

## Treball final de grau

**Estudi:** Grau en Enginyeria en Tecnologies Industrials

**Títol:** Predicció del procés de cristal·lització dels polímers a partir d'experiments de calorimetria diferencial.

**Document:** Resum

**Alumne:** Marc Sendra Masó

**Tutors:** Pere Roura i Jordi Farjas

**Departament:** Física

**Àrea:** Ciències dels materials i enginyeria de la metal·lúrgia. Física aplicada

**Convocatòria:** Febrer 2018

## Índex

1. Introducció	2
2. Resum	3

## **1. Introducció**

Aquest document és un resum del projecte de fi de grau: "Predicció del procés de cristal·lització dels polímers a partir d'experiments de calorimetria diferencial".

## 2. Resum

L'objectiu d'aquest projecte ha estat l'estudi de la cristal·lització de dos polímers, PET i poliamida, per tal d'esbrinar la teoria de cristal·lització que hi ha al darrere i poder-la modelar. Per tal d'aconseguir-ho, hem millorat la metodologia de realització dels experiments utilitzada per en Martí Cros i el mètode d'anàlisi. Amb l'implementació d'aquestes millores hem obtingut les prediccions i posteriorment les hem comparat amb experiments independents.

El projecte es divideix en cinc grans blocs o capítols: en el primer es dóna una breu introducció a la teoria dels polímers i la teoria de cristal·lització dels polímers termoplàstics. En el segon bloc s'explica l'aparell de calorimetria diferencial que s'ha utilitzat, el funcionament d'aquest i els experiments de cristal·lització durant el refredament i l'escalfament. En el tercer bloc hem parlat del mètode d'anàlisi teòrica en la qual es basa la cristal·lització. En el quart s'han exposat els treballs realitzats amb les diferents mostres candidates i els resultats finals obtinguts amb la mostra de PET, i finalment en l'últim, mostrem els resultats obtinguts amb mostra de la poliamida.

En aquest resum intentarem descriure de manera concisa i clara cadascun dels diferents blocs dels que disposa la memòria per tal de donar una idea general del contingut del projecte.

*Introducció:* La primera part del capítol està destinat en explicar les millores que ha incorporat el projecte que hem elaborat, ja sigui la utilització dels experiments de refredament i escalfament a l'hora de realitzar els ajustos, millora del mètode d'anàlisi cinètic i la realització d'experiments independents per tal de validar les prediccions.

La segona part està destinada a introduir conceptes bàsics dels polímers i explicar la teoria de la cristal·lització d'aquests per tal de poder entendre el projecte en el transcurs dels capítols posteriors. Conceptes bàsics com definir que és un polímer, quines tres grans famílies hi ha i les diferències existents, altres maneres de classificar-los i el perquè en l'ús de termoplàstics són bàsics d'entendre per tal d'avançar en el projecte.

*Els experiments de calorimetria diferencial:* Aquest capítol està dividit en tres parts. En la primera s'explica el principi de funcionament en el qual es basa la tècnica de calorimetria diferencial d'escombrat (DSC), el segon es centra en l'aparell i mostra les diferents parts

de les que consta, accessoris dels que disposa i les diferents possibilitats i tècniques que poden utilitzar-se.

Finalment, en els dos últims apartats s'exposen els factors a tenir en compte per a una bona realització dels experiments de cristal·lització durant el refredament i l'escalfament, i s'introdueixen dos conceptes nous que són bàsics per tal d'entendre i poder realitzar les prediccions. Aquests nous conceptes són la velocitat de cristal·lització i el grau de cristal·lització.

*Mètode d'anàlisi teòrica:* Aquest capítol està pensat per explicar la teoria i mètode d'ajust que hi ha al darrere del programa "Pics" dissenyat pel professor Jordi Farjas.

El primer apartat està centrat en explicar el model teòric en el qual es basa el programa que utilitzem per tal de fer les prediccions durant el refredament i isoterma. En primera instància s'exposa els motius pels quals s'utilitza el mètode de Friedman adaptat a la cinètica de Hoffman-Lauritzen i posteriorment es desenvolupa el model per tal d'entendre la teoria que el regeix.

Un cop exposat el model teòric, en el segon apartat del capítol s'explica l'ajust que s'utilitza per tal d'obtenir els paràmetres cinètics, acompanyat amb un exemple pràctic per tal de facilitar-ne la comprensió.

Per finalitzar, l'últim apartat d'aquest capítol està destinat a explicar les prediccions durant el refredament i durant una isoterma.

*Resultats PET:* Aquest penúltim capítol de la memòria està destinat a descriure tots els treballs de laboratori que s'han realitzat en aquest projecte fins a obtenir la mostra de PET que ens han permès realitzar les prediccions, aquesta última també inclosa en el capítol. El capítol està dividit en quatre apartats, un per cada mostra.

- Mostra B1: Aquesta mostra té una massa de 5.082 mg i es va degradar, per tant, va deixar de ser útil per a continuar els experiments de cristal·lització amb ella. Un cop estudiats els experiments realitzats amb aquesta mostra, vam implementar dues millores en la metodologia de realització dels experiments: eliminació de la isoterma un cop el polímer ha fos i estabilització de la mostra amb el forn del DSC de Mettler Toledo abans de realitzar els experiments de cristal·lització.

- Mostra B2: La mostra B2 té una massa de 5.036 mg de la que vam obtenir uns mals resultats en els ajustos dels paràmetres cinètics que no ens va permetre realitzar les prediccions.
- Mostra de Preforma: Un cop realitzats els experiments amb la mostra anterior vam decidir canviar les pòlvores per una preforma de PET en forma quadrada. La mostra que vam triar d'entre les que vam analitzar en un primer experiment de refredament va ser la que tenia una massa de 7.193mg per la forma i amplada del pic. Aquesta mostra presentava moltes garanties a priori però va resultar que els experiments de cristal·lització durant l'escalfament van ser molt dolents i obteniem uns mals ajustos dels paràmetres cinètics, motiu pel qual vam descartar-la de nou. A pesar de millorar millorar el tremp utilitzant nitrogen líquid abans de realitzar els experiments de cristal·lització durant l'escalfament no vam obtenir els resultats esperats.
- Mostra de A: Després dels experiments de cristal·lització fallits vam optar per realitzar les prediccions amb la mostra d'en Martí, un cop comprovat que la mostra seguia estant en bon estat. Abans d'entrar en matèria del nostre projecte vam resumir els resultats obtinguts per en Martí. Un cop realitzats els experiments de cristal·lització de nou hem realitzat els ajustos obtenint nous paràmetres cinètics i posteriorment vam realitzar dos prediccions de refredament a diferents velocitats de refredament  $\beta=1.25$  i  $10\text{K/min}$  i durant isoterma a  $215$  i  $220^\circ\text{C}$ . Un cop obtingudes ambdues prediccions vam realitzar altres prediccions de cristal·lització durant el refredament per tal de construir el diagrama TTT a diferents temperatures i graus de cristal·lització. Els resultats de les prediccions durant el refredament van ser molt satisfactoris mentre que no tant pel cas de les d'isotermes.

*Resultats poliamida (PA6):* Per tal d'extendre l'estudi i demostrar que el mètode és vàlid per altres polímers diferents del PET vam realitzar els experiments de cristal·lització amb una poliamida. Un cop realitzats els experiments de refredament i no aconseguir bons experiments d'escalfament vam realitzar els ajustos sense aquests, no obstant vam aconseguir un bon resultat, i per tant, vam realitzar les prediccions de refredament i isoterma sense els experiments d'escalfament. Posteriorment vam calcular el diagrama TTT i els resultats van ser molt satisfactoris tant en el diagrama TTT com en les prediccions.

