

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS ESPE-L

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA
CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

**ANÁLISIS DE LOS INDICADORES DE CALIDAD Y CARACTERIZACIÓN DE
PVC NEGRO CON MATERIAL RECICLADO Y RECUPERADO, UTILIZADO
PARA LA FABRICACIÓN DE CALZADO PLÁSTICO PRODUCIDO EN LA
EMPRESA PLASTICAUCHO INDUSTRIAL S. A. DE LA CIUDAD DE
AMBATO**

AUTORA: VILLACRESES SALTOS, MARÍA CRISTINA

DIRECTOR: ING. DE LA TORRE, GUIDO



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES



- Industria de calzado plástico en Ecuador
- Fuentes de contaminación con resinas de PVC
- Plasticaucho Industrial S. A.
- Estudio del compuesto FR

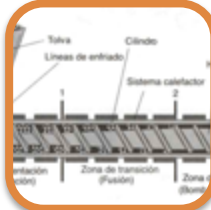
PVC FR



Naturaleza del compuesto



Historial Térmico



Procesabilidad



Usos

PROCESO DE FABRICACIÓN DE BOTAS DE PVC-FR

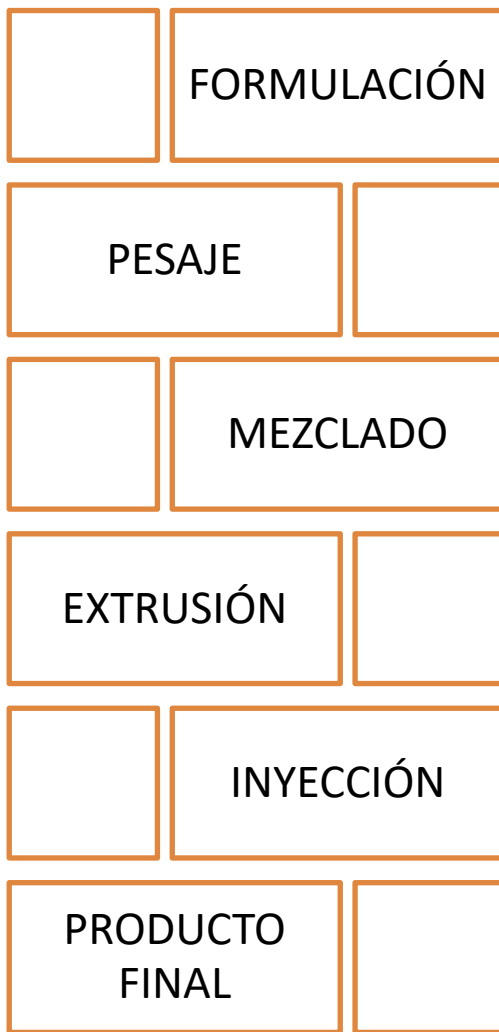


Figura 1. Partes principales de la bota de PVC

- Geometría y características del tornillo
- Especificaciones de los extrusores
- Extrusor BA13

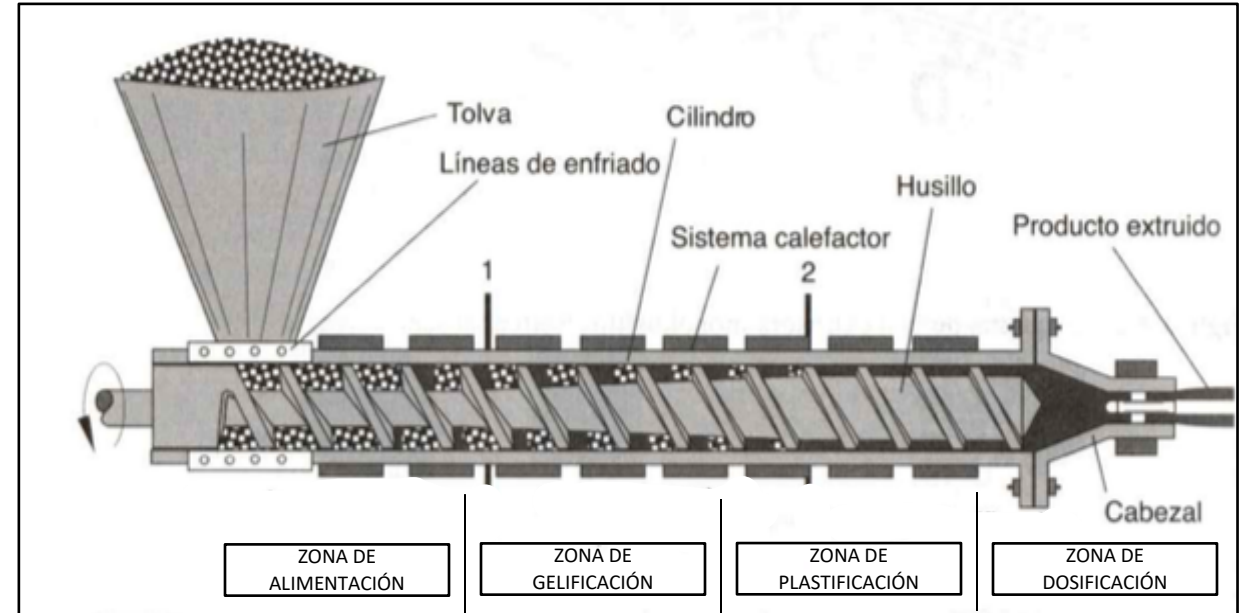


Figura 2. Componentes de la máquina extrusora
Fuente: (Osswald & Giménez , 2008)

Presión de fusión vs. Jornada Laboral

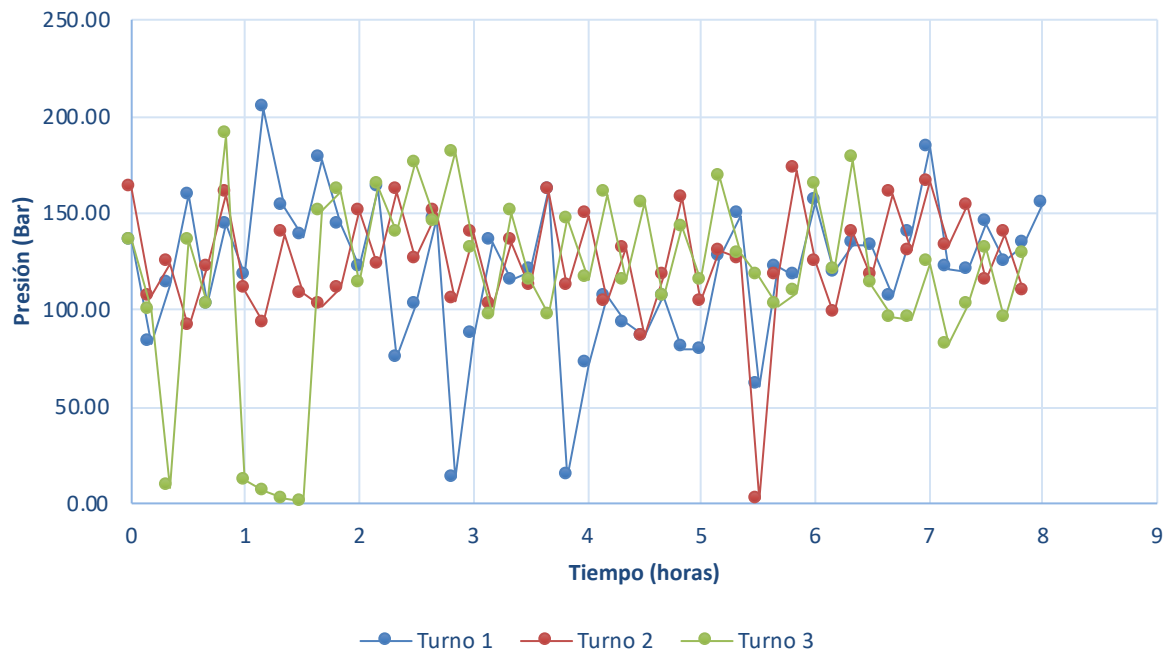


Figura 4. Variación de la presión de fusión durante la jornada laboral

Amperaje vs. Jornada Laboral

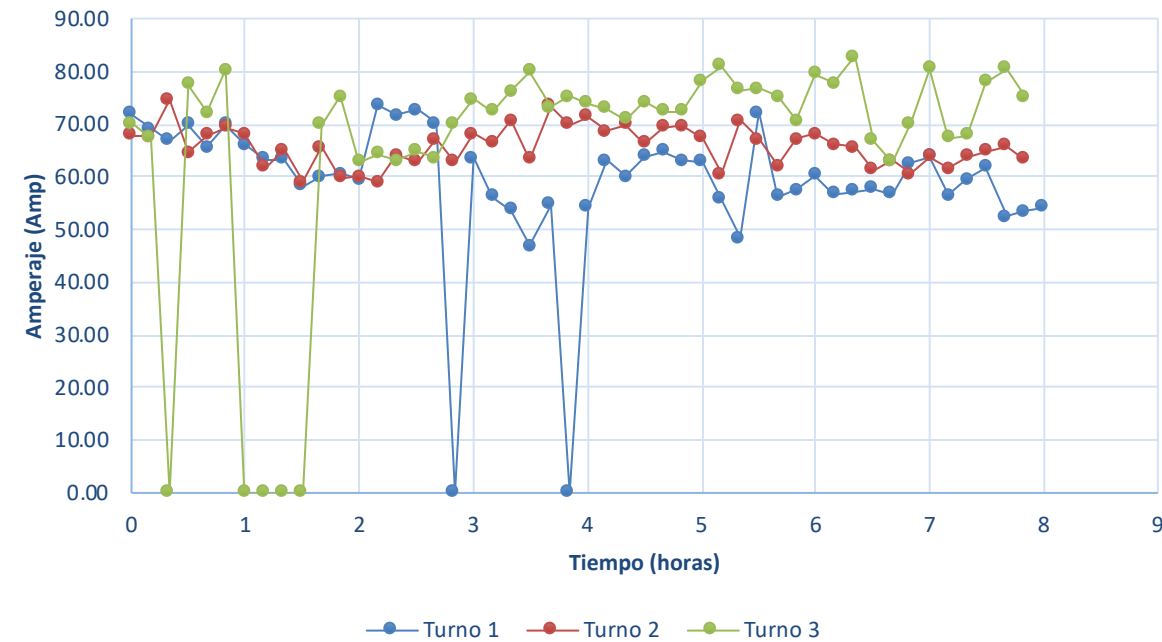


Figura 5. Variación del amperaje de la máquina durante la jornada laboral

INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

OBJETIVO GENERAL

Analizar los indicadores de calidad del compuesto negro de PVC con material reciclado y recuperado, extruido con diferentes tecnologías, para determinar las causas de la aparición de producto no conforme mediante la caracterización de las muestras obtenidas de las máquinas extrusoras e inyectoras.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Validar la calidad de la bota negra de PVC mediante pruebas físicas y químicas, siguiendo las normas ISO y ASTM utilizadas por la empresa.
- Caracterizar el compuesto negro de PVC con material reciclado y recuperado, utilizando análisis térmicos.
- Obtener los parámetros estructurales del compuesto negro mediante las técnicas experimentales para determinar las irregularidades presentes en el polímero.
- Establecer posibles soluciones para reducir la cantidad de producto no conforme producido en la empresa.

INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

Tipos de Compuestos

- Virgen
- Reciclado
- Recuperado

- Norma NTC-ISO2859-1

Tipos de Defectos

- Vetas
- Quemaduras
- Contaminación
- Migración de color
- Agujeros
- Rebaba

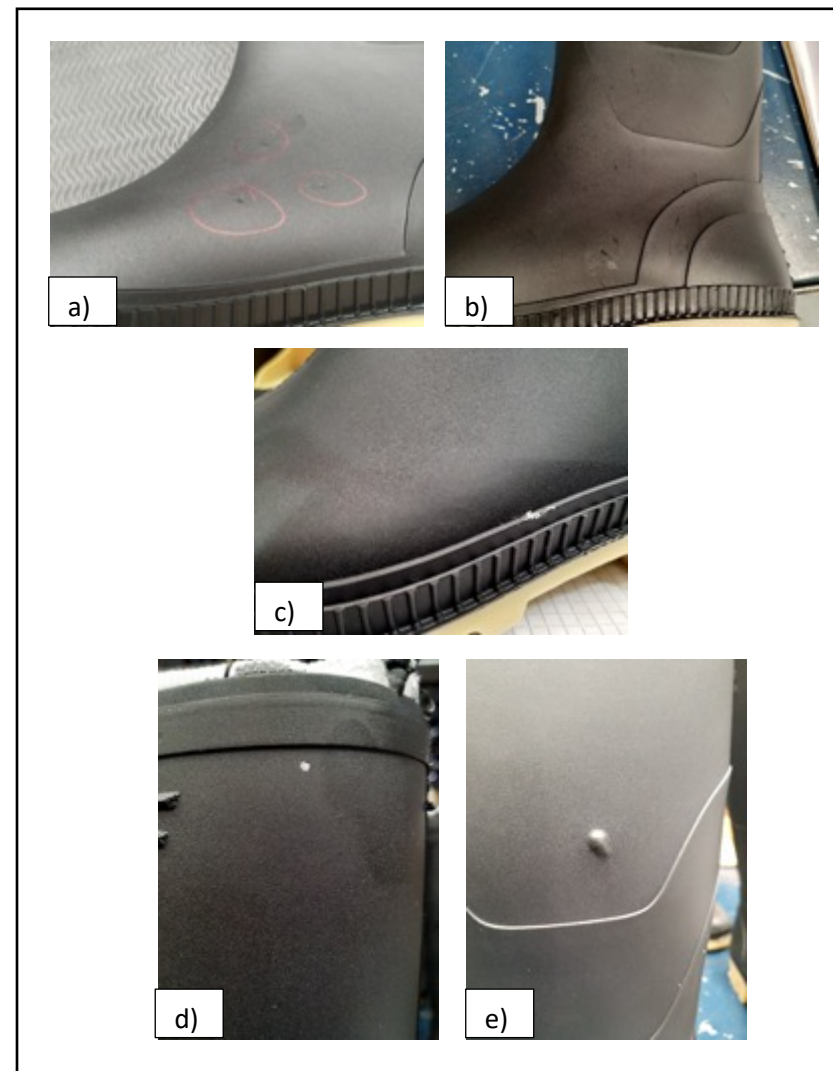


Figura 3. Defectos presentes en la bota.

Tabla 1.
Factores y niveles para el DOE.

Tipo	Factores	Niveles	
		Bajo	Alto
Temperatura del tornillo	Z1: alimentación	90°C	105°C
	Z2: gelificación	110°C	125°C
	Z3: plastificación	115°C	135°C
	Z4: cabezal	155°C	165°C
Velocidad del tornillo	V1 y V2	17 rpm	30 rpm

Tabla 2.
Arreglo de temperaturas para las 11 zonas del extrusor.

Std	Run	Z1	Z2	Z3	Z4	Z5	Z6	Z7	Z8	Z9	Z10	Z11	RPM
1	6	85	90	100	100	110	115	115	115	120	130	155	30
2	8	100	105	100	100	110	115	115	115	120	130	155	17
3	3	85	90	110	110	125	115	115	115	120	130	155	17
4	4	100	105	110	110	125	115	115	115	120	130	155	30
5	11	85	90	100	100	110	125	125	135	120	130	155	17
6	10	100	105	100	100	110	125	125	135	120	130	155	30
7	5	85	90	110	110	125	125	125	135	120	130	155	30
8	7	100	105	110	110	125	125	125	135	120	130	155	17
9	13	85	90	100	100	110	115	115	115	140	140	165	17
10	1	100	105	100	100	110	115	115	115	140	140	165	30
11	14	85	90	110	110	125	115	115	115	140	140	165	30
12	9	100	105	110	110	125	115	115	115	140	140	165	17
13	15	85	90	100	100	110	125	125	135	140	140	165	30
14	12	100	105	100	100	110	125	125	135	140	140	165	17
15	16	85	90	110	110	125	125	125	135	140	140	165	17
16	2	100	105	110	110	125	125	125	135	140	140	165	30

- DENSIDAD APARENTE
- MFI
- DUREZA
- FLEXIÓN DE CAÑAS
- RESISTENCIA A LA ABRASIÓN
- MÓDULO 100% ELONGACIÓN
- DENSIDAD
- VISCOSIDAD
- MIGRACIÓN DEL COLOR
- PLASTICIDAD
- ETD
- TGA
- DSC

- ASTM 1895-17
- ISO 1133-1
- ISO 7619-1
- ISO 17694
- ISO 4649
- ISO 37
- MANUAL OHAUS
- MANUAL PISA
- MANUAL PISA
- MANUAL HAAKE
- MANUAL HAAKE
- ASTM E1131
- ASTM D3418-03



MFI



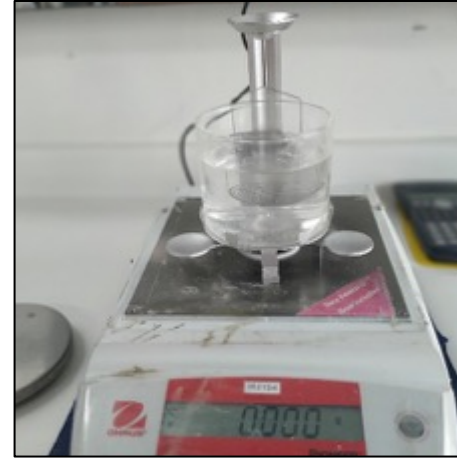
ABRASIÓN



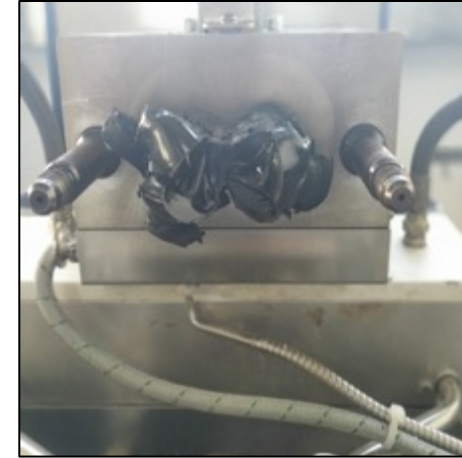
DSC



FLEXIÓN DE CAÑAS



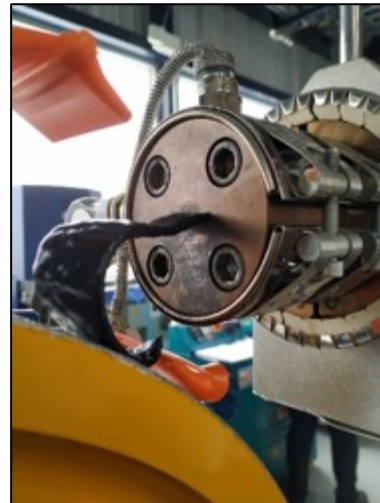
DENSIDAD



PLASTICIDAD/ETD



MÓDULO 100% ELONGACIÓN



VISCOSIDAD DINÁMICA



TGA



DENSIDAD APARENTE



DUREZA



MIGRACIÓN DE COLOR

INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

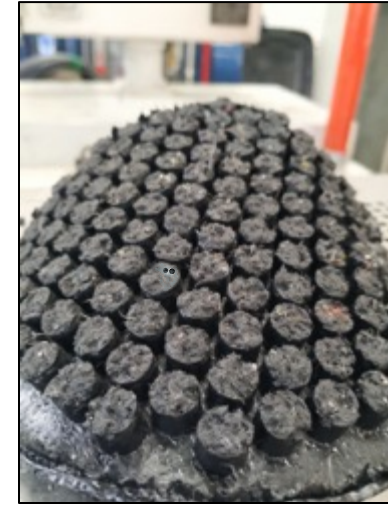


Tabla 3.
Datos de la máquina

PRUEBA	FILTROS/hr	CAUDAL (Kg/hr)	PRESIÓN (Bar)	AMPERAJE (A)
P1	2	376.22	139	82.6
P2	2	403.48	132	91.6
P3	5	430.22	152	77.3
P4	4	389.85	153	88.6
P5	2	380.42	155	81.1
P6	2	376.74	149	86.3
P7	5	362.52	147	82.5
P8	3	389.70	155	84.9
P9	3	456.66	145	91
P10	7	371.70	150	74.1
P11	5	474.48	145	79.7
P12	2	421.74	134	88.5
P13	4	397.98	172	65.8
P14	5	338.40	131	76.5
P15	13	380.16	139	92.0
P16	4	433.98	160	62

Tabla 4.
Datos de las pruebas

PRUEBA	DENSIDAD (gr/cc)	DENSIDAD APARENTE (gr/cc)	VISCOSIDAD (Pa*s)	MFI (gr/10 min)
P1	1.19	0.60	5,228.48	44.1
P2	1.21	0.62	4,614.25	49.2
P3	1.20	0.60	4,739.48	47.2
P4	1.21	0.62	4,198.22	50.1
P5	1.20	0.58	4,426.33	49.4
P6	1.20	0.62	4,531.04	51.2
P7	1.19	0.62	4,507.74	48.6
P8	1.20	0.62	4,510.97	50.9
P9	1.21	0.57	4,342.09	48.1
P10	1.20	0.60	3,935.10	47.5
P11	1.21	0.62	4,219.85	43.6
P12	1.21	0.62	4,683.84	49.7
P13	1.20	0.63	3,799.19	43.8
P14	1.21	0.61	4,153.10	44.7
P15	1.20	0.59	3,551.20	50.4
P16	1.21	0.61	4,540.83	46.6

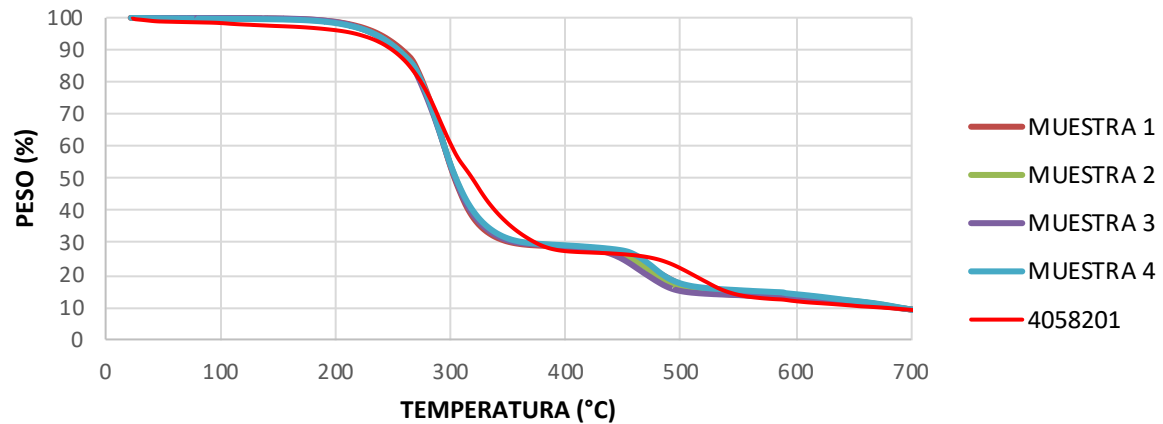
Tabla 5.
Datos de las pruebas

PRUEBA	ABRASIÓN (mm ³)	FLEXIÓN CAÑAS	MIGRACIÓN DE COLOR	ETD (min)
	152.6	PASA	4-5	65
P2	167.2	PASA	4-5	66
P3	127.3	PASA	4-5	64
P4	173.5	PASA	4-5	67
P5	184.2	PASA	3-4	64
P6	163.2	PASA	4	70
P7	151.4	PASA	4-5	69
P8	164.3	PASA	4-5	69
P9	161.4	NO PASA	4	69
P10	171.8	PASA	4-5	57
P11	170.2	PASA	3	60
P12	159.6	PASA	4	67
P13	170.9	NO PASA	4	65
P14	162.9	PASA	3-4	61
P15	175.1	NO PASA	4	65
P16	181.5	NO PASA	4-5	66

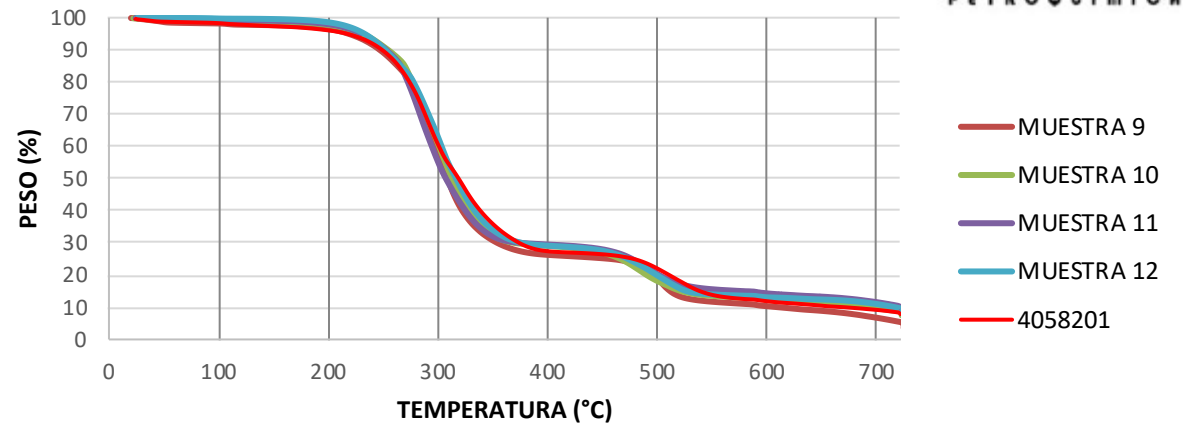
Tabla 6.
Datos de las pruebas

PRUEBA	MÓDULO 100% (MPa)	ELONGACIÓN (%)	DESGARRE KN/m	DUREZA (Shore A)
P1	4.8	388	36.33	59.9
P2	4	390	34.50	58.4
P3	4.4	404	34.23	56.6
P4	4.4	366	33.32	57.0
P5	4	405	32.01	57.0
P6	4.1	390	32.54	57.1
P7	4.3	390	32.93	58.0
P8	4.3	395	31.88	57.3
P9	4.8	300	31.88	57.0
P10	4.1	390	30.58	57.0
P11	4.5	365	31.10	58.2
P12	4.4	390	31.10	57.8
P13	4.9	325	32.80	58.3
P14	4.4	340	32.93	58.7
P15	4.6	340	33.19	58.0
P16	4.6	340	31.62	57.7

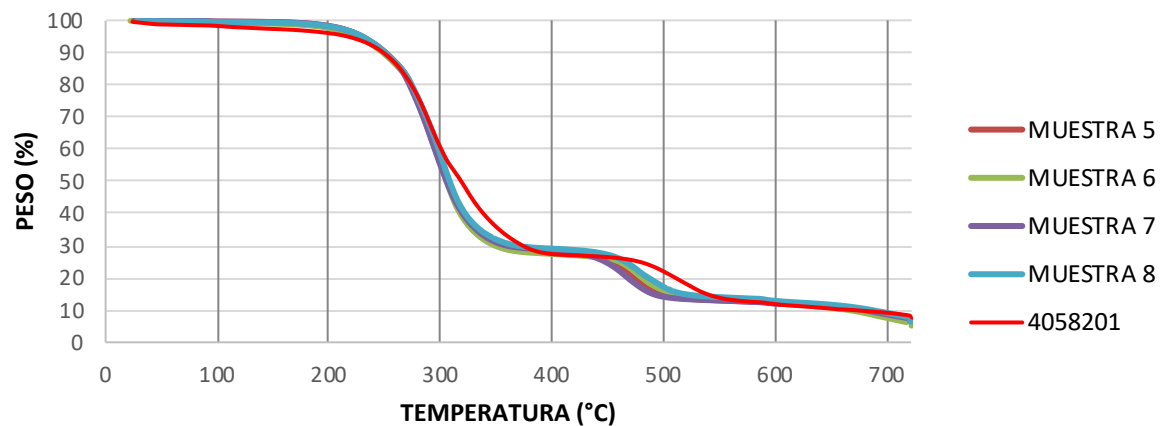
CURVAS TGA (MUESTRAS 1-4)



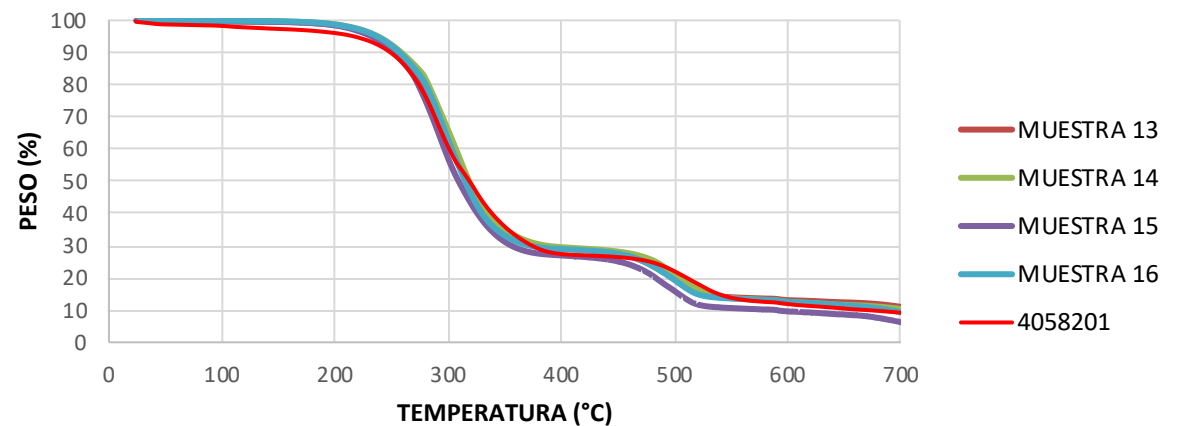
CURVAS TGA (MUESTRAS 9-12)



CURVAS TGA (MUESTRAS 5-8)



CURVAS TGA (MUESTRAS 13-16)



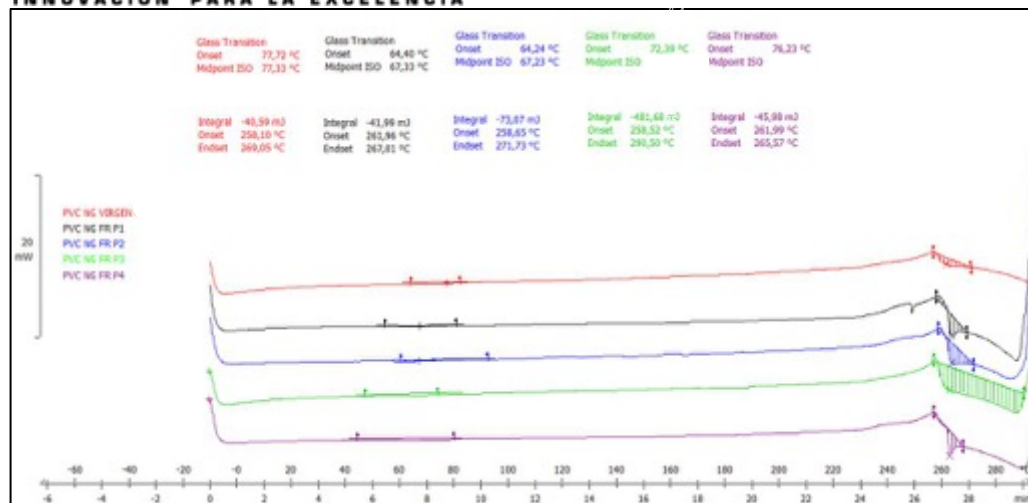


Figura 6. Gráficas DSC para las muestras 1-4 vs. compuesto virgen

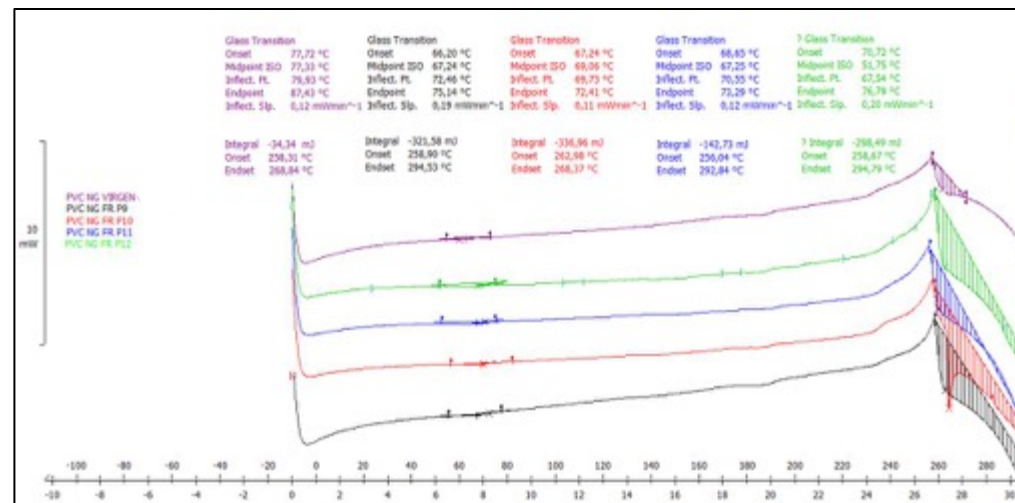


Figura 8. Gráficas DSC para las muestras 9-12 vs. compuesto virgen

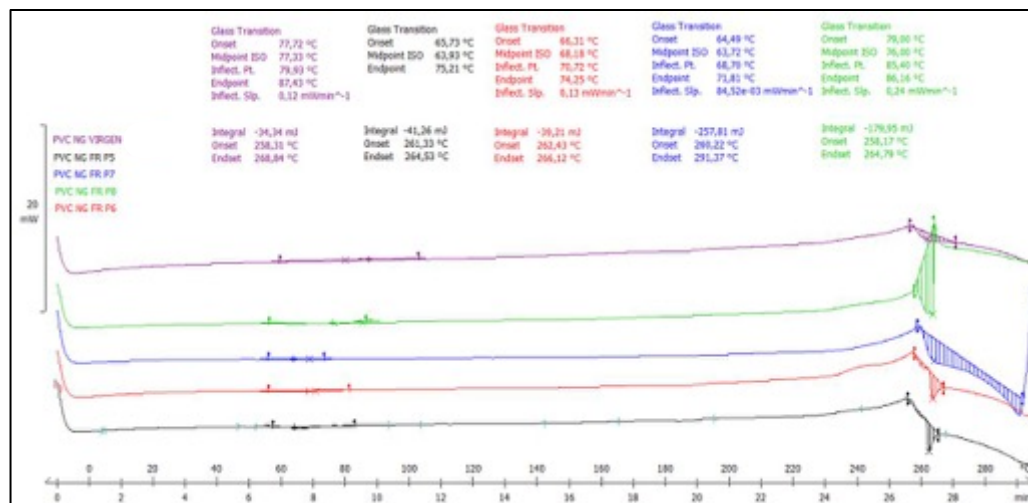


Figura 7. Gráficas DSC para las muestras 5-8 vs. compuesto virgen

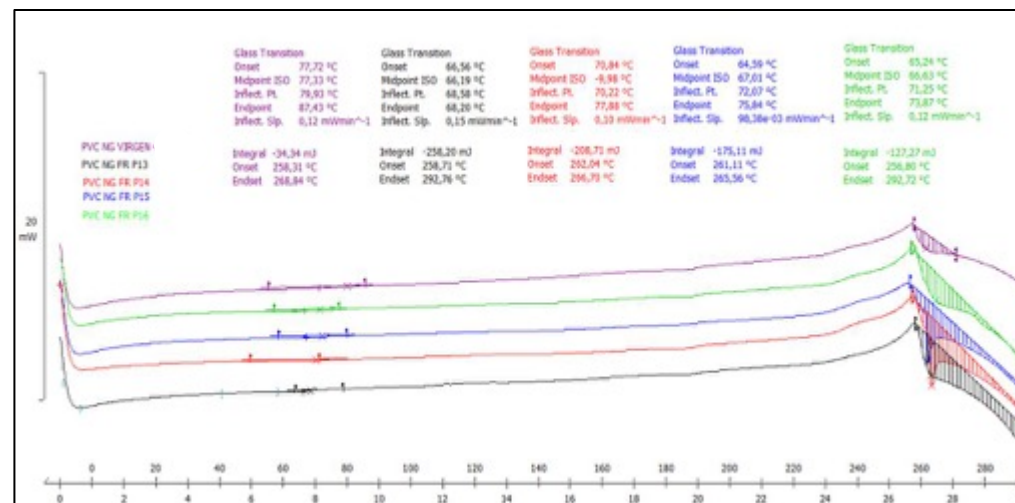
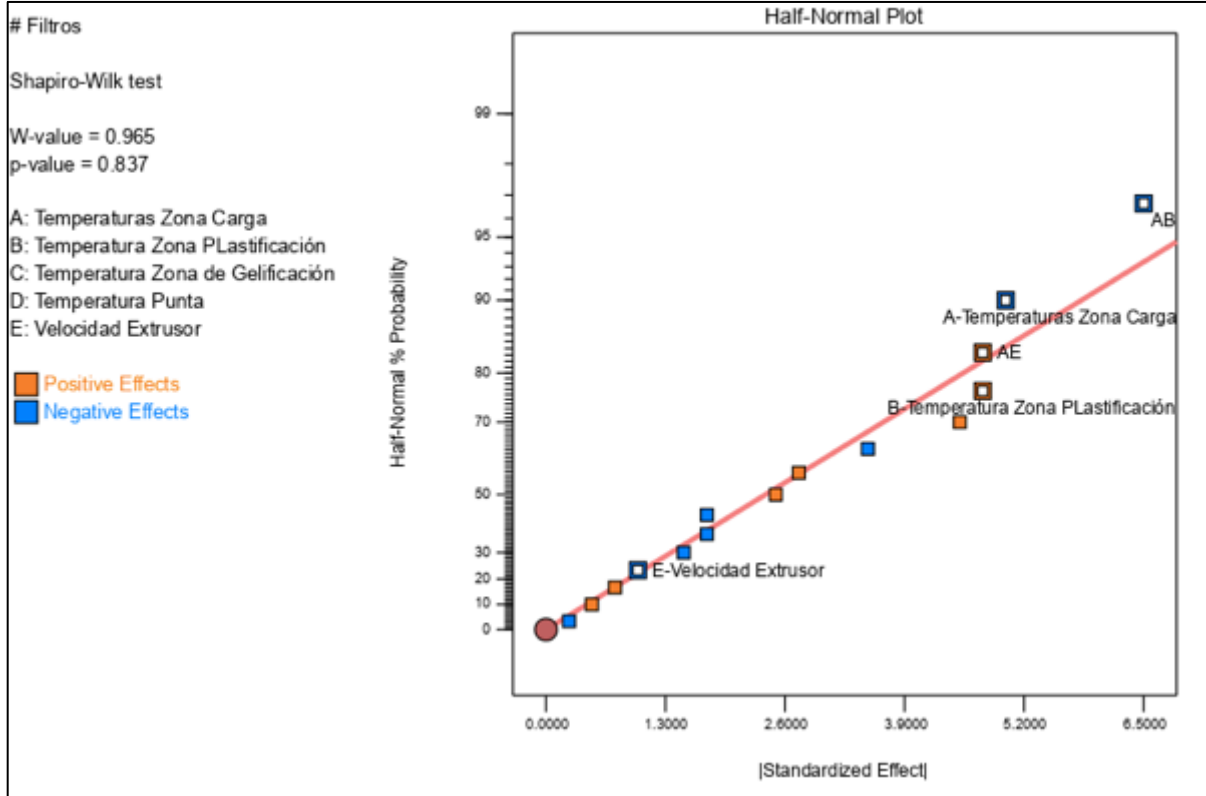


Figura 9. Gráficas DSC para las muestras 13-16 vs. compuesto virgen

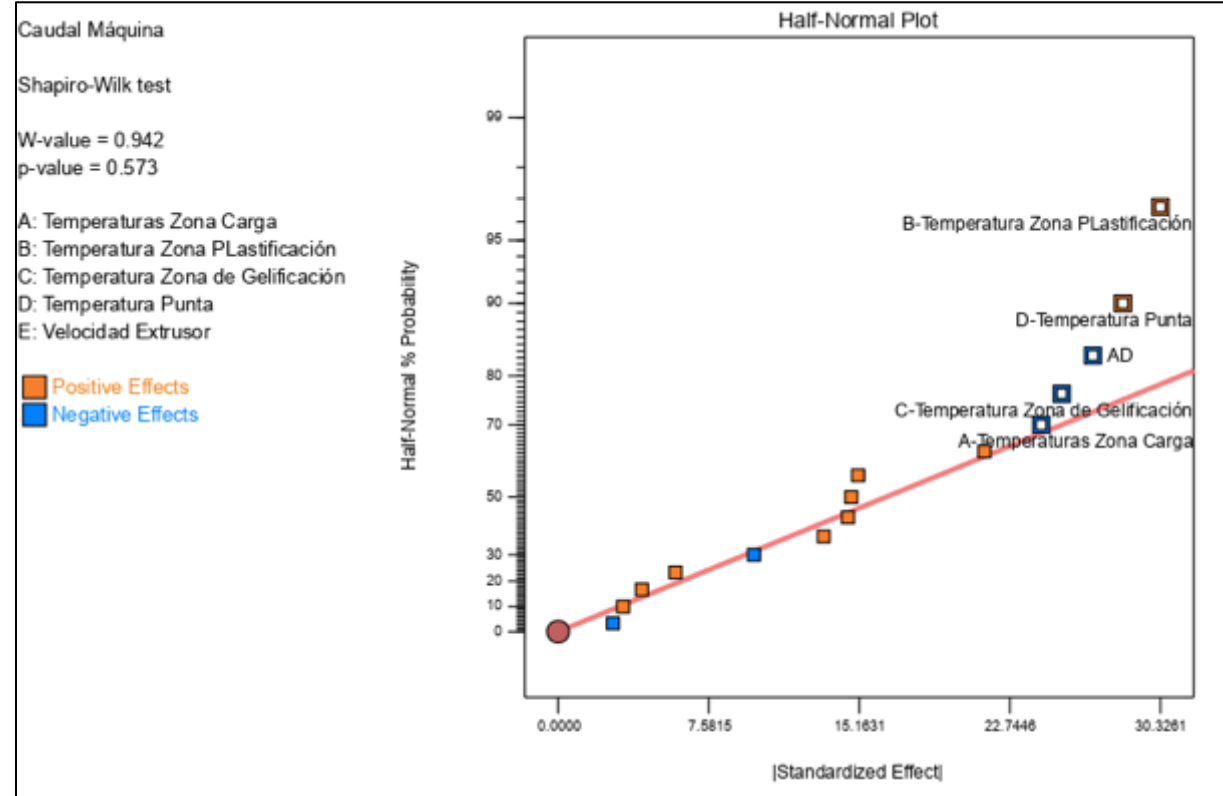
Tabla 7.
Datos de las pruebas

MUESTRA	% PESO DE AGUA*	% PESO DE CENIZA	GLASS TRANSITION (°C)	PLASTICIDAD (N*m)
P1	0.154	7.38	67.33	7.80
P2	0.192	7.08	67.23	7.80
P3	0.073	7.34	72.39	7.40
P4	0.319	6.83	76.23	7.40
P5	0.285	6.12	63.93	7.40
P6	0.621	4.41	68.18	7.40
P7	0.329	5.36	63.72	7.40
P8	0.466	5.99	76.00	7.40
P9	1.718	3.51	67.24	7.50
P10	0.819	7.21	69.06	7.40
P11	0.653	8.41	67.25	6.80
P12	0.186	7.73	51.75	7.50
P13	0.186	7.73	66.19	7.30
P14	0.12	7.25	70.22	7.50
P15	0.219	2.38	67.01	7.30
P16	0.026	5.49	66.63	7.10

MEDIA NORMAL PARA LAS RESPUESTAS DEL DOE

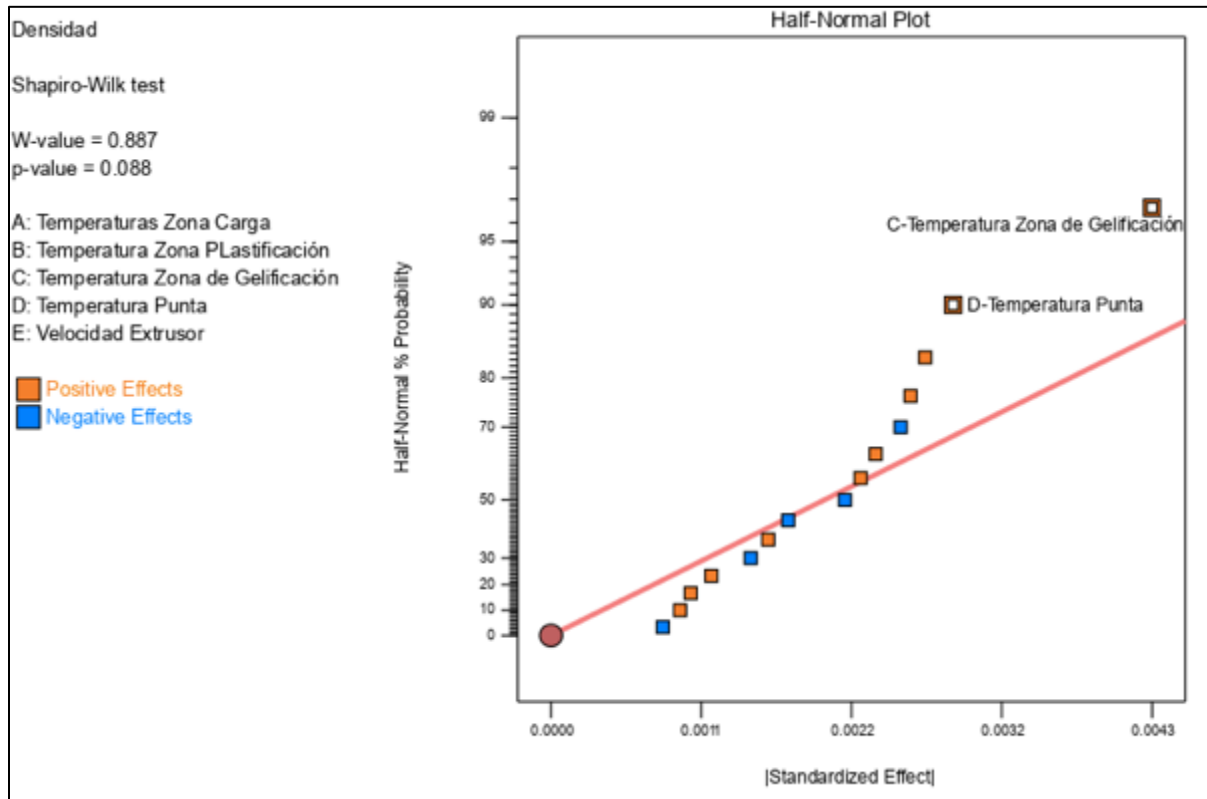


ANOVA
Modelo: Significativo
AB: Efecto Significativo

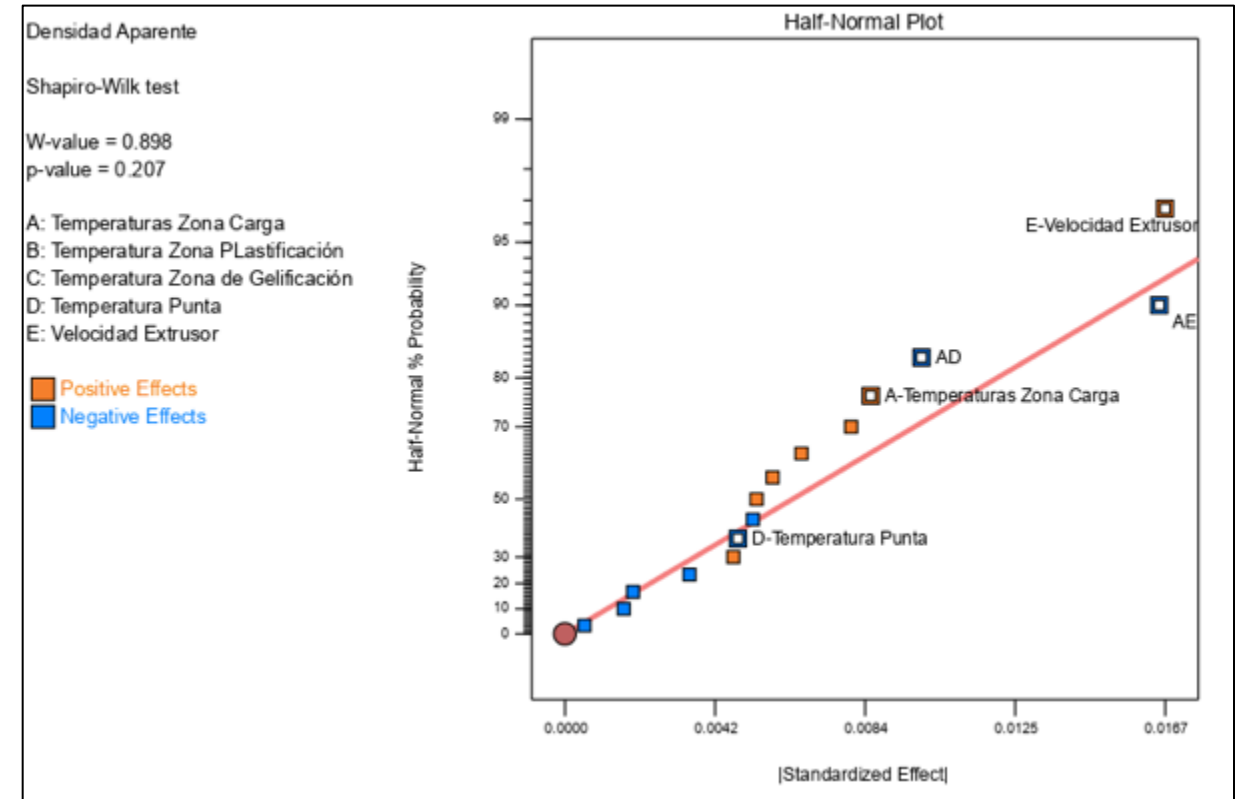


ANOVA
Modelo: Significativo
BD: Efecto Significativo

MEDIA NORMAL PARA LAS RESPUESTAS DEL DOE

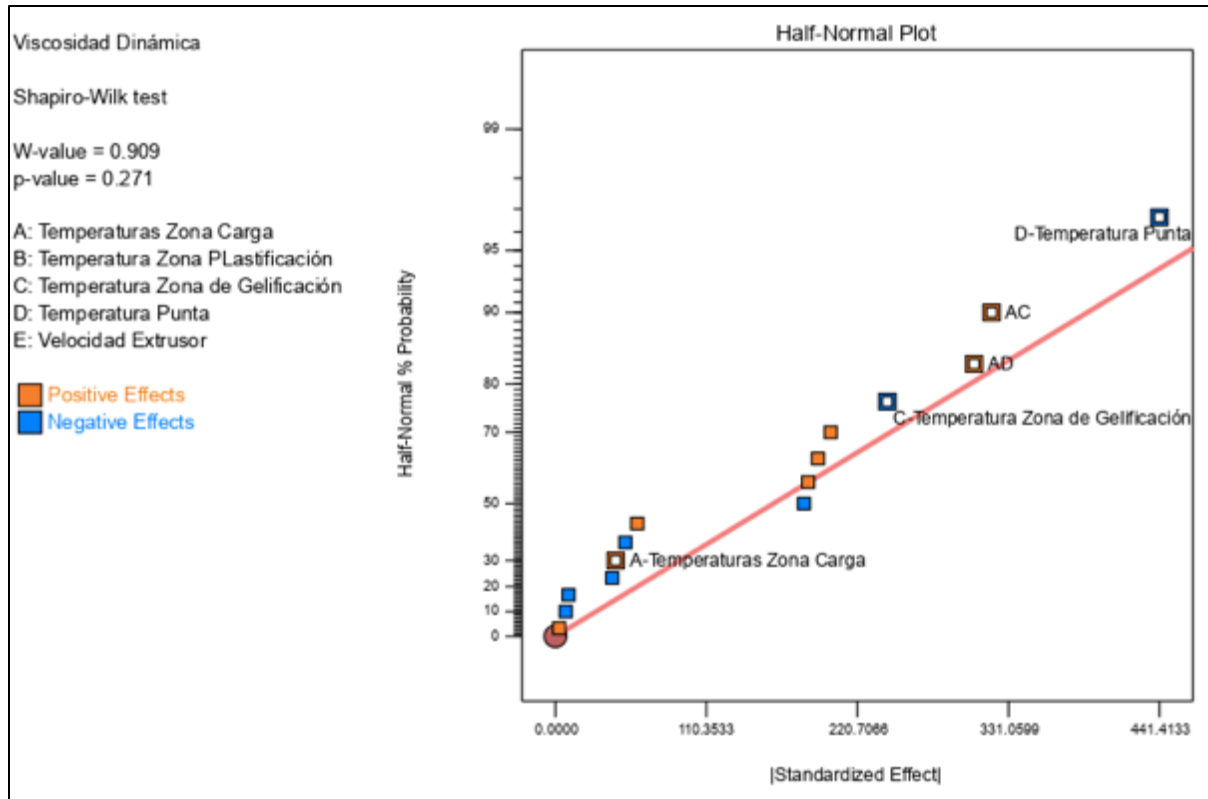


ANOVA
Modelo: No significativo
C: Efecto significativo

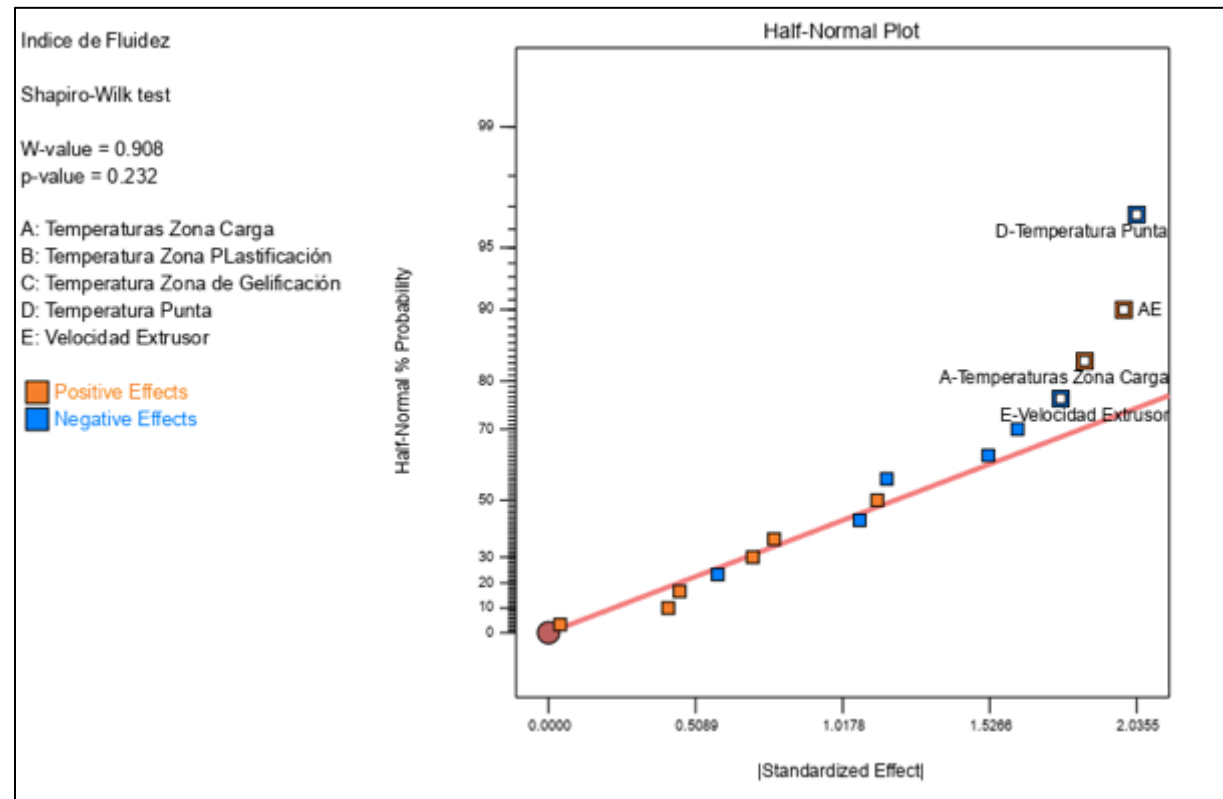


ANOVA
Modelo: Significativo
E, AE: Efecto significativo

MEDIA NORMAL PARA LAS RESPUESTAS DEL DOE

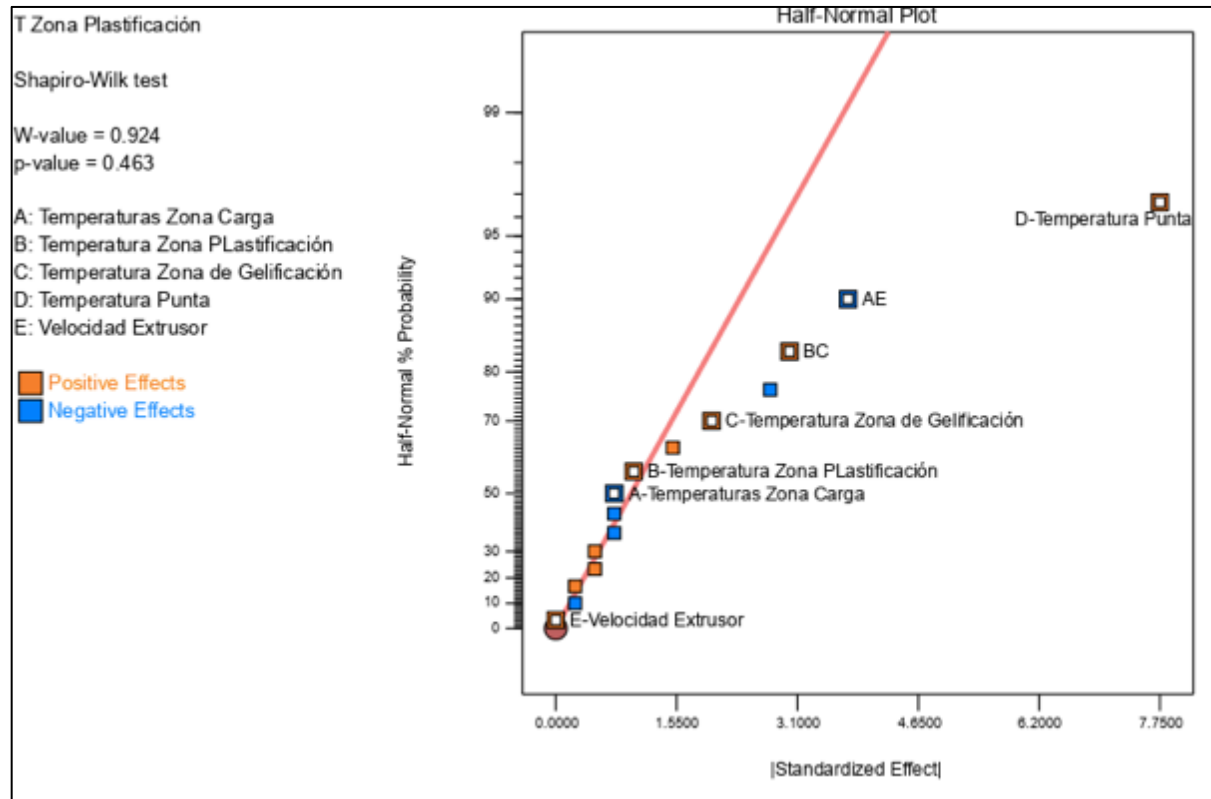


ANOVA
Modelo: Significativo
D, AC, AD: Efecto significativo

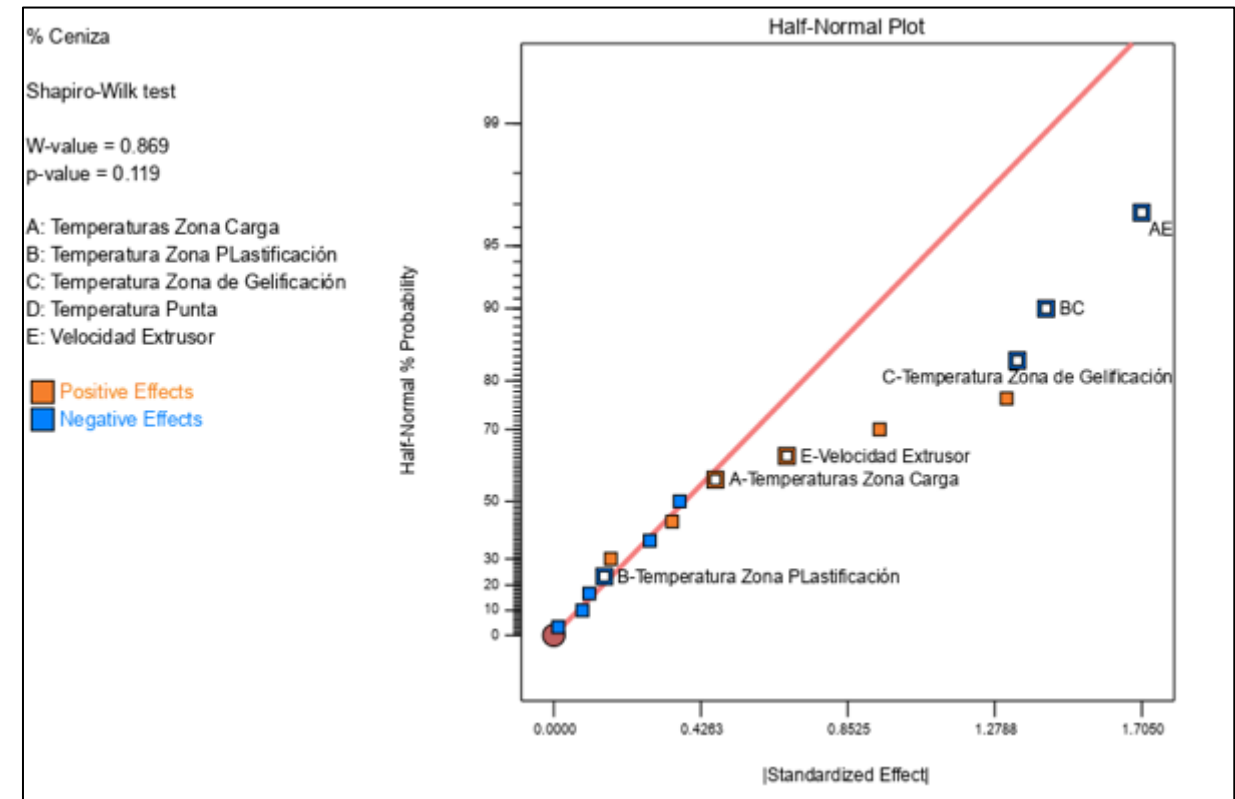


ANOVA
Modelo: Significativo
No hay términos del modelo significativos

MEDIA NORMAL PARA LAS RESPUESTAS DEL DOE

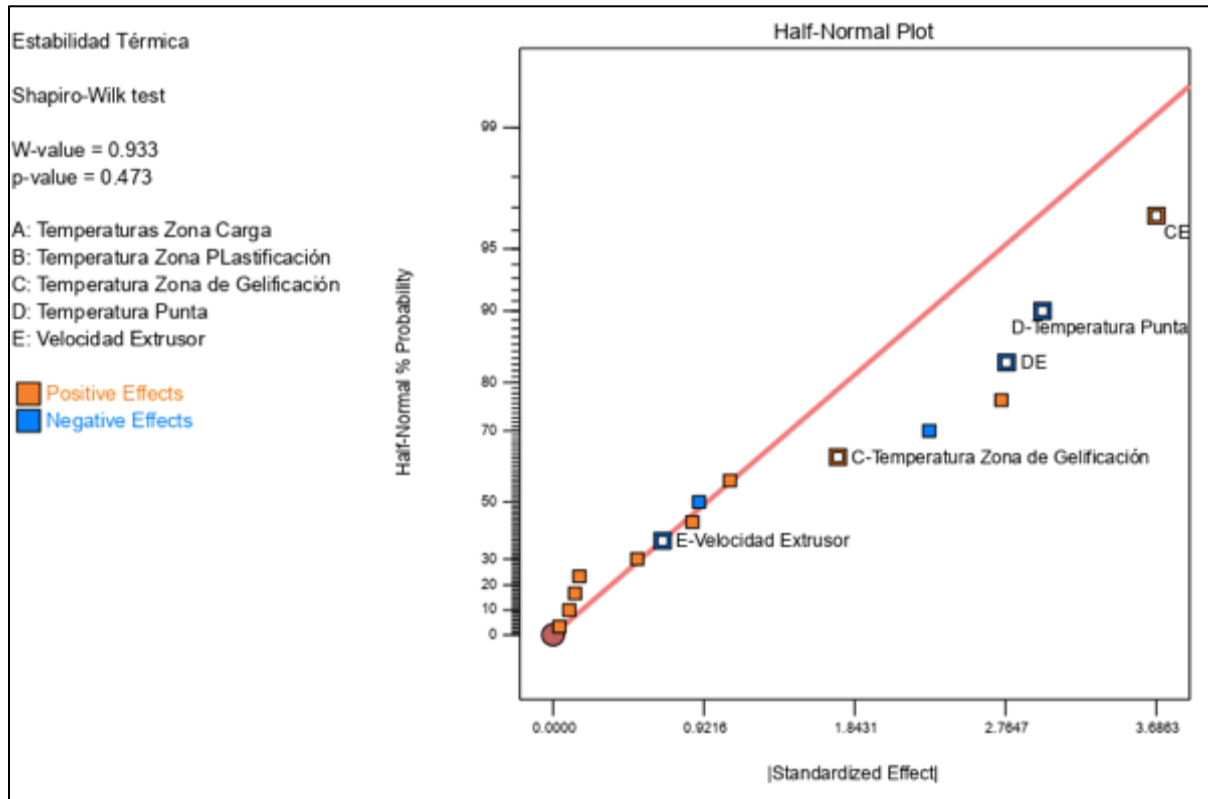


ANOVA
Modelo: Significativo
D, AE, BC: Efecto significativo

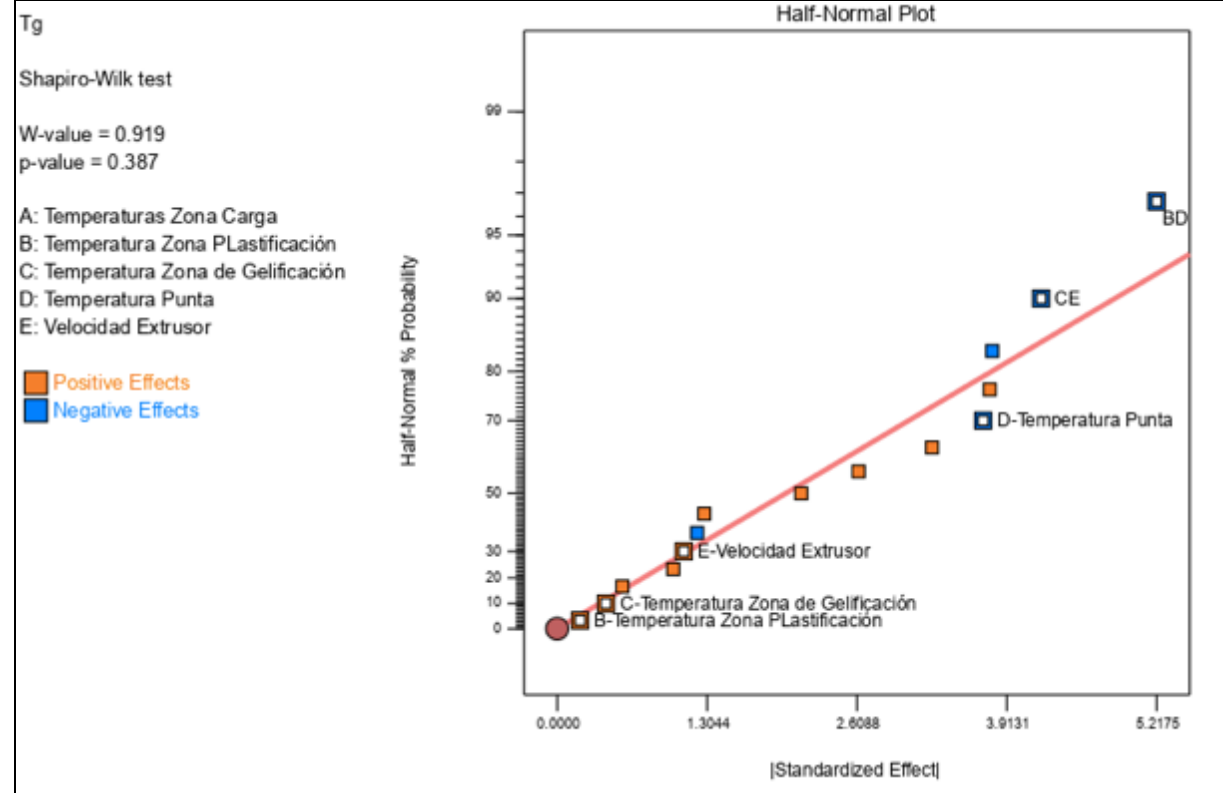


ANOVA
Modelo: Significativo
No hay términos del modelo significativos

MEDIA NORMAL PARA LAS RESPUESTAS DEL DOE



ANOVA
Modelo: Significativo
D, CE: Efecto significativo



ANOVA
Modelo: No significativo
No hay términos del modelo significativos

Tabla 8.

Datos obtenidos para la comprobación del DOE

Std	Z1	Z2	Z3	Z4	Z5	Z6	Z7	Z8	Z9	Z10	Z11	RPM
17	100	105	115	125	125	130	140	140	145	150	155	17

Fuente: Design Expert 12

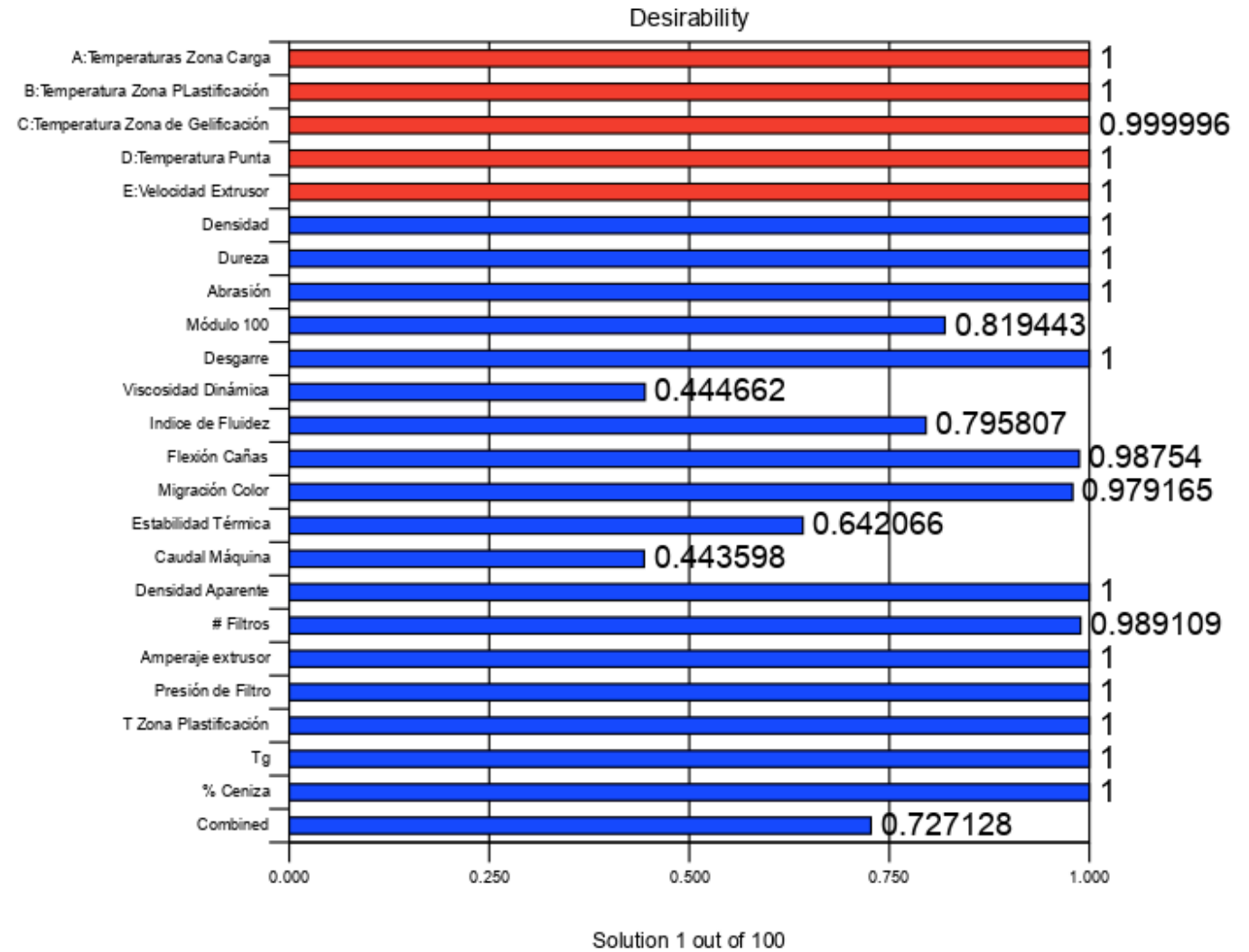


Figura 6. Diagrama con los valores de deseabilidad para cada una de las respuestas del DOE en función de la optimización.

Fuente: Design Expert 12

Tabla 9.

Valores obtenidos vs.
valores esperados del DOE

RESPUESTA	VALOR ESPERADO	VALOR OBTENIDO
Densidad (gr/cc)	1.204	1.200
Dureza (Shore A)	58.063	60
Abrasión (mm ³)	157.488	170.7
Viscosidad Dinámica (Pa*s)	4482.385	4490.5
Índice de Fluidez (g/10min)	49.634	51.5
Flexión de cañas	0.99	1
Migración de color	4-5	4-5
Estabilidad térmica (min)	65.49	63.6
Plasticidad (Nm)	7-7.6	7.1
Caudal (Kg/hr)	398.75	469.6

RESPUESTA	VALOR ESPERADO	VALOR OBTENIDO
Densidad aparente (gr/cc)	0.619	0.59
Filtros/hora	2.12	3
Amperaje extrusor (A)	83.125	67.5
Presión del filtro (Bat)	148.25	137.03
Temperatura zona 3 (°C)	133.64	143
Módulo 100%	4.163	4
Tg (°C)	72.673	70.02
% Ceniza	6.245	6.31
Desgarre (kN/m)	32.886	30.3

Tabla 10.

Tiempo de inyección y cantidad de botas producidas con el compuesto de la comprobación del DOE

TIEMPO (hr)	BUENAS	MALAS
1	59	2
2	66	5
3	117	1
4	105	4
5	94	3
6	118	1
TOTAL	559	16

Tabla 11.

Tipos y cantidad de errores obtenidos en el proceso de inyección de la comprobación del DOE

FALLA	CANTIDAD
Rebaba	4
Manchas Silicona	2
Agujeros	0
Contaminación	0
Migración	1
Media	0
Cortes	0
Rechupes	0
Vetas	8
Calibración	1
Total	16

INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

- A partir del análisis del diseño experimental se obtuvieron las condiciones ideales de la máquina extrusora para generar un compuesto estable, con propiedades dentro de las normativas vigentes utilizadas por la empresa, cumpliendo con los indicadores de calidad y cuyos valores están cerca de la naturaleza del compuesto virgen.
- Dentro de la comprobación de resultados obtenidos se pudo observar que parámetros como: la viscosidad dinámica, número de filtros y caudal, superan significativamente los valores teóricos, generando ahorros económicos importantes a la empresa y aumentando la calidad del producto.
- El análisis del diseño experimental establecido indica que, con un 95% de confianza, la implementación de las condiciones obtenidas para la máquina BA13 poseen una deseabilidad del 72%, afectada por dos respuestas principales: viscosidad dinámica y caudal de la máquina.

- El análisis térmico de las muestras permitió identificar una variación en la composición de la materia prima, observándose diferencias en la temperatura de transición vítrea (T_g) debido a que la cantidad de plastificante no es la misma para cada lote, esto se debe a la presencia de una cantidad desconocida de aditivos en la materia prima (PVC reciclado y recuperado).
- La temperatura de las zonas de carga, plastificación y de la punta tienen un efecto significativo en la viscosidad dinámica ya que esta propiedad es la que presenta mayor dificultad de control, y es indicador principal al momento de comparar el compuesto FR con el virgen.

- Otras respuestas significativas, según el ANOVA, son la estabilidad térmica dinámica y el caudal de la máquina; es decir que estas propiedades se encuentran bajo los efectos de las temperaturas de la máquina extrusora. Una temperatura muy elevada en la primera zona provoca la pre plastificación del compuesto, evitando su homogenización y acelerando su descomposición al llegar a la punta del extrusor. Además se ve afectada la densidad aparente, ya que obtener pellets de tamaño y forma similar asegura el aprovechamiento del espacio en el almacenamiento, caso contrario se obtienen pellets amorfos que provocan pérdidas de espacio.

INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

- Se recomienda a la Empresa Plasticaucho Industrial utilizar las condiciones establecidas mediante el diseño experimental para la producción del compuesto de PVC NG FR, y realizar el seguimiento para asegurar la calidad del compuesto y, de ser necesario, ajustar los valores.
- Es necesaria una mejora en el proceso de pretratamiento de las materias primas utilizadas para la extrusión del compuesto FR, de tal forma que se disminuya la cantidad de contaminantes.
- Se recomienda el control de las condiciones utilizadas en el extrusor durante el turno de velada, ya que presentó la mayor cantidad de paros de máquina y cambios de condiciones durante el análisis previo. Además se recomienda el establecimiento de un registro de inactividad para compararlos con el software del equipo y establecer si los paros se dan por operador, limpiezas o fallos de la máquina.

