# Estudio de la presión interna en el molde de inyección en la producción de materiales poliméricos microcelulares de etileno-propileno con espumación física

Dr. Jaime Francisco Gómez<sup>1</sup>, Dr. Miguel Ángel Sánchez Soto<sup>2</sup>, Dr. David Arencón Osuna<sup>3</sup>, Dr. Luis Alberto Rosa Sierra<sup>4</sup>

Resumen— Se efectuó el estudio de la presión en la cavidad de un molde de inyección en dos posiciones diferentes respecto al punto de inyección para evaluar los efectos de los parámetros del proceso y la distancia de dicho punto en la morfología celular del material resultante. Con los datos obtenidos es factible definir criterios para la aplicación de este método de espumación microcelular en la fabricación de productos viables con materiales poliméricos aligerados.

Palabras clave— espumas microcelulares, sensores piezoeléctricos, moldeo por inyección.

### Introducción

El motivo de esta investigación es el desarrollo de materiales aligerados para diversas aplicaciones en la industria. Como materiales aligerados se entiende a aquellos materiales a los que se ha procesado mediante agentes espumantes para utilizarse en aplicaciones que requieren de la reducción de peso (en su defecto la densidad) y con ello aumentar el rendimiento de una actividad humana o bien el ahorro de energía, como lo son por ejemplo el calzado deportivo o la industria automotriz y/o la aeroespacial.

Los materiales espumados convencionales, utilizados ampliamente desde hace varias décadas, tienen una densidad de celdas que oscila entre  $10^4$ - $10^6$  celdas/cm³ con tamaños del orden de los milímetros. Producto de esta morfología celular, las densidades relativas de estas espumas convencionales suelen ser muy bajas, por lo general debajo de 0.3 g/cm³ en relación al material original, pero, sus propiedades mecánicas disminuyen hasta en un orden de magnitud respecto a los correspondientes polímeros sin espumar. Con el objetivo de mejorar la respuesta mecánica de estos materiales ligeros, es necesario reducir el tamaño de celda sin variar el porcentaje total de espumación.

En el Instituto Tecnológico de Massachusetts se desarrolló el proceso de preparación de espumas termoplásticas microcelulares que permite obtener tamaños de celda inferiores a los 100 µm y densidades de celda mayores, del orden de  $10^6-10^9$  celdas/cm³.,El polímero se satura con un gas en estado supercrítico, a temperatura y presión elevadas, dado que de esta forma adquieren mayor solubilidad que en estado normal [Xu, 2007]. Estas mismas variables se utilizan en diversos métodos como lo son el proceso por etapas o batch processing, o los procesos cíclicos y continuos de manufactura industrial como lo son la extrusión y la inyección, siendo éste último objeto del presente estudio. En cuanto a las morfologías celulares resultantes de éstos dos métodos industriales, Bledzki *et al.* [2004] reportaron que al mantener parámetros constantes en el proceso de extrusión, se producen espumas con celdas de mayor tamaño respecto a las espumas inyectadas.

Por su parte, en el moldeo por inyección, que actualmente está siendo comercializado y explotado por la empresa *Trexel* baja la marca Mucell ®, el proceso de espumación microcelular es capaz de producir estructuras con tamaños de celda en el rango de 100-10 µm [Xu, 2010] siendo fuertemente dependiente del tipo de material. En cuanto al ciclo de inyección, que en el método convencional de piezas sólidas consta de tres etapas (inyección, mantenimiento y enfriamiento), el proceso de moldeo por inyección con espumación física permite la reducción del tiempo de ciclo por efecto de la expansión celular al interior de la cavidad, suprimiendo o disminuyendo significativamente el tiempo de la etapa de mantenimiento y de enfriamiento.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> El Dr. Luis Alberto Rosa Sierra es profesor investigador de tiempo completo en el Centro Universitario de Arte Arquitectura y Diseño de la Universidad de Guadalajara.



<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> El Dr. Jaime Francisco Gómez Gómez es profesor de Desarrollo de Producto en el Centro Universitario de Arte Arquitectura y Diseño de la Universidad de Guadalajara, México. jaime.gomez@cuaad.udg.mx (autor corresponsal)

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> El Dr. Miguel Ángel Sánchez Soto es profesor investigador en el programa de Ciencia e Ingeniería de los Materiales de la Universitat Politècnica de Catalunya e investigador del Centre Català del Plàstic.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> El Dr. David Arencón Osuna es profesor adjunto de Ciencia e Ingeniería de los Materiales de la Universitat Politècnica de Catalunya en la Escuela Técnica Superior de Ingeniería de Terrassa e investigador en el Centre Català del Plàstic.

En lo referente a la medición de la presión interna del molde, los sistemas de monitoreo son ampliamente utilizados como estrategia para el control del proceso convencional de moldeo por inyección de piezas sólidas. De esta forma se verifica la consistencia del proceso, desde la etapa de llenado por velocidad a la etapa de llenado por presión hidráulica y mantenimiento. Dado que en el proceso de moldeo por inyección con espumación física, la carga de material es menor respecto al moldeo de piezas sólidas, el llenado y conformado de la pieza depende de la expansión celular, y por consecuencia las presiones resultantes en el interior del molde son significativamente menores.

# Descripción del método

Se inyectaron placas cuadradas de copolímero en bloque etileno-propileno de 100 mm por lado con espesor de 5 mm. Se utilizó una inyectora modificada y un sistema de suministro de fluido en estado supercrítico Mucell®, utilizando nitrógeno como agente espumante físico. La presión de la cavidad se monitoreó mediante dos sensores piezoeléctricos y un dispositivo de medición de presión. Se evaluaron los efectos de la velocidad de inyección, el volumen de inyección y la temperatura del molde.

## Descriptiva de materiales

Para el estudio de la presión interna en el interior del molde de inyección con agente espumante físico, se seleccionó un grado heterofásico de copolímero en bloque de etileno y polipropileno (EPBC) (*ISPLEN PB 171 H1M*), suministrado por REPSOL, con una densidad de 0.905 g/cm<sup>3</sup> (ISO 1183, 230°C; 2.16 kg) e índice de fluidez de 9.5 g/10 min (ISO 1133).

## Procesamiento

Se inyectaron probetas de placa cuadrada de 100 mm x 100 mm con 5 mm de espesor en una inyectora Engel modelo *Victory 110* con fuerza de cierre de 110 toneladas, equipada con una válvula de inyección serie II de 25 mm, un sistema de suministro de fluido supercrítico MuCell © y una boquilla cerrada para dicho sistema (Trexel Inc., Woburn, MA, EEUU). El perfil de temperaturas para las probetas de EPBC es de 230° C, 225°C, 215°C, 205 °C y 195°C, tanto para las probetas sólidas como para las espumadas. El cuadro 1 muestra las condiciones de inyección.

	Nivel				
Factor	-1	0	+1		
Temperatura de molde (°C)	20	40	60		
Velocidad de inyección (cm <sup>3</sup> /s)	70	90	110		
Volumen de dosificación (cm <sup>3</sup> )	47	50	55		

Cuadro 1. Condiciones de inyección de las muestras microcelulares de EPBC.

Caracterización morfológica y densidad aparente y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)
Para la medición de la densidad aparente de las placas cuadradas, se obtuvieron varias secciones como se indica en la figura 1. Posteriormente se midieron y pesaron para con ello hacer el cálculo de la densidad celular.

Una vez obtenidas las muestras de las secciones transversales de las placas de 5mm, estas se cubrieron con una capa de oro por medio de un pulverizador catódico *Bal-Tec SCD 005*, en atmósfera de argón. La observación morfológica se realizó con un microscopio electrónico de barrido *JEOL JSM-5610* operado a un voltaje de 300 kV, obteniendo imágenes de la morfología celular a diferentes aumentos.

La densidad celular se calculó a través de la siguiente fórmula [Sorrentino, 2010]:

$$N_0 = \left(\frac{n}{A}\right)^{\frac{3}{2}} \left(\frac{\rho_s}{\rho_f}\right)$$

donde  $N_0$  representa el número de celdas por cm<sup>3</sup>, n es el número de celdas en la fotografía, A es el área de la fotografía en cm<sup>2</sup>, y  $\rho_s$  y  $\rho_f$  son la densidad del sólido y de la sección espumada respectivamente.



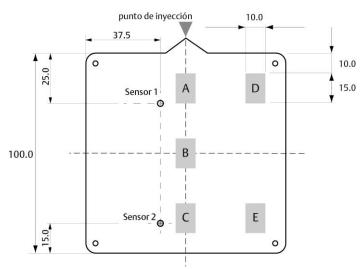


Figura 1. Esquema de seccionamiento para la obtención de muestras para la medición de la densidad aparente y disposición de sensores en el interior de la cavidad.

### Estudio de la presión interior en la cavidad

Para monitorear la presión en el interior de la cavidad y medir el diferencial de presión que propicia la nucleación de las celdas en el moldeo por espumación física, se instalaron dos sensores piezoeléctricos de presión con una sensibilidad de -9.4 pC/bar en el molde de placa cuadrada de 100 mm por lado y 5 mm de espesor (ver figura 1). Las señales obtenidas se capturaron y analizaron por medio de un sistema de control y monitoreo de proceso *CoMo Injection* 2869B001 proporcionado por Kistler®.

Una vez capturadas las señales, se obtuvieron los perfiles de presión durante el proceso de inyección, las presiones máximas de ciclo en ambas posiciones y con los datos experimentales se determinaron los tiempos para alcanzar dichas presiones. Estos datos se contrastaron respecto a las estructuras celulares obtenidas para su análisis posterior.

# Resumen de resultados

Las imágenes obtenidas por SEM presentan una estructura piel/núcleo, tipo sándwich, como se observa en la figura 4.12. Como una característica general, las pieles no tienen celdas. Contrario a lo que se ha reportado en los polímeros amorfos, el espesor de la piel no disminuye significativamente en dirección del flujo fuente [Huang, 2008], siendo esto atribuible a la corta distancia de flujo dentro del molde. En cuanto a la estructura celular, la sección más lejana al punto de inyección (la sección C) muestra una estructura de celdas comparativamente pequeñas respecto a las de las otras dos secciones (A y B).

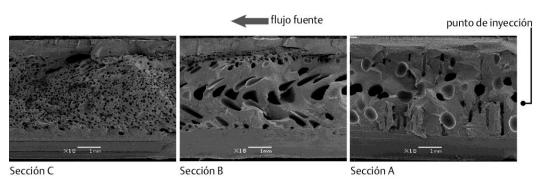


Figura 3. Imágenes SEM de una muestra espumada de EPBC. Condiciones de procesamiento: T.  $_{molde}$  =10°C; Vel. Iny $_{s}$  = 90 cm $^{3}$ /s; Vol. = 50 cm $^{3}$ .

A través de los sensores en la cavidad del molde se obtuvieron con precisión los perfiles de llenado consistiendo de una gráfica de la presión en el interior de la cavidad respecto al tiempo de ciclo.

En la literatura [Xu, 2010; Chen, *et al.*, 2008; Kurt, 2009; Berry, 2011] se ha reportado que las curvas presión/tiempo de ciclo de inyección con espumación física son diferentes a las del ciclo de inyección convencional:



se tienen registros de presión comparativamente más bajos y al reducirse o eliminarse la presión de mantenimiento, los picos de caída de presión son muy bruscos. En la figura 3 se muestra una gráfica comparativa de dos juegos de curvas obtenidas con el sistema CoMO de Kistler, al invectar EPBC.

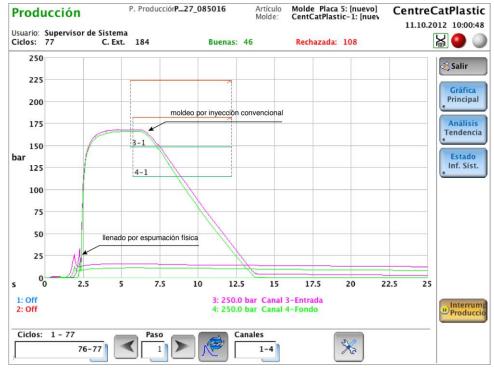


Figura 3. Comparativa de curvas presión/tiempo de ciclo entre moldeo por inyección convencional y el llenado por espumación física.

Se aprecia que las curvas mayores, corresponden a la presión por moldeo convencional y las pequeñas corresponden a curvas por sistema Mucell®. En este último, estas curvas se obtuvieron con los siguientes parámetros: temperatura del molde a 40°C, velocidad de inyección de 90 cm3/s, y volumen de dosificación de 47 cm3. Se seleccionaron estos parámetros debido a que produjeron las estructuras celulares con menores distorsiones y mayor homogeneidad. Se observa que los valores de presión del material sólido se localizan en torno a los 168 bares (16.8 MPa), mientras que por el proceso Mucell, el valor máximo de presión es de 27.6 bares (2.76 MPa).

En la figura 4 se muestran con mayor detalle las dos curvas generadas durante la inyección de la espuma. La primera zona hasta el pico corresponde a la presión ejercida por el material al entrar en la cavidad (presión de inyección) mientras que la caída y mantenimiento posterior se debe a la acción del gas en expansión dentro de la cavidad. En lo que se refiere a las curvas presión/tiempo de ciclo, la mayor muestra un pico agudo y también una súbita caída de presión, hasta los 13.3 bares pasados los primeros 2 segundos del ciclo, aunque se observa que hay una recuperación posterior al punto mínimo alcanzado, pasando por una etapa de estabilización hasta llegar a los 15.95 bares a los 4.2 segundos del ciclo de enfriamiento. Después comienza un suave descenso en la presión que se prolonga hasta la apertura del molde y la expulsión de la pieza.

Asimismo, en la figura 4 se observa la curva registrada por el segundo sensor, que aparece más tarde al encontrarse más alejado de la entrada, mostrando un registro menor de presión pero con un trazo similar. En ambos casos destaca la recuperación en ambas presiones y su posterior descenso a partir de los 4 segundos.

Por su parte, en el cuadro 3 se presentan los registros de las mediciones de la presión en la cavidad para la inyección de espumas estructurales de EPBC Isplen 171 H1M. Se observa que las presiones hidráulicas (quinta columna de la tabla), como es lógico, son superiores a las presiones registradas por los sensores, siendo la mayor de 371 bares (37.1 MPa). Cabe aclarar que esta presión hidráulica es la que registra en la válvula de la máquina inyectora.



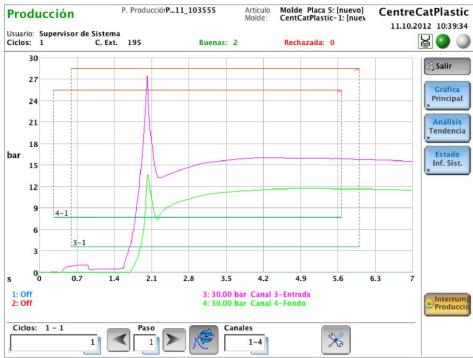


Figura. 4. Curvas obtenidas con los parámetros de proceso en EPBC: Temperatura de molde= 40°C; velocidad de invección= 90 cm³/s; volumen de dosificación= 47 cm³.

Temp. Molde (°C)	Vel. Iny. (cm <sup>3</sup> /s)	Vol. Dos. (cm <sup>3</sup> )	zona	Presión hidráulica (bar)	Presión cavida (bar)	Dif. P.H. cavidad (bar)	dif. entre sensores (bar)	Densidad celular	Diametro promedio (µm)
20 90	00	50	A	364.3	33.9	330.4	14.9	$2.7 \times 10^{3}$	390
	90		C	364.3	19.0	345.3	14.9	$1.6 \times 10^6$	65
40 70	70	50	A	333.1	32.9	300.2	15.4	$2.7 \times 10^3$	408
	70	50	С	333.1	17.5	315.7	15.4	$1.8 \times 10^6$	68
40 90	00	00 50	A	353.9	36.3	317.6	15.4	$4.2 \times 10^3$	379
	90		C	353.9	20.9	333.0	15.4	$1.8 \times 10^6$	57
40 90	00	47	A	371.6	27.6	344.1	13.9	$9.1 \times 10^4$	187
	90		C	371.6	13.7	357.9	13.9	$3.4 \times 10^6$	71
40 1	110	50	A	370.7	33.7	337.0	12.9	$6.5 \times 10^3$	322
	110	30	C	370.7	20.9	349.9	12.9	$1.9 \times 10^6$	61
60	90	50	A	357.4	36.4	321.0	16.0	$3.5 \times 10^3$	451
			C	357.4	20.4	337.0	16.0	$8.1 \times 10^5$	84

Cuadro 3. Valores de presión medida en el interior de la cavidad respecto a la presión hidráulica registrada y sus morfologías resultantes por sección en espumas de EPBC.

La caída de presión más alta es de 358 bares (35.8 MPa) en condiciones de temperatura intermedia de molde (40 °C), velocidad intermedia de inyección (90 cm3/s), y un volumen 47 cm3, favoreciendo la nucleación de una mayor cantidad de celdas. Esta condición de hecho favoreció la formación de la población celular más elevada en la zona más alejada del punto de inyección, la sección C con 3.4 x 106 celdas por cm3, aunque a su vez es la que presenta mayores diferencias entre densidades celulares entre las secciones extremas (A y C).

En lo que respecta al diámetro promedio, se observan grandes diferencias entre esta sección, de 71  $\mu$ m, y la más cercana al punto de inyección, que es de 187  $\mu$ m. Sin embargo, esta condición es la que presenta la menor de estas diferencias en comparación con el resto de las condiciones estudiadas, apenas de 116  $\mu$ m. Diferencias aparte, toda las secciones C exhiben valores mucho menores que en las secciones A, lo que evidencia el denominado "efecto entrada".



### **Comentarios Finales**

Se comprueba que la mayor caída de presión induce la nucleación de poblaciones celulares más homogéneas, si bien no son las más finas, los tamaños de celda en la sección C se encuentran dentro de lo que comercialmente se acepta como microcelular para este copolímero en bloque.

#### Resumen de resultados

Se logró obtener un perfil de las curvas presión-tiempo del ciclo de moldeo por inyección con las que se constata que es factible controlar la morfología celular (tamaño promedio de celda y densidad celular) de la espuma resultante. El parámetro de inyección más significativo es el volumen de inyección, seguido de la temperatura de molde, mientras que la velocidad de inyección no es un parámetro determinante en este material polimérico.

#### Conclusiones

A través del monitoreo de la presión en el interior de la cavidad de un molde de inyección, es posible evaluar y controlar la morfología celular de un material polimérico obtenido mediante espumación física con nitrógeno en estado supercrítico. Se constata la viabilidad para utilizar el sistema de monitoreo de presión con sensores piezoeléctricos para la obtención de espumas poliméricas de etileno-propileno en bloque por medio de moldeo por inyección en la manufactura de componentes.

### Recomendaciones

Los investigadores que deseen continuar esta línea de investigación deberán tomar en cuenta que la solubilidad del nitrógeno en poliolefinas es menor a la que se ha observado con otros polímeros. Es importante comentar que se aumente la relación gas disuelto/polímero para obtener estructuras celulares más homogéneas en este copolímero.

#### Referencias

BERRY, Mark. Applied Plastics Engineering Handbook. Myer Kutz ed., Oxford: William Andrew Publishing, 2011. 14 - Microcellular Injection Molding, pp. 215-226. ISBN 9781437735147.

BLEDZKI, A.K., and Faruk, O. Extrusion and Injection Molded Microcellular Wood Fiber Reinforced Polypropylene Composites. *Cellular Polymers*, 2004. 23, 211-227. ISSN (electronic): 1478-2421.

CHEN, Shia Chung, et al., Effects of Process Conditions on the Mechanical Properties of Microcellular Injection Molded Polycarbonate Parts. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 2008, vol. 27, no. 2, pp. 153-165. ISSN 07316844.

HUANG, H., Wang, J., Equipment development and experimental investigation on the cellular structure of microcellular injection molded parts, *Polymer Testing*, 2008, vol. 27, no. 4, pp. 513-519, ISSN: 0142-9418.

KURT, Mustafa, et al. Experimental Investigation of Plastic Injection Molding: Assessment of the Effects of Cavity Pressure and Mold Temperature on the Quality of the Final Products. *Materials & Design*, 9, 2009, vol. 30, no. 8, pp. 3217-3224. ISSN 0261-3069.

SORRENTINO, L.; DI MAIO, E. and IANNACE, S. Poly(Ethylene Terephthalate) Foams: Correlation between the Polymer Properties and the Foaming Process, *Journal of Applied Polymer Science*, 2010, vol. 116, no. 1, pp. 27-35. ISSN 1097-4628.

XU, Zhi-Mei, et al., Foaming of Polypropylene with Supercritical Carbon Dioxide. *The Journal of Supercritical Fluids*, 6, 2007, vol. 41, no. 2, pp. 299-310. ISSN 0896-8446.

XU, Jingyi, Microcellular injection molding, New Jersey, Wiley, 2010, 618 pp., ISBN 978-0-470-46612-4.

## Notas Biográficas

- El **Dr. Jaime Francisco Gómez Gómez** es profesor investigador de tiempo completo titular A en el Centro Universitario de Arte Arquitectura y Diseño de la Universidad de Guadalajara y se doctoró en Ciencia e Ingeniería de los Materiales por la Universitat Politècnica de Catalunya -Barcelona Tech habiendo desarrollado su tesis sobre materiales poliméricos microcelulares. Ha publicado artículos en revistas arbitradas en Canadá, EEUU, Japón, e Inglaterra.
- El **Dr. Luis Alberto Rosa Sierra** es profesor investigador de tiempo completo titular C en el Centro Universitario de Arte Arquitectura y Diseño de la Universidad de Guadalajara y se doctoró en Ciencia e Ingeniería de los Materiales y Metalurgia por la Universitat Politècnica de Catalunya -Barcelona Tech, habiendo desarrollado su tesis sobre adhesión en materiales poliméricos bicapa. Es autor de varios libros sobre la materia y ha publicado artículos en revistas arbitradas en Canadá, EEUU, Japón, Turquía e Inglaterra.
- El **Dr. Miguel Ángel Sánchez Soto** es profesor adjunto en la Universitat Politècnica de Catalunya en el Departamento de Ciencia e Ingenniería de los Materiales en la Escuela Técnica Superior de Ingeniería de Terrassa y es investigador del Centre Català del Plàstic sobre las relaciones estructrura-procesamiento-propiedades de los materiales, el impacto ambiental y materiales micro reforzados y aerogeles. Ha publicado artículos en revistas arbitradas en EEUU, Inglaterra, Canadá y España.
- El **Dr. David Arencón Osuna** es profesor adjunto en la Universitat Politècnica de Catalunya en el Departamento de Ciencia e Ingeniería de los Materiales en la Escuela Técnica Superior de Ingeniería de Terrassa. Es investigador del Centre Catlà del Plàstic en temas de materiales celulares y mecánica de la fractura. Ha participado en congresos internacionales y publicado en artículos en revistras arbitradas de EEUU, Inglaterra, Canadá y España.

