

Estudio de la fluencia térmica de PET reciclado utilizando el proceso de termoformado

Study of thermal fluency of recycled PET using the thermoforming process

Carlos Sánchez López^{1*}, Carlos Humberto Saucedo Zárate¹,
Mario Salvador Esparza González¹, Luis Antonio Castañeda Ramos²

Sánchez López, C., Saucedo Zárate, C. H., Esparza González, M. S., Castañeda Ramos, L. A.,
Estudio de la fluencia térmica de PET reciclado utilizando el proceso de termoformado.
Investigación y Ciencia de la Universidad Autónoma de Aguascalientes. Número 61: 26-32,
enero-abril 2014.

RESUMEN

Este trabajo presenta los resultados obtenidos al analizar el comportamiento de la fluencia térmica o *creep* de Politereftalato de etileno reciclado, comúnmente conocido como PET, obtenido a partir de envases de refrescos o de agua. El estudio se realizó a través de 60 muestras de cinco tipos de envases, en presentaciones tipo hoja de 100 x 100 mm y 1.5 mm de espesor. Para visualizar el comportamiento de fluencia térmica se recurrió al uso del proceso de termoformado por gravedad. De los datos obtenidos se reportan aquellos que corresponden a deflexiones de 25, 30 y 40 mm. Los resultados permitieron identificar un comportamiento estable en deflexiones de 25 mm, en temperaturas en el rango de 135°C a 176°C, lo que evita la vitrificación del material. Dichas temperaturas se han utilizado en la caracterización técnica del prototipo de una extrusora para PET reciclado.

Palabras clave: PET, reciclado, fluencia térmica, temperatura, termoformado, extrusión.

Keywords: PET, recycling, thermal creep, temperature, thermoforming, extrusion.

Recibido: 16 de abril de 2013, aceptado: 26 de febrero de 2014

¹ Departamento de Metal Mecánica, Instituto Tecnológico de Aguascalientes.

² Departamento de Eléctrica y Electrónica, Instituto Tecnológico de Aguascalientes.

* Autor para correspondencia: drcarlosli@yahoo.com

ABSTRACT

This work presents the results obtained by analyzing the behavior of thermal fluency of recycled polyethylene terephthalate, commonly known as PET, obtained from base plates of soft drinks or water. The study was conducted through 60 samples of five types of base plates, in presentations type sheet 100 x 100 mm and 1.5 mm thick. To visualize the behavior of thermal fluency it resorted to the use of the thermoforming process by gravity. From the data, those corresponding to deflections of 25, 30 and 40 mm are reported. The results allowed identifying a stable behavior in deflections of 25 mm, at temperatures from 135°C to 176°C, avoiding the vitrification of the material. These temperatures have been used in the technical characterization of the prototype of an extruder for recycled PET.

INTRODUCCIÓN

Sánchez López et al. (2012) reportaron que en el Instituto Tecnológico de Aguascalientes se ha estado trabajando en la Caracterización del Proceso de Extrusión de PET Reciclado. Para tal efecto se requirió diseñar y construir una máquina extrusora. La conceptualización de la extrusora se basó en la caracterización de los parámetros del proceso de extrusión del PET reciclado, en donde se identificó que uno de los principales parámetros es la fluencia térmica del material, ya que influye directamente en el tiempo, la velocidad y la presión de extrusión.

Cormenzana (2001) identifica que durante el proceso de extrusión de polímeros se hace patente la fluencia debido al cambio de temperatura que afecta directamente la densidad del material y como consecuencia se tiene un problema dentro del contexto de la dinámica del fluido, en donde se requiere conocer el comportamiento viscoelástico no lineal del polímero.

Meissner y Hostettler (1994), así como Arteaga y Raymonde (2007) establecen que el comportamiento reológico de los polímeros implica altas tasas de deformación, tanto en flujos cortantes como en flujos elongacionales, lo que ha permitido desarrollar diversas técnicas para determinar la viscosidad elongacional en los polímeros.

Hieber y Chang (1993) utilizaron un molde en espiral para el estudio de la reología de los polímeros, y analizaron la influencia de la variación de la densidad del material, controlando la presión y la temperatura del proceso.

Rao, Schumacher y Chuang (1999) desarrollaron un método semiempírico para predecir la longitud del flujo en diferentes polímeros. Asumen flujo no newtoniano en función de la viscosidad y la temperatura.

Ponz (2008) cita que Léonardi F. utiliza una extrusora controlando la temperatura, la presión y la velocidad de extrusión. En un mismo ensayo pudo caracterizar el material bajo distintas condiciones de proceso, con el objetivo de relacionar la velocidad del proceso con el caudal extruido.

Bourgin, Corneau y Saint-Martin (1995) desarrollaron un código para mejorar el entendimiento del proceso de termoformado de hojas de plástico, basado en las leyes constitutivas de materiales poliméricos bajo grandes deformaciones, asumiendo que las propiedades mecánicas son dependientes de su comportamiento viscoelástico y de la temperatura por encima de la recristalización.

Aus der Wiesche (2004) presenta las ecuaciones que gobiernan la distribución de temperatura en hojas de plástico. Asimismo, el flujo del calor por convección se modela mediante la condición de Newton en función del coeficiente de transferencia por convección y la diferencia de temperaturas del medio ambiente y de la hoja de plástico, y de forma análoga en la transferencia por conductividad.

Thomann y Ermanni (2004) utilizan un enfoque micromecánico para representar la curva del flujo de materiales compuestos de fibra alineada discontinua unidireccional. El modelo es validado a través de mediciones de la curva del flujo de compuestos de poly(lauro lactam) de fibra de carbono.

Al-Haik M et al. (2001) investigaron, en un polímero compuesto, las propiedades viscoplásticas en función de la mayor temperatura del proceso. Utilizando carga variable y datos de fluencia térmica obtuvieron la dependencia entre las propiedades viscoplásticas y el tiempo. Su modelo es capaz de predecir el comportamiento de fluencia térmica en periodos cortos y a bajas temperaturas.

Briody, Duignan, Jerrams y Ronan (2012) compilaron resultados de la prueba de compresión bajo tensiones de fluencia idénticas, en un rango de temperaturas realizadas en una espuma de poliuretano flexible. Las curvas de fluencia obtenidas de estas pruebas fueron cambiadas a lo largo de la escala de tiempo por un factor que correspondió a una temperatura de prueba individual. El factor de desplazamiento a cualquier temperatura relaciona el tiempo para un proceso de flujo viscoelástico y el tiempo para el mismo proceso a una temperatura de referencia.

Lechat, Bunsell y Davies (2011) compararon el comportamiento mecánico entre fibras de Tereftalato de polietileno (PET) y de Neftalato de pilietileno (PEN). Concentraron su atención en el comportamiento de fluencia del material sometido a condiciones de tensión. Para ambos materiales, la tasa de fluencia es bastante baja y pareciera ser dependiente de la carga aplicada, por lo que se concluye que dicha dependencia no es lineal. La tasa de fluencia la determinaron ajustando las curvas con una función logarítmica.

Pegoretti, Kolarik y Slouf (2009) investigaron la fluencia a la tensión en Tereftalato de polietileno reciclado (rPET), así como en sus compuestos binarios y ternarios que contienen fibras de vidrio cortas o modificadores de impacto. Los cambios de resistencia a la tracción se realizaron mediante el uso de un aparato experimental casero equipado con un amplificador de tensión mecánica. Basaron su estudio en que la fluencia es función del tiempo, el esfuerzo y la temperatura. La tasa de fluencia, que era generalmente muy pequeña en todas las pruebas, fue ligeramente reducida en el compuesto con fibras

de vidrio cortas y aumentó con el compuesto de modificadores de impacto.

Flores, Balta Calleja y Asano (2001) observaron el comportamiento a la fluencia y las propiedades elásticas en películas de Tereftalato de polietileno estirado en frío, recocidas en el rango de 60°C a 240°C. Fueron investigadas por medio de pruebas de microindentación. El comportamiento de fluencia aparece íntimamente correlacionado a los cambios que ocurren en la nanoestructural del material recocido. El estudio revela que el material sin tratamiento fluye a velocidades más altas, por lo cual la tasa de fluencia tiende a disminuir con el aumento del espesor de las laminillas. Este hallazgo sugiere que el flujo viscoplástico del PET estirado en frío disminuye con el aumento del orden estructural del material, lo que es un estado precursor de cristalización.

Con base en las especificaciones del proyecto de investigación "Caracterización del Proceso de Extrusión de PET Reciclado", presentado por Sánchez et al. (2011), se identifica el requerimiento de conocer la temperatura del proceso de extrusión que demande la menor cantidad de presión de extrusión, manteniendo la velocidad constante.

Si se considera que la fluencia térmica de los materiales es un proceso de deformación a carga constante que depende principalmente del cambio de temperatura, se considera factible su uso para identificar el rango de temperatura del proceso para la extrusión del PET reciclado previamente citada.

MATERIALES Y MÉTODOS

El método utilizado es de tipo experimental, con recolección de datos en laboratorio. El material utilizado como materia prima es PET reciclado obtenido a partir de envases de refresco o de agua. En la Figura 1 se observa la geometría de las muestras de estudio, para lo cual se prepararon 60 muestras en forma de hojas de 100 x 100 mm y 1.5 mm de espesor. Las muestras se sometieron a las condiciones requeridas aprovechando las ventajas que ofrece el proceso de termoformado por gravedad.

Los experimentos se llevaron a cabo en el Laboratorio de Mecánica del Departamento de Metal Mecánica del Instituto Tecnológico de Aguascalientes mediante una máquina para termoformado de cama plana con capacidad para termoformar hojas de tamaño A4, mediante sujeción por presión.



Figura 1. Geometría de las muestras de PET.

En la Figura 2 se observa la máquina de termoformado por gravedad utilizada en la experimentación. La temperatura se obtiene a través de resistencias eléctricas, con una fuente de 120 V a 900 W, y puede ser controlada mediante el uso de un potenciómetro con capacidad hasta de 500°C.

Las pruebas se realizaron con 60 muestras en las cuales no se aplicó tal cual el proceso de termoformado; es decir, únicamente se utilizó la termoformadora para elevar la temperatura de las muestras de PET reciclado y procesarlas en el rango de 110°C a 198°C para evitar la vitrificación del material, ya que afecta sus propiedades mecánicas y de



Figura 2. Equipo utilizado en la experimentación.

proceso. En este rango de temperaturas se aprecia con mucha claridad el efecto de fluencia térmica por gravedad, lo cual garantiza tener controlada la presión de trabajo.

Los datos se obtuvieron suponiendo presión constante, ya que la fuerza aplicada fue la correspondiente al efecto gravitacional; sin embargo, dimensionalmente las muestras pueden cambiar en la sección transversal. Todas las pruebas se realizaron a temperatura ambiente de laboratorio en el rango de 20°C a 27°C.

RESULTADOS

En los experimentos se registró la temperatura de inicio de la prueba, llamada temperatura ambiente; la temperatura a la que se estudia el termoformado por gravedad del material, denominada temperatura de proceso; el tiempo de calentamiento hasta alcanzar la temperatura de proceso; el tiempo de enfriamiento de las muestras del PET reciclado; y el principal parámetro el alargamiento o deflexión, debido a la fluencia térmica del material por efecto de la temperatura y de la gravedad. Con la finalidad de proporcionar información que incluye los valores de la deflexión bajo estudio, de las 60 muestras estudiadas, en la Tabla 1 solamente se presenta una muestra de cinco de los resultados obtenidos.

En la Figura 3 se presentan algunas muestras deformadas mediante el uso del termoformado. La geometría obedece a que durante la etapa de enfriamiento se colocó sobre un molde similar a un prisma rectangular. Esta geometría se usa por la presencia de los ángulos rectos entre las caras –que son críticos en el proceso de termoformado–, y los resultados que de ahí se derivan permiten garantizar un buen proceso en otras geometrías más simples.



Figura 3. Algunas de las muestras deformadas por la fluencia térmica.

Tabla 1. Ejemplo de los datos recolectados durante la fase de experimentación

Prueba	Temperatura ambiente (°C)	Temperatura de proceso (°C)	Tiempo de calentamiento (seg)	Tiempo de enfriamiento (seg)	Deflexión (mm)
21	22	117	206	19	30
20	22	122	217	18	25
8	25	123	190	19	30
6	25	124	244	21	45
9	26	126	205	20	35

En las Figuras 4, 5 y 6 se presentan los resultados correspondientes a deflexiones de 25, 30 y 40 mm, ya que están en el rango de las deflexiones que permiten desarrollar el proceso obteniendo resultados aceptables en cuanto a tiempo y temperatura. En dichas figuras se observa el comportamiento de la temperatura para obtener el flujo térmico por gravedad en conjunto con el tiempo necesario para que se presente dicho efecto. Mediante análisis de dispersión se obtienen las ecuaciones 1, 2 y 3, que representan la proporcionalidad en la variación de la temperatura de proceso en función del tiempo para alcanzar la temperatura de proceso.

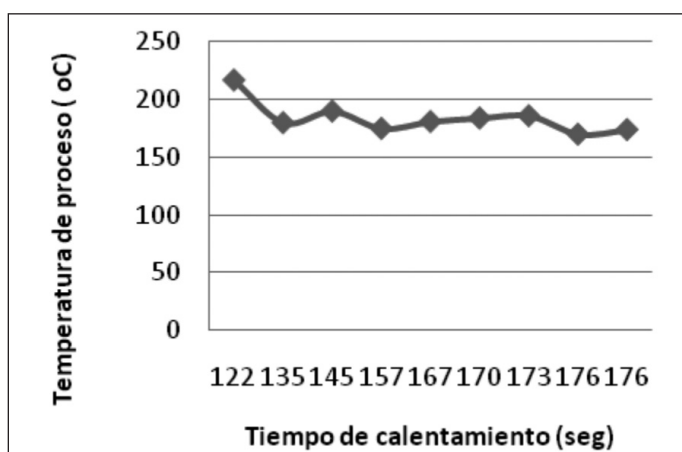


Figura 4. Relación Temperatura - tiempo (T-t) en flexiones de 25 mm.

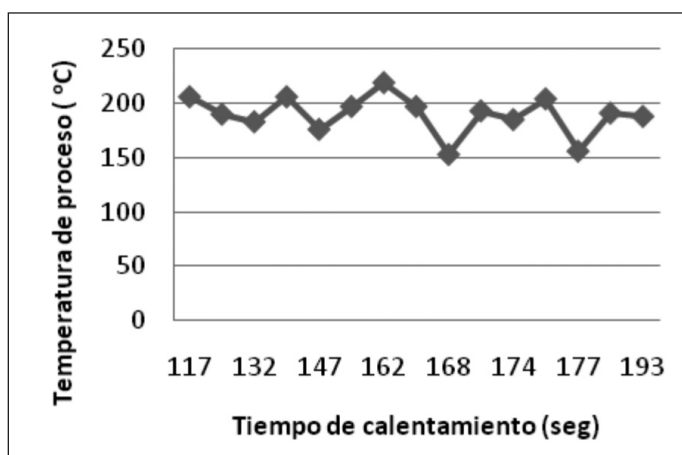


Figura 5. Relación Temperatura - tiempo (T-t) en flexiones de 30 mm.

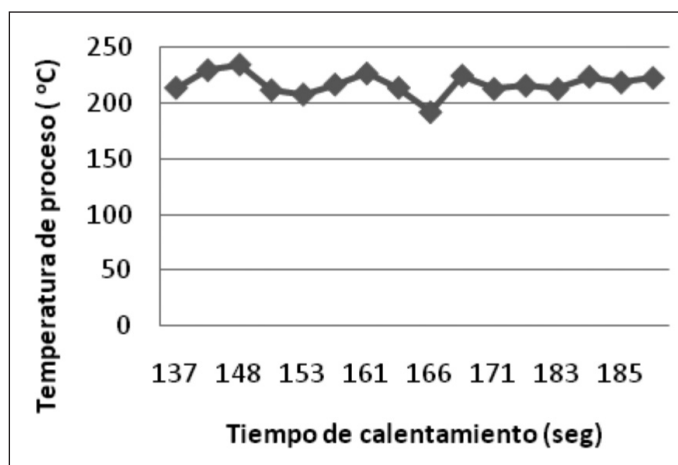


Figura 6. Relación Temperatura - tiempo (T-t) en flexiones de 40 mm.

$$T_{(25 \text{ mm})} = (-0.5153) t + 265.48 \quad 1$$

$$T_{(30 \text{ mm})} = (-0.1835) t + 218.7 \quad 2$$

$$T_{(40 \text{ mm})} = (-0.0297) t + 222.52 \quad 3$$

Las ecuaciones 1, 2 y 3 son una aproximación de primer orden o lineal, lo cual no se puede valorar todavía y se validará en la siguiente etapa de la investigación.

En la Figura 7 a) se presenta la relación de los valores promedio de los resultados obtenidos en cada experimento, entre la temperatura de proceso del PET reciclado y las elongaciones o deflexiones de 25, 30, 35, 40 y 45 mm. Asimismo, en la Figura 7 b) se presenta la relación entre el tiempo para alcanzar la temperatura de proceso del PET reciclado y las elongaciones o deflexiones.

DISCUSIÓN

El análisis de dispersión de los resultados obtenidos, según las Figuras 4, 5, y 6, permite obtener las ecuaciones 1, 2 y 3, las cuales sirven como referencia para complementar el estudio mediante simulación.

En lo que respecta a los valores promedio de las temperaturas de proceso, en la Figura 7 se puede observar que las deflexiones estudiadas se obtienen

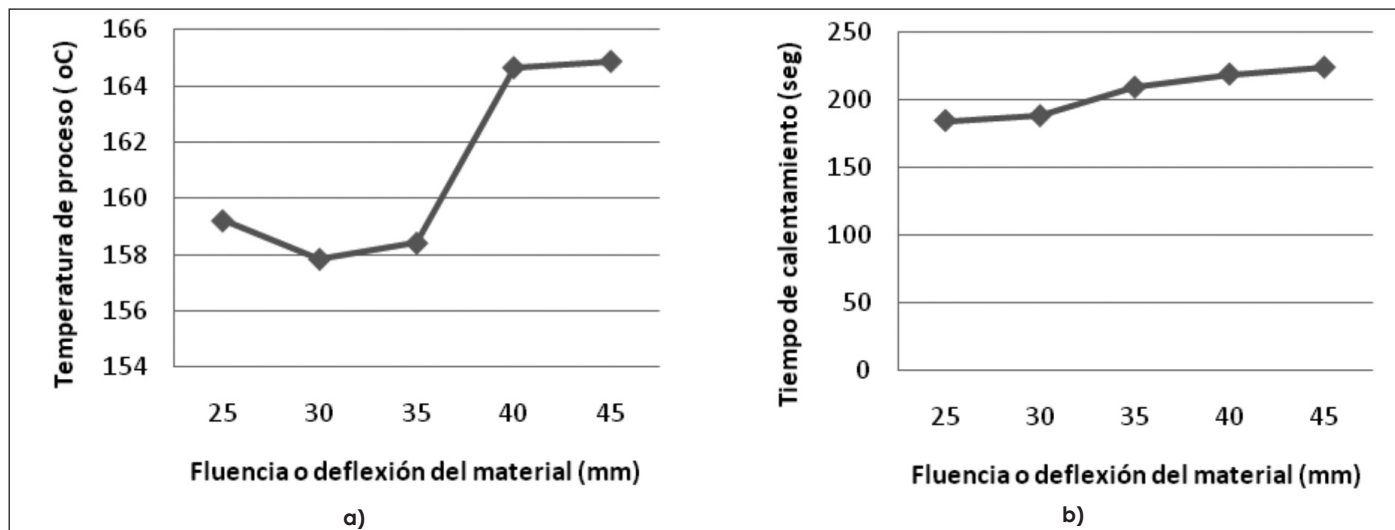


Figura 7. a) Relación promedio entre la temperatura de proceso y la fluencia del material. **b)** Relación promedio entre el tiempo de calentamiento y la fluencia del material.

en el rango de temperatura de 110°C a 198°C, lo que evita la vitrificación del material. También se observa que el incremento de la deflexión conlleva el incremento del tiempo para lograr cada deflexión. Se corrobora que de manera general para una determinada temperatura la deflexión es proporcional al tiempo de proceso; mientras que para diferentes temperaturas de proceso, a mayor temperatura de proceso, menor será el tiempo correspondiente.

CONCLUSIONES

Con base en que la deflexión requerida se puede obtener a diferentes temperaturas, es recomendable utilizar aquella que se encuentre más alejada de la temperatura de vitrificación del polímero para evitar modificar las propiedades mecánicas del material. Lo anterior se logra para deflexiones de 25 mm en el rango de 135°C a 176°C; para deflexiones de 30 mm el rango de temperatura recomendable es de 168°C a 193°C; mientras que para las deflexiones de 40 mm, los resultados obtenidos conllevan la posible vitrificación del material.

Los resultados obtenidos con las ecuaciones 1, 2 y 3 se consideran preliminares, ya que se ajustaron a un comportamiento lineal y su uso sólo se recomienda para la obtención de datos preliminares, así como una posible estrategia en la reducción del costo que demanda la parte experimental.

A la fecha, de los resultados obtenidos, únicamente los correspondientes a deflexiones de 25

mm se utilizaron como referencia en la temperatura de proceso inicial para la extrusión de PET reciclado, lo que es de gran utilidad debido a que al inicio no se disponía de dicha información para la caracterización técnica del prototipo de la extrusora indicada en Sánchez et al. (2011).



Figura 8. EcoStar es la planta en el estado del arte del reciclaje que muele y lava botellas de manera posterior al consumo para productos de termoformado. Imagen tomada de <http://www.ecostarplastics.com/>

LITERATURA CITADA

- AL-HAIK, M., VAGHAR, M. R., GARMESTANI, H., y SHAHAWY, M. Viscoplastic analysis of structural polymer composites using stress relaxation and creep data. *Composites: Part B* 32(2001): 165-170. Elsevier Science Ltd. S1359-8368(00)00042-1, 2001.
- ARTEAGA VÁZQUEZ, A. M. y RAYMONDE REMARQUETTE, N. Propiedades reológicas del polipropileno en flujos elongacionales y de cizallamiento. *Scientia Et Technica*, XIII(036): 397-400, Universidad Tecnológica de Pereira, ISSN 0122-1701. Septiembre 2007.
- AUS DER WIESCHE, S. Industrial thermoforming simulation of automotive fuel tanks. *Applied Thermal Engineering*, Elsevier Ltd, 2391-2409, 2004.
- BOURGIN, P., CORMEAU, I., y SAINT-MATIN, T. A first step towards the modelling of the thermoforming of plastic sheets. *Journal of Materials Processing Technology*, 54(1995): 1-11. Elsevier Science S. A. SSDI 0924-0136(95)01910-7, 1995.
- BRIODY, C., DUIGNAN, B., JERRAMS, S. y RONAN, S. Prediction of Compressive Creep Behaviour in Flexible Polyurethane Foam Over Long Time Scales and at Elevated Temperatures creep. *Polymer Testing*, 31(8): 1019-1025. Elsevier Ltd., 2012.
- CORMENZANA CARPIO, J. L. *Fluido Dinámica y Orientación Molecular en Flujo de Polímeros Fundidos con Superficies Libres*. Tesis Doctoral. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales, Universidad Politécnica de Madrid, 2001.
- FLORES, A., BALTA CALLEJA, F. J., y ASANO, T. Creep behavior and elastic properties of annealed cold-drawn poly(ethylene terephthalate): The role of the smectic structure as a precursor of crystallization. *Journal of Applied Physics*, 90(12) Dec. 15, 2001.
- HIEBER, C. A. y CHIANG, H. H. *Spiral-Flow Analysis Including Variable Density Effects*. ANTEC'93.
- LECHAT, C., BUNSELL, A. R., y DAVIES, P. Tensile and creep behaviour of polyethylene terephthalate and polyethylene naphthalate fibres. *Journal of Materials Science*, 46(2): 528-533, 2011.
- MEISSNER, J. y HOSTETTLER, J. A new elongational rheometre for polymer melts and other highly viscoelastic liquids. *Rheol. Acta* 33: 1-21, 1994.
- PEGORETTI, A. KOLARIK, J., y SLOUF, M. Phase structure and tensile creep of recycled poly(ethylene terephthalate)/short glass fibers/impact modifier ternary composites. *eXPRESS Polymer Letters*, 3(4): 235-244, 2009.
- PONZ ESTAÚN, L. *Metodología para la caracterización reológica de materiales termoplásticos en condiciones no convencionales para su aplicación a herramientas de simulación, aplicación a un PEHD reciclado*. Tesis Doctoral. Centro Politécnico Superior, Universidad de Zaragoza. 2008.
- RAO, N. S., SCHUMACHER, G., y MA, C. T. *Prediction Flow Length of Spiral Melt Flows in Injection Molds by a Semi-Empirical Model*. ANTEC'99.
- SÁNCHEZ LÓPEZ, C., SAUCEDO ZÁRATE, C. H., ESPARZA GONZÁLEZ, M. S., CASTAÑEDA RAMOS, L. A., SIERRA ORTIZ, R. B., y MARTÍNEZ PRIETO, J. J. *Caracterización del proceso de extrusión de PET reciclado*. Protocolo de investigación. Convocatoria de Investigación Científica y Tecnológica 2011. Sistema Nacional de Educación Superior Tecnológica; Dirección General De Educación Superior Tecnológica; Instituto Tecnológico de Aguascalientes; Cuerpo Académico Automatización y Control de Sistemas, 2011.
- SÁNCHEZ LÓPEZ, C., SAUCEDO ZÁRATE, C. H., ESPARZA GONZÁLEZ, M. S., CASTAÑEDA RAMOS, L. A., SIERRA ORTIZ, R. B., y MARTÍNEZ PRIETO, J. J. *Caracterización del proceso de extrusión de PET reciclado*. Informe técnico de avance. Proyectos de Investigación y Desarrollo Tecnológico. Sistema Nacional de Educación Superior Tecnológica; Dirección General De Educación Superior Tecnológica; Instituto Tecnológico de Aguascalientes; Cuerpo Académico Automatización y Control de Sistemas, 2012.
- THOMANN, U. I. y ERMANNI, P. Axial deformation behavior of discontinuous aligned fibre reinforced commingled yarn preforms at thermoforming conditions. *Composites Science and Technology*, 64, 1899-1912. Elsevier Ltd., 2004.