



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**  
PROGRAMA DE MAESTRÍA EN INGENIERÍA  
INGENIERÍA MECÁNICA – DISEÑO MECÁNICO

ANÁLISIS E IMPLEMENTACIÓN DEL PROCESO DE FABRICACIÓN PARA UNA PELÍCULA  
BIODEGRADABLE EMPLEADA EN EMPAQUES MULTICAPA

TESIS  
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:  
MAESTRO EN INGENIERÍA

PRESENTA:  
ING. JORGE ALEJANDRO VARGAS PEREZ

TUTOR PRINCIPAL  
DRA. MAGDALENA TRUJILLO BARRAGÁN  
FACULTAD DE INGENIERÍA

MÉXICO, D. F. Octubre 2015

**JURADO ASIGNADO:**

Presidente: **Dr. López Parra Marcelo**  
Secretario: **Dr. Ayala Ruíz Álvaro**  
Vocal: **Dra. Trujillo Barragán Magdalena**  
1<sup>er.</sup> Suplente: **Dr. Velázquez Villegas Fernando**  
2<sup>do.</sup> Suplente: **M. I. Cruz Morales Miguel Ángel**

Facultad de Ingeniería, Ciudad Universitaria, Universidad Nacional Autónoma de México.

**TUTOR DE TESIS:**

Dra. Trujillo Barragán Magdalena

-----  
**FIRMA**

## Agradecimientos

A mi familia que apoyo incondicionalmente este sueño, especialmente a Amalia Vargas y Jesús Yáñez por contagiarme su fuerza y convicción para seguir adelante.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) que por medio del proyecto No. 199132, denominado “Desarrollo de un empaque flexible biodegradable para alimentos a base de celulosa y polímeros compostables”, proporcionó los recursos necesarios para la realización de este trabajo.

A la doctora Magdalena Trujillo Barragán por su amistad y asesoría proporcionada para el desarrollo del presente trabajo.

Al doctor Alfredo Maciel Cerda y a la ingeniera Marissa Morales Moctezuma, del Instituto de Investigaciones en materiales, por su valiosa colaboración en el proyecto con la caracterización del empaque original.

A todos mis compañeros integrantes del Laboratorio de Procesamiento de Plásticos de la Facultad de Ingeniería, por su apoyo en la implementación de los procesos de extrusión.

Al doctor Fernando Martínez Bustos y al Maestro Juan Vélez Medina, de Laboratorio de procesamiento de materiales orgánicos del CINVESTAV unidad Querétaro, por su ayuda en la obtención de las primeras muestras de película.

Al ingeniero Eliezer Hernández Mecinas por su apoyo en la elaboración de las pruebas de separación de capas al material desarrollado.

## Contenido

Justificación del proyecto.....	7
Objetivos .....	7
Alcances.....	7
Hipótesis.....	8
Introducción .....	8
Capítulo 1 “Estado del arte” .....	10
Industria de los empaques biodegradables .....	10
Empaques biodegradables .....	10
Mecanismos de biodegradabilidad en los plásticos.....	11
Plásticos biodegradables.....	12
Principales proveedores de biopolímeros.....	15
Polímeros biodegradables a base de almidón .....	15
Obtención de películas plásticas .....	20
Extrusión.....	20
Sistemas de extrusión de películas .....	21
Datos de extrusión de película plana .....	22
Materiales multicapa .....	23
Capítulo 2 “Marco teórico” .....	25
Celulosa .....	25
Propiedades.....	25
Poli ácido láctico (PLA) .....	26
Propiedades.....	28
Mecanismos de degradación .....	29
Procesamiento .....	29
Aplicaciones.....	30
Adhesión.....	30
Adhesión mecánica .....	32
Teoría de la difusión.....	32
Teoría eléctrica.....	33
Teoría de la adsorción termodinámica o mojado superficial.....	33
Promotores de adhesión .....	34

Extrusión.....	35
Proceso de extrusión de láminas y películas utilizando sistemas de rodillos .....	35
Línea de extrusión de película utilizando un sistema de rodillos fríos. ....	35
Rodillo de enfriamiento.....	36
Dado de extrusión .....	36
Consideraciones de diseño para el dado de extrusión de película .....	37
Análisis de flujo en un dado tipo percha.....	38
Análisis de flujo en el colector.....	41
Análisis de flujo en la sección <i>percha</i> .....	43
Enfriamiento de la película por convección .....	45
Laminado térmico .....	46
Capítulo 3 “Proceso de fabricación de la película de PLA” .....	47
Material utilizado .....	47
Extrusora .....	48
Obtención del perfil de procesamiento .....	49
Obtención de un perfil rectangular.....	53
Obtención de una película de menor espesor .....	55
Diseño de dado de extrusión plano .....	56
Simulación de flujo dentro del dado .....	57
Velocidad.....	59
Presión.....	60
Velocidades de corte.....	61
Manufactura y montaje del dado de extrusión plano .....	62
Sistema de recepción y enfriamiento .....	63
Obtención de la película.....	65
Capítulo 4 “Obtención de un material bicapa PLA-papel y su caracterización” .....	67
Caracterización del material del empaque original .....	67
Ensayo de separación de capas al material de referencia .....	68
Adhesión entre PLA y papel .....	70
Características del proceso de laminado térmico.....	70
Pruebas de separación de capas al material bicapa PLA-papel .....	71
Prueba de adherencia con una película plástica de mayor espesor .....	73

Capítulo 5 “Resultados y conclusiones” .....	75
Resultados .....	75
Perfil de procesamiento por extrusión del poliláctico (PLA) .....	75
Dado de extrusión para la obtención de película de PLA.....	75
Obtención de la película de PLA.....	76
Material bicapa PLA-papel .....	76
Conclusiones .....	77
Referencias.....	78
Índice de Ilustraciones .....	81
Apéndices .....	84
Hoja de datos del PLA.....	84
Norma ASTM D1876 para pruebas de adhesión.....	87

## Justificación del proyecto

En las últimas décadas, el consumo de materiales plásticos se ha incrementado de manera impresionante, generando millones y millones de toneladas de residuos sólidos cada año, en ello se ve reflejado un aumento cada vez más significativo en la cantidad de basura que se desecha, y que ocasiona daños al ambiente debido a que el proceso de degradación de la mayoría de los productos plásticos puede tardar hasta decenas de años en completarse. Debido a esta situación se ha puesto cada vez mayor atención en la fabricación y desarrollo de materiales con una capacidad de degradación considerablemente más rápida e incluso más eficaz, llegando a tal grado de no dejar residuos sólidos en el ambiente. La industria del empaque es la que representa mayor demanda respecto al uso de materiales plásticos, y también es la que mayor cantidad de residuos genera perjudicado al medio ambiente, esto debido al corto tiempo de uso que se le da a los materiales dedicados al envase y embalaje.

Por ello, este proyecto se realiza con la finalidad de contribuir en la reducción de residuos sólidos contaminantes por medio de la implementación de un empaque bicapa totalmente biodegradable, que cumpla con las propiedades requeridas de los empaques que se utilizan en la actualidad, pero con la ventaja de poder ser reincorporado al medio ambiente a través de la degradación bajo composta.

Este trabajo fue realizado con el apoyo del proyecto CONACYT número 199132, convocatoria C003V-2013-01, con el título: "Desarrollo de un empaque flexible biodegradable para alimentos a base de celulosa y polímeros compostables"

## Objetivos

Determinar las condiciones de procesamiento para la formación de una película biodegradable.

Diseñar el herramental adecuado para el proceso de fabricación de la película, y obtener la misma a través del proceso de extrusión.

Obtener un material bicapa hecho a partir de celulosa y la película biodegradable obtenida.

Caracterizar el empaque multicapa obtenido y compararlo con un empaque de uso comercial.

## Alcances

Con este proyecto se pretende obtener un material multicapa biodegradable, cuya principal aplicación será en la fabricación de empaques para alimentos. Debido a la naturaleza propia de los materiales a utilizar, estos empaques tendrán la capacidad de degradación necesaria para reincorporarse a la naturaleza en mucho menor tiempo que el tomado por los empaques utilizados actualmente para el mismo fin.

## Hipótesis

Es posible obtener un material bicapa compuesto de un polímero biodegradable y papel, a través de un proceso de adhesión por anclaje mecánico y bajo un proceso de laminado térmico. La calidad de la adherencia del polímero biodegradable con el papel puede ser comparable respecto a la del empaque utilizado como referencia (polietileno – papel), esta condición de adherencia puede ser mejorada a través de variaciones en los parámetros tanto de procesamiento en la obtención de la película como de operación durante el laminado térmico de las capas de polímero y papel.

## Introducción

Como parte de los requerimientos sociales y políticos respecto a la disminución de los índices de contaminación, cada vez se muestra mayor interés en el desarrollo de materiales biodegradables principalmente para su uso en aquellos productos cuyo tiempo de vida útil es corto.

Este proyecto parte de la solicitud de una empresa privada que se dedica a la comercialización de alimentos granulados, principalmente de café. El empaque utilizado actualmente para la comercialización del café consiste en un contenedor fabricado de un material multicapa constituido de una capa de polietileno adherida a una capa de papel por medio de un proceso de laminado térmico y con la ayuda de un agente adherente, el cual es colocado en la capa de polietileno durante su procesamiento.

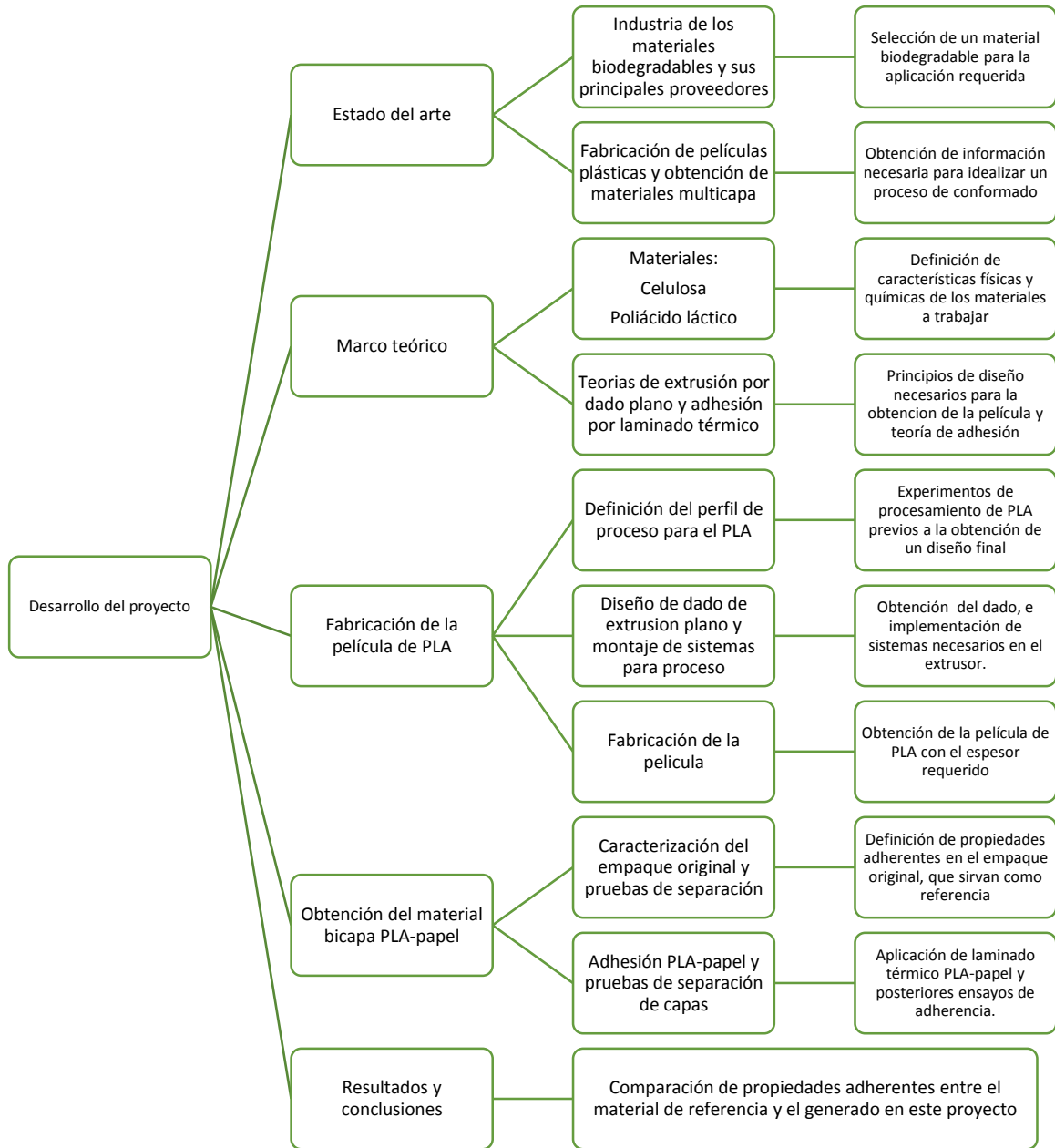
La solicitud de la empresa fue definir la manera de desarrollar una película de polímero capaz de sustituir al polietileno en su empaque, cumpliendo con los requerimientos necesarios para realizar el empaque de los alimentos, y que además tuviera la característica de ser amigable con el ambiente.

Para cumplir el propósito deseado, se seleccionó un polímero biodegradable denominado poliláctico (PLA por sus siglas en inglés), para el cual se definió el perfil de procesamiento necesario para la obtención de un perfil plástico uniforme en un proceso de extrusión. Una vez definido el perfil de procesamiento, se realizó el diseño, validación y manufactura de un dado de extrusión para la obtención de película de poliláctico.

Obtenida la película de poliláctico, fue adherida al papel por medio de anclaje mecánico en un proceso de laminado térmico. Esto permitió obtener un material multicapa que da pauta para la generación de un empaque totalmente biodegradable.



Para verificar la hipótesis se propone la siguiente metodología:



## Capítulo 1 “Estado del arte”

### Industria de los empaques biodegradables

Actualmente en México se consumen aproximadamente 5 300 000 toneladas de plástico al año, y alrededor del 50% de estos plásticos son utilizados en la industria del envase. Los polímeros termoplásticos más utilizados en la fabricación de este tipo de productos son Polietileno (PE), Polipropileno (PP), Polietileno tereftalato (PET), poliestireno (PS) y Poli cloruro de vinilo (PVC) [1]. Una vez utilizados, los plásticos convencionales son desechados permaneciendo en el medio ambiente durante décadas antes de ser totalmente degradados y reincorporados al suelo, por lo que cada vez se presta mayor atención al desarrollo, fabricación y aplicación de plásticos biodegradables como sustitutos a los que se utilizan actualmente con el propósito de disminuir la cantidad de basura acumulada en el ambiente. Tan solo en el año 2012 se generaron 288 millones de toneladas de productos plásticos a nivel mundial [2].

### Empaques biodegradables

Una de las principales aplicaciones que se le da a los llamados “plásticos biodegradables” es en las bolsas utilizadas comúnmente para compras en los supermercados. Estas bolsas cuentan con un contenido de hasta 15% de almidón inmerso en una matriz de polietileno y son consideradas biodegradables debido a que cuando son desechadas, el almidón es consumido por microbios resultando una película plástica endeble que se desintegra mecánicamente.

A través del uso de diferentes almidones y aditivos biodegradables no tóxicos es posible formular polímeros con una amplia gama de propiedades, útiles para aplicaciones de envase y empaque, con la capacidad de degradarse en ambientes biológicamente activos, produciendo dióxido de carbono, agua y minerales, sin dejar residuos tóxicos, peligrosos o sintéticos en el ambiente.

En la actualidad son utilizados cada vez con mayor frecuencia plásticos biodegradables en artículos cuya vida útil requiere de un solo uso. Un ejemplo de este tipo de materiales es el llamado poli alcohol vinílico (PVA, PVOH), este plástico tiene la capacidad de disolverse en agua y es fácilmente biodegradable. Esta característica lo convierte en un material ideal para productos tales como químicos para piscinas, detergentes, artículos sanitarios, entre otros.

Existe también un polímero conocido como polihidroxibutirato (PHB), el cual es completamente biodegradable, ya que es un alimento ideal para los microbios debido a que su producción resulta de la acción misma de algunos microorganismos de manera natural. Por copolimerización con otro hidroxíácido, tal como el ácido 3-hidroxipentanoico, el polímero puede ser adecuado para la fabricación de artículos tales como botellas de champú o películas delgadas para envolturas plásticas o bolsas de supermercado. El PHB comercialmente llamado Biopol®, se caracteriza por tener un costo muy elevado, por lo que su uso ha sido limitado en los últimos años.

Otro tipo de material es el poli butileno adifato-co-tereftalato (PBAT), un poliéster biodegradable suministrado por BASF® y la compañía Eastman®. El PBAT es más flexible y cuenta con una mayor elongación antes de la rotura que otros poliésteres biodegradables, por lo tanto es un material adecuado para el envasado de alimentos y películas agrícolas [3].

## Mecanismos de biodegradabilidad en los plásticos

La capacidad de biodegradación de los plásticos no sólo depende de la materia prima utilizada para su producción, también influye en gran parte la estructura química del material y la constitución del producto final. Por lo tanto, los plásticos biodegradables pueden ser obtenidos a partir de resinas naturales o sintéticas.

Los plásticos naturales biodegradables son obtenidos principalmente a partir de recursos renovables (como es el caso del almidón), y pueden ser producidos de forma natural o sintetizados a partir de recursos renovables. Los plásticos biodegradables sintéticos son obtenidos a partir de recursos no renovables como el petróleo. En la figura 1 puede observarse la tendencia que se ha dado en el desarrollo de polímeros a través del tiempo [4].

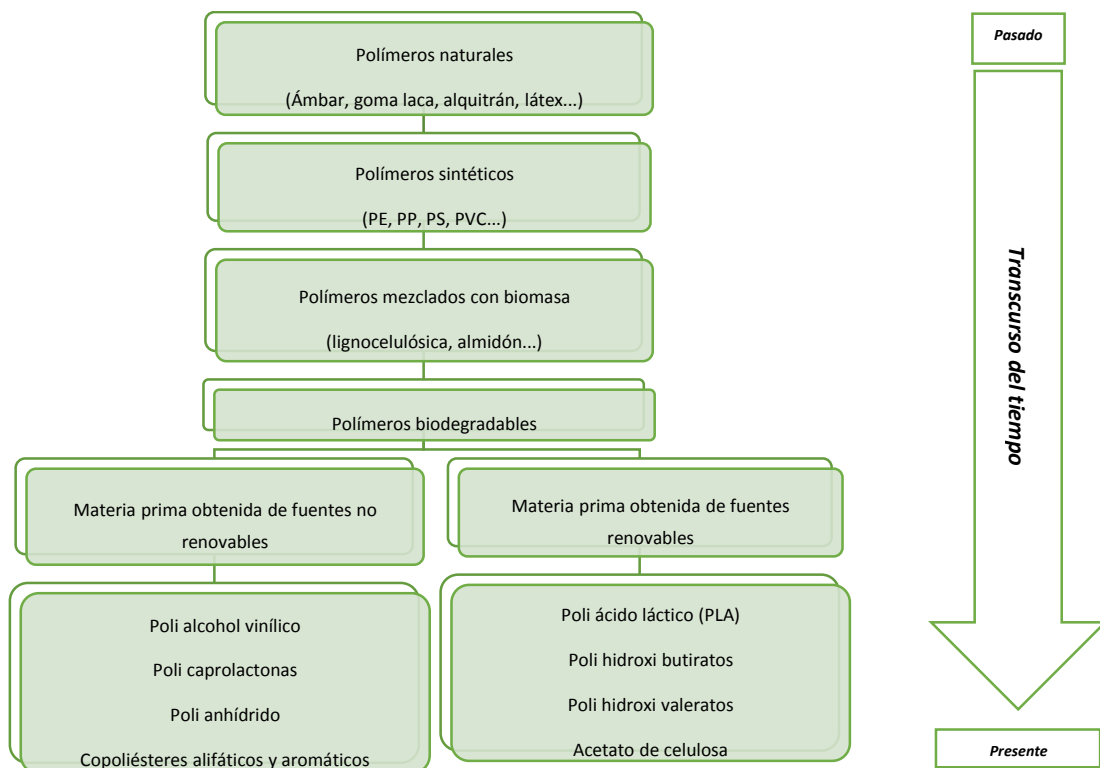


Figura 1. Tendencia del desarrollo de polímeros respecto al tiempo [4].

El deterioro de los plásticos se manifiesta en pérdida de resistencia mecánica, cambio de transparencia, deformaciones, grietas, erosión, entre otras. La degradación de estos materiales es provocada de diferentes maneras; cuando son sometidos a energía en forma de calor, por acción mecánica, energía sónica o ultrasónica, radiación (rayos gamma), rayos x, luz visible, luz ultravioleta, infrarrojo y la acción eléctrica proveniente de efectos dieléctricos.

Los plásticos también pueden deteriorarse a través de efectos químicos tales como la oxidación, ataque de ozono, hidrolisis, ataques de disolventes y detergentes, agrietamientos que resultan del hinchamiento de los plastificantes, endurecimiento debido a la pérdida del plastificante, migración del plastificante de capa a capa o pérdida de adherencia.

Los distintos tipos de plásticos biodegradables pueden ser clasificados en términos de sus mecanismos de degradación, como se muestra en la figura 2: sin embargo, hay quienes aseguran que los materiales oxo y foto biodegradables, simplemente son degradables, pues no se ha comprobado el termino *bio* en ellos.

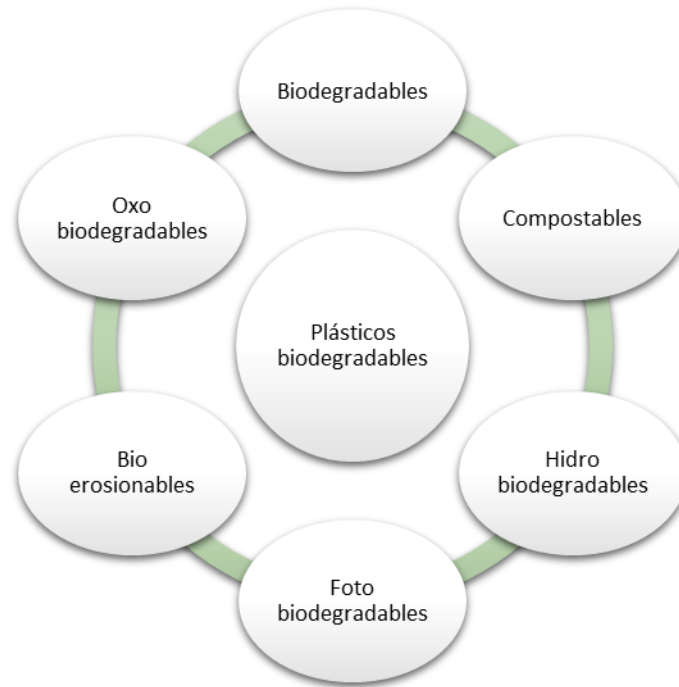


Figura 2. Clasificación general de los plásticos biodegradables.

### Plásticos biodegradables

En un panorama general, los polímeros biodegradables son aquellos que pueden ser degradados por la naturaleza, ya sea por procesos hidrolíticos o procesos enzimáticos que producen subproductos no tóxicos.

La American Society of Testing and Materials (ASTM) define el termino biodegradable como el material *“Capaz de experimentar descomposición en dióxido de carbono, metano, agua, compuestos inorgánicos, o biomasa en el que el mecanismo predominante es la acción enzimática de microorganismos, la cual puede ser medida para su normalización, en un periodo de tiempo dado, mostrando las condiciones de eliminación con las que dispone”* [5].

El proceso de biodegradación es ocasionado por medio de actividad biológica, particularmente la acción de las enzimas provoca cambios significativos en la estructura química de estos materiales. El éxito de su biodegradación depende en gran medida de su configuración geométrica como producto final.



Figura 3. Proceso de degradación de los polímeros biodegradables.

### Polímeros compostables

El término *compostable* es definido por la ASTM como un material “Capaz de experimentar descomposición biológica en compost produciendo dióxido de carbono, agua, compuestos inorgánicos, y biomasa, a una rapidez consistente con otros materiales compostables (por ejemplo, celulosa), sin residuos distinguibles visualmente”.

Los plásticos compostables son polímeros biodegradables que sometidos de manera controlada a un proceso de degradación bajo condiciones de composta industrial o comercial, cumplen además con especificaciones o criterios de calidad como la no generación de residuos visibles, eco toxicidad y contenido de metales pesados, que son evaluados por parámetros de calidad de compost [6]. En el caso de este tipo de plásticos debe ser comprobado que sometidos bajo compost, deben biodegradarse y desintegrarse durante un proceso de compostaje, comúnmente alrededor de 12 semanas a temperaturas superiores a los 50°C.

En las tablas 1 y 2 se muestran algunas propiedades de distintos polímeros biodegradables obtenidos a partir de recursos tanto renovables como petroquímicos.

Propiedad	Poliácido láctico PLA	Poliácido L-láctico L-PLA	Poliácido D,L-láctico DL-PLA	Polihidroxibutirato PHB
Densidad, g/cm <sup>3</sup>	1.21 - 1.25	1.24 - 1.3	1.25 - 1.27	1.18 - 1.262
Temperatura de transición vítrea (T <sub>g</sub> ), °C	45 - 60	55 - 65	50 - 60	5 - 15
Temperatura de fusión cristalina (T <sub>m</sub> ), °C	150 - 162	170 - 200	amorfo	168 - 182
Esfuerzo último a la tracción, MPa	21 - 60	15.5 - 150	27.6 - 50	40
Módulo de Young, GPa	0.35 - 3.5	2.7 - 4.14	1 - 3.45	3.5 - 4
Deformación última a la tracción, %	2.5 - 6	3 - 10	2 - 10	5 - 8

Tabla 1 Propiedades de algunos polímeros compostables obtenidos desde recursos renovables.

Propiedad	Policaprolactona (PCL)	Poliéster amida (PEA)	Poli butileno succinato/adifato (PBSA)	Poli butileno adifato-co-tereftalato (PBAT)
Densidad, g/cm <sup>3</sup>	1.11	1.05	1.23	1.21
Temperatura de transición vítrea (Tg), °C	-60	-30	-45	-30
Temperatura de fusión cristalina (Tm), °C	60 – 62	125	92 – 94	110 – 115
Esfuerzo último a la tracción, MPa	20.7 – 42	-	-	-
Módulo de Young, GPa	0.21 – 0.44	-	-	-
Deformación última a la tracción, %	300 - 1000	-	-	-

Tabla 2. Propiedades de algunos polímeros compostables obtenidos a partir de recursos petroquímicos.

### Plásticos hidro-biodegradables y foto-biodegradables

Este tipo de polímeros son degradados a través de dos pasos, el primero consiste en un proceso de hidrólisis o foto degradación, seguido además de biodegradación. También existen polímeros que degradan simplemente por solubilidad en agua y foto degradación.

### Plásticos bio-erosionables

En el caso de estos polímeros, la degradación se realiza sin la acción de microorganismos, al menos inicialmente. Este proceso es conocido como desintegración abiótica, y puede incluir procesos tales como la disolución en agua, fragilización oxidativa (envejecimiento por calor) o fragilización fotolítica (envejecimiento por UV).

### Plásticos oxo-biodegradables

La tecnología del proceso llamado oxo-degradación se basa en la adición de una pequeña cantidad, típicamente 3%, del aditivo pro-degradante durante el proceso de fabricación convencional, otorgando propiedades de degradabilidad al material.

La degradación comienza inmediatamente después de la fabricación del producto plástico y se acelera cuando el material se expone al calor, a la luz o es sometido a esfuerzos. El proceso es irreversible y continuo hasta que todo el material se reduce a CO<sub>2</sub> y agua, sin dejar residuos sólidos en el suelo, aunque esto último no se ha comprobado del todo. Los plásticos oxo-biodegradables también son consumidos por las bacterias y los hongos una vez que el aditivo ha roto la estructura molecular lo suficiente, permitiendo el acceso a micro organismos. Con este tipo de materiales los desechos orgánicos generados en lugares como hogares, restaurantes y hospitales, pueden ser colocados en bolsas de plástico oxo-biodegradable y ser enviados directamente a las plantas de compostaje sin vaciar dichas bolsas. Incluso si este tipo de materiales es ingerido, la temperatura y las bacterias encargadas de la digestión realizarán de manera rápida la degradación del material sin causar daño alguno.

## Principales proveedores de biopolímeros

Algunas de las principales aplicaciones que los polímeros biodegradables llegan a tener en el área de envase y embalaje pueden ser observadas en productos tales como: películas y bandejas para galletas, frutas, verduras y carnes, envases para yogurt, redes para contenedores flexibles de frutas, bolsas de supermercado, envases rígidos transparentes, bandejas para comida rápida, sobres y bolsas con ventanas transparentes.

### Polímeros biodegradables a base de almidón

El almidón es un polímero lineal (polisacárido). La longitud de las cadenas de almidón varía dependiendo de la planta de la cual es obtenido, pero en general la longitud promedio esta entre 500 y 2000 unidades (meros) de glucosa. Existen dos grandes moléculas en el almidón, amilosa y amilopectina. El enlace alfa del almidón amilosa permite que este sea flexible y digerible.

Los plásticos biodegradables que son obtenidos a base de celulosa pueden contener un porcentaje de almidón que va desde el 10% hasta el 90%. La celulosa utilizada en la obtención de este tipo de polímeros puede ser extraída principalmente de cultivos como el maíz, trigo o papa. Mientras el contenido de almidón en la planta sea mayor, el polímero resultante en consecuencia tendrá una mayor capacidad de biodegradabilidad y dejará menos residuos recalcitrantes. Comúnmente, los polímeros hechos a base de almidón son mezclados con polímeros de alto rendimiento, como poliésteres alifáticos y poli alcoholes vinílicos, para lograr las propiedades de rendimiento necesarias para las aplicaciones requeridas.



Figura 4. Polímeros hechos a base de celulosa.



A bajos contenidos de almidón (menor al 60%) sus partículas actúan como enlaces débiles en la matriz del plástico y son vulnerables a ataques biológicos. Esto permite a la matriz del polímero desintegrarse en pequeños fragmentos, pero no biodegrada completamente la estructura del polímero. Existen varias categorías de polímeros biodegradables a base de celulosa incluyendo:

- Productos termoplásticos de almidón.
- Mezclas de almidón-poliéster alifático sintético.
- Mezclas de almidón-poliéster PBS/PBSA.
- Mezclas de almidón-PVOH.

<b>Biopolímeros a base de almidón de maíz modificado químicamente.</b>	
 <p>Mater-bi® (Novamont). [9]</p>	 <p>Bioplast® (Biotec). [10]</p>
 <p>Bioplast® (Sphere). [11]</p>	 <p>Biocaps® (Wiedmer AG)</p>

Figura 5. Biopolímeros hechos a base de almidón de maíz.

Los poliésteres tienen un papel predominante debido a sus enlaces éster potencialmente hidrolizables. La familia de los poliésteres está conformada por dos grandes grupos; poliésteres alifáticos (lineales) y poliésteres aromáticos (anillos aromáticos). Los poliésteres biodegradables que han sido desarrollados comercialmente son los siguientes:

- PHA – Poli hidroxialcanoato.
- PHH – Poli hidroxihexanoato.
- PLA – Poli ácido láctico.
- PBS – Poli succinato de butileno.
- AAC – Co poliéster alifático – aromático.
- PHB – Poli hidroxibutirato.
- PHV – Poli hidroxivalerato.



- PCL – Poli caprolactona.
- PBSA – Poli succinato de butilen adifato.
- PET – Poli tereftalato de etileno.
- PBAT – Poli butilen adifato / tereftalato.
- PTMAT – Poli metilen adifato / tereftalato.

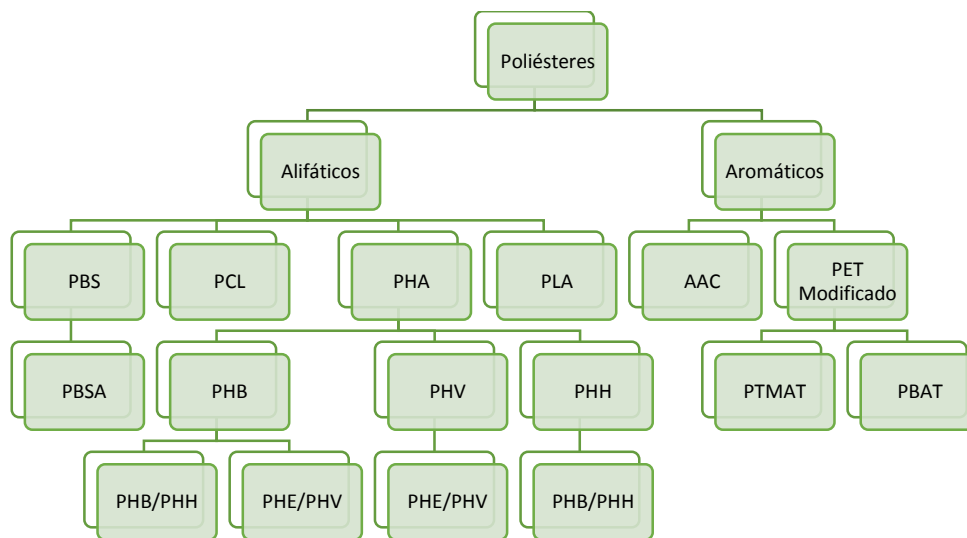


Figura 6. Familia de poliésteres biodegradables.

En la figura 6, puede observarse que el PLA es un polímero perteneciente a la familia de los poliésteres y es utilizado en aplicaciones tales como la fabricación de vasos desechables biodegradables y compostables para bebidas frías, bolsas y contenedores para ensaladas, platos y cubiertos desechables, entre otros.

Alrededor del mundo, existen varias empresas que se dedican a producir PLA de manera comercial, un ejemplo es la empresa norteamericana Cargill Dow LLC. El PLA producido por esta empresa era originalmente vendido con el nombre de EcoPLA, sin embargo, actualmente es conocido como PLA Nature Works, que en realidad resulta ser una familia de polímeros de poli ácido láctico que pueden ser usados solos o mezclados con otros polímeros de origen natural. En la siguiente tabla se detallan algunos de los polímeros biodegradables de PLA disponibles comercialmente.

Nombre comercial	Proveedor	Origen
<b>Lacea</b>	Mitsui Toatsu	Japón
<b>Lacty</b>	Shimazu	Japón
<b>Nature Works</b>	Cargill Dow	USA
<b>Hycail</b>	Hycail b.v	Holanda

Tabla 3. PLA disponible comercialmente en forma de gránulos o pellets [5].

El PLA cuenta con buenas características de rigidez, capaz de sustituir al PET en algunas aplicaciones. El uso de empaques hechos con PLA muestra un ahorro de 30% con respecto al PET. Dada esta reducción, un envase de ensalada de PET puede pesar 45 gramos, mientras que el mismo envase en PLA pesa solo 32 gramos.

El PLA se ha convertido en uno de los plásticos biodegradables más populares disponibles en los mercados [12]. La aplicación quizá más novedosa con la que cuenta actualmente el PLA son las botellas, que ofrece las mejores características y propiedades en productos consumibles tales como agua, leche, yogurt, aceite vegetal y jugos frescos. Sin embargo, respecto a las bebidas carbónicas, su barrera a los gases no es suficiente para contenerlos. La empresa británica Belu Water vende una botella de PLA para bebidas no carbonatadas desde julio del 2005 [12]. La figura 7 muestra algunos empaques fabricados con PLA, así como el nombre de las empresas que los producen.





<b>POLI ACIDO LACTICO (PLA)</b>	
 <p>Ingeo™ (NatureWorks- LLC). [13]</p>	 <p>Bioware™ (Huhtamaki, Finlandia) [14]</p>
 <p>NaturalBox® (Coopbox, Italia) [15]</p>	 <p>Earthfirst® (Plastics suppliers inc, EUA) [16]</p>



Figura 7. Empaques fabricados con PLA.

El aumento de la conciencia acerca de las consecuencias sobre el medio ambiente como producto del uso de envases de plástico convencional es favorable para el impulso de la demanda de materiales como el PLA. Se prevé que el mercado de PLA obtendrá ganancias por un valor de alrededor de 5,000 millones de dólares en 2019 y se prevé que crezca a una tasa compuesta anual del 20.8% en los próximos cinco años [19].

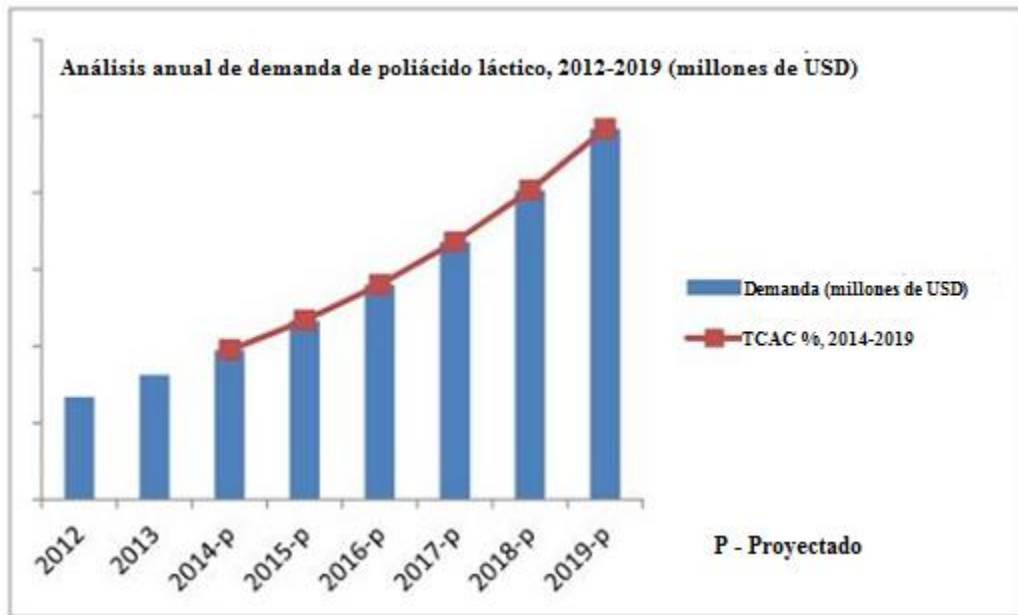


Figura 8. Proyección a futuro del crecimiento en la demanda de PLA [19].

Un ejemplo más de poliéster biodegradable utilizado en la industria actualmente es el polihidroxialcanoato (PHA), que es producido naturalmente por bacterias a través de la fermentación del azúcar o de los lípidos.



Figura 9. Productos hechos a base de poli hidroxialcanoatos.

### Obtención de películas plásticas

Para entender el proceso de fabricación de películas, en este apartado se explica un panorama general de dicho proceso de fabricación y la maquinaria o equipo a utilizar.

### Extrusión

El proceso de extrusión básicamente es la producción de manera continua de piezas con sección transversal constante principalmente de materiales termoplásticos. Este proceso consiste en obligar a un polímero reblandecido a pasar a través de una boquilla o dado con la forma adecuada para el perfil que se desea obtener. La máquina tiene como propósito proporcionar un flujo uniforme y constante de material reblandecido a través del dado para la obtención de perfiles plásticos. La máquina está compuesta básicamente de un cilindro con un husillo (tornillo sin fin) en su interior.

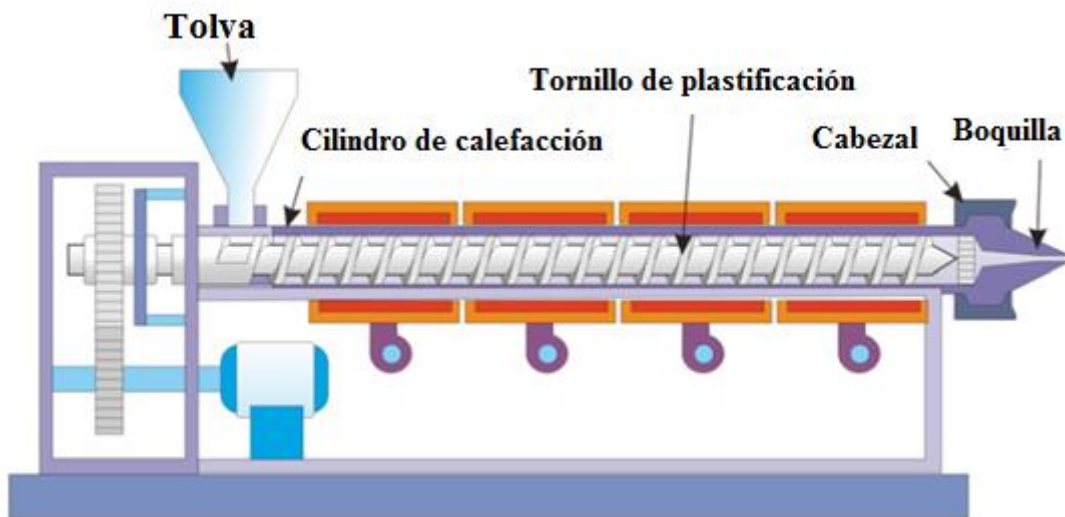


Figura 10. Máquina convencional de extrusión [21].

En el proceso de extrusión, el material a procesar es depositado en forma de gránulos en la tolva, donde se alimenta el polímero hacia el cilindro por medio del movimiento giratorio del husillo. Una vez dentro del cañón, el husillo transporta el material desde la garganta de entrada en el cañón hasta el dado, por donde saldrá. Mientras el polímero es transportado a través del cañón, es

calentado a fin de reblandecerlo hasta obtener un flujo viscoelástico, dicho calentamiento es realizado desde el exterior del cañón por medio de bandas calefactoras e internamente por conversión de esfuerzos en calor. El polímero reblandecido es expulsado a través del dado, el cual da la geometría final del perfil plástico obtenido, para el caso de obtención de una película, el dado deberá ser lo suficientemente estrecho.

### Sistemas de extrusión de películas

La diferencia entre las películas y láminas es su espesor, a grandes rasgos, el extrudido se considera lámina si su espesor es superior a 2 milímetros y se denomina película si este es inferior a dicha magnitud. A pesar de esta diferencia, las líneas de extrusión para películas y láminas son muy similares. Las películas plásticas son obtenidas principalmente por dos procesos de conformado por medio de sistemas de extrusión, los cuales son detallados a continuación.

#### *Extrusión de película por dado plano con sistema de rodillos fríos (Chill roll)*

Este proceso tiene su utilidad en la obtención de películas planas empleadas principalmente en posteriores laminados térmicos para la fabricación de materiales multicapa, también es utilizado para la obtención de películas para embalaje. Los principales componentes de este sistema son: el extrusor, la pila de rodillos, la sección de enfriamiento, la sección de tensionado y el sistema recolector. Por medio de un sistema de extrusión por rodillos fríos se obtiene un material extrudido con orientación uniaxial de las cadenas poliméricas.

La pila de rodillos se utiliza para ejercer presión sobre la película, determinar su textura y corregir posibles variaciones de espesor. Mediante este proceso es posible obtener productos que son prácticamente transparentes debido al rápido enfriamiento que se produce en los rodillos que se encuentran inmediatamente a la salida del material. En este proceso se puede añadir en el sistema de rodillos algún dispositivo que agregue agentes adherentes a la película para su uso en posteriores procesos de laminado o impresión.

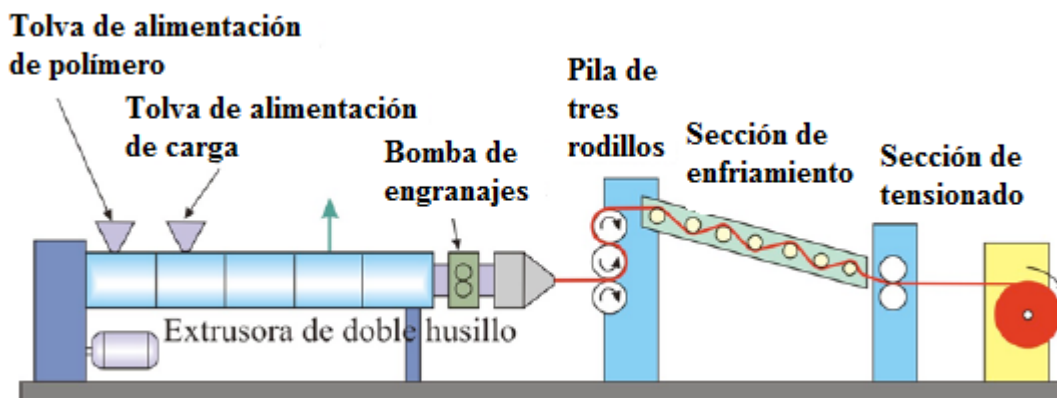


Figura 11. Línea de extrusión de película por dado plano con sistema de rodillos fríos [21].

### Extrusión de película soplada (Blow molding)

Este es el proceso más común para la obtención de películas y generalmente se emplea para la fabricación de bolsas plásticas. La extrusora cuenta con un dado anular, orientado habitualmente hacia arriba y en cuyo interior permite la inyección de aire, esta configuración hace el efecto de una burbuja plástica que es recibida en la parte superior del sistema por un par de rodillos. El cociente entre el diámetro de la burbuja y el diámetro del dado se llama proporción de explosión y suele estar en un intervalo de 2 a 2.5. Por medio del proceso de película soplada se obtiene una orientación biaxial en las cadenas del polímero.

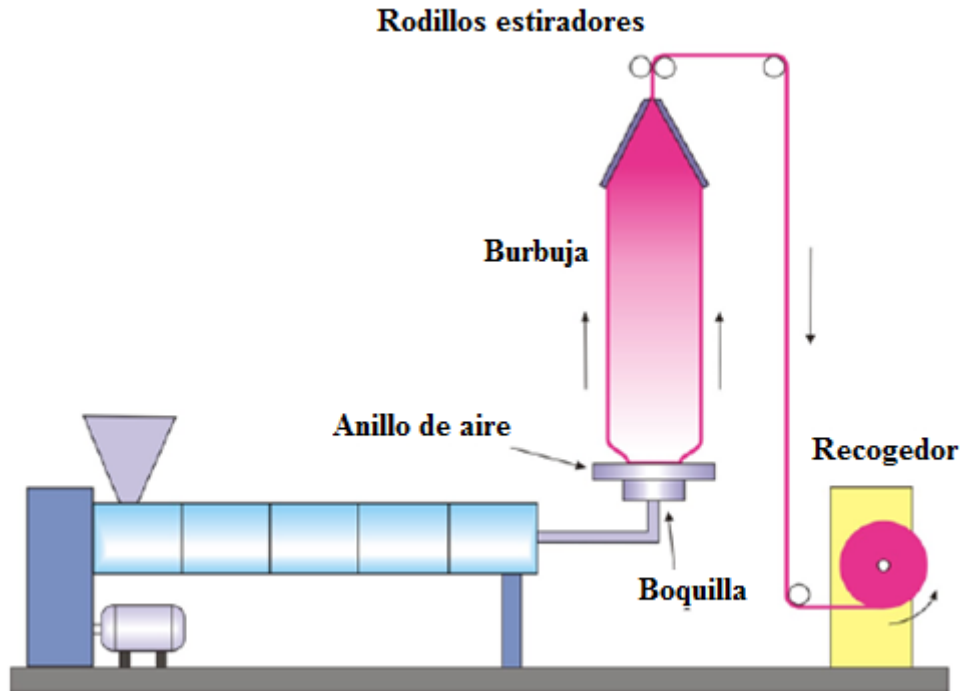


Figura 12. Línea de extrusión de película soplada [21].

### Dados de extrusión de película plana

En el diseño de dados de extrusión se tienen tres puntos primordiales a considerar [22]:

- Equilibrio en el flujo de material reblandecido a través de la uniformidad en el flujo del material por toda la geometría del dado.
- Lograr dicho equilibrio de flujo de material haciendo que las caídas de presión a través del dado sean mínimas.
- Mantener una velocidad en el flujo capaz de permitir siempre el desplazamiento del mismo evitando estancamientos. El material estancado puede ocasionar la degradación del material debido a la exposición prolongada de la masa fundida a altas temperaturas.

En la figura 13 pueden observarse cuatro zonas principales en los dados de extrusión de películas planas:

- (1) Canal central de entrada.
- (2) Colector. Distribuye el polímero reblandecido a toda la geometría del dado.
- (3) Distribuidor. Junto con el colector, ofrece una caída de presión uniforme hacia la zona de salida del dado.
- (4) Borde de salida. Salida de la película a través de la geometría final en el borde del dado.

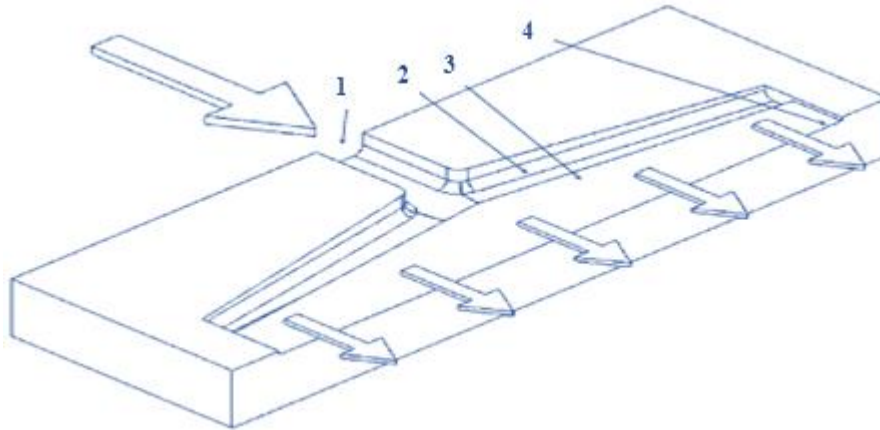


Figura 13. Dado plano de extrusión de película [23].

Como medida práctica, se añaden dispositivos de control de flujo durante el diseño de los dados para permitir un ajuste más preciso en cuanto a las dimensiones finales requeridas. El diseño de dados de extrusión se ve afectado principalmente por dos comportamientos únicos de los plásticos fundidos [23]:

- Comportamiento pseudoplástico. La viscosidad disminuye a medida que se incrementa la velocidad de corte durante el proceso, este tipo de comportamiento provoca que el flujo volumétrico sea muy sensible a ligeros cambios en la geometría del dado. Por ejemplo, el flujo de polímero fundido a través de una ranura variará con el espesor de la hendidura. Por lo tanto, un pequeño cambio en la apertura del dado a lo largo del contorno de salida puede causar un cambio considerable en el flujo del material.
- Comportamiento viscoelástico. Este comportamiento es el responsable de cierto “hinchamiento” (expansión del material en dirección ortogonal a la dirección del flujo) del material a la salida del dado.

El diseño de dados de extrusión en la actualidad se ha simplificado por herramientas de simulación por computadora, los flujos de fluidos no newtonianos a través de geometrías complejas se realiza comúnmente con programas denominados CFD (Computational Fluid Dynamics).

### Materiales multicapa

Ya que se obtiene la película plástica, una de sus aplicaciones consiste en generar la unión de distintas capas de materiales. Este proceso se realiza con el propósito de mejorar características de resistencia mecánica, permeabilidad a los gases y una mayor vida útil del material en caso de que este tenga como fin el conservar durante cierto lapso de tiempo algún tipo de alimento.

Para efectos de este proyecto se pretende unir dos sustratos, uno compuesto de celulosa (papel) y el otro de un polímero biodegradable denominado poli ácido láctico (PLA). Ambos materiales serán adheridos por medio de un proceso de laminado térmico. Se busca obtener la mayor capacidad adherente posible PLA/papel por medio de anclaje mecánico, a través de presión y temperatura, con el fin de obtener un material multicapa biodegradable que cumpla con las condiciones específicas necesarias para ser utilizado principalmente como un empaque contenedor de alimentos granulados .



## Capítulo 2 “Marco teórico”

### Celulosa

La celulosa, un polisacárido lineal polidisperso, es el compuesto orgánico más abundante sobre la tierra y el mayor componente estructural de la pared celular de las plantas, además del principal componente en materiales naturales tales como algodón (95%), lino (80%), yute (60-70%) y madera (40-50%). Las pastas de celulosa se obtienen a partir de muchos subproductos agrícolas, como la caña de azúcar, bagazo de sorgo, tallos de maíz, y pajas de centeno, trigo, avena y arroz.

Los ésteres de celulosa han sido polímeros comercialmente importantes durante casi un siglo, y han encontrado una variedad de aplicaciones, incluyendo recubrimientos de base disolvente, aplicaciones médicas y de liberación controlada, así como materiales compuestos y laminados plásticos.

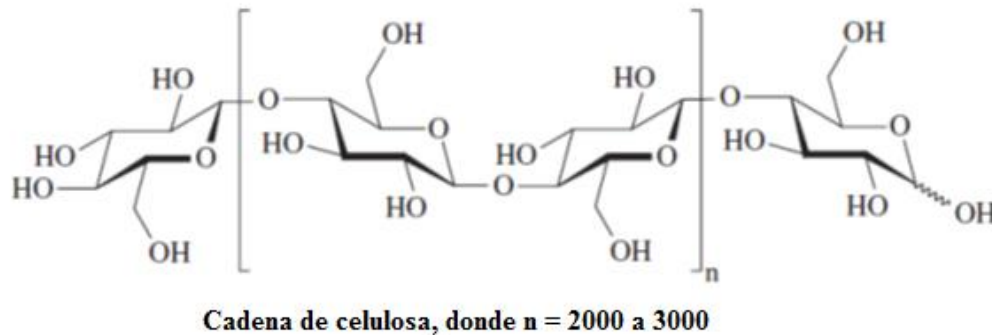


Figura 14. Estructura de la cadena polimérica de la celulosa [24].

### Propiedades

La celulosa no puede ser procesada termoplásticamente, sin embargo por esterificación es posible producir materiales adecuados para el procesamiento termoplástico, como es el caso de acetato de celulosa (CA), acetato propionato de celulosa (CAP) y el acetato butirato de celulosa (CAB). Una variedad de materias primas como algodón, papel reciclado, celulosa de madera y caña de azúcar se utilizan en la fabricación de biopolímeros de éster de celulosa en forma de polvo. Estos polvos combinados con plastificantes y aditivos se extruden para producir diversos grados de plásticos celulósicos comerciales en forma granulada [24].

Los ésteres de celulosa son materiales de fácil procesamiento por medio de extrusión e inyección, algunas de sus propiedades innatas incluyen una estrecha ventana entre la temperatura de fundido y la temperatura de descomposición. Por lo tanto, en la mayoría de sus aplicaciones comerciales, son utilizados plastificantes en combinación con ésteres de celulosa. Por ejemplo, el plastificante trietilcitrato se utiliza generalmente para el acetato de celulosa (CA), y el adifato de dioctilo (DOA) como plastificante para la celulosa de propionato de etilo (CAP).

A través de la plastificación del acetato de celulosa con un plastificante de trietilcitrate, los acetatos de celulosa son procesables a temperaturas de 170°C a 180°C, muy por debajo de su punto de fusión que es de 233°C.

### Poli ácido láctico (PLA)

El poli ácido láctico es un poliéster alifático lineal producido por medio de la poli condensación de ácido láctico, obtenido a través de fuentes naturales o por apertura de anillo catalítica del grupo lactida. El ácido láctico es producido (vía fermentación del almidón) como un subproducto obtenido principalmente del maíz. Las uniones de los ésteres en el PLA son sensibles tanto a hidrólisis química como a la ruptura de las cadenas enzimáticas.

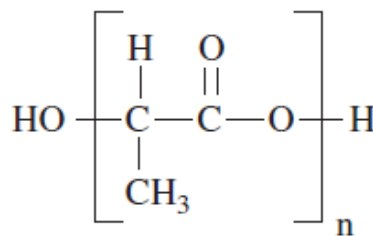


Figura 15. Estructura del mero del PLA [24].

El ácido láctico existe por medio de dos estereo isómeros, ácido láctico L(+) y ácido láctico D(+), ambos son mostrados en la figura 16. El PLA cuenta con una temperatura de transición vítrea de aproximadamente entre 50 y 60 grados centígrados, y su punto de fusión puede variar desde 130 hasta 180 grados centígrados dependiendo de la secuencia de unidades repetitivas enantioméricas (L y D) en la cadena principal del polímero.

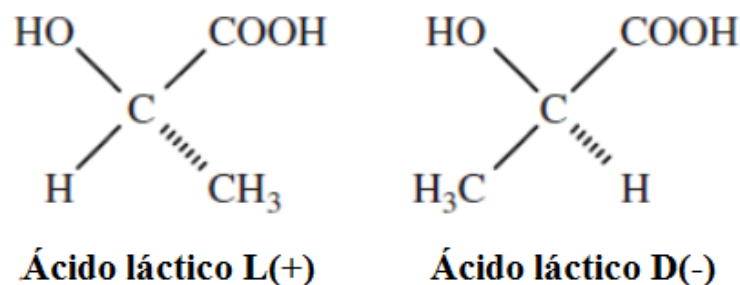


Figura 16. Estéreo formas de ácido láctico [24].

En el caso de la obtención del poli ácido láctico de alto peso molecular, se produce generalmente por polimerización de apertura de anillo del monómero de lactida. La empresa llamada Cargill Dow produce una gama de polímeros de PLA utilizando un proceso de destilación novedoso y exento de solventes. Dicho proceso consta de tres etapas separadas y distintas que conducen a la producción de ácido láctico, lactida y poli ácido láctico de alto peso molecular (figura 17).

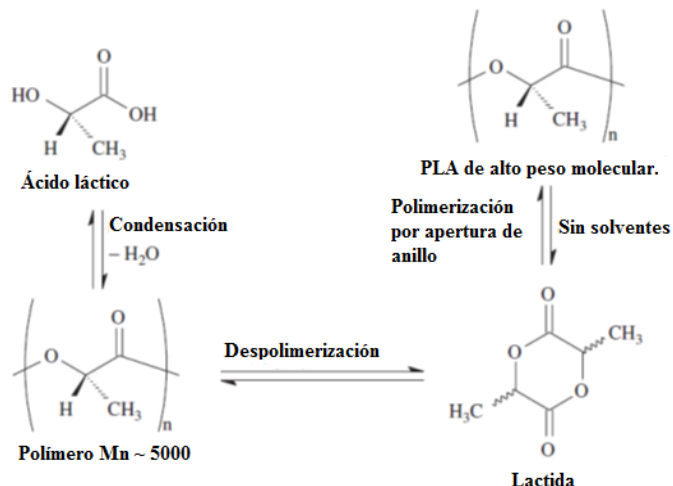


Figura 17. Proceso de fabricación de PLA por el método de Cargill Dow [24].

Cada uno de los pasos del proceso está libre de solvente orgánico: se utiliza agua en la fermentación, mientras que la lactida fundida y el polímero sirven como los medios de reacción en la producción de monómero y polímero. La novedad esencial del proceso radica en la capacidad de ir a partir de ácido láctico a un poliácido láctico de bajo peso molecular, seguido por una despolimerización controlada para producir un dímero cíclico, es decir, lactida. Esta lactida se mantiene en forma líquida y se purifica por destilación, finalmente por medio de un proceso de polimerización catalítica de apertura de anillo de la lactida se puede obtener PLA con pesos moleculares controlados.

El ácido láctico usado en la preparación de PLA se deriva a partir de recursos renovables. Es muy común el uso de caña de azúcar como materia prima, debido a su bajo costo y abundancia, pero se prevé que en un futuro próximo se puedan utilizar fuentes locales de plantas que contienen almidón o azúcar, como el maíz, el trigo, el betabel e incluso podrían ser utilizados para este propósito los residuos agrícolas (Figura 18).

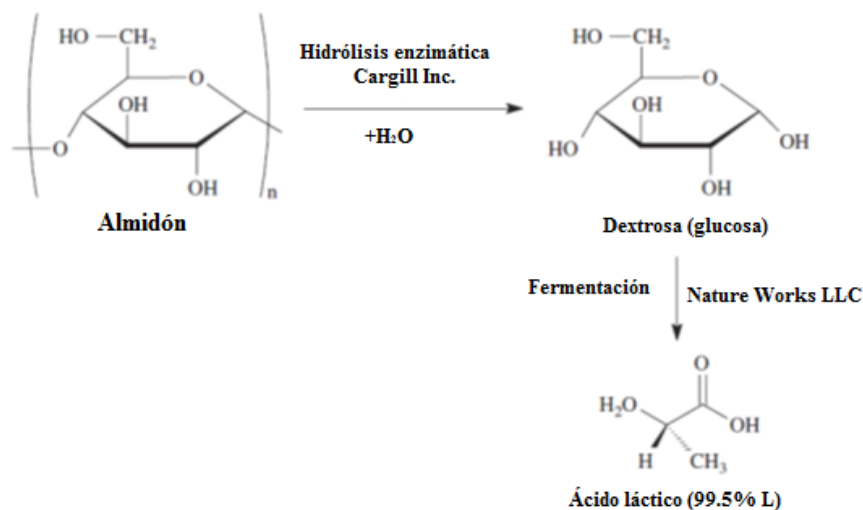


Figura 18. Obtención del ácido láctico a partir de almidón [24].

En contraste con el proceso de Cargill Dow, la empresa Mitsui Chemicals utiliza un proceso basado en solventes, en el que un PLA de alto peso molecular se produce por condensación directa utilizando destilación azeotrópica para eliminar el agua mediante una condensación continua (Figura 19).

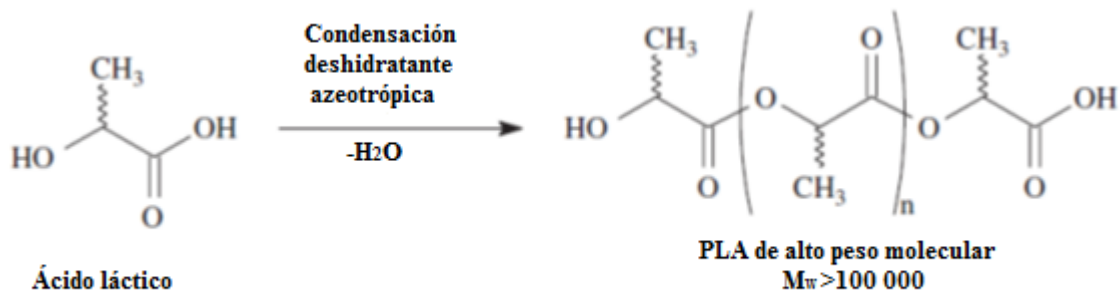


Figura 19. Proceso de fabricación de ácido láctico por medio del proceso Mitsui [24].

La síntesis de PLA a través de la policondensación del monómero de ácido láctico llega a tener un peso molecular medio inferior a  $1.6 \cdot 10^4$ , mientras que el PLA obtenido por polimerización de apertura de anillo de lactidas proporciona pesos moleculares promedio que oscilan de  $2 \cdot 10^4$  a  $6.8 \cdot 10^4$ . La polimerización de apertura de anillo de monómeros de ácido láctico es catalizada por compuestos de metales de transición: estaño, aluminio, plomo, zinc, bismuto, hierro e itrio.

Los polímeros derivados de ácido láctico por la ruta de policondensación se conocen en general como poli (ácido láctico) y los preparados a partir de lactida mediante polimerización por apertura de anillo como polilactida. Aunque comúnmente ambos son denominados indistintamente como PLA.

### Propiedades

El PLA exhibe un equilibrio de propiedades de rendimiento que son comparables a las de los termoplásticos tradicionales. Puede ser fabricado en una variedad de procesos conocidos y aporta una nueva combinación de atributos a los envases, incluyendo la rigidez, claridad, sellabilidad térmica a bajas temperaturas, así como una interesante combinación de propiedades de barrera incluyendo retención de aroma, sabor y resistencia a la grasa [4].

Generalmente los grados de PLA distribuidos comercialmente son copolímeros de poli ácido L-láctico (PLLA) y poli ácido D-L-láctico (PDLLA). Factores tales como la temperatura de fusión y el grado de cristalinidad del polímero se ven afectados por la proporción en la que se encuentren los enantiómeros L y D-L en el polímero. Un PLA enantioméricamente puro (PLLA) es un polímero semicristalino con una temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) de aproximadamente  $55^\circ\text{C}$  y un punto de fusión ( $T_m$ ) de alrededor de  $180^\circ\text{C}$ . Al incorporar enantiómeros D, se ve afectado el punto de fusión reduciéndolo a un valor cercano a los  $130^\circ\text{C}$ , la velocidad y grado de cristalización también resultan en una disminución, y sobre la temperatura de transición vítrea resulta tener muy poco impacto [24].

El peso molecular, la estructura macromolecular y el grado de cristalización de PLA varían sustancialmente dependiendo de las condiciones de reacción en el proceso de polimerización. De

las tres posibles formas isoméricas, el poli ácido L-láctico y el poli ácido D-láctico son semicristalinos en la naturaleza, mientras que el poli ácido D-L-láctico es amorfo, los grados amorfos del PLA son transparentes. El PLA racémico (sintetizado a partir de productos petroquímicos) es atáctico, es decir, que no exhibe regularidad estereoquímica de la estructura, es altamente amorfo y tiene una temperatura de transición vítrea baja.

El PLA tiene buenas propiedades mecánicas, plasticidad térmica y la biocompatibilidad, se fabrica fácilmente, y es por lo tanto un polímero prometedor para diversas aplicaciones de uso final. Al igual que el poliestireno, un PLA de grado estándar tiene gran resistencia a esfuerzos y baja tenacidad. La dureza del poli ácido láctico se puede mejorar drásticamente mediante la orientación, mezcla, o copolimerización. En cuanto a las propiedades eléctricas de las películas de poli ácido láctico biodegradables se han medido y comparado con las del polietileno reticulado (XLPE) el cual es utilizado actualmente como aislamiento para cables y alambres eléctricos. La resistividad de volumen, constante dieléctrica y la tangente de pérdida dieléctrica del PLLA resultaron ser casi las mismas que las de XLPE.

El PLA es comúnmente mezclado con almidón para incrementar su biodegradabilidad y reducir costos. Sin embargo, la fragilidad de la mezcla almidón-PLA es una gran desventaja en la muchas aplicaciones. Para remediar esta limitación, se añaden plastificantes de bajo peso molecular como glicerol, sorbitol y trietilcitrate.

#### Mecanismos de degradación

El PLA es totalmente biodegradable bajo compost a temperaturas mayores a los 65°C, la primera etapa de degradación de PLA dura aproximadamente dos semanas y se da vía hidrólisis resultando compuestos solubles en agua y ácido láctico. Tras la hidrólisis se produce una rápida metanización de estos productos generando CO<sub>2</sub>, agua y biomasa. La degradación de PLA a temperaturas menores a los 60 °C se dificulta debido a que este es el mínimo de temperatura para su cristalización.

#### Procesamiento

El PLA es comúnmente utilizado para diferentes procesos de fabricación, incluyendo el moldeo por inyección, extrusión de láminas y películas, moldeo por soplado, termoformado e hilado de fibras. La clave para obtener un buen procesamiento es en principio el control de ciertos parámetros moleculares en el proceso de generación del polímero, tales como ramificación, contenido de isómero D, y la distribución de peso molecular. En el caso de moldeo por inyección de productos de PLA resistentes al calor, se requieren velocidades de cristalización rápida, las cuales se pueden conseguir con PLA que contenga menos de 1% de isómero D, además de la adición de agentes de nucleación. Para el caso de procesos como extrusión con termoformado, el PLA está optimizado con un contenido de isómero D que no permite que se produzca la cristalización durante los pasos de tratamiento con el material fundido, esto se logra con un contenido dentro del rango de 4 a 8% de isómero D. El PLA utilizado para la obtención de la película tiene un porcentaje de 4% de isómero D, en la tabla 4 se muestra una comparación de propiedades mecánicas de algunos plásticos de uso común y el PLA con 96% de isómeros L [25].

	Módulo de elasticidad (Mpa)	Impacto Izod con muesca (J/m)	Módulo de flexión (Mpa)	% de elongación de rotura
<b>PLA (96% L)</b>	3834	24.6	3689	4
<b>Poliestireno</b>	3400	27.8	3303	2
<b>Polipropileno isostático</b>	1400	80.1	1503	400
<b>Polietileno de alta densidad</b>	1000	128.16	800	600

Tabla 4. Propiedades de algunos plásticos utilizados en la fabricación de películas.

La temperatura para el procesamiento de PLA debe tener un determinado control debido a las propiedades específicas del material. Para el poli ácido láctico de grado extrusión, el perfil de temperatura para su procesamiento oscila en un rango que va desde los 180 hasta los 210 °C.

### Aplicaciones

Productos de poli ácido láctico tienen utilidad en muchas aplicaciones, incluido el envasado, recubrimiento de papel, fibras para textiles, películas para embalaje, y una serie de artículos moldeados. En el área de envasado, las películas de PLA son transparentes, con buenas propiedades de barrera. Para las fibras, pueden ser fabricadas prendas de vestir con control de la humedad y confección industrial con mejor resistencia UV, inflamabilidad reducida y una buena resistencia a la suciedad y las manchas. El PLA de Cargill Dow ha sido designado como un nuevo tipo de fibra genérica por la Comisión Federal de Comercio de EUA. El PLA se une ahora a otras clasificaciones como algodón, lana, seda, nylon y poliésteres como una categoría de fibra reconocida.

### Adhesión

Un adhesivo es aquella sustancia que aplicada entre las superficies de dos materiales permite una unión resistente a la separación. Los materiales que se pretenden unir por medio del adhesivo son denominados sustratos o adherentes. El conjunto de interacciones físicas y químicas que tienen lugar en la interfase adhesivo/adherente recibe el nombre de adhesión.

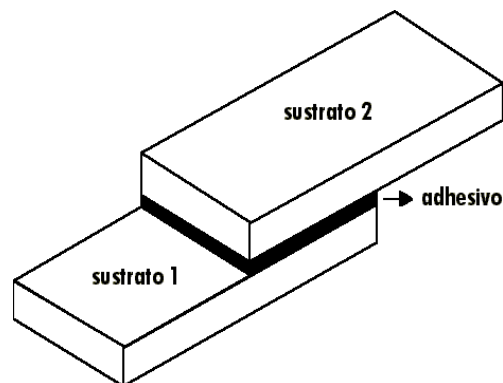


Figura 20. Esquema básico de una unión adhesiva.

Los adhesivos son puentes entre las superficies de los sustratos, ya sean del mismo o de distinto material. El mecanismo de unión depende de:

- La fuerza de unión entre el adhesivo y el sustrato, denominada adhesión.
- La fuerza interna que posee el adhesivo, llamada cohesión.

La adhesión es la acción en donde las fuerzas interfaciales mantienen dos superficies juntas. Es la atracción de dos sustancias diferentes que resulta de las fuerzas intermoleculares entre los sustratos. Esto es muy diferente de la cohesión, que implica solamente las fuerzas de atracción intermoleculares dentro de un único sustrato.

Estas fuerzas interfaciales pueden consistir en enlaces químicos, fuerzas electrostáticas, enclavamiento mecánico, difusión polimérica, o una combinación de estos. Sin embargo, las fuerzas intermoleculares que actúan tanto en la adhesión como en la cohesión son principalmente fuerzas de Van der Waals.

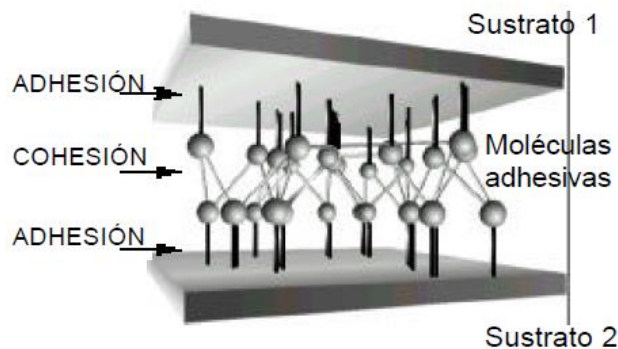


Figura 21. Fases de una unión adhesiva.

Es posible evaluar la adhesión de dos sustratos simplemente realizando un ensayo de rotura de la unión adhesiva. Así, el fallo de una unión adhesiva puede ocurrir por tres posibles maneras:

- Separación por adhesión. Cuando la separación se produce en la interfase sustrato/adhesivo.
- Separación por cohesión. Cuando el propio sustrato rompe antes que la unión adhesiva o que la interfase sustrato/adhesivo.

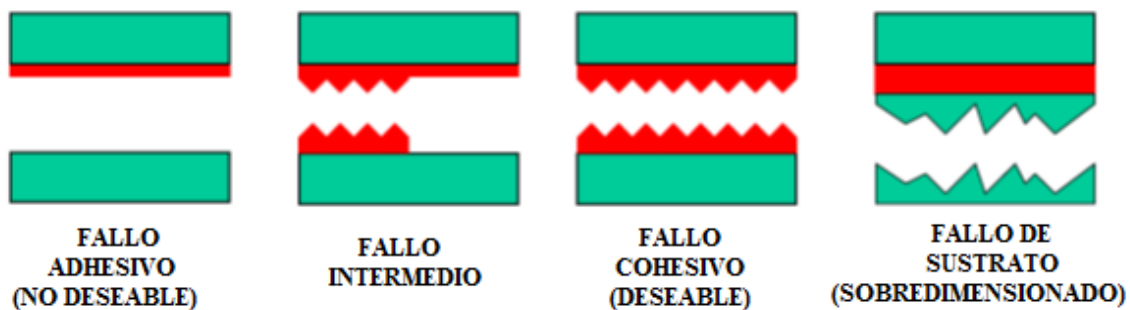


Figura 22. Principales tipos de falla interfacial.

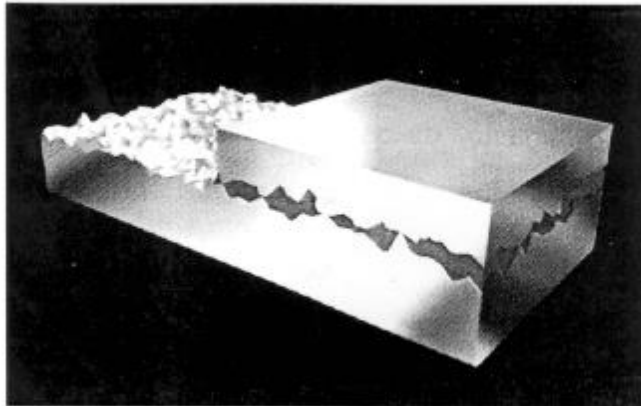
En la figura anterior se muestra las diferencias entre adhesión y cohesión, con una junta adhesiva como ejemplo. Una falla adhesiva es una falla de la unión interfacial entre el adhesivo y el adherente. Una falla de cohesión podría existir ya sea dentro del material adhesivo (falla cohesiva del adhesivo) o dentro del propio adherente (fallo cohesivo del adherente) [26].

Básicamente, se pueden distinguir dos tipos de fenómenos en la interfase sustrato/adhesivo: los de tipo físico y los de tipo químico. Las diferentes teorías pueden encuadrarse dentro de esta primera división:

- Fenómenos físicos:
  - Modelo de adhesión mecánica.
  - Teoría de la difusión.
  - Teoría eléctrica.
- Fenómenos químicos:
  - Teoría de la adsorción termodinámica o mojado superficial.

### Adhesión mecánica

Según el modelo de adhesión mecánica, la adhesión se debe a un anclaje del polímero (adhesivo) en los poros y rugosidades superficiales del sustrato. La penetración del polímero en la orografía superficial del sustrato provoca que la zona de contacto real entre los dos materiales sea varias centenas de veces superior a la correspondiente a la superficie aparente de contacto. Por tanto, rugosidad y porosidad son factores favorables a la adhesión. Es preciso asegurar una buena humectabilidad del sustrato por el adhesivo, puesto que las cavidades no alcanzadas por el adhesivo constituyen puntos potenciales de iniciación de rotura de la unión adhesiva



*Figura 23. Modelo de una superficie para llevar a cabo la adhesión mecánica.*

### Teoría de la difusión

Esta teoría permite explicar la autoadhesión entre polímeros idénticos. Plantea la adhesión como resultado de una interdifusión de las moléculas de los planos superficiales, lo que conlleva a la creación de una zona de transición entre el adhesivo y el adherente. El mecanismo parece ser basado en la migración de las cadenas poliméricas largas que son mutuamente solubles. Este



fenómeno se encuentra limitado a la autoadhesión, a la adhesión de polímeros compatibles y quizás también a la soldadura termoplástica o con disolvente. Para que pueda producirse una difusión óptima, los polímeros a unir deben ser miscibles, es decir, solubles entre sí.

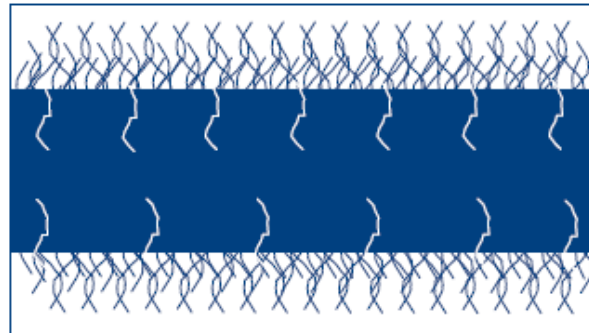


Figura 24. Interdifusión de moléculas entre superficies de polímeros idénticos.

### Teoría eléctrica

De forma esquemática, figura 25, la teoría eléctrica compara el sistema adhesivo/sustrato a un condensador plano cuyas placas están constituidas por la doble capa eléctrica que se forma cuando dos materiales de naturaleza diferente se ponen en contacto, por ejemplo un polímero y el vidrio. La existencia de una doble capa eléctrica es fundamental para explicar los fenómenos de adhesión, pero no puede considerarse un modelo universal, y solo se puede aplicar a determinados casos particulares. Además, la contribución a la adhesión debida a fuerzas de Van der Waals es en algunos casos superior a la procedente de interacciones electrostáticas.

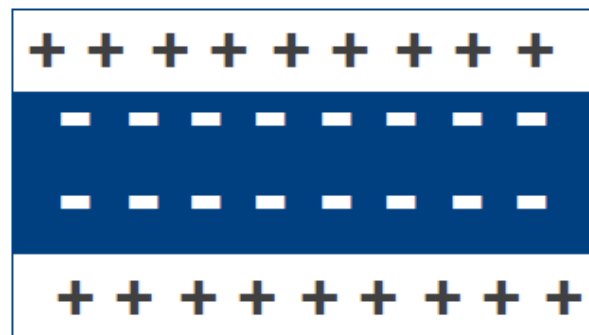


Figura 25. Doble capa eléctrica formada entre dos materiales de naturaleza diferente.

### Teoría de la adsorción termodinámica o mojado superficial.

Esta teoría explica muchas de las uniones adhesivas que se realizan habitualmente. Algunos autores apoyan la idea de que al poner en contacto íntimo dos sólidos, la unión es efectiva, no importa que haya o no difusión porque cuando se produce, las fuerzas intermoleculares que se desarrollan en la interfase son suficientes para garantizar una adhesión del mismo orden de magnitud, no existiendo por tanto una frontera clara entre difusión y adsorción termodinámica. En esta teoría estas fuerzas se denominan “fuerzas de humectación o mojabilidad” porque cuando se forma una unión adhesiva se pasa por una fase de contacto entre el líquido y el sólido, y este proceso es al fin y al cabo de mojado.

En general, se distinguen diferentes tipos de fuerzas involucradas en el fenómeno de adsorción:

- Enlaces secundarios:
  - Fuerzas de Van der Waals.
  - Puentes de hidrógeno.
- Enlaces primarios:
  - Enlace iónico.
  - Enlace covalente.

A pesar de su debilidad relativa, los enlaces secundarios generan en la práctica uniones suficientemente fuertes, dado que la superficie que entra en juego es considerable y suelen ser necesarios para la adhesión de materiales cerámicos y vidrio.

### Promotores de adhesión

Los promotores de adhesión son líquidos que forman una capa muy delgada (normalmente mono molecular) entre un sustrato y un adhesivo con el fin de mejorar la adhesión. También son conocidos como agentes de acoplamiento. Por lo general, los enlaces químicos se forman entre el promotor de adhesión y el adhesivo y también entre el promotor de adhesión y la superficie del sustrato. Estos enlaces son a menudo más fuertes que los enlaces químicos internos (cohesión) en el adhesivo o el sustrato plástico. Los promotores de adhesión también proporcionan una región interfacial que es más resistente a esfuerzos físicos o ataques químicos que cuando el promotor de adhesión está ausente [27].

Los promotores de adhesión se pueden aplicar mediante la incorporación directa en la formulación del adhesivo o mediante la aplicación a la superficie del sustrato antes de aplicar el adhesivo. Cuando es aplicado dentro de la formulación del adhesivo, el promotor de adhesión migra a la región de los sustratos antes de que el adhesivo se cure.

Un paso extremadamente importante durante el proceso de diseño de la junta adhesiva es establecer los requisitos de la aplicación. Propiedades como la resistencia a esfuerzos cortantes, resistencia a impacto, pérdida de resistencia por envejecimiento térmico, tolerancias de montaje (holguras), la resistencia a la humedad, a nieblas salinas y a disolventes, los tiempos de manipulación requeridos y los límites aceptables para cualquiera de tales pruebas son ejemplos de características que deben ser especificadas. Los métodos de prueba empleados para este trabajo en lo referente a las propiedades de adhesión se referencian a los ensayos normalizados por la ASTM, que cuenta con el comité D14 dedicado al desarrollo de especificaciones de materiales y métodos de ensayos para adhesivos. En el caso de este proyecto, la evaluación para la adherencia del material bicapa será realizada a través de la norma ASTM D 1876-95 "Standard test method for peel resistance of adhesives (T peel test).

## Extrusión

El proceso de extrusión está diseñado básicamente para convertir de forma continua un material reblandecido en una forma particular proporcionada por la geometría del dado. En este trabajo, la geometría final del producto consiste en obtener una película de PLA.

### Proceso de extrusión de láminas y películas utilizando sistemas de rodillos

Los principales elementos que componen un sistema de extrusión de láminas o películas plásticas se mencionan a continuación:

- Extrusora. Esta máquina se encarga de llevar el plástico a un estado viscoelástico mientras es transportado por el husillo a través del cañón hasta la salida del dado, el cual proporciona la geometría final al perfil plástico obtenido, en nuestro caso la geometría final del dado es para la obtención de una película.
- Serie de rodillos. Estos rodillos son los encargados de controlar el espesor uniforme de la película además de proporcionarle el acabado y la textura con que contará la misma. Los rodillos no siempre tienen que estar en posición vertical como se muestra en la figura 26, pueden colocarse de cualquier manera según se requiera. Estos rodillos cuentan comúnmente con control de temperatura individual para mantener un proceso favorable en la obtención de la película.
- Sección de enfriamiento. En esta zona se lleva la película a una temperatura que le permita solidificar para mantener el espesor deseado hacia el final del proceso.
- Sección de rodillos de presión. Su función es mantener cierta tensión en la película con la finalidad de ejecutar un proceso continuo y estable.
- Sistema de embobinado. La película obtenida se enrolla en un rodillo obteniéndose así el producto final listo para ser comercializado o almacenado.

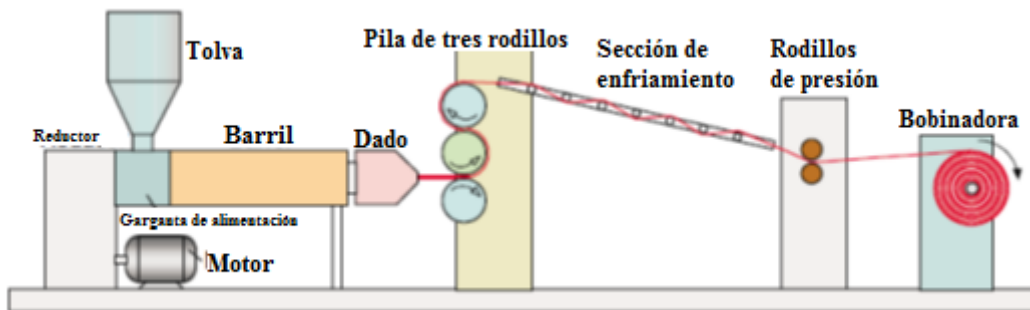


Figura 26. Sistema de extrusión de películas y láminas plásticas.

### Línea de extrusión de película utilizando un sistema de rodillos fríos.

En el proceso de extrusión de películas delgadas, antes de pasar al arreglo de rodillos, a la salida del dado se hace pasar el perfil extrudido por un rodillo frío. En este proceso de extrusión por rodillos fríos, la salida del perfil se realiza de manera que el extrudido es obtenido hacia abajo, el contacto entre la película que se obtiene y el rodillo frío es controlado por medio de una cuchilla de aire, esta

cuchilla produce una fina corriente de aire a alta velocidad a lo largo de toda la superficie lateral del rodillo de enfriamiento. La corriente de aire empuja la película contra la superficie del rodillo [23].

Después del rodillo frío, puede haber una unidad de calibración y medición para controlar el espesor de la película. Si es necesario un tratamiento superficial a la película posterior al procesamiento, se le realiza inmediatamente después de pasar por el rodillo frío, el tratamiento se realiza si se requiere promover o mejorar las propiedades de adherencia, este tratamiento es aplicado a las películas que serán sometidas a un proceso posterior de laminado o impresión. Los más importantes promotores de adhesión son:

- Tratamiento de flama.
- Tratamiento de descarga en corona.
- Tratamiento con ozono.
- Primers.

Después de la unidad de tratamiento la película es llevada a la unidad de embobinado para su almacenaje como producto final.

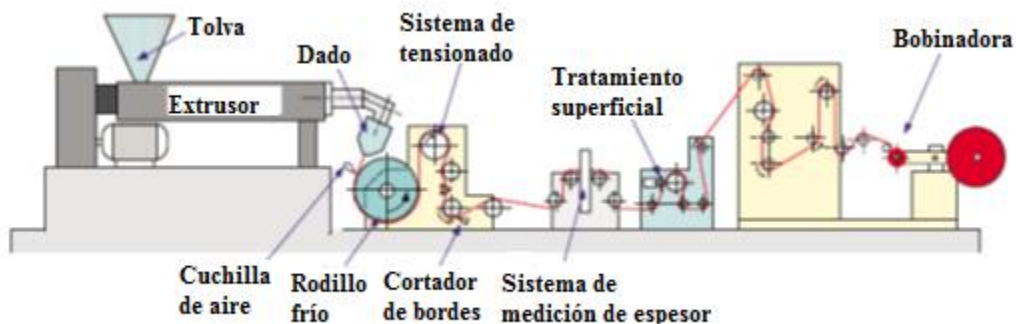


Figura 27. Principales componentes de una línea de extrusión por rodillos fríos.

### Rodillo de enfriamiento

El rodillo de enfriamiento tiene un control de temperatura, el cual se logra comúnmente por medio de circulación de agua, este rodillo enfría el perfil inmediatamente después de su procesamiento en la extrusión y antes de su embobinado. Para el caso del procesamiento de películas, los rodillos de enfriamiento requieren de un acabado totalmente liso, por lo que estos cuentan con un excelente pulido a pesar de que se requiera un acabado en la superficie pulida o mate.

### Dado de extrusión

El dado está construido en dos mitades, lo cual facilita su ensamble y mantenimiento. El uso de pernos conectores facilita la separación de las mitades en caso de que el dado se llene de plástico o requiera limpieza. Cuando el ancho del perfil de la película a obtener es demasiado grande, la abertura del perfil puede ser ajustada a lo largo de toda su geometría por medio de pernos localizados a lo largo del ancho del dado, lo cual permite mantener un espesor constante de la película extrudida a través de todo el ancho de la misma cuando su magnitud es considerablemente más grande que el diámetro de entrada de material en el dado.

Después de la extrusión, la película puede ser enfriada por debajo de la  $T_m$  o  $T_g$  mediante su paso a través de un baño de agua o sobre dos o más rodillos de enfriamiento los cuales son refrigerados por medio de agua.

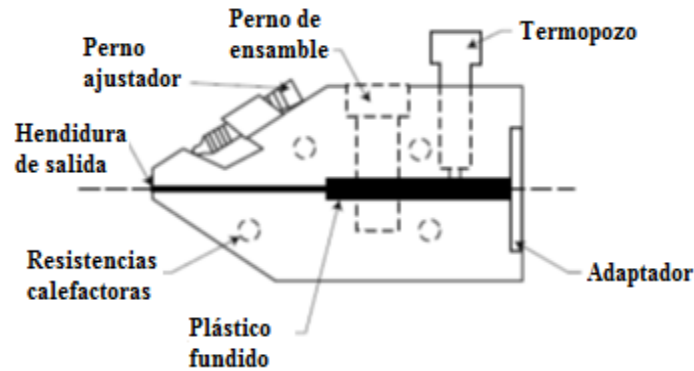


Figura 28 Dado industrial de extrusión de película.

En el caso de extrusión de películas planas, particularmente a altas velocidades de procesamiento, existe una relativamente alta orientación de la película en la dirección del flujo del extrudido y muy baja en la dirección transversal.

### Consideraciones de diseño para el dado de extrusión de película

Los diseños más comunes de dados para obtención de películas plásticas son en forma de “T” o de “percha”. En ambos casos, la masa fundida es suministrada por el centro del colector, que tiene una sección transversal circular o que también puede ser en forma de ovalo. El colector distribuye la masa fundida en el canal de acceso a través de una abertura extendida a lo largo de toda la longitud del dado. Las secciones llamadas “T” o “percha” se refieren al ángulo que el colector hace con respecto a la dirección del flujo.

Las ecuaciones de diseño de dados para extrusión de láminas y películas plásticas fueron desarrolladas por primera vez por Carley para dados en forma de “T” utilizando fluidos newtonianos. Por otro lado, Pearson extendió los parámetros de diseño según las ecuaciones de la ley de potencia. El diseño apropiado del dado proporciona uniformidad en dirección transversal a una masa fundida de polímero, dada en las condiciones especificadas, por medio de un perfil constante de abertura de dado, velocidad y temperatura [28]. Las ecuaciones de diseño del dado tienen como objetivo la obtención de un perfil final de película totalmente uniforme.

La ecuación de diseño de dados propuesta por Pearson [29], utiliza una hendidura de salida del dado constante, pero una aproximación cónica del canal que varía con el ancho del dado. Por lo tanto, en la región entre el colector y la apertura de borde del dado, tanto la presión como los campos de flujo son bidimensionales. Esto puede afectar el flujo en la región del borde del dado, ya que el fluido es viscoelástico con memoria de esta última experiencia de flujo ascendente.

Las consideraciones siguientes se aplican a todas las ecuaciones de diseño para la obtención de láminas o películas que se han propuesto hasta el momento:

1. Los flujos en el colector y en la hendidura de salida del dado se tratan de forma independiente, sin tener en cuenta las perturbaciones en ambos campos de flujo como resultado de la transición de flujo desde el colector hasta la hendidura, incluyendo pérdidas de “entrada”.
2. Se considera que el flujo es isotérmico. En una operación real de obtención de película, se tendrán algunos gradientes de temperatura, tanto en la masa fundida como a lo largo del dado, los cuales para efectos del diseño son descartados.
3. La deflexión en la hendidura del dado bajo la presión aplicada por el flujo se desprecia. Esto podría explicarse, al menos aproximadamente, por cálculos hechos de manera directa y procedimientos iterativos, como sugiere Pearson.
4. Los diseños de dados desarrollados o mencionados previamente son para un polímero específico y condiciones específicas de procesamiento. Resultarían películas no uniformes si solo se realizaran sustituciones. Lo mismo es cierto para el mismo polímero extrudido a una temperatura diferente.

Por estas razones en la zona de hendidura del dado se colocan pernos ajustadores, para realizar ajustes finos sobre esta zona. Por lo general, estos ajustes se realizan de forma manual, debido a que los flujos en el dado suelen ser correcciones bastante rápidas y manuales de falta de uniformidad en el espesor que resultan en desperdicio de material. Incluso se han diseñado sistemas de retroalimentación para ajuste automático de espesor de película.

Si la dirección de flujo proporcionada por la máquina provoca problemas en la uniformidad del espesor, este problema puede ser contrarrestado modificando la velocidad del sistema que recibe la película.

Por lo general, se puede decir que el enfoque para desarrollar ecuaciones de diseño de dados, independientemente del tipo de dado básico, es el siguiente:

1. Simplificar el flujo real, suponiendo que se trata de una serie de flujos visco elásticos bien identificados.
2. Mediante la aplicación de uno o más balances de masa, relacionar los caudales volumétricos en cada uno de los flujos.
3. Cuando se satisface el estado de las condiciones de uniformidad del perfil extrudido, se determinan los parámetros geométricos variables del dado como funciones de las constantes de proceso del material.

#### Análisis de flujo en un dado tipo percha

Los dados tipo *percha* son quizás los más utilizados en procesos de extrusión de películas, esto porque es relativamente simple en cuanto a diseño y versátil desde un punto de vista práctico. En la figura 29 se muestra vistas lateral y superior de un dado de este tipo, a través del tiempo numerosos investigadores han colaborado con diseños de dados con diferentes adecuaciones; algunos obteniendo expresiones analíticas a través de asumir severas simplificaciones (*Matsubara 1979, 1980, 1983; Liu y otros 1994*), mientras que otros emplearon métodos de diferencias finitas (*Arpin y otros 1992; Vergnes y otros 1984*) y de elementos finitos (*Pittman y Sander 1996; Pittman*

y otros 1995; Puissant y otros 1994; Wang 1991; Wen y Liu 1995) para resolver un sistema de ecuaciones [30]. Para efectos de este trabajo, se parte de un enfoque simplificado que permite derivar expresiones algebraicas que muestran los principios subyacentes en el diseño de un dado tipo *percha* y posteriormente se utiliza un software especializado para el análisis de procesamiento de polímeros que trabaja básicamente con el uso de técnicas numéricas de elemento finito.

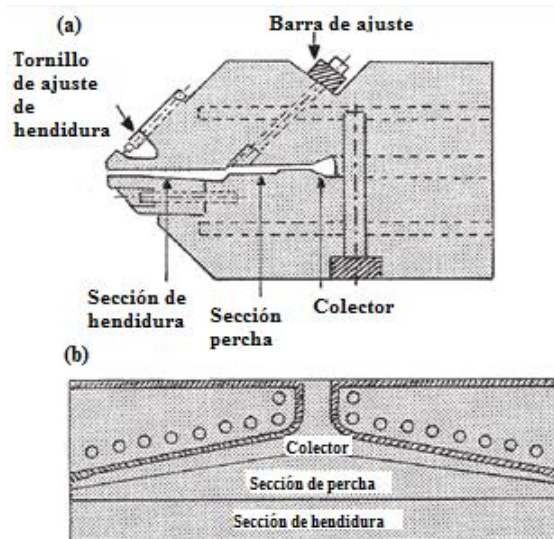


Figura 29. Esquema de un dado tipo *percha*; a) vista lateral y b) vista superior.

En el diseño de dados tipo *percha*, hay que considerar tres regiones separadas:

1. El colector.
2. La sección de *percha*.
3. La sección de hendidura del dado.

Considerando el flujo a través del colector y en la sección de *percha*, se tiene:

- a) La variación del diámetro a lo largo del eje del colector y la vista del plano correspondiente a la sección de *percha*. El área de sección transversal del colector debe disminuir a lo largo de la dirección de A' hasta F', debido al flujo de pérdida que se da a la sección de *percha*.

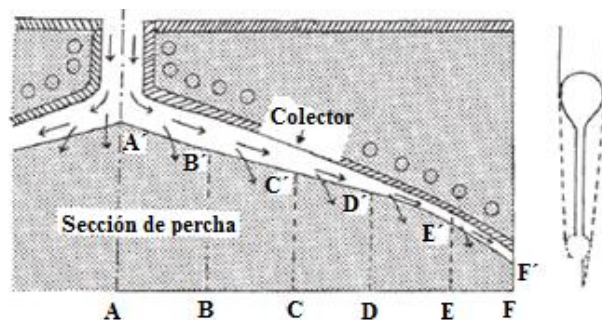


Figura 30. Distribución de flujo en el colector de un dado tipo *percha*.

- b) La vista lateral (de apertura) de la sección de *percha* en varias posiciones (A'-A, B'-B, C'-C, D'-D, E'-E) a través del ancho del dado. Dado que la distancia sobre la dirección de la máquina disminuye a medida que hay movilidad desde el centro (A'-A) hasta el borde (F'-F) de la sección de *percha*. La apertura de la sección de *percha* debe aumentar a medida que hay movilidad desde el centro (A'-A) hasta el borde (F'-F).

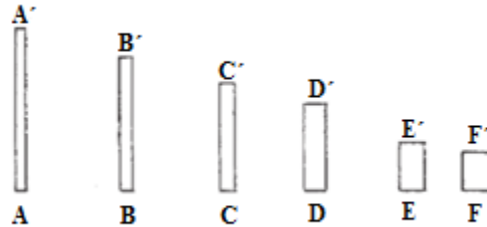


Figura 31. Abertura de la sección de *percha* en varias posiciones a lo ancho del dado.

- c) La vista de la sección transversal de la apertura del dado al final de la sección de *percha* desde A hasta F. Como puede verse en la figura 32, la apertura varía desde el centro del dado hacia los extremos del mismo y esta variación depende de la longitud del ancho del dado.



Figura 32. Vista de la sección transversal al final de la sección de *percha*.

El requisito básico para un diseño aceptable de dado tipo *percha* es tener uniformidad en la velocidad lineal o en la velocidad de flujo a través de todo el ancho del dado (desde A hasta F). Cabe señalar que algunos investigadores (Liu 1994; Matsubara 1979, 1980, 1983) han asumido una apertura constante (recorrido de flujo) de la sección de *percha*. Tal suposición se traduce en una grave consecuencia, una apertura constante en la sección de *percha*, no puede dar lugar a una velocidad lineal uniforme o velocidad de flujo a través del centro (A'-A) hacia el borde (F'-F) de la sección de *percha*.



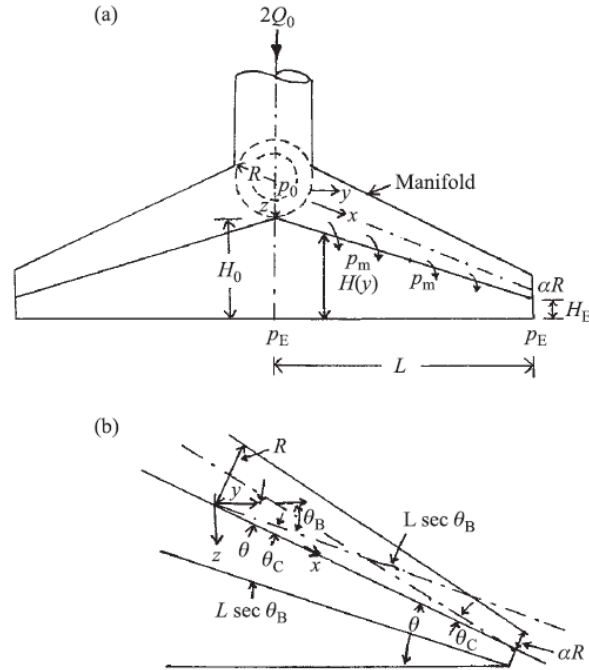


Figura 33. Esquema de a) Sección del colector y la zona de percha, y b) descripción gráfica del colector.

El esquema mostrado en la figura 33 muestra las coordenadas y variables necesarias para preparar las expresiones de interés para el diseño de un dado tipo *percha*, para preparar dichas expresiones se consideran las siguientes suposiciones:

1. Prevalece un flujo isotérmico.
2. Un modelo truncado de ley de potencia es adecuado para describir el comportamiento del flujo de un polímero fundido.
3. Las coordenadas rectangulares  $(x, y, z)$  se eligen dentro del colector.
4. El colector tiene una sección transversal circular y su diámetro disminuye linealmente en la dirección  $x$  (es decir, un tubo cilíndrico cónico).
5. El flujo está totalmente desarrollado en el interior del colector y se forma un perfil de velocidad parabólico al interior del colector.
6. La corriente de flujo se produce desde el colector hacia la sección de *percha*.
7. Los efectos de entrada y salida son despreciables.

#### Análisis de flujo en el colector

Para el análisis de un fluido aplicando la de ley de potencia a través de un tubo cilíndrico con sección transversal constante, se tiene la siguiente expresión general para la velocidad  $v_x$ :

$$v_x = \frac{n}{n+1} \left( \frac{1}{2K} \left( -\frac{dp}{dx} \right) \right)^{\frac{1}{n}} R^{\frac{n+1}{n}} \left( 1 - \left( \frac{r}{R} \right)^{\frac{n+1}{n}} \right) \quad (1)$$

En donde  $n$  es el índice de la ley de potencia,  $K$  es la constante de la ley de potencia,  $-dp/dx$  es el gradiente de presión en el interior del colector, y  $R$  es el radio de tubo cilíndrico. Entonces, la velocidad promedio  $\bar{v}_x$  está dada por:

$$\tilde{v}_x = \frac{n}{3n+1} \left[ \frac{1}{2K} \left( -\frac{dp}{dx} \right) \right]^{1/n} R^{\frac{n+1}{n}} \quad (2)$$

Y el gasto volumétrico a través del ancho del dado,  $Q(x)$ , está dado por

$$Q(x) = \frac{n\pi}{3n+1} \left[ \frac{1}{2K} \left( -\frac{dp}{dx} \right) \right]^{1/n} R^{\frac{3n+1}{n}} \quad (3)$$

Hay que hacer énfasis que a bajas velocidades de corte, donde prevalece el flujo newtoniano, es decir,  $n=1$  y  $K=\eta_0$  (viscosidad newtoniana) se observa en las dos últimas ecuaciones (2) y (3).

Teniendo en cuenta que el colector se supone como un tubo cilíndrico cónico, usando las ecuaciones (1) y (2), la aproximación a la velocidad promedio  $\tilde{v}_x$  es

$$\tilde{v}_x = \frac{n}{3n+1} \left[ \frac{1}{2K} \left( -\frac{dp}{dx} \right) \right]^{1/n} (R - kx)^{\frac{n+1}{n}} \quad (4)$$

Y el gasto volumétrico ( $Q$ ) dentro del colector es

$$Q(x) = \frac{n\pi}{3n+1} \left[ \frac{1}{2K} \left( -\frac{dp}{dx} \right) \right]^{1/n} (R - kx)^{\frac{3n+1}{n}} \quad (5)$$

De acuerdo a la figura 33, se tiene que  $\theta = \theta_B + \theta_C$ , donde  $\theta_B = \tan^{-1}[(H_0 - H_E) / L]$ ,  $\theta_C = \tan^{-1}[R(1-\alpha) / L \sec \theta_B]$ , y  $k = \tan \theta_C = R(1-\alpha) / L \sec \theta_B$  donde  $\alpha$  es la relación del radio del colector en el borde ( $y=L$ ) al radio del colector en el centro ( $y=0$ ).

El gasto volumétrico total que entra al colector es  $2Q_0$  con la mitad del fluido que va a la izquierda del colector y la otra mitad a la derecha del mismo. Teniendo en cuenta que la velocidad de flujo en la sección de *percha* es  $Q_0/L$ , siendo  $L$  el ancho medio de la sección de *percha*. En este caso, considerando solo el lado derecho del colector como se muestra en la figura 33. Para un flujo uniforme a través del ancho de la sección *percha*, se debe satisfacer la siguiente relación:

$$Q(y) = Q_0 - \left( \frac{Q_0}{L} \right) \left( 1 - \frac{y}{L} \right) \quad (6)$$

Se puede observar que en la ecuación (f) en el centro del dado (en  $y=0$ ), el gasto volumétrico en ese punto es  $Q(0)=Q_0$ , y en el borde, en  $y=L$ , el gasto será de  $Q(L)=Q_0/L$ , el segundo término describe la fuga de flujo desde el colector hacia la sección de *percha*.

De la ecuación (6) se tiene:

$$\frac{dQ}{dy} = \left( \frac{Q_0}{L} \right) \left( \frac{1}{L} - 1 \right) \quad (7)$$

Que es constante. De la figura 33b se tienen las relaciones  $dy/dx = \cos \theta$ , además  $y = x \sec \theta$ . Así, cambiando los valores de las variables  $x$  e  $y$ , la ecuación (5) puede ser reescrita en términos de la variable  $y$  como:

$$Q(y) = \frac{n\pi}{3n+1} (\cos \theta)^{\frac{1}{n}} \left[ \frac{1}{2K} \left( -\frac{dp}{dy} \right) \right]^{1/n} (R - ky \sec \theta)^{\frac{3n+1}{n}} \quad (8)$$

Desde el cual se puede calcular  $-(\partial p/\partial y)_{y=0}$  desde  $Q(0)=Q_0$ . Así, para la ecuación (8) se tiene:

$$\frac{dQ}{dy} = \frac{\pi}{3n+1} \left(\frac{\cos\theta}{2K}\right)^{\frac{1}{n}} \left\{ (R - ky \sec\theta)^{\frac{3n+1}{n}} \left(-\frac{dp}{dy}\right)^{\frac{1-n}{n}} \left(-\frac{d^2p}{dy^2}\right) - k(\sec\theta)(3n+1) \left(-\frac{dp}{dy}\right)^{\frac{1}{n}} (R - ky \sec\theta)^{\frac{2n+1}{n}} \right\} = \frac{Q_0}{L} \left(\frac{1}{L} - 1\right) \quad (9)$$

El último término de la ecuación (9) viene de la ecuación (7). Por lo tanto, la ecuación (9) puede ser reescrita como:

$$-\frac{d^2p}{dy^2} = \frac{\xi + \beta(R - \lambda y)^{\frac{1+2n}{n}} \left(-\frac{dp}{dy}\right)^{\frac{1}{n}}}{(R - \lambda y)^{\frac{3n+1}{n}} \left(-\frac{dp}{dy}\right)^{\frac{1-n}{n}}} \quad (10)$$

Donde  $\lambda = k/\cos\theta$ ,  $\beta = k(3n+1)/\cos\theta$ ,  $\xi = \frac{Q_0(1/L - 1)}{\frac{\pi}{3n+1} \left(\frac{\cos\theta}{2K}\right)^{\frac{1}{n}}}$

Entonces, la ecuación (10) debe resolverse numéricamente con el fin de calcular la presión  $p_m(y)$  en el colector (figura 33a), que posteriormente se utiliza para calcular la presión  $p_E$  al final de la sección de *percha* (figura 33a). La ecuación (10) puede resolverse bajo las condiciones iniciales de  $p=p_0$  (presión en el principio del colector despreciando efectos de entrada) y  $dp/dy=c_1$  en  $y=0$ . Hay que tener en cuenta que  $c_1$  se puede determinar a partir de la ecuación (8) utilizando  $Q(0)=Q_0$ .

#### Análisis de flujo en la sección *percha*.

La sección *percha* consiste en dos regiones: Una sección triangular, la cual es denominada *percha* y una sección de hendidura, esto se muestra esquemáticamente en la figura 33a. La velocidad promedio  $\tilde{v}_z$  para un fluido de ley de potencia que fluye en la hendidura del dado con una apertura de canal constante  $h$  está dada por:

$$\tilde{v}_z = \frac{n}{2n+1} \left[ \frac{1}{K} \left(-\frac{dp}{dz}\right) \right]^{\frac{1}{n}} \left(\frac{h}{2}\right)^{\frac{(n+1)}{n}} \quad (11)$$

Y la velocidad de corte aparente está dada por  $\gamma'_{app} = 6Q_0/Lh^2$ . Sin embargo para la situación considerada aquí,  $h$  varía con la distancia  $y$  a lo largo de todo el ancho del dado (figura 32), mientras que el gasto volumétrico a través del ancho del dado para un flujo uniforme está dado por  $Q_0/L$ , donde  $L$  es el ancho medio del dado (figura 33a). Por lo tanto, se tiene  $\tilde{v}_z h(y) = Q_0/L$ , así:

$$\frac{n}{2n+1} \left[ \frac{1}{K} \left(-\frac{dp}{dz}\right) \right]^{\frac{1}{n}} \left(\frac{h(y)}{2}\right)^{\frac{n+1}{n}} h(y) = \frac{Q_0}{L} \quad (12)$$

ó

$$h(y) = \left\{ 2^{\frac{n+1}{n}} \left(\frac{2n+1}{n}\right) \left(\frac{Q_0}{L}\right) K^{\frac{1}{n}} \left(-\frac{dp}{dz}\right)^{\frac{1}{n}} \right\}^{\frac{n}{2n+1}} \quad (13)$$

Esta ecuación permite determinar el perfil de apertura de la sección *percha* a través del ancho del dado.

Ahora se puede obtener una expresión que permita calcular la presión  $p_E$  al final de la sección *percha* en la dirección de la máquina. Suponiendo que el gradiente de presión axial,  $-dp/dz$ , en la dirección de flujo que proporciona la máquina es constante (se asume un flujo completamente desarrollado). Se tiene pues:

$$-\frac{dp}{dz} = \frac{p_m(y) - p_E}{H(y)} \quad (14)$$

Donde  $p_m(y)$  es la presión en el colector que varía dependiendo de la posición  $y$ ,  $H(y)$  es la distancia entre el colector y el borde de la región de hendidura de la sección *percha* (figura 33a), que está dada por  $H(y) = H_0 - [(H_0 - H_E)/L]y$ , con  $H_0$  siendo la longitud de toda la sección *percha* incluyendo la región de hendidura en el centro ( $y=0$ ) y  $H_E$  la longitud de la región de hendidura de la sección *percha*. Sustituyendo (14) en (13) se tiene:

$$h(y) = \left\{ 2^{\frac{n+1}{n}} \left( \frac{2n+1}{n} \right) \left( \frac{Q_0}{L} \right) \left( \frac{H(y)K}{p_m(y) - p_E} \right)^{\frac{1}{n}} \right\}^{\frac{n}{2n+1}} \quad (15)$$

Donde  $H(y)$  está dada por

$$H(y) = H_0 - \left( \frac{H_0 - H_E}{L} \right) y \quad (16)$$

Por lo tanto,  $p_E$  puede ser determinada por la sustitución de (12) en (14)

$$p_E = p_m(L) - 2^{n+1} H_E K \left( \frac{1}{h_E} \right)^{2n+1} \left( \frac{Q_0}{L} \right)^n \left( \frac{2n+1}{n} \right)^n \quad (17)$$

Donde  $h_E = h(L)$  es la apertura del dado en  $y=L$ , y  $H_E = H(y=L)$ . Los valores de  $H_0$ ,  $H_E$  y  $h_E$  se definen una vez que se especifica la geometría del dado, y  $p_m(L)$  es calculado a partir de la solución de la ecuación (10).

Por lo tanto, los procedimientos de cálculo para la determinación de los perfiles de la abertura del dado en la sección *percha* son de la siguiente manera.

- Resolver numéricamente la ecuación (10) para obtener la presión en el colector  $p_m(y)$ , sujeta a las condiciones iniciales  $p=p_0$  (la presión de entrada que se da al colector) en  $y=0$ ,  $(-dp/dy)_{y=0}$  en  $y=0$  a partir de (8), y estableciendo  $Q(y)=Q_0$  en  $y=0$ .
- Calcular  $p_E$  a partir de la ecuación (17) utilizando el valor de  $p_m(L)$  calculado en el paso anterior y especificando valores de  $H_E$ ,  $h(L)$ ,  $L$ ,  $Q_0$ ,  $K$  y  $n$ . considerando que  $p_E < p_m(L)$  debe satisfacerse. De lo contrario, el tamaño del colector debe ser modificado hasta que esta relación se cumpla.
- Calcular los perfiles de apertura del dado  $h(y)$  en varias posiciones  $y$  a partir de la ecuación (15) para las cuales  $H(y)$  se calcula de la ecuación (16),  $p_m(y)$  y  $p_E$  son calculados en los pasos anteriores.

También debe considerarse una sección de hendidura del dado a la sección de *percha* para controlar la caída de presión adicional desde esta sección hacia el plano de salida de la sección de hendidura

del dado. La longitud de la sección de hendidura del dado  $H_s$  puede ser calculada a partir de la expresión

$$(\Delta p)_s = \left(\frac{2H_s}{h_E}\right) K \left(\frac{2n+1}{3n}\right)^n \left(\frac{6Q_0}{Lh_E}\right)^n \quad (18)$$

Donde  $(\Delta p)_s$  es la caída de presión que se produciría en la sección de hendidura del dado que es la misma que la presión  $p_E$  en el extremo de la sección *percha*.

Las observaciones anteriores indican que cada vez que se cambia la temperatura de extrusión o la velocidad de flujo, un nuevo dado tipo *percha* debe ser utilizado con el fin de lograr una distribución de flujo uniforme a través del dado, debido a que diferentes condiciones de procesamiento requieren diferentes perfiles de la abertura en las secciones *percha* y de hendidura. El uso de tantos dados es insostenible desde un punto de vista práctico, ya que es demasiado costoso producir y mantener tantos dados y no es deseable una frecuente interrupción de la producción con el propósito de cambiarlos. Por esta razón en la industria se ha practicado durante muchos años el ajuste de la abertura del dado por medios mecánicos, en particular un sistema de ajuste llamado comúnmente “tornillo de ajuste de labios” como el que se muestra en la figura 29a.

### Enfriamiento de la película por convección

Como propuesta alternativa al uso de rodillos fríos, en el presente trabajo se propone un sistema de convección forzada para el enfriamiento de la película plástica a la salida del dado de extrusión. Para ello, en los siguientes párrafos se plantea los términos que justifican esta propuesta.

El termino convección se refiere a la transferencia de calor que ocurrirá entre una superficie y un fluido en movimiento cuando están a diferentes temperaturas. El modo de transferencia de calor por convección se compone de dos mecanismos, además de la transferencia de energía debida al *movimiento molecular aleatorio (difusión)*, la energía también se transfiere mediante el *movimiento global o macroscópico* del fluido. El movimiento del fluido se asocia con el hecho de que, en cualquier instante, grandes números de moléculas se mueven de forma colectiva o como agregados. Tal movimiento, en presencia de un gradiente de temperatura, contribuye a la transferencia de calor. Como las moléculas en el agregado mantienen su movimiento aleatorio, la transferencia total de calor se debe entonces a una superposición de transporte de energía por el movimiento aleatorio de las moléculas y por el movimiento global del fluido [31].

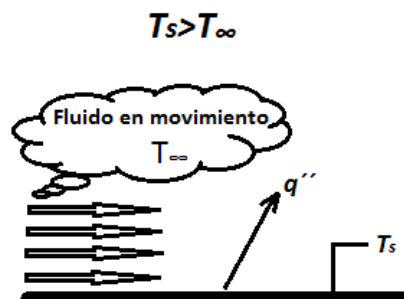


Figura 34. Convección de una superficie a un fluido en movimiento.

La transferencia de calor por convección se clasifica de acuerdo con la naturaleza del flujo. Se tiene un caso de convección forzada cuando el flujo es causado por medios externos, en el caso de esta propuesta, y para provocar el enfriamiento del fundido plástico, se pueden utilizar cuchillas de aire a la salida del dado para proporcionar enfriamiento a la película plástica mediante convección forzada. La ecuación que define este comportamiento es:

$$Q'_{conv} = hA_s(T_s - T_\infty) \quad (19)$$

Donde  $q'_{conv}$  es la rapidez de la transferencia de calor por convección (W), donde  $A_s$  es el área superficial a través de la cual tiene lugar la transferencia de calor por convección,  $T_s$  es la temperatura de la superficie y  $T_\infty$  la temperatura del fluido. Esta ley se conoce como la ley de enfriamiento de Newton, y la constante de proporcionalidad  $h$  (W/m<sup>2</sup>°C) se denomina coeficiente de transferencia de calor por convección. Como en el caso propuesto, el sistema de enfriamiento será convección forzada por medio de aire, el valor de  $h$  estará en un intervalo de 25 a 250 (W/m<sup>2</sup>K) de acuerdo a la literatura.

El coeficiente de transferencia de calor por convección  $h$  no es una propiedad del fluido. Es un parámetro que se determina en forma experimental y cuyo valor depende de todas las variables que influyen sobre la convección, como la configuración geométrica de la superficie, la naturaleza del movimiento del fluido, las propiedades de éste y la velocidad masiva del mismo.

### Laminado térmico

El proceso de laminado consiste en la combinación de dos o más películas y otro material, por ejemplo, lámina de metal, combinación de varias capas, o en el caso del presente estudio, papel. El propósito de este proceso es producir un material compuesto con propiedades superiores a las que tendría con ese mismo espesor pero de un solo material, el laminado térmico tiene como propósito principal mejorar propiedades de resistencia mecánica, de sellado y barrera contra el vapor o la humedad, condiciones propias para empaques. La película de polímero se utiliza comúnmente como un adhesivo de fusión en caliente a la capa no polimérica. Los promotores de adhesión son ampliamente utilizados en este proceso para mejorar la adhesión entre las capas.

El sistema consiste en pasar las capas a unir a través de un par de rodillos que proporcionan cierta cantidad de presión y temperatura en una sola línea de contacto. El mecanismo debe permitir el control sobre la presión y la temperatura, además de la velocidad a la que se realiza el proceso de laminado. Durante el laminado al menos uno de los materiales actúa como adhesivo para unir ambas capas.

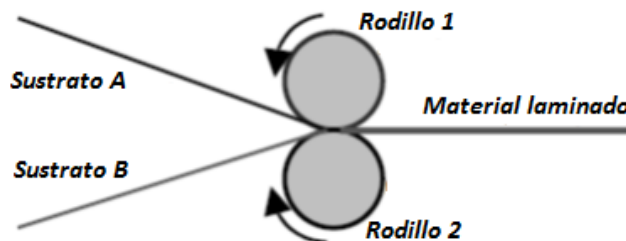


Figura 35. Proceso de laminado térmico.

## Capítulo 3 “Proceso de fabricación de la película de PLA”

Dentro del laboratorio de procesamiento de plásticos se cuenta con una extrusora de plásticos, el husillo con el que cuenta esta máquina está diseñado especialmente para procesamiento de polietileno. A pesar que todos los materiales que son procesados por medio de extrusión muestran un comportamiento pseudoplástico, las condiciones de procesamiento deben ser modificadas debido a que dicho comportamiento es muy diferente para cada material. Para el caso de este proyecto, fue utilizada la máquina de extrusión con que se cuenta en el laboratorio, con su husillo para polietileno, y tomando esta consideración como punto de partida se realizaron los ajustes necesarios respecto al diseño del dado plano y las características del perfil de procesamiento para la obtención de la película de PLA requerida.

Debido a que las características geométricas de la máquina son distintas a las que requerimos, y que el material de trabajo es diferente al que tiene como propósito procesar la extrusora, fue necesario compensar con perfil de procesamiento ajustando temperaturas y velocidades de giro de husillo hasta el punto en el que se obtuvo un perfil de proceso que permitió generar un perfil plástico de PLA. Una vez obtenido dicho perfil, se realizó el diseño del dado considerando las características únicas de comportamiento pseudoplástico propio del PLA con el que se trabaja.

### Material utilizado

Se cuenta con un material de trabajo denominado Poli ácido láctico (PLA), un poliéster fabricado a base de recursos renovables. Su propiedad biodegradable bajo composta es una de las principales razones por la que fue elegido para su procesamiento en forma de película para su posterior aplicación como material de envase y embalaje.

Se adquirió el material PLA con un grado de procesamiento de extrusión, apto para su uso en aplicaciones de uso alimenticio, este material viene en una presentación de pequeños gránulos o “pellets” y listo para su conformado en la extrusora después de un secado previo. El material utilizado en este trabajo proviene de la empresa Nature Works LLC y con una clasificación Ingeo Biopolymer 2003D, cuyo costo en México es de aproximadamente 3.57 USD por kilogramo (cotización realizada en el mes de febrero de 2014 vía Promaplast® Resinas).

Respecto a las solicitudes del fabricante de la resina respecto a la configuración requerida en la máquina para poder procesar el material, se requiere un extrusor convencional con una relación L/D que pueda ir desde los 24 a 32, además de una relación de compresión de 2.5 a 3.

A pesar de que la relación L/D en la máquina de extrusión con que se cuenta en el laboratorio, que es de 21, está por debajo de la requerida por el fabricante de la resina, se cumple con la relación de compresión solicitada para poder procesar el material ya que dicha relación en el extrusor del laboratorio es de 2.6. Por lo que se concluyó que el PLA puede ser procesado en el extrusor con que se cuenta para la fabricación de la película.



*Figura 36. Poli ácido láctico Ingeo Biopolymer 2003D.*

Antes de ser sometido a un conformado por extrusión, se requiere que el PLA tenga un contenido de humedad menor al 0.025% para evitar su degradación durante el procesamiento, según ficha técnica de proveedor. Por recomendación del mismo, es necesario someter el material a un proceso de secado por medio de aire caliente dentro de un deshumidificador a 90°C durante dos horas, e inmediatamente después realizar el proceso de conformado para evitar que la naturaleza higroscópica del material permita que absorba humedad del ambiente.



*Figura 37. Deshumidificador de material.*

### Extrusora

La máquina de extrusión con la que cuenta el laboratorio de procesamiento de plásticos, es una máquina analógica marca “NIETO”, con una capacidad de procesamiento promedio de 30 kg/hr de polietileno de alta densidad. Esta máquina opera con un motor de corriente alterna trifásica controlada por un variador de frecuencia, con el cual es posible modificar las velocidades de giro del husillo dentro del cañón.

El husillo con que cuenta dicha máquina, es un husillo estándar con una longitud de 104.3 cm de longitud y un diámetro de 4.97 cm, con un ángulo cuadrado de 17° de inclinación y una relación de longitud/diámetro de 21. Además cuenta con una disminución de profundidad de canal que va desde los 7.8 mm en la zona de alimentación hasta 3 mm en la zona de dosificación, estas



dimensiones en la profundidad del canal tienen como resultado una relación de compresión de 2.6 a lo largo de toda la geometría del husillo.



*Figura 38. Máquina de extrusión del laboratorio de procesamiento de plásticos.*

### Obtención del perfil de procesamiento

Una vez realizado el proceso de secado del material, fueron realizadas pruebas preliminares con tres distintos dados, uno circular y posteriormente dos con perfiles rectangulares, con el propósito de encontrar un perfil de procesamiento por extrusión con el que se pudiera obtener una película de PLA sin rastros de residuos sólidos y de manera uniforme, este paso previo se realizó debido a que en el año 2013, no se contaba en el laboratorio con la información necesaria referente a los parámetros de proceso del material debido a que no es común el procesamiento de este material y las empresas que lo procesan lo mantienen como secreto industrial. Un año después, los paquetes de cómputo, tanto de simulación de flujo, como de análisis mecánico, sirvieron de apoyo para la definición de dichos parámetros que a continuación se mencionan. El perfil de proceso, que a continuación se describe, fue encontrado a través de la variación de las magnitudes de las temperaturas en cada una de las zonas de alimentación, compresión y dosificación, así como la temperatura a la que se encontraba el dado y modificando las velocidades de giro del husillo. En este caso fue realizado el experimento con un dado de sección circular de 4.78 milímetros de diámetro.



*Figura 39. Dado circular utilizado para encontrar el perfil de procesamiento.*

Las condiciones de operación para tomar en cuenta tanto velocidad de giro del husillo como en el perfil de temperaturas a emplear en el cañón se decidieron tomando en cuenta las siguientes consideraciones:

La fuerza de fricción en la superficie del cilindro es la que genera el movimiento de la masa sólida hacia la salida de la extrusora, mientras que la fuerza de fricción en la superficie del tornillo es una fuerza retardante, la velocidad de giro del husillo tiene que ser tal que permita el libre movimiento de los gránulos del material en el interior del cañón.

En la zona de alimentación, su principal propósito es transportar el material a la zona de compresión mientras aumenta la temperatura manteniendo un estado sólido del mismo. Por lo que en esta zona se propone una temperatura cercana a la temperatura de transición vítrea, en el caso del PLA con que se cuenta su temperatura de transición vítrea es de  $T_g=61^\circ\text{C}$  [32].

En la zona de compresión, es necesario aumentar la cantidad de energía del material hasta el punto en el que se obtenga un material reblandecido a la temperatura de fusión del material a través de un aumento de temperatura, proporcionada principalmente por el aumento en el flujo de calor por convección desde el cilindro, la presión y velocidades de corte obtenidas por medio de la configuración geométrica del husillo en donde la relación de compresión tiene un papel primordial para obtener dicho fin. Cabe mencionar que la temperatura de fusión para este material resultó de  $154^\circ\text{C}$  [32].

En la zona de dosificación es el punto en donde finaliza la fusión, es decir, donde todas las partículas del polímero han fundido. Tanto en la zona de dosificación como en el dado se mantendrá una misma temperatura debido a que en estas zonas se mantiene el estado viscoelástico al que se ha llevado el polímero hacia la salida del perfil para la obtención del producto final.

En base a las consideraciones mencionadas anteriormente con el propósito de definir el perfil de proceso con que se pudiera obtener el perfil plástico de PLA requerido, se decidió proponer las siguientes condiciones de operación para la realización de los experimentos:

- La temperatura de alimentación se mantuvo constante para todos experimentos a una magnitud de  $90^\circ\text{C}$ .
- La temperatura de compresión también fue constante para todos los experimentos con un valor de  $125^\circ\text{C}$ .
- La temperatura de dosificación es variable en un rango de 150 hasta  $200^\circ\text{C}$ , con incrementos de  $10^\circ\text{C}$  para cada experimento.
- En el dado, la temperatura es variable dentro del rango de 150 a  $200^\circ\text{C}$ , con incrementos de  $10^\circ\text{C}$  en cada uno de los experimentos.
- Para cada experimento, la velocidad de procesamiento (velocidad de giro del husillo) fue de 10, 35 y 60 RPM en cada perfil de temperatura mencionado.

En cada uno de los experimentos mencionados se midieron y registraron tanto el perfil de temperaturas en el cañón y el husillo, como la velocidad de giro del husillo, además se realizó una revisión física general de las características del extrudido obtenido. A continuación se muestran imágenes de algunos de los perfiles plásticos obtenidos durante estos experimentos:

Se realizó un experimento con cada perfil de temperatura mencionado en la tabla 5, las extrusiones realizadas fueron sometidas a una inspección visual, tomando en cuenta las características que pudieran observarse respecto a los perfiles obtenidos tales como; incorporación de residuos sólidos

en el perfil extrudido, transparencia y uniformidad en el perfil plástico obtenido, así como la capacidad de fluir a la salida del dado de manera constante. En base a cada observación, se realizaron los comentarios referentes al perfil plástico resultante respecto a cada experimento con magnitudes de proceso diferentes.

En la siguiente tabla pueden observarse los valores de las magnitudes de temperatura en las zonas de alimentación (T1), compresión (T2), dosificación (T3) y dado (T4), así como la velocidad de giro del husillo (V) y los comentarios correspondientes a la evaluación visual física realizada a cada perfil plástico obtenido en cada experimento. La figura 40 muestra los resultados obtenidos de acuerdo a las condiciones determinadas en la tabla 5.

EXP	T1[°C]	T2[°C]	T3[°C]	T4[°C]	V [RPM]	COMENTARIOS
1	90	125	150	150	10	Con estas condiciones de operación no es posible extrudir material.
2	90	125	150	150	35	Maquina no responde a esta de velocidad, el material aun no funde en estas condiciones.
3	90	125	150	150	60	No fue posible aumentar velocidad de procesamiento en la máquina.
4	90	125	160	160	10	Se obtiene un perfil uniforme con muy poco material sólido.
5	90	125	160	160	35	Material fluye con una mayor uniformidad en el perfil, salen algunos residuos sólidos.
6	90	125	160	160	60	El material no se alcanza a fundir por lo que no es posible extrudir a esta velocidad con estas condiciones.
7	90	125	170	170	10	<b>Condiciones del material más favorables y visiblemente mejor calidad de extrudido.</b>
8	90	125	170	170	35	Poca uniformidad del material, con gránulos sólidos en el fundido.
9	90	125	170	170	60	Atasque del material, la extrusora no puede procesar, el material no alcanza a fundir.
10	90	125	180	180	10	<b>Material visiblemente más uniforme sin residuos sólidos en el extrudido.</b>
11	90	125	180	180	35	Material con residuos sólidos incorporados en el fundido.
12	90	125	180	180	60	No se puede procesar el material a esta velocidad no se funde el material para ser extrudido.
13	90	125	190	190	10	Se obtiene un perfil de extrusión uniforme, sin embargo el material fluye mucho más rápido a pesar de que la velocidad de procesamiento es baja.
14	90	125	190	190	35	El perfil obtenido contiene pedazos de material solido incorporado en el fundido.
15	90	125	190	190	60	Perfil con una gran cantidad de PLA solido en el fundido.
16	90	125	200	200	10	Perfil uniforme de fundido aunque con bastante fluidez.
17	90	125	200	200	35	Perfil uniforme de fundido con muy poco residuo sólido.
18	90	125	200	200	60	Material con visiblemente más residuos sólidos incorporados en el perfil fundido.

Tabla 5. Parámetros de temperatura y velocidad de procesamiento del PLA.

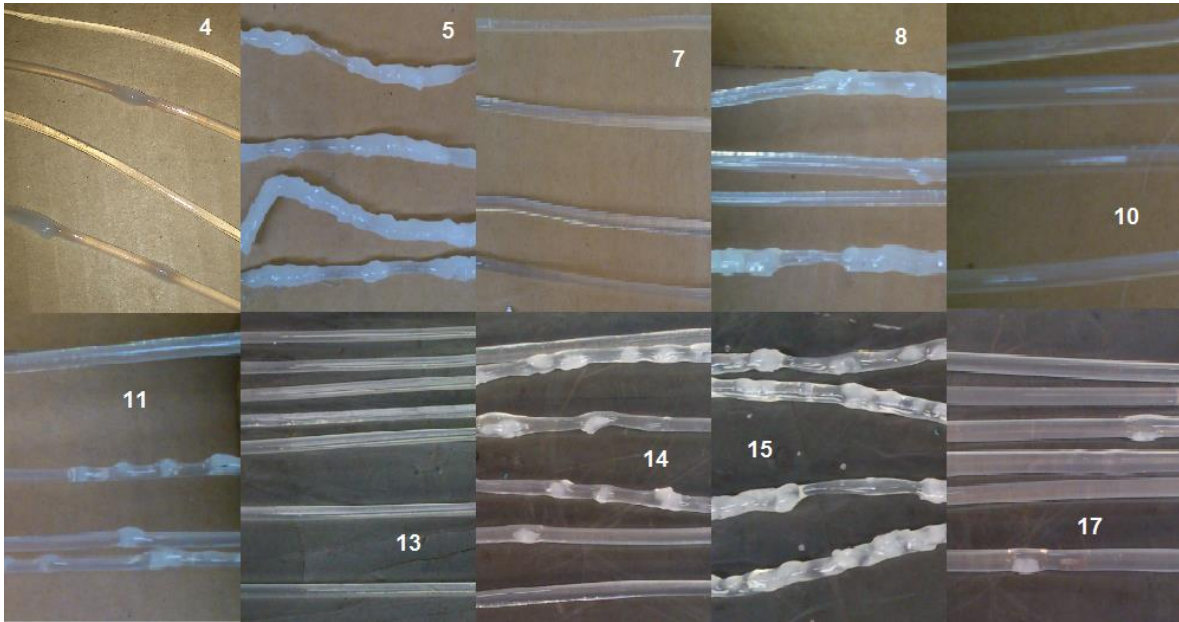


Figura 40. Resultados de extrusión respecto a la variación de los parámetros de proceso.

Una vez terminado el experimento, se definió un perfil de proceso con las temperaturas y la velocidad de giro del husillo con el que logró obtenerse un perfil plástico uniforme sin residuos sólidos y un flujo constante de material.

En base a las consideraciones realizadas para la definición de un perfil de proceso con las especificaciones geométricas del extrusor con que se cuenta en el laboratorio definidas anteriormente, y con apoyo de las observaciones obtenidas por medio del experimento en el que se definieron diversos posibles perfiles de proceso. Se concluyó que el perfil adecuado para la obtención de un perfil plástico de PLA fue el mostrado en la tabla siguiente.

T ALIM [°C]	T COMP [°C]	T DOS [°C]	T DAD [°C]	V [RPM]
90	125	175	175	10

Tabla 6. Perfil de proceso definido para el PLA.

El perfil plástico de sección circular obtenido con estas magnitudes de procesamiento resultó ser uniforme, sin residuos sólidos y con una apariencia transparente, extruido de manera constante hasta agotar el material cargado en la tolva. Por esta razón, se decidió utilizar el perfil de procesamiento encontrado para las siguientes etapas en el desarrollo de la película biodegradable de PLA.



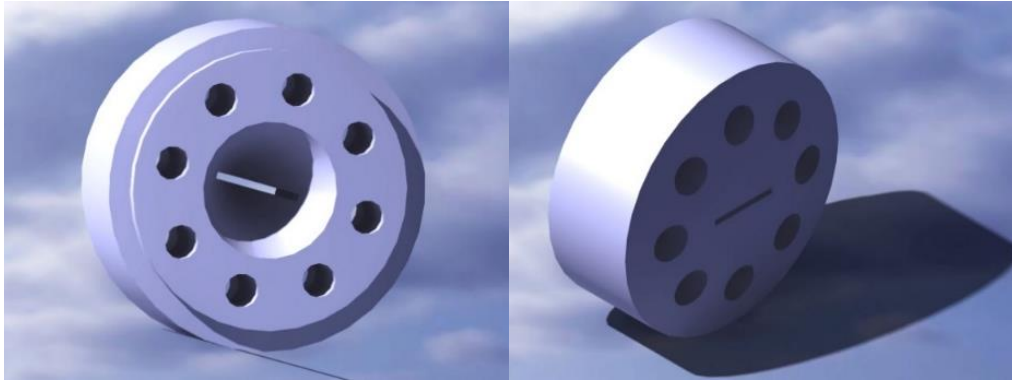
*Figura 41. Perfil circular obtenido con el perfil de proceso definido.*

El comportamiento del material a la salida del dado con el perfil de procesamiento obtenido influye en gran parte con las propiedades mecánicas finales obtenidas en el perfil plástico, sin embargo, también es necesario considerar que influye de gran manera en dichas propiedades el proceso de enfriamiento y obtención de la película como producto final. Debido a que solo contamos con indicios teóricos sobre el procesamiento de películas, se decidió generar el proceso para su obtención a través de varios pasos que nos permitieran conocer el comportamiento del perfil procesado bajo diferentes condiciones, la intención era ir generando película plástica de PLA con cada vez menor espesor y probando diferentes procedimientos de jalado hasta encontrar el mejor posible para la obtención de la película de acuerdo a la limitación recursos con los que se cuentan en el laboratorio. Inicialmente se realizó un perfil rectangular para obtener una película de PLA y realizar las primeras pruebas con el propósito de verificar la adherencia PLA-papel. En tiempos paralelos, se generaba el diseño del dado plano para realizar la película piloto. Terminada la fabricación del dado plano para la película piloto fue posible obtener no solo una película más delgada, también fue posible obtener el perfil más ancho.

#### Obtención de un perfil rectangular

Una vez obtenido el perfil de procesamiento para el PLA, se decidió diseñar y fabricar un primer dado de extrusión con un perfil rectangular, con el propósito de obtener una primera película de prueba para verificar la capacidad adherente del polímero con el papel. El dado fue diseñado para la máquina de extrusión del laboratorio de procesamiento de plásticos, con una salida rectangular de 24 x 2 milímetros. El modelado geométrico del dado se realizó con el software de diseño, manufactura e ingeniería asistidos por computadora (CAD, CAM, CAE), llamado CATIA (Computer Aided Three-dimensional Interactive Application), desarrollado por la compañía francesa Dassault Systèmes S.A.





*Figura 42. Diseño del dado de sección rectangular en CATIA.*

Terminado el diseño del dado, se realizó su manufactura y posteriormente el montaje en la extrusora. Una vez montado el dado, se implementaron en la máquina las condiciones de procesamiento descritas en la tabla 6, y posteriormente se realizó el proceso de conformado por extrusión una vez que concluyó el secado previo. A través de este procedimiento se obtuvo un perfil plástico con un ancho promedio de 12 mm y un espesor promedio de 420  $\mu\text{m}$  (Figura 44).



*Figura 43. Dado para extrusión de perfil rectangular.*



*Figura 44. Primeros perfiles de PLA obtenidos con el dado de perfil rectangular.*

### Obtención de una película de menor espesor

Definido el perfil de procesamiento para la extrusión de PLA de manera uniforme, con apoyo de parte del CINVESTAV (Centro de Investigación y de Estudios Avanzados, del Instituto Politécnico Nacional) unidad Querétaro, nos fue provista una máquina de extrusión con un dado plano para realizar experimentos de obtención de película. La cavidad con la que cuenta el dado tiene dimensiones de 5 cm de ancho por 2 mm de espesor. En esta extrusora se procesó PLA para obtener un perfil de menor espesor que el logrado en el caso anterior. Las temperaturas de alimentación, compresión y dosificación en el cañón fueron de 100°C, 130°C y 180°C respectivamente, mientras que en el dado se utilizó una temperatura de 180°C. Este aumento de temperaturas respecto al perfil definido anteriormente se realizó debido a consideraciones realizadas a las limitaciones propias de esta máquina, principalmente debido a que su tamaño es mucho menor a la que se cuenta en el laboratorio de procesamiento de plásticos y esto hace que el material permanezca menor tiempo dentro del cañón, por lo que fue necesario aumentar en cinco grados la cantidad de calor proporcionada en el sistema.



*Figura 45. Dado de extrusión facilitado por Cinvestav.*

Bajo las condiciones mencionadas anteriormente fue obtenido un perfil plástico con dimensiones de 19 mm de ancho promedio y 333  $\mu\text{m}$  de espesor promedio. Este perfil se utilizó para realizar las primeras pruebas de pegado entre el PLA y el papel, las cuales son detalladas en el siguiente capítulo.



*Figura 46. Película obtenida con apoyo del Cinvestav unidad Querétaro.*

## Diseño de dado de extrusión plano

Con el propósito de obtener una película con un espesor menor y un ancho mayor, se decidió realizar el diseño de un dado plano para extrusión de la película, específicamente para PLA. Para realizar el diseño se tomaron en cuenta las condiciones determinadas en el capítulo anterior. Las principales consideraciones para el diseño del dado radican en lograr uniformidad de flujo de la masa fundida de polímero en dirección transversal, por medio de un perfil constante de apertura de dado, velocidad de procesamiento y perfil de temperatura.

El dado fue diseñado en tres piezas, bajo los cálculos que consideran las características propias del PLA; dos placas planas con geometrías simétricas que contienen las zonas de *percha* y de hendidura de salida del PLA, y una tercera pieza de secciones externas cilíndricas, que sirve como soporte y conexión a la extrusora conteniendo la zona del colector. El ensamble fue diseñado para que la pieza de anclaje a la extrusora se una a las dos placas planas, y este sistema a su vez es cerrado y sujetado por un arreglo de tornillos que sellan el dado dejando abierta únicamente la salida de hendidura por donde sale la película.

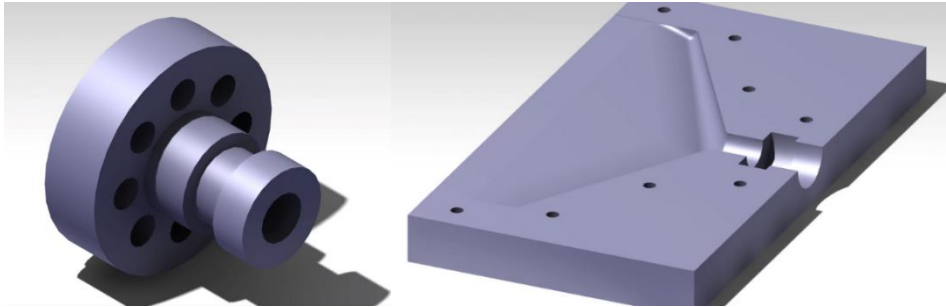


Figura 47. Pieza de sujeción y placa inferior del dado de extrusión de película plana.

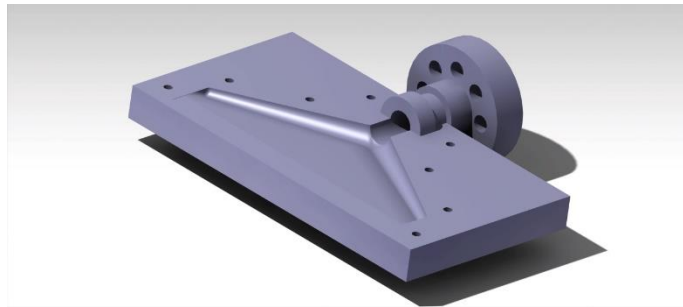


Figura 48. Ensamble de la placa inferior y la pieza de sujeción del dado de extrusión de película plana.

Las dimensiones definidas para los canales del dado de extrusión plano fueron diseñadas con base en las geometrías propuestas en el capítulo anterior, quedando las dimensiones generales del dado de la siguiente manera:

- La zona del colector, tiene como propósito dirigir el material desde la salida del cañón hacia la zona de *percha* en el dado, con base en la configuración geométrica del cañón y el caudal volumétrico calculado en el extrusor, se propuso un canal cilíndrico con un diámetro de 20 mm y una longitud de 70 mm para cumplir con dicho fin.



- La zona de *percha* comienza con una geometría cilíndrica cónica, que cuenta con un diámetro de 22.2 mm en el centro del dado, terminando la zona del colector, y decrece transversalmente desde ese punto hacia los extremos del dado, donde termina con un diámetro de 10 mm. A la salida de este canal cónico, se encuentra una geometría plana, que cuenta con una inclinación que conecta la superficie de hendidura de salida con la geometría cónica mencionada. Existen 30° de inclinación de la sección cónica respecto a la sección transversal del dado para propiciar un mejor desplazamiento a través del cambio de diámetro en el canal de la zona de *percha*.
- La zona de hendidura es una superficie plana de 21.7mm de longitud que se encargará de darle la dirección final al material hacia la salida del dado y que cuenta con dimensiones de salida transversal de 220 mm de ancho por 300 μm de espesor.

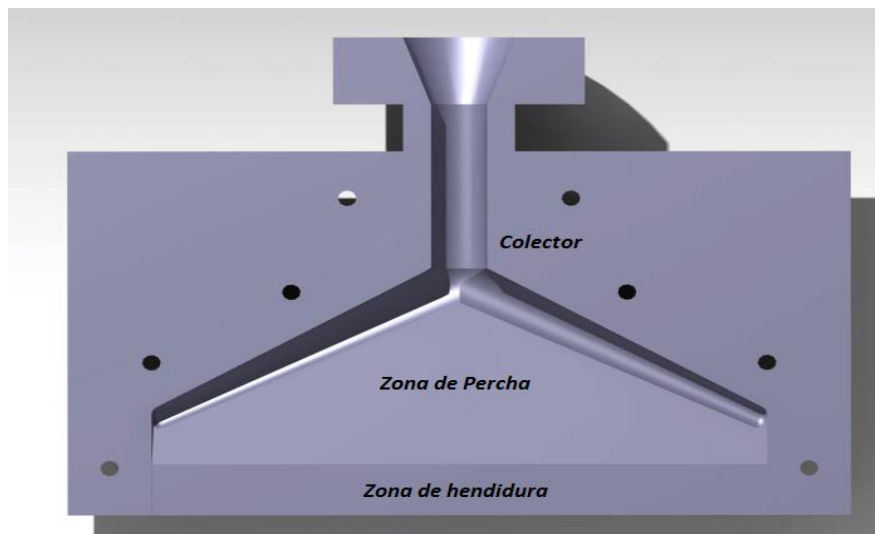


Figura 49. Zonas de flujo en el dado plano diseñado.

### Simulación de flujo dentro del dado

Se realizó el seguimiento del flujo del PLA a través de la geometría diseñada por medio de simulaciones de dicho flujo. Para la realización de esta simulación se utilizó el software especializado para simulación de dinámica de fluidos llamado ANSYS en su sub módulo Polyflow.

Los detalles del problema están dados por medio de la idealización de un flujo newtoniano a través de la cavidad tridimensional del dado, esta idealización de flujo se realiza debido a que se puede obtener un flujo parecido al newtoniano cuando se tiene un intervalo estrecho de velocidades de corte, es decir, cuando se tiene definido un perfil de proceso constante [33]. Para comenzar se tiene que por medio de la medición del flujo volumétrico de PLA en la extrusora se tiene una entrada de material al dado con un flujo volumétrico de 2 cm<sup>3</sup>/s (10.08 kg/hr de PLA). La geometría del dado fue exportada del software CATIA a ANSYS WORKBECH y se realizó el llenado de la cavidad del dado para obtener el volumen del flujo de polímero que se desplazará durante el proceso de extrusión.

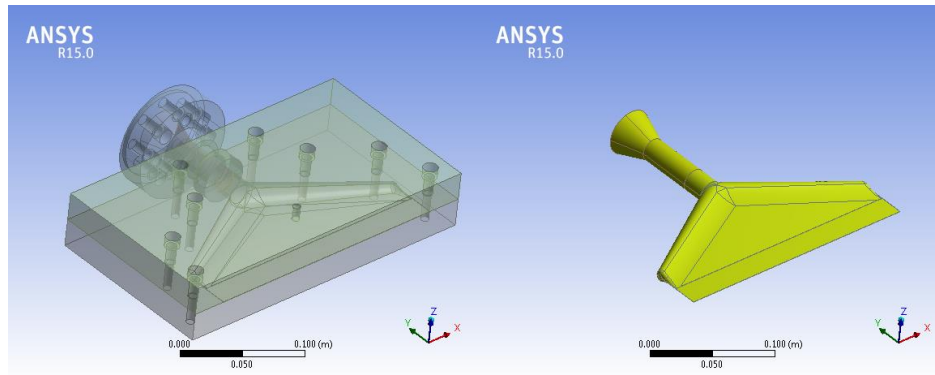


Figura 50. Geometría del dado y cavidad interna obtenidas en ANSYS.

Una vez obtenida la geometría interna del dado, se le aplicó un mallado para realizar el análisis de flujo por medio de la simulación del proceso de extrusión. Las características de flujo tomadas en cuenta para realizar el análisis fueron definidas a partir de las idealizaciones presentadas a continuación.

- Flujo isotérmico generalizado newtoniano a través de todo el perfil interno del dado. Esta idealización se realizó debido a que es posible un acercamiento newtoniano cuando logran restringirse las magnitudes de velocidades de corte a través de un perfil de proceso constante.
- Fue determinada una condición de velocidad cero a través de toda la superficie interna del dado. A pesar de que puede existir movimiento en dicha superficie, esta se desprecia con el propósito de simplificar los cálculos considerando que dicha velocidad es mínima.
- Se definieron las superficies por donde entra y sale el material en la geometría interna con flujo volumétrico constante. Es decir la superficie a través de la cual entra el caudal volumétrico de material proveniente del extrusor hacia el dado, así como la superficie que funciona como perfil de salida en la geometría final del dado.
- Comportamiento pseudoplástico del polímero definido por medio de la ley de potencia (velocidad de corte dependiente de la viscosidad), con las siguientes constantes obtenidas a través de un análisis reológico por medio de una reometría capilar realizada al PLA en el Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM [32], con las siguientes mediciones encontradas.

$$\tau = k\dot{\gamma}^n \quad (20)$$

- Constante  $K=325254.86 \text{ Pa}\cdot\text{s}$
- Índice  $n=0.7121$
- La densidad del poli ácido láctico utilizado es de  $1.24 \text{ g/cm}^3$ .

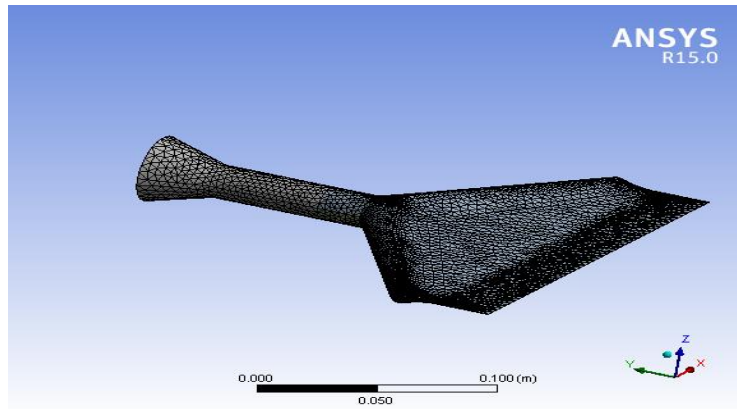


Figura 51. Mallado de la cavidad interna del dado para su análisis.

Sometidas las condiciones de flujo en la cavidad del dado, se realizó la simulación para el proceso de extrusión para la obtención del perfil plástico en donde se pudieron observar los resultados mostrados a continuación. Para efectos del análisis se tomó el plano central del perfil por donde saldrá el material formando la película, para verificar las condiciones de flujo desde la entrada hasta la salida de la cavidad del dado.

### Velocidad

Respecto a la velocidad del flujo puede observarse que en los bordes del perfil lo que se encuentra en azul es consecuencia de la condición de frontera de velocidad cero en las paredes.

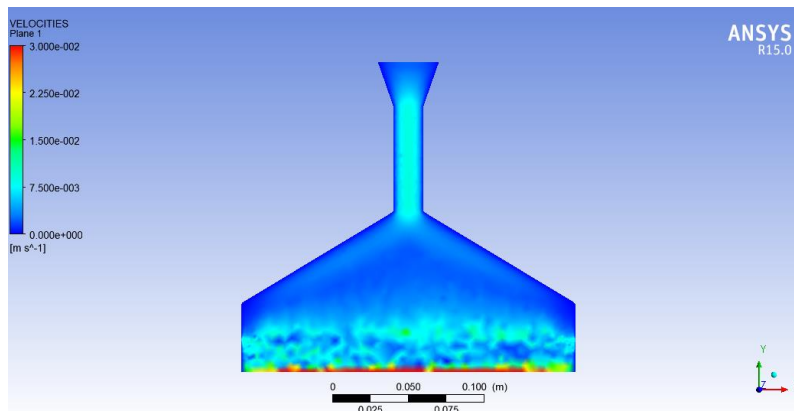


Figura 52. Perfil de velocidad en el centro de la cavidad del dado.

La principal zona de interés, debido a la geometría misma del dado, es la zona de hendidura en donde se puede apreciar el aumento de velocidad hasta 3 cm/s conforme se va acercando a la zona de salida del dado, hacia los extremos, la velocidad va disminuyendo hasta llegar a cero en los bordes debido a la condición de velocidad cero en las paredes proporcionada en las condiciones de frontera del análisis. En el borde de salida del dado se puede observar que la velocidad máxima alcanzada se distribuye transversalmente en gran parte de la zona de salida del dado.

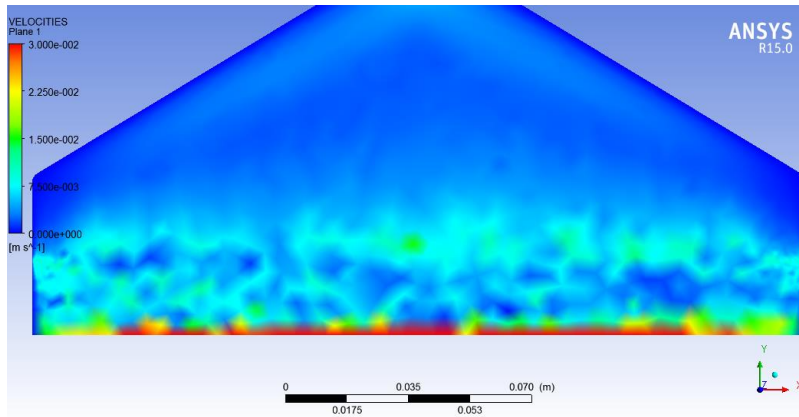


Figura 53. Distribución de velocidades en la zona de hendidura del dado.

Cabe señalar que se aprecia en la imagen 53 que el gradiente de velocidades es elevado principalmente en la zona de hendidura del dado, esto se debe principalmente a que el mallado más fino de la geometría permitido tanto por el software, como por la capacidad propia del equipo de cómputo donde se realizó la simulación, no permitieron visualizar una mejor resolución en los datos expresados como resultado de la simulación. A pesar de ello se decidió continuar con la siguiente etapa del proyecto debido a que los resultados de la simulación muestran un patrón respecto a los gradientes de las magnitudes hacia la misma dirección sin variaciones desiguales sobre la geometría interna del dado.

### Presión

En la figura 54 se muestra el comportamiento de la presión interna a través del dado, se puede observar que la presión máxima dentro del dado es de alrededor de 11.23 MPa y va disminuyendo mientras el flujo se acerca a la salida, donde se puede observar en el borde de la zona de hendidura una presión mínima de 1.2 MPa en sus extremos.

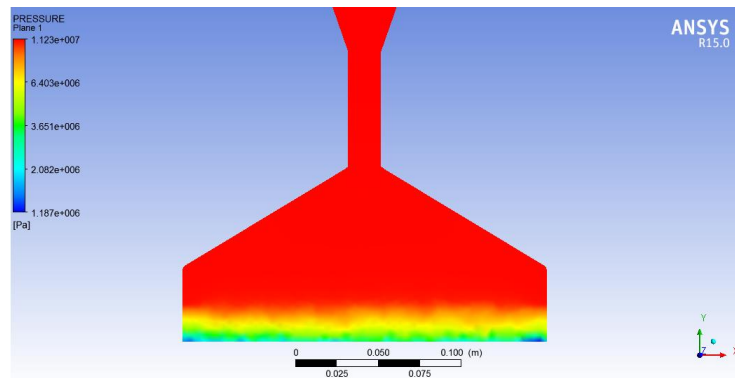


Figura 54. Presión a través de la geometría central del dado.

En la figura 55 puede observarse como va disminuyendo la presión en la zona de hendidura del dado, teniendo la menor presión en el borde por donde el material fluye hacia la salida del perfil plástico. Previamente se puede ver en la figura 54, que la caída de presión a través de la sección transversal del dado se muestra de manera uniforme, esto indica que el flujo será uniforme a la salida del perfil plástico.

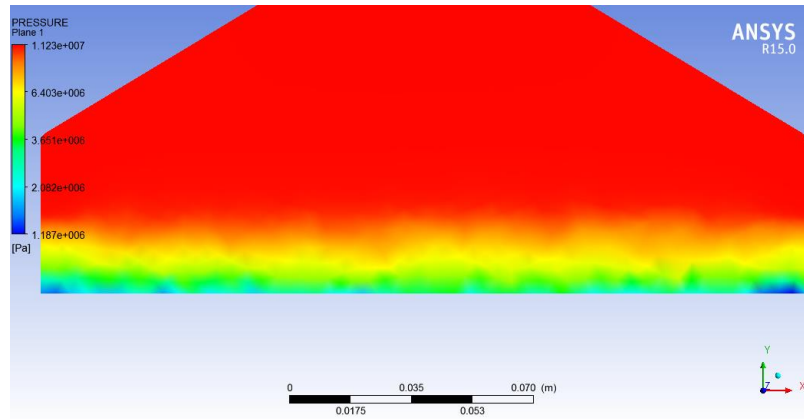


Figura 55. Presión de flujo en la zona de hendidura del dado.

### Velocidades de corte

La figura 56 muestra la distribución de las velocidades de corte encontradas en el perfil central de la geometría del dado, desde la entrada de material hasta su salida al final de la zona de hendidura, como se puede ver, la distribución de la velocidad de corte es prácticamente constante a lo largo de la zona transversal. Las velocidades de corte son semejantes en la zona de hendidura del dado a lo largo de toda la zona transversal (eje x), lo que indica que la distribución del material será uniforme para la formación del perfil plástico en el proceso.

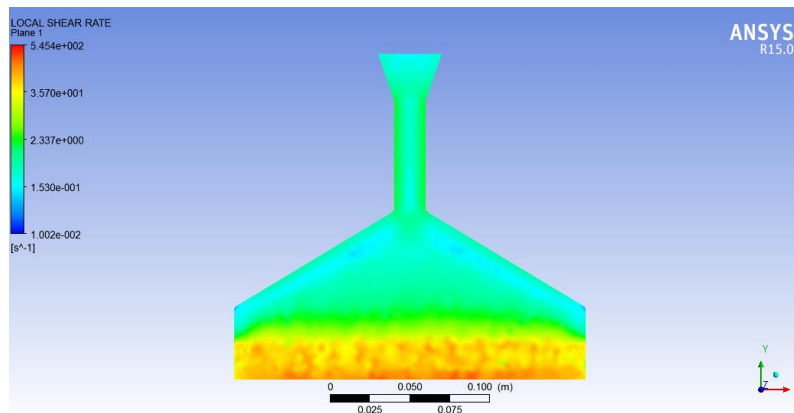


Figura 56. Velocidad de corte en la sección central del dado de extrusión.

Con los valores obtenidos por medio de la simulación, se puede observar que la distribución de presiones y velocidades en el interior del dado varían gradualmente respecto a la dirección del flujo (-y), de manera que las caídas de presión y los aumentos en la velocidad son semejantes en todo el eje transversal del dado (x). Por medio de estas observaciones es posible concluir que el perfil plástico que se obtendrá con este diseño del dado será uniforme respecto a la dirección de salida.

## Manufactura y montaje del dado de extrusión plano

Terminado el seguimiento del flujo del dado por medio de la simulación y obteniendo resultados favorables, se realizó la manufactura del dado de extrusión plano en un acero especial para trabajo a altas temperaturas denominado, según AISI-SAE, H13, el cual fue sometido a un proceso de templado después de su manufactura. La cavidad interna del dado, por donde fluye el material, cuenta con un proceso de pulido con el propósito de propiciar un mejor flujo de polímero durante el procesamiento por extrusión.



*Figura 57. Dado de extrusión plano manufacturado.*

Con el dado manufacturado, se hizo un acondicionamiento a la máquina de extrusión disponible en el laboratorio para su montaje. Se adquirieron resistencias eléctricas especiales con la geometría rectangular necesaria para proporcionar al dado la temperatura requerida por el perfil de procesamiento.



*Figura 58. Resistencias para el calentamiento del dado.*

Las resistencias fueron conectadas al sistema de control de temperatura de la extrusora, el cual controla la temperatura del dado, encendiendo o apagando las resistencias, a través de un sensor que se encuentra localizado inmerso en un termo pozo en la parte superior del dado. El dado fue colocado sobre una base metálica, la cual sirvió como soporte inferior del dado y la resistencia, figura 59.



*Figura 59. Montaje del dado plano de extrusión en el laboratorio de procesamiento de plástico.*



## Sistema de recepción y enfriamiento

Para poder obtener el perfil final de la película, debido a que no se cuenta en el laboratorio de procesamiento de plásticos con un sistema de rodillos fríos para la obtención de la película a la salida del dado, se diseñó un sistema de enfriamiento por medio de dos cuchillas de aire (Figura 60), que fueron localizadas justo a la salida del perfil plástico para cumplir con el propósito de disminuir la temperatura del material reblandecido y direccionarlo hacia el sistema de jalado, que en este caso fue un carro de arrastre diseñado y fabricado anteriormente en el laboratorio [34].



Figura 60. Carro de arrastre del laboratorio de procesamiento de plásticos [34].

El sistema de aire consiste en dos corrientes reguladas obtenidas por medio de dos tubos perforados conectados mediante válvulas a un compresor, los tubos se localizan uno arriba y otro debajo de la ranura de salida del perfil plástico. Las corrientes de aire horizontales generadas por este sistema cumplen con dos propósitos; uno es disminuir la temperatura del perfil fundido que sale del dado para solidificarlo y poder ser manipulable y otra para dirigir la película a menor temperatura al sistema de arrastre que se encarga de jalar el perfil obtenido a velocidad constante.



Figura 61. Tubos de enfriamiento por aire colocados en el dado.

Dado que las cuchillas de aire proporcionan un flujo constante, el volumen de control en el sistema puede ser considerado como un estado estable [35]. El sistema de control consta de una película que se encuentra a una temperatura de salida del dado de  $175^{\circ}\text{C}$ , el espesor promedio calculado para la película de interés es de 23 micrómetros y el ancho que se mantiene en contacto con la

corriente de aire es de 0.2 metros. La velocidad de desplazamiento de la película es de 3 cm/s y la densidad del PLA es de 1.24 g/cm<sup>3</sup>.

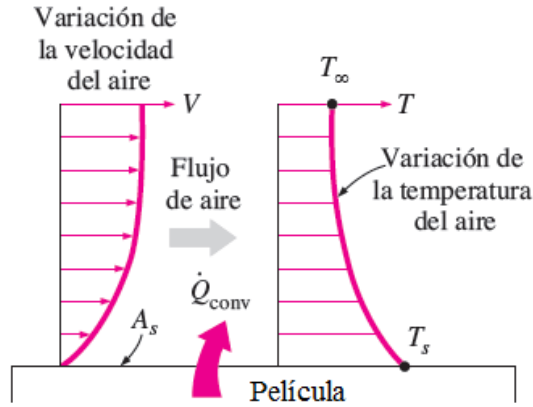


Figura 62. Modelo de convección forzada para el enfriamiento de la película.

Se realiza el enfriamiento de la película al soplar aire frío sobre su superficie (figura 62). La energía que se transfiere a través del dado a la primera capa de aire adyacente a la película es considerada por conducción. Posteriormente, esta energía es acarreada alejándola de la superficie por convección; es decir, por los efectos combinados de la conducción en el flujo de aire.

Es posible calcular la rapidez teórica de pérdida de calor que se tiene por convección en la película a la salida del dado. Considerando que la resistencia que calienta el dado recibe un voltaje de 220 V y demanda una corriente de 12 A, la potencia suministrada por la resistencia es:

$$Q'_{res} = VI = 220(V) * (12A) = 2640 (W) \quad (21)$$

El flujo másico de película que se tiene a la salida del dado durante el procesamiento es:

$$m' = \rho v A = 1240 \left(\frac{Kg}{m^3}\right) * 0.03 \left(\frac{m}{s}\right) * (0.2 * 0.000023)(m^2) = 171.12 \times 10^{-6} (kg/s) \quad (22)$$

Teniendo en cuenta que el calor específico del PLA es de 2136.9 J/kg°C y que se requiere que la película disminuya su temperatura a por lo menos 50°C para poder ser manipulada, entonces la rapidez de pérdida de calor necesaria para enfriar la película será:

$$Q'_{pel} = m' c_p (T_s - T_{\infty}) = 171.12 \times 10^{-6} \left(\frac{kg}{s}\right) (2136.9) \left(\frac{J}{kg^{\circ}C}\right) (175 - 50)(^{\circ}C) = 45.70 (W) \quad (23)$$

Poniendo como límite máximo de rapidez de calor que se pierde en la película, sea el proporcionado por la resistencia ( $Q'_{res} = Q'_{conv}$ ), entonces a partir de la ecuación de transferencia de calor por convección se puede obtener el valor de su coeficiente de transferencia  $h$  por medio de la ecuación (19) mencionada en el capítulo 2, tomando como consideración que la temperatura del aire que se hace fluir tiene una temperatura de 20°C y que la longitud de película que el aire alcanza a cubrir es de un metro. El coeficiente  $h$  es:

$$h = \frac{Q'_{res}}{A_s (T_s - T_{\infty})} = \frac{2640(W)}{(2*1)(m^2) * (175 - 20)(^{\circ}C)} = 85.16 \left(\frac{W}{m^2^{\circ}C}\right) \quad (24)$$



El coeficiente de transferencia de calor por convección  $h$ , se encuentra dentro del intervalo de 25 a 250 (W/m<sup>2</sup>K) para el caso de convección forzada por medio de gases sobre superficies [35]. Este sistema de aire utilizado como método de enfriamiento, fue utilizado debido principalmente a que el poliláctico es un material que absorbe humedad (higroscópico), y por ello no era posible utilizar un enfriamiento convencional por agua.

### Obtención de la película

Instalado el sistema de aire en el dado, ya se contaba con una línea de extrusión completa para la fabricación del perfil plástico, por lo que el siguiente paso fue realizar el procesamiento del PLA para la obtención de la película más delgada (hasta alrededor de 20 micrómetros de espesor). La máquina de extrusión fue llevada a las condiciones de procesamiento definidas anteriormente para el material en estudio y que son mostradas en la tabla 6, el PLA incorporado en la tolva del extrusor en forma de gránulos o *pellets* fue reblandecido a través de su paso por el cañón y desplazado hacia el dado por el giro del husillo.

Durante la formación del perfil plástico a la salida del dado, las corrientes de aire generadas por el sistema de enfriamiento implementado lo dirigen hacia el sistema de jalado, al mismo tiempo que su temperatura disminuye, el carro de arrastre recibe la película a una temperatura a la que ya es posible manipularla físicamente y la jala a una velocidad constante para obtener el perfil plástico de espesor uniforme.



Figura 63. Extrusión de la película de PLA.

Bajo las condiciones de procesamiento establecidas en la tabla 6, se realizaron varios experimentos en los que el perfil de proceso se mantuvo constante, pero la velocidad de la unidad de tiro se fue modificando desde una velocidad intermedia hasta llegar a la velocidad más baja (desde 15 cm/s hasta 40 cm/s). Con la velocidad intermedia de la unidad de tiro, la velocidad de jalado superó a la de salida del material, por lo que se obtuvo una película con un ancho promedio de 64.33 milímetros y un espesor promedio de 63.2 micrómetros.



*Figura 64. Primera película de PLA obtenida a velocidad intermedia de jalado.*

A través de la disminución de la velocidad de tiro hasta la mínima posible proporcionada por el carro de arrastre (15 cm/s), la película obtenida fue cambiando gradualmente de dimensiones, de tal modo que el ancho promedio de la película obtenida a esa velocidad resultó de 199.23 milímetros y su espesor promedio fue de 23 micrómetros.



*Figura 65. Película final de PLA obtenida con el sistema de extrusión implementado.*

Bajo estas condiciones geométricas que tiene la película, y con fines comparativos a los empaques comerciales, es posible realizar las consecuentes pruebas de adhesión entre el PLA y el papel por medio de un proceso de laminado térmico, posteriormente se evaluó la calidad de dicha adhesión por medio de ensayos de separación de las capas de acuerdo a patrones estandarizados, los cuales se especifican en el capítulo siguiente.

## Capítulo 4 “Obtención de un material bicapa PLA-papel y su caracterización”

Los materiales multicapa en la industria del empaque se utilizan principalmente para la fabricación de recipientes contenedores de alimentos, la propuesta de un material bicapa PLA-papel como alternativa al material polietileno papel se ofrece con el fin de obtener un empaque totalmente biodegradable.

El material de referencia es un material multicapa compuesto por una película de polietileno adherida al papel por medio de un agente acoplante a través de un proceso de laminado térmico, este material multicapa es utilizado por una empresa del sector privado para la fabricación de empaques para alimentos granulados. Dicha empresa solicitó una alternativa amigable con el ambiente para la fabricación de sus empaques debido a que, como se ha mencionado anteriormente, el polietileno es un material de difícil degradación.

En este proyecto se propone una película de polímero biodegradable de PLA para sustituir a la capa de polietileno, obteniendo un material bicapa PLA-papel capaz de cumplir con los requerimientos necesarios para la fabricación de los empaques para alimentos, con la capacidad de degradarse y reincorporarse completamente al ambiente en un corto periodo de tiempo una vez que es desechado.

### Caracterización del material del empaque original

Por medio de una colaboración conjunta entre el Laboratorio de Procesamiento de Plásticos de la Facultad de Ingeniería y el Instituto de Investigaciones en Materiales (IIM), ambos de la UNAM, se realizó la caracterización del empaque de referencia polietileno-papel [32]. A través de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), en un microscopio marca JEOL, modelo JSM-7600F, pudo observarse la morfología y el espesor de las capas de polietileno y papel, como se muestra en la figura 66.

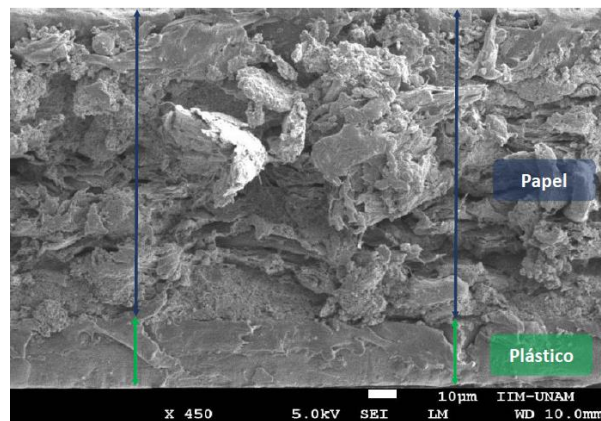


Figura 66. Microscopía electrónica de barrido del material multicapa de referencia (PE-papel) [32].

Mediante la microscopía, se realizó un análisis para obtener el valor del espesor promedio de las capas que componen el empaque de referencia, resultando las magnitudes mostradas a continuación.

Capa	Espesor ( $\mu\text{m}$ )
<b>Poliétileno</b>	$19.32 \pm 1.01$
<b>Papel</b>	$109.25 \pm 1.32$
<b>Material multicapa</b>	$128.11 \pm 1.05$

Tabla 7. Espesor de las capas en el material multicapa original [32].

En la figura 67 se muestra la morfología observada de la película de polietileno que se utiliza en el empaque multicapa original. En esta se puede observar la capa de polietileno y la del adhesivo que contiene para pegarse al papel y formar el material multicapa, los valores de espesores promedio encontrados para esta película se muestran en la tabla 8.

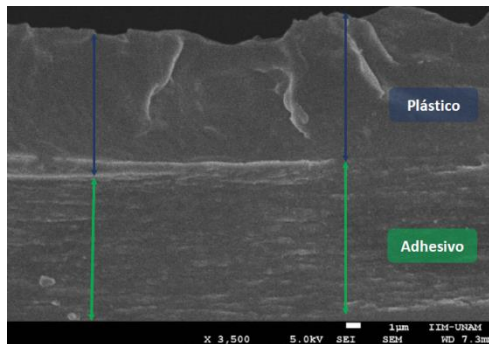


Figura 67. Microscopía electrónica de barrido de la película plástica de polietileno [32].

Capa	Espesor ( $\mu\text{m}$ )
<b>Plástico</b>	$9.41 \pm 0.72$
<b>Adhesivo</b>	$10.04 \pm 0.36$
<b>Película de polietileno</b>	$19.72 \pm 0.73$

Tabla 8. Espesor de los componentes de la película de polietileno [32].

#### Ensayo de separación de capas al material de referencia

Al material de referencia le fueron realizadas pruebas de separación de capas de acuerdo a la norma ASTM D-1876-95 *Standard test method for peel resistance of adhesives (T-peel test)*, a una rapidez de separación de 254 mm/min. Estas pruebas fueron realizadas en muestras rectangulares de 25 mm de ancho y 305 mm de largo, manteniendo la unión adhesiva sólo en los primeros 241 mm del largo total de la muestra, ya que la parte sin adherir se utiliza para sujeción a las mordazas (Figura 68).

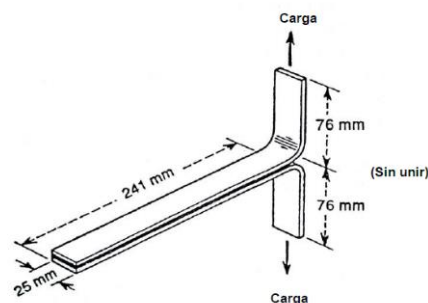


Figura 68. Muestras para la determinación de la fuerza de adhesión por pruebas de separación de capas.

Como resultado de las pruebas realizadas [32], fue posible encontrar tres distintos tipos de fallas al separar ambos sustratos en el material multicapa. En la primera falla, la capa de polietileno cede y se rompe después de desprender algunos pigmentos del papel (Figura 69a). La segunda falla es debido a la capa de papel, la cual comienza a ceder iniciando la prueba, dejando pigmentos en el polietileno hasta romperse totalmente (Figura 69b). El tercer tipo de falla fue debido a que ambos materiales (polietileno y papel) se separan uno del otro totalmente aunque llevándose consigo residuos del material con el que se encontraba adherido (Figura 69c).

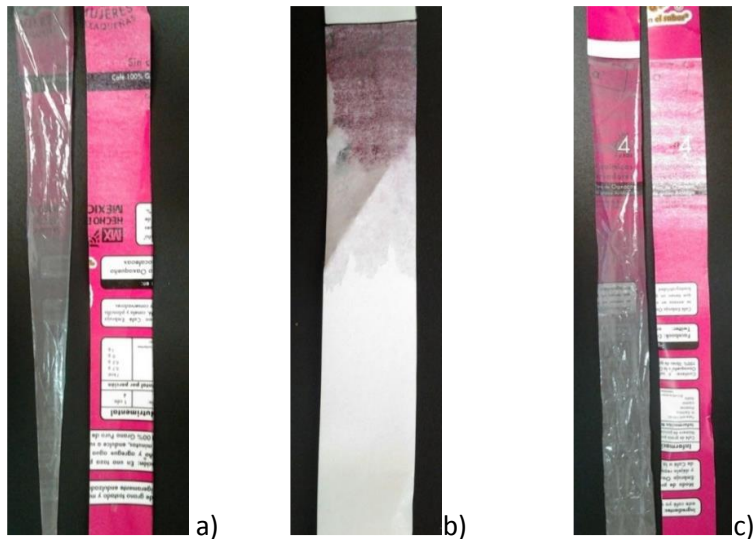


Figura 69. Tipos de fallas de adhesión para el empaque comercial [32].

En la siguiente figura se muestra la frecuencia con la que se repitió cada una de las fallas descritas anteriormente, puede observarse que la falla más frecuente es la mostrada en la figura 69b, la cual es debida al papel y se presentó en el 70% de las muestras sometidas a las pruebas de separación de capas.

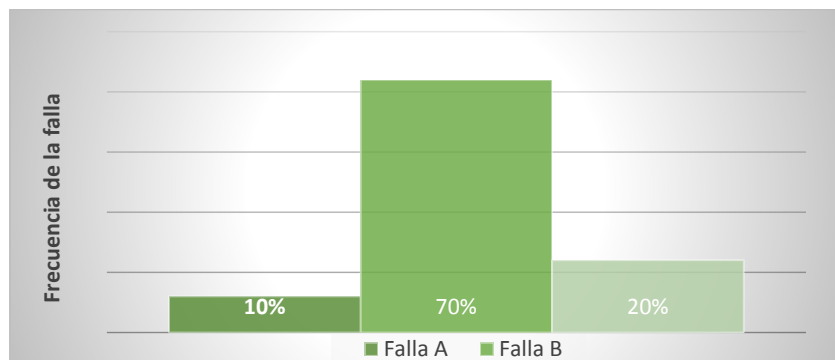


Figura 70. Frecuencia de tipo de falla en las pruebas de separación [32]; Falla A: rasgado del polietileno, Falla B: rasgado del papel, Falla C, ambos se separan sin rompimiento de ninguna de las capas.

En la figura 71 se observa la relación entre los valores de la fuerza de separación por unidad de ancho requerida para despegar los dos materiales y el tipo de falla. Para la falla B se observa que se requiere de una menor fuerza de separación, 2.11 N/cm, que es donde el sustrato: papel, se rompe, en comparación con la mayor fuerza de separación, 3.93 N/cm, que presenta la falla adhesiva C. La



menor fuerza de separación en la falla adhesiva B se debe probablemente a la pobre unión entre las fibras del papel.

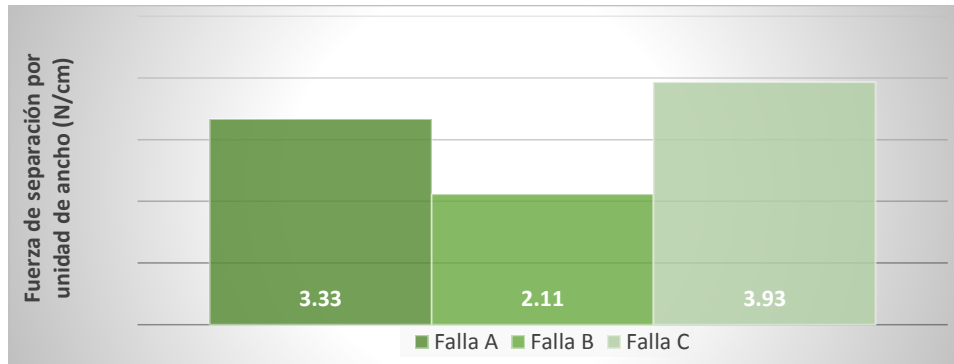


Figura 71. Fuerza de separación por unidad de ancho de acuerdo al tipo de falla [32]; Falla A: rasgado del polietileno, Falla B: rasgado del papel, Falla C, ambos se separan sin rompimiento de ninguna de las capas

De acuerdo a los resultados obtenidos de la caracterización realizada [32], se tienen los datos de referencia en el empaque original, los cuales sirven como punto de partida para la obtención del material bicapa PLA-papel, el cual, una vez obtenido fue sometido a las mismas pruebas para poder realizar una comparación de propiedades entre el material utilizado en el empaque original (PE-papel) y el propuesto en este proyecto (PLA-papel).

### Adhesión entre PLA y papel

Una vez obtenida la película de PLA, el siguiente paso consistió en realizar pruebas de adherencia entre el PLA y el papel para la obtención del material bicapa totalmente biodegradable propuesto anteriormente. La película de PLA junto con la capa de papel, fueron sometidas a un proceso de laminado térmico en el que se realizaron distintos experimentos de laminado a distintas temperaturas, manteniendo velocidades y presiones de laminado constantes. La laminadora utilizada para la realización de dichos experimentos fue una laminadora JHC LAMINEX modelo 330T, la cual cuenta con la capacidad de variación de temperatura.

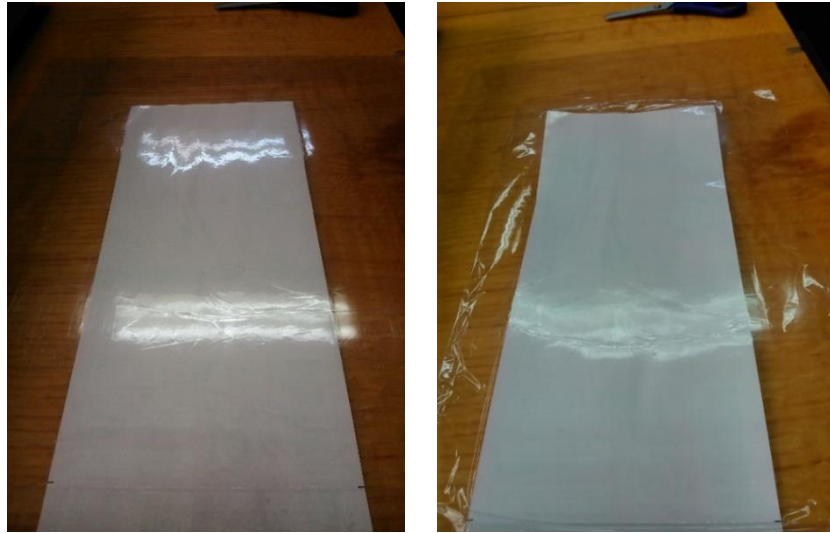


Figura 72. Equipo de laminado térmico utilizado para pruebas de adhesión PLA-papel.

### Características del proceso de laminado térmico

Para poder definir las mejores condiciones de laminado térmico que permitan obtener la mejor adherencia posible entre ambas capas, se realizaron pruebas previas para encontrar el intervalo de temperaturas que a simple vista no lograban adherirse. De esta manera, se consideró un intervalo de temperaturas de laminado desde 140°C hasta 170°C, con una variación de cinco grados en cada

prueba, cada prueba realizada a distinta temperatura fue sometida a posteriores ensayos de separación. A continuación se pueden observar las muestras de material bicapa obtenidas después de aplicarles el laminado térmico. La velocidad de laminado se mantuvo constante para todos los experimentos a una magnitud de 2 cm/s.



*Figura 73. Material bicapa PLA-papel obtenido después del laminado térmico.*

#### Pruebas de separación de capas al material bicapa PLA-papel

Después de obtener el material bicapa, para poder saber la capacidad de adherencia lograda entre las capas de PLA y papel, se realizaron ensayos de separación a las muestras obtenidas en el laminado térmico, según la norma ASTM D-1876. Del material bicapa obtenido se cortaron muestras con las dimensiones especificadas por la norma las cuales se muestran en la figura 68.



*Figura 74. Muestras de material bicapa con dimensiones requeridas por la norma ASTM para ensayos de separación.*

Los ensayos de separación fueron realizados en una máquina universal marca Instron modelo 5500R con una celda de carga de 50 kg. El ensayo fue realizado a una velocidad de separación de 254 milímetros por minuto y el principal dato obtenido de este ensayo fue la magnitud de la fuerza de separación. Estos ensayos fueron realizados a cinco muestras diferentes por cada temperatura de laminado.



Figura 75. Ensayos de separación al material bicapa PLA-papel.

A través de los ensayos de separación, se logró obtener una medida de la capacidad de adherencia resultante entre ambas capas manifestada por las diferentes temperaturas de laminado. A continuación pueden observarse las fuerzas de separación máximas por unidad de ancho encontradas en cada una de las distintas temperaturas de laminado a las que se realizó cada ensayo.

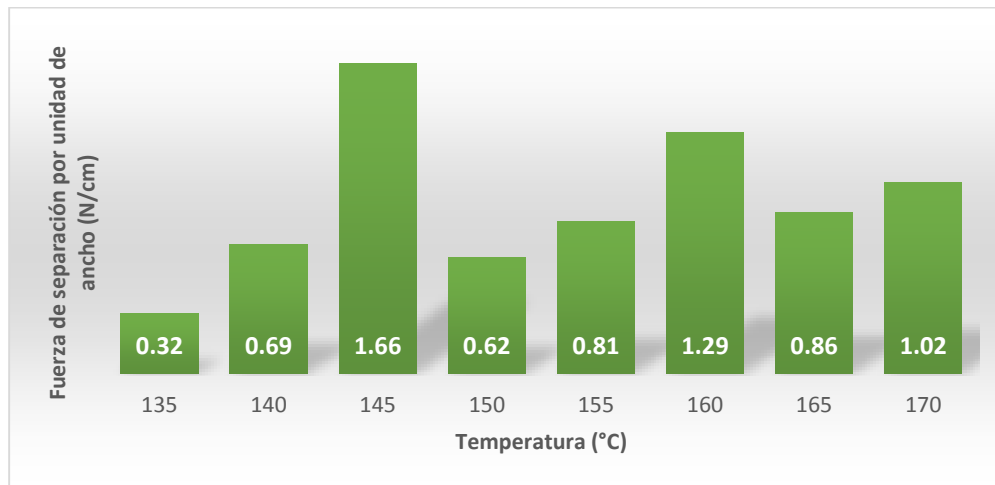


Figura 76. Fuerza de separación por unidad de ancho a distintas temperaturas de laminado.

Como puede observarse en la figura 76, la mayor fuerza de separación, y por lo tanto la mayor capacidad adherente entre las capas de PLA y papel fue encontrada en el proceso de laminado a una temperatura de 145°C. A pesar de que no se puede observar una tendencia marcada en las fuerzas de separación respecto a los cambios de temperatura, esto puede deberse a que la parte final del proceso, sección de rodillos receptores, aún no se ha implementado en el laboratorio y esto se refleja directamente en la homogeneidad en el espesor de la película.



En la figura 77 pueden observarse las frecuencias de falla en el ensayo a 145°C de cada uno de los casos correspondientes a falla debidas a la película de PLA (falla A), a la capa de papel (falla B) o una falla en la unión adhesiva en la que las dos capas se separan dejando una pequeña cantidad de residuos de papel en la película de PLA, sin llegar a romper ninguna de las capas (Falla C).

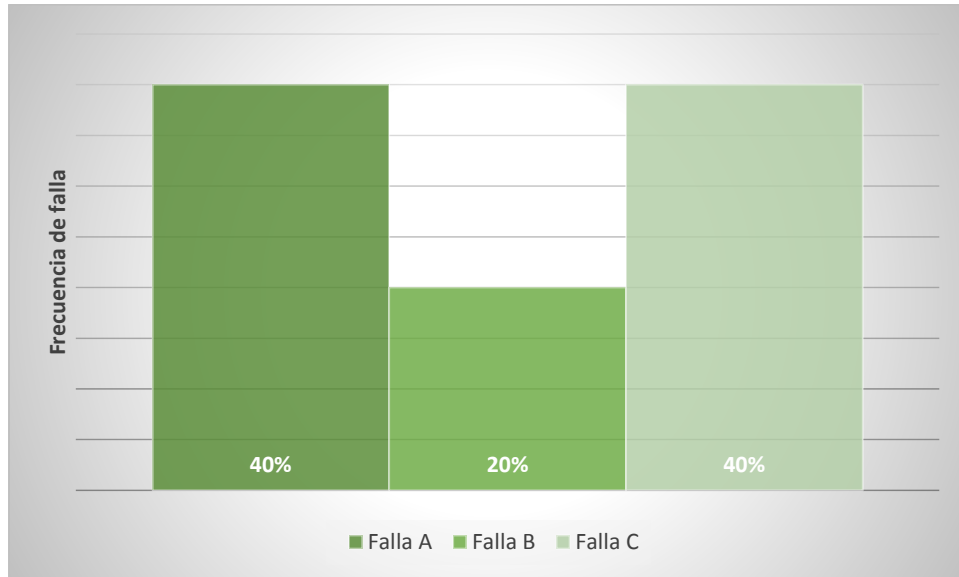


Figura 77. Frecuencia del tipo de falla en los ensayos de separación PLA-papel; Falla A: rasgado del PLA, Falla B: rasgado del papel, Falla C, ambos se separan sin rompimiento de ninguna de las capas.

### Prueba de adherencia con una película plástica de mayor espesor

En un trabajo paralelo a las pruebas de adhesión mencionadas anteriormente, se realizaron pruebas de adherencia con las muestras de perfil plástico obtenidas con los primeros datos de perfil rectangular mencionados en el capítulo 3, a dichas capas adheridas de PLA-papel se les realizó también ensayos de separación y resultaron ser mayores que los obtenidos con la película que se obtuvo en este trabajo de 23 micrómetros de espesor, en aquella experimentación las máximas fuerzas de separación por unidad de ancho obtenidas con una capa de PLA de espesor promedio de 350  $\mu\text{m}$  fueron de 1.55 N/cm. Por estas razones se decidió realizar una prueba de adherencia con una película de PLA de mayor espesor.

Se realizó un ensayo de adherencia con la película de mayor espesor (63.2  $\mu\text{m}$ ), a una temperatura de laminado de 145°C, que fue la que mostró mejor capacidad adherente en el ensayo realizado a la película de 23  $\mu\text{m}$ . De este ensayo se obtuvieron 10 muestras para realizar pruebas de separación de las que se obtuvieron resultados satisfactorios, en la totalidad de las muestras la falla presentada durante los ensayos fue la denominada anteriormente como falla B, en la que la capa de papel se rasga y se rompe sin despegar las capas unidas. La mayor capacidad adherente medida en estas pruebas fue de 1.49 N/cm, esta medida muestra la resistencia al rasgado que soportó la capa de papel antes de fallar.

En la figura 78 se muestra la imagen obtenida por medio de una microscopia electrónica de barrido, donde se pueden apreciar las capas de PLA y papel y la unión entre ambos materiales.

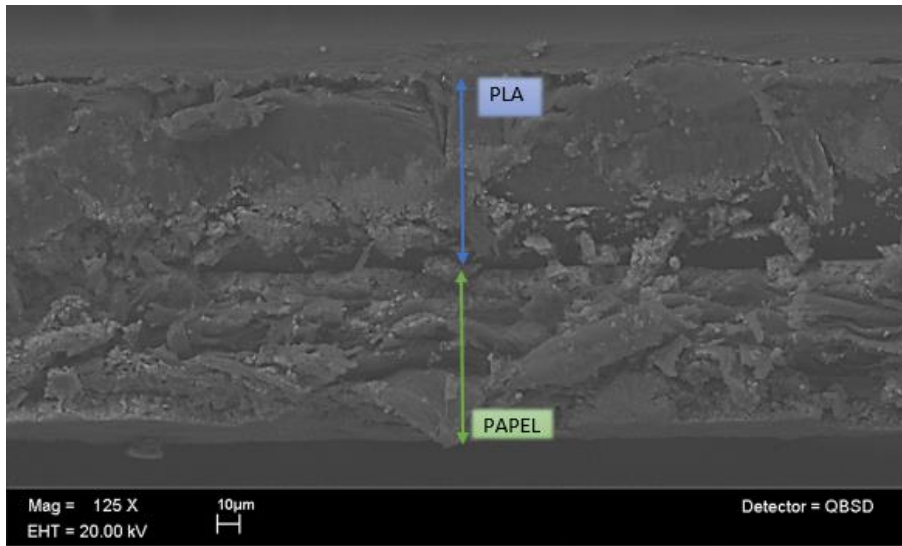


Figura 78. Microscopia realizada a el material bicapa PLA-papel obtenido por laminado térmico.

## Capítulo 5 “Resultados y conclusiones”

### Resultados

#### Perfil de procesamiento por extrusión del poliláctico (PLA)

El poliláctico (PLA) con clasificación Ingeo Biopolymer 2003D, fue extrudido con éxito una vez que se logró obtener el perfil de procesamiento adecuado para la obtención de una película de plástico biodegradable con variaciones de espesores promedio desde 23  $\mu\text{m}$  hasta 63  $\mu\text{m}$  en un rango de velocidades de jalado de 40 cm/s a 15 cm/s. Dicho perfil de proceso fue obtenido teniendo en cuenta las propiedades características del material en conjunto con las condiciones geométricas de la maquina utilizada, la cual está diseñada para procesamiento de polietileno. En la siguiente tabla se puede observar el perfil de proceso definido para la obtención de un flujo totalmente uniforme de PLA.

T ALIM [°C]	T COMP [°C]	T DOS [°C]	T DAD[°C]	V [RPM]
90	125	175	175	10

Tabla 9. Perfil de Temperaturas y RPM's para el procesamiento de PLA.

El perfil plástico obtenido resultó ser flexible, transparente y manipulable por medio del sistema de jalado trabajando de manera continua hasta agotar el material cargado en la tolva de la máquina.

#### Dado de extrusión para la obtención de película de PLA

Conociendo el material y su idealización de flujo como un fluido pseudoplastico de ley de potencia, a través de un análisis reológico, se realizó el diseño de un dado plano de extrusión, cuya geometría fue definida a partir de las ecuaciones planteadas para el diseño de dados tipo percha. Esta geometría fue validada por medio de un análisis de flujo en un software especializado de dinámica de fluidos, por medio del cual se pudo verificar que con este diseño se lograría un flujo uniforme a la salida del dado. La tabla 10 muestra las dimensiones geométricas del dado.

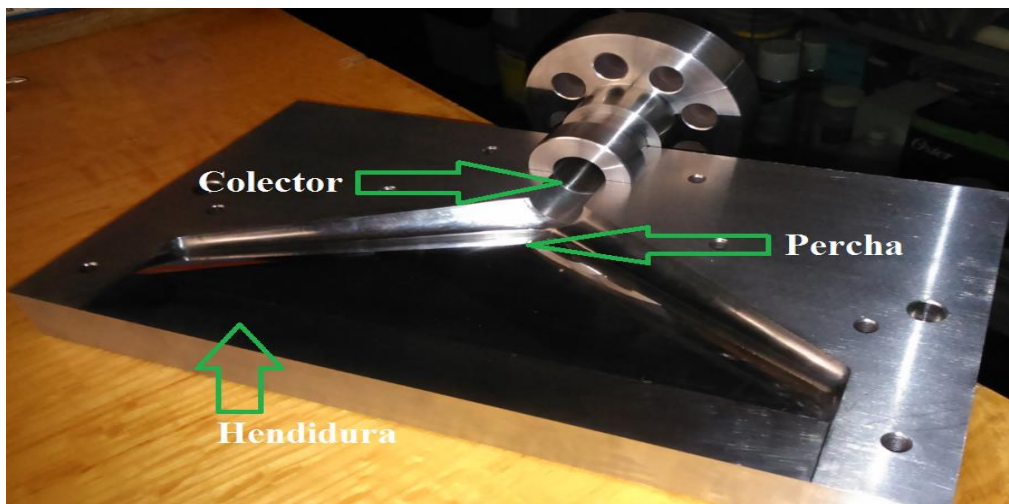


Figura 79. Dado de extrusión de película fabricado para procesar PLA.

Zona	Geometría
<b>Colector</b>	Zona cilíndrica con diámetro de 20 mm y longitud de 70 mm.
<b>Percha</b>	Zona cónica, con diámetro de 22.2 mm hasta 10 mm desde el centro hasta el extremo del dado y una inclinación 30° respecto a la sección transversal del dado.
<b>Hendidura</b>	Zona plana de 21.7 mm de longitud con dimensiones de salida transversal del dado de 220 mm de ancho por 0.3 mm de espesor.

*Tabla 10. Características geométricas generales del diseño del dado de extrusión fabricado.*

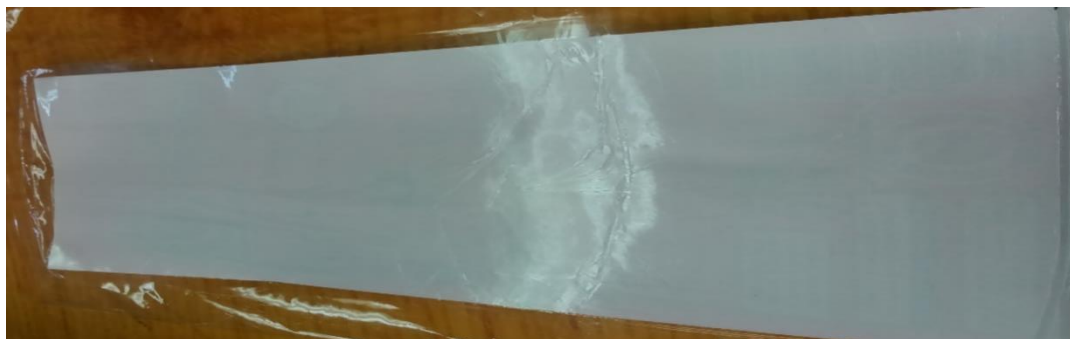
#### Obtención de la película de PLA.

Con el dado de extrusión fabricado y utilizando el perfil de procesamiento mostrado en la tabla 9, se logró obtener una película uniforme de poliácido láctico, que debido a sus propiedades higroscópicas fue enfriada a la salida del dado por medio de un sistema de enfriamiento por convección forzada, y controlando el espesor de la misma con velocidad de procesamiento de 10 rpm y velocidad de jalado del sistema receptor en un intervalo de 15 cm/s a 40 cm/s. La película con el espesor ideal para sustituir a la capa de polietileno en el empaque comercial fue obtenida con un ancho promedio de 199.23 milímetros de espesor y su espesor promedio fue de 23 micrómetros. Con estas dimensiones de espesor fue posible seguir con el paso de sustitución del polietileno por PLA para la obtención del material bicapa totalmente biodegradable.

Tomando en consideración que el espesor total de la película de polietileno con el adhesivo se encuentra alrededor de 19.72 micrómetros, es posible obtener dichas magnitudes de espesor en la película de PLA obtenida por medio del proceso de extrusión por dado plano implementado en el laboratorio de procesamiento de plásticos. Por lo que hasta el momento se cumple con el espesor requerido en la película plástica propuesta (PLA) para la realización del material bicapa PLA-papel que sustituirá al material multicapa de referencia.

#### Material bicapa PLA-papel

Con la película de PLA fabricada, se realizó la adhesión de la película de PLA con la capa de papel por medio de un proceso de laminado térmico, dicho laminado fue realizado a distintas temperaturas encontrando una temperatura de mejor adherencia de 145°C. A esta temperatura la mayor fuerza de adherencia por unidad de ancho encontrada por medio de ensayos de separación fue de 1.66 N/cm. En la figura 80 se tiene un ejemplo de adhesión entre la película de PLA y el papel.



*Figura 80. Ejemplo de material bicapa PLA-papel obtenido por medio de laminado térmico.*

## Conclusiones

- Fue posible determinar las condiciones de procesamiento para la obtención de un perfil uniforme de poliláctico por medio de un proceso de extrusión, acoplando las características geométricas de una máquina fabricada para procesar otro tipo de material (polietileno) y las propiedades únicas del PLA.
- Se diseñó y fabricó un dado de extrusión para la obtención de una película plástica biodegradable de poliláctico por medio de la definición de su comportamiento pseudoplástico considerando la ley de potencia para la realización del diseño del dado.
- Se obtuvo una película biodegradable de PLA por medio de un proceso de extrusión de dado plano, con un sistema de enfriamiento por convección forzada, el espesor mínimo generado es de 23 micras de espesor. Esta dimensión es competitiva con la de la capa de polietileno en el empaque multicapa de referencia, cuyo espesor es de alrededor de 20 micras de espesor.
- A través de un proceso de laminado térmico, se lograron unir por anclaje mecánico una capa de PLA con una de papel para la obtención de un material bicapa con las características necesarias para formar empaques para alimentos.
- El material bicapa PLA-papel obtenido logró una máxima capacidad de adhesión por anclaje mecánico de 1.66 N/cm, que comparada con la máxima adhesión del empaque comercial polietileno-papel de 3.93 N/cm, representa el 42.2% de la mayor adherencia lograda en el empaque comercial. Cabe mencionar que el empaque comercial contiene agentes adherentes que tienen como propósito mejorar las condiciones de adherencia entre las capas.
- Se observó que un aumento en el espesor de la película de PLA resulta en una considerable mejora respecto a la unión adherente, esto pudo observarse en las muestras de separación que resultaron en fallas de uno de los sustratos (papel) y no de la unión entre ambos.

## Referencias

- [1] M. Conde, «Pemex Petroquímica,» Agosto 2013. [En línea]. Available: <http://www.ptq.pemex.com/>. [Último acceso: Agosto 2013].
- [2] B. Meunier, «Plastics Europe,» 22 05 2013. [En línea]. Available: <http://www.plasticseurope.es/>. [Último acceso: 2013].
- [3] M. Chanda y S. K. Roy, *Plastics Technology Handbook*, Boca Raton: CRC Press, 2007.
- [4] L. Tin Sin , A. Razak Rahmat y W. A. Wan Abdul Rahman, *Polilactic Acid, PLA Biopolymer Technology and Aplications*, Oxford: Elsevier Inc, 2013.
- [5] National Institute of Industrial Research, *The Complete Book on Biodegradable Plastics and Polymers*, Delhi: Asia Pacific Business Press Inc., 2006.
- [6] M. Gallur, «Easy Fairs,» 14 Abril 2010. [En línea]. Available: <http://www.easyfairs.com>. [Último acceso: Noviembre 2013].
- [7] «Innovia Films,» 2014. [En línea]. Available: [www.innoviafilms.com](http://www.innoviafilms.com).
- [8] «Api Group,» 2014. [En línea]. Available: <http://www.apigroup.com/>. [Último acceso: 2014].
- [9] «Bioplastica,» 2014. [En línea]. Available: <http://materbi.com/>. [Último acceso: 2014].
- [10] «Bioplastics for a better life,» 2014. [En línea]. Available: [www.biotec.de](http://www.biotec.de). [Último acceso: 2014].
- [11] «Sphere España,» 2014. [En línea]. Available: <http://www.sphere-spain.es/>. [Último acceso: 2014].
- [12] «Tecnología de los Plásticos,» 8 agosto 2011. [En línea]. Available: <http://tecnologiadelosplasticos.blogspot.mx/>. [Último acceso: Septiembre 2013].
- [13] «Nature Works,» 2014. [En línea]. Available: <http://www.natureworksllc.com/>. [Último acceso: 2014].
- [14] «Huhtamaki,» 2014. [En línea]. Available: <http://www.huhtamaki.com/>. [Último acceso: 2014].
- [15] «Coopbox Group,» 2014. [En línea]. Available: [www.coopbox.it](http://www.coopbox.it). [Último acceso: Agosto 2014].
- [16] «Earth First, Environmentally Friendly Plastic Film.,» 2014. [En línea]. Available: <http://www.earthfirstpla.com/>. [Último acceso: Agosto 2014].
- [17] «Leoplast,» 2014. [En línea]. Available: <http://www.leoplastgroup.com/>. [Último acceso: Agosto 2014].

- [18] «Berkshire Labels,» 2014. [En línea]. Available: <http://www.berkshirelabels.co.uk/>. [Último acceso: Agosto 2014].
- [19] Markets and Markets, «Markets and Markets,» [En línea]. Available: <http://www.marketsandmarkets.com/>. [Último acceso: enero 2015].
- [20] «Metabolix,» 2014. [En línea]. Available: [www.mirelplastics.com](http://www.mirelplastics.com). [Último acceso: 2014].
- [21] M. Beltrán Rico y A. Marcilla Gomis, Tecnología de polímeros, Procesado y propiedades, Universidad de Alicante, 2012.
- [22] D. Rosato, Extruding Plastics, Chapman & Hall, 1998.
- [23] C. Rauwendaal, Understanding Extrusion, München: Carl Hanser Verlag, 2010.
- [24] E. Rudnik, Compostable Polymer Materials, Oxford: Elsevier Ltd, 2008.
- [25] J. R. Dorgan, H. Lehermeier y M. Mang, «Thermal and Rheological Properties of Commercial-Grade Poly (Lactic Acid)s,» *Journal of Polymers and the Environment*, vol. 8, nº 1, pp. 2-4, 2000.
- [26] M. Madrid Vega y J. M. Martín Martínez, Tecnología de la adhesión, España: Departamento Técnico de Loctite, 2009.
- [27] C. A. Harper y E. M. Petrie, Plastics Materials and Processes, A Concise Encyclopedia, Wiley-Interscience A John Wiley & Sons Inc., 2003.
- [28] Z. Tadmor y C. G. Gogos, Principles of Polymer Processing, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2006.
- [29] J. Pearson, Non-Newtonian Flow and Die Design. Part IV. Flat Film Die Design, Trans., 1964.
- [30] C. Dae Han, Rheology and Processing of Polymeric Materials, Volume 2, Ohio: Oxford University Press, 2007.
- [31] F. P. Incropera y D. P. De Witt, Fundamentos de transferencia de calor, Purdue University: Prentice Hall, 1999.
- [32] M. D. Morales Moctezuma, Desarrollo de una película de celulosa y polímeros compostables para la elaboración de un empaque biodegradable., México D.F.: Tesis, Facultad de Química, UNAM, 2014.
- [33] Ansys Inc., ANSYS Polyflow Tutorial Guide, Canonsburg, PA, 2013.
- [34] M. Aparicio Cruz y A. D. Loaeza Becerril, *Diseño y manufactura de un carro de arrastre para una máquina de extrusión*, México, D.F.: Tesis, Universidad Nacional Autónoma de México, 2012.

[35] Y. A. Cengel y A. J. Ghajar, Transferencia de calor y masa, fundamentos y aplicaciones, Mc Graw Hill, 2011.



## Índice de Ilustraciones

Figura 1. Tendencia del desarrollo de polímeros respecto al tiempo [4].	11
Figura 2. Clasificación general de los plásticos biodegradables.	12
Figura 3. Proceso de degradación de los polímeros biodegradables.	13
Figura 4. Polímeros hechos a base de celulosa.	15
Figura 5. Biopolímeros hechos a base de almidón de maíz.	16
Figura 6. Familia de poliésteres biodegradables.	17
Figura 7. Empaques fabricados con PLA.	19
Figura 8. Proyección a futuro del crecimiento en la demanda de PLA [19].	19
Figura 9. Productos hechos a base de poli hidroxialcanoatos.	20
Figura 10. Máquina convencional de extrusión [21].	20
Figura 11. Línea de extrusión de película por dado plano con sistema de rodillos fríos [21].	21
Figura 12. Línea de extrusión de película soplada [21].	22
Figura 13. Dado plano de extrusión de película [23].	23
Figura 14. Estructura de la cadena polimérica de la celulosa [24].	25
Figura 15. Estructura del mero del PLA [24].	26
Figura 16. Estéreo formas de ácido láctico [24].	26
Figura 17. Proceso de fabricación de PLA por el método de Cargill Dow [24].	27
Figura 18. Obtención del ácido láctico a partir de almidón [24].	27
Figura 19. Proceso de fabricación de ácido láctico por medio del proceso Mitsui [24].	28
Figura 20. Esquema básico de una unión adhesiva.	30
Figura 21. Fases de una unión adhesiva.	31
Figura 22. Principales tipos de falla interfacial.	31
Figura 23. Modelo de una superficie para llevar a cabo la adhesión mecánica.	32
Figura 24. Interdifusión de moléculas entre superficies de polímeros idénticos.	33
Figura 25. Doble capa eléctrica formada entre dos materiales de naturaleza diferente.	33
Figura 26. Sistema de extrusión de películas y láminas plásticas.	35
Figura 27. Principales componentes de una línea de extrusión por rodillos fríos.	36
Figura 28. Dado industrial de extrusión de película.	37
Figura 29. Esquema de un dado tipo percha; a) vista lateral y b) vista superior.	39
Figura 30. Distribución de flujo en el colector de un dado tipo percha.	39
Figura 31. Abertura de la sección de percha en varias posiciones a lo ancho del dado.	40
Figura 32. Vista de la sección transversal al final de la sección de percha.	40
Figura 33. Esquema de a) Sección del colector y la zona de percha, y b) descripción gráfica del colector.	41
Figura 34. Convección de una superficie a un fluido en movimiento.	45
Figura 35. Proceso de laminado térmico.	46
Figura 36. Poli ácido láctico Ingeo Biopolymer 2003D.	48
Figura 37. Deshumidificador de material.	48
Figura 38. Máquina de extrusión del laboratorio de procesamiento de plásticos.	49
Figura 39. Dado circular utilizado para encontrar el perfil de procesamiento.	49

Figura 40. Resultados de extrusión respecto a la variación de los parámetros de proceso.....	52
Figura 41. Perfil circular obtenido con el perfil de proceso definido.....	53
Figura 42. Diseño del dado de sección rectangular en CATIA.....	54
Figura 43. Dado para extrusión de perfil rectangular.....	54
Figura 44. Primeros perfiles de PLA obtenidos con el dado de perfil rectangular.....	54
Figura 45. Dado de extrusión facilitado por Cinvestav.....	55
Figura 46. Película obtenida con apoyo del Cinvestav unidad Querétaro.....	55
Figura 47. Pieza de sujeción y placa inferior del dado de extrusión de película plana.....	56
Figura 48. Ensamble de la placa inferior y la pieza de sujeción del dado de extrusión de película plana.....	56
Figura 49. Zonas de flujo en el dado plano diseñado.....	57
Figura 50. Geometría del dado y cavidad interna obtenidas en ANSYS.....	58
Figura 51. Mallado de la cavidad interna del dado para su análisis.....	59
Figura 52. Perfil de velocidad en el centro de la cavidad del dado.....	59
Figura 53. Distribución de velocidades en la zona de hendidura del dado.....	60
Figura 54. Presión a través de la geometría central del dado.....	60
Figura 55. Presión de flujo en la zona de hendidura del dado.....	61
Figura 56. Velocidad de corte en la sección central del dado de extrusión.....	61
Figura 57. Dado de extrusión plano manufacturado.....	62
Figura 58. Resistencias para el calentamiento del dado.....	62
Figura 59. Montaje del dado plano de extrusión en el laboratorio de procesamiento de plástico..	62
Figura 60. Carro de arrastre del laboratorio de procesamiento de plásticos [34].....	63
Figura 61. Tubos de enfriamiento por aire colocados en el dado.....	63
Figura 62. Modelo de convección forzada para el enfriamiento de la película.....	64
Figura 63. Extrusión de la película de PLA.....	65
Figura 64. Primera película de PLA obtenida a velocidad intermedia de jalado.....	66
Figura 65. Película final de PLA obtenida con el sistema de extrusión implementado.....	66
Figura 66. Microscopia electrónica de barrido del material multicapa de referencia (PE-papel) [32].	67
Figura 67. Microscopia electrónica de barrido de la película plástica de polietileno [32].	68
Figura 68. Muestras para la determinación de la fuerza de adhesión por pruebas de separación de capas.....	68
Figura 69. Tipos de fallas de adhesión para el empaque comercial [32].	69
Figura 70. Frecuencia de tipo de falla en las pruebas de separación [32]; Falla A: rasgado del polietileno, Falla B: rasgado del papel, Falla C, ambos se separan sin rompimiento de ninguna de las capas.....	69
Figura 71. Fuerza de separación por unidad de ancho de acuerdo al tipo de falla [32]; Falla A: rasgado del polietileno, Falla B: rasgado del papel, Falla C, ambos se separan sin rompimiento de ninguna de las capas.....	70
Figura 72. Equipo de laminado térmico utilizado para pruebas de adhesión PLA-papel.....	70
Figura 73. Material bicapa PLA-papel obtenido después del laminado térmico.....	71

Figura 74. Muestras de material bicapa con dimensiones requeridas por la norma ASTM para ensayos de separación. ....	71
Figura 75. Ensayos de separación al material bicapa PLA-papel.....	72
Figura 76. Fuerza de separación por unidad de ancho a distintas temperaturas de laminado.....	72
Figura 77. Frecuencia del tipo de falla en los ensayos de separación PLA-papel; Falla A: rasgado del PLA, Falla B: rasgado del papel, Falla C, ambos se separan sin rompimiento de ninguna de las capas. ....	73
Figura 78. Microscopia realizada a el material bicapa PLA-papel obtenido por laminado térmico.	74
Figura 79. Dado de extrusión de película fabricado para procesar PLA. ....	75
Figura 80. Ejemplo de material bicapa PLA-papel obtenido por medio de laminado térmico.....	76

# Apéndices

## Hoja de datos del PLA



### Ingeo™ Biopolymer 2003D Technical Data Sheet

#### For Fresh Food Packaging and Food Serviceware

Ingeo biopolymer 2003D, a NatureWorks LLC product, is a thermoplastic resin derived from annually renewable resources and is specifically designed for use in fresh food packaging and food serviceware applications. Ingeo biopolymer 2003D is a transparent general purpose extrusion grade that is used naturally or as part of a formulated blend. This is a high molecular weight biopolymer grade that processes easily on conventional extrusion equipment. Extruded roll stock is readily thermoformable. See table at right for properties.

Typical Material & Application Properties <sup>(1)</sup>		
Physical Properties	Ingeo 2003D	ASTM Method
Specific Gravity	1.24	D792
MFR, g/10 min (210°C, 2.16kg)	6	D1238
Clarity	Transparent	
Mechanical Properties		
Tensile Strength @ Break, psi (MPa)	7,700 (53)	D882
Tensile Yield Strength, psi (MPa)	8,700 (60)	D882
Tensile Modulus, kpsi (GPa)	500 (3.5)	D882
Tensile Elongation, %	6.0	D882
Notched Izod Impact, ft-lb/in (J/m)	0.3 (16)	D256
Shrinkage is similar to PET <sup>(2)</sup>		
Heat Distortion Temperature (°C)	55	E2092

(1) Typical properties; not to be construed as specifications.  
(2) Refer to Ingeo biopolymer Sheet Extrusion Processing Guide

#### Applications

Potential applications for Ingeo biopolymer 2003D include:

- Dairy containers
- Food serviceware
- Transparent food containers
- Hinged-ware
- Cold drink cups

#### Processing Information

Ingeo biopolymer 2003D is easily processed on conventional extrusion equipment. The material is stable in the molten state, provided that the drying procedures are followed. More detailed recommendations and processing requirements are found in the Ingeo biopolymer sheet extrusion processing guide, the purging technical data sheet, and the drying and crystallizing processing guide, all of which can be found at [www.natureworkslc.com](http://www.natureworkslc.com).

#### Machine Configuration

Ingeo biopolymer 2003D will process on conventional extrusion machinery with the following equipment: General purpose screw with L/D ratios from 24:1 to 32:1 and compression ratio of

2.5:1 to 3:1. Smooth barrels are recommended.

#### Process Details

##### Startup and Shutdown

Ingeo biopolymer 2003D is not compatible with a wide variety of commodity resins, and special purging sequences should be followed:

1. Clean extruder and bring temperatures to steady state with low viscosity, general purpose polystyrene or polypropylene.
2. Vacuum out hopper system to avoid contamination.
3. Introduce Ingeo biopolymers into the extruder at the operating conditions used in Step 1.
4. Once Ingeo biopolymer has purged, reduce barrel temperatures to desired set points.
5. At shutdown, purge machine with high viscosity polystyrene or polypropylene.

##### Drying

In-line drying may be required. A moisture content of less than 0.025%

Processing Temperature Profile <sup>(1)</sup>		
Melt Temperature	410°F	210°C
Feed Throat	113°F	45°C
Feed Temperature	355°F	180°C
Compression Section	375°F	190°C
Metering Section	390°F	200°C
Adapter	390°F	200°C
Die	375°F	190°C
Screw Speed	20-100 rpm	

(1) These are starting points and may need to be optimized.

(250 ppm) is recommended to prevent viscosity degradation. Typical drying conditions for crystallized granules are 2 hours at 195°F (90°C) or to a dew point of -40°F (-40°C), airflow rate of greater than 0.5 cfm/lbs per hour of resin throughput. The resin should not be exposed to atmospheric conditions after drying. Keep the package sealed until ready to use and promptly reseal any unused material. Pellets that have been exposed to the atmosphere for extended time periods will require additional drying time. Amorphous regrind must be crystallized prior to drying, to assure efficient and effective drying.

## Ingeo Biopolymer 2003D Technical Data Sheet

### Compostability

Composting is a method of waste disposal that allows organic materials to be recycled into a product that can be used as a valuable soil amendment. Ingeo biopolymer is made of polylactic acid, a repeating chain of lactic acid, which undergoes a 2-step degradation process. First, the moisture and heat in the compost pile attack the polymer chains and split them apart, creating smaller polymers, and finally, lactic acid. Microorganisms in compost and soil consume the smaller polymer fragments and lactic acid as nutrients. Since lactic acid is widely found in nature, a large number of organisms metabolize lactic acid. At a minimum, fungi and bacteria participate in this degradation process. The end result of the process is carbon dioxide, water and also humus, a soil nutrient. This degradation process is temperature and humidity dependent. Regulatory guidelines and standards for composting revolve around four basic criteria: Material Characteristics, Biodegradation, Disintegration, and Ecotoxicity. Description of the requirements of these testing can be found in the appropriate geographical area: DIN V 54900-1 (Germany), EN 13432 (EU), ASTM D 6400 (USA), GreenPla (Japan). This grade of Ingeo biopolymer meets the requirements of these four standards with limitation of maximum thickness 3.2mm.

### Food Packaging Status

#### U.S. Status

On January 3, 2002 FCN 000178 submitted by NatureWorks LLC to FDA became effective. This effective notification is part of list currently maintained on FDA's website at

<http://www.fda.gov/food/ingredientpackaginglabeling/packagingfcs/notifications/default.htm>

This grade of Ingeo biopolymer may therefore be used in food packaging materials and, as such, is a permitted

component of such materials pursuant to section 201(s) of the Federal, Drug, and Cosmetic Act, and Parts 182, 184, and 186 of the Food Additive Regulations. All additives and adjuncts contained in the referenced Ingeo biopolymer formulation meet the applicable sections of the Federal Food, Drug, and Cosmetic Act. The finished polymer is approved for all food types and B-H use conditions. We urge all of our customers to perform GMP (Good Manufacturing Procedures) when constructing a package so that it is suitable for the end use. Again, for any application, should you need further clarification, please do not hesitate to contact NatureWorks LLC.

#### European Status

This grade of Ingeo biopolymer complies with Plastics Regulation 10/2011 as amended by 1282/2011. No SML's for the above referenced grade exist in Plastics Regulation 10/2011 as amended by 1282/2011. NatureWorks LLC would like to draw your attention to the fact that the EU-Plastics Regulation 10/2011, which applies to all EU-Member States, includes a limit of 10 mg/dm<sup>2</sup> of the overall migration from finished plastic articles into food. In accordance with Plastics Regulation 10/2011 the migration should be measured on finished articles placed into contact with the foodstuff or appropriate food simulants for a period and at a temperature which are chosen by reference to the contact conditions in actual use, according to the rules laid down in Plastics Regulation 10/2011.

Please note that it is the responsibility of both the manufacturers of finished food contact articles as well as the industrial food packers to make sure that these articles in their actual use are in compliance with the imposed specific and overall migration requirements.

This grade as supplied meets European Parliament and Council Directive 94/62/EC of 20 December

1994 on packaging and packaging waste heavy metal content as described in Article 11. It is recoverable in the form of material recycling, energy recovery, composting, and biodegradable per Annex II point 3, subject to the standards of the local community. Again, for any application, should you need further clarification, please do not hesitate to contact NatureWorks LLC.

### Bulk Storage Recommendations

The resin silos recommended and used by NatureWorks LLC are designed to maintain dry air in the silo and to be isolated from the outside air. This design would be in contrast to an open, vented to atmosphere system that we understand to be a typical polystyrene resin silo. Key features that are added to a typical (example: polystyrene) resin silo to achieve this objective include a cyclone and rotary valve loading system and some pressure vessel relief valves. The dry air put to the system is sized to the resin flow rate out of the silo. Not too much dry air would be needed and there may be excess instrument air (-30°F dew point) available in the plant to meet the needs for dry air. Our estimate is 10 scfm for a 20,000 lb/hr rate resin usage. Typically, resin manufacturers specify aluminum or stainless steel silos for their own use and avoid epoxy-lined steel



## Ingeo Biopolymer 2003D Technical Data Sheet

### Safety and Handling Considerations

Material Safety Data (MSD) sheets for Ingeo biopolymers are available from NatureWorks LLC. MSD sheets are provided to help customers satisfy their own handling, safety, and disposal needs, and those that may be required by locally applicable health and safety regulations, such as OSHA (U.S.A.), MAK (Germany), or WHMIS (Canada). MSD sheets are updated regularly; therefore, please request and review the most current MSD sheets before handling or using any product.

The following comments apply only to Ingeo biopolymers; additives and processing aids used in fabrication and other materials used in finishing steps have their own safe-use profile and must be investigated separately.

### Hazards and Handling Precautions

Ingeo biopolymers have a very low degree of toxicity and, under normal conditions of use, should pose no unusual problems from incidental ingestion, or eye and skin contact. However, caution is advised when handling, storing, using, or disposing of these resins, and good housekeeping and controlling of dusts are necessary for safe handling of product. Workers should be protected from the possibility of contact with molten resin during fabrication. Handling and fabrication of resins can result in the generation of vapors and dusts that may cause irritation to eyes and the upper respiratory tract. In dusty atmospheres, use an approved dust respirator. Pellets or beads may present a slipping hazard. Good general ventilation of the polymer processing area is recommended. At temperatures exceeding the polymer melt temperature (typically 170°C), polymer can release fumes, which may contain fragments of the polymer, creating a potential to irritate eyes and mucous membranes. Good general ventilation should be sufficient for most conditions.

Local exhaust ventilation is recommended for melt operations. Use safety glasses if there is a potential for exposure to particles which could cause mechanical injury to the eye. If vapor exposure causes eye discomfort, use a full-face respirator. No other precautions other than clean, body-covering clothing should be needed for handling Ingeo biopolymers. Use gloves with insulation for thermal protection when exposure to the melt is localized.

### Combustibility

Ingeo biopolymers will burn. Clear to white smoke is produced when product burns. Toxic fumes are released under conditions of incomplete combustion. Do not permit dust to accumulate. Dust layers can be ignited by spontaneous combustion or other ignition sources. When suspended in air, dust can pose an explosion hazard. Firefighters should wear positive-pressure, self-contained breathing apparatuses and full protective equipment. Water or water fog is the preferred extinguishing medium. Foam, alcohol-resistant foam, carbon dioxide or dry chemicals may also be used. Soak thoroughly with water to cool and prevent re-ignition.

### Disposal

DO NOT DUMP INTO ANY SEWERS, ON THE GROUND, OR INTO ANY BODY OF WATER. For unused or uncontaminated material, the preferred options include recycling into the process or sending to an industrial composting facility, if available; otherwise, send to an incinerator or other thermal destruction device. For used or contaminated material, the disposal options remain the same, although additional evaluation is required. (For example, in the U.S.A., see 40 CFR, Part 261, "Identification and Listing of Hazardous Waste.") All disposal methods must be in compliance with Federal, State/Provincial, and local laws and regulations.

### Environmental Concerns

Generally speaking, lost pellets are not a problem in the environment except under unusual circumstances when they enter the marine environment. They are benign in terms of their physical environmental impact, but if ingested by waterfowl or aquatic life, they may mechanically cause adverse effects. Spills should be minimized, and they should be cleaned up when they happen. Plastics should not be discarded into the ocean or any other body of water.

### Product Stewardship

NatureWorks LLC has a fundamental duty to all those that make and use our products, and for the environment in which we live. This duty is the basis for our Product Stewardship philosophy, by which we assess the health and environmental information on our products and their intended use, then take appropriate steps to protect the environment and the health of our employees and the public.

### Customer Notice

NatureWorks LLC encourages its customers and potential users of its products to review their applications for such products from the standpoint of human health and environmental quality. To help ensure our products are not used in ways for which they were not intended or tested, our personnel will assist customers in dealing with ecological and product safety considerations. Your sales representative can arrange the proper contacts. NatureWorks LLC literature, including Material Safety Data sheets, should be consulted prior to the use of the company's products. These are available from your NatureWorks LLC representative.

**NOTICE:** No freedom from any patent owned by NatureWorks LLC or others is to be inferred. Because use conditions and applicable laws may differ from one location to another and may change with time, Customer is responsible for determining whether products and the information in this document are appropriate for Customer's use and for ensuring that Customer's workplace and disposal practices are in compliance with applicable laws and other governmental enactments. NatureWorks LLC assumes no obligation or liability for the information in this document. **NO WARRANTIES ARE GIVEN; ALL IMPLIED WARRANTIES OF MERCHANTABILITY OR FITNESS FOR A PARTICULAR USE ARE EXPRESSLY EXCLUDED.**

**NOTICE REGARDING PROHIBITED USE RESTRICTIONS:** NatureWorks LLC does not recommend any of its products, including samples, for use as: Components of, or packaging for, tobacco products; Components of products where the end product is intended for human or animal consumption; In any application that is intended for any internal contact with human body fluids or body tissues; As a critical component in any medical device that supports or sustains human life; In any product that is designed specifically for ingestion or internal use by pregnant women; and in any application designed specifically to promote or interfere with human reproduction.

For additional information please contact NatureWorks via our [website](#) on the tab called [FAQ's](#) or by clicking [here](#).

  
15305 Minnetonka Blvd., Minnetonka, MN 55345

## Standard Test Method for Peel Resistance of Adhesives (T-Peel Test)<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 1876; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

*This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.*

### INTRODUCTION

The accuracy of the results of strength tests of adhesive bonds will depend on the conditions under which the bonding process is carried out. Unless otherwise agreed upon by the manufacturer and the purchaser, the bonding conditions shall be prescribed by the manufacturer of the adhesive. In order to ensure that complete information is available to the individual conducting the tests, the manufacturer of the adhesive shall furnish numerical values and other specific information for each of the following variables:

(1) Procedure for preparation of the surfaces prior to application of the adhesive, the cleaning and drying of metal surfaces, and special surface treatments such as sanding, which are not specifically limited by the pertinent test method.

(2) Complete mixing directions for the adhesive.

(3) Conditions for application of the adhesive, including the rate of spread or thickness of film, number of coats to be applied, whether to be applied to one or both surfaces, and the conditions of drying where more than one coat is required.

(4) Assembly conditions before application of pressure, including the room temperature, length of time, and whether open or closed assembly is to be used.

(5) Curing conditions, including the amount of pressure to be applied, the length of time under pressure, and the temperature of the assembly when under pressure. It should be stated whether this temperature is that of the glue line, or of the atmosphere at which the assembly is to be maintained.

(6) Conditioning procedure before testing, unless a standard procedure is specified, including the length of time, temperature, and relative humidity.

A range may be prescribed for any variable by the manufacturer of the adhesive, if it can be assumed by the test operator that any arbitrarily chosen value within such a range or any combination of such values for several variables will be acceptable to both the manufacturer and the purchaser of the adhesive.

### 1. Scope

1.1 This test method is primarily intended for determining the relative peel resistance of adhesive bonds between flexible adherends by means of a T-type specimen.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are provided for information purposes only.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:

B 209 Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Sheet and Plate<sup>2</sup>

D 907 Terminology of Adhesives<sup>3</sup>

E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines<sup>4</sup>

### 3. Terminology

3.1 *Definitions*—Many terms in this test method are defined in Terminology D 907.

3.1.1 *peel strength, n*—the average load per unit width of bondline required to separate progressively a flexible member from a rigid member or another flexible member.

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D14 on Adhesives and is the direct responsibility of D14.30 on Metal Bonding Adhesives. Current edition approved Oct. 10, 2001. Published December 2001. Originally published as D 1876 – 61 T. Last previous edition D 1876 – 00<sup>1</sup>.

<sup>2</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 02.02.

<sup>3</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 15.06.

<sup>4</sup> *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 03.01.

3.1.1.1 *Discussion*—Flexible has different meanings in different peel tests, such as “T”, 180-degree, floating-roller, or climbing-drum. The angle between the members varies with the type of peel test.

3.2 *Definitions of Terms Specific to This Standard:*

3.2.1 *flexible, adj*—indicates that the adherends shall have such dimensions and physical properties as to permit bending them through any angle up to 90° without breaking or cracking.

3.2.2 *T-peel strength, n*—the average load per unit width of bond line required to produce progressive separation of two bonded, flexible adherends, under conditions designated in this test method.

4. Apparatus

4.1 *Tension Testing Machine*, capable of applying a tensile load having the following prescribed conditions:

4.1.1 The machine and loading range selected that the maximum load on the specimen falls between 15 and 85 % of the upper limit of the loading range.

4.1.2 The rate of movement between heads essentially constant under fluctuating loads.

NOTE 1—It is difficult to meet this requirement when loads are measured with a spring-type or pendulum-type weighing device.

4.1.3 The machine equipped with suitable grips capable of clamping the specimens firmly and without slippage throughout the tests.

4.1.4 The machine shall be autographic, giving a chart that can be read in terms of inches of separation as one coordinate and applied load as the other coordinate.

4.1.5 The applied tension as measured and recorded accurate to ±1 % of any reading when calibrated in compliance with Practices E 4 requirements.

4.2 *Conditioning Room or Desiccators*—The conditioning room or desiccators (Note 2) shall be capable of maintaining a relative humidity of 50 ± 2 % at 23 ± 1°C (73.4 ± 1.8°F).

NOTE 2—A saturated solution of calcium nitrate will give approximately 51 % relative humidity at the testing temperature.

5. Test Specimen

5.1 Laminated test panels (see Fig. 1) consist of two flexible

adherends properly prepared and bonded together in accordance with the adhesive manufacturer’s recommendations. Specially prepared test panels 152 mm (6 in.) wide by 305 mm (12 in.) long, but bonded only over approximately 241 mm (9 in.) of their length. Test panels of these same dimensions may also be cut from larger, fully laminated panels.

NOTE 3—Direct comparisons of different adhesives can be made only when specimen construction and test conditions are identical.

NOTE 4—Clad aluminum alloy 0.81 mm (0.032 in.) thick conforming to Specification B 209, Alloy 2024-T3, has been found satisfactory as an adherend for structural adhesives. Canvas, coated fabrics, plastics films, and metal foils have also proven to be satisfactory adherends for use with specific adhesives.

NOTE 5—It is not essential that the two adherends be alike, either in material or thickness. They shall, however, be capable of being bent through any angle up to 90° without breaking.

5.2 Cut the bonded panels into 25-mm (1-in.) wide test specimens (see Fig. 1) by a means that is not deleterious to the bond. The 76-mm (3-in.) long unbonded ends bent apart, perpendicular to the glue line, for clamping in the grips of the testing machine.

5.3 Test at least ten specimens for each adhesive.

NOTE 6—Within the limitations imposed by Note 3, other specimen widths may be used, provided the test machine grips are of ample width to apply the load uniformly across the width of the adherends.

NOTE 7—For obtaining a gripping area on specimens that are completely bonded, one end of the bonded specimen may be chilled in dry ice until the adhesive becomes brittle, and then the adherends may be carefully pried apart. The technique will not work for all adhesives and adherends.

6. Conditioning

6.1 Condition specimens for 7 days at a relative humidity of 50 ± 2 % at 23 ± 1°C (73.4 ± 1.8°F), except where the adhesive manufacturer may specify such an aging period to be unnecessary or a shorter period to be adequate.

NOTE 8—Conditioning is not required for laminated assemblies containing only metal adherends, unless specified as a part of the bonding procedure by the manufacturer of the adhesive.

7. Procedure

7.1 Clamp the bent, unbonded ends of the test specimen in

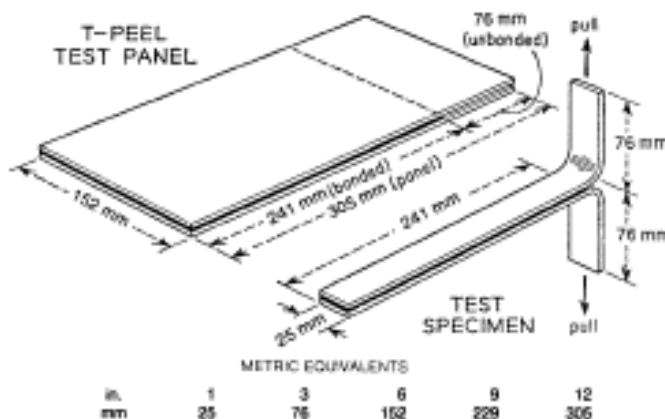


FIG. 1 Test Panel and Test Specimen



the test grips of the tension testing machine. Apply the load at a constant head speed of 254 mm (10 in.)/min.

**NOTE 9**—This speed will cause separation of the bond at a rate of 127 mm (5 in.)/min.

7.2 During the peel test make an autographic recording of load versus head movement or load versus distance peeled.

7.3 Determine the peel resistance over at least a 127-mm (5-in.) length of the bond line after the initial peak.

## 8. Calculation

8.1 Determine from the autographic curve for the first 127 mm (5 in.) of peeling after the initial peak the average peeling load in pounds per inch of the specimen width required to separate the adherends. It is preferred that the average to be determined from the curve with the use of a planimeter.

**NOTE 10**—In case a planimeter is not used, the average may be calculated as the average of load readings taken at fixed increments of crosshead motion. For example, the load may be recorded at each 25-mm (1-in.) interval of head motion (or each 12.7-mm (0.5-in.) interval of bond separation) following the initial peak, until at least ten readings have been obtained.

## 9. Report

9.1 Report the following information:

9.1.1 Complete identification of the adhesive tested, including type, source, manufacturer's code number, batch or lot number, form, etc.,

9.1.2 Complete identification of adherends used, including material, thickness, surface preparation, and orientation,

9.1.3 Description of bonding process, including method of application of adhesive, glue-line thickness, drying or pre-curing conditions (where applicable), curing time, temperature, and pressure,

9.1.4 Average thickness of adhesive layer after formation of the joint, within 0.025 mm (0.001 in.). The method of obtaining the thickness of the adhesive layer shall be described including procedure, location of measurement, and range of measurements.

9.1.5 Complete description of the test specimens, including dimensions and construction of the test specimens, conditions used for cutting individual test specimens, number of test panels represented, and number of individual test specimens,

9.1.6 Conditioning procedure prior to testing,

9.1.7 Type of test machine and crosshead separation rate used,

9.1.8 Method of recording load and determining average load,

9.1.9 Average, maximum, and minimum peeling load values for each individual specimen,

9.1.10 Average T-peel strength in pounds per inch of width for each combination of materials and constructions under test, and

9.1.11 Type of failure, that is, cohesive failure within the adhesive or adherend or adhesion to the adherend, or combination thereof, for each individual specimen (see Terminology D 907).

## 10. Precision and Bias

10.1 Precision and bias for this test method is being developed and will be available by September 2004.

## 11. Keywords

11.1 adhesive bonding; flexible adherends; T-peel strength

*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.*

*This standard is copyrighted by ASTM, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-632-9688 (phone), 610-632-9655 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).*