

PROPIEDADES REOLÓGICAS DEL POLIPROPILENO EN FLUJOS ELONGACIONALES Y DE CIZALLAMIENTO

Rheology Properties of Polypropylene in Elongational and Shear flows

RESUMEN

Las deformaciones elongacionales y de cizallamiento tienen un papel muy importante en las operaciones de transformación de polímeros como extrusión, inyección, soplo y termoformado. El flujo del material a través de un canal que posee una contracción abrupta, ha sido usado para obtener medidas de viscosidad elongacional y de cizallamiento. En este trabajo fueron desarrollados procedimientos experimentales y teóricos para evaluar estas viscosidades con la ayuda del modelo de Cogswell, para dos tipos de polipropileno de propiedades reológicas diferentes. Los resultados en cizallamiento fueron comparados con medidas realizadas en un reómetro rotacional y mostraron una buena concordancia, y la viscosidad elongacional fue inferida a altas tasas de deformación.

PALABRAS CLAVES: Polipropileno, Reología, Viscosidad de Cisallamiento, Viscosidad Elongacional,

ABSTRACT

Elongational and shear deformations have an important paper in polymer processing such as extrusion, injection molding, blow molding and thermoforming. The flow of material in a planar channel with an abrupt contraction has been used to obtain measurement of elongational and shear viscosities. In this work, experimental and theoretical procedures have been developed to evaluate elongational and shear viscosity from the data that are inferred during the flow of a polymer in a contraction die. Cogswell's model was used for the calculation and two types of polypropylene with different rheology properties were tested experimentally. The shear viscosity measurements obtained using the contraction die were in good agreement with the ones obtained by rotational rheometry, and elongational viscosity was inferred for high rates of deformation.

KEYWORDS: Polypropylene, Elongational Viscosity, Rheology, Shear Viscosity.

1. INTRODUCCIÓN

Cuando los polímeros son procesados en inyectoras, extrusoras, sopladoras y otros equipos, están sometidos a una combinación de dos tipos de flujos: elongacionales y de cizallamiento. La respuesta reológica del material de acuerdo a sus propiedades moleculares, puede ser diferente en cada uno de ellos, por esta razón es importante el estudio en conjunto de estos flujos.

El comportamiento reológico de los polímeros a altas tasas de deformación en flujos cizallantes, ha sido motivo de estudio en investigaciones recientes mientras que el análisis del comportamiento en flujos elongacionales, es un tema limitado, debido a la dificultad que se presenta para generar un flujo estable y uniforme.

ANA MARIA ARTEAGA VÁSQUEZ

Ingeniera de Materiales, Estudiante de Maestría en Ing. Metalúrgica y de Materiales, Universidad de São Paulo.
amav321@hotmail.com

NICOLE RAYMONDE DEMARQUETTE

Ingeniera Química, Ph.D.en Ingeniería Química, McGill University, Canadá.
Profesora Asociada.
Universidad de São Paulo
nick@usp.br

Varias técnicas han sido desarrolladas [1-3] para calcular la viscosidad elongacional de los polímeros, sin embargo, estos equipos no pueden alcanzar altas tasas de deformación, usualmente encontradas en los procesos de transformación, siendo así, inadecuadas para simular las condiciones encontradas en estos procesos.

Debido a estas dificultades, el flujo a través de un canal con una contracción abrupta, ha sido utilizado para obtener una medida indirecta de la viscosidad elongacional a altas tasas de deformación. Cuando un polímero pasa a través de una sección de contracción abrupta, se produce una deformación en dirección al flujo, y en consecuencia una caída de presión. Utilizando éste valor y el caudal de material, la viscosidad elongacional puede ser calculada por medio del modelo de Cogswell [4]. Este autor asume que la caída de presión

en la zona de contracción corresponde a la suma de dos caídas de presión, una debido a los esfuerzos causados por el cizallamiento y la otra debido a esfuerzos causados por la elongación. En su análisis, el autor también asume que el fluido es incompresible, y que la viscosidad de cizallamiento puede ser modelada de acuerdo con la ley de potencia.

Con base en lo anterior, las siguientes ecuaciones son utilizadas para evaluar las viscosidades elongacional y de cizallamiento en un canal planar.

$$\dot{\gamma}_{1,3} = \frac{(2n+1)}{3n} \frac{6Q}{WH_{1,3}^2} \quad (1)$$

$$\tau_{1,3} = \frac{\Delta p H_{1,3}}{2dl_{1,3}} \quad (2)$$

Donde, Q es el caudal a través del canal en m³/s, W es el ancho del canal, H_{1,3} y dl_{1,3} es la altura y la longitud de las zona 1 y 3, respectivamente, donde se presenta el flujo de cizallamiento, por lo tanto, la viscosidad de cizallamiento es dada por la siguiente ecuación:

$$\eta_{cizalhamento} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (3)$$

La viscosidad elongacional es calculada a partir de la tasa y el esfuerzo de elongación, mostrados en las próximas ecuaciones

$$\dot{\epsilon} = \frac{Q}{Wdl_2} \left(\frac{1}{H_3} - \frac{1}{H_1} \right) \quad (4)$$

Donde, $\dot{\epsilon}$ es la tasa de elongación, Q es el caudal del material en m³/s H₁ e H₃, la altura de la zona 1 y 3, W el ancho del canal, y dl₂, la longitud de la zona 2.

La caída de presión dentro de la sección de contracción ΔP_{23} , es la suma de la caída de presión debido al cizallamiento, ΔP_{cis} y debido a la elongación ΔP_{elong} . Además, el esfuerzo elongacional, es correlacionado con la ΔP_{elong} , así:

$$\Delta P_{23} = \Delta P_{elong} + \Delta P_{cis} \quad (5)$$

$$\Delta P_{cis} = m \cdot \frac{2 \cdot dl_2}{H_1 - H_2} \left(\frac{2Q}{W} \frac{2n+1}{n} \right)^n \left(\frac{1}{2n} \left(\frac{1}{H_2^{2n}} - \frac{1}{H_1^{2n}} \right) \right) + \frac{1}{W(2n-1)} \left(\frac{1}{H_2^{2n-1}} - \frac{1}{H_1^{2n-1}} \right) \quad (6)$$

Los valores de n y m son los índices de la ley de potencia en cizallamiento, calculados a partir de la siguiente ecuación:

$$\tau = m \dot{\gamma}^n \quad (7)$$

Finalmente, la viscosidad elongacional, es dada por:

$$\eta_{elongacional} = \frac{\sigma}{\dot{\epsilon}} \quad (8)$$

Este trabajo tiene como objeto, desarrollar procedimientos experimentales y teóricos para evaluar en conjunto, la viscosidad elongacional y de cizallamiento, mediante la utilización de un canal planar con una zona de contracción.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

Fueron utilizados dos tipos de polipropileno homopolímeros (mostrados en la tabla 1) con diferentes propiedades reológicas, donados por la empresa Suzano Petroquímica.

Tipo de polipropileno	Índice de Fluidéz (g/10min)
HP502H	2,2
HP500N	11,0

Tabla 1. Materiales utilizados

2.2. Métodos

Los ensayos fueron realizados mediante un canal planar llamado *de matriz elongacional* el cual posee una contracción definida. Este fue acoplado a una extrusora de doble husillo, de marca Haake modelo Rheomix PTW16/25D y a una bomba de fundido, con el objetivo de estabilizar el flujo. La temperatura a la que se realizaron los ensayos fue de 190°C

La figura 1 muestra un esquema de la matriz elongacional utilizada en este estudio. Puede observarse, que está constituida por dos secciones de cizallamiento puro, comunicadas entre sí por un canal que contiene una sección de contracción. En este canal, coexisten simultáneamente flujos de cizallamiento y extensión. La zona de contracción posee una geometría adecuada para impedir el reflujo del material, y permite una elongación adecuada de la muestra cuando pasa de una sección mayor a una sección menor.

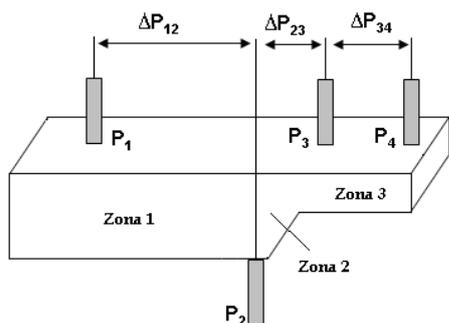


Figura 1. Canal de contracción abrupta

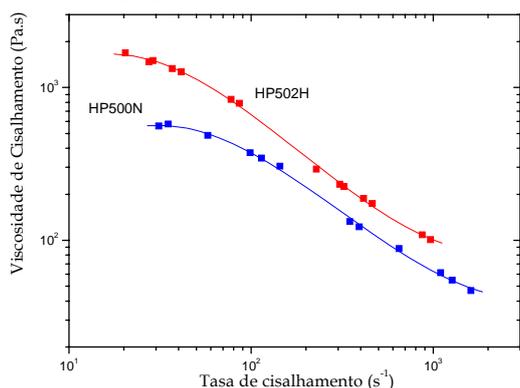
La caída de presión en cada sección es medida a través de dos sensores. Éste valor depende del caudal de material, que a su vez depende de las condiciones de procesamiento. El caudal es medido pesando el flujo del material que pasa por la matriz en un minuto, dividido por la densidad del polímero fundido.

Para comparar los resultados obtenidos en flujos de cizallamiento, utilizando la matriz elongacional, fueron realizados ensayos de cizallamiento a bajas amplitudes (SAOS) en un reómetro rotacional de tensión controlada y geometría de placas paralelas, marca SR-5000 da Rheometrics.

3. RESULTADOS Y DISCUSIONES

La figura 2 muestra los valores de la viscosidad de cizallamiento en función de la tasa de cizallamiento, para los dos materiales utilizados en este estudio. Las líneas mostradas no representan un ajuste para los datos, solo son utilizadas para mostrar la tendencia de la curva.

Figura 2. Viscosidad de cizallamiento vs Tasa de cizallamiento para dos polipropileno, HP502H y HP500N a 190°C.



Puede ser observado que la curva representa el comportamiento de un fluido pseudoplástico, donde la viscosidad de cizallamiento disminuye con la tasa de deformación. El valor de la viscosidad está relacionado con la masa molecular del polímero, por esto, a menor índice de fluidez, mayor es su masa molecular, y consecuentemente su viscosidad; esto es comprobado a través de los resultados mostrados en la figura 2. Este resultado es esperado, ya que para polímeros lineales el

parámetro más influyente en la viscosidad a nivel estructural, es la masa molar.

Como se mostró en la figura 1, la matriz elongacional posee dos zonas de cizallamiento, que presentan valores diferentes de tasas de deformación, de acuerdo a su geometría; para la zona 3 las tasas de deformación alcanzadas son más altas, debido a que las dimensiones de su geometría son menores, con respecto a la zona 1. En la última zona se alcanzan tasas de deformación más cercanas a las encontradas en los procesos como extrusión, e inyección. En las figuras 3 y 4 puede ser observado que las curvas para la zona 1 y la zona 3 presentan continuidad.

Las figuras 3 y 4 muestran una comparación de la viscosidad de cizallamiento estimada mediante ensayos de cizallamiento oscilatorio (SAOS) en un reómetro rotacional con geometría de placas paralelas y mediante la matriz elongacional. Se puede observar que para el material HP502H las medidas tienen una buena concordancia. Ahora, para el material HP500N, las medidas del ensayo SAOS, tienen una dislocación, que pudo ser causada por la temperatura a la cual fue realizado el ensayo. Pero se observa en esta grafica que el comportamiento es similar, siguiendo la ley de Cox-Merz.

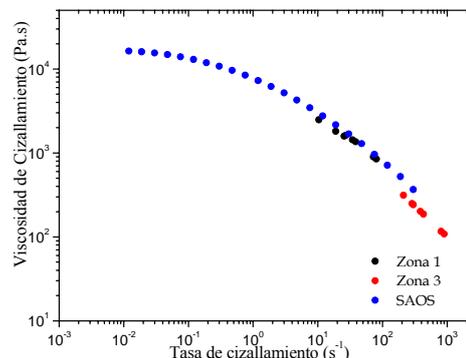


Figura 3. Comparación de la viscosidad de cizallamiento medida por reometría de placas paralelas y por la matriz elongacional, para HP502H a 190°C.

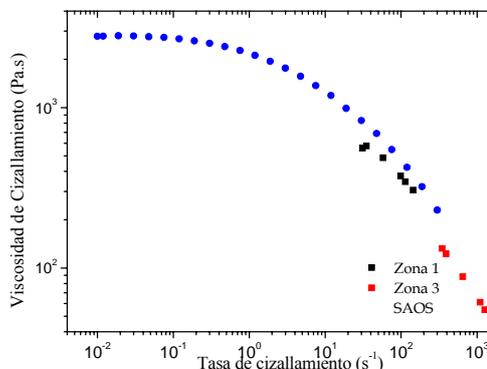


Figura 4. Comparación de la viscosidad de cizallamiento medida por reometría de placas paralelas y por la matriz elongacional, para HP500N a 190°C.

La figura 5 presenta la viscosidad elongacional en función de la tasa de elongación. Puede ser observado que el polipropileno HP500N presenta una viscosidad elongacional mas baja, debido a la ausencia de cadenas largas. Según el fabricante, estos materiales sufren un proceso de quiebra de cadenas, por medio de catalizadores, con el objetivo de aumentar su índice de fluidez.

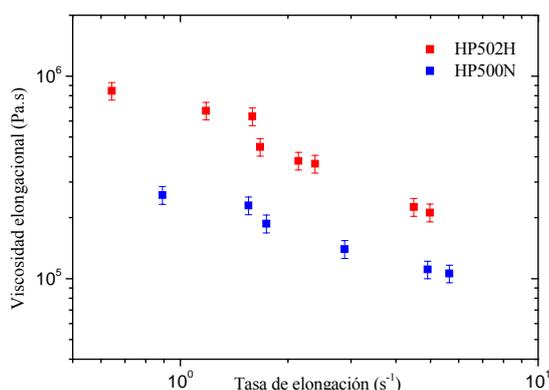


Figura 5. Viscosidad elongacional vs tasa de elongación para los dos polipropilenos HP502H y HP500N a 190°C.

3. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

1. Con los resultados obtenidos, puede ser concluido que la matriz elongacional, es una herramienta eficaz para evaluar la viscosidad elongacional, y de cizallamiento.
2. Las tasas de deformación tanto en cizallamiento como en elongación dependen de los parámetros de procesamiento, que son determinados por el equipo utilizado.
3. Los resultados en cizallamiento, tuvieron una buena concordancia para altas tasas de cizallamiento evaluadas por la matriz elongacional, en comparación con las medidas realizadas en el reómetro rotacional, siguiendo así la lei de Cox-Merz.
4. La matriz elongacional, puede simular las tasas encontradas en los procesos de transformación, siendo así una herramienta importante para simulación de procesos de manufactura en la industria de los polímeros.

4. AGRADECIMIENTOS

- A FAPESP
- A CNPq
- A CAPES
- A la empresa Suzano Petroquímica por la donación de los materiales

5. BIBLIOGRAFÍA

- [1] H. Münstedt, "New Universal Extensional Rheometer for polymer melts. Measurements on a Polystyrene sample", *J. of Rheology*, 23 (4): 421-436, 1979.
- [2] J. Meissner; J. Hostettler; "A new elongational rheometer for polymer melts and other highly viscoelastic liquids", *Rheol. Acta*, 33: 1-21, 1994.
- [3]. M. L. Sentmanat; "Miniature universal testing platform: from extensional melt rheology to solid-state deformation behavior", *Rheol. Acta*, 43: 657-669, 2004.
- [4] F.N. Cogswell, "Converging flow of polymer melts in extrusion dies", *Polym. Eng. Sci.*, 12: 64-73, 1972.