** Enviromental stress-crack resistence. Resistencia Ambiental a los esfuerzos de agrientamiento.

Referencias

- [1] ASM. Internacional, Characerization and Failure Analysis of Plastics, Ohio, USA, 2003.
- [2] V. SHAH, Handbook of Plastics Testing and Failure 3ra, Ed, Hoboken, New Jersey: John Wiley & Son, Inc, 2007.
- [3] ASTM Internacional, Standard Test Methods for Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer, D 1238, 2004.
- [4] N . BURKE, Handbook of Plastics Analysis, New York: Marcel Dekker, 2003.
- [5] M. y. R. S. K. CHANDA, Plastics Technology Handbook, 4th Ed., Boca Ratón, FL.: Taylor & Group, 2007.
- [6] M. Sepe, «Melt Flow Testing,» *Plastics Technology*, vol. 59, n° 7, pp. 16-17, 2013.
- [7] M. y. R. S. K. CHANDA, Plastics Technology Handbook, 4th Ed., Boca Ratón, FL.: Taylor & Group, 2007.
- [8] C. W. MACOSKO, Rheology Principles, Measurments, and Applications, New york, NY: Publishers, Inc., 1994.
- [9] C. W. MACOSKO, Rheology Principles, Measurments, and Applications, New york, NY: Publishers, Inc., 1994.
- [10] R. Brown, Handbook of Polymer Testing, Shawbury-UK: Rapra Technology Limited, 2002.
- [11] A. J. Peacock, Hanbook of Polyethylene, New york-Basel: Marcel Dekker, Inc., 2000.
- [12] R. E. Walpole, Probability & Statistics for Engineers & Scientist 9ed., Boston-MA: Pearson Education, Inc., 2012.
- [13] Tinus Olsen, «Physical Basis for the Temperature-Based Melt-Index Method,» 19 Noviembre 2011. [En línea]. Available: <http://www.tiniusolsen.com/literature.html>. [Último acceso: 01 Enero 2014].
- [14] Tinus Olsen, «www.tiniusolsen.com,» 07 Abril 2008. [En línea]. Available: <http://www.tiniusolsen.com/literature.html>. [Último acceso: 01 Enero 2014].
- [15] CABOT, «www.cabot-corp.com,» [En línea]. Available: <http://www.cabot-corp.com/Search?Search=melt+flow+index>. [Último acceso: 01 Enero 2014].

5.3.2 REÓMETRO CAPILAR RC ROSAND RH2200 (MALVERN)

Reómetro Capilar

José Guerrero, Andrés Beltrán.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de **Ingeniería Mecánica**

Asignatura: **Análisis de Polímeros**, Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: **D-M-A**

1. Presentación de la práctica

En esta práctica de desarrollar las pruebas de carácter reológico en materiales poliméricos para medir y evaluar viscosidad de cizallamiento y la elasticidad de estos materiales viscosos a altos esfuerzos cortantes. El interés por obtener estas medidas a altos esfuerzos de corte, es que en los procesos de extrusión, soplado de películas, y moldeo por inyección ejercen dichos esfuerzos al material, y la tarea de un reómetro capilar es proporcionar los datos del comportamiento del fluido en dichos procesos. Este sistema de pistón y dado capilar puede asemejar a las condiciones de trabajo de los procesos mencionados tanto como 10^7 s^{-1} . La elasticidad puede ser medida al determinar la capacidad de expansión de la muestra a la salida del el dado, llamado también hinchamiento del material. Por lo que el reómetro capilar puede ser usado ampliamente tanto en el campo de la investigación como en el de control de calidad.

Fig. 1: Reómetro Capilar RC RosandRH 2200 (MALVERN)



Fuente: Fuente: www.malvern.com

Para esta práctica tomaremos muestras de los siguientes materiales; Polietileno de alta densidad (PEHD), polietileno de baja densidad (PELD) y del polipropileno (PP).

2. Requisitos, precauciones y evaluación

Requisitos

Lecturas recomendadas:

- Norma ASTM D3835-10
- Norma ASTM D618
- Norma ASTM D883
- Rosand RH2000 User Manual [1].
- Hand Book of Plastic Analysis [2].

Precauciones

Verificar las condiciones en las que se encuentra el equipo y si de haber alguna anomalía informar inmediatamente al profesor o al laboratorista de turno.

Asegurarse de que el equipo esté conectado de forma adecuada y lista para ser usado.

Seguir las instrucciones del manual de usuario.

Usar el equipo de protección adecuado y requerido para trabajar con superficies calientes, como son mandil, guantes y protección para los ojos.

Evaluaciones

Se debe recordar que antes de proceder con el ensayo en cuestión se realizará una verificación por parte del instructor de los conocimientos teóricos y prácticos para el funcionamiento del equipo que garanticen la seguridad del operario así como del equipo.

Trabajo de Grado para la Carreara de Ingeniería Mecánica, correo electrónico: jguerrero@est.ups.edu.ec

Para lo cual se evaluará:

- Principio de funcionamiento del equipo.
- La norma a seguir en esta práctica.
- Normas de seguridad en los laboratorios.
- Datos técnicos del material a ensayar.

3. Objetivos

- Realizar una prueba en este equipo para la obtención de una medida de la viscosidad (η), su resistencia al flujo, $\eta = \delta / \dot{\gamma}$.
- Comprobar los datos obtenidos con los de las hojas técnicas y evaluarlos.
- Fortalecer los conocimientos adquiridos en clase.

4. Equipos, instrumentos y software

Tabla 1: Equipos, instrumentos y software

Descripción	Marca	Serie
Reómetro Capilar	Malvern	RH2200
Software FlowMaster	Malvern	3000
Balanza	Ohaus	SC4010

Fuente: Autor

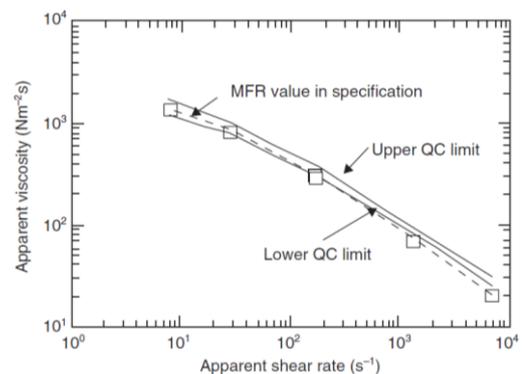
5. Exposición

En muchas ocasiones la medida del índice de flujo o melt index no proporciona la suficiente información ya que esta prueba se la realiza a un solo punto del esfuerzo cortante. Las temperaturas a las que se lleva a cabo en la prueba del MFI no son necesariamente las que se tienen dentro de los diversos procesos de conformación. La tasa de deformación tampoco representa fielmente las encontradas en los procesos de transformación del material ya que las tasas de corte son medidas en un solo punto del esfuerzo cortante.

Para esto el uso de un reómetro capilar no ayuda en las mediciones de la viscosidad aparente (melt index), a través de un gran rango de esfuerzos cortantes y tasa de corte que se encuentran en el moldeo por inyección, extrusión, moldeo por compresión, etc. el reómetro capilar es un instrumento de precisión que proporciona medidas precisas y reproducibles que son necesarias a la hora de caracterizar un material. Por lo que un reómetro capilar puede ser usado para asegurarse de que el material entrante a los procesos de conformación están acorde y dentro de las tolerancias del grado de un material en particular.

Como en se presenta en la figura 1, como muestra Shah [3]; se puede generar graficas de la curva de flujo de los polímeros con puntos críticos límites altos y bajos de la viscosidad, en un amplia rango de tasas de flujo a la materia prima.

Fig. 2: Gráfica de control de calidad de la curva de flujo de un polímero.



Fuente: Autor

La estabilidad térmica de los polímeros también puede ser predicha por un este equipo, los tiempos que un material puede soportar son capacidades que pueden ser estudiadas en amplias condiciones de temperaturas y esfuerzos de corte para así llegar a la temperatura adecuado de procesamiento. Para lo cual se requieren de curvas de viscosidad-

tiempo de residencia, viscosidad-temperatura.

Bajo un flujo estable e isotérmico, las fuerzas que aparecen debida a la viscosidad del material al movimiento de este a través de una columna de fluido dentro del capilar es igual a la fuerza aplicada, la cual tiende mover dicha columna en la dirección de flujo. Representamos dicho fenómeno con la siguiente ecuación:

$$\tau = \frac{R\Delta P}{2L}$$

Donde R y L son las dimensiones del capilar y ΔP es la caída de presión. Así τ es cero en el centro del “tubo” capilar y se incrementa a medida que se acerca a la pared, este el valor usado por la tasa de cizallamiento en el flujo capilar. La muestra extruida sala a una presión atmosférica y la presión estática en el cilindro es la que se asume como ΔP . En estos casos y en particular cuando la razón entre la longitud del dado y su radio (L/R) es menor de 61. Los efectos concernientes a la viscosidad y las deformaciones elásticas a la entrada y salida del dado deben ser tomados en cuenta. Para un fluido Newtoniano el comportamiento de la tasa de cizallamiento ($\dot{\gamma}$) en la pared es:

$$\dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3}$$

Donde Q es el la tasa del flujo volumétrico que pasa por el capilar bajo una caída de presión ΔP , por lo tanto la viscosidad es:

$$\eta_c = \tau/\dot{\gamma} = \frac{\pi R^4 \Delta P}{8LQ}$$

Los valores obtenidos en un reómetro capilar se los conoce como esfuerzo cortante aparente y tasa de corte aparente, por lo que algunas correcciones deben ser realizadas:

Según Nelson Burke, la corrección de Bagley [4, Cap. 2], para el esfuerzo cortante:

$$\tau_c = \frac{R\Delta P}{2(L + e)}$$

Donde e es el valor de corrección en función al radio.

Según Nelson Burke la corrección de Rabinowitsch [4, Cap. 2] para la tasa de corte es:

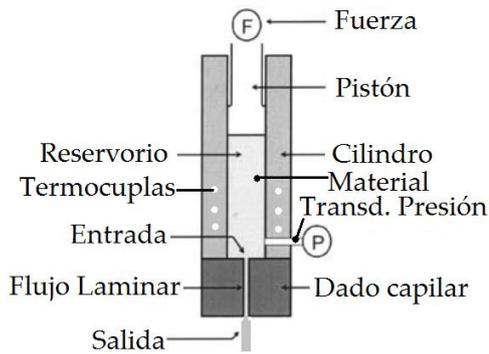
$$\dot{\gamma}_c = \frac{3n + 1}{4n} \dot{\gamma}_a$$

Donde n es un factor de corrección y l es por haber considerado como un flujo Newtoniano.

En la figura 2 se muestra de manera esquemática a un reómetro capilar. Se ingresa la muestra del polímero dentro del cilindro calentado a la temperatura adecuada. El pistón que es controlado por un motor una fuerza/s designada para empujar el material hacia abajo del cilindro y a través del dado capilar, con una tasa de flujo determinada por la velocidad del pistón. Una vez alcanzada la presión haya alcanzado el equilibrio, la velocidad del pistón puede cambiar para obtener otras medidas a un rango diferente [5]. Lo principales parámetros a controlar o medir son la temperatura, presión, la tasa de flujo del material y la geometría del dado.

Los componentes básicos de los que consta un reómetro capilar son; un cilindro, pistón, dado capilar que va dentro del cilindro, manómetro y un transductor de presión. El material es colocado dentro del cilindro caliente el pistón empuja el material a través del dado a un rango específico. Por sobre el dado dentro del cilindro se encuentra un transductor de presión que el cual realiza la lectura de la pérdida de presión (ΔP) en el agujero capilar del dado [5].

Fig. 3: Esquema del reómetro capilar.



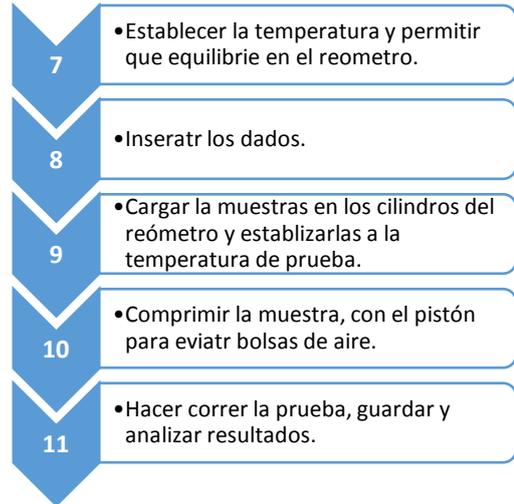
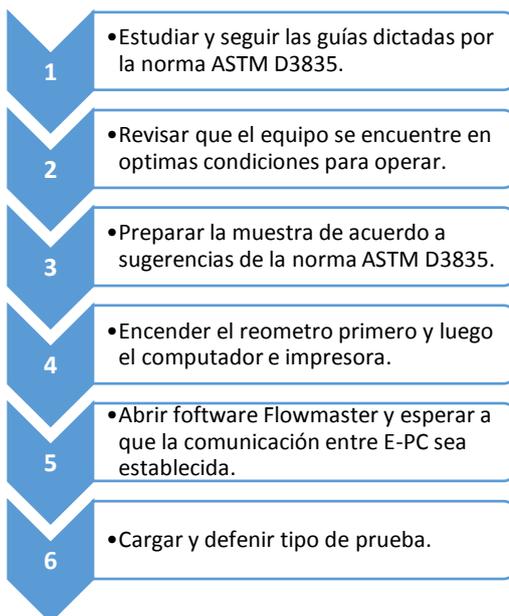
Fuente: Autor

Cualquier pérdida en fricción que no sea la del flujo del material es incluido en la medición. Usando la ΔP y sabiendo el rango de flujo controlado, se puede calcular la viscosidad de la muestra. Al controlar la velocidad del pistón se controla la tasa de corte de la muestra material a través del capilar y así calcular la viscosidad.

6. Proceso y procedimiento

6.1 Proceso

Fig. 4: Proceso a seguir para la operación del equipo Reómetro Capilar.

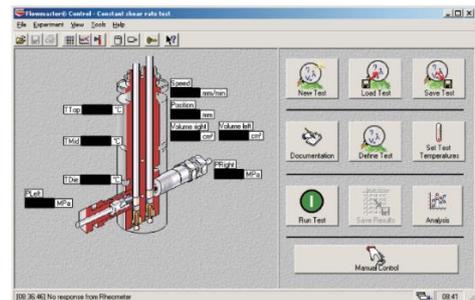


Fuente: Autor

6.2 Procedimiento

1. Encender el reómetro desde la caja de electrónicos mediante el interruptor principal.
2. Encender la PC y la impresora.
3. Dentro del escritorio de la PC se encuentra el icono del software Flowmaster, figura 4, ingresar al software y esperar a que se establezca comunicación entre el reómetro y la PC.

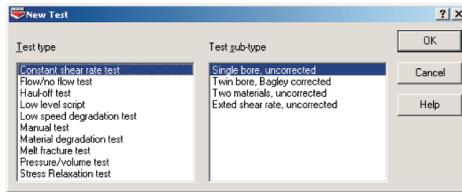
Fig. 5: Pantalla principal del software Flowmaster



Fuente: FlowMaster

4. Presionar el botón del reómetro para subir el cabezal hasta su máximo superior.
5. Definir la prueba y sus parámetros presionando sobre el botón de “New Test” en la pantalla principal, aparecerá el siguiente dialogo, figura 5.

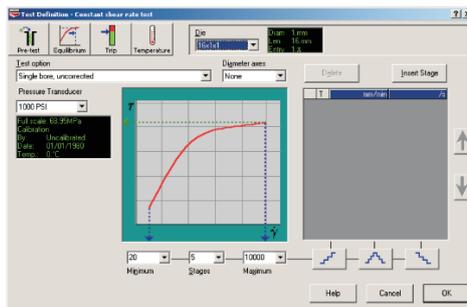
Fig. 6: Ventana de Nueva prueba, tipo y sub-tipo.



Fuente: FlowMaster

6. Seleccionar el tipo de prueba “Constant shear rate test” y sub-tipo de prueba “Twin bore, Bagley corrected” y presionar “OK”.
7. Presionar sobre el botón “Define Test” en la pantalla principal, aparecerá el dialogo de la figura 6.

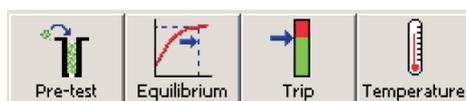
Fig. 7: Venta de Nueva Prueba, Definir Prueba.



Fuente: FlowMaster

8. Definir los parámetros para, Pre-prueba, Equilibrio, Desactivador y Temperatura, presionando los botones presentados en la figura 7.

Fig. 8: Botones para definir parámetros de prueba.



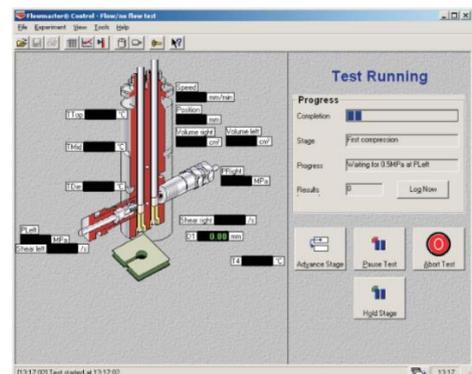
Fuente: FlowMaster

9. Botón de “Pre-test”; no ayudara a mantener una consistencia en la prueba comprimiendo el material para evitar vacíos y burbujas de aire.

Esto se define en cuatro etapas.

- Compresión 1: 50 mm/min
 - Pre-calentamiento: 5 min.
 - Compresión 2: 50 mm/min
 - Pre-calentamiento: 4 min.
10. Botón de “Equilibrium”; Pre-establecido no modificar.
 11. Botón de “Trip”; Pre establecido no modificar.
 12. Botón de “Temperatura”; establecer la temperatura a la cual la prueba será realizada en cada una de las zonas. Para esto referirse a la norma ASTM 3835 o a la hoja técnica del material.
 13. Dentro de la ventana de Nueva Prueba, Definir Prueba, en la figura 6, se encontrara las opciones para establecer: Transductores de Presión, para cada cilindro y Dados para cada cilindro. Especificar los límites mínimo y máximo para las velocidades de cizallamiento y el número de etapas. Presionar “OK”.
 14. Una vez terminado con la definición de los parámetros de la prueba, podemos presionar el botón de “Run test” el cual cambia la ventana principal a la ventana mostrada en la figura 8.

Fig. 9: Ventana progreso de la prueba.



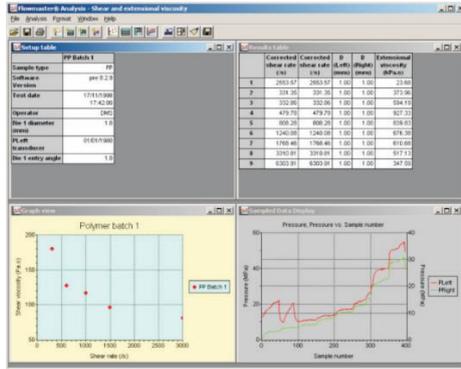
Fuente: FlowMaster

15. En esta etapa la prueba comienza a correr desde la pre-prueba hasta terminar la prueba. Los botones de esta ventana son explicados en

detalle en el capítulo 4, pp 4.15, del Manual de Usuario.

16. Cuando la prueba haya sido completada aparecerá una ventana de Análisis como la que se muestra en la figura 9.

Fig. 10: Ventana Análisis de la prueba.



Fuente: FlowMaster

17. Aquí se obtienen los resultados y las gráficas de la prueba realizada.
18. Guardar los parámetros presionando el botón “Save Test” para su uso en una futura prueba con la extensión .RTS.
19. Presionar el botón “Save Results” para guardar los datos de la prueba, con extensión .RTD.
20. Imprimir los resultados.

7. Resultados y/o discusión

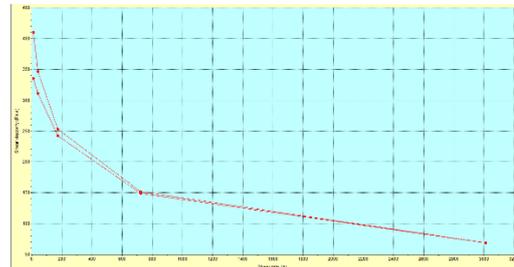
Los resultados aquí presentados son de la *Prueba de Velocidad de Corte Constante*, la cual es estándar en la investigación y/o control de calidad para la viscosidad del material, que es la relación entre la velocidad de corte y el esfuerzo de corte.

La prueba consiste en aplicar velocidades de cortes dentro de una secuencia logarítmica. En cada etapa se aplica una velocidad de corte constante al material.

7.1 Resultados

Polietileno de Alta Densidad

Fig. 11: Viscosidad HDPE



Fuente: Autor/ FlowMaster

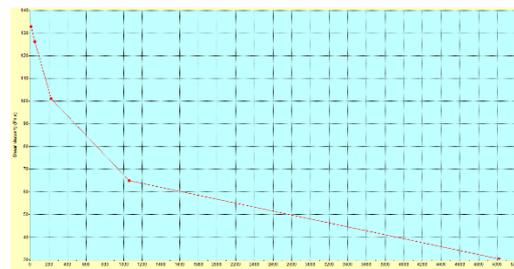
Tabla 2: Datos prueba HDPE

	Force (kN)	Shear rate (1/s)	Corrected shear rate (1/s)	Shear stress (kPa)	Shear viscosity (Pa.s)	Speed (mm/min)	TDie (°C)	PLeft (MPa)
1	0,04	10,00	9,92	3,32	335,02	0,83	190,68	0,52
2	0,15	41,62	42,87	13,34	311,10	3,46	190,62	2,08
3	0,52	173,50	187,72	45,53	242,57	14,42	190,57	7,10
4	1,44	722,97	836,66	124,39	148,67	60,08	190,54	19,40
5	3,09	3010,98	3844,14	262,86	68,38	250,22	190,52	41,01
6	1,46	722,97	836,66	127,03	151,83	60,08	190,54	19,82
7	0,54	173,50	187,72	47,50	253,06	14,42	190,52	7,41
8	0,16	41,62	42,87	14,86	346,53	3,46	190,46	2,32
9	0,04	10,00	9,92	4,07	410,23	0,83	190,29	0,64

Fuente: Autor/ FlowMaster

Polietileno Lineal Baja Densidad

Fig. 12: Viscosidad LLDPE



Fuente: Autor/ FlowMaster

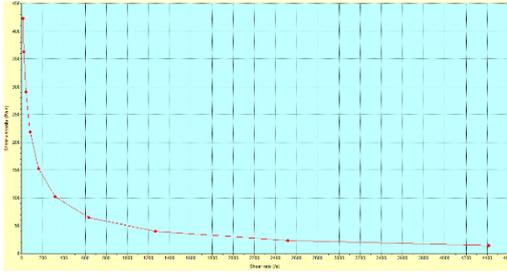
Tabla 3: Datos prueba LLDPE

	Force (kN)	Shear rate (1/s)	Corrected shear rate (1/s)	Shear stress (kPa)	Shear viscosity (Pa.s)	Speed (mm/min)	TDie (°C)	PLeft (MPa)
1	0,01	10,00	9,81	1,30	132,87	0,83	190,82	0,20
2	0,06	47,29	48,00	6,06	126,24	3,93	190,72	0,95
3	0,27	224,06	237,83	24,06	101,16	18,62	190,69	3,75
4	0,89	1061,26	1196,40	77,62	64,88	88,19	190,68	12,11
5	2,16	5019,62	6166,51	186,81	30,29	417,14	190,68	29,14

Fuente: Autor/ FlowMaster

Polipropileno

Fig. 13: Viscosidad PP



Fuente: Autor/ FlowMaster

Tabla 4: Datos prueba LLDPE

	Force (kN)	Shear rate (/s)	Corrected shear rate (/s)	Shear stress (kPa)	Shear viscosity (Pa.s)	Speed (mm/min)	TDie (°C)	PLLeft (MPa)
1	0,05	10,00	10,69	4,52	423,06	0,83	235,71	0,71
2	0,10	19,95	21,85	7,92	362,69	1,66	235,56	1,24
3	0,15	39,79	44,83	13,02	290,50	3,31	235,53	2,03
4	0,24	78,73	91,64	20,02	218,42	6,54	235,48	3,12
5	0,35	158,40	191,78	29,30	152,79	13,16	235,43	4,57
6	0,49	316,76	401,90	41,12	102,30	26,32	235,42	6,41
7	0,65	632,43	849,59	55,15	64,91	52,56	235,39	8,60
8	0,86	1261,63	1820,36	72,87	40,03	104,84	235,37	11,37
9	1,14	2515,73	3980,69	93,43	23,47	209,06	235,35	14,58
10	0,66	4412,39	7701,49	112,01	14,54	366,68	235,35	17,47

Fuente: Autor/ FlowMaster

7.2 Discusión

Los datos que se han obtenido de estas pruebas nos permiten comparar el comportamiento de flujo de estos materiales con unos semejantes que nos presentan literatura como “Extrusion Processing Data” [6], en su capítulo de características de los materiales.

Como datos principales se puede tomar los máximos y mínimos haciendo referencia a la viscosidad del material.

En el caso de HDPE se puede ver en la tabla 2 que la viscosidad aparente máxima obtenida fue de 253,06 Pa•s a una velocidad de corte de 173,50 s⁻¹.

En el caso de LLDPE se puede ver en la tabla 3 que la viscosidad aparente máxima obtenida fue de 126,24 Pa•s a una velocidad de corte de 47,29 s⁻¹.

En el caso de HDPE se puede ver en la tabla 4 que la viscosidad aparente máxima obtenida fue de 423,06 Pa•s a una velocidad de corte de 10 s⁻¹.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

La teoría sobre la reometría capilar se está basada sobre algunas suposiciones para facilitar la derivación de las ecuaciones, con los datos de esfuerzo cortante y velocidad de corte se obtiene la curva de la viscosidad aparente del material. Estas suposiciones incluyen:

- El flujo es constante y completamente desarrollado
- El flujo es isotérmico
- No hay deslizamiento en las paredes del capilar
- El fluido es incompresible

Como consecuencia de esto es la la medida de la caída de presión en la entrada del capilar ya que le flujo converge dentro del orificio, esto ha sido confirmado por estudios visuales en diferentes estudios sobre la reología del material. Por esto se pueden realizar correcciones a los datos obtenidos, pero para propósitos de comparación y en este caso en particular realizar estas correcciones, Bagley al esfuerzo cortante y Rabinowitsch a la velocidad de corte, no altera la comparabilidad de los resultados.

Las ocasiones donde se necesitan utilizar estas correcciones son para propósitos de investigación o casos similares.

Recomendaciones

- Con la adquisición de algunos dados y transductores de presión se podría realizar las pruebas con la corrección de Bagley incluida así mejorando la prueba.
- Incorporación de otros laboratorios ajenos a los de la universidad, para comparar los resultados y mejorar los procesos y procedimientos de la prueba.

Glosario

- **Reómetro capilar:** equipo usado para la obtención de materiales su fase de fundido
- **Viscosidad aparente:** la relación entre esfuerzo cortante y velocidad de corte.
- **Esfuerzo cortante:** fuerza aplicada sobre unidad de área (Pa).
- **Velocidad de corte:** cambio de la deformación en una unidad de tiempo (s^{-1}).

Referencias

- [1] Malvern Instruments, Rosand RH2000 User Manual, Worcestershire: Malvern Instruments Ltd., 2006.
- [2] H. y. B. J. V. LOBO, Handbook of Plastics Analysis, New York: Marcel Dekker, 2003.
- [3] V. SHAH, Handbook of Plastics Testing and Failure 3ra, Ed, Hoboken, New Jersey: John Wiley & Son, Inc, 2007.
- [4] N. BURKE, Handbook of Plastics Analysis, New York: Marcel Dekker, 2003.
- [5] C. W. MACOSKO, Rheology Principles, Measurements, and Applications, New York, NY: Publishers, Inc., 1994.
- [6] A. Naranjo, Extrusion Polymer Data, Cincinnati, OH: Hanser Publications, 2001
- [7] L. M. Sherman, «Rheometers Which Type Is Right For You,» *Plastics Technology*, vol. 50, n° 5, p. 64, 2001.
- [8] J.-M. Piau, «Capillary rheometry for polymer melts,» *Rheological Acta*, vol. 45, n° 5, pp. 773-775, 2006.
- [9] F. N. Cosgwell, Polymer Melt Rheology, Cambridge-England: Woodhead Publishing Limited, 2003.
- [10] N. Triantafillopoulos, *Measurement of Fluid Rheology and Interpretation of Rheograms 2ed.*, Novi-Michigan: Kaltec Scientific, Inc., 1998.
- [11] S. Syrjäla, «Capillary rheometry of polymer melts – Simulation and experiment,» *Rheology Journal*, vol. 24, n° 3, pp. 241-247, 2012.
- [12] G. Schramm, A Practical Approach to Rheology and Rheometry 2ed., Karlsruhe, Diesseistrasse: Gebrueder HAAKE GmbH., 2000.
- [13] Malvern Instruments, Rosand Rheometer Accessories, Worcestershire: Malvern Instruments Ltd., 2006
- [14] E. P. Moore, Polypropylene Handbook, Cincinnati-Ohio: Hanser/Gardner Publication, Inc., 1996.
- [15] A. J. Peacock, Handbook of Polyethylene, New York-Basel: Marcel Dekker, Inc., 2000.
- [17] ASTM Internacional, *Standard Test Method for Determination of Properties of Polymeric Materials by Means of Capillary Rheometer, D 3835*, 2010.

5.3.3 PLASTOGRAFO EC PLUS (BRABENDER)

Plastógrafo

José Guerrero, Andrés Beltrán.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de **Ingeniería Mecánica**

Asignatura: **Análisis de Polímeros**, Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: **D-M-A**

1. Presentación de la práctica

Por mucho tiempo el reómetro de torque ha sido considerado como una importante y versátil herramienta, para análisis y estudio de termoplásticos en sistemas o mezclas de estos materiales, para ayudar en conocer mejor los procesos y comportamientos de los mismos. Un reómetro de torque está diseñado para asistir en las mediciones de la viscosidad de los materiales en relación a la resistencia que estos generan a un esfuerzo cortante dentro el proceso de mezclado, tanto en su propio comportamiento del material como la influencia que presentan los aditivos, la sensibilidad térmica, sensibilidad a los esfuerzos cortantes, comportamiento de compuestos y muchos otros. Es por esto que este tipo de reómetro sirve de gran ayuda en determinar la fórmula más estable en los diferentes procesos de transformación.

Fig. 1: Plastografo EC PLUS



Fuente: www.brabender.com

Para esta práctica tomaremos muestras de los siguientes materiales; Polietileno de alta densidad (PEHD), polietileno de baja densidad (PELD) y del polipropileno (PP).

Para el proceso se usará el equipo *Plastograph EC-Plus* el cual cumple con

² Trabajo de grado de la Carrera de Ingeniería Mecánica, correo electrónico: jguerrero@est.ups.edu.ec

el objetivo de caracterizar el material en la relación viscosidad-torque-temperatura-velocidad de corte.

2. Requisitos, precauciones y evaluación

Requisitos

- Lecturas recomendadas:
- Norma ASTM D618
- Norma ASTM D883
- Norma ASTM D2538
- Handbook of Plastics Testing and Failure Analysis, pp (274-281) [1].
- Manual de Usuario del equipo [2].

Precauciones

Verificar las condiciones en las que se encuentra el equipo y si de haber alguna anomalía informar inmediatamente al profesor o al laboratorista de turno.

Asegurarse de que el equipo esté conectado de forma adecuada y lista para ser usado.

Usar equipo de protección adecuado y requerido para trabajar con superficies calientes, como son mandil, guantes y protección para los ojos.

Evaluaciones

Se debe recordar que antes de proceder con el ensayo en cuestión se realiza una verificación por parte del instructor de los conocimientos teóricos y prácticos para el funcionamiento del equipo que garanticen la seguridad del operario así como del equipo. Para lo cual se evaluará:

Principio de funcionamiento del equipo.

- La norma a seguir en esta práctica.

- Normas de seguridad en los laboratorios.
- Datos técnicos del material a ensayar.

3. Objetivos

Realizar pruebas en los materiales (HDPE, LDPE y PP) antes mencionados y evaluar los resultados con respecto a datos de muestras patrón.

4. Equipos, instrumentos y software

Tabla 1: Equipos, instrumentos y software

Descripción	Marca	Serie
Plastograph	Brabender	EC-Plus
Measuring Mixer	Brabender	W-50 EHT
WinMix Software	Brabender	4.0

Fuente: Autor

5. Exposición

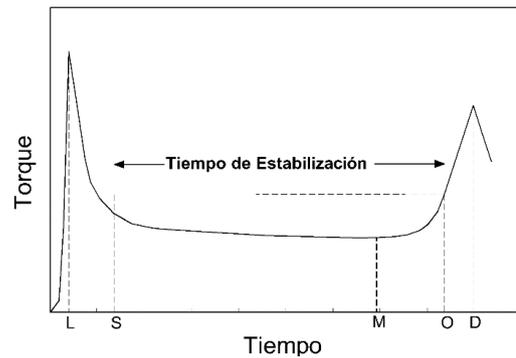
El reómetro de torque es un equipo muy versátil tanto para la investigación, desarrollo, control de la producción y control de calidad de los materiales poliméricos. Entre sus usos dentro de un laboratorio está el de predecir los comportamientos de los diferentes materiales involucrados en la producción de los diferentes tipos de procesamientos llevados a cabo por una simulación de tipo realístico bajo las condiciones que cada proceso presenta. Entre algunas de las habilidades de este equipo está la de determinar los valores del flujo, la estabilidad del material, sus tiempos de degradación a diferentes esfuerzos cortantes, estudiar sus propiedades reológicas y la valoración de los cambios en diferentes formulaciones, (resinas, colorantes, y aditivos).

Así un plastógrafo de este tipo mide la relación que existe entre la viscosidad y

el torque generado por la resistencia que el material presenta a un esfuerzo cortante dentro del proceso de plastificación, ayudando a determinar la o las causas de algún problema en particular.

Para esto estudiaremos la curva característica de procesamiento, en la figura 2.

Fig. 2: Curva estándar para termoplásticos



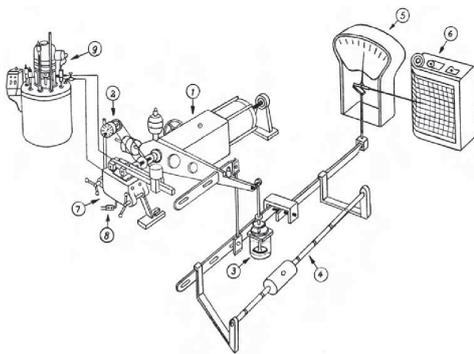
Fuente: Autor

Este tipo de curva da la información en el comportamiento del flujo de plastificación, tiempo de estabilización y de degradación. Según Ampacet [3], los puntos que se presentan en la curva se usan para la evaluación de la misma. El punto de carga, L, muestra cuando la cavidad del cabezal del mezclado está completamente lleno y cerrado. Este punto es usado como un a base de cálculo solamente. El punto, S, del tiempo de estabilización de la formulación del material estudiado, es cuando el torque llega a un valor estable, normalmente se lo toma un 10% sobre el punto mínimo. El punto mínimo, M, es el que muestra cuando el material ha alcanzado su viscosidad más baja. El punto de degradación, O, demuestra cuando el material a comenzado a degradarse por medio del “cross-linking” entrecruzamiento de las cadenas y este se toma un 10% por sobre el punto mínimo. La distancia entre S y O es el tiempo de estabilización del

procesamiento y se usa como para evaluar la estabilidad del material. Por último el punto de degradación, D, muestra cuando el material ha sido ya degradado luego del cual el proceso de rompimiento de cadenas del polímero toma lugar, este el punto que se usa para calcular la velocidad de degradación del material.

El reómetro de torque está basado en el principio del dinamómetro. En la figura 3, se muestra un esquema básico de los componentes y funcionamiento. Una muestra del material se coloca en el cabezal de mezclado donde por medio de las dos cuchillas de características especiales para cada tipo de material, giran y se presentan esfuerzos de corte a la muestra [4].

Fig. 3: Esquema del reómetro de torque.



Fuente: Autor

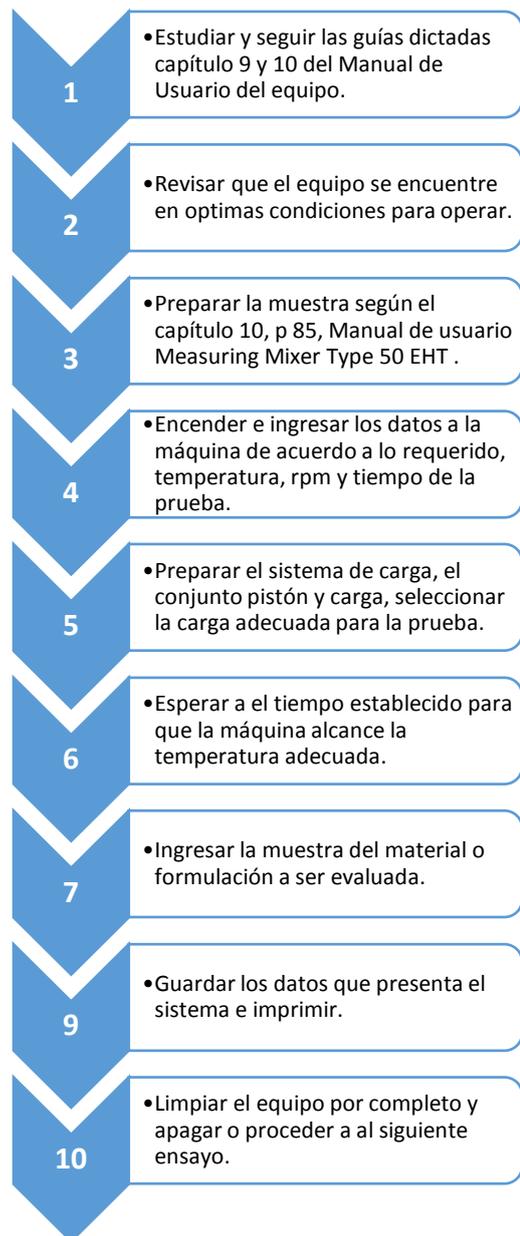
También se expone el material a temperaturas comunes de procesamiento. La resistencia que crea el material a las fuerzas expuestas por las cuchillas y por ende al motor del sistema, se obtienen las velocidades del corte por medio de la velocidad angular del rotor. Y todo este proceso se demuestra en lo que se conoce como un torque-grama [5].

6. Proceso y procedimiento

A continuación se presenta un gráfico de los pasos a seguir para el correcto desarrollo de la práctica. Aunque no se describe aquí tomar en cuenta todas las normas de seguridad.

6.1 Proceso

Fig. 4: Proceso para la configuración



Fuente: Autor

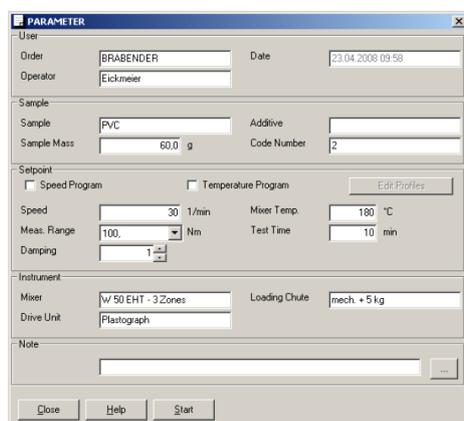
6.2 Procedimiento

1. Encender el equipo girando el interruptor a l posición “ | ”.

Luego el computador y la impresora.

2. Presionar el botón “Start” en el panel de control del equipo, para activar la unidad accionamiento.
3. Preparar la muestra del material o formulación a ser ensayada. Ayudarse de la formula $m = V \cdot \rho_M \cdot K$.
4. Iniciar el software WinMix en la PC. Iniciar una nueva prueba, “File – New” y llenar la ventana de parámetros.

Fig. 5: Ventana de parámetros, software WinMix.

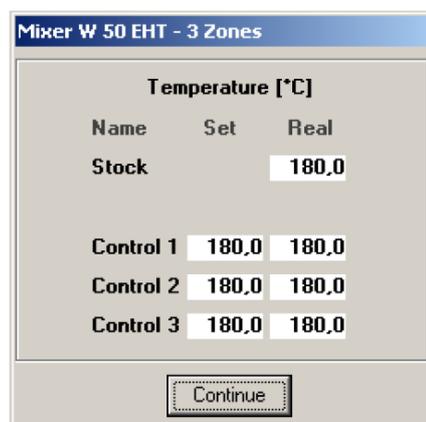


Fuente: Autor

5. Hacer clic en el botón Star de la venta de parámetros o seleccionar el menú “Run – Start Test”.
6. Esperar a que se equilibre las temperaturas de la prueba, para ello se muestra la siguiente ventana.
7. Al ser las temperaturas constantes presionar el botón “Continue”.
8. Aparecerá un mensaje en la pantalla que el sistema al presente está calibrado.
9. Después de aparecer el mensaje de calibrado, la siguiente ventana aparecerá. Figura 6.
10. A continuación procedemos a cargar la muestra ya pesada del material a ser ensayo siguiendo la guía en el

manual de usuario del Mixer 50 EHT, capítulo 10 pp 89-95.

Fig. 6: Ventana de temperaturas.



Fuente: Autor

Fig. 7: Ventana de inicio de la prueba.



Fuente: Autor

11. La PC registrara los valores de medición al sobrepasar el límite de torque de 1Nm, y los mostrara en la pantalla. Si la prueba no ha comenzado presionar en el botón “Start” de la figura 6.
12. La pantalla mostrara el plastograma de la prueba.
13. La prueba parara automáticamente, o se necesitarse se lo podrá hacer manualmente con el botón Stop.
14. En este momento las cuchillas pararan, pero OJO la temperatura seguirá constante hasta que esta sea desconectada. (Se desconectara la

calefacción solo cuando la serie de prueba/s hayan sido concluidas).

15. Limpiar el cabezal de mezclado y todos sus componentes tal y como se indica en el manual de usuario Mixer 50 EHT, capítulo 1.
16. Para la evaluación de los resultados primero referirse a los siguientes criterios para aceptar o desechar la prueba, tabla 2. Para mayor detalle referirse al capítulo 12 del Mixer 50 EHT.
17. Para obtener una tabla de información global de la prueba, hacer clic en “View – Evaluation” en el menú principal. Aquí se podrá observar los puntos de evaluación del plastograma.

Tabla 2: Criterios, aceptación de prueba.

CRITERIO	DEMANDA
✓ Temp. De inicio	_La temp. de inicio constante por al menos 3 min antes de cargar la muestra.
✓ Tiempo de carga muestra.	_Entre 5 -20 s
✓ Temp. Cuando se halla alcanzado el equilibrio	_Temp. + max. 20°C
✓ Ancho de banda de la curva de torque	_Excesiva vibración
✓ Perfil de la curva de torque	_La curva del torque debe estar completa.

Fuente: Manual Plastograph EC-Plus

18. Por último se deberán guardar la prueba e imprimir los resultados.
19. Para finalizar la práctica de deberá revisar el equipo que esté limpio y en óptimas condiciones y entregar al laboratorista o instructor

7. Resultados y/o discusión

7.1 Resultados

Los resultados de las pruebas realizadas a los 3 tipos de materiales están

expuestas en los anexos A, B, C y en las siguientes tablas:

Tabla 3: Resultados HDPE

Nombre	Tiempo (min)	Torque (Nm)	Temp (C°)
Pico de Carga A	0,20	56,8	144
Mínimo B	2,70	6,5	185
Punto de Inflexión G	2,73	6,5	185
Máximo X	2,77	6,5	185
Final E	15,00	6,1	193

Fuente: Autor/WinMix

- Tiempo de Fusión(t):[A-X] 2,57 min
- Velocidad Gelación(v):0.5 Nm/min

Tabla 4: Resultados LLDPE

Nombre	Tiempo (min)	Torque (Nm)	Temp (C°)
Pico de Carga A	0,23	6,6	133
Mínimo B	4,07	1,3	180
Máximo X	4,17	1,3	181
Descomposición E	9,93	1,3	187

Fuente: Autor/WinMix

- Tiempo de Fusión(t):[A-X] 3,9 3min
- Tiempo de descomposición (tD): [A-D] 9,70min

Tabla 5: Resultados PP

Nombre	Tiempo (min)	Torque (Nm)	Temp (C°)
Pico de Carga A	0,27	44,4	179
Mínimo B	4,90	4,1	224
Punto de Inflexión G	4,93	4,1	224
Máximo X	5,00	4,1	224
Final E	10,00	3,4	228

Fuente: Autor/WinMix

- Tiempo de Fusión (t): [A-X] 4,73 min
- Velocidad de Gelación (v): 0.8 Nm/min

7.2 Discusión

Para esta prueba se usó el equipo Brabender Plastograph EC Plus, con el mezclador Knetter 50 EHT con las cuchillas tipo “roller”, y los materiales de prueba HDPE, LLDPE y PP. Las características de la prueba para cada material están en la tabla 6. La medición que realiza este equipo es el torque necesario para hacer girar las cuchillas a una velocidad del rotor fija en función del tiempo para el mezclado. El torque que se produce por la resistencia del material a una acción cortante es un indicador indirecto del esfuerzo cortante, y la velocidad del rotor es un indicador indirecto de la velocidad de corte.

Tabla 6: Resultados

Material	Tiempo	rpm	Temp	Masa
HDPE	15 min	80	190°C	35g
LLDPE	10 min	30	190°C	35.6g
PP	10 min	60	230°C	34g

Fuente: Autor/WinMix

Para el cálculo de la masa de la muestra para cada material se usó la fórmula descrita en el manual de usuario de mezclador Knetter 50 EHT página 85.

$$m = V(cm^3) \cdot \rho_M(g/cm^3) \cdot K$$

HDPE:

Cuando el polímero se introduce en la cámara de mezclado, los gránulos o “pellets” generan una resistencia al movimiento libre de las cuchillas razón por la cual el torque incrementa siendo este el punto A en la gráfica. Cuando esta resistencia es ya sobrepasada, el torque necesario para hacer girar las cuchillas a la velocidad fijada desciende y llega a un estado estable luego de un tiempo de corte en este caso fue de 50 segundos

aproximadamente. El tiempo de necesario para que se llegue a un punto de fusión estable fue de 2.57 minutos. No hubo formación de geles durante el proceso de prueba. Las curvas Torque vs Tiempo y la curva Temperatura vs Tiempo se contrarrestan al surgir una disminución de la temperatura y un aumento del torque ya que el material entra a la cámara de mezclado a temperatura ambiente y en forma de pellets. Entre los minutos 11 y 12 se nota un descenso en la temperatura de en la cámara, esto es debido a la colocación del dispositivo de cierre en la entrada de la mezcladora.

LLDPE:

El torque registrado para este material al ingresarlo en la cámara de mezclado fue de 6,6 Nm en un tiempo de 0,23 minutos. El tiempo de fusión está dado entre los puntos A y X que fue de 3,93 minutos. En el minuto 9,70 el material comenzó el proceso de degradación.

PP:

Punto de torque máximo durante la carga de este material fue registrado a los 0,27 minutos de la prueba y con 44,4 Nm. El tiempo de fusión está registrado entre los puntos A y X en 4,73 minutos a una temperatura de 224 °C.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

El estudio de las características reológicas de estos materiales en este equipo, reómetro de torque, son consideradas mediciones relativas ya que este equipo se adapta a condiciones de procesos en la vida real como son el caso de mezcladoras y extrusoras.

Los polímeros fundidos son fluidos No-Newtonianos, por lo que la viscosidad depende de la velocidad de corte que es aplicada, la cual puede ser ajustada en

este equipo al variar las velocidades del rotor.

Como ya se expuso los resultados generados son relativos. La forma compleja de la cámara de mezclado, las cuchillas y el control de la temperatura, hace que los resultados de diferentes muestras sean comparados únicamente con los de un equipo con los sensores de medición iguales y del mismo fabricante. Pruebas hechas en cierto equipo son comprobables a pruebas anteriores del mismo material bajo las mismas condiciones y con el mismo equipo. Y se basan las comparaciones sobre reogramas estándar previamente realizados y acordados por todas las partes del proceso, comenzando desde el proveedor de la materia prima.

Dos muestras que difieren entre ellas en si viscosidad resultan en reogramas con curvas de torque y temperaturas de fundido diferentes haciéndolas difíciles de comparar entre ellas.

Los reogramas generados en las pruebas incluyen del torque total, representando el área bajo la curva define el momento y la cantidad de trabajo necesario en el procesamiento de dicho material.

Las características de tiempo, temperatura, torque y energía son los mayores factores para determinar las condiciones de procesamiento.

Recordando que la viscosidad del material bajo estudio está relacionado de manera directa al torque generado. Para determinar el esfuerzo cortante, velocidad de corte y viscosidad se deberán usar las ecuaciones formuladas por Goodrich and Porter y las dimensiones del equipo. Las cuales no se realizaron en este trabajo de grado ya que es estudio aparte.

Glosario

- **Viscosidad aparente:** la relación esfuerzo cortante y velocidad de corte.
- **Esfuerzo cortante:** fuerza aplicada sobre unidad de área (Pa).

- **Velocidad de corte:** cambio de la deformación en una unidad de tiempo (s^{-1}).

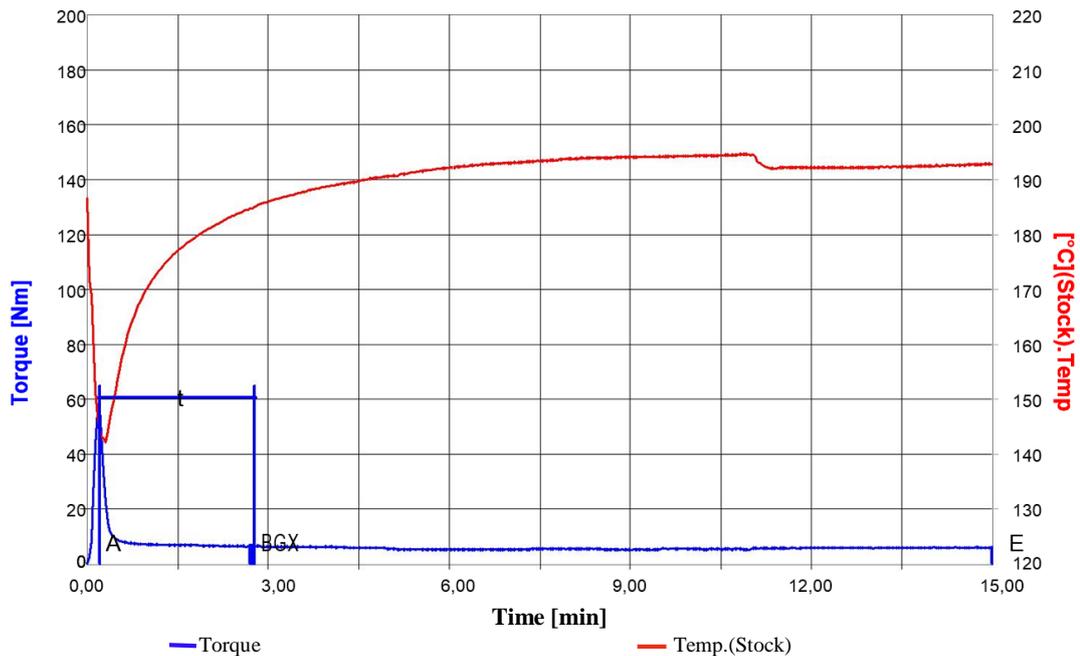
- **Reograma:** curva Torque vs Tiempo vs Temperatura.

Referencias

- [1] ASM Internacional, Characterization and Failure Analysis of Plastics, Ohio, USA: ASM Internacional, 2003.
- [2] Brabender GmbH & Co., *Plastograph EC "Plus" Instruction Manual*, Duisburg: Brabender GmbH & Co., 2009.
- [3] Ampacet, *Assesing the Stable Process Time of Formulations Employing Torque Rheometry*, Tarrytown, NY: Ampacet Corporation, 2010.
- [4] C. W. MACOSKO, *Rheology Principles, Measurements, and Applications*, New York, NY: Publishers, Inc., 1994.
- [5] V. SHAH, *Handbook of Plastics Testing and Failure 3ra, Ed*, Hoboken, New Jersey: John Wiley & Son, Inc, 2007.
- [6] M. y. R. S. K. CHANDA, *Plastics Technology Handbook*, 4th Ed., Boca Ratón, FL.: Taylor & Group, 2007.
- [7] ASTM Internacional, *Standard Test Method for Powder-Mix Time of Poly(Vinyl Chloride) (PVC) Resins Using a Torque Rheometer, D 2396*, 1999.
- [8] R. Brown, *Handbook of Polymer Testing*, Shawbury-UK: Rapra Technology Limited, 2002.

BRABENDER® Plastogram
PLASTI-CORDER and Mixer Measuring Head
Behaviour / Version 4.2.10

Order	: UPS	Speed	: 80 rpm
Operator	: ANDRES	Mixer Temp.	: 190 °C
Date	: 06/06/2014	Start Temp.	: 187 °C
Drive Unit	: Plastograph EC Plus	Meas. Range	: 200 Nm
Mixer	: W 50 EHT – 3 Zones	Damping	: 1
Loading Chute	: Manual + 5 kg	Test Time	: 15,00 m
Sample	: HDPE	Sample Mass	: 35,0 g
Additive	:	Code Number	: 4



Note

PRUEBA 1 PARA TESIS, TEMP Y VELOCIDAD SEGÚN “EXTRUSION PROCESSING DATA”

Name	Time [min]	Torque [Nm]	Stock Temp. [°C]
Loading Peak A	0,20	56,8	144
Minimum B	2,70	6,5	185
Inflection Point G	2,73	6,5	185
Maximum X	2,77	6,5	185
End E	15,00	6,1	193

Integration / Energy

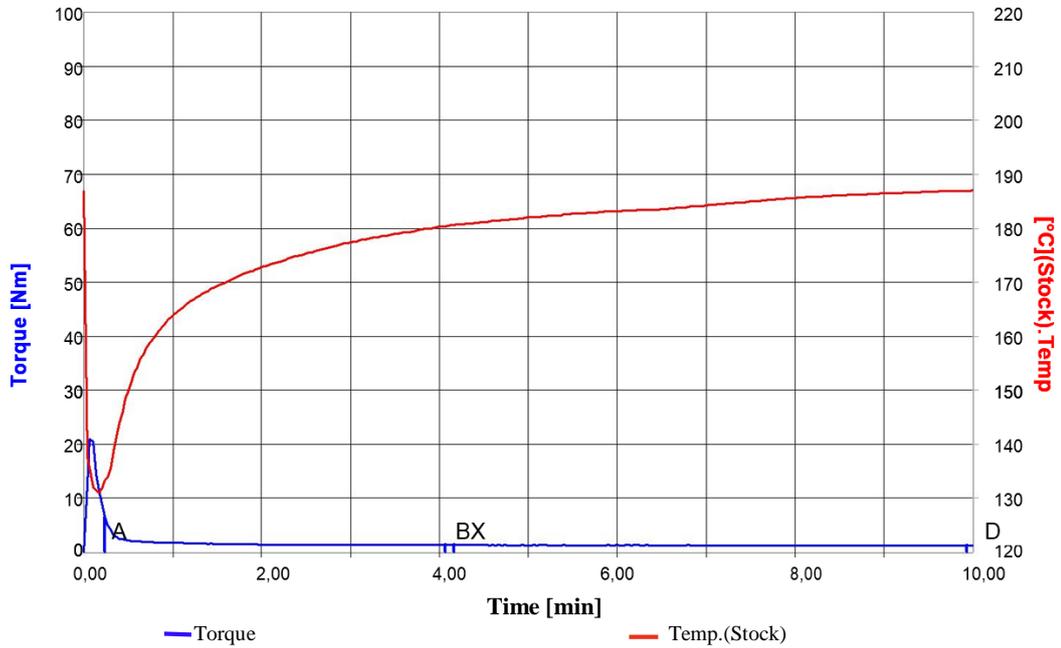
Loading Peak	to Minimum	A - B	10,6 [kJNm]
Minimum	to Maximum	B - X	0,2 [kJNm]
Maximum	to End	X - E	35,4 [kJNm]
Loading Peak	to Maximum	A - X	10,8 [kJNm]
Loading Peak	to End (W)	A - E	6,2 [kJNm]
Specific Energy(W/Sample Mass)			1321,2 [kJNm/kg]
Gelation Area above B		B - X	0,0 [kJNm]

Results

Fusion Time t	A - X	2,57 [min]
Gelation Speed v		0,5 [Nm/min]

BRABENDER® Plastogram
PLASTI-CORDER and Mixer Measuring Head
Behaviour / Version 4.2.10

Order	: UPS	Speed	: 30 rpm
Operator	: ANDRES	Mixer Temp.	: 190 °C
Date	: 06/06/2014	Start Temp.	: 187 °C
Drive Unit	: Plastograph EC Plus	Meas. Range	: 100 Nm
Mixer	: W 50 EHT – 3 Zones	Damping	: 1
Loading Chute	: Manual + 5 kg	Test Time	: 10,00 m
Sample	: LLDPE	Sample Mass	: 35,6 g
Additive	:	Code Number	: 2



Note

PRUEBA 1 PARA TESIS, TEMP Y VELOCIDAD SEGÚN “EXTRUSION PROCESSING DATA”

Name	Time [min]	Torque [Nm]	Stock Temp. [°C]
Loading Peak A	0,23	6,6	133
Minimum B	4,07	1,3	180
Maximum X	4,17	1,3	181
Decomposition E	9,93	1,3	187

Integration / Energy

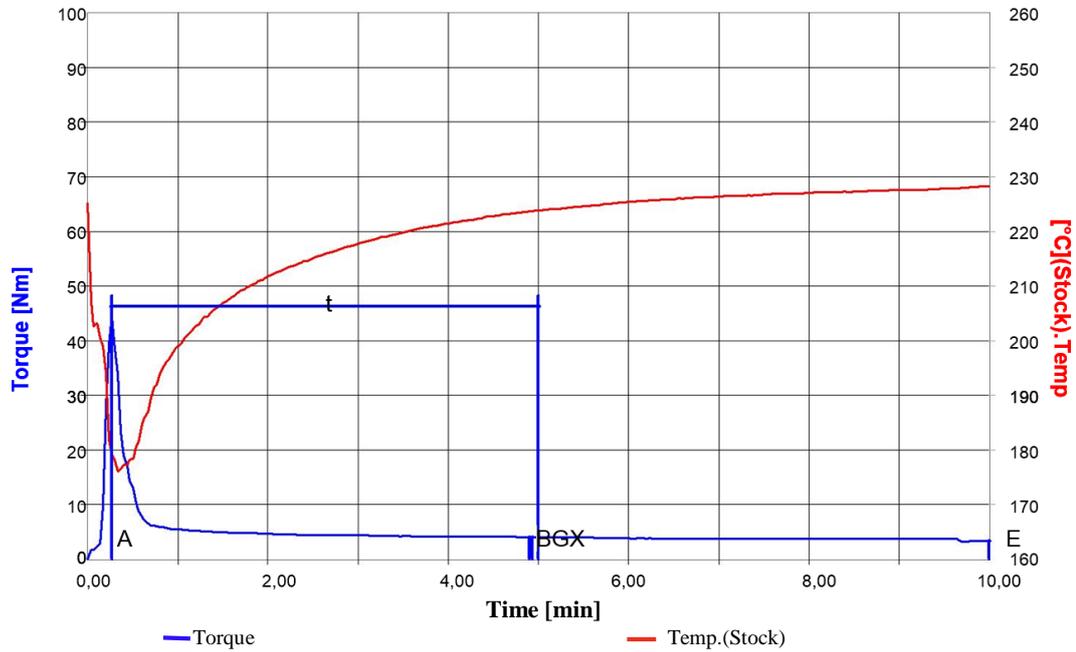
Loading Peak	to Minimum	A - B	1,2 [kJNm]
Minimum	to Maximum	B - X	0,0 [kJNm]
Maximum	to End	X - D	1,4 [kJNm]
Loading Peak	to Maximum	A - X	1,2 [kJNm]
Loading Peak	to End (W)	A - D	2,6 [kJNm]
Specific Energy (W/Sample Mass)			72,6 [kJNm/kg]

Results

Fusion Time t	A - X	3,93 [min]
Decomposition Time tD	A - D	9,70 [Nm/min]

BRABENDER® Plastogram
PLASTI-CORDER and Mixer Measuring Head
Behaviour / Version 4.2.10

Order	: UPS	Speed	: 60 rpm
Operator	: ANDRES	Mixer Temp.	: 230 °C
Date	: 06/06/2014	Start Temp.	: 226 °C
Drive Unit	: Plastograph EC Plus	Meas. Range	: 100 Nm
Mixer	: W 50 EHT – 3 Zones	Damping	: 1
Loading Chute	: Manual + 5 kg	Test Time	: 10,00 m
Sample	: PP	Sample Mass	: 34,0 g
Additive	:	Code Number	: 1



Note

PRUEBA 1 PARA TESIS, TEMP Y VELOCIDAD SEGÚN “EXTRUSION PROCESSING DATA”

Name		Time [min]	Torque [Nm]	Stock Temp. [°C]
Loading Peak	A	0,27	44,4	179
Minimum	B	4,90	4,1	224
Inflection Point	G	4,93	4,1	224
Maximum	X	5,00	4,1	224
End	E	10,00	4,1	228

Integration / Energy

Loading Peak	to Minimum	A - B	9,9 [kJNm]
Minimum	to Maximum	B - X	0,2 [kJNm]
Maximum	to End	X - E	7,4 [kJNm]
Loading Peak	to Maximum	A - X	10,0 [kJNm]
Loading Peak	to End (W)	A - E	17,2 [kJNm]
Specific Energy(W/Sample Mass)			507,2 [kJNm/kg]
Gelation Area above B		B - X	0,0 [kJNm]

Results

Fusion Time t	A - X	4,73 [min]
Gelation Speed v		0,8 [Nm/min]

5.3.4 CORTADOR ABRASIVO MEGA M250 (PACE TECHNOLOGIES)

Cortador Abrasivo MEGA M250

José Guerrero, Andrés Beltrán.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de **Ingeniería Mecánica**

Asignatura: **Análisis de Polímeros**, Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: **D-M- A**

1. Presentación de la práctica

La metalografía es la ciencia que estudia las características estructurales o de constitución de un metal o una aleación para de esta manera relacionar tanto las propiedades físicas como mecánicas.

El primer paso para la preparación de una muestra en un análisis metalográfico y su micro estructura es la adecuada localización de la sección a ser estudiada. La técnica de corte es la más usada para extraer el área de interés. La operación de corte busca maximizar los efectos deseables y minimizar los efectos adversos.

Fig. 1: Cortador Abrasivo MEGA M250



Fuente: www.metallographic.com

Esta práctica constara en tomar muestras de cuatro materiales diferentes, Aluminio, Cobre, Bronce y Acero. Para lo cual se hará uso de los discos de corte adecuados a cada material, así como parámetros adecuados en función del equipo del laboratorio.

² Trabajo de grado de la Carreara de Ingeniería Mecánica, correo electrónico: jguerrero@est.ups.edu.ec

2. Requisitos, precauciones y evaluación

Requisitos

Lecturas recomendadas:

- Norma ASTM E3-03.
- Norma ASTM E7-03.
- Metallographic Handbook [1].
- Metallographic and Materialographic Specimen Preparation [2].
- Manual de usuario del equipo.

Precauciones

Verificación de la alimentación de los equipos: En esta sección se debe recomendar a la persona que va a realizar la práctica que tome las debidas precauciones antes de poner en marcha los equipos.

Evaluaciones

Se debe recordar que antes de proceder con el ensayo en cuestión se realiza una verificación por parte del instructor de los conocimientos teóricos y prácticos para el funcionamiento del equipo que garanticen la seguridad del operario así como del equipo. Para lo cual se evaluara:

Principio de funcionamiento del equipo.

- La norma a seguir en esta práctica.
- Normas de seguridad en los laboratorios.
- Datos técnicos del material a ensayar.

3. Objetivos

- Extraer las muestras para ser analizadas siguiendo la guía de la

norma ASTM E3, punto 7.1.2, y el manual de usuario.

- Elegir el disco de corte correcto para el material respectivo.
- Fijar las características de corte según el equipo el equipo MEGA M250.

4. Equipos, instrumentos y software

Tabla 1: Equipos, instrumentos y software

Descripción	Marca	Serie
Cortador abrasivo	Pace Technologies	MEGA M250
Entenalla	Pace Technologies	QCL-1000
Discos abrasivos	Pace Technologies	-

Fuente: Autor

5. Exposición

La elección de la muestra es de suma importancia, ya que esta debe ser representativa del material a estudiar, aunque en muchas ocasiones no se le da la importancia del caso. Estas probetas deben ser demostrar las características del metal a probar y desempeñar el fin de su uso, como puede ser el caso de una pieza rota o deformada y las causas de porqué se dieron estos fenómenos, la muestra necesariamente debe tomarse de la región específica de la fractura o deformación, así suministrando la mayor y mejor información posible. De esta forma comparar la muestra tomada de la región afectada con una muestra de una sección normal [1].

Estos discos son hechos de un conglomerado de un abrasivo tipo como la rueda de un esmeril. El enfriamiento es dado manteniendo a la probeta sumergida en agua u otro tipo de refrigerante líquido. Con una adecuado elección del disco de corte y una buena refrigeración se evita que la estructura de la probeta cortado cambie debido a las altas temperaturas alcanzadas durante en corte en sí mismo, al menos en la

superficie de la pieza donde se hace el corte.

Fig. 2: Discos de corte para requerimientos específicos



Fuente: Metallographic Handbook.

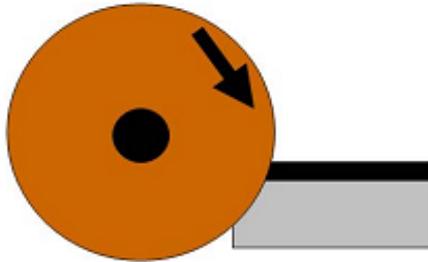
El corte y seccionamiento por medio de discos abrasivos son usados generalmente en materiales dúctiles, como por ejemplo metales, plásticos, matrices poliméricas con compuestos, matrices metálicas con compuestos y cauchos. La elección de un adecuado disco de corte se necesita de un adecuado conocimiento de la relación entre las partículas abrasivas y su aglutinante con las propiedades de la muestra a ser estudiada [3 Gells Kay].

➤ RECOMENDACIONES PARA PROCESO DE CORTE [3]:

- Seleccionar el disco abrasivo de corte adecuado.
- Asegurar correctamente la muestra para evitar daños en el disco, muestra y principalmente el usuario.
- Trabajar con la velocidad de corte óptima.
- Usar una fuerza constante así como una velocidad de avance optima de acuerdo al material de la muestra.
- Cuando se corte materiales con recubrimientos, orientar la muestra para que el disco corte entrando por

el recubrimiento, para mantener el recubrimiento en compresión.

Fig. 3: Corte de muestras con recubrimiento

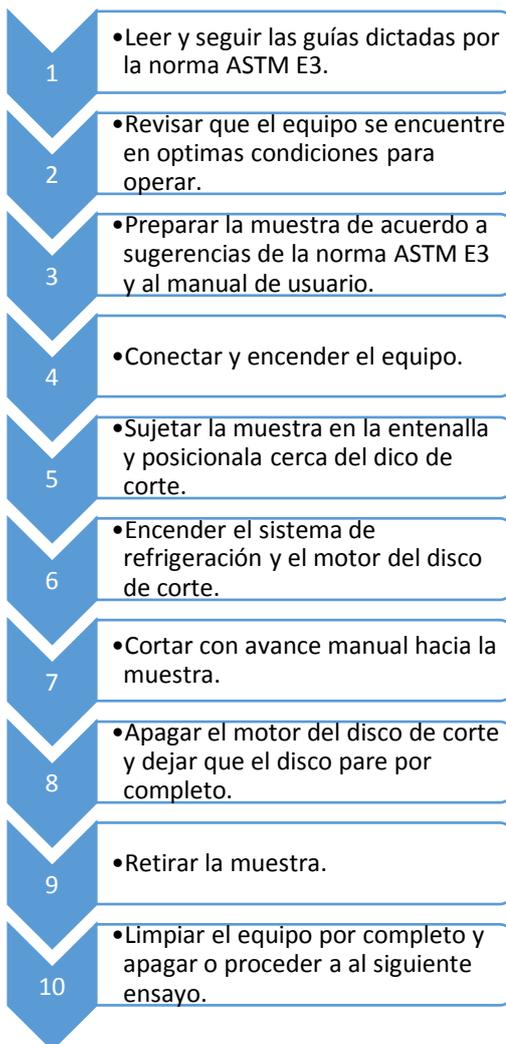


Fuente: Metallographic Handbook.

6. Proceso y procedimiento

6.1 Proceso

Fig. 4: Proceso a seguir para extracción de muestras.



Fuente: Autor

6.2 Procedimiento

6.2.1 Parámetros de Corte:

- **RPM del Disco de Corte:** según la el equipo es de 3400rpm, esto varía según el diámetro del disco de corte.
- **Velocidad del disco de corte:** es un dato fijo ya que está en función de las rpm de motor del equipo y el diámetro del disco, se calcula mediante la siguiente.

$$V = \frac{rpm \cdot \pi \cdot \text{ØDisco}(mm)}{60 \cdot 1000} = m/s$$

- **Fuerza:** está relacionado con el grado del disco (duro/suave), material de la muestra, arco de contacto.
- **Velocidad de avance:** debe estar entre los 0.005-5 mm/s. Esto es controlado por el operario y tiene relación con la fuerza de corte.
- **Arco de contacto:** preferentemente debe estar entre 12-50mm. Como regla general la muestra se debe ser posicionada para que el arco de contacto sea el menor posible.

Los pasos a seguir para la operación de corte usando el equipo MEGA M250 de corte abrasivo se detallan a continuación.

1. Encender el equipo desde el interruptor principal. (derecha del equipo). Figura 5.

Fig. 5: Interruptor principal

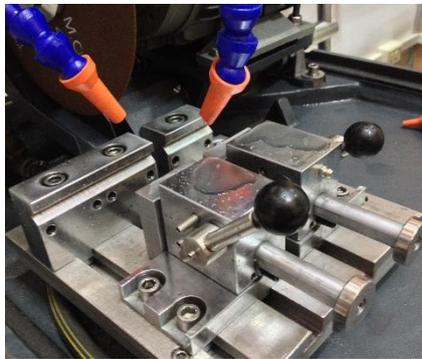


Fuente: Autor

2. Colocar el disco adecuado para cada tipo de material según los procedimientos del manual de usuario.

3. Posicionar correctamente la muestra en la entenalla y cerca del disco de corte. Figura 6.

Fig. 6: Sistema de sujeción de la muestra



Fuente: Autor

4. Encender la bomba de refrigeración y el motor del disco de corte. Figura 7.

Fig. 7: Panel de control



Fuente: Autor

5. Proceder a cortar de forma manual, por medio de la palanca del motor. Figura 8.

Fig. 8: Palanca motor/disco de corte

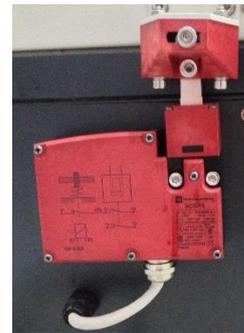


Fuente: Autor

6. Apagar la bomba de refrigeración y motor del disco de corte. Figura 7.

7. Abrir la cubierta y retirar la muestra ya extraída. Tomar en cuenta que la cubierta no podrá ser abierta si hasta 5 segundos después que el disco halla parado completamente, debido al dispositivo de seguridad que se muestra en la figura 9.

Fig. 9: Dispositivo de seguridad de la cubierta



Fuente: Autor

8. Limpiar el equipo según el manual de usuario. El fabricante recomienda dejar la cubierta abierta si el equipo para minimizar los efectos de corrosión por el refrigerante.

Tabla 2: Discos de corte sugeridos

Material	Disco
Aluminio	MAX-C o MAX-I series
Cobre	MAX-C o MAX-I series
Bronce	MAX-C o MAX-I series
Acero	MAX-D o MAX-I series

Fuente: Metallographic Handbook.

7. Resultados y/o discusión

7.1 Resultados

Los objetivos que se buscan en la etapa de seccionamiento y extracción de muestras son:

- Un corte plano y lo más cerca posible del área de interés.
- Mínimo daño en la microestructura.

ALUMINIO

Fig. 10: Muestra extraída



Fuente: Autor

Fig. 11: Disco MAX D250 (5x)



Fuente: Autor

COBRE

Fig. 12: Muestra extraída



Fuente: Autor

Fig. 13: Disco MAX D250 (5x)



Fuente: Autor

LATON

Fig. 14: Muestra extraída



Fuente: Autor

Fig. 15: Disco MAX D250 (5x)



Fuente: Autor

ACERO

Fig. 16: Muestra extraída



Fuente: Autor

Fig. 17: Disco MAX D250 (5x)



Fuente: Autor

7.2 Discusión

El proceso de corte y extracción por abrasivos y que fue usado en esta práctica es el método más común usado para la el análisis metalográfico rutinario por su rapidez, exactitud, y costo. A pesar de que se haya cumplido con todos los pasos al detalle, siempre habrá influencia del corte sobre la muestra como:

- Manchado de metal (plásticamente deformada).
- Zonas afectadas por el calor (quemando durante el corte).
- Daño sub superficial excesiva (agrietamiento en la cerámica).
- Daños en las fases secundarias (por ejemplo, hojuelas de grafito, nódulos o grano pull-out).

El objetivo de la operación de corte es la de maximizar los efectos deseados mientras minimizar los efectos indeseables.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

De acuerdo a los resultados ya expuestos y en cada una de las muestras se pudo observar que se consiguió los objetivos de reducir los daños o alteraciones en las muestras, para de esta manera reducir los pasos para llegar a revelar las microestructuras en cada uno de los materiales trabajados.

El daño a la muestra durante el proceso de seccionamiento depende del material de donde se toma la muestra como tal, el tipo de artefacto que se usa para el proceso de corte, los parámetros de velocidad y avances de corte y el tipo y cantidad de refrigerante usado, en muchos caso el daño es ineludible por lo que se deberán remover con los pasos posteriores en la preparación de la

muestra como son el lijado y el pulido final.

Recomendaciones

Seguir las recomendaciones de manual de metalografía “Metallographic Handbook” por Donald Zipperian, expuestas en el capítulo 11 Preparación de Muestras Metalográficas.

Para lo cual el laboratorio deberá mantener y aumentar los consumibles usados en los procesos de corte, como son los discos de corte aglomerados.

Glosario

- **Manchado:** deformación plástica del material.
- **Fases:** regiones homogéneas que dependen de la composición.
- **Arco de contacto:** Línea/Área de contacto del disco con la muestra.

Referencias

- [1] D. C. P. ZIPPERIAN, Metallographic Handbook, Tucson, Arizona: Pace Technologies, 2011.
- [2] K. Geels, Metallographic and Materialographic Specimen Preparation, Light Microscopy, Image Analysis and Hardness Testing, West Conshohocken, PA: ASTM International, 2007.
- [3] ASM International, Metallographic and Microstructures Vol. 9, Materials Park, OH: ASM International, 1985.
- [4] ASTM Internacional, *Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens, E 3*, 2001.
- [5] ASTM Internacional, *Standard Terminology Relating to Metallographic, E 7*, 2003.

- [6] Pace Technologies, *Mega M-250*, Tucson, AZ: PACE Technologies, 2014
- [7] Escuela Colombiana de Ingeniería "Julio Garavito", *Metalografía Protocolo*, Bogota: ECI Julio Garavito, 2011.
- [8] S. O'Flaherty, «Digital Imaging: A Powerful Quality Tool for Material Analysis,» *Advanced Materials & Processes*, vol. 169, n° 2, p. 19, 2001.

5.3.5 PRENSA PARA ARMAR PROBETAS, TERAPRESS (PEACE TECHNOLOGIES)

Montaje de Probetas TERAPRESS

José Guerrero, Andrés Beltrán.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de [Ingeniería Mecánica](#)

Asignatura: [Análisis de Polímeros](#), Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: [D-M- A](#)

1. Presentación de la práctica

Montaje o embebido es un proceso en el cual la muestra es encapsulada para facilitar y mejorar la preparación de la misma. El propósito del montaje está basado en los siguientes puntos:

- La muestra es muy pequeña y difícil de manejar.
- La muestra tiene una forma irregular y el montaje ayuda a asegurar la superficie a ser estudiada.
- Ayuda en la retención de los filos de la muestra así como su planitud.
- La muestra puede ser frágil tener grietas o poros, el montaje ayuda a estabilizarla.
- En el pulidor automático es necesario una forma estándar.

Fig.1: Prensa para montaje de probetas



Fuente: www.metallographic.com

Esta práctica constara en tomar las muestras extraídas de la práctica de corte

² Trabajo de grado de la Carreara de Ingeniería Mecánica, correo electrónico: jguerrero@est.ups.edu.ec

de probetas y montarlas usando un material plástico moldeable usando presión y calor. Los materiales de las muestras son Aluminio, Cobre, Bronce y Acero.

2. Requisitos, precauciones y evaluación

Requisitos

Lecturas recomendadas:

- Norma ASTM E3-03.
- Norma ASTM E7-03.
- Metallographic Handbook [1].
- Metallographic and Materialographic Specimen Preparation [2].
- Manual de usuario del equipo.

Precauciones

Verificación de la alimentación de los equipos: En esta sección se debe recomendar a la persona que va a realizar la práctica que tome las debidas precauciones antes de poner en marcha los equipos.

Evaluaciones

Se debe recordar que antes de proceder con el ensayo en cuestión se realiza una verificación por parte del instructor de los conocimientos teóricos y prácticos para el funcionamiento del equipo que garanticen la seguridad del operario así como del equipo. Para lo cual se evaluara:

Principio de funcionamiento del equipo.

- La norma a seguir en esta práctica.
- Normas de seguridad en los laboratorios.
- Datos técnicos del material a ensayar.

3. Objetivos

- Montaje de las muestras para ser analizadas siguiendo la guía de la norma ASTM E3, punto 9.4.3, y el manual de usuario.
- Elegir el plástico de montaje adecuado.
- Fijar las características adecuadas para el montaje de cada material en el equipo TERAPRESS Mounting Press.

4. Equipos, instrumentos y software

Tabla 1: Equipos, instrumentos y material

Descripción	Marca	Serie
Prensa de Montaje	Pace Technologies	TERAPRESS
Resina	Pace Technologies	CM-1001B-25

Fuente: Autor

5. Exposición

El montaje por compresión en caliente indica que una muestra es colocada con una resina dentro de un cilindro dentro del equipo de montaje y puesta bajo presión por un tiempo específico. La resina se polimeriza alrededor de la muestra, y luego de un proceso de refrigeración, la muestra ya montada puede ser extraída de la prensa.

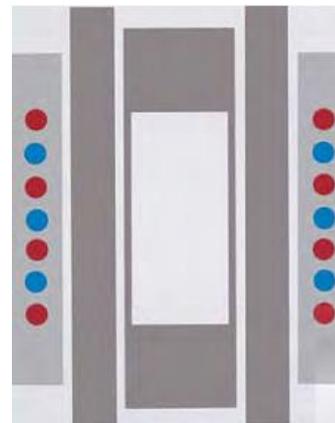
Calor, presión y refrigeración son necesarios para hacer un montaje en resinas en este procedimiento.

La temperatura debe estar dentro del rango de 100 – 200 °C y la refrigeración debe estar desde la temperatura máxima hasta aproximadamente 60°C, en un tiempo razonable. La refrigeración es necesario para termoplásticos, pero incluso en termoestables de debe refrigerar hasta 60 °C bajo presión para asegurar el más bajo índice de contracción de la resina. La fuerza de presión en el proceso debe estar dentro del rango de 1 – 50 KN, tratando de

mantener una presión entre 10 – 30 MPa dentro del cilindro de montaje para diámetros de 25 a 50 mm.

El principal componente del equipo de montaje es la unidad de calentamiento y refrigeración en el cilindro o molde. Los componentes son; cilindro y pistón, tapa de cerrado, sistema de calentamiento y enfriamiento. Figura 2.

Fig. 2: Esquema de los sistemas de calentamiento y refrigeración



Fuente: Metallographic y Materiallographic Specimen Preparation

Las principales resinas para el montaje son:

- Resinas fenólicas.
- Resinas acrílicas.
- Resinas de ftalato de dialilo.
- Resinas epoxi.
- Resinas conductoras (fenólicas con cobre o grafito).

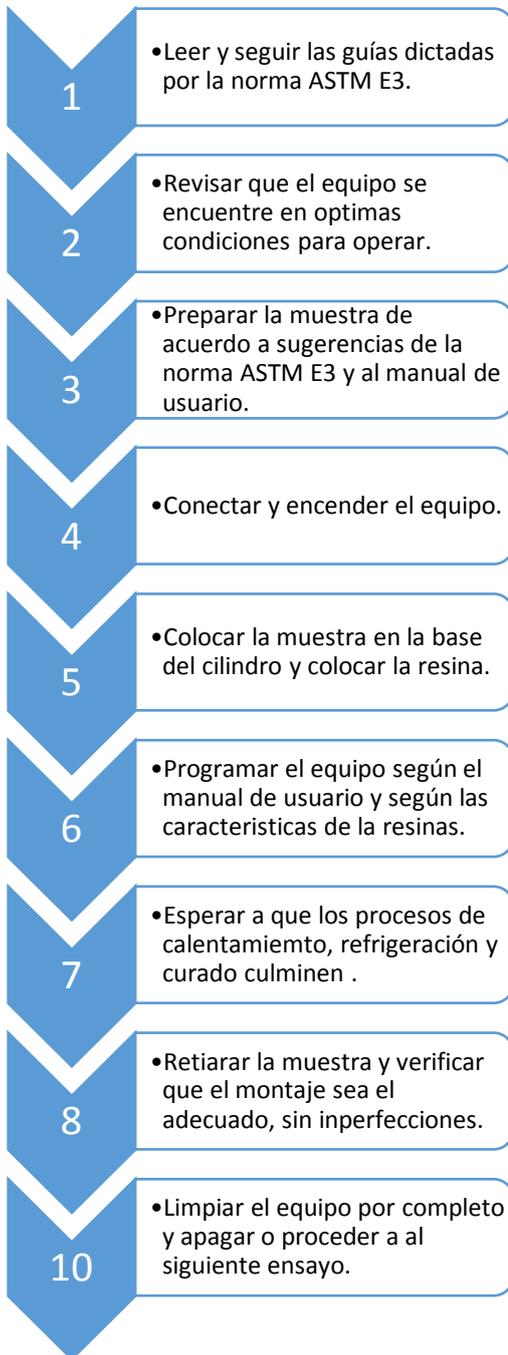
NOTA DE SALUD:

Las resinas de montaje generalmente no son peligrosas, pero la información de seguridad siempre debe estar disponible para ser estudiado antes de su uso. Vapores pueden ser generados al calentarse el material pudiendo producir irritaciones; especialmente vapores de fenólicos que pueden contener formaldehídos que deben ser evitados. Contactos muy prolongados con materiales fenólicos y epóxidos pueden causar irritaciones y sarpullidos.

6. Proceso y procedimiento

6.1 Proceso

Fig. 3: Proceso a seguir para montaje.



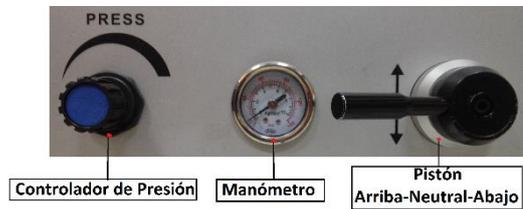
Fuente: Autor

6.2 Procedimiento

En esta sección se hará una descripción del uso del programa del equipo y sus controles.

1. Bajar el pistón con la palanca mostrada en la figura 4, para liberar la presión.

Fig. 4: Controles



Fuente: Autor

2. Girar mango de la tapa, para retirarla, levantarla la tapa y desplazarla hacia un costado. Figura 5.

3. Levantar el pistón y colocar la muestra metalográfica sobre este pistón. Figura 5.

Fig. 5: Tapa, pistón y cilindro.



Fuente: Autor

4. Bajar pistón y colocar la resina de polvo fenólico (Bakelita) con el embudo. Seguir los parámetros para este material según la tabla 2.

Tabla 2: Polvos fenólicos

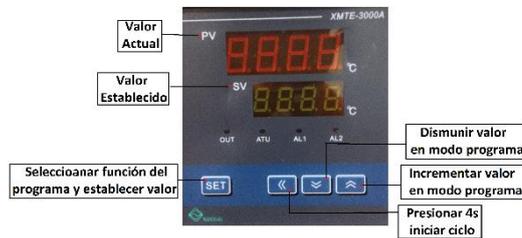
Parámetros	1 pulg	1.25 pulg	1.5 pulg	2 pulg
Temp. (°C)	200	200	200	200
Fuerza(MPa)	0.60	0.65	0.75	0.80
Tiempo (min)	8	10	12	12
Resina (g)	10.2	16	23	40.8

Fuente: Manual de Usuario

5. Cerrar cámara de moldeo con la tapa y subir pistón.

6. Ajustar parámetros en el panel de control. Figura 6.

Fig. 6: Panel de control



Fuente: Autor

7. Para entrar al modo programa use el botón "SET" para establecer parámetro o la temperatura usando los botones arriba y abajo.
8. Usar el botón "SET" para seleccionar el parámetro (tiempo) e ingresar el tiempo en minutos hasta 999 min.
9. Para cambiar la temperatura de enfriamiento, presionar el botón "SET" y mantenerlo presionado por 5 segundos. Ajustar la temperatura de al estableciéndola bajo el parámetro AL2.
10. Para ajustar la temperatura de mantenimiento presionar el botón "SET" por 5 segundos. Ajustar ALT temperatura de mantenimiento. Salir con el botón "SET".
11. Para salir del modo programa presionar "SET".
12. Comenzar el programa (ciclo) manteniendo presionado el botón "SET" por 4 segundos.
13. Para mayor información revisar manual de usuario páginas 10-13.
14. Retirar la muestra ya montada y revisarla por imperfecciones.
15. Limpiar el equipo de acuerdo al manual de usuario.

Consejo: aumentar la temperatura mejora las propiedades del montaje

7. Resultados y/o discusión

7.1 Resultados

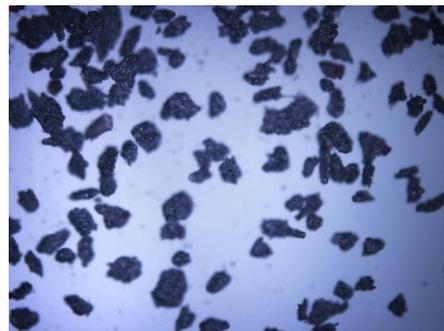
Para los resultados se comenzara por presentar a el material de montaje utilizado en forma de polvo y como se ve luego de haber sido procesado.

Fig. 7: Polvo fenólico (Bakelita)



Fuente: Autor

Fig. 8: Gránulos de bakelita, (5x)



Fuente: Autor

Fig. 9: Bakelita procesada bajo calor y presión (50x)



Fuente: Autor

ALUMINIO

Fig. 10: Muestra Aluminio



Fuente: Autor

Fig. 11: Muestra Aluminio montada



Fuente: Autor

COBRE

Fig. 12: Muestra Cobre



Fuente: Autor

Fig. 13: Muestra Cobre montada



Fuente: Autor

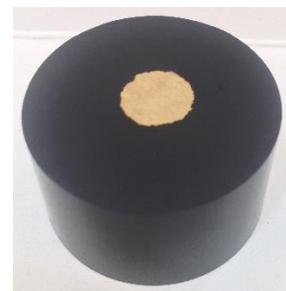
LATÓN

Fig. 14: Muestra Latón



Fuente: Autor

Fig. 15: Muestra Latón montada



Fuente: Autor

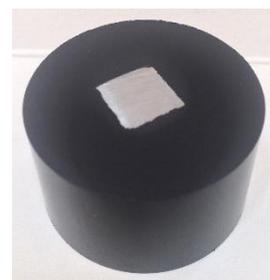
ACERO

Fig. 16: Muestra Acero de Transmisión



Fuente: Autor

Fig. 17: Muestra Acero montada



Fuente: Autor

7.2 Discusión

Los montajes en cada una de las muestras resultaron idóneas usando los parámetros descritos en la tabla 2, para montajes de 1.25 pulgadas. En cada una de las probetas se procedió de igual forma y con la misma metodología.

Como resultado se obtuvieron montajes de excelente calidad al no percibir irregularidades de ningún tipo en ninguna de las probetas o de los montajes.

Para corroborar los resultados se tomaron imágenes de los bordes entre la muestra y la resina.

Fig. 18: Borde entre muestra y resina (10x)



Fuente: Autor

Como se puede ver en la figura no existen cavidades o hendiduras en la unión del aluminio y la resina así demostrando que el proceso y los parámetros del mismo fueron los adecuados.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

- Se realizó correctamente el montaje de las muestras siguiendo la guía de la norma ASTM E3-2001.
- Los parámetros usados para esta resina de acuerdo a la bibliografía recomendada y al manual de

usuario son los adecuados para su procesamiento.

- Se programó el equipo para trabajar bajo las condiciones que la muestra y la resina requerían para obtener un adecuado montaje.

Recomendaciones

Es necesario tomar los debidos cuidados al trabajar con este equipo ya que las temperaturas y las presiones son bastante altas y la mala manipulación del equipo puede causar daños a los operarios y al mismo equipo.

Al momento de extraer el la muestra ya montada del molde se deberá usar equipo de protección como guantes y gafas ya que aire puede quedar atrapado bajo el montaje y el mismo puede salir expulsado a gran velocidad, para lo cual se recomienda colocar una mano con guante sobre la entrada del molde y con la otra subir el pistón lentamente hasta que el montaje se encuentre fuera completamente.

Glosario

- **Resina fenólica:** Resina sintética termoestable, resistente al calor y al agua, formada por condensación del fenol y el formaldehído.
- **Bakelita:** Resina fenólica.

Referencias

- [1] D. C. P. ZIPPERIAN, Metallographic Handbook, Tucson, Arizona: Pace Technologies, 2011.
- [2] K. Geels, Metallographic and Materialographic Specimen Preparation, Light Microscopy, Image Analysis and Hardness

Testing, West Conshohocken, PA:
ASTM International, 2007.

- [3] ASM International, *Metallographic and Microstructures Vol. 9*, Materials Park, OH: ASM International, 1985.
- [4] ASTM Internacional, *Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens, E 3*, 2001.
- [5] ASTM Internacional, *Standard Terminology Relating to Metallographic, E 7*, 2003.
- [6] Pace Technologies, *Terapress TP-7000 Mounting Press*, Tucson, AZ: PACE Technologies, 2010.
- [7] Escuela Colombiana de Ingeniería "Julio Garavito", *Metalografía Protocolo*, Bogota: ECI Julio Garavito, 2011.
- [8] S. O'Flaherty, «Digital Imaging: A Powerful Quality Tool for Material Analysis,» *Advanced Materials & Processes*, vol. 169, nº 2, p. 19, 2001.

5.3.6 PULIDOR AUTOMÁTICO FEMTO 1000, NANO (PEACE TECHNOLOGIES)

Pulidor Automático NANO/FEMTO 1000

José Guerrero, Andrés Beltrán.

Universidad Politécnica Salesiana, Carrera de [Ingeniería Mecánica](#)

Asignatura: [Análisis de Polímeros](#), Cuenca – Ecuador, Fecha de entrega: **D-M- A**

1. Presentación de la práctica

Luego del proceso de corte por lo general la superficie que dañada, el grado o profundidad del daño depende del tipo de corte realizado. Para lo cual es necesario realizar un proceso de pulido de la superficie a analizar de la muestra. Este proceso se lo realiza en tres etapas; ligado grueso, ligado medio/fino y el pulido final, para luego si es necesario hacer un revelado de la micro estructura.

Fig. 1: Pulidor automático FEMTO 1000



Fuente: www.metallographic.com

Esta práctica constara en tomar las muestras extraídas y montadas de las prácticas anteriores. Los materiales de las muestras son Aluminio, Cobre, Bronce y Acero. Y se realizara los proceso de pulido en cada etapa con la

ayuda del el equipo Pulidor automáticos NANO/FEMTO 1000.

2. Requisitos, precauciones y evaluación

Requisitos

Lecturas recomendadas:

- Norma ASTM E3-03.
- Norma ASTM E7-03.
- Metallographic Handbook [1].
- Metallographic and Materialographic Specimen Preparation [2].
- Manual de usuario del equipo.

Precauciones

Verificación de la alimentación de los equipos: En esta sección se debe recomendar a la persona que va a realizar la práctica que tome las debidas precauciones antes de poner en marcha los equipos. Se recomienda el uso de gafas protectoras.

Evaluaciones

Se debe recordar que antes de proceder con el ensayo en cuestión se realiza una verificación por parte del instructor de los conocimientos teóricos y prácticos para el funcionamiento del equipo que garanticen la seguridad del operario así como del equipo. Para lo cual se evaluara:

Principio de funcionamiento del equipo.

- La norma a seguir en esta práctica.
- Normas de seguridad en los laboratorios.
- Datos técnicos del material a ensayar.

3. Objetivos

²Trabajo de grado de la Carreara de Ingeniería Mecánica, correo electrónico: jguerrero@est.ups.edu.ec

- Pulir las muestras para ver y analizar su microestructura siguiendo la guía de la norma ASTM E3, punto 11, manual de usuario, y el capítulo 5 y 6 del libro Metallographic Handbook de Zipperian
- Determinar los parámetros de pulido necesarios en cada una de las tres etapas.

4. Equipos, instrumentos y software

Tabla 1: Equipos, instrumentos y material

Descripción	Marca	Serie
Pulidor Automático	Pace Technologies	FEMTO 1000
Discos de Pulido	Pace Technologies	-
Alumina	Pace Technologies	-

Fuente: Autor

5. Exposición

5.1 Desbaste Mecánico

Un desbaste más efectivo tanto en calidad como en tiempos es el que se realiza por medio de una máquina como la que se presenta aquí, usando abrasivos con partículas cada vez más finas.

En este tipo de procedimientos con el uso de esta máquina se debe tener en cuenta que no ocurra un sobrecalentamiento por una presión excesiva de la probeta sobre el disco giratorio de la máquina ya que esto causaría alteraciones estructurales en las probetas térmicamente tratadas y una exagerada distorsión del metal superficial [3].

Esmerilado Grueso.

El fin de esta etapa en el proceso es de eliminar la superficie de la muestra que quedo expuesta luego del corte de extracción y que quedó deformada por el corte, para así lograr un solo plano ya pulido para las subsecuentes etapas. Se usan abrasivos de grano grueso de 80-

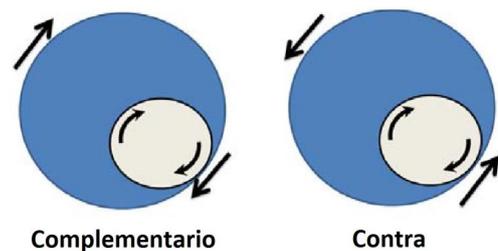
230, de disco de papeles abrasivos al agua.

Para obtener un pulido o esmerilado grueso óptimo se debe tener en cuenta los siguientes parámetros:

- Presión de lijado.
- Velocidad relativa y dirección de lijado.
- Consideraciones de la máquina.

Los parámetros que afectan la preparación de una muestra metalográfica incluyen presión en el lijado/pulido, la distribución en la velocidad relativa entre la muestra y la superficie de lijado y la dirección lijado/pulido en función a la muestra. Figura 2.

Fig. 2: Rotación de Disco/Muestra



Fuente: ZIPPERIAN, Donald C. Ph.D. Metallographic Handbook. 2011.

Esmerilado Mediano y Fino.

Es la parte final del esmerilado, es el mismo procedimiento al anterior pero en ahora con papeles abrasivos de 100-1200 o diamante en pasta desde 3 a 0.25 micrones.

Este es un paso crítico en el proceso de lijado. En este paso se debe remover la sub-superficie. Luego de este procedimiento la verdadera microestructura del material debe aparecer, para luego eliminar el resto de imperfecciones con el pulido final.

5.2 Pulido Mecánico

Con diamante:

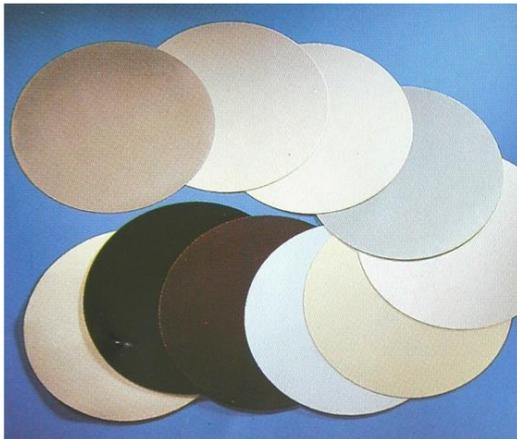
En este paso se debe lograr una eliminación efectiva del material,

obteniendo los mejores resultados con respecto a la planitud de la probeta, esto se realiza en paños especiales en el plato giratorio. La elección del paño y tamaño de grano de la pasta de diamante y el lubricante dependen del material a pulir. Figura 3 y 4.

Con óxidos:

Son generalmente usados en materiales muy blandos y dúctiles como pueden ser SiO₂, Al₂O₃, MgO, que son suspensiones coloidales en una proporción determinada en agua destilada. Figura 3y4.

Fig. 3: Paños de Pulido



Fuente: www.struers.com

Fig. 4: Pulido con óxidos



Fuente: www.struers.com

6. Proceso y procedimiento

6.1 Proceso

Fig. 5: Proceso a seguir para pulido.



Fuente: Autor

6.2 Procedimiento

En esta sección se hará una descripción del uso del programa del equipo.

1. Instalar el disco base en la base (NANO) y colocar el disco de lijado de acuerdo a la tabla (Anexos) del material correspondiente.
2. Encender los equipos FEMTO 1000 y NANO desde la parte posterior.
3. Posicionar el interruptor de palanca en el cabezal FEMTO 1000 en AUTO. Figura 6.
4. Poner la presión aproximada y la velocidad en el cabezal. Figura 6.

Fig. 6: Panel de control FEMTO 1000



Fuente: Autor

5. Colocar las muestras en el soporte del cabezal. Figura 7.

Fig. 7: Soporte de muestras



Fuente: Autor

6. Encender la base NANO usando las velocidades pre-establecidas (SPL=100, SPM=200, SPH=300) de acuerdo a la tabla del material

correspondiente (Anexos) y presionar el botón START/STOP. Figura 8.

Fig. 8: Panel de control FEMTO 1000



Fuente: Autor

7. Ajustar la velocidad y presión del cabezal FEMTO.
8. El cabezal FEMTO y la base NANO se encenderán automáticamente en este modo, pero tendrán que ser apagados cuando el tiempo del proceso se cumpla, presionando el botón START/STOP.
9. Posicionar la manguera de agua sobre el disco de trabajo y ajustar el flujo.
10. Al terminar los pasos requeridos para etapa de lijado continuar con la etapa de pulido según la tabla (Anexos) de cada material.
11. Colocar el disco de pulido y la Alumina.
12. Repetir pasos del 3 al 9.
13. Retirar la muestra del soporte y lavarla en agua para retirar cualquier impureza
14. Para mayor información revisar manual de usuario páginas 15-22.
15. Para más información sobre los procesos en cada material revisar el capítulo 11 del libro “Metallographic Handbook” de Zipperian [X].
16. Limpiar el equipo de acuerdo al manual de usuario.

Nota:

Mantener las velocidades del cabezal FEMTO y la base NANO iguales y en sentido complementario para obtener un mejor resultado.

7. Resultados y/o discusión

7.1 Resultados

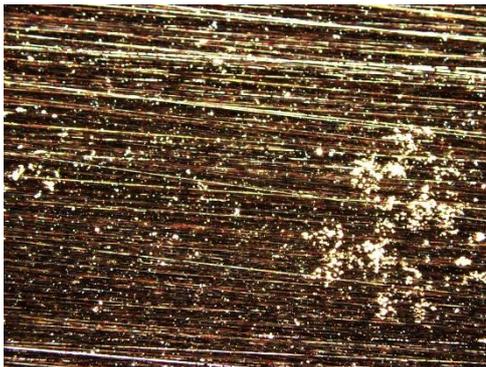
PLANEADO Y LIJADO

Fig. 9: Aluminio 20x



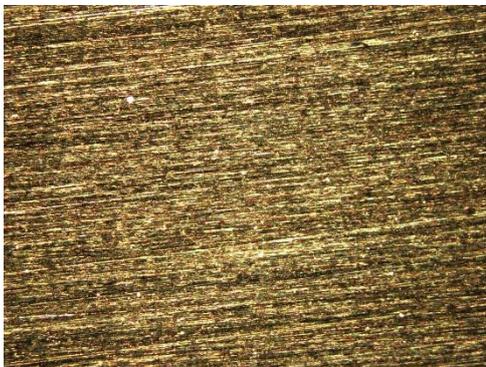
Fuente: Autor

Fig. 10: Cobre 20x



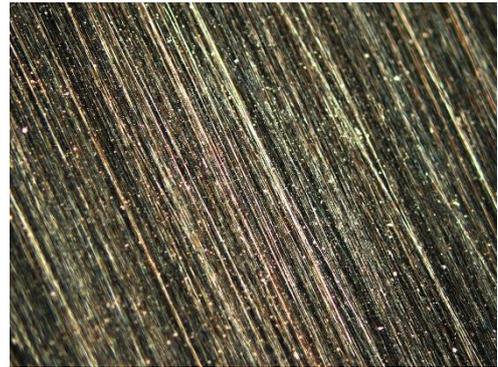
Fuente: Autor

Fig. 11: Latón 20x



Fuente: Autor

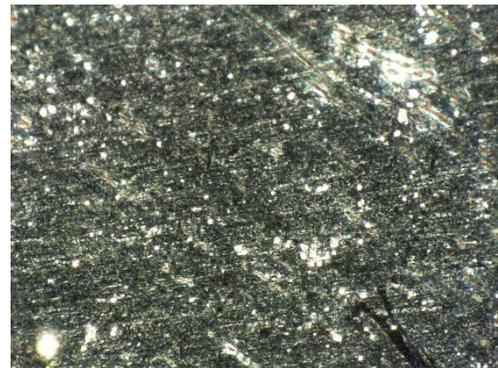
Fig. 12: Acero 20x



Fuente: Autor

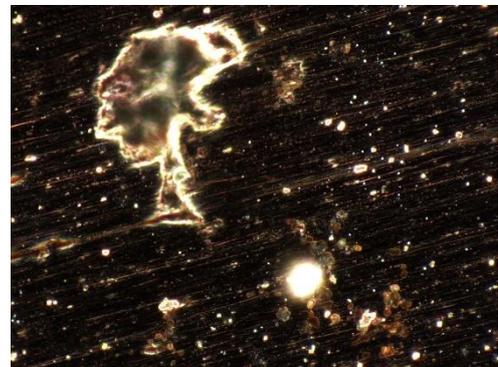
PULIDO GRUESO

Fig. 13: Aluminio 100x



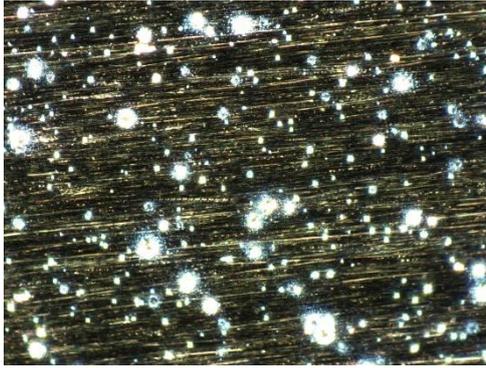
Fuente: Autor

Fig. 14: Cobre 100x



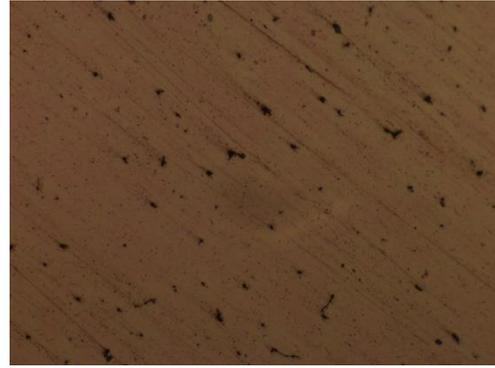
Fuente: Autor

Fig. 15: Latón 100x



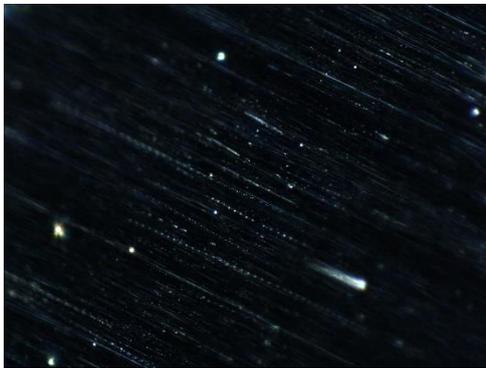
Fuente: Autor

Fig. 18: Cobre 100x



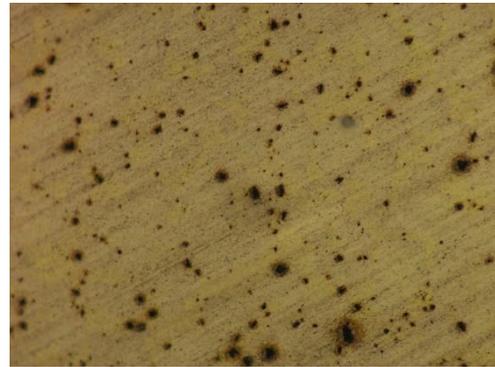
Fuente: Autor

Fig. 16: Acero 100x



Fuente: Autor

Fig. 19: Latón 100x



Fuente: Autor

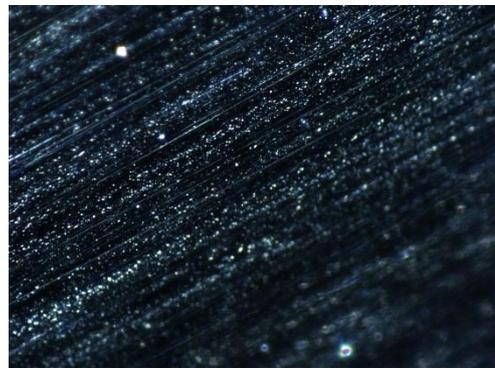
PULIDO FINAL

Fig. 17: Aluminio 100x



Fuente: Autor

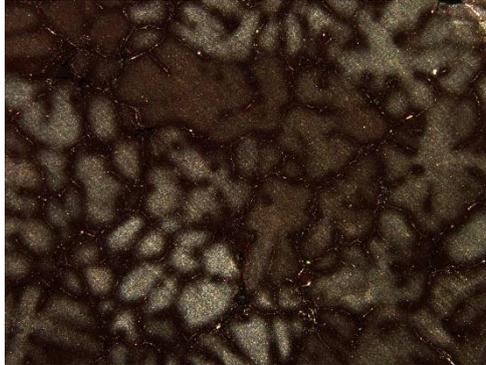
Fig. 20: Acero 100x



Fuente: Autor

REVELADO

Fig. 21: Aluminio 100x, reactivo Acido Fluorhídrico



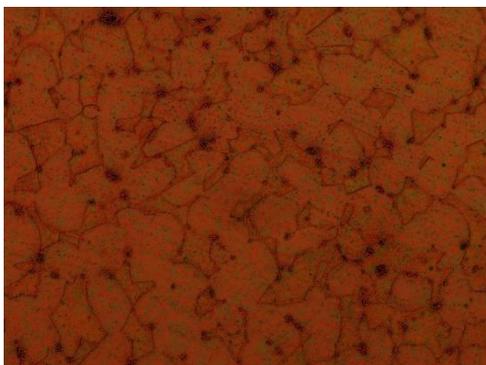
Fuente: Autor

Fig. 22: Cobre 20x, reactivo Persulfato de Amonio



Fuente: Autor

Fig. 23: Latón 20x, reactivo Persulfato de Amonio



Fuente: Autor

Fig. 24: Acero 100x, Nital 2%



Fuente: Autor

Los reactivos usados y expuestos en cada uno de las micrografías se los pueden encontrar en el libro Metallographic Handbook por Donald Zipperian.

7.2 Discusión

Según muchos autores sobre el análisis metalográfico coinciden que es tanto un arte como una ciencia. Generalmente la metalografía ha sido el estudio de la estructura microscópica de metales y sus aleaciones, pero su campo de aplicación es mucho más amplia que van desde electrónicos a compuestos de artículos deportivos [2].

Las etapas de lijado pasando por el pulido grueso, pulido fino y terminando en la revelación de la micro estructura por el método que sea más conveniente para cada material, son pasos en que la experiencia toma un papel muy importante ya que la bibliografía nos da solamente una guía de proceso en cada etapa.

8. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones

Los procesos de pulido siguiendo la guía de la norma ASTM E3 y del libro Metallographic Handbook, fueron claves en los métodos y procedimientos en cada etapa así como los parámetros a

tomar en cuenta para obtener los mejores resultados.

Los parámetros que se tomaron como base expuestos en los anexos de la práctica, estuvieron sujetos a los resultados obtenidos, variando en alguno de estos parámetros para tener los mejores resultados de acuerdo a las exigencias de los materiales usados en esta práctica.

Los análisis en cada micro estructura pueden seguir las normas en el Libro de estándares de la ASTM, sección tres “Métodos de Ensayo de Metal y Procedimientos Analíticos” Vol, 03.01 Metales Ensayos Mecánicos; Pruebas temperatura elevada y baja; Metalografía. E112-01 Pruebas Estándar de Métodos para determinar Tamaño promedio del grano.

Recomendaciones

Una de las ideas a tomar en cuenta están tanto en las velocidades de pulido como la presión que se da a las probetas deben ir de menor a mayor para ajustar el quipo a las características a el material de prueba y a las hojas de lija y los paños de pulido.

Tomar sumo cuidado a poner y pegar los discos de lija y los paños de pulido, para que no queden aire atrapado, para evitar la rotura de los discos y paños durante el procedimiento.

Glosario

Lijado planar: el primer paso de lijado para dejar a la muestra totalmente plana.

Referencias

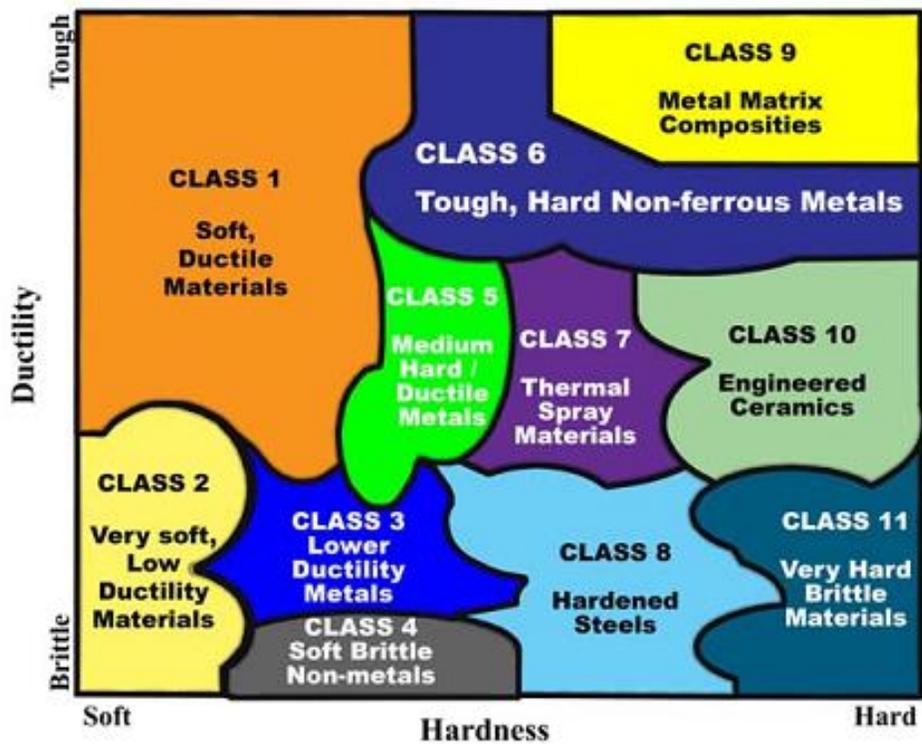
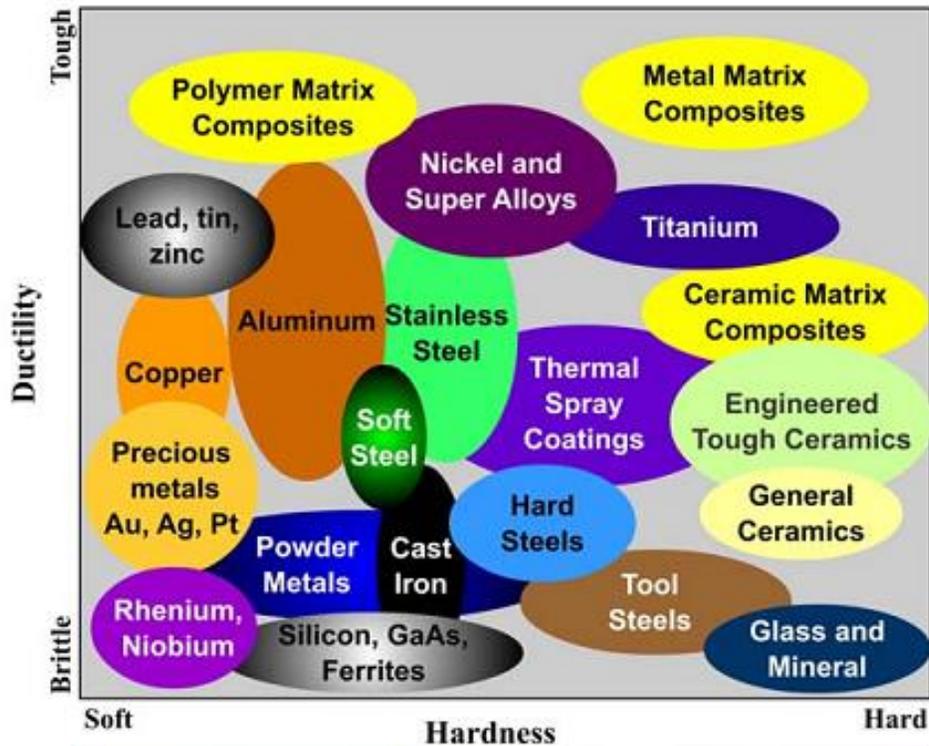
- [1] D. C. P. ZIPPERIAN, *Metallographic Handbook*, Tucson, Arizona: Pace Technologies, 2011.
- [2] K. Geels, *Metallographic and Materialographic Specimen*

Preparation, Light Microscopy, Image Analysis and Hardness Testing, West Conshohocken, PA: ASTM International, 2007.

- [3] ASM International, *Metallographic and Microstructures Vol. 9*, Materials Park, OH: ASM International, 1985.
- [4] ASTM Internacional, *Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens, E 3*, 2001.
- [5] ASTM Internacional, *Standard Terminology Relating to Metallographic, E 7*, 2003.
- [6] Pace Technologies, *Femto 1000 Polishing Head*, Tucson, AZ: PACE Technologies, 2011.
- [7] Escuela Colombiana de Ingeniería "Julio Garavito", *Metalografía Protocolo*, Bogota: ECI Julio Garavito, 2011.
- [8] S. O'Flaherty, «Digital Imaging: A Powerful Quality Tool for Material Analysis,» *Advanced Materials & Processes*, vol. 169, n° 2, p. 19, 2001.

ANEXO A

Mapas de la dureza y ductilidad relativa de los materiales. Tomadas del libro “Metallographic Handbook” de Donald Zipperian.



ANEXO B

Descripción de la Preparación Metalográfica por Clases de Materiales. Tomada del libro “Metallographic Handbook” de Donald Zipperian.

Clase	Materiales	Descripción
1	Los materiales suaves, dúctiles (aluminio, cobre, plomo, estaño, zinc, PMC de)	-Relativamente fácil de preparar la mayoría de los materiales en esta clase con el uso de abrasivos de alúmina y 1-2 pasos de pulido.
2	Materiales de ductilidad muy suaves, bajos (renio, niobio, oro, plata)	-Puede ser difícil de preparar, ya que estos materiales son muy blandos y abrasivos pudiera inscribirse.
3	Metales de baja ductilidad (metales en polvo y fundiciones)	-Inicial de molienda con abrasivo de alúmina se recomienda, sin embargo, el pulido áspero debe minimizar la extracción.
4	Suaves, no metales quebradizos (silicio, GaAs, dispositivos electrónicos, ferritas)	-Relativamente fácil de preparar la mayoría de los materiales en esta clase con el uso de abrasivos de alúmina y 1-2 pasos de pulido.
5	Semidura, metales dúctiles (aceros suaves, aceros inoxidable)	-Puede ser difícil de preparar, ya que estos materiales son muy blandos y abrasivos pudiera inscribirse.
6	Tough, metales no ferrosos duros (superalaciones, titanio)	-Inicial de molienda con abrasivo de alúmina se recomienda, sin embargo, el pulido áspero debe minimizar la extracción.
7	Materiales de pulverización térmica	-Relativamente fácil de preparar la mayoría de los materiales en esta clase con el uso de abrasivos de alúmina y 1-2 pasos de pulido.
8	Aceros templados (alta aceros al carbono para herramientas y)	-Puede ser difícil de preparar, ya que estos materiales son muy blandos y abrasivos pudiera inscribirse.
9	Compuestos de matriz de metal	-Inicial de molienda con abrasivo de alúmina se recomienda, sin embargo, el pulido áspero debe minimizar la extracción.
10	Ingeniería Cerámica (zirconio, nitruro de silicio)	-Relativamente fácil de preparar la mayoría de los materiales en esta clase con el uso de abrasivos de alúmina y 1-2 pasos de pulido.
11	Los materiales muy duros, frágiles (vidrio, minerales)	-Puede ser difícil de preparar, ya que estos materiales son muy blandos y abrasivos pudiera inscribirse.

ANEXO C

Tabla de preparación de pulido para Aluminio y aleaciones.

Abrasivos	Lubricación	Fuerza / muestra	Velocidad (Cabezal / base)	Hora
Papel de lija P1200 de ALO	Agua	5-10 lbs	100/100 rpm	Hasta aplanar
Papel de lija 800 de SiC Papel de lija 1200 de SiC	Agua	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto
1 micra DIAMAT diamante en paño ATLANTIS para pulir	DIALUBE Púrpura/Extender	5-10 lbs	100/100 rpm	2 minutos
Alumina de 0,05 micras sobre paño de pulido NAPPAD	---	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto

Tabla de preparación de pulido para Cobre y aleaciones.

Abrasivos	Lubricación	Fuerza / muestra	Velocidad (Cabezal / base)	Hora
Papel de lija P1200 de ALO	Agua	5-10 lbs	100/100 rpm	Hasta aplanar
Papel de lija 800 de SiC Papel de lija 1200 de SiC	Agua	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto
1 micra DIAMAT diamante en paño ATLANTIS para pulir	DIALUBE Púrpura/Extender	5-10 lbs	100/100 rpm	2 minutos
Alumina de 0,05 micras sobre paño de pulido NAPPAD	---	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto

Tabla de preparación de pulido para Bronce y aleaciones.

Abrasivos	Lubricación	Fuerza / muestra	Velocidad (Cabezal / base)	Hora
Papel de lija P1200 de ALO	Agua	5-10 lbs	100/100 rpm	Hasta aplanar
Papel de lija 800 de SiC Papel de lija 1200 de SiC	Agua	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto
1 micra DIAMAT diamante en paño ATLANTIS para pulir	DIALUBE Púrpura/Extender	5-10 lbs	100/100 rpm	2 minutos
Alumina de 0,05 micras sobre paño de pulido NAPPAD	---	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto

Tabla de preparación de pulido para Aceros Suaves y Medio-Duros.

Abrasivos	Lubricación	Fuerza / muestra	Velocidad (Cabezal / base)	Hora
Papel de lija 240 de SiC	Agua	5-10 lbs	200/200 rpm	Hasta aplanar
Papel de lija 360 de SiC				1 Minuto
Papel de lija 600 de SiC				1 Minuto
Papel de lija 800 de SiC				1 Minuto
Papel de lija 1200 de SiC				1 Minuto
1 micra DIAMAT diamante en paño ATLANTIS para pulir	DIALUBE Púrpura/Extender	5-10 lbs	200/200 rpm	2 minutos
Alumina de 0,05 micras sobre paño de pulido TRICOTE	---	5-10 lbs	100/100 rpm	1 Minuto

BIBLIOGRAFÍA

- [1] D. R. ASKELAND, Ciencia e Ingeniería de los Materiales 4a. ed., México: Thomson Learning, 2004.
- [2] ASM Internacional, Characterization and Failure Analysis of Plastics, Ohio, USA: ASM Internacional, 2003.
- [3] H. y. B. J. V. LOBO, Handbook of Plastics Analysis, New York: Marcel Dekker, 2003.
- [4] V. SHAH, Handbook of Plastics Testing and Failure 3ra, Ed, Hoboken, New Jersey: John Wiley & Son, Inc, 2007.
- [5] L. M. Sherman, «Rheometers Which Type Is Right For You,» *Plastics Technology*, vol. 50, nº 5, p. 64, 2001.
- [6] M. y. R. S. K. CHANDA, Plastics Technology Handbook, 4th Ed., Boca Ratón, FL.: Taylor & Group, 2007.
- [7] F. N. Cosgwell, Polymer Melt Rheology, Cambridge-England: Woodhead Publishing Limited, 2003.
- [8] L. W. MCKEEN, Permeability Properties of Plastics and Elastomers, Waltham, USA: ELSEVIER, 2012.
- [9] D. C. P. ZIPPERIAN, Metallographic Handbook, Tucson, Arizona: Pace Technologies, 2011.
- [10] K. Geels, Metallographic and Materialographic Specimen Preparation, Light Microscopy, Image Analysis and Hardness Testing, West Conshohocken, PA: ASTM International, 2007.
- [11] AAAHC, «Accreditation Association for Ambulatory Health Care,» Ene 2013. [En línea]. Available: <http://www.aaahc.org/what-is-accreditation/>. [Último acceso: 02 Feb 2014].
- [12] E. Dumaguala, «Inventario Técnico de equipos,» de *Gestión e Imple. del Plan de Mant. en Labs. del Area de Ing. Mec. en la U.P.S.*, Cuenca, U.P.S., 2014, pp. 19-23.
- [13] U. Neil, «ASTM Internacional,» Mayo/Junio 2009. [En línea]. Available: ¿Qué son la repetibilidad y la reproducibilidad?.

- [14] C. W. MACOSKO, *Rheology Principles, Measurements, and Applications*, New York, NY: John Wiley & Sons, Inc., 1994.
- [15] H. Yohn, «How to get better MFI results,» *Plastics Technology*, vol. 57, n° 9, September-2011.
- [16] R. E. Walpole, *Probability & Statistics for Engineers & Scientists* 9ed., Boston-MA: Pearson Education, Inc., 2012.
- [17] J. Vlachopoulos, «The Role of Rheology in Polymer Extrusion,» de *New Technologies for Extrusion*, Milan-Italia, 2003.
- [18] C. Vasile, *Practical Guide to Polyethylene*, Sharnbury-UK: Rapra Technology Limited, 2005.
- [19] N. Triantafilopoulos, *Measurement of Fluid Rheology and Interpretation of Rheograms* 2ed., Novi-Michigan: Kaltec Scientific, Inc., 1998.
- [20] M. TabkhPaz, «Experimental Study on the Effect of Melt Flow Index on Properties of Virgin and Reprocessed Wood -HDPE Composites,» *Journal of Biobased Materials and Bioenergy*, vol. 6, n° 2, pp. 221-229, April-2012.
- [21] S. Syrjälä, «Capillary rheometry of polymer melts – Simulation and experiment,» *Rheology Journal*, vol. 24, n° 3, pp. 241-247, 2012.
- [22] A. V. Shenoy, *Thermoplastic Melt Rheology and Processing*, New York: Marcel Dekker, Inc., 1996.
- [23] M. Sepe, «Melt Flow Testing,» *Plastics Technology*, vol. 59, n° 7, pp. 16-17, 2013.
- [24] G. Schramm, *A Practical Approach to Rheology and Rheometry* 2ed., Karlsruhe, D: VCH Verlagsgesellschaft mbH, 2000.
- [25] D. V. Rosato, *Plastics Processing Data Handbook* 2ed., Chatham-MA: Chapman & Hall, 1997.
- [26] A. F. Rigal, «Aplicaciones del Melt Flow Index (MFI) en la industria de procesamiento de plásticos,» *Revista Tecnológica ESPOL*, vol. 19, n° 1, pp. 79-84, Octubre-2006.
- [27] J.-M. Piau, «Capillary rheometry for polymer melts,» *Rheological Acta*, vol. 45, n° 5, pp. 773-775, 2006.
- [28] A. J. Peacock, *Handbook of Polyethylene*, New York-Basel: Marcel Dekker, Inc., 2000.

- [29] O. Olabisi, *Handbook of Thermoplastics*, New York: Merceel Dekker Inc., 1997.
- [30] A. Naranjo, *Extrusion Processing Data*, Cincinnati, Ohio: Hnase Publications, 2001.
- [31] E. P. Moore, *Polypropylene Handbook*, Cincinnati-Ohio: Hanser/Gardner Publication, Inc., 1996.
- [32] H. M. Laun, «Capillary rheometry for polymers melts revisited,» *Rheological Acta*, vol. 43, nº 5, pp. 509-528, 2004.
- [33] C. A. Harper, *Modern Plastics Handbook*, New York: McGraw-Hill, 2000.
- [34] A. L. Griff, «Melt Index Mysteries Unmasked,» *Film Lines*, 2003.
- [35] P. J. Flory, *Principles of Polymer Chemistry*, Ithaca-New York: Cornell University Press, 1953.
- [36] R. O. Ebewele, *Polymer Science and Technology*, Boca Raton-Florida: CRC Press LLC, 2000.
- [37] R. Brown, *Handbook of Polymer Testing*, Shawbury-UK: Rapra Technology Limited, 2002.
- [38] R. K. G. Anil Kumar, *Fundamentals of Polymer Engineering 2ed.*, New York-Basel: Marcel Dekker, Inc., 2003.
- [39] Tinus Olsen, «www.tiniusolsen.com,» 07 Abril 2008. [En línea]. Available: <http://www.tiniusolsen.com/literature.html>. [Último acceso: 01 Enero 2014].
- [40] TA Instruments, «www.tainstruments.com,» [En línea]. Available: http://www.tainstruments.com/main.asp?n=2&id=181&main_id=174&siteid=11. [Último acceso: 01 Enero 2014].
- [41] CABOT, «www.cabot-corp.com,» [En línea]. Available: <http://www.cabot-corp.com/Search?Search=melt+flow+index>. [Último acceso: 01 Enero 2014].
- [42] Labthink, *VAC-VI Gas Permeability Tester*, Jinan: Labthink Internacional, 2013.
- [43] Pace Technologies, *Terapress TP-7000 Mounting Press*, Tucson, AZ: PACE Technologies, 2010.
- [44] ASTM Internacional, *Standard Test Methods for Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer, D 1238*, 2004.

- [45] ASTM Internacional, *Standard Test Methods for Determining Average Size, E 112*, 1996.
- [46] ASTM Internacional, *Standard Test Method for Powder-Mix Time of Poly(Vinyl Chloride) (PVC) Resins Using a Torque Rheometer, D 2396*, 1999.
- [47] ASTM Internacional, *Standard Test Method for Determining GAS Permeability Characteristics of Plastic Film and Sheeting, D 1434*, 2009.
- [48] ASTM Internacional, *Standard Test Method for Determination of Properties of Polymeric Materials by Means of Capillary Rheometer, D 3835*, 2010.
- [49] ASTM Internacional, *Standard Terminology Relating to Plastics, D 883*, 2000.
- [50] ASTM Internacional, *Standard Terminology Relating to Metallographic, E 7*, 2003.
- [51] ASTM Internacional, *Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of Test Method, E 691*, 1999.
- [52] ASTM Internacional, *Standard Practice for Conditioning Plastics for Testing, D 618*, 2000.
- [53] ASTM Internacional, *Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens, E 3*, 2001.
- [54] ASTM Internacional, *Standard Classification System for Specifying Plastics Materials, D 4000*, 2004.
- [55] Tinus Olsen, «Physical Basis for the Temperature-Based Melt-Index Method,» 19 Noviembre 2011. [En línea]. Available: <http://www.tiniusolsen.com/literature.html>. [Último acceso: 01 Enero 2014].
- [56] Brabender GmbH & Co., *Mixer Program for Windows*, Duisburg: Brabender GmbH & Co., 2009.
- [57] Pace Technologies, *Mega M-250*, Tucson, AZ: PACE Technologies, 2014.
- [58] Brabender GmbH & Co., *Measuring Mixer Type 50 EHT Instruction Manual*, Duisburg: Brabender GmbH & Co., 2011.
- [59] INSTRON, «INSTRON,» [En línea]. Available: <http://www.instron.com.ar/wa/solutions/ISO-11443-Fluidity-Plastics.aspx>. [Último acceso: 01 Diciembre 2013].

- [60] The Dow Chemical Company, «<http://www.dow.com/>,» 01 Octubre 2002. [En línea]. Available: <http://msdssearch.dow.com/PublishedLiteratureDOWCOM>. [Último acceso: 01 Enero 2014].
- [61] Pace Technologies, *Femto 1000 Polishing Head*, Tucson, AZ: PACE Technologies, 2011.
- [62] Tinus Olsen, *An Introduction to Melt Index Testing*, Horsham, PA: Tinus Olsen.
- [63] Brabender GmbH & Co., *Plastograph EC "Plus" Instruction Manual*, Duisburg: Brabender GmbH & Co., 2009.
- [64] H. A. Barnes, *A Handbook of Elementary Rheology*, Wales: University of Wales, 2000.
- [65] D. H. Chang, *Processing of Polymeric Materials*, New York, NY: Oxford University Press, Inc., 2007.
- [66] A. Naranjo, *Extrusion Polymer Data*, Cincinnati, OH: Hanser Publications, 2001.
- [67] Malvern Instruments, *Rosand RH2000 User Manual*, Worcestershire: Malvern Instruments Ltd., 2006.
- [68] Malvern Instruments, *Rosand Rheometer Accessories*, Worcestershire: Malvern Instruments Ltd., 2006.
- [69] Ampacet, *Assesing the Stable Process Time of Formulations Employing Torque Rheometry*, Tarrytown, NY: Ampacet Corporation, 2010.
- [70] ASM International, *Metallographic and Microstructures Vol. 9*, Materials Park, OH: ASM International, 1985.
- [71] Escuela Colombiana de Ingeniería "Julio Garavito", *Metalografía Protocolo*, Bogota: ECI Julio Garavito, 2011.
- [72] S. O'Flaherty, «Digital Imaging: A Powerful Quality Tool for Material Analysis,» *Advanced Materials & Processes*, vol. 169, n° 2, p. 19, 2001.
- [73] Qualitest, *Melt Index Tester (Indexer), Manual de Usuario*, Qualitest Inc., 2011.

ANEXOS

ANEXO A: Extracto de la norma ASTM 2538 – 02



Designación: D2538 – 02

Método de Prueba Estándar para la Fusión de Poli (Cloruro de Vinilo) (PVC) Compuestos Utilizando un Reómetro de Torque.

1. Alcance

1.1 Esta práctica trata sobre las características de fusión relativas de poli (cloruro de vinilo) compuestos.

1.2 Los procedimientos de ensayo aparecen en el siguiente orden:

	Sección
Prueba de Fusión	9
Prueba de Estabilidad Térmica	10
Prueba de Estabilidad Retención-Color	11
Prueba de Estabilidad al Cizallamiento	12

Un lote de control es para ser utilizado como un estándar contra el cual otros resultados de la prueba se han de comparar. Los datos de prueba deben ser evaluados en relación con el lote de control.

2. Resumen de la Práctica

2.1 Una muestra del compuesto de polvo de mezcla se añade a la cámara de mezcla rodillo calentado y se transforma en una masa fundida.

2.2 La curva de par resultante se puede utilizar para determinar la relación tiempo de fusión y las características de fusión.

3. Importancia y Uso

Cuando los compuestos de PVC se mezclan bajo condiciones apropiadas de calor y cizallamiento, se produce una masa fundida. Esta masa tiene ciertas características en estado fundido que pueden definirse con un reómetro de torsión operado bajo condiciones fijas de cizallamiento y temperatura. Las características de fusión de un compuesto de PVC se manifiestan con el tiempo de fusión, el par de fusión, fundir par, viscosidad de fusión, y el calor y estabilidad de color.

ANEXO B: Extracto de la norma ASTM D1238 - 10



Designación: D1238 – 10

Método de Prueba Estándar para los Cambios del Flujo Fundido de Termoplásticos por Extrusión en un Plastómetro.

1. Alcance

1.1 Este método de ensayo cubre la determinación de la velocidad de extrusión de resinas termoplásticas fundidas usando un plastómetro de extrusión. Después de un tiempo de precalentamiento especificado, la resina se extruye a través de una boquilla con un orificio de longitud y diámetro especificado en las condiciones prescritas de temperatura, la carga, y la posición del pistón en el cilindro. Se describen cuatro procedimientos. Resultados comparables se han obtenido por estos procedimientos en las mediciones round-robin entre laboratorios de varios materiales y se describe en la Sección 15.

1.2 Procedimiento A se utiliza para determinar la tasa de flujo en fusión (MFR) de un material termoplástico. Las unidades de medida son gramos de material / 10 minutos (g / 10 min). Se basa en la medición de la masa de material que se extruye de la matriz durante un período determinado de tiempo. Se utiliza generalmente para materiales que tienen índices de fluidez que caen entre 0,15 y 50 g / 10 min (véase la Nota 1).

1.3 Procedimiento B es una medición temporizada de forma automática utilizada para determinar el caudal de masa fundida (MFR), así como la tasa de volumen de masa fundida (MVR) de materiales termoplásticos. MFR mediciones realizadas con el procedimiento B se presentan en g / 10 minutos. MVR mediciones se indican en centímetros cúbicos / diez minutos ($\text{cm}^3/10 \text{ min}$). Procedimiento B mediciones se basan en la determinación del volumen de material extruido de la boquilla durante un período determinado de tiempo. El volumen se convierte a una medida de masa multiplicando el resultado por el valor de la densidad de masa fundida para el material (véase la Nota 2). El procedimiento B se utiliza generalmente con materiales que tienen índices de fluidez 0,50 a 1500 g / 10 min.

1.4 Procedimiento C es una medición temporizada de forma automática utilizada para determinar el caudal de masa fundida (MFR) de los materiales de poliolefina. Se utiliza generalmente como una alternativa al Procedimiento B en muestras que tienen velocidades de flujo de fusión mayores que 75 g / 10 min. Procedimiento C implica el uso de un troquel modificado, comúnmente conocida como un "medio-die", que tiene la mitad de la altura y la mitad del diámetro interno del troquel estándar específica para su uso en los Procedimientos A y B manteniendo así la misma longitud a diámetro relación. El procedimiento de ensayo es similar al Procedimiento B, pero los resultados obtenidos con el Procedimiento C no se supone que la mitad de los resultados obtenidos con el procedimiento B.

1.5 Procedimiento D es una prueba de peso comúnmente referido como un "Relación de Velocidad de flujo" de prueba (FRR). Procedimiento D está diseñado para permitir determinaciones MFR a hacerse utilizando dos o tres cargas de ensayo diferentes (ya sea aumentando o disminuyendo la carga durante la prueba) con una sola carga de material. El FRR es un número adimensional obtiene dividiendo el MFR a la carga de prueba superior por el MFR a la carga de prueba inferior. Resultados generados de pruebas multi-peso no se pueden comparar directamente con los resultados derivados de Procedimiento A o B. Procedimiento

Nota 1 - Los polímeros que tienen las tasas de flujo de fusión de menos de 0,15 o superior a 900 g / 10 min puede ser probado por los procedimientos de este método de ensayo; sin embargo, no se han desarrollado datos de precisión.

Nota 2 - Melt densidad es la densidad del material en el mismo estado fundido. No se debe confundir con el valor de la densidad estándar del material. Ver Tabla 3.

Nota 3 - Este método de prueba y la norma ISO 1133 abordan el mismo tema, pero difieren en su contenido técnico.

ANEXO C: Extracto de la norma ASTM 1434 – 82 (2009)



Designación: D1434 – 82 (Re-aprobada 2009)

Método de Prueba Estándar para Determinar las Características de Permeabilidad del Gas en Películas y Láminas Plásticas.

1. Alcance

1.1 Este método de ensayo cubre la estimación de la tasa de estado estacionario de la transmisión de un gas a través de los plásticos en forma de película, láminas, laminados, y los papeles o tejidos recubiertos de plástico. Este método de ensayo proporciona la determinación de (1) velocidad de transmisión de gas (GTR), (2) permeabilidad, y, en el caso de materiales homogéneos, (3) la permeabilidad.

1.2 Dos procedimientos se proporcionan:

1.2.1 Procedimiento M - manométrica.

1.2.2 Procedimiento V - volumétrica.

1.3 Los valores indicados en unidades SI deben ser considerados como los estándares. No hay otras unidades de medida se incluyen en esta norma.

1.4 Esta norma no pretende dirigir todas las inquietudes sobre seguridad, si las hay, asociadas con su uso. Es la responsabilidad del usuario de esta norma establecer prácticas de seguridad y salud y determinar la aplicabilidad de las limitaciones reglamentarias antes de su uso.

2. RESUMEN DEL MÉTODO

2.1 La muestra se monta en una celda de transmisión de gas con el fin de formar un sellado de semi-barrera entre las dos cámaras. Una cámara contiene el gas de prueba a una presión específica alta, y la otra cámara, a una presión inferior, recibe el gas que penetra. Cualquiera de los siguientes procedimientos se utiliza:

2.1.1 Procedimiento M_ En Procedimiento M la cámara de presión inferior se evacua inicialmente y la transmisión de gas a través de la muestra de ensayo está indicado por un aumento en la presión.

2.1.2 Procedimiento V- En Procedimiento V la cámara de presión inferior se mantiene cerca de la presión atmosférica y la transmisión del gas a través de la muestra de ensayo se indica por un cambio en el volumen.

Estas medidas dan estimaciones semicuantitativas para la transmisión de gas de gases puros individuales a través del cine y láminas. La correlación de los valores medidos con cualquier uso dado, como la protección contenidos envasados, debe ser determinada por la experiencia. La velocidad de transmisión de gas se ve afectada por las condiciones no estipuladas expresamente en estas pruebas, como el contenido de humedad (Nota 2), el contenido de plastificante y no-homogéneo. Estas pruebas no incluyen ninguna disposición para probar los sellos que pueden estar implicados en aplicaciones de embalaje.

Nota 2-Las pruebas se realizaron utilizando gas con 0% de los cambios de humedad.

El uso del coeficiente de permeabilidad (que implica la conversión de la velocidad de transmisión de gas a una base de unidad de espesor) no se recomienda a menos que la relación de tasa de espesor-de la transmisión se conoce a partir de estudios anteriores. Incluso en estructuras esencialmente homogéneos, las variaciones en la morfología (como se indica, por ejemplo, por la densidad) y la historia térmica puede influir en la permeabilidad.

ANEXO D: Extracto de la norma ASTM D3835 – 08



Designación: D3835 – 08

Método de Prueba Estándar para la Determinación de las Propiedades de los Materiales Poliméricos por Medio de un Reómetro Capilar.

1. Alcance

1.1 Este método de ensayo cubre la medición de las propiedades reológicas de los materiales poliméricos a diversas temperaturas y velocidades de cizalladura comunes a equipo de procesamiento. Cubre medición de la viscosidad en estado fundido, la sensibilidad, o la estabilidad de viscosidad de fusión con respecto a la temperatura y tiempo de permanencia del polímero en el reómetro, morir relación de hinchamiento (memoria de polímero), y sensibilidad a la cizalladura cuando se extrude bajo tasa o estrés constante. Las técnicas descritas permiten la caracterización de materiales que presentan ambas propiedades de viscosidad en estado fundido estables e inestables.

1.2 Este método de prueba se ha encontrado útil para las pruebas de control de calidad en ambos termoplásticos reforzados y no reforzados, ciclos de curado de materiales termoestables y otros materiales poliméricos que tienen una amplia gama de viscosidades de fusión.

1.3 Los valores indicados en unidades SI deben ser considerados como los estándares. Las unidades pulgada-libra entre paréntesis son meramente informativas.

Nota 1-Aunque este método de ensayo e ISO 11443-1995, "Plástico - Determinación de la fluidez de Plásticos Uso capilar y hendidura Die Reómetros" difieren en enfoque o detalle, los datos obtenidos mediante el método ISO 11443,

Método A es técnicamente equivalente a este método de ensayo

1.4 Esta norma no pretende dirigir todas las inquietudes sobre seguridad, si las hay, asociadas con su uso. Es la responsabilidad del usuario de esta norma establecer prácticas de seguridad y salud y determinar la aplicabilidad de las limitaciones reglamentarias antes de su uso.

2. Importancia y Uso

Este método de ensayo es sensible al peso del polímero molecular y distribución de peso molecular, la estabilidad del polímero - tanto térmica como reológico, la inestabilidad de cizallamiento, y aditivos tales como plastificantes, lubricantes, refuerzos de humedad, o cargas inertes, o combinación de los mismos.

La sensibilidad de este método de prueba hace que los datos útiles para correlacionar con las condiciones de procesamiento y ayuda en la predicción de los cambios necesarios en las condiciones de procesamiento. A diferencia de la norma ASTM D 1238, Lo que hace que una medida de un punto a una velocidad de cizallamiento típicamente por debajo de las condiciones de procesamiento, este método de ensayo determina la sensibilidad a la cizalladura y características de flujo en el procesamiento de velocidades de cizallamiento, y por lo tanto puede ser utilizado para comparar materiales de diferentes composiciones.

ANEXO E: Extracto de la norma ASTM E3 – 01



Designación: E3 – 01

Guía Estándar para la Preparación de Especímenes Metalográficos.

1. Alcance

1.1 El objetivo principal de los exámenes metalográficos es revelar los componentes y estructura de los metales y sus aleaciones por medio de un microscopio electrónico de exploración óptica o luz. En casos especiales, el objetivo del examen puede requerir el desarrollo de menos detalles que en otros casos, pero, en casi todas las condiciones, la selección y preparación de la muestra adecuada es de gran importancia. Debido a la diversidad en los equipos disponibles y la amplia variedad de problemas encontrados, el siguiente texto presenta para la orientación de la metallografería sólo aquellas prácticas que la experiencia ha son generalmente satisfactorios; no puede y no describir las variaciones en la técnica necesaria para resolver los problemas individuales de preparación de muestras.

Nota 1 Para una descripción más detallada de las diversas técnicas metalográficas, consulte Samuels, LE, metalográfico Pulido por métodos mecánicos, American Society for Metals (ASM) Metales Park, OH, 3^a Ed, 1982.; Petzow, G., metalográfico Aguafuerte, ASM, 1978; y Vandervoort, G., Metalografía: Principios y Práctica, McGraw Hill, Nueva York, 2^a ed., 1999.

1.2 Esta norma no pretende dirigir todas las inquietudes sobre seguridad, si las hay, asociadas con su uso. Es la responsabilidad del usuario de esta norma establecer prácticas de seguridad y salud y determinar la aplicabilidad de las limitaciones reglamentarias antes de su uso.

2. Importancia y Uso

Microestructuras tienen una fuerte influencia sobre las propiedades y la aplicación con éxito de metales y aleaciones. Determinación y control de la microestructura requiere el uso de examen metalográfico.

Muchas especificaciones contienen un requisito relativo a la microestructura; por lo tanto, un uso importante para un examen metalográfico es la inspección para garantizar que se cumpla el requisito. Otros usos importantes para el examen metalográfico están en análisis de fallas, y en investigación y desarrollo.

La elección adecuada de la ubicación y orientación de la muestra será minimizar el número de muestras requeridas y simplificar su interpretación. Es fácil de tomar muy pocos especímenes para su estudio, pero es raro que muchos se estudian.

ANEXO F: Lista de Normas ASTM para, Permeación, Transmisión de Vapor; y Películas relacionadas en empaquetamiento y láminas estándar.

ASTM Standard	Description
D 1434-82(2009)e1	Standard test method for determining gas permeability characteristics of plastic film and sheeting
D 1653-03(2008)	Standard test methods for water vapor transmission of organic coating films
D 2103-10	Standard specification for polyethylene film and sheeting
D 2684-10	Standard test method for permeability of thermoplastic containers to packaged reagents or proprietary products
D 3079-94(2009)e1	Standard test method for water vapor transmission of flexible heat-sealed packages for dry products
D 3981-09a	Standard specification for polyethylene films made from medium-density polyethylene for general use and packaging applications
D 3985-05(2010)e1	Standard test method for oxygen gas transmission rate through plastic film and sheeting using a coulometric sensor
D 4491-99a(2009)	Standard test methods for water permeability of geotextiles by permittivity
D 4635-08a	Standard specification for polyethylene films made from low-density polyethylene for general use and packaging applications
D 5047-09	Standard specification for polyethylene terephthalate film and sheeting
D 3816/D3816M-96(2007)	Standard test method for water penetration rate of pressure-sensitive tapes
D 3833/D3833M-96(2006)	Standard test method for water vapor transmission of pressure-sensitive tapes
D 4279-95(2009)	Standard test methods for water vapor transmission of shipping containers constant and cycle methods
D 6701-01 (withdrawn)	Standard test method for determining water vapor transmission rates through nonwoven and plastic barriers
D 726-94(1999)	Standard test method for resistance of nonporous paper to passage of air
E 104-02(2007)	Standard practice for maintaining constant relative humidity by means of aqueous solutions
E 171-94(2007)	Standard specification for standard atmospheres for conditioning and testing flexible barrier materials
E 252-06	Standard test method for thickness of thin foil, sheet, and film by mass measurement
E 398-03(2009)e1	Standard test method for water vapor transmission rate of sheet materials using dynamic relative humidity measurement
E 96/E96M-10	Standard test methods for water vapor transmission of materials
F 1115-95(2008)e1	Standard test method for determining the carbon dioxide loss of beverage containers
F 1249-06	Standard test method for water vapor transmission rate through plastic film and sheeting using a modulated infrared sensor
F 1306-90(2008)e1	Standard test method for slow rate penetration resistance of flexible barrier films and laminates

ASTM Standard	Description
F 1307-02(2007)	Standard test method for oxygen transmission rate through dry packages using a coulometric sensor
F 1769-97 (withdrawn)	Standard test method for measurement of diffusivity, solubility, and permeability of organic vapor barriers using a flame ionization detector
F 1770-97 (withdrawn)	Standard test method for evaluation of solubility, diffusivity, and permeability of flexible barrier materials to water vapor
F 1927-07	Standard test method for determination of oxygen gas transmission rate, permeability, and permeance at controlled relative humidity through barrier materials using a coulometric detector
F 372-99(2003) (withdrawn)	Standard test method for water vapor transmission rate of flexible barrier materials using an infrared detection technique
F 88/F 88M-09	Standard test method for seal strength of flexible barrier materials
F 119-82(2008)	Standard test method for rate of grease penetration of flexible barrier materials (rapid method)
F 17-08	Standard terminology relating to flexible barrier materials
F 1927-07	Standard test method for determination of oxygen gas transmission rate, permeability, and permeance at controlled relative humidity through barrier materials using a coulometric detector
F 2338-09	Standard test method for nondestructive detection of leaks in packages by vacuum decay method
F 2391-05	Standard test method for measuring package and seal integrity using helium as the tracer gas
F 2475-05	Standard guide for biocompatibility evaluation of medical device packaging materials
F 2476-05	Test method for the determination of carbon dioxide gas transmission rate (CO ₂ TR) through barrier materials using an infrared detector
F 2559-06/F2559M-06 (2010)e1	Standard guide for writing a specification for sterilizable peel pouches
STP 912	Current technologies in flexible packaging