

# Relación entre la Estructura, PIAT, Grado de Cura y Resistencia al Impacto en Productos Monocapa de Polietileno Rotomoldeado

R. Alarcón, X. Alarcón, A. Rigail<sup>1</sup>

Área de Materiales y Procesos de Transformación / Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción  
Escuela Superior Politécnica del Litoral (ESPOL)  
Km. 30.5 Vía Perimetral, Guayaquil - Ecuador  
arigail@espol.edu.ec<sup>1</sup>

## Resumen

Esta investigación tiene como objetivo primordial estudiar la relación entre el tipo de polietileno, la temperatura de pico de aire interno (PIAT), grado de cura y la resistencia al impacto en tanques monocapa de polietileno de 55 galones para almacenamiento de agua. Estos tanques se someten a cargas de impacto desde su fabricación, manipulación, distribución y su disposición final en sitio.

El estudio está fundamentado sobre la variación de las condiciones de procesamiento, tanto las condiciones de calentamiento como las de enfriamiento y su influencia en el comportamiento de la densidad, grado de cura y resistencia al impacto.

Como se resultado se obtiene la optimización de los parámetros del proceso esta orientado a incrementar la resistencia al impacto de los tanques. A Condiciones de PIAT de 200°C, temperatura de horno de 300°C, y medio de enfriamiento rápido (aire+agua), se obtiene la mayor resistencia al impacto posible de 118.9J

**Palabras Claves:** cura, impacto, rotomoldeo, PIAT, polietileno

## Abstract

This research is to study the influence of structure, peak internal air temperature (PIAT), grade of cure on the impact strength of 55 gallons monolayer polyethylene tanks for water storage. These rotomolded products are exposed to impact forces during production, handling and final installation.

This study is based on variation of processing conditions such as heating and cooling conditions and their influence in the density and grade of cure reached and impact resistance of the processed product.

As a result, the optimization process parameters and enhance impact resistance of the rotomolded tank are related. For values of PIAT at 200 °C, oven temperature of 300 °C and water-air cooling conditions are obtained the best impact resistance of 118.9 J.

**Key Words:** cure, impact, PIAT, polyethylene

## 1. Introducción

La resistencia al impacto es la propiedad más crítica en productos rotomoldeados. Es importante obtener óptimos parámetros de procesamiento para lograr alto valores de resistencia al impacto. Se han desarrollado Tanques de polietileno rotomoldeados de bajo costo para almacenamiento de agua y lograr solucionar una problemática social en sector rurales o urbano marginales. Sin embargo, estos tanques desde los inicios de su fabricación hasta que es recibido por el consumidor final es sometido a cargas de impacto que producen resquebrajaduras prematuras y la posterior falla del tanque. Las condiciones de procesamiento y su monitoreo han sido estudiadas con la finalidad de mejorar las propiedades mecánicas<sup>1,2</sup> En la presente investigación se realizaron diversos ensayos y análisis

para variar el PIAT, grado de cura y densidad con la finalidad de incrementar la resistencia al impacto. En el desarrollo de estos ensayos se siguieron procedimientos normalizados por la Asociación de Moldeadores Rotacionales (ARM)<sup>1</sup>. El alcance de esta investigación comprende la selección de parámetros apropiados de una máquina industrial orientados a la obtención de una mayor resistencia al impacto posible relacionando estos parámetros los tiempos de calentamiento y enfriamiento. Esto permitirá incrementar la productividad del proceso. La combinación de variables lleva a obtener una adecuada densificación sin degradar el polietileno<sup>1</sup> y reducir su cristalinidad para incrementar la tenacidad del producto final rotomoldeado.

Recibido: Junio, 2008

Aceptado: Agosto, 2008

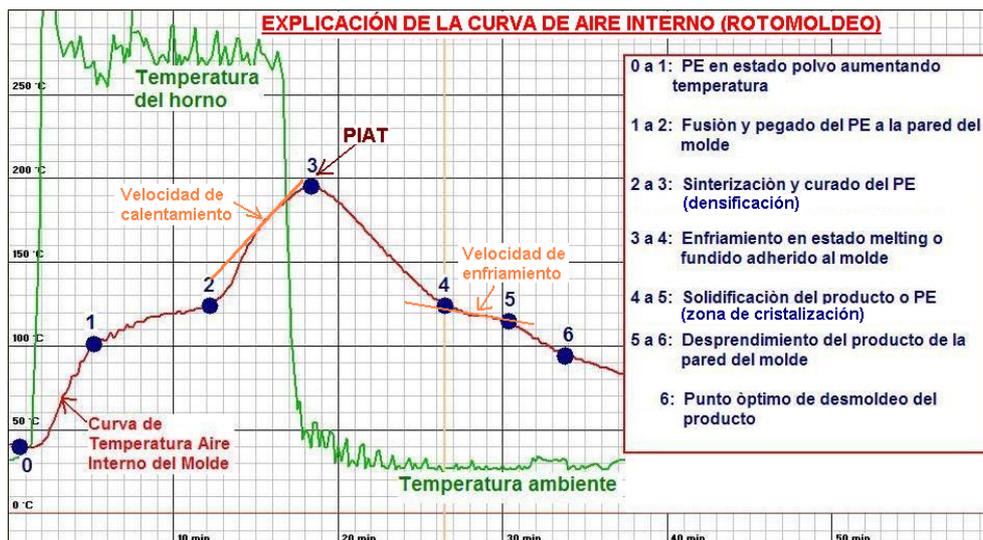


Figura 1. Descripción de una curva de aire interno.

Se monitorea el proceso mediante la gráfica Temperatura de aire interno (°C.) vs. Tiempo (min.) como se observa en la Fig. 1, dicha gráfica permite determinar los siguientes indicadores:

- Temperatura pico de aire interno (PIAT).
- Velocidad de Calentamiento (tomada en la zona de densificación).
- Velocidad de Enfriamiento (tomada en la zona de cristalización).
- Grado de Cura (área encerrada entre la curva de aire interno y la temperatura de fusión del material).

El control de estos indicadores permite guiar los procesos de rotomoldeo hasta obtener propiedades óptimas del producto final. Si bien estos indicadores no se ingresan a la máquina por medio de estos parámetros se detecta o previene alguna falla del producto.

Las condiciones o parámetros de una máquina en un proceso de rotomoldeo son las siguientes:

- Temperatura del horno.
- Velocidad de rotación del brazo.
- Velocidad de rotación del plato.
- Reversión.
- Tiempo de calentamiento.
- Tiempo de enfriamiento.
- Tiempo de agua.
- Retardo de agua.

## 2. Materiales y Métodos

### 2.1 Materiales y equipos

El procesamiento de rotomoldeo se realizó en la compañía Amanco-Plastigama. La empresa gentilmente facilitó la materia prima, maquinaria y

sus laboratorios para desarrollar esta investigación. La compañía se reservó el derecho de otorgar información relevante de la materia prima utilizada en esta investigación. Se seleccionó polietileno que cumpla con propiedades físicas para proceso en una rotomoldeadora<sup>3</sup> Adicionalmente se adicionó dióxido de Titanio (TiO<sub>2</sub>) y pigmento azul aprobado por FDA para tanques de agua potable.

### 2.2 Método y ensayos

Para obtener la resistencia al impacto se observaron diferentes condiciones de procesamiento, se generaron 8 productos con la misma formulación, pero se variaron las condiciones de procesamiento de máquina rotomoldeadora.

Para fácil determinación de los efectos de cada parámetro en el proceso se designó un número a las condiciones de procesamiento de cada producto. Las tablas 1 y 2 detallan los diferentes parámetros de máquina que se ingresaron y modificaron para la obtención de los productos.

Tabla 1 Condiciones de procesamiento

Muestras	1	2	3	4
Temperatura de Horno (°C.)	260	260	260	260
Tiempo de Calentamiento (min.)	21	23	29	40
Tiempo de Enfriamiento (min.)	31	31	31	37
Tiempo de agua (min.)	0	0	0	0
Retardo de agua (min.)	0	0	0	0

Tabla 2 Condiciones de procesamiento

Muestras	5	6	7	8
Temperatura de Horno (°C.)	300	300	300	330
Tiempo de Calentamiento (min.)	21	21	21	18
Tiempo de Enfriamiento (min.)	61	35	16	35
Tiempo de agua (min.)	0	0	4	0
Retardo de agua (min.)	0	0	12	0

Otros parámetros de la máquina tales como velocidades de rotación del brazo, plato y la reversión se mantuvieron constantes.

Se determinó la densidad de los productos mediante el principio de Arquímedes. Se analizaron tres muestras por cada producto de manera aleatoria en forma de cuadrados de 1 cm., el espesor de la muestra estuvo dado por el grosor de la pared rotomoldeada de aproximadamente 8 mm.

El ensayo de impacto se ejecutó conforme a la norma ASTM D 5628-96. Las muestras normalizadas de forma cuadrado, teniendo una dimensión de 127 mm de lado. Para cumplir con la norma indicada se obtuvieron alrededor de 20 muestras por cada condición de procesamiento a un espesor de 8 mm, posteriormente las muestras fueron llevadas a una temperatura del polietileno alrededor de -40 °C para obtener valores confiables y uniformes de la energía de impacto.

Para separar las muestras que no cumplen con los estándares normalizados en el ensayo de impacto se siguió el método de Bruceton que está aprobado por la ARM<sup>3</sup>

Para determinar la energía de impacto para cada producto, según su condición de procesamiento se utilizó siguiente fórmula<sup>3</sup>:

$$h = h_0 + d_h \left[ \frac{A}{N} \pm 0.5 \right] \quad (1)$$

$$MFE = h \times \text{peso de impactor} \quad (2)$$

Donde:

- N: Número total de ensayos  
 A: Suma de la columna  $i \times n_i$   
 i: Contador de fallas o pasadas de las muestras a una altura específica  
 $n_i$ : Número entero positivo que adopta cada altura siendo la menor 0, la siguiente 1 así sucesivamente  
 $h_0$ : Altura menor donde ocurrió la falla  
 $d_h$ : Cambio de altura del impactor después de cada ensayo  
 h: Altura promedio de falla  
 MFE: Energía de impacto

### 3. Análisis de Resultados

La tabla 3 muestra los resultados de la densidad de las muestras # 1 a 8 referidas en las tablas 1 y 2.

**Tabla 3** Densidad de las muestras

Muestras #	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )
1	0.930
2	0.935
3	0.938
4	0.943
5	0.938
6	0.937
7	0.936
8	0.936

En la Tabla 4 se observan los resultados de la Energía de Impacto calculados usando las ecuaciones (1) y (2)

**Tabla 4.** Energía de Impacto de las muestras

Muestras	MFE (J)
1	75.44
2	77.00
3	101.55
4	13.06
5	95.70
6	114.60
7	118.90
8	100.10

La Tabla 5 muestra los resultados del grado de cura y PIAT obtenidos por la curva de proceso similar a la observada en la Figura 1. Para definir esta investigación, el análisis se enfocó en la comparación de los siguientes parámetros:

1. PIAT vs. Densidad.
2. PIAT vs. Resistencia al impacto.
3. Velocidad de calentamiento vs. Resistencia al impacto.
4. Velocidad de enfriamiento vs. Resistencia al impacto.
5. Grado de cura vs. Resistencia al impacto.

Dependiendo del análisis, se tomaron muestras con un solo cambio de variable para determinar su efecto o influencia en el PIAT, grado de cura y resistencia al impacto.

**Tabla 5** PIAT y Grado de cura obtenidos a diferentes condiciones de procesamiento

#	Temp. Horn. (°C.)	Tiempo Horn. (min.)	Tipo Enfr.	PIAT (°C)	Grado de Cura (°C.min.)	MFE (J)	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )
1	260	21	Aire forzado	170	524.63	75.44	0.930
2	260	23	Aire forzado	180	715.43	77.00	0.935
3	260	29	Aire forzado	200	1323.34	101.55	0.938
4	260	40	Aire forzado	222	2578.75	13.06	0.943
5	300	21	Aire quieto	200	1475.48	95.70	0.938
6	300	21	Aire forzado	200	1106.55	114.60	0.937
7	300	21	Aire + agua	200	687.49	118.90	0.936
8	330	18	Aire forzado	200	1023.14	100.10	0.936

El primer análisis corresponde a la comparación **PIAT vs. Densidad**. Para realizar esta comparación, se tomaron las **muestras 1, 2, 3 y 4**; en estas muestras las temperaturas de horno y enfriamiento

fueron las mismas, pero se variaron los tiempos de calentamientos. Esta variación ocasionó que las muestras presenten diferentes PIAT y alcancen diversas densidades tal como se muestra en la Tabla 5. En el presente análisis no se compararon las otras muestras por poseer otras temperaturas de horno.

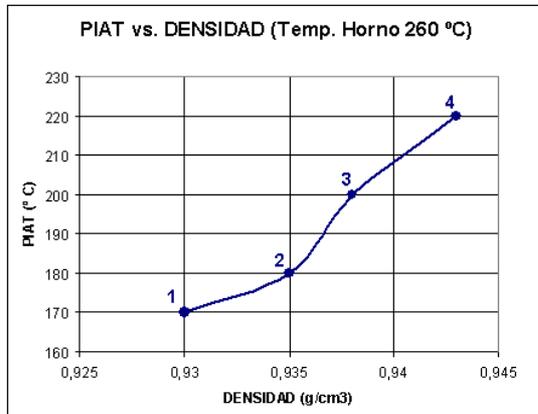


Figura 3. Comparación de densidad a diferentes PIAT de las muestras 1 a 4

En la Figura 3 se ilustra que la muestra 4 presenta el mayor valor de densidad de  $0,943 \text{ g/cm}^3$  con respecto a las otras muestras en estudio. Es importante mencionar que como tuvieron la misma temperatura de horno o mismo gradiente de temperatura solo varía en el tiempo en el horno, entonces a mayor tiempo se obtiene un mayor valor de PIAT<sup>2</sup>. De este análisis se deduce la relación dos factores fundamentales: en estado de fusión a mayor temperatura existe una mayor reducción en las propiedades viscoelásticas, las moléculas pueden acomodarse más fácilmente y el denominado “volumen libre” disminuye. Adicionalmente, a una mayor temperatura las burbujas dentro de la fundición se difunden más rápidamente y se obtiene una mayor densificación<sup>2</sup>.

El segundo análisis **PIAT vs. Resistencia al impacto** se seleccionaron las **muestras 1, 2, 3 y 4**. En este análisis, se aprecia la diferencia de la resistencia al impacto a diferentes PIAT dejando constante la temperatura del horno  $260^\circ\text{C}$ . y el tipo de enfriamiento de aire forzado. En la Tabla 6 se observa que cuando la densidad aumenta, la resistencia al impacto se incrementa hasta cierto límite. Sin embargo, es conocido que al incrementarse la temperatura se aumenta la posibilidad de degradación de polietileno. Por tal motivo, se puede determinar que existe degradación del polietileno a una temperatura PIAT de  $222^\circ\text{C}$ . Esta degradación causa la disminución de la capacidad de absorción de energía de impacto de la muestra<sup>iv</sup>. En la Figura 4 se observa que la resistencia de impacto van en aumento con respecto al PIAT hasta que llega un punto máximo en la muestra 3 con un valor de  $101,55 \text{ J}$ . y luego cae

dramáticamente a  $13,06 \text{ J}$ , tal como se observa en la muestra 4. Comportamientos similares han reportado otros autores<sup>3,6</sup>

Tabla 6. Resultados para análisis PIAT vs. Resistencia al Impacto de la muestras 1 a 4

#	PIAT (°C)	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	MFE (J)
1	170	0,930	75,44
2	180	0,935	77,00
3	200	0,938	101,55
4	222	0,943	13,06

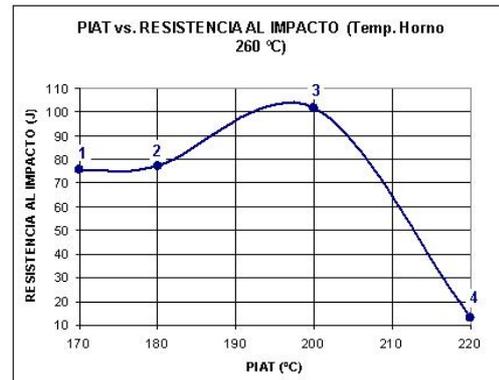
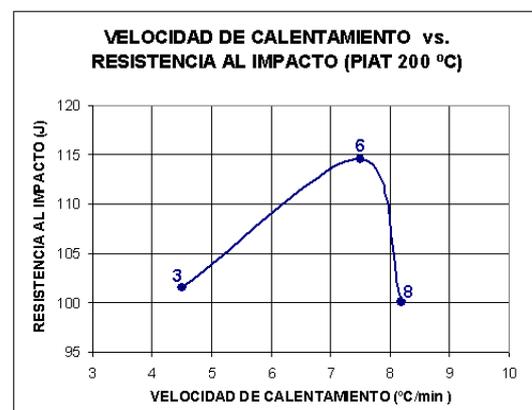


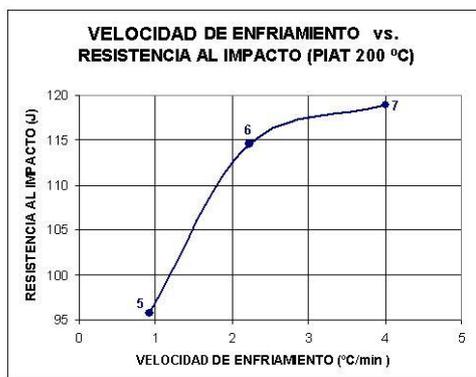
Figura 4. Comparación de MFE a diferentes PIAT

El tercer análisis relaciona la **Velocidad de calentamiento vs. Resistencia al impacto**. En este análisis se utilizaron las **muestras 3, 6 y 8**. Estas muestras tienen un tipo de enfriamiento y PIAT idénticos. Sin embargo, la temperatura del horno es diferente. Este cambio o gradiente térmico en el sistema molde-pared rotomoldeada causa un cambio en la velocidad de calentamiento en la curva de aire interno para cada proceso. El software utilizado por el fabricante de la máquina permitió determinar las en la zona de densificación las temperaturas de horno de  $260, 300, 330^\circ\text{C}$ . y las velocidades de calentamiento  $4,5, 7,5, 8,2^\circ\text{C/min}$ . para las muestras 3, 6 y 8, respectivamente. En la Figura 6, la muestra 6 presenta una elevada resistencia al impacto de  $11,46 \text{ J}$  a una velocidad de calentamiento a  $7,5^\circ\text{C/min}$ . Por lo tanto, a esta velocidad se logra un tiempo de ciclo de calentamiento óptimo.



**Figura 6** Comparación de MFE a diferentes velocidades de calentamiento

El cuarto análisis **Velocidad de enfriamiento vs. Resistencia al impacto**, se enfocó a las **muestras 5, 6 y 7**. En estas muestras las temperatura del horno y PIAT son idénticas y medios de enfriamiento fueron diferentes (aire quieto, aire forzado y combinación aire-agua). En este análisis, se investiga la relación entre la velocidad y medio de enfriamiento en la zona de cristalización y su papel en la microestructura final de los productos rotomoldeados. En la Fig. 7 se muestra que a mayores velocidades de enfriamiento se obtienen mayores valores de resistencia al impacto. A enfriamientos rápidos, las moléculas tienen poco tiempo para plegarse y su cristalinidad es baja<sup>11</sup> La muestra 7 fue enfriada en un medio de aire-agua y se alcanzó la mayor rapidez de enfriamiento a una tasa de 4 °C/min. y la mayor resistencia al impacto.

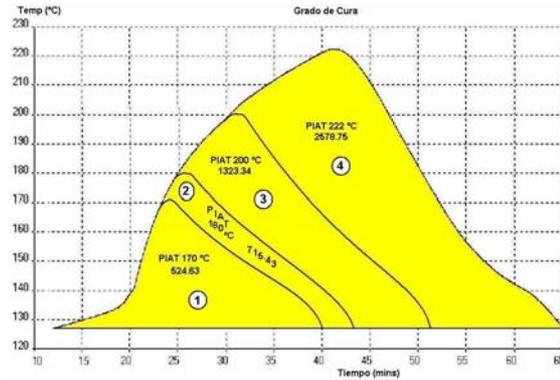


**Figura 7.** Comparación de MFE a diferentes velocidades de enfriamiento

El quinto análisis **Grado de cura vs. Resistencia al impacto** se divide en tres partes:

- Grado de cura a diferentes PIAT.
- Grado de cura a diferentes velocidades de enfriamientos.
- Grado de cura a diferentes velocidades de calentamientos.

En similitud al primer análisis, se investiga las muestras 1, 2, 3 y 4 para determinar la variación del grado de cura a diferentes PIAT.



**Figura 8.** Variación del Grado de Cura a diferentes PIAT

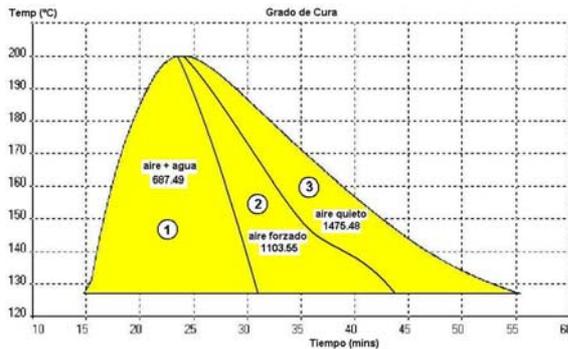
En la Figura 8 se observa que el grado de cura se incrementa mientras se alcanza un mayor PIAT. Efectos similares han sido observados en literatura<sup>7,8</sup>

Analizando la Figura No 8 y la Figura 9, la muestra 3 alcanzó el grado de cura aproximado de 1323.34 °C.min. a un PIAT de 200 °C y el máximo valor de resistencia al impacto. Sin embargo, en la muestra 4 se obtuvo un alto grado de cura de 2578.76 °C.min, pero una baja resistencia al impacto. Estos datos relacionan la degradación del material a una elevada temperatura PIAT de 220 °C.



**Figura 9.** Comparación de MFE y Grado de Cura a diferentes PIAT

En la segunda parte se relacionan las muestras **5, 6 y 7**, con **diferentes enfriamientos** para determinar la influencia del grado de cura y la resistencia al impacto. En la Figura 10 se observa la variación del tipo de enfriamiento y su influencia en el grado de cura del producto. Un tipo de enfriamiento leve (aire quieto) origina que mayor cantidad de energía ingrese al material, tal como se observa en la muestra 5 enfriada con aire quieto donde se obtuvo 1475.48 °C.min. Un menor grado de cura se obtiene con un tipo de enfriamiento más agresivo como la combinación aire-agua con 687.49 °C.min en la muestra 7. En la Figura 11 se observa que ha mayor grado de cura menor energía de impacto soporta un producto rotomoldeado<sup>9,11</sup>



**Figura 10.** Variación del Grado de Cura a diferentes enfriamientos



**Figura 11.** Comparación de MFE y Grado de cura a diferentes enfriamientos

La tercera parte del estudio sobre el grado de cura se centrará a muestras **3, 6 y 8** con **diferentes calentamientos**. En la Figura 12 se ilustra que a incrementos en la temperatura del horno se

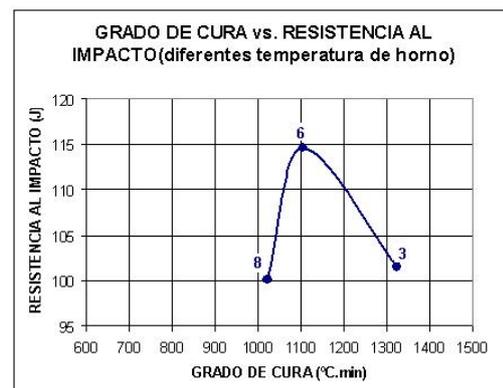
#### 4. Conclusiones y Recomendaciones

La óptima temperatura pico de aire interno (PIAT), para los productos rotomoldeados de polietileno es 200°C. A esta temperatura se obtiene la mejor resistencia al impacto posible. A este PIAT óptimo de 200 °C. y a incrementos de temperatura de horno de 260 °C , 300°C y 330°C. se incrementa la productividad del proceso con una notable reducción en el tiempo total del ciclo del 14% al 21%.

A similares condiciones en el horno pero si se eleva el PIAT se obtiene un mayor grado de cura. A muestras con similares PIAT, el Grado de cura disminuye si se incrementa la temperatura de horno. A mayor velocidad de enfriamiento se obtiene mayores resistencias al impacto<sup>1</sup>

A Condiciones de PIAT de 200°C, temperatura de horno de 300°C, y medio de enfriamiento rápido (aire+agua)<sup>11</sup> , se obtiene la mayor resistencia al impacto posible.

disminuye el grado de cura, esto se explica por el hecho que a una mayor rapidez de calentamiento se disminuye el tiempo en el que polímero debe estar en el horno para alcanzar dicho PIAT<sup>10</sup>. La transferencia de calor es baja en los polímeros y por tal motivo ingrese menor cantidad de calor al material. Se observa un pico en la resistencia al impacto alcanzado por la muestra 6 (Temp. Horno 300 °C) con un grado de cura de 1103.55 °C.min., Es decir, a esta temperatura de horno todas las variables en el proceso establecen una relación óptima entre contenido de burbujas, densidad, y estructura cristalina del producto maximizando la resistencia al impacto<sup>1</sup>



**Figura 12.** Comparación de MFE y Grado de Cura a diferentes calentamientos

#### 5. Referencias Bibliográficas

1. Spence A, Scott R (2004), "Rotational Molding Process Control", Rotational Molding Conference SPE (Society of Plastics Engineering) , 2003
2. Crawford R , Cramez M, Oliveria M, Spence A, The importante of monitoring mould pressure during rotational molding, ANTEC Rotational Molding Conference SPE (Society of Plastics Engineering), 2002
3. Crawford R. , Throne J. , "Rotational Molding Technology", Editorial Plastics Desing Library, New York – United States,46-605.
4. Cramez M., Oliveira M., Crawford R. (2002), "Prediction of Degradation of Polyethylene During Rotational Molding", Rotational Molding Conference SPE (Society of Plastics Engineering), 2002
5. George G, "Bubble Removal in Rotational Molding", ANTEC-SPE, 1999
6. Botkin J, Minder E, Olajide F, Thuermer, "An Additive Approach to Cycle Time Reduction in Rotational Molding, ANTEC-SPE, 2004

7. Spence A, Crawford R “The effect of Processing Variables on the Formation and Removal of Bubbles in Rotationally Molded Products, Polymer Engineering and Science, 36 (7), 1996
8. Crawford R, Nugent P. “Impact Strength of Rotationally Moulded Polyethylene Articles, Plastics Rubber and Composites Processing and Application, 17 (1), 1992
9. Throne W, Weber M, Aubee M. “The Effect of Sample Preparation and Cooling on Part Performance, Association of Rotational Molder 24<sup>th</sup> Annual Fall 2000 Meeting.
10. Ratzlaff J “Polyethylene: Process Sensitivity in Rotational Molding”, Rotational Molding Conference, 2004
11. Throne J, “Part Cooling: The Influence of Part Design and Other Factors”, SPE-TOPCON, 2004