

INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES
DE MONTERREY

CAMPUS ESTADO DE MÉXICO



ESTIMACIÓN DE LA RESISTENCIA A LA FRACTURA
DINÁMICA BAJO CONDICIONES DE DEFORMACIÓN PLANA
EN POLÍMEROS NANOREFORZADOS

TESIS QUE PRESENTA

HUGO RUBÉN LÓPEZ CABRERA

MAESTRÍA EN NANOTECNOLOGÍA

Junio 2020

Abstract

The tendency of using polymers in manufacturing pipes for gas or water distribution in Mexico is increasing. However, Rapid Crack Propagation, a catastrophic mechanical failure, has occurred in such pipes in service. The design and manufacture of the High Speed Double Torsion test device is carried out in this work in order to promote RCP in nanocomposites to measure their dynamic fracture resistance as a function of crack speed.

The HSDT machine was designed, manufactured and instrumented to be able to measure: impact force, crack speed propagation and load velocity during testing. Different blends of nanocomposites were produced by extrusion and injection molding methods. Nanocomposite blends were made of High Density Polyethylene (Alathon H5618) as a matrix and a montmorillonite nanoclay (I.31 PS) as a nanoreinforcement. HDPE I.31PS 1 %wt, HDPE I.31PS 3 %wt and HDPE I.31PS 5 %wt blends were prepared. X-ray Diffraction, Dynamic Mechanical Analysis and Single-Edge Notched Beam test were carried out as characterization techniques in order to study mechanical properties of the blends proposed. Furthermore, the nanocomposites materials were tested in the implemented HSDT machine considering impact velocities of 2.4 ± 0.3 m/s with a conditioning temperature of -5 ± 0.1 °C. Then, dynamic fracture resistance under plane strain conditions was calculated by means of a dynamic approach which considers the existence of torsional waves and a stick-slip crack propagation mode. Experimental results showed that the dynamic fracture resistance under plane strain conditions increased as %wt increased. This improvement was mainly associated with an intercalated and exfoliated morphology achieved on the corresponding blends and with the increase in the loss modulus observed in DMA.

Resumen

La tendencia de utilizar polímeros para manufacturar tuberías dedicadas a la distribución de gas y agua en México está incrementando. Sin embargo, en tuberías en servicio se ha reportado un fenómeno catastrófico de falla mecánica denominado Rapid Crack Propagation. El diseño y manufactura de la máquina de pruebas High Speed Double Torsion se desarrolla en este trabajo con la intención de promover RCP en nanocompuestos para medir su resistencia a la fractura dinámica en función de la velocidad de la grieta.

La máquina HSDT es diseñada, construida e instrumentada para medir: fuerza de impacto, velocidad de propagación de grieta y velocidad de impacto durante la ejecución de una prueba. Diferentes mezclas de nanocompuestos son producidas mediante métodos de extrusión y moldeo por inyección. Las mezclas de nanocompuestos fueron hechas de polietileno de alta densidad como matriz (Alathon H5618) y nanoarcilla montmorillonita (I.31PS) como nanorefuerzo. Las mezclas de HDPE I.31PS 1 %más., HDPE I.31PS 3 %más., HDPE I.31PS 5 %más. fueron preparadas. Las técnicas de caracterización: difracción de rayos X, análisis dinámico mecánico y, prueba de flexión de tres puntos con geometría SENB fueron llevadas a cabo para estudiar las propiedades mecánicas de los nanocompuestos propuestos. Además, dichos compósitos fueron ensayados en la máquina HSDT implementada considerando velocidad de impacto de 2.4 ± 0.3 m/s bajo una temperatura de acondicionamiento de -5 ± 0.1 °C. Luego, la resistencia a la fractura dinámica bajo condiciones de deformación plana es calculada mediante un modelo dinámico que considera la existencia de ondas torsionales y un modo de propagación de grieta tipo stick-slip. Los resultados experimentales mostraron que la resistencia a la fractura dinámica bajo condiciones de deformación plana incrementaron conforme el %más. incrementaba. Esta mejora fue atribuida principalmente a la morfología intercalada y exfoliada que se logró en las mezclas correspondientes y, al incremento del módulo de pérdida observado en DMA.

Agradecimientos

Primeramente, y no desmereciendo la gratitud que tengo hacia el ITESM, me gustaría agradecer a mis padres, Elizabeth y Rubén, por la comprensión y el apoyo incondicional en mis decisiones durante este periodo de estudio. Agradezco a ellos la demostración de amor, motivación y fuerza de voluntad que cualquier estudiante necesita para superar cualquier reto académico. Gracias mamá y papá.

Ofrezco un total agradecimiento al Tecnológico de Monterrey y al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por brindarme la oportunidad de estudiar un posgrado de calidad, mismo que se desarrolló con recursos de la propuesta 7213 de la convocatoria de Proyectos de Desarrollo Científico para Atender Problemas Nacionales 2017. Gracias a todos mis profesores con quienes tuve oportunidad de atender clases en lo que respecta al programa de Maestría en Nanotecnología.

Agradezco a mis asesores la Dra. Andrea Guevara y el Dr. Ulises Figueroa por la confianza, el apoyo, la paciencia y el seguimiento para que este trabajo de investigación resultase en un aporte más para el grupo. Muchas gracias docs.

Gracias al Colegio Imperial de Londres por su colaboración al permitirnos utilizar sus instalaciones para llevar a cabo las técnicas de caracterización de materiales expuestas en este trabajo. Gracias Jordy.

Finalmente, me gustaría agradecer a mis amigos del grupo de enfoque quienes siempre manifestaron su apoyo: Luis, Fred, Marcelo, José Luis, Joaquín, Sergio, Isabel. Agradezco al “señor señor” José Antonio Macedo, quien siempre mostró disponibilidad para compartir sus conocimientos y experiencias en los laboratorios. Gracias a Joaquin Loaiza y Julio Varela quienes me recibieron como en casa durante el trabajo experimental realizado en campus Puebla. Gracias también a su familia.

Índice general

Abstract	4
Resumen	5
Agradecimientos	6
Índice de Figuras	15
Índice de Tablas	17
Lista de acrónimos	19
Nomenclatura	23
1. Introducción	24
1.1. Planteamiento del problema	24
1.2. Hipótesis	27
1.3. Objetivos	27
1.3.1. Objetivo general	27
1.3.2. Objetivos específicos	27
2. Marco teórico	28
2.1. Mecánica de la fractura	28
2.2. Métodos analíticos de la mecánica de la fractura	29
2.3. Propagación rápida de la grieta	33

2.4. Pruebas mecánicas de fractura en termoplásticos	34
2.5. La prueba mecánica HSDT	36
2.6. Modelo dinámico de la prueba HSDT	38
2.7. Materiales compuestos	41
2.8. Técnicas de caracterización de materiales	42
2.8.1. Difracción de rayos X (XRD)	42
2.8.2. Análisis dinámico mecánico (DMA)	45
2.8.3. Prueba de flexión de tres puntos con geometría SENB	47
3. Diseño y construcción de la máquina HSDT	48
3.1. Estructura	49
3.2. Sistema de presurización de aire comprimido	50
3.3. Módulo de liberación del proyectil	52
3.4. Porta-probetas	53
3.5. Sistema de Frenado	54
3.6. Máquina HSDT fabricada	56
4. Instrumentación de la máquina HSDT	58
4.1. Arreglo electrónico	59
4.1.1. Medición de velocidad del proyectil	59
4.1.2. Medición de propagación de grieta	61
4.1.3. Medición de fuerza de impacto	62
4.2. Instrumentación virtual	64
4.2.1. Instrumentación virtual: Velocidad de impacto	64
4.2.2. Instrumentación virtual: Velocidad de propagación de grieta	65

ÍNDICE GENERAL	9
4.2.3. Instrumentación virtual: Fuerza de impacto	66
5. Preparación de probetas	68
5.1. Proceso de extrusión y peletizado	68
5.1.1. Metodología de extrusión y peletizado de nanocompuestos	72
5.2. Proceso de moldeo por inyección	74
5.2.1. Criterios de diseño y mecanizado de la cavidad del molde de inyección de plásticos	75
5.2.2. Simulación en MoldFlow	78
5.2.3. Mecanizado del molde	81
5.2.4. Inyección de las probetas HSDT	84
5.2.5. Aplicación de la técnica de cuadrículado de líneas de material conductor en las probetas HSDT	89
6. Caracterización de materiales	93
6.1. Ensayo de flexión en tres puntos	93
6.2. Difracción de rayos X	95
6.3. Análisis dinámico mecánico	98
7. Resistencia a la fractura dinámica en nanocompósitos	101
7.1. Pruebas HSDT preliminares	102
7.2. Pruebas HSDT en materiales nanocompuestos	103
8. Análisis de resultados	110
8.1. Instrumentación de la máquina HSDT	110
8.2. Resultados de SENB y DMA	111
8.3. Resultados de G_{dI}	111

8.3.1. Caso 1: HDPE 0 %más.	112
8.3.2. Caso 2: HDPE I.31PS 1 %más.	113
8.3.3. Caso 3: HDPE I.31PS 5 %más.	113
8.3.4. Análisis estructural	114
8.3.5. Modelo de estimación de G_{d1}	115
9. Conclusiones y trabajo futuro	116
9.1. Conclusiones	116
9.2. Trabajo futuro	117
9.2.1. Estrategias de medición de \dot{a}	118
9.2.2. Trabajo de investigación inmediato	123
Anexos	130

Índice de Figuras

2.1. Balance de energía de Griffith [11].	30
2.2. Plato infinito con grieta de longitud $2a$ sujeto a un esfuerzo de tensión σ . En términos prácticos “infinito” significa que el ancho del plato es $\gg 2a$ [9].	31
2.3. Tres modos de carga que una grieta puede experimentar [11].	31
2.4. Esfuerzos cerca de la punta de la grieta en un material elástico [9].	32
2.5. Interpretación de la integral J [13].	33
2.6. Principales pruebas mecánicas para la evaluación de la tenacidad de la fractura, G	35
2.7. Diagrama esquemático de la prueba HSDT [18].	36
2.8. Perfil de rotación de la probeta HSDT [15].	37
2.9. Fractografía a una escala de 1 mm de una superficie de fractura de polipropileno impactado a 20°C manifestando la zona de iniciación (zona 1) y propagación (zona 2) de grieta [13].	38
2.10. Tipos de morfologías en materiales nano-reforzados: a)microcompuestos, b)intercalado y, c)exfoliado. Imagen modificada de [30].	44
2.11. Patrones XRD para diferentes tipos de estructuras en nanocompuestos. Imagen modificada de [31].	44

2.12. Datos XRD de un material nano-compuesto a diferente %más. de nano-relleno: (·)0 %más., (Δ)5 %más., (\blacktriangle)10 %más., (\diamond)20 %más., (\times)30 %más., (\square)40 %más., (\blacksquare)50 %más., y ($-$)100 %más. de nano-arcilla. Imagen modificada de [32].	45
2.13. Desfase durante la aplicación de una carga cíclica. Imagen modificada de [35].	46
2.14. Análisis dinámico mecánico de dos muestras de LDPE. Imagen modificada de [37].	46
2.15. Prueba de flexión en tres puntos con geometría SENB. B es el grosor de la probeta, W el ancho, a es la longitud de la probeta, P es la carga aplicada, δ es la deflexión central y, S es el espacio entre los dos soportes [38].	47
3.1. Estructura máquina HSDT; (a) Vista frontal, (b) Vista superior, (c) Vista lateral y, (d) Isométrico.	50
3.2. Modelo de expansión de aire comprimido [39].	51
3.3. Módulo de presurización de aire comprimido: a)tanque/tubo cuadrado guía y b)proyectil.	52
3.4. Mecanismo de liberación del proyectil; (a)proyectil retenido y, (b)proyectil liberado por acción del movimiento del tornillo sin fin.	53
3.5. Puntos de apoyo de la probeta.	54
3.6. (a) Montaje del sensor 218C de PCB Piezotronics para la medición de fuerza de la fuerza de impacto en la prueba HSDT [40] y, (b) alojamiento del sensor de fuerza 218C.	55
3.7. Sistema de frenado de proyectil de la máquina HSDT.	55
3.8. Procesos de manufactura realizados para la construcción de la máquina HSDT.	56
3.9. CAD de la máquina HSDT con los cinco módulos ensamblados: a)vista isométrica y b)corte transversal vertical para visualizar el proyectil.	57
3.10. Máquina de pruebas HSDT construida.	57

4.1.	Colocación de los sensores infrarrojos en el tubo cuadrado guía del proyectil.	60
4.2.	Diagrama eléctrico del circuito encargado de la obtención de t_1 y t_2 basado en el uso de un par de emisor y receptores infrarrojos.	60
4.3.	Técnica de “cuadrículado de líneas de material conductor”. La distancia entre cada línea de plata es de 20 mm. La pre-grieta tiene una longitud de 40 mm.	61
4.4.	Circuito eléctrico para la medición de propagación de grieta sobre la probeta. Cabe destacar que, en este esquema, C significa Contador y, L es Línea de plata conductiva.	62
4.5.	Arreglo de conexión del sistema de medición de fuerza de impacto [41]. . . .	63
4.6.	Elementos hardware para el sistema de medición de fuerza de impacto. . . .	63
4.7.	Módulos que conforman la instrumentación virtual en LabVIEW®.	64
4.8.	(a)Fragmento de código gráfico en LabVIEW® correspondiente a la medición de la velocidad de impacto y, (b)ejemplo de ejecución en caída libre.	65
4.9.	(a)Fragmento de código gráfico en LabVIEW® correspondiente a la medición de velocidad de propagación de grieta y, (b)ejemplo de ejecución sobre una probeta HDPE grado tubería a -5°C de temperatura de acondicionamiento. .	66
4.10.	(a)Fragmento de código gráfico en LabVIEW® correspondiente a la medición de fuerza de impacto y, (b)ejemplo de ejecución sobre una probeta HDPE con carga de nanoarcilla I.31 5% más. a -5°C de temperatura de acondicionamiento.	67
5.1.	Máquina extrusora y peletizadora.	71
5.2.	(a) Máquina para tamizar y, (b) Tamiz con tamaño de poro de 20 μ m.	73
5.3.	(a)Primer ciclo, (b)segundo ciclo y, (c)tercer ciclo de extrusión HDPE-Compatibilizaor-nanoarcilla.	74
5.4.	Máquina de inyección de plásticos BATTENFELD TM 100/525.	75
5.5.	Molde de inyección de la máquina Battenfeld 100/525. A la derecha la parte fija y a la izquierda la parte móvil.	76

5.6. Probeta HSDT considerando los criterios de diseño en MoldFlow.	78
5.7. Resultados de la simulación en MoldFlow: (a)confianza de llenado, (b)predicción de calidad, (c)estimación de rechupes, (d)atrapamientos de aire, (e)flujo de llenado y, (f)líneas de soldadura.	79
5.8. Máquina de control numérico HAAS TM de tres ejes.	81
5.9. (a)simulación CAM de la cavidad del molde fija y,(b)simulación CAM de la cavidad de molde móvil usando HSMWorks.	82
5.10. Molde montado en la máquina de inyección de plásticos Battenfeld TM 100/525; (a)antes de pulirlo y, (b)después de pulirlo	83
5.11. Atrapamientos de burbujas de aire.	84
5.12. Marca de chorreo, también conocido como gusanillo.	85
5.13. Defecto de rechupe.	86
5.14. Ráfagas.	86
5.15. Rebaba.	87
5.16. Pieza incompleta.	87
5.17. Probeta compuesto HDPE-Compatibilizador con nanoarcilla I.31PS a 1 %más. sin defectos de inyección.	88
5.18. Diagrama de los pasos experimentales llevados acabo para la preparación de probetas antes de impactarlas.	89
5.19. Probeta HSDT de material compuesto con la técnica cuadrículada de material conductivo aplicada.	89
5.20. (a)Realización de la pre-grieta de 40 mm, (b)trazado de líneas guía y, (c)barrenado.	90
5.21. (a)Aplicación de tinta de plata conductiva y, (b)aplicación de cinta adhesiva de cobre.	91
5.22. (a)Cable DB15-conector ojillo, (b)aplicación de esmalte y, (c)prueba de continuidad eléctrica.	92

6.1. Espécimen SENB para las pruebas de flexión en tres puntos [38].	94
6.2. Resultados XRD de los compósitos de HDPE.	96
6.3. Patrones XRD de la nanoarcilla I.31PS correspondientes a cada %más. en HDPE.	97
6.4. Modo cantiliver simple de deformación montado en el equipo DMA Q800. . .	98
6.5. Módulo de almacenamiento de los compósitos de interés.	99
6.6. Módulo de pérdida de los compósitos de interés.	100
7.1. Prueba preliminar sobre una probeta de HDPE grado tubería. (a)Máquina HSDT, (b)probeta fracturada y, (c)superficie de fractura.	102
7.2. Ejecución de la prueba HSDT para una probeta HDPE I.31PS 3 %más.. . .	103
7.3. Instrumento virtual implementado en LabVIEW para la medición de los parámetros de interés en la prueba HSDT. Prueba ejecutada en una probeta HDPE I.31PS 3 %más.	104
7.4. Curva fuerza en función del tiempo registrada en una prueba HSDT en una probeta I.31PS 3 %más.	105
7.5. Superficies de fractura para cada uno de los compósitos probados a -5°C. . .	109
9.1. Arreglo de sensores ópticos para la medición de la velocidad de propagación de grieta en HSDT. Vista lateral.	118
9.2. Idealización de la región descargada cerca de los flancos de grietas [11]. . . .	120
9.3. Arreglo conceptual del sistema de medición de velocidad de grieta propuesto.	122
4. Parámetros de configuración panel frontal.	133

Índice de Tablas

3.1. Resultados de diseño correspondientes al módulo 2.	52
5.1. Temperatura de extrusión de los materiales utilizados.	69
5.2. Propiedades físicas del HDPE H5618 Alathon.	69
5.3. Propiedades físicas OREVAC 18341	70
5.4. Combinación de mezclas para la generación de los compósitos de interés. . .	70
5.5. Parámetros de inyección arrojados por MoldFlow.	81
5.6. Parámetros de mecanizado de la cavidad del molde para diferentes operaciones.	83
5.7. Parámetros de inyección para las probetas HSDT preparadas en esta investi- gación.	88
6.1. Módulo de Young y esfuerzo máximo obtenidos de las pruebas de flexión en tres puntos a -5°C	94
6.2. Tenacidad y energía de fractura de los compósitos probados en flexión a tres puntos a -5°C	95
6.3. Resultados de la distancia de intercalación d entre las capas de la estructura apilada de I.31PS.	98
6.4. Componentes del módulo complejo obtenidos de DMA a -5°C	100
7.1. Resultados de pruebas HSDT preliminares.	103

7.2. Resultados de las pruebas HSDT	106
7.3. Resultados para la estimación de G_{d1} a -5°C	107
7.4. Resultados estadísticos sobre el efecto de la nanoarcilla en G_{d1}	107

Lista de acrónimos

ASTM American Society of Testing Materials.

ATH Trihidrato de Aluminio.

AWWA American Water Works Association.

CAD Computer-Aided Design.

CAM Computer-Aided Manufacturing.

CNC Computer Numerical Control.

CR Colled Rolled.

CTOD Crack Tip Opening-Criterion.

DCB Double Cantiliver Beam.

DMA Dynamic Mechanical Analysis.

DT Double Torsion.

HDPE High Density Polyethylene.

HSDT High Speed Double Torsion.

LDPE Low Density Polyethylene.

MDH Hidróxido de Magnesio.

MDPE Medium Density Polyethylene.

MF Mecánica de la Fractura.

MMT Montmorillonita.

NSF National Sanitation Foundation.

PA Poliámida.

PMC Polymer Matrix Composite.

RCP Rapid Crack Propagation.

SENB Single-Edge Notched Beam.

XRD X-Ray Diffraction.

Nomenclatura

a	Longitud de grieta
\dot{a}	Velocidad de propagación de grieta
A	Área de la superficie
B	Grosor de la probeta HSDT
B_c	Ancho de superficie de fractura
c	Coefficiente de rigidez
C	Inversa de la rigidez del material
C_T	Velocidad de onda torsional
d	Distancia entre capas de nanoarcilla
E	Módulo de Young
E'	Módulo de almacenamiento
E''	Módulo de pérdida
E^*	Módulo complejo
E_f	Módulo de Young en flexión
F	Carga aplicada
f	Fricción entre la pared de tubo cuadrado y el proyectil
G	Fuerza de control de grieta

G_c	Tenacidad a la fractura en condiciones cuasi-estáticas
G_d	Resistencia a la fractura dinámica en condiciones dinámicas
G_{dI}	Resistencia a la fractura bajo condiciones de deformación plana
G_{IC}	Resistencia a la fractura dinámica crítica en condiciones de deformación plana
H	Ancho de la probeta HSDT
J	Integral J
K	Función tabulada de la sección transversal de la viga en rotación
K_c	Tenacidad a la fractura
K_{IC}	Factor de intensidad de esfuerzo crítico
L	Longitud del tubo cuadrado
M	Momento de fuerza
m	Masa del proyectil
n	vector unitario perpendicular a Γ
P_0	Presión inicial del acumulador de aire comprimido
r	Vector radio con origen en la punta de la grieta
S	Carga aplicada en la prueba SENB
S_T	Diferencia de longitud entre el grosor de la probeta y la profundidad de la muesca V
t^*	Tiempo adimensional
t_1	Tiempo sensor 1
t_2	Tiempo sensor 2
V_0	Volumen del acumulador de aire
v_{imp}	Velocidad de impacto

W	Ancho de la probeta SENB
W	Energía de total del balance de energía de Griffith
W_E	Energía elástica liberada
W_S	Energía de superficie
x	Apertura inicial
x_1	Coordenada 1 en x
x_2	Coordenada 2 en x
Z	Factor geométrico
z^*	Longitud adimensional
α	Parámetro geométrico
Δt	Diferencia de tiempo entre t_1 y t_2
δ	Deflexión central en SENB
δ	Tiempo sensor 1
δ_{cr}	Tensión crítica en CTOD
Γ	Dominio de integración en la integral J
γ_s	Energía de superficie
μ	Módulo cortante
ν	Coefficiente de Poisson
Ω	Sistema basado en rigidez
ω	Velocidad angular
Ψ^*	Función de desplazamiento axial adimensional
σ_{cr}	Esfuerzo crítico

σ_f	Esfuerzo de fractura
σ_y	Esfuerzo de cedencia
θ_T	Rotación en el frente de grieta
ε	Deformación unitaria
T_g	Temperatura de transición vítrea
σ	Tensor de esfuerzos

Capítulo 1

Introducción

1.1. Planteamiento del problema

Actualmente las redes de tuberías de plásticos que transportan gas y agua en Europa, Estados Unidos de América y Canadá son hechas de polietileno de mediana densidad (MDPE, *por sus siglas en inglés*), polietileno de alta densidad (HDPE, *por sus siglas en inglés*) y poliámda (PA, *por sus siglas en inglés*). Las tuberías de polietileno son especificadas y aprobadas en seguimiento con los estándares internacionales de AWWA (American Water Works Association), NSF (National Sanitation Foundation) y ASTM (American Society of Testing Materials). El rendimiento de este polímero en tuberías se debe principalmente a su ductilidad y a su comportamiento viscoelástico. Además, su bajo costo de instalación y mantenimiento, larga vida útil, resistencia química y resistencia a la corrosión lo hacen atractivo para su utilidad en dicha aplicación [1]. Sin embargo, existe un fenómeno de falla mecánica catalogado como potencialmente catastrófico manifestado en redes de tuberías de MDPE presurizadas conocido como RCP (Rapid Crack Propagation, *por sus siglas en inglés*). Pruebas de impacto mecánico a grandes escalas han mostrado que incluso una tubería de polietileno dúctil y tenaz puede ser destruida mediante RCP a una velocidad de propagación de grieta de hasta 350 m/s, siempre y cuando la presión interna exceda un valor crítico [2]. Debido a que los procesos de instalación de tuberías de MDPE no garantizan la prevención de iniciación de grietas provocadas por algún evento de carga dinámica (por ejemplo, el impacto de un equipo de excavación en contra de una tubería en servicio) es imposible evitar la posibilidad de

fallas catastróficas. Esta situación promueve el diseño e implementación de metodologías de investigación basadas en el desarrollo de nuevas teorías, dispositivos de pruebas mecánicas y caracterización de materiales dedicadas a la estimación y evaluación de propiedades mecánicas relacionadas con los mecanismos de fractura presentes en el material de estudio. De este modo, se busca entonces la creación de nuevos materiales capaces de manifestar mejoras en sus propiedades mecánicas relacionadas con la resistencia a la fractura bajo diferentes condiciones de impacto, temperatura y presión.

Los compósitos de matriz polimérica (PMC, *por sus siglas en inglés*) generalmente consisten en micro o nanoestructuras de diferentes formas y tamaños dispersas en matrices de polímeros. La manipulación de propiedades físicas, químicas, mecánicas, eléctricas y térmicas a nivel atómico han dado surgimiento a una nueva generación de materiales nano-reforzados dentro del campo de los polímeros compuestos: los llamados polímeros nanocompuestos. La incorporación de nano-partículas en una matriz puede afectar el comportamiento de fractura de un material compuesto dependiendo de la naturaleza de carga mecánica aplicada; estática o dinámica. Por ejemplo, estudios realizados por Sun et al. [3] y Fu et al. [4] sugieren que las características de absorción de energía de nano-compuestos bajo condiciones cuasi-estáticas o de impacto dependen de parámetros clave como son: la forma y la dimensión de las nanopartículas, las propiedades mecánicas de las nanopartículas y de la matriz, la interacción química partícula-matriz, así como la fracción de volumen y la dispersión de nanopartículas en la matriz.

Estudios comparativos se han llevado a cabo para entender los efectos del tamaño y fracción de volumen de las partículas sobre la tenacidad de la fractura en compuestos nano- y micro-reforzados sometidos a condiciones de carga cuasi-estática. Por ejemplo, Adachi et al. [5] estudió el comportamiento de fractura cuasi-estático en resinas epóxicas con nano- y micro-esferas de óxido de silicio y observó una mejora en K_{IC} (tenacidad de la fractura en condiciones de deformación plana) solo en el caso nano. En cambio, Hussain et al. [6] investigó el comportamiento de fractura de epóxicos compuestos mediante la variación de la fracción de volumen y tamaño de partículas de TiO_2 (20nm a $1\mu\text{m}$), encontrando que los compuestos con micro-partículas exhibían una tenacidad a la fractura más alta con el incremento de la fracción de volumen comparado con su contraparte nano. Quedando en evidencia que el efecto nano o micro-refuerzos sobre la tenacidad a la fractura, además de depender de la fracción

volumétrica y del tamaño de la nanopartícula, depende también del tipo de nanorefuerzo y del tipo de matriz utilizada en el compuesto.

Mucha de la literatura publicada dentro de la investigación de mecánica de la fractura en materiales compuestos (nano- o micro-) se ha llevado a cabo en condiciones cuasi-estáticas, encontrando apenas algunos casos en donde se estudia el crecimiento dinámico de grietas causado por condiciones de carga variables (de impacto, por ejemplo). Es necesario realizar estudios de los casos dinámicos considerando que existen variedad de aplicaciones ingenieriles en donde el comportamiento a la fractura dinámica puede ser útil como una consideración de diseño, entre las cuales se encuentran las pruebas de impacto en la industria automotriz y aeroespacial, así como en el diseño de equipo deportivo.

La prueba mecánica HSDT (High Speed Double Torsion) desarrollada por Leever [7] y subsecuentemente por Wheel [8] es una metodología ideal para analizar crecimientos de grieta bajo condiciones de impacto. Esta prueba es utilizada para evaluar la resistencia a la fractura dinámica en condiciones de deformación plana (G_{d1}) de un espécimen de polímero de geometría y dimensiones específicas. El conocimiento de esta propiedad intrínseca del material conduce a caracterizarlo para conocer los valores de impacto críticos antes de que ocurra una falla catastrófica.

El contexto de la investigación radica básicamente en el diseño mecánico y desarrollo experimental de la prueba mecánica HSDT en polímeros nanoreforzados. Se construirán en laboratorio probetas de materiales compuestos con incorporación de nano-arcillas a diferentes concentraciones con el objetivo de evaluar su efecto sobre G_{d1} . Con ello, se busca que la prueba HSDT evolucione tecnológicamente llegando a convertirse en una metodología estandarizada que brinde seguridad en procesos de diseño estructural como pudieran ser las áreas automotriz y aeroespacial permitiendo añadir nuevos materiales que mejoren el rendimiento mecánico bajo condiciones dinámicas dentro de la variedad de aplicaciones de dichas industrias. Asimismo, en cuanto al desarrollo de ciudades resilientes; la presente investigación aportaría en el diseño de infraestructura de tuberías de gas y aguas destinadas a mantener la funcionalidad íntegra de una ciudad después de una catástrofe natural, como lo puede ser un terremoto.

1.2. Hipótesis

El porcentaje másico de hasta 5% de nano-arcilla incluida y dispersa uniformemente en una matriz de HDPE incrementa su resistencia a la fractura dinámica en condiciones de deformación plana aminorando la velocidad de propagación de grieta o bien, previniendo RCP considerando temperaturas de acondicionamiento de hasta -5°C .

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivo general

Implementar la prueba mecánica *High Speed Double Torsion* mediante el diseño y construcción del equipo para evaluar la resistencia a la fractura dinámica bajo condiciones de deformación plana de un material termoplástico nano-reforzado.

1.3.2. Objetivos específicos

1. Diseñar y construir la máquina de pruebas mecánicas HSDT basada en elementos mecánicos y neumáticos que aseguren su funcionamiento.
2. Instrumentar la máquina de pruebas HSDT para medir velocidad de impacto, fuerza de impacto y velocidad de propagación de la grieta subsecuente.
3. Preparar probetas de HDPE reforzadas con nano-arcilla con diferentes contenidos de carga mediante métodos de extrusión y moldeo por inyección.
4. Llevar a cabo pruebas HSDT bajo temperatura de acondicionamiento de -5°C a velocidades de impacto de $2.4\pm 0.3\text{m/s}$.
5. Aplicar técnicas de caracterización de materiales para analizar, interpretar y relacionar la estructura y dispersión de la nano-arcilla con los efectos sobre la resistencia dinámica a la fractura en condiciones de deformación plana.

Capítulo 2

Marco teórico

2.1. Mecánica de la fractura

El término “fractura” se refiere a la división parcial o total de un material en al menos dos partes. La fractura ocurre cuando una estructura es sometida a una carga imprevista que sobrepasa valores críticos referentes a propiedades mecánicas del material. Usualmente, la fractura es originada por grietas o imperfecciones estructurales que presenta el material en su composición. Estas imperfecciones regularmente actúan como concentradores de esfuerzo los cuales resultan en un crecimiento de grieta ocasionando finalmente fractura.

La mecánica de la fractura (MF) es un área de conocimiento que involucra varias disciplinas con el objetivo de estudiar, entender y modelar los mecanismos de falla mecánica, así como la iniciación y propagación de grietas en materiales. Esta rama de la ciencia busca relaciones cuantitativas entre la tenacidad de la fractura, tamaño crítico de grietas, tamaño y geometría del elemento y la carga aplicada. La fractura usualmente se desarrolla en tres etapas. La primer etapa se manifiesta con la aparición de uno o varios defectos estructurales. Posteriormente, la segunda etapa se refiere a la conexión y desarrollo de dichos defectos para que finalmente se manifieste la tercera y última etapa con el crecimiento y propagación de grietas.

Es importante identificar el tipo de fractura que se presenta. Para esta investigación se consideran dos tipos de fractura: la fractura frágil y la fractura dúctil. La primera se

caracteriza por tener una superficie de fractura plana y lisa en donde la grieta se propaga rápidamente; mientras que la segunda presenta una superficie áspera y rugosa, resultado de la deformación plástica, en donde la propagación de grieta es lenta.

2.2. Métodos analíticos de la mecánica de la fractura

Los métodos analíticos de MF relacionan y cuantifican tres variables importantes del material en estudio: la carga aplicada, el tamaño del defecto y la tenacidad a la fractura. Existen dos enfoques principales para analizar la fractura en un material: 1) el balance de energía, y 2) el criterio del factor de intensidad de esfuerzo [9].

El enfoque de energía establece que la extensión de la grieta ocurre cuando la energía disponible para el crecimiento de grieta es suficiente para superar la resistencia del material. La resistencia del material involucra la energía de superficie, energía de deformación u otro tipo de energía asociada con la propagación de grietas [9]. Griffith [10] fue quien propuso esta metodología. La teoría de Griffith es válida solamente para materiales frágiles idealizados, es decir, materiales completamente elásticos en donde la relación entre el esfuerzo y la deformación es proporcional a una constante. Esta teoría asume que el crecimiento de grietas requiere el desarrollo de dos nuevas superficies y por ende el incremento de la energía de superficie.

La teoría de balance de energía explica que la propagación de grieta crítica ocurre cuando la energía elástica liberada $W_E = -(\pi a^2 \sigma^2 h)/2E$ es mayor que el crecimiento de la energía de superficie $W_S = 2a\gamma_S h$, obteniendo entonces;

$$\frac{\partial W}{\partial a} = 0 \rightarrow W = W_E + W_S \quad (2.1)$$

donde W es la energía total del sistema, a es la longitud de grieta, h el grosor de la muestra, E el modulo de Young, σ es el esfuerzo aplicado, y γ_S es la energía de superficie. Ver la Figura 2.1.

De acuerdo a estas relaciones, la teoría de Griffith para condiciones de deformación y esfuerzo plano, respectivamente, son descritas como:

$$\sigma_{cr} = \sqrt{\frac{2E\gamma_S}{\pi a}} \quad (2.2)$$

$$\sigma_{cr} = \sqrt{\frac{2E\gamma_S}{\pi a(1-\nu)}} \quad (2.3)$$

donde σ_{cr} es el esfuerzo crítico y ν es el coeficiente de Poisson.

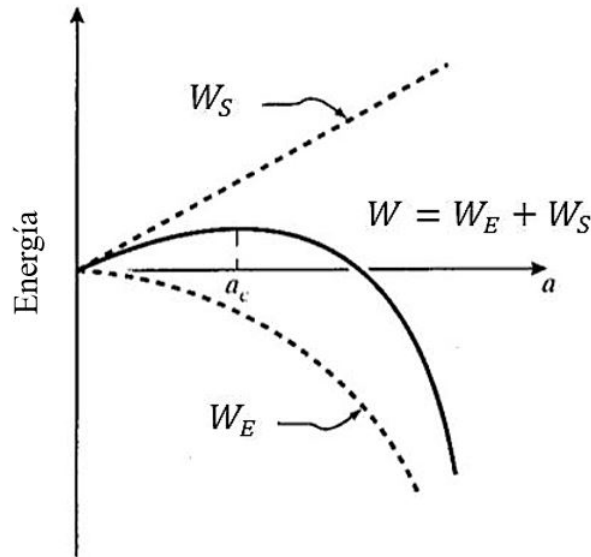


Figura 2.1: Balance de energía de Griffith [11].

Posteriormente, el criterio de energía de Griffith fue extendido por Irwin y Orowan, quienes incluyen una variable más en sus cálculos; la energía de deformación plástica. Con este aporte, Irwin [12] define la tasa de liberación de energía, G , como una tasa de cambio entre la energía potencial y el área de la superficie de grieta para un material elástico lineal. Al momento de la fractura $G = G_c$, en donde G_c se define como el valor crítico de la tasa de liberación de energía, la cual es una medida de la tenacidad a la fractura del material.

Para una grieta con longitud $2a$ situada dentro de una placa de dimensiones mucho mayores que $2a$ y sujeta a determinado esfuerzo de tensión (ver Figura 2.2), la tasa de liberación de energía está dada por;

$$G = \frac{\pi\sigma^2}{E} \quad (2.4)$$

donde G también se define como la fuerza de control de grieta.

En este par de aproximaciones, se pueden calcular esfuerzos de tensión críticos que inicien y propaguen la grieta de forma catastrófica. Sin embargo, una serie de criterios basados en concentración y distribución de esfuerzos cerca de la punta de la grieta son necesarios para

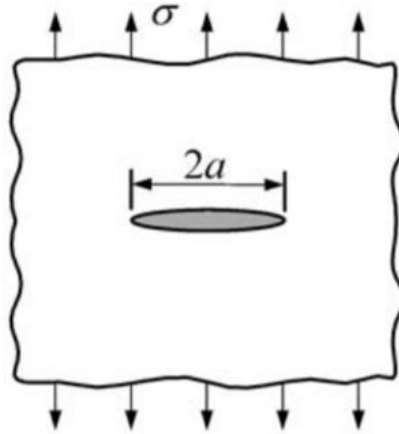


Figura 2.2: Plato infinito con grieta de longitud $2a$ sujeta a un esfuerzo de tensión σ . En términos prácticos “infinito” significa que el ancho del plato es $\gg 2a$ [9].

mejorar la estimación de parámetros referidos a la fractura mecánica. Existen tres modos de carga que una grieta puede experimentar, conocidos como Modo I, Modo II y Modo III, tal y como se muestra en la Figura 2.3.

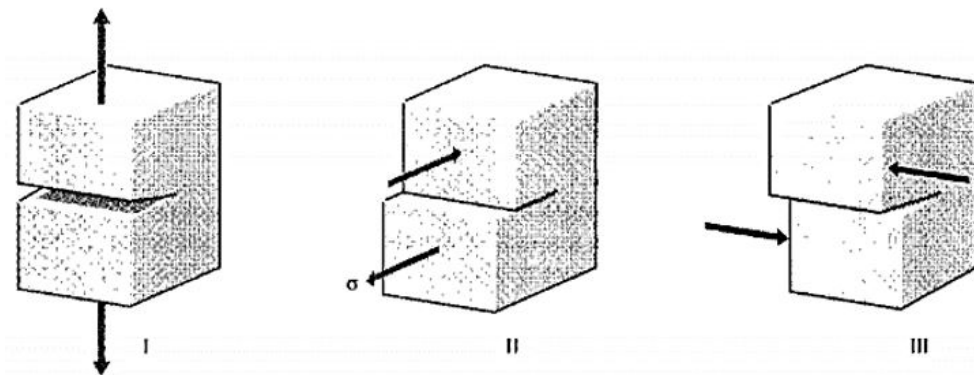


Figura 2.3: Tres modos de carga que una grieta puede experimentar [11].

La Figura 2.4 muestra un elemento cerca de la punta de la grieta en un material elástico, en conjunto con un plano de esfuerzos. Cada uno de los componentes de esfuerzo es proporcional a una constante K , conocida como factor de intensidad de esfuerzo. Si K se conoce, es posible calcular la distribución total de esfuerzos cerca de la punta de la grieta utilizando las ecuaciones mostradas en la Figura 2.4, donde el subíndice I en K_I simboliza el modo de carga. Si se asume que el material falla localmente dentro de una combinación de condiciones críticas de esfuerzo y deformación, entonces significa que la fractura debe ocurrir a un valor crítico de intensidad de esfuerzo definido como K_{IC} . Por lo tanto, K_{IC} es una

alternativa de medición de la tenacidad de la fractura [9]. Por ende, el esfuerzo de falla σ_f esta relacionado con la longitud de grieta a y la tenacidad de la fractura K_{IC} por;

$$\sigma_f = \frac{K_{IC}}{\alpha\sqrt{\pi a}} \quad (2.5)$$

donde α es un parámetro geométrico igual a 1 para grietas que están en el borde y generalmente del orden de la unidad para diferentes geometrías de espécimen y grietas [11].

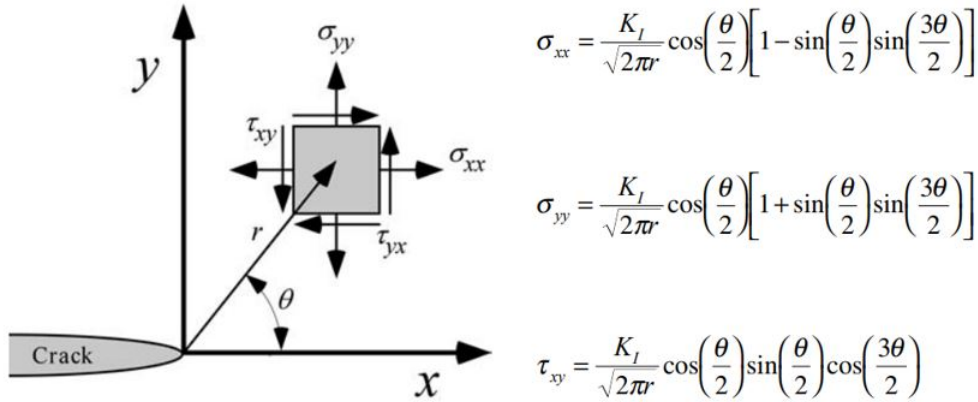


Figura 2.4: Esfuerzos cerca de la punta de la grieta en un material elástico [9].

Cuando la fractura dúctil es tomada en cuenta, los criterios antes mencionados no son suficientes. El criterio de apertura de la punta de la grieta (CTOD, *por sus siglas en inglés*) fue propuesto para tratar con la fractura dúctil. La principal suposición de este método es considerar la existencia de micro-grietas en el área donde el material se ha deformado plásticamente. En CTOD, la grieta se propaga cuando la apertura de la grieta alcanza un valor crítico determinado por;

$$\delta_{cr} = \frac{\pi\sigma_{cr}^2 x}{E\sigma_y} \quad (2.6)$$

donde E es el módulo de Young, σ_y es el esfuerzo de cedencia, σ_{cr} es el esfuerzo crítico calculado con la ecuación 2.2 ó 2.3 (según sea el caso) con una energía de superficie γ_s sustituida por el producto de el esfuerzo de cedencia y la apertura inicial x [13].

Investigación posterior sobre el modelado de crecimiento de grietas permitió el desarrollo de otro método basado en integración de energía, el cual esta enfocado en materiales elásticos-

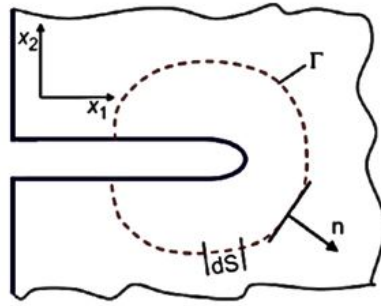


Figura 2.5: Interpretación de la integral J [13].

plásticos. Este método define la resistencia a la fractura del material como;

$$J = \int_{\Gamma} \left[\left(\int_0^{\varepsilon} \sigma : d\varepsilon \right) dx_2 - \left(n \cdot \sigma \frac{\partial u}{\partial x_1} \right) d\Gamma \right] \quad (2.7)$$

donde Γ es el dominio de integración, n es el vector unitario perpendicular a Γ , x_1 y x_2 son las coordenadas, $d\Gamma$ es el incremento de Γ , y σ es el tensor de esfuerzos. La idea del cálculo de la integral J se ilustra en la Figura 2.5. La integral J es un método que describe el campo de esfuerzos con base en la energía en la punta de la grieta.

Las metodologías presentadas en esta sección ayudan a analizar la fractura mecánica en materiales lineales y materiales plásticos, así como en materiales que presentan un comportamiento combinado. Con estas metodologías analíticas es posible diseñar estructuras en donde el crecimiento de grietas sea un factor importante de seguridad.

2.3. Propagación rápida de la grieta

La propagación rápida de grieta (RCP, Rapid Crack Propagation, *por sus siglas en inglés*) es un fenómeno de falla mecánica que consiste en un evento dinámico que se manifiesta con la propagación a altas velocidades de una grieta sobre una estructura en particular. Por ejemplo, RCP ha sido identificada como un modo de fractura en sistemas de tuberías presurizadas, estructuras de barcos, vías de ferrocarriles y estratos de rocas.

British Gas ha llevado a cabo pruebas mecánicas a grandes escalas [14] las cuales han mostrado que incluso una tubería de polietileno dúctil y tenaz puede ser destruida mediante RCP a una velocidad de 350 m/s si la presión interna excede un valor crítico. La industria de tuberías de plástico requiere asegurar que RCP no ocurra mientras las tuberías se encuentren

en servicio. Sin embargo, no hay manera de garantizar que RCP no ocurra, puesto que las tuberías se encuentran expuestas a recibir daños accidentales que podrían generar RCP en cualquier momento. Lo que sí se puede hacer es diseñar materiales con la capacidad de, una vez iniciada RCP, la grieta pueda ser arrestada rápidamente para evitar cualquier tipo de catástrofe [15].

La presente investigación se enfoca en el desarrollo de materiales poliméricos nanocompuestos que buscan aportar la mejora de propiedades mecánicas que eviten eventos de RCP en tuberías de gas en servicio. Para ello, es necesario diseñar pruebas mecánicas bajo condiciones de carga dinámica que resulten en la evaluación de propiedades de un material donde el fenómeno de RCP es manifestado.

2.4. Pruebas mecánicas de fractura en termoplásticos

La resistencia a la fractura es una propiedad mecánica de un material que mide la cantidad de energía necesaria para que una grieta sea capaz de propagarse. Para estimar dicha propiedad existen diferentes pruebas mecánicas que, dependiendo de la aplicación, se llevan a cabo a diferentes velocidades de carga clasificándolas generalmente como pruebas cuasi-estáticas y pruebas dinámicas, en donde las velocidades de carga son de hasta 1 m/s en el caso cuasi-estático y, entre 1 y 40 m/s en el caso dinámico.

Bajo condiciones cuasi-estáticas, la tenacidad o resistencia a la fractura, G_c , puede ser calculada mediante métodos analíticos considerando la carga medida durante la prueba mecánica correspondiente. Para cargas de hasta 1 m/s un método de prueba ha sido estandarizado (ISO17281) en el cual se monta un amortiguador entre el proyectil y el espécimen para desprestigiar los efectos dinámicos (efectos transitorios). De esta manera, la tenacidad a la fractura se determina conociendo la fuerza de impacto justo cuando la grieta inicia a propagarse. Sin embargo, a velocidades de carga de hasta 40 m/s resulta imposible seguir la metodología estandarizada debido a que los efectos transitorios dominan la naturaleza de la prueba. Además, a dicha velocidad existe un riesgo latente de manifestar RCP, por lo que se vuelve indispensable analizar la tenacidad de la fractura bajo condiciones dinámicas, G_d , si se quiere mantener la integridad estructural del material sea cual fuere la aplicación de interés.

En la Figura 2.6 se muestra un diagrama de las pruebas mecánicas referentes a la estimación de G , ya sea en condiciones cuasi-estáticas, G_c , o en condiciones dinámicas, G_d .

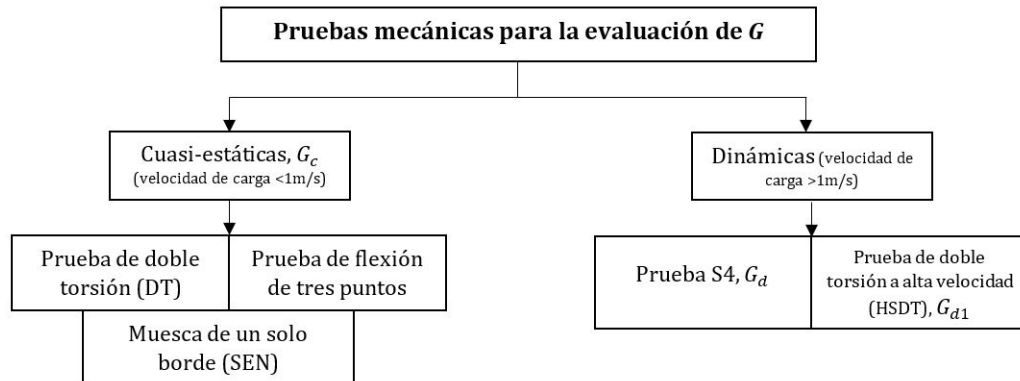


Figura 2.6: Principales pruebas mecánicas para la evaluación de la tenacidad de la fractura, G .

La prueba HSDT (High Speed Double Torsion, *por sus siglas en inglés*) desarrollada por Leever [7] y Wheel [8] es la metodología usada en este trabajo. HSDT es una variación de la prueba estandarizada DT (Double Torsion). Esta prueba dinámica es utilizada para analizar RCP debido a las siguientes razones [15];

- (a) La ejecución de la prueba es un procedimiento rápido y factible de implementar.
- (b) El camino dedicado a la propagación rápida de la grieta es lo suficientemente largo (aproximadamente de 160 mm) para obtener una velocidad de propagación estable.
- (c) El frente de grieta es curvo. La mayor parte de superficie de fractura tiene una apariencia de fractura frágil, apenas mostrando rastros de ductilidad en los bordes. Las características generales son por lo tanto similares a aquellas reportadas en pruebas de tuberías.
- (d) El análisis de la prueba es reducido a una solución de diferencias finitas de una sola dimensión.
- (e) A velocidades de carga lentas el historial de grieta muestra aceleraciones y desaceleraciones las cuales resultan en una propagación “*stick-slip*”. Aunque esto puede ser considerado como una desventaja, las marcas de arresto son claras y ocurren bajo condiciones bien definidas. La prueba HSDT puede entonces ser usada para examinar el proceso transitorio de arresto.

2.5. La prueba mecánica HSDT

Desde que se diseñó la prueba de doble torsión (DT, *por sus siglas en inglés*) hace 54 años, ha sido ampliamente usada para examinar la resistencia a la fractura en polímeros y cerámicos en condiciones cuasi-estáticas de carga. La prueba, mostrada en la Figura 2.7, fue primeramente propuesta por Gerry [16] en 1966. El espécimen de prueba es una placa rectangular de 200 mm de largo, 100 mm de ancho y 6 mm de grosor la cual tiene una muesca inicial de 40 mm en relación a uno de sus extremos donde es aplicada la carga. Una ranura a lo largo de la superficie inferior de la placa es manufacturada con el objetivo de guiar la grieta durante su propagación. Pares iguales y opuestos son aplicados a las dos mitades del espécimen mediante cuatro puntos de apoyo esféricos posicionados cerca de cada esquina del espécimen. La principal característica de la prueba es una resistencia a la fractura, G , constante e independiente de la longitud de la grieta. En años más recientes la prueba ha sido usada a altas velocidades de impacto (5-30 m/s) y es conocida como prueba de doble torsión a alta velocidad, HSDT [17].

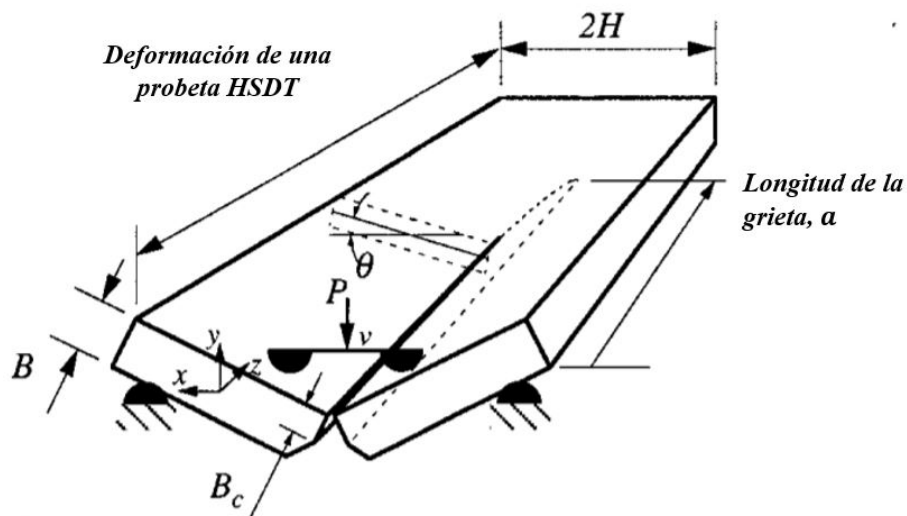


Figura 2.7: Diagrama esquemático de la prueba HSDT [18].

La evaluación de la resistencia a la fractura de un material obtenida por la prueba DT implica que el material es insensible a la velocidad de carga (despreciando la energía cinética) y está dada por la ecuación 2.8.

$$G = \frac{F dC}{2 dA} \quad (2.8)$$

donde F es la carga aplicada, C es el inverso de la rigidez del material y A es el área de superficie de fractura. Se asume que el frente de grieta no cambia durante la propagación y por lo tanto $A = aB_c$, donde a es la longitud de la grieta y B_c es el ancho de la superficie de fractura. La tasa de cambio de C con A puede ser obtenido durante la prueba mediante el monitoreo de la longitud de la grieta [17].

La prueba HSDT, donde la energía cinética ya no es despreciada, debe ser modelada mediante la correcta distribución energética del trabajo hecho sobre el espécimen al momento del impacto, la energía de fractura, la energía de deformación y la energía cinética [17]. Durante esta prueba, después de impactar el proyectil, las dos mitades de la probeta se comportan como vigas rectangulares en torsión. En la región delante del frente de grieta existe una zona que está sujeta a fuerzas restauradoras generadas por la restricción de la zona que aún no se fractura. Debido a que la velocidad de propagación de la grieta es constante, la grieta es controlada a una velocidad uniforme a lo largo de toda la probeta.

La deformación de la probeta en HSDT es simétrica a lo largo del plano de la grieta y puede ser descrita en cualquier punto en el tiempo por medio de un perfil de rotación de viga mostrado en la Figura 2.8. El frente de grieta generado es curvo. Aunque esto complica el análisis, la forma curva del frente de grieta tiene la ventaja de promover el modo de falla en condiciones de deformación plana. Por lo tanto, HSDT es la prueba utilizada en esta investigación para estimar la resistencia a la fractura dinámica en condiciones de deformación plana, G_{d1} , en probetas de HDPE nanoreforzadas.

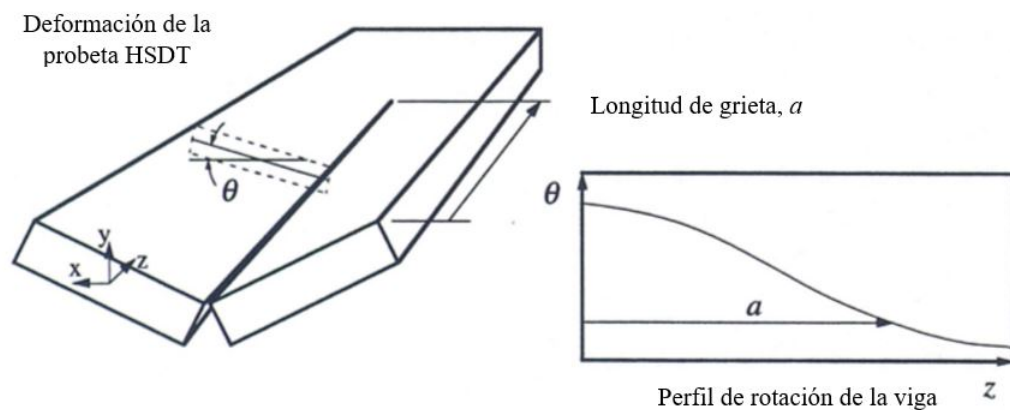


Figura 2.8: Perfil de rotación de la probeta HSDT [15].

La Figura 2.9 muestra el tipo de superficie de fractura que se pretende obtener para una

probeta de termoplástico fracturada por la ejecución de la prueba HSDT. En dicha figura se muestran dos zonas principales de fractura; la zona 1 correspondiente a la zona de iniciación y, la zona 2 referente a la zona de propagación de la grieta. Esta última zona se divide en zonas bien definidas: 2A es una zona de fractura frágil; la zona 2B presenta una fractura menos frágil; la zona 2C manifiesta el fenómeno de propagación de aceleración-desaceleración mejor conocido como “stick-slip”; la zona 2D muestra una zona de corte lento y, la zona 2E en donde se manifiesta una zona de corte rápida [19].

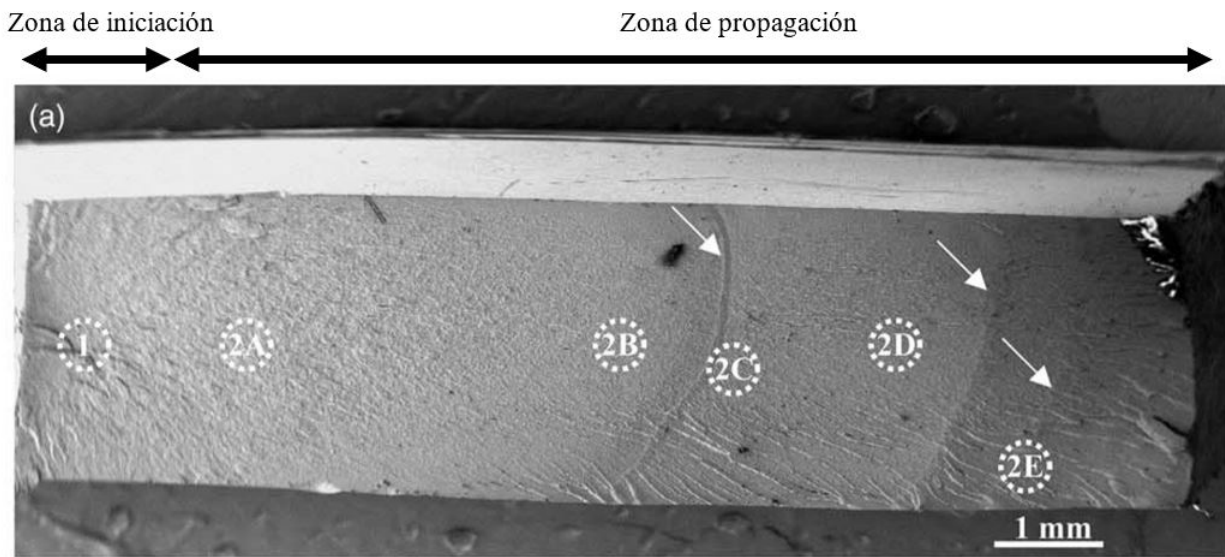


Figura 2.9: Fractografía a una escala de 1 mm de una superficie de fractura de polipropileno impactado a 20°C manifestando la zona de iniciación (zona 1) y propagación (zona 2) de grieta [13].

2.6. Modelo dinámico de la prueba HSDT

La prueba HSDT genera RCP a velocidades de impacto controladas sobre pequeñas probetas de material termoplástico. Sus principales ventajas son la extensa información del crecimiento de la grieta, el potencial para un estado dinámico estable, la simplicidad de análisis geométrico teniendo solo un grado de libertad de deformación y, la forma curva del frente de grieta la cual contribuye al comportamiento en condiciones de deformación plana sobre especímenes relativamente delgados [17].

Con base en el modelo de guía de onda cortante de Freund [20] sobre un espécimen DCB (Double Cantiliver Beam), Popelar [21] desarrolló un modelo dinámico de la prueba

DT en el cual deformaciones transitorias son propagadas mediante ondas de esfuerzo torsional asumiendo que no hay deformación más allá de la punta de la grieta. El modelo representa un crecimiento de grieta “stick-slip”, donde la grieta inicia y se propaga a una rotación del plano de grieta constante. Se determina el giro en la punta de la grieta para después estimar G_{d1} usando un balance de energía. La ecuación 2.9 muestra la solución del modelo dinámico de la prueba DT.

$$G_{d1} = A \left(1 - \left(\frac{\dot{a}}{C_T} \right)^2 \right) \quad (2.9)$$

donde A es un factor que depende de la geometría, el módulo de Young, la velocidad de carga y la longitud instantánea de grieta de la probeta y, C_T es la velocidad de onda de torsión calculada por la ecuación de Sain-Venant [22].

Posteriormente Wheel y Leever [23] proponen un modelo de HSDT más realista incorporando el uso de una rigidez por unidad de longitud, la cual se considera constante en la región delante de la punta de la grieta en donde la rotación de la sección decae a cero. Por lo tanto, su solución predijo que la torsión en la punta de la grieta no es uniforme. Dicha torsión se acompaña de tensiones axiales que no están incluidas en la solución de Saint-Venant, incorporando una forma modificada de la solución de Timoshenko para un giro no uniforme en su análisis teniendo en cuenta las tensiones axiales.

Tiempo más tarde Wheel [17] propone un modelo en donde agrega los efectos no-lineales del material así como la influencia de un frente de grieta curvo o plano en la estimación de G_{d1} . Los resultados de Wheel mostraron menor dispersión en el cálculo de G_{d1} y concluyeron que el efecto de la forma del frente de grieta no tenía efectos considerables por lo que continuó utilizando el modelo de frente de grieta plana. Además, Leever [24] desarrolló un modelo de decohesión térmica que asume que el proceso de fractura en polímeros termo-plásticos ocurre cuando la grieta se propaga mediante un proceso de fusión descrito a escala micro-métrica. Bajo este criterio, el material cede a separarse y es posible calcular G_{d1} en función de la velocidad de propagación de grieta.

Luego, Ritchie [15] realiza una serie de modificaciones al modelo de diferencias finitas propuesto por Wheel [17] las cuales se enumeran a continuación:

1. La inercia axial es considerada. Esto implica que las vibraciones axiales son modeladas como si tuviesen velocidad infinita.
2. El análisis no lineal de Wheel fue re-examinado encontrando una suposición inválida, la cual fue corregida.
3. El modelo de diferencias finitas fue re-escrito para funcionar en modo propagación. Con ello, fue posible evaluar la trayectoria de la grieta dado un valor de G_{d1} . Esto descartó la suposición de que la velocidad de la grieta es constante durante su propagación.
4. Se consideró los efectos vibratorios al momento de impactar el proyectil con la probeta. Dichos efectos fueron examinados usando un nuevo modelo de diferencias finitas con la incorporación de la rigidez de contacto entre el punto de impacto y la probeta.

El modelo matemático utilizado para describir el movimiento dinámico de la probeta HSDT propuesto por Ritchie se expresa como:

$$\frac{\mu_t}{\mu_0} \frac{\partial^2 \theta}{\partial z^{*2}} + \frac{\mu_t}{\mu_0} (\lambda - 1) \frac{\partial \Psi^*}{\partial z^*} - \Omega^* \theta = \lambda \frac{\partial^2 \theta}{\partial t^{*2}} \quad (2.10)$$

$$2(1 + \nu) \frac{\partial^2 \Psi^*}{\partial z^{*2}} - \frac{\mu_s (1 - \lambda)}{\mu_0 \gamma^2} \Psi^* + \frac{\mu_s (1 - \lambda)}{\mu_0 \gamma^2} = \lambda \frac{\partial^2 \Psi^*}{\partial t^{*2}} \quad (2.11)$$

donde t^* y z^* corresponden al tiempo y distancia no dimensionales respectivamente y, Ψ^* es la función de desplazamiento axial no dimensional.

Una vez resueltas las ecuaciones diferenciales 2.10 y 2.11 mediante el método de diferencias finitas considerando las condiciones de frontera apropiadas, es posible entonces calcular G_{d1} relacionado a la prueba HSDT resolviendo la siguiente ecuación:

$$G_{d1} = \frac{E}{12c \left(\frac{S_T}{B}\right)^{1,75} H} (S_T \theta_T)^2 \quad (2.12)$$

donde E es el módulo de Young, c es el coeficiente de rigidez, S_T es la diferencia de longitud entre el grosor de la probeta y la profundidad de la muesca "V" de la misma, B y H es el grosor y ancho de la probeta respectivamente, y θ_T es la rotación en el frente de grieta.

2.7. Materiales compuestos

Recientemente los materiales termoplásticos han sido usados en una amplia variedad de aplicaciones debido a su atractiva combinación de propiedades mecánicas y facilidad de procesamiento. Sin embargo, algunos de ellos presentan rigidez y fragilidad que limitan su versatilidad hasta cierto grado. Se ha demostrado que la adición de partículas inorgánicas en termoplásticos es un método simple, económico y efectivo para mejorar las propiedades térmicas y mecánicas de estos compósitos poliméricos. Varios estudios se han enfocado en la investigación de la estructura y propiedades de materiales compuestos constituidos por polímeros y partículas inorgánicas con el objetivo de identificar mejoras en el módulo de Young y esfuerzo de cedencia asociados con una tenacidad alta [19].

Durante los últimos años, los polímeros nano-compuestos han atraído interés en la industria. Se trata de una nueva clase de materiales que contienen una dispersión de partículas nano-métricas (1-100 nm) embebidas en una matriz polimérica. Entre las diferentes nano-partículas utilizadas en polímeros nano-compuestos, la arcilla es preferida debido a su versatilidad de procesamiento: intercalación y exfoliación [25][26]. Se piensa que la dinámica de las cadenas poliméricas se ve afectada tanto por el confinamiento de nano-partículas como por las interacciones de superficie entre ambos materiales. La razón por la cual existe una mejora sinérgica en propiedades aún no es bien comprendida. La postura actual propone que los efectos de las nano-partículas están relacionados con efectos cuánticos y efectos de carga, así como la morfología del nano-relleno en conjunto con las interacciones de las cadenas poliméricas en cada una de las fases involucradas [27][28].

El incremento significativo del módulo de elasticidad en materiales nano-compuestos reforzados con arcilla es reconocido y bien entendido. Sin embargo, la comprensión del comportamiento referente a la tenacidad es aún fragmentado y menos examinado. Es importante examinar la tenacidad a la fractura considerando que la mayoría de los materiales poliméricos semi-cristalinos (como el polietileno y el polipropileno) son dúctiles a bajas tasas de deformación, pero exhiben un comportamiento frágil a altas tasas de deformación. Por lo tanto, el estudio de la resistencia a la fractura a altas velocidades de impacto es de particular interés y relevancia porque el esfuerzo a la cedencia incrementa con la tasa de deformación, promoviendo entonces un modo de fractura frágil [19].

Es importante analizar la estructura del material compuesto con la intención de encontrar relaciones entre su conformación estructural y sus propiedades mecánicas referentes a la fractura. Por lo tanto, según la literatura científica, los factores que influyen en el comportamiento relacionado con crecimiento de grietas en un material en condiciones de impacto son [19]:

- (a) El grado de cristalinidad.
- (b) La interacción entre las cadenas poliméricas y la nano-arcilla.
- (c) La morfología: intercalada o exfoliada.
- (d) Coalescencia de micro-huecos: micro-mecanismo de deformación plástica.
- (e) La dispersión del tipo de morfología dentro de la matriz polimérica.
- (d) El tamaño de la esferulita.

2.8. Técnicas de caracterización de materiales

Para analizar algunos de los factores mencionados anteriormente, se decide aplicar las siguientes técnicas de caracterización de materiales; Difracción de rayos X (XRD, *por sus siglas en inglés*), prueba de flexión en tres puntos con geometría SENB (Single-Edge Notched Beam) y análisis mecánico dinámico (DMA, *por sus siglas en inglés*). A continuación, se presenta una breve descripción de cada una de estas técnicas.

2.8.1. Difracción de rayos X (XRD)

Las técnicas de difracción de rayos X (XRD) son algunas de las más útiles en la caracterización de materiales como metales, compuestos inter-metálicos, cerámicos, minerales, polímeros, plásticos u otros compuestos orgánicos e inorgánicos. Las técnicas de XRD se pueden usar para identificar las fases presentes en las muestras, así como el tamaño, la textura y la perfección del cristal. La mayoría de las técnicas de XRD son rápidas y no destructivas. Algunos instrumentos son portátiles y pueden ser transportados hacia donde está la muestra.

La muestra puede ser tan pequeña como una partícula de polvo o tan grande como el ala de un avión. Se puede obtener información como la cristalinidad de la muestra, su composición o el estado de orientación de los cristales [29].

La información de la técnica se interpreta de acuerdo a la posición, intensidad y forma de los picos de difracción. La posición espacial de los haces difractados que salen de la muestra contiene toda la información sobre la geometría del cristal. Las intensidades del haz están relacionadas con los tipos de átomos y su arreglo. La forma de los haces difractados es una medida de la perfección del cristal [29].

Del análisis XRD se desea conocer la dispersión de la nano-arcilla dentro de la matriz de polímero después de un proceso de mezclado. Este análisis es determinado por el tipo de morfología presente en el material nano-reforzado. A continuación, la Figura 2.10 muestra los tipos de morfología, los cuales pueden ser: sin intercalar (micro-compuesto), intercalado y exfoliado. La ley de Bragg relaciona la distancia entre los planos cristalinos con el ángulo de incidencia donde existe interferencia constructiva de la onda radiada. La Figura 2.11 muestra un análisis XRD sobre una muestra de arcilla, la cual tiene una estructura de láminas paralelas apiladas con cierta distancia entre cada una de ellas. Los picos característicos en el difractograma de la Figura 2.11 indican el tipo de morfología de la arcilla. Como se puede observar en el caso de un aglomerado el difractograma indica que los haces de la onda incidente se difractaron en el mismo ángulo 2θ que la arcilla original indicando que el espaciamiento entre láminas no fue modificado ya que no hubo moléculas capaces de intercalarse entre dichas láminas. Para el caso de una morfología intercalada, se observa que el ángulo de difracción 2θ fue menor respecto al de una morfología aglomerada. De acuerdo a la ley de Bragg a menor ángulo de difracción corresponde un mayor distanciamiento entre las láminas que constituyen la estructura de la arcilla, indicando entonces que ese aumento de espaciamiento se atribuye a que moléculas del material matriz fueron capaces de intercalarse entre dichas láminas. Finalmente, una morfología exfoliada manifestada por la ausencia del pico característico de la arcilla original se debe a que las láminas que constituyen la estructura molecular de la arcilla dejan de ser paralelas disponiéndose entonces a diferentes ángulos una respecto de la otra provocando interferencias destructivas de la onda incidente resultando en intensidad cero en el difractograma.

Uno de los factores que afectan la morfología de un nano-compuesto es el porcentaje másico (% más.) de la nano-arcilla agregada en la matriz polimérica. Dependiendo de este valor, la morfología cambia, y dependiendo la morfología cambian sus propiedades mecánicas. La Figura 2.12 muestra el efecto de este factor manifestado a diferentes % más. de contenido de nano-refuerzo. Comparando la Figura 2.11 con la Figura 2.12 se puede concluir que entre 5 y 10 % más. la dispersión de la nanoarcilla presenta una morfología exfoliada. En cambio, entre el 20 y 30 % más. el ángulo 2θ es desplazado hacia la derecha indicando una morfología intercalada. Ahora bien, para 40 y 50 % más. el desplazamiento a la derecha del pico es aún mayor sugiriendo para este caso un aglomerado.

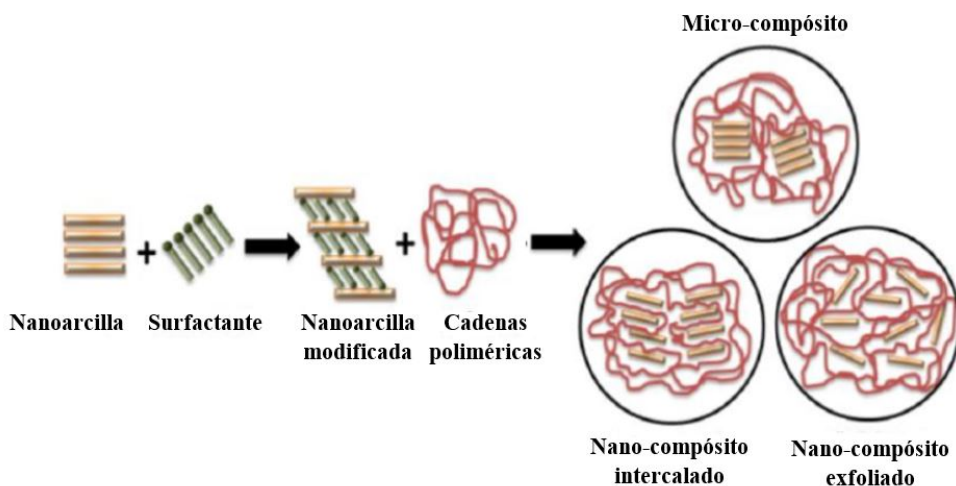


Figura 2.10: Tipos de morfologías en materiales nano-reforzados: a) microcompuestos, b) intercalado y, c) exfoliado. Imagen modificada de [30].

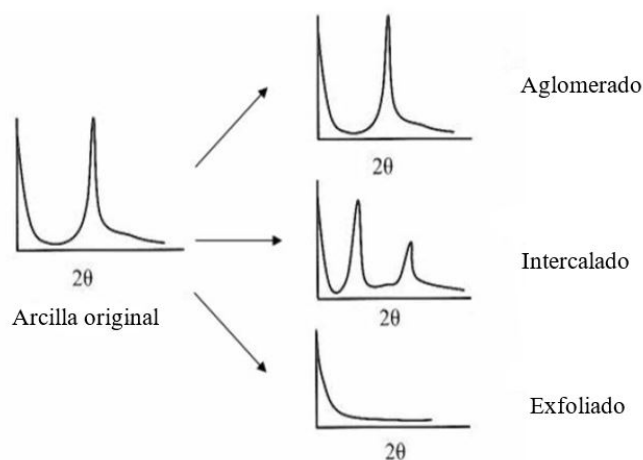


Figura 2.11: Patrones XRD para diferentes tipos de estructuras en nanocompuestos. Imagen modificada de [31].

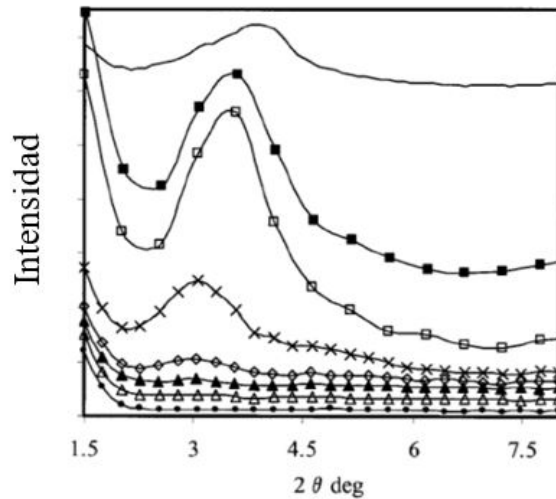


Figura 2.12: Datos XRD de un material nano-compuesto a diferente %más. de nano-relleno: (·)0 %más., (Δ)5 %más., (\blacktriangle)10 %más., (\diamond)20 %más., (\times)30 %más., (\square)40 %más., (\blacksquare)50 %más., y (-)100 %más. de nano-arcilla. Imagen modificada de [32].

2.8.2. Análisis dinámico mecánico (DMA)

El análisis mecánico dinámico (DMA, *por sus siglas en inglés*) es una técnica que consiste en la aplicación de esfuerzo o deformación a frecuencia y temperatura controlada con la intención de analizar la respuesta y obtener ángulo de fase y datos de deformación. Esto permite el cálculo del coeficiente de amortiguación, así como las propiedades visco-elásticas del material en estudio [33].

El método de DMA determina el módulo elástico (módulo de almacenamiento, E'), el módulo viscoso (módulo de pérdida, E''), y el coeficiente de amortiguamiento ($\tan\Delta$) como función de temperatura, frecuencia o tiempo. Los resultados usualmente se presentan en una gráfica de E' , E'' , y $\tan\Delta$) como función de temperatura o deformación [34].

Cuando una carga cíclica es aplicada a un material, la componente elástica pura es desplazada instantáneamente con la carga, mientras que el desplazamiento de la componente viscoelástica es retrasado e indicado por el desfase δ , tal y como se muestra en la Figura 2.13. Por lo tanto, cuando $\delta = 0$ indica que el material en análisis es un material puramente elástico. En cambio, un incremento en el desfase δ corresponde a un incremento en el carácter viscoelástico del material [35]. En conjunto, el módulo de almacenamiento y el módulo de pérdida dan como resultado el módulo complejo, E^* . El módulo complejo es una medida de

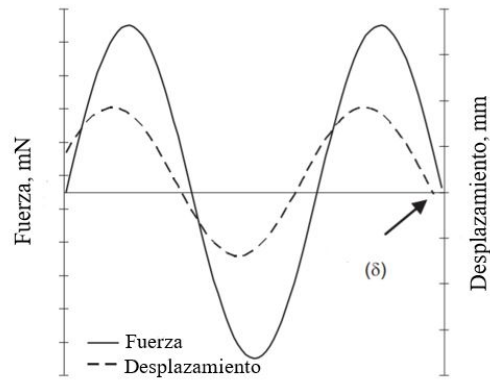


Figura 2.13: Desfase durante la aplicación de una carga cíclica. Imagen modificada de [35].

la resistencia del material a la deformación que involucra tanto la respuesta viscosa como la respuesta elástica del material [36].

La Figura 2.14 muestra la aplicación del método de DMA para un barrido de temperatura llevado a cabo a una frecuencia de 10 Hz para dos tipos de polietileno de baja densidad (LDPE, *por sus siglas en inglés*): rojo y transparente. La Figura 2.14 revela un decremento del módulo de almacenamiento en aproximadamente -46°C para el LDPE rojo y en aproximadamente -30°C para el LDPE transparente, lo cual es atribuido a la β -relajación o bien a la temperatura de transición vítrea, T_g . El módulo de pérdida del LDPE rojo muestra solo una transición bien definida de las tres que se presentan. En cambio en el LDPE transparente todas sus transiciones son evidentes [37].

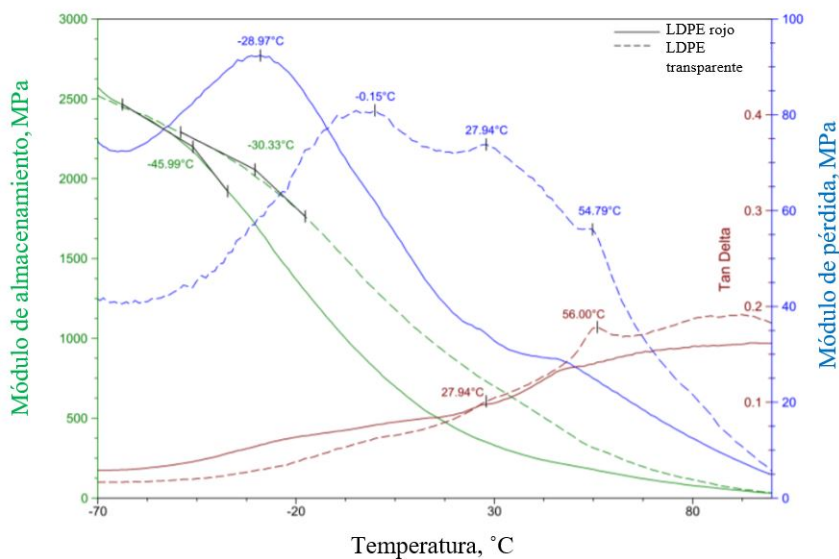


Figura 2.14: Análisis dinámico mecánico de dos muestras de LDPE. Imagen modificada de [37].

2.8.3. Prueba de flexión de tres puntos con geometría SENB

Para la estimación de la tenacidad de la fractura de plásticos en condiciones de carga cuasi-estáticas se utiliza la norma ISO 13586. Para ello, un ensayo de flexión de tres puntos es ejecutado sobre una probeta con geometría SENB. En términos generales, una barra de sección transversal rectangular reposa sobre dos soportes mientras una carga puntual es aplicada al centro. Luego, la probeta presenta deflexión hasta que se fractura. La configuración de la prueba se muestra en la Figura 2.15.

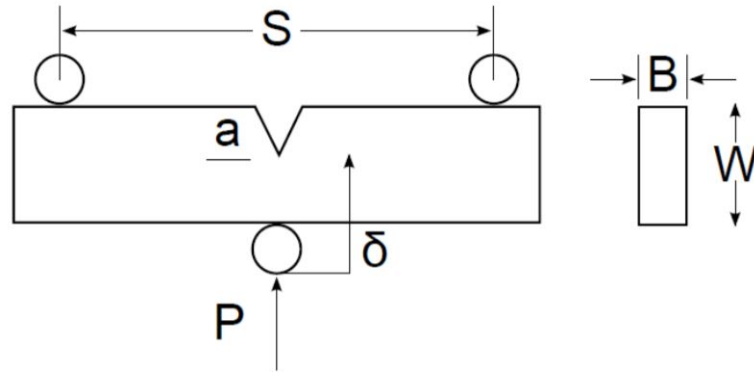


Figura 2.15: Prueba de flexión en tres puntos con geometría SENB. B es el grosor de la probeta, W el ancho, a es la longitud de la probeta, P es la carga aplicada, δ es la deflexión central y, S es el espacio entre los dos soportes [38].

Para la estimación de la tenacidad de la fractura G_{IC} definida como el valor de la tasa de liberación de energía en un espécimen pre-agrietado bajo condiciones de deformación plana cuando la grieta comienza a crecer, se utiliza la siguiente expresión:

$$G_{IC} = \frac{K_{IC}^2}{E} \quad (2.13)$$

donde K_{IC} es el valor crítico del factor K de intensidad de esfuerzo y E es el módulo de Young. Se considera $K = \lim_{r \rightarrow 0} \sigma(r) \cdot \sqrt{2\pi r}$ y E en condiciones de deformación plana $E = \frac{E_f}{1-\nu^2}$ donde E_t es el módulo de Young en flexión y ν es la constante de Poisson.

Capítulo 3

Diseño y construcción de la máquina HSDT

Como parte del trabajo de investigación de esta tesis, fue necesario diseñar y construir la máquina de pruebas de doble torsión a alta velocidad, misma que fue fabricada con base a los requerimientos técnicos reportados en [7]. A continuación, se enlistan las características técnicas generales de la máquina HSDT diseñada en este trabajo.

- Velocidad de impacto: 5 – 45 m/s.
- Fuerza de impacto: 6 – 4000 N.
- Capacidad de cuantificar RCP en polímeros.

El diseño de la máquina corresponde a un diseño modular con la intención de facilitar su ensamble y desensamble en caso de mantenimiento. Los módulos que conforman la máquina son:

1. *Estructura.* Conjunto de elementos estructurales con características mecánicas y geométricas adecuadas para soportar el sistema de presurización de aire y el módulo de liberación del proyectil. Además, la estructura provee de estabilidad a la máquina durante cada prueba de impacto.

2. *Sistema de presurización de aire.* Se trata de un sistema neumático que corresponde a la acumulación de aire comprimido necesario para disparar y guiar un proyectil dentro de los requerimientos de velocidad antes mencionados.
3. *Módulo de liberación del proyectil.* Consta de un mecanismo que retiene el proyectil mientras el tanque de aire comprimido es llenado. Una vez llenado el tanque, este módulo permite liberar el proyectil mediante la acción mecánica de un tornillo sin fin.
4. *Porta-probetas.* Corresponde a cuatro puntos de apoyo en donde la probeta es colocada. Dos de ellos son alojamientos diseñados para proteger la integridad de los sensores de fuerza. El módulo del porta-probetas incluye un sistema para la alineación de la probeta.
5. *Sistema de frenado.* Este módulo se encarga de amortiguar y detener el proyectil después de haber impactado la probeta.

Las siguientes secciones describen a detalle cada uno de los cinco módulos que conforman la máquina de pruebas HSDT.

3.1. Estructura

De acuerdo con los requerimientos de espacio, soporte y estabilidad necesarios para el ensamble de los módulos 2 al 5 descritos anteriormente, se diseñó la estructura mostrada en la Figura 3.1. Considerando que se trata de pruebas dinámicas, un criterio importante de diseño es la simetría de la estructura. La simetría otorga estabilidad a la máquina mediante la distribución de fuerzas homogénea a lo largo de cada elemento estructural que la conforma. Es por ello que la zona en donde el proyectil impacta la probeta se ubica en el centro de la parte inferior de la estructura (el bastidor). Esto permite que al momento del impacto, la fuerza del proyectil no ocasione un levantamiento lateral de la máquina ya que en este caso la suma de momentos generados es cero. La Figura 3.1(a) y 3.1(b) muestra la zona central (en naranja) donde el proyectil impacta. Además de la simetría de la estructura, un criterio importante que suma estabilidad a la máquina es la robustez de la misma. Esto se logra usando elementos estructurales rígidos que adhieren masa a la máquina.

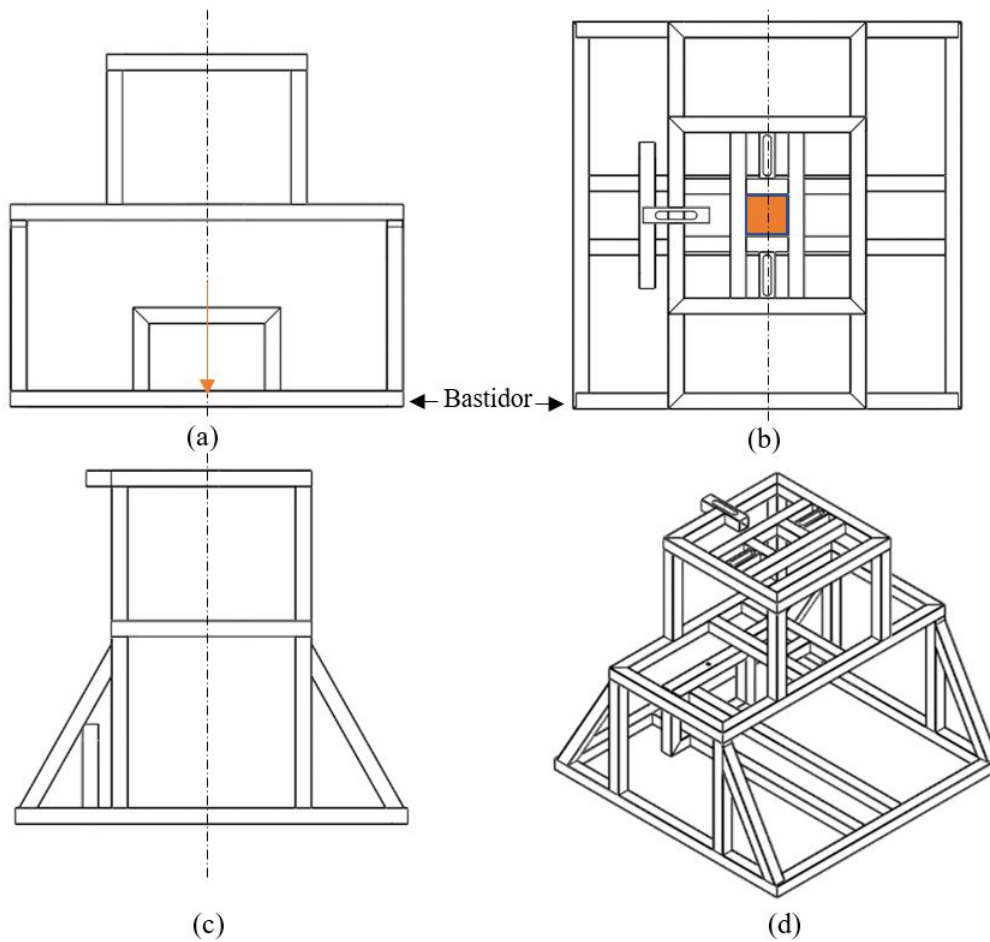


Figura 3.1: Estructura máquina HSDT; (a) Vista frontal, (b) Vista superior, (c) Vista lateral y, (d) Isométrico.

3.2. Sistema de presurización de aire comprimido

El sistema de presurización de aire comprimido consta de los siguientes elementos: contenedor de aire comprimido, guía de deslizamiento del proyectil y, el proyectil. De acuerdo con las necesidades de velocidad y fuerza de impacto que involucra la prueba, el diseño de este módulo se basó en la configuración mostrada en la Figura 3.2. Básicamente este módulo permite la reserva de aire comprimido dentro de un acumulador de volumen V_0 a una presión P_0 . Este acumulador es conectado a un tubo cuadrado con área de sección transversal A dentro del cual el proyectil de masa m es impulsado y guiado. Conforme el aire comprimido se expande dentro del sistema, la presión acelera el proyectil a lo largo de la longitud L del tubo cuadrado a una velocidad de salida v . La ecuación 3.1 derivada en [39] describe el comportamiento físico del sistema:

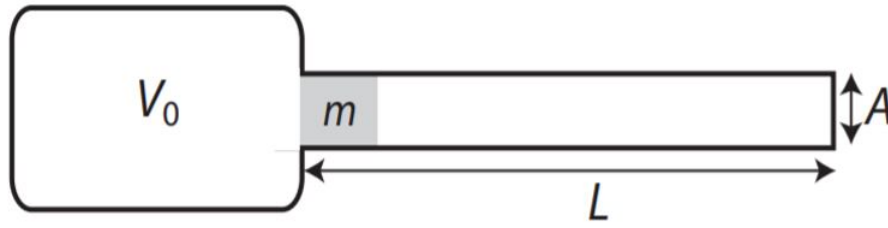


Figura 3.2: Modelo de expansión de aire comprimido [39].

$$v = \sqrt{\frac{2}{m} \left(P_0 V_0 \ln \left(1 + \frac{AL}{V_0} \right) - ALP_{atm} - Lf \right)} \quad (3.1)$$

donde f se refiere la fricción entre el proyectil y la pared interna del tubo cuadrado. Debido a que la presión en el tanque es mucho mayor que la presión atmosférica y, para efectos prácticos, consideramos que f es nula.

Luego, de la ecuación 3.1 se logran obtener los parámetros dimensionales correspondientes al tubo cuadrado y acumulador de aire, así como la masa adecuada para el proyectil. La Tabla 3.1 muestra los resultados obtenidos. Cabe mencionar que los datos de área transversal del tubo cuadrado y el volumen del acumulador de aire comprimido se proponen de acuerdo a valores comerciales. La presión de trabajo se encuentra restringida a los valores estandarizados en las tomas de aire comprimido que se encuentran instaladas en el laboratorio de trabajo (máximo 7 bar). Además, la masa del proyectil puede ser propuesta de acuerdo con el tipo de material utilizado (en este caso aluminio 6063 T5), así como su geometría.

La Figura 3.3(a) muestra la configuración detallada del sistema de presurización de aire de la máquina HSDT diseñada. Es importante señalar que, en términos prácticos, el criterio que se siguió para el diseño de dicho módulo es la flexibilidad ya que permite la variación de la presión de trabajo y, eventualmente de la masa del proyectil con la intención de aproximar los valores prácticos de velocidad de impacto a los valores teóricos deseados. Cualquier otro parámetro mostrado en la Tabla 3.1 que no sean los dos antes mencionados, implicaría un rediseño en la máquina. La Figura 3.3(b) muestra el diseño mecánico del proyectil acorde a los requerimientos geométricos de impacto. En la Figura 3.3(b) resaltan dos requerimientos de diseño importantes de mencionar; el alojamiento del O-Ring y los balines de impacto. El O-Ring sella perfectamente el aire contenido en el acumulador para evitar fugas de aire

resultando idealmente en velocidad de proyección constantes al no haber pérdidas de aire comprimido. Los dos balines de acero se encargan de impactar la muestra (tal como se indica en [7]) para generar el fenómeno de doble torsión durante la propagación de la grieta.

Parámetro	Valor	Unidad
Presión de trabajo	0.5-5	[MPa]
Volumen del acumulador de aire comprimido	7	[L]
Área transversal del tubo cuadrado	0.0625 x 0.0625	[m ²]
Longitud del tubo cuadrado	0.5	[m]
Masa del proyectil	0.5	[kg]

Tabla 3.1: Resultados de diseño correspondientes al módulo 2.

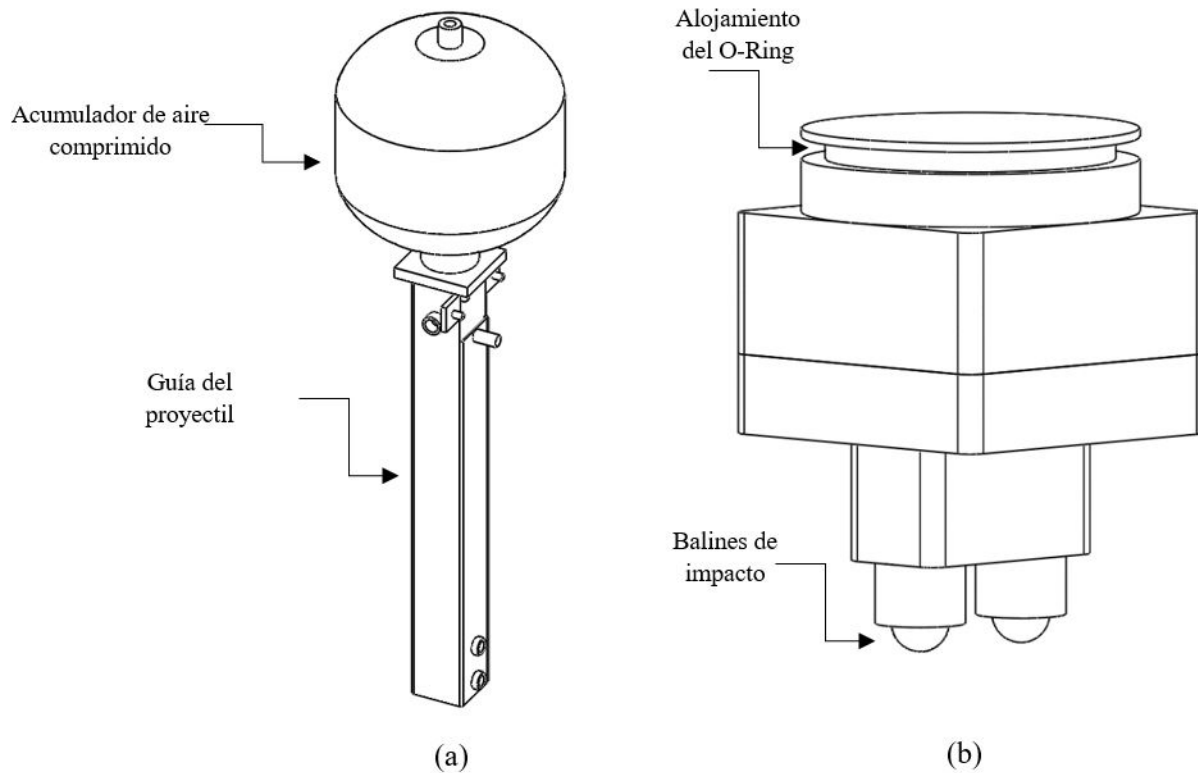


Figura 3.3: Módulo de presurización de aire comprimido: a)tanque/tubo cuadrado guía y b)proyectil.

3.3. Módulo de liberación del proyectil

El módulo de liberación del proyectil consta de un mecanismo basado en el movimiento simétrico de dos pernos de retención bajo acción de un tornillo sin fin. La Figura 3.4 muestra la configuración de dicho módulo.

Para idear el mecanismo de liberación del proyectil se utilizó una abrazadera para vigas de 2 toneladas de la marca MIKELS. Se seleccionó este tonelaje debido a que las dimensiones de la abrazadera, así como su longitud de apertura cumplen con los requerimientos dimensionales que se ajustan tanto a la estructura de la máquina como al sistema de pre-surización de aire comprimido. El mecanismo que ofrece este producto es simple y cumple con las necesidades técnicas para su fin en este proyecto. Este mecanismo logra la apertura de la abrazadera de forma antisimétrica por medio del giro de un tornillo sin fin, mismo que gira con la ayuda de una manivela. Para lograr que la abrazadera MIKELS fuese útil como sistema de retención/liberación del proyectil se necesitó llevar acabo la adición de dos pernos, uno de cada lado, tal como se muestra en la Figura 3.4. Con este simple mecanismo se logra retener el proyectil mientras el acumulador de aire es llenado (Figura 3.4(a)). Una vez llenado el tanque del aire comprimido lo suficiente para alcanzar la velocidad de proyectil deseada, la manivela mueve el tornillo sin fin y con él los dos pernos comienzan a desplazarse de manera antisimétrica y a la misma velocidad, liberando entonces el proyectil (Figura 3.4(b))

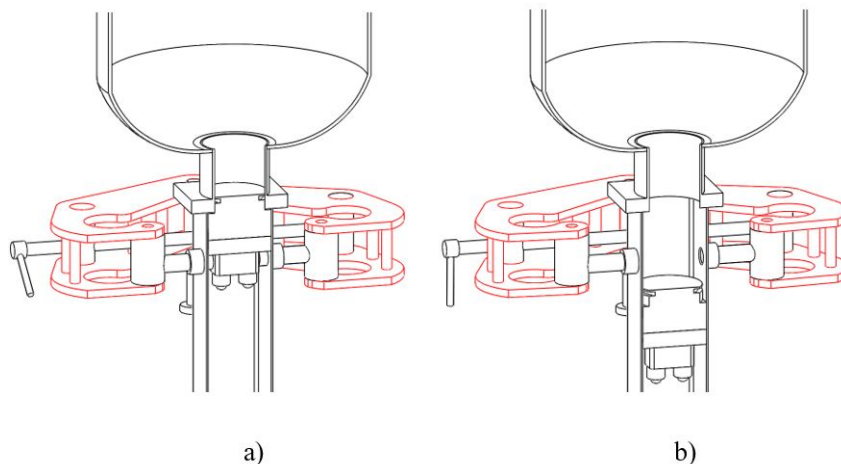


Figura 3.4: Mecanismo de liberación del proyectil; (a)proyectil retenido y, (b)proyectil liberado por acción del movimiento del tornillo sin fin.

3.4. Porta-probetas

Con base a la configuración de la prueba mecánica HSDT, la probeta debe estar soportada sobre cuatro puntos de apoyo. Sin embargo, después de haber realizado algunas pruebas de impacto se concluye que es necesario agregar un quinto punto de apoyo en la parte posterior de la probeta de modo que la ayude a mantenerse posicionada durante la propagación de

la grieta. Este punto asegura el fenómeno de doble torsión sin afectar el evento dinámico de propagación de grieta analizado en este trabajo. La Figura 3.5 muestra la configuración final del porta-probetas. Se observan los cinco puntos de contacto, cuatro de ellos soportan la probeta por la parte inferior. El quinto punto de apoyo apenas contacta la parte anterior trasera central de la probeta sirviendo además como un método de alineación de ésta.

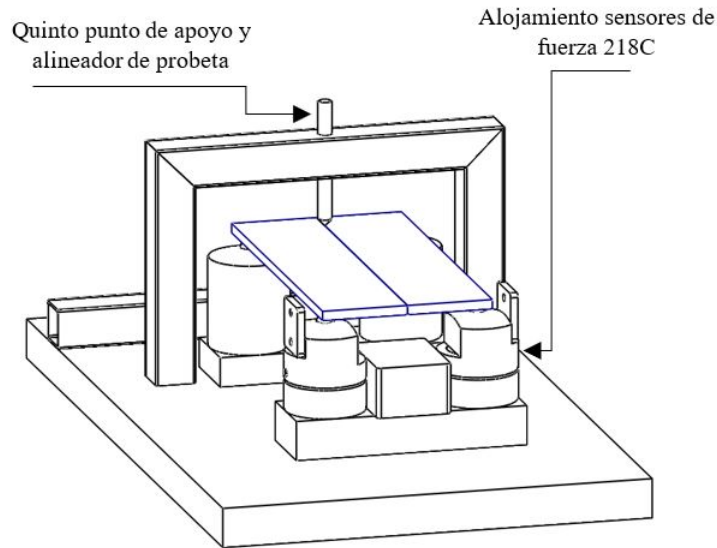


Figura 3.5: Puntos de apoyo de la probeta.

Los alojamientos para los sensores de fuerza 218C de PCB Piezotronics son parte importante del presente módulo ya que es fundamental mantener los sensores alineados y protegidos. De acuerdo con el manual de operación del sensor 218C [40], el tipo de montaje que más se adecúa a nuestra aplicación se muestra en la Figura 3.6(a). El diseño de los alojamientos consta básicamente de dos partes: una base rectificada (sobre la cual se coloca el sensor) y una tapa protectora (encargada de salvaguardar el mismo). El hecho de que la base sea totalmente plana, asegura que la dirección de fuerza de impacto del proyectil sea perpendicular al plano rectificado. La Figura 3.6(b) muestra las partes correspondientes al alojamiento del sensor, así como su ensamble.

3.5. Sistema de Frenado

La función del sistema de frenado es amortiguar y detener el proyectil una vez que haya impactado y fracturado la probeta. Se optó por un diseño sencillo que consiste tan solo en un soporte compuesto por neopreno. El neopreno tiene dos funciones principales; (1) evita un

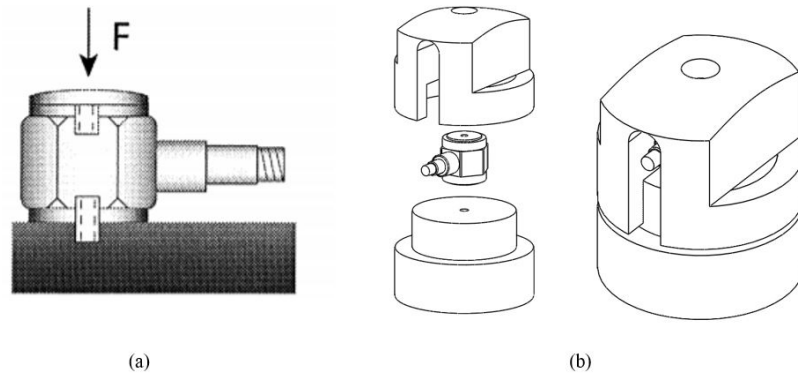


Figura 3.6: (a) Montaje del sensor 218C de PCB Piezotronics para la medición de fuerza de la fuerza de impacto en la prueba HSDT [40] y, (b) alojamiento del sensor de fuerza 218C.

impacto directo entre el proyectil y el bastidor (ambos de metal) y, (2) absorbe las vibraciones mecánicas del impacto evitando que se transmitan a la estructura de la máquina. Por un lado, evitar el choque entre dos metales a altas velocidades ayuda a conservar la vida útil de los componentes que chocan y, además, evita que el proyectil, después de impactar, rebote (ya que se trata de un choque elástico) con la posibilidad de causar algún accidente al operador. Por otro lado, el neopreno al ser un material que amortigua, absorbe las vibraciones de impacto evitando que dichas perturbaciones mecánicas de alta frecuencia puedan ser causa de ruido en las lecturas de fuerza llevadas a cabo por los sensores piezoeléctricos 218C que se encuentran relativamente cerca de la posición final del trayecto del proyectil. La Figura 3.7 muestra la configuración del sistema de frenado.

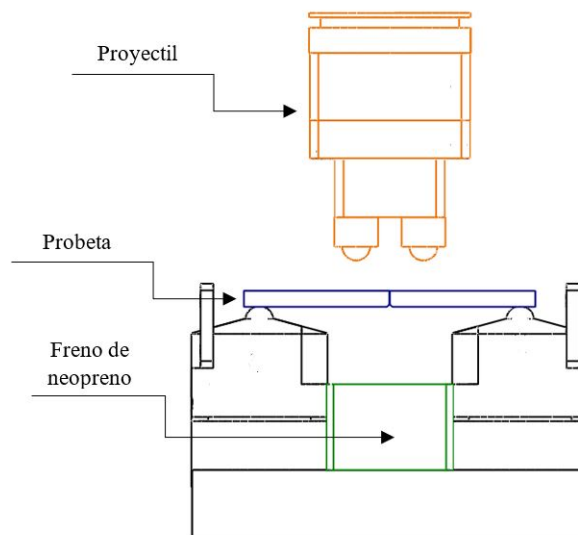


Figura 3.7: Sistema de frenado de proyectil de la máquina HSDT.

3.6. Máquina HSDT fabricada

Los cinco módulos descritos en este capítulo son muestra del trabajo ingenieril que se llevó a cabo para la construcción de la máquina de pruebas HSDT. Procesos de manufactura como torneado y fresado fueron utilizados para la fabricación de cada elemento mecánico. Además, la aplicación de soldadura de electrodo revestido fue fundamental para la construcción de la estructura. La Figura 3.8 destaca algunas fotografías sobre el proceso de construcción llevado a cabo para la construcción de la máquina HSDT.

El CAD (Computer-Aided Design) resultado de ensamblar los cinco módulos de la máquina se muestra en la Figura 3.9. La importancia de producir elementos mecánicos precisos se verá reflejada en los resultados experimentales reportados en los capítulos correspondientes. Finalmente, la Figura 3.10 muestra la máquina HSDT fabricada.



Figura 3.8: Procesos de manufactura realizados para la construcción de la máquina HSDT.

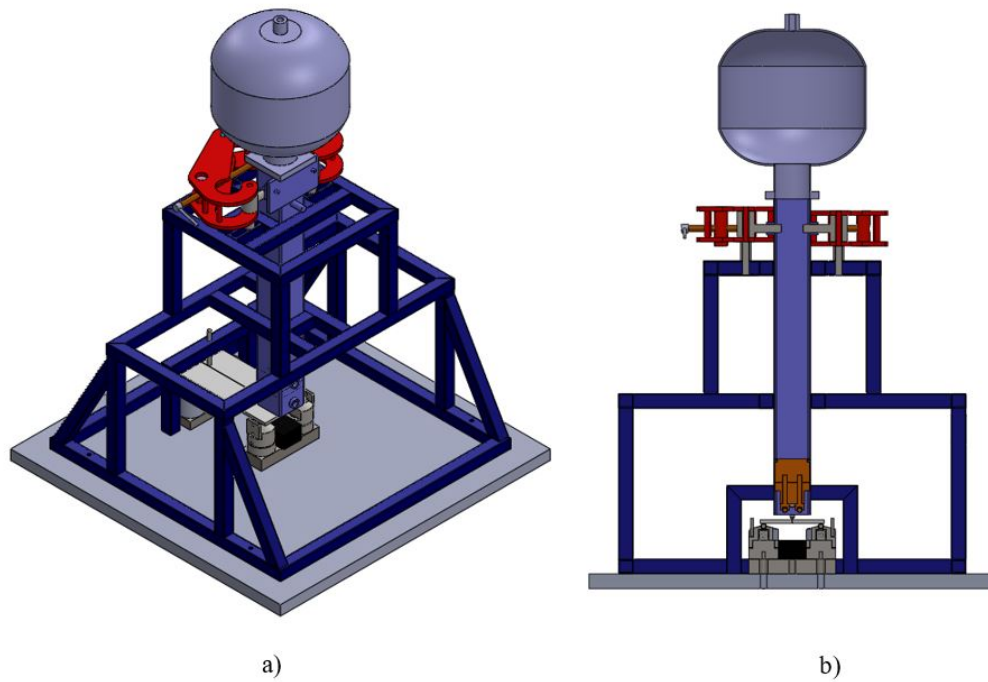


Figura 3.9: CAD de la máquina HSDT con los cinco módulos ensamblados: a) vista isométrica y b) corte transversal vertical para visualizar el proyectil.

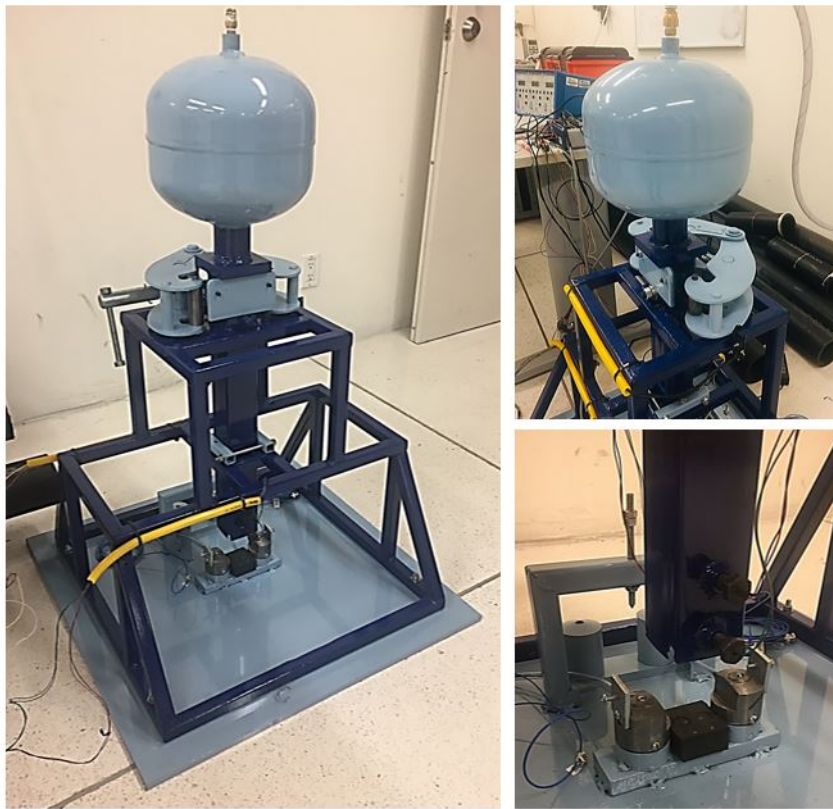


Figura 3.10: Máquina de pruebas HSDT construida.

Capítulo 4

Instrumentación de la máquina HSDT

En el capítulo anterior se describió la construcción de la máquina HSDT referente a cada uno de sus elementos mecánicos que la conforman. En este capítulo se presenta el diseño e implementación correspondiente a la instrumentación electrónica de la máquina.

Los parámetros de interés que se desean medir durante la ejecución de la prueba HSDT son: velocidad del proyectil, velocidad de propagación de grieta y, fuerza de impacto. Con estos tres datos experimentales es posible estimar la propiedad mecánica de interés (la resistencia a la fractura dinámica en condiciones de deformación plana, G_{d1}) mediante la aplicación de la ecuación 2.9 descrita en la sección 2.6. A continuación, se describen las técnicas de instrumentación utilizadas para la medición de dichos parámetros. Para ello, se decidió dividir el presente capítulo en dos secciones; 4.1 y 4.2. En la primera parte se detalla todo lo referente al arreglo electrónico necesario para la medición de los parámetros de interés, es decir, los circuitos electrónicos utilizados. Posteriormente en la sección se describe el software desarrollado para el adecuado procesamiento digital de señales para la instrumentación electrónica integrada.

4.1. Arreglo electrónico

4.1.1. Medición de velocidad del proyectil

Como se explicó anteriormente, el proyectil al ser disparado, describe una trayectoria vertical lineal desde una posición inicial hasta una posición final indicada por el instante en que impacta la probeta. El modelo matemático 3.1 propuesto en [39] se utilizó como modelo base de diseño de un sistema de disparo basado en el uso de aire comprimido. Con ello fue posible estimar teóricamente los parámetros mostrados en la Tabla 3.1 para la construcción del módulo correspondiente que cumplen con el rango de velocidades de disparo deseadas. Sin embargo, es necesario medir experimentalmente los valores reales de velocidad de impacto que ocurren durante cada prueba HSDT con la intención de asegurar que los parámetros considerados en el modelo descrito en [17] sean lo más precisos posibles.

La técnica de instrumentación usada para medir la velocidad del proyectil se implementó mediante el uso de un par de sensores infrarrojos colocados en dos puntos distintos que pasan por la trayectoria del proyectil. La Figura 4.1 muestra la ubicación de los sensores infrarrojos instalados en el tubo cuadrado guía del proyectil. Considerando que el proyectil, al ser disparado va acelerando, la ubicación de estos dos puntos se consideró en la zona final del recorrido poco antes de impactar a la probeta con el objetivo de medir la velocidad del proyectil justo antes del impacto. Ello asegura un valor de velocidad de impacto preciso.

Básicamente este sistema de medición de velocidad consiste en registrar los tiempos t_1 y t_2 que se capturan al momento de interrumpir el haz de luz infrarroja cuando el proyectil pasa a través de ella en los puntos indicados en la Figura 4.1. Conociendo los valores de tiempo t_1 y t_2 podemos obtener el valor de tiempo Δt que tardó el proyectil en pasar la distancia d entre la ubicación del emisor 1 y el emisor 2 y, con ello calcular la velocidad promedio de impacto v_{imp} . La ecuación 4.1 muestra la relación correspondiente.

$$v_{imp} = \frac{d}{\Delta t} \quad (4.1)$$

La Figura 4.2 muestra el circuito electrónico diseñado para la medición de velocidad de impacto del proyectil. Consta de dos emisores de luz infrarroja y dos fototransistores que sirven como receptores para detectar la presencia de dicha luz.

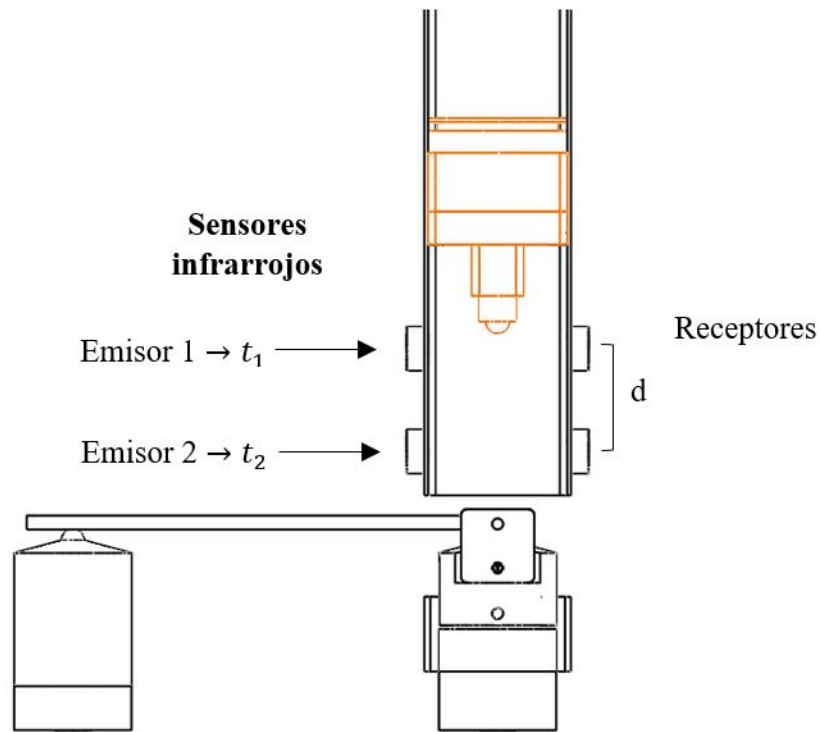


Figura 4.1: Colocación de los sensores infrarrojos en el tubo cuadrado guía del proyectil.

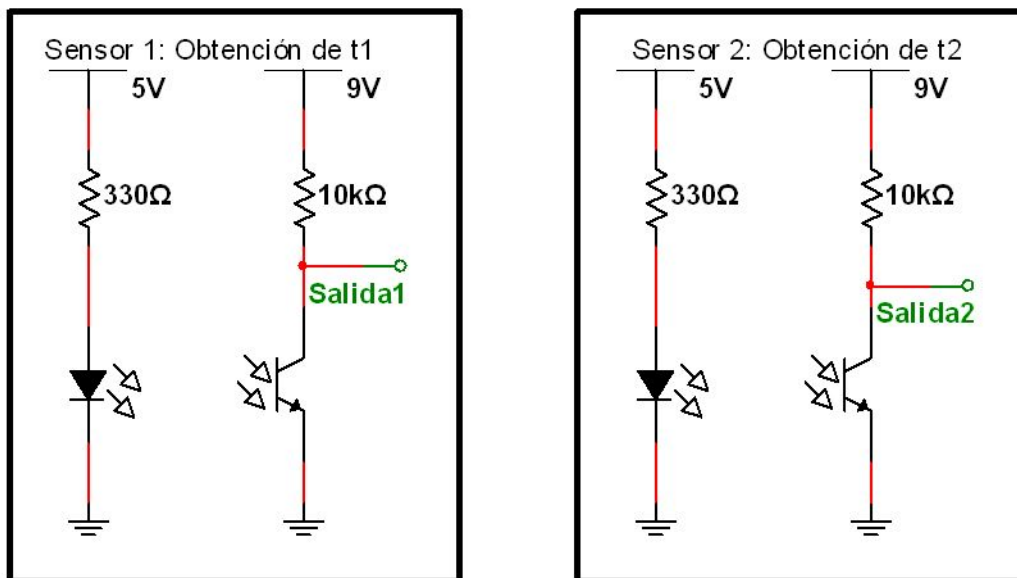


Figura 4.2: Diagrama eléctrico del circuito encargado de la obtención de t_1 y t_2 basado en el uso de un par de emisor y receptores infrarrojos.

4.1.2. Medición de propagación de grieta

La velocidad de propagación de la grieta se midió mediante el uso de la técnica conocida como “cuadrícula de líneas conductoras” reportada en [17]. La técnica de instrumentación utilizada en este trabajo es diferente a la que originalmente se ha utilizado. Esta estrategia de instrumentación consiste en el trazado de 8 líneas de material conductor (sobre la superficie posterior respecto a la superficie de impacto) que son equidistantes una con respecto de la otra y que se encuentran perpendiculares a la dirección de propagación de la grieta. Esta configuración se muestra en la Figura 4.3

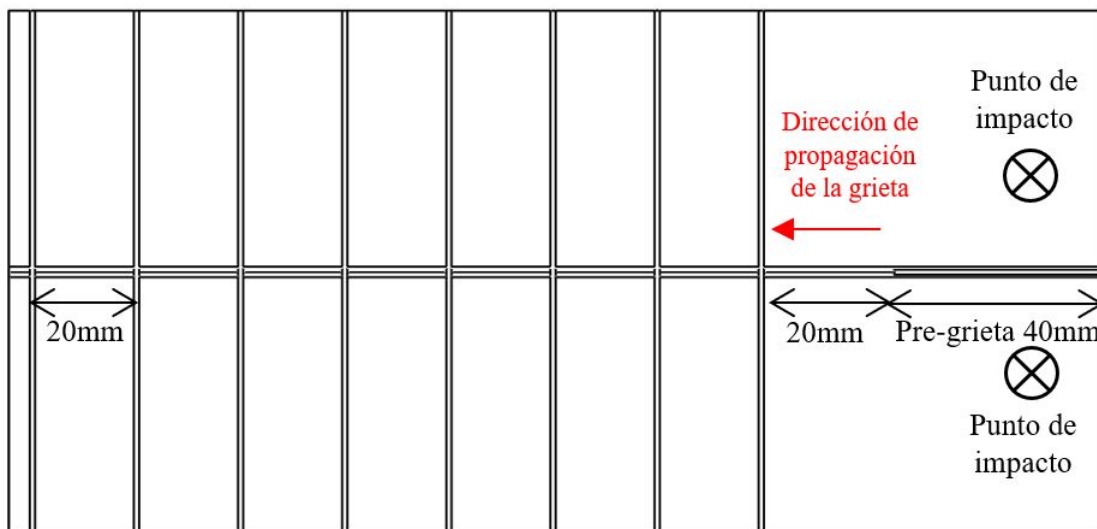


Figura 4.3: Técnica de “cuadrícula de líneas de material conductor”. La distancia entre cada línea de plata es de 20 mm. La pre-grieta tiene una longitud de 40 mm.

El principio de funcionamiento de esta técnica de instrumentación se basa en registrar el instante de tiempo en el cual cada una de las líneas de plata conductiva se va cortando a causa de la propagación de la grieta. Para dicho registro se implementó el circuito eléctrico mostrado en la Figura 4.4. Este circuito no es más que un conjunto de interruptores que se mantienen cerrados mientras la probeta no sea fracturada. En cambio, al iniciarse la propagación de la grieta, cada uno de los interruptores se irán abriendo conforme la grieta vaya rompiendo cada una de las líneas conductoras de plata como consecuencia de su avance y trayectoria. Este cambio lógico de 1 a 0 es registrado y temporizado mediante el uso de contadores de las tarjetas de adquisición de datos NI-USB 6341 de National Instruments. Para ello, se desarrolló un programa en LabVIEW encargado de capturar el instante de tiempo en el que cada línea conductiva de plata se rompe. Con el registro de estos tiempos y conociendo la distancia

que hay entre líneas de plata conductiva es posible calcular la velocidad de propagación de la grieta, \dot{a} . La Figura 4.4 ejemplifica una situación esquemática en donde, a consecuencia del avance del frente de grieta, ya se han roto las primeras cuatro líneas de plata conductiva (representadas como interruptores abiertos) mientras que las últimas cuatro líneas de plata conductiva aún no se rompen (representadas como interruptores cerrados) lo que significa que, en ese instante, la grieta no ha fracturado esa parte de la probeta.

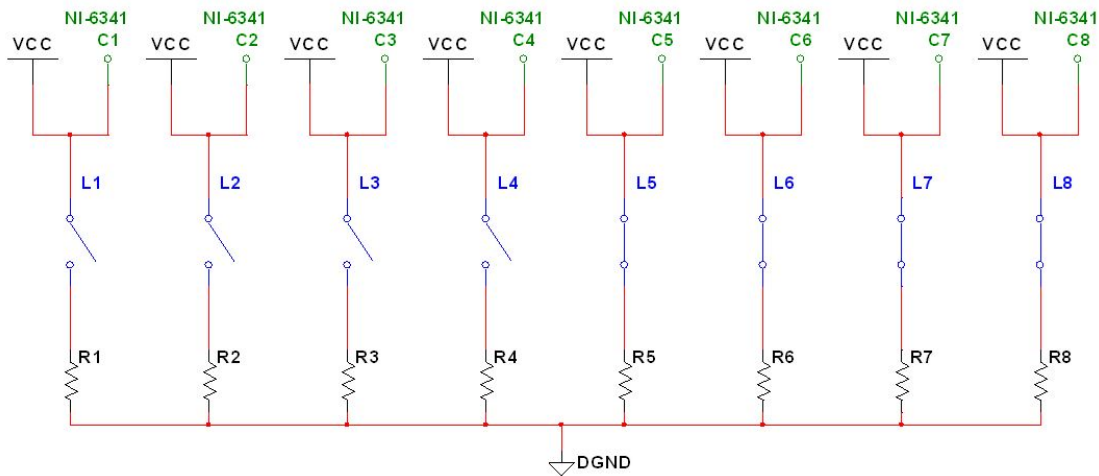


Figura 4.4: Circuito eléctrico para la medición de propagación de grieta sobre la probeta. Cabe destacar que, en este esquema, C significa Contador y L es Línea de plata conductiva.

4.1.3. Medición de fuerza de impacto

Para la medición de fuerza de impacto se utilizaron un par de sensores de fuerza alojados en la configuración mecánica descrita en la sección 3.4. Los sensores de fuerza utilizados son sensores piezoeléctricos de propósito general modelo 218C fabricados por PCB Piezotronics. Estos sensores fueron seleccionados debido a su factibilidad para montar, así como sus especificaciones de capacidad de fuerza y frecuencia de trabajo (velocidad de respuesta). Consultar Anexo 1 para ver detalles técnicos del sensor 218C.

El esquema de la Figura 4.5 muestra el arreglo de conexión general del sistema de medición de fuerza de impacto de la máquina HSDT diseñada. Este sistema consta de un par de sensores de fuerza 218C, un amplificador de carga tipo 5010 de KLISTER así como dos pares de cables; un par BNC-BNC y un par de cables coaxiales de bajo ruido BNC-10-32. La Figura 4.6 especifica el sistema de instrumentación implementado en la máquina HSDT.

El propósito del amplificador de carga KISTLER 5010 es convertir la impedancia de

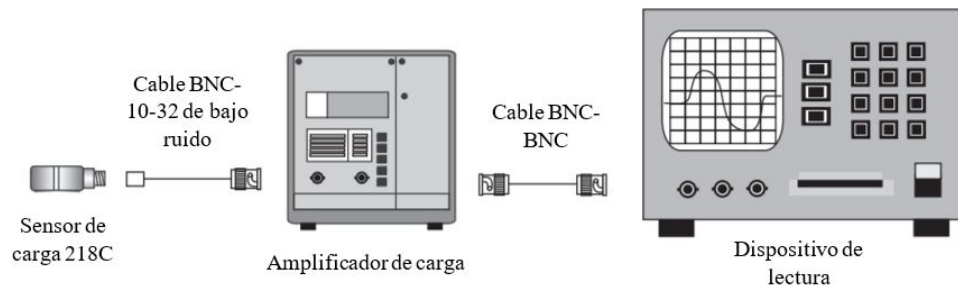


Figura 4.5: Arreglo de conexión del sistema de medición de fuerza de impacto [41].

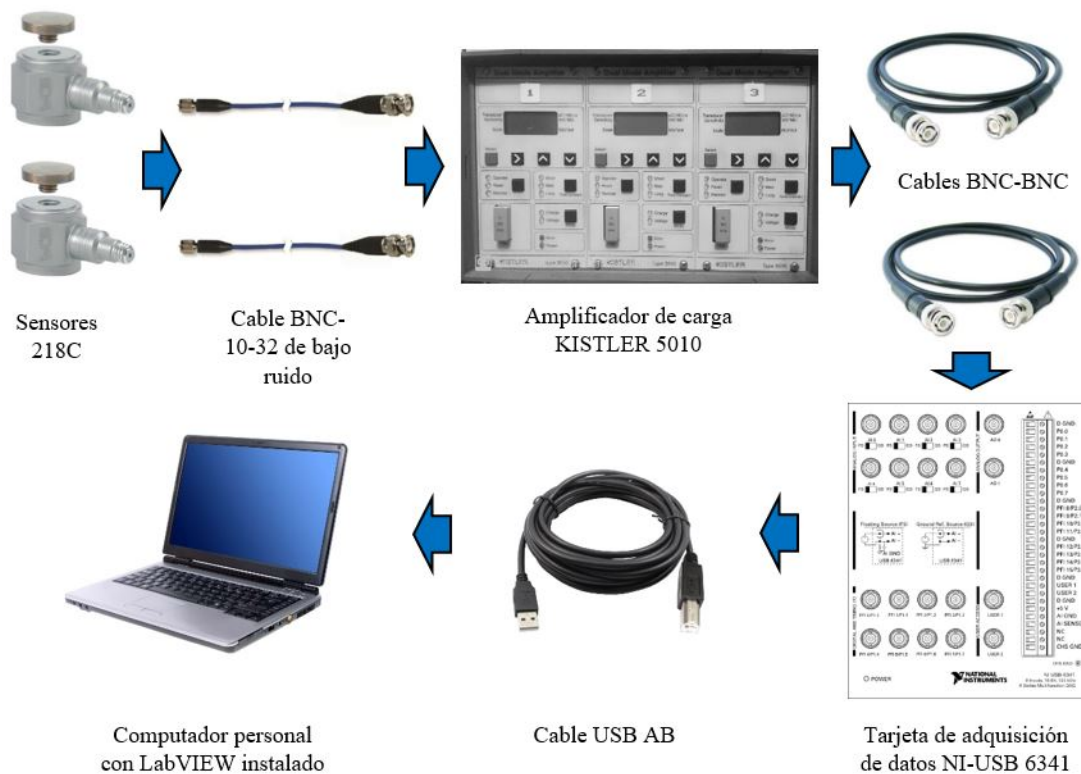


Figura 4.6: Elementos hardware para el sistema de medición de fuerza de impacto.

salida alta que tiene el sensor 218C (al tratarse de un sensor de naturaleza piezoeléctrico) en baja impedancia para poder acoplar la salida de dicho sensor a la entrada de dispositivos de lectura como lo es la tarjeta de adquisición de datos NI-USB 6341 y, de ese modo, poder tratar, analizar e interpretar digitalmente la salida del sensor de fuerza en dicha tarjeta. Con la intención de no profundizar en detalles técnicos, la configuración del amplificador de carga se detalla en el protocolo de operación de la máquina HSDT presentado en el Anexo 2.

4.2. Instrumentación virtual

En la sección anterior se describieron las configuraciones y arreglos electrónicos correspondientes a la medición de fuerza de impacto, velocidad de propagación de grieta y velocidad del proyectil. A continuación, se presenta la implementación de un instrumento virtual encargado de la lectura y procesamiento digital de señales digitales y analógicas adquiridas de los circuitos electrónicos descritos en la sección 4.1. Esta instrumentación virtual fue programada en el lenguaje de programación gráfico LabVIEW® e implementado en la tarjeta de adquisición de datos modelo USB 6341 de National Instruments. La Figura 4.7 muestra un diagrama de la composición general de la programación de instrumentación virtual desarrollada. Básicamente, se trata de tres módulos dedicados a adquirir, tratar y convertir las señales de entrada en señales de salida cuantificables para los propósitos de medición de fuerza de impacto, velocidad de impacto y velocidad de propagación de grieta.

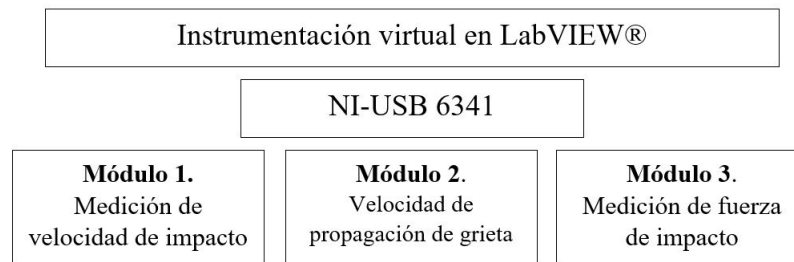


Figura 4.7: Módulos que conforman la instrumentación virtual en LabVIEW®.

4.2.1. Instrumentación virtual: Velocidad de impacto

La implementación de la instrumentación virtual respecto a la medición de velocidad de impacto del proyectil se llevo a cabo mediante una estrategia sencilla de programación (asumiendo que el movimiento del proyectil es uniformemente acelerado) la cual consiste en la adquisición de dos instantes de tiempo t_1 y t_2 , que corresponden al paso del proyectil por los sensores infrarrojos respectivos (ver la Figura 4.1). Estos datos de tiempo se adquieren a través de las entradas digitales P0.0 y P0.1 de la tarjeta NI-USB 6341. Posteriormente, en el ambiente de programación gráfica de LabVIEW® se obtiene la diferencia entre t_2 y t_1 para calcular Δt correspondiente al tiempo que tardo el proyectil en pasar por ambos sensores infrarrojos. De esta manera, simplemente se implementa la ecuación 4.1 para calcular la velo-

cidad de impacto proyectil-probeta. La Figura 4.8(a) muestra un fragmento del código gráfico implementado correspondiente en LabVIEW®. Por otro lado, la Figura 4.8(b) muestra el panel de control diseñado para la visualización de resultados de la medición de velocidad de impacto. Cabe mencionar que las condiciones de esta prueba ejemplo se llevaron a cabo en caída libre.

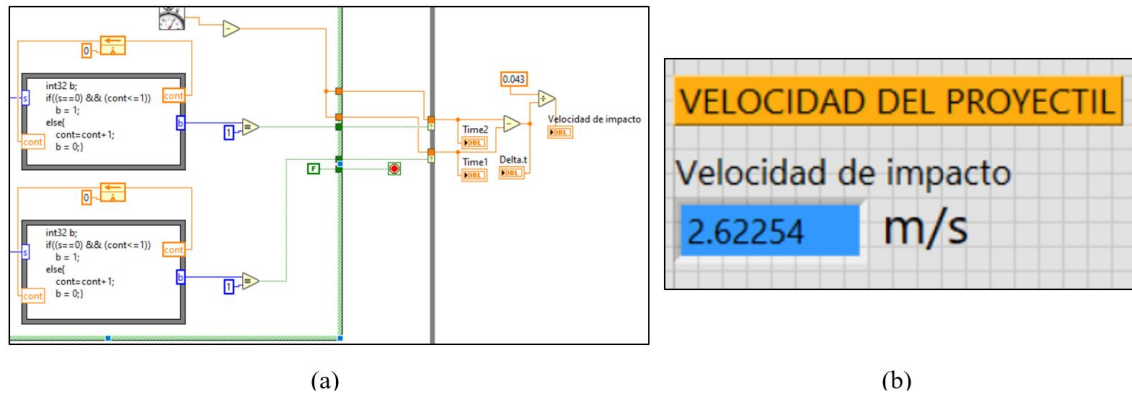


Figura 4.8: (a) Fragmento de código gráfico en LabVIEW® correspondiente a la medición de la velocidad de impacto y, (b) ejemplo de ejecución en caída libre.

4.2.2. Instrumentación virtual: Velocidad de propagación de grieta

Al tratarse de un evento dinámico rápido (considerando rápido velocidades de 100 a 300 m/s manifestados en longitudes de 200 mm), para medir la velocidad de propagación de grieta fue necesario buscar una tarjeta de adquisición de datos con la capacidad de lectura suficiente para responder a dichos requerimientos. La razón por la cual se hizo uso de esta tarjeta de adquisición de datos NI-USB 6341 es que, está ofrece contadores digitales capaces de detectar cambio de flanco digital (subida o bajada) en una resolución de hasta 10 ns (suficientes para detectar los cambios lógicos de 1 a 0 descrito en 4.1.2).

La estrategia de programación consta del uso de los cuatro contadores digitales que ofrece la tarjeta NI-USB 6341 ubicados en sus periféricos de entrada PFI9, PFI4, PFI1 y PFI6. Por ende, fue necesario usar dos tarjetas para cubrir las ocho líneas que se utilizan para estimar la velocidad de propagación de grieta tal y como se explica en 4.1.2. El uso de los contadores sirve para conocer el tiempo que transcurre entre cada flanco de bajada de cada una de las señales digitales preestablecidas con un valor lógico 1 antes de que ocurra RCP. Una vez que ocurre RCP en la probeta instrumentada en cuestión, se comenzarán a

medir los Δt_L correspondientes a la ruptura de las líneas de plata conductiva subsecuentes una de la otra. De esta manera, conociendo estos Δt_L en conjunto con la distancia conocida entre líneas de plata conductiva (en este caso 20 mm), entonces se puede estimar la velocidad de propagación de grieta en siete puntos a lo largo de la probeta. A continuación, la Figura 4.9(a) muestra un fragmento de código gráfico correspondiente al uso de contadores para la medición de velocidad de propagación de grieta. Por otro lado, la Figura 4.9(b) muestra un ejemplo de resultados de la prueba HSDT visualizados en el panel de control diseñado. Cabe destacar que los resultados obtenidos fueron llevados a cabo en una probeta de HDPE con carga de nanoarcilla I.31PS 5% más. a -5°C de temperatura de acondicionamiento.

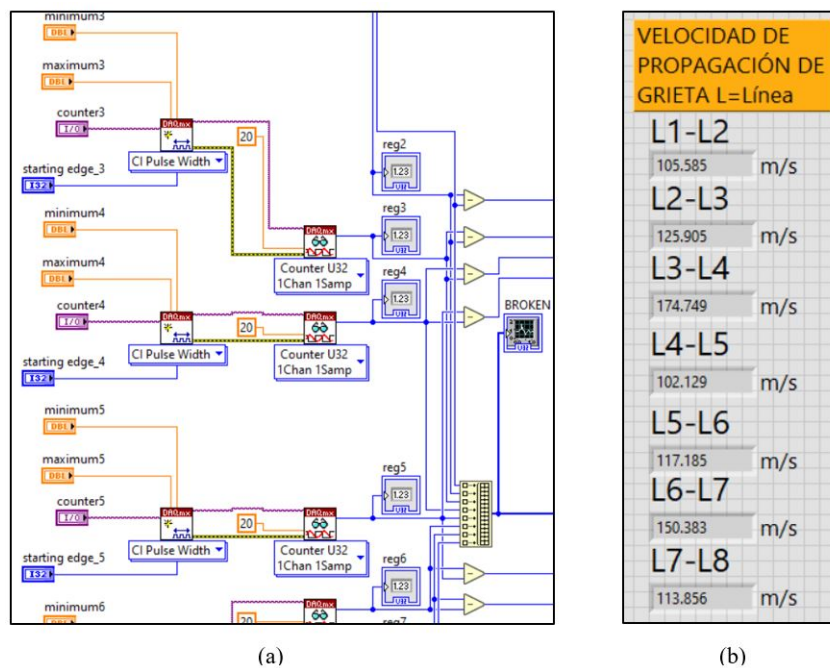


Figura 4.9: (a) Fragmento de código gráfico en LabVIEW® correspondiente a la medición de velocidad de propagación de grieta y, (b) ejemplo de ejecución sobre una probeta HDPE grado tubería a -5°C de temperatura de acondicionamiento.

4.2.3. Instrumentación virtual: Fuerza de impacto

Para la adquisición de datos de fuerza de los sensores piezoeléctricos 218C se hizo uso de un par de entradas analógicas AI0 y A01 de la tarjeta NI-USB 6341. Estas entradas analógicas cuentan con conectores macho BNC adecuados para la conexión del amplificador de carga KISTLER 5010 y de los sensores de fuerza para la medición de carga de impacto. La frecuencia máxima de muestreo para estas entradas analógicas es de 500 kSamples/s por canal.

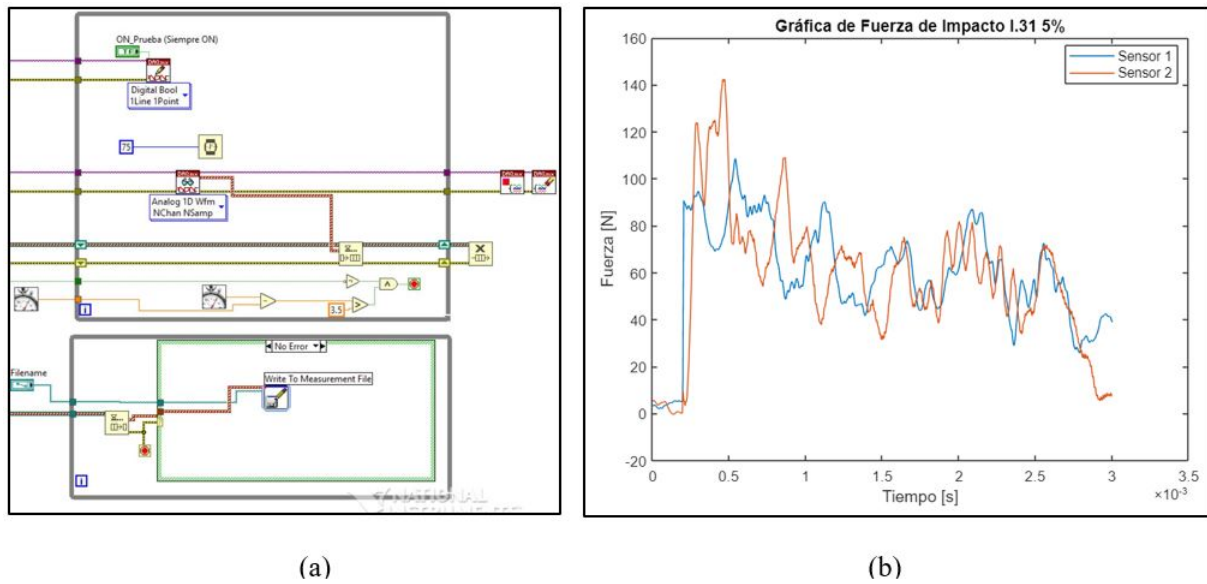


Figura 4.10: (a) Fragmento de código gráfico en LabVIEW® correspondiente a la medición de fuerza de impacto y, (b) ejemplo de ejecución sobre una probeta HDPE con carga de nanoarcilla I.31 5% más. a -5°C de temperatura de acondicionamiento.

Al tratarse de dos entradas analógicas, estos 500 kSamples/s deben limitarse a dividirse en 250 kSamples/s para cada uno de los canales utilizados, AI0 y AI1. Considerando que la frecuencia máxima de trabajo de los sensores 218C es de 36 kHz (sin considerar que esta frecuencia disminuye debido a la aumento de masa adicionada por los alojamientos de cada sensor) y que el teorema de muestreo de Nyquist nos dice que para obtener una señal analógica adecuadamente reconstruida en su formato digital se debe considerar al menos muestrear al doble de la frecuencia máxima de trabajo del sensor, tenemos que 250 kSamples/s es una frecuencia de muestreo suficiente para obtener información de la señal de fuerza detallada en ambos sensores. Sin embargo, para no saturar de información la memoria y los buffers del ordenador, se decidió trabajar con una frecuencia de muestreo de 200 kSamples/s.

La programación gráfica en LabVIEW® consistió entonces en habilitar las entradas analógicas correspondientes a la lectura de los sensores 218C para posteriormente almacenar los datos de tiempo y carga adquiridos en un documento .xmls. De esta manera, se puede graficar, analizar y manipular los resultados de fuerza en una hoja de calculo de Excel o bien en Matlab. La Figura 4.10 muestra un fragmento del código gráfico implementado en LabVIEW® así como un ejemplo de gráfica de carga contra tiempo ejecutado en Matlab.

Capítulo 5

Preparación de probetas

En el presente capítulo se detalla el procedimiento llevado a cabo para la producción de probetas compuestas de HDPE con nanoarcillas a diferentes concentraciones de masa (% más.) utilizadas en la prueba mecánica HSDT. Se describen cada una de las etapas de procesamiento del compuesto así como la preparación final de la probeta relacionada con la medición de velocidad de propagación de grieta descrita en 4.1.2.

Las etapas de procesamiento de plástico utilizadas en este trabajo de investigación fueron: extrusión, peletizado y moldeo por inyección. Además, cabe resaltar que el diseño del molde ha sido parte relevante para la obtención de los resultados reportados. Es por ello que, se ha agregado también el procedimiento y procesos de manufactura utilizados para diseñar y mecanizar un molde de inyección de plásticos.

5.1. Proceso de extrusión y peletizado

El proceso de extrusión y peletizado de polímeros tienen como finalidad crear nuevos compósitos mediante la combinación de dos o más materiales a través de un proceso de fusión y mezclado mecánico. Para ello, se necesitan básicamente dos cosas: la máquina de extrusión y peletizado y, el material a mezclar en presentación de pellets. Cabe mencionar que, para cada material utilizado en este procedimiento existe una temperatura de extrusión que especifica el fabricante en su hoja técnica. A continuación, la Tabla 5.1 muestra el material, fabricante y temperatura de extrusión utilizada de cada uno de los materiales que se utilizan para la

generación de compósitos de interés en esta tesis.

Material	Fabricante	Temperatura de extrusión
HDPE H5618	Alathon	140°C
Compatibilizador 18341	OREVAC	140°C
Nanoarcilla I.31PS	Sigma-Aldrich	No aplica

Tabla 5.1: Temperatura de extrusión de los materiales utilizados.

El HDPE Alathon 5618 proporciona características de procesamiento estables y exhibe excelentes propiedades de tenacidad, color y bajo olor. Dentro de las aplicaciones típicas de este HDPE se encuentran la producción de artículos para el hogar, contenedores y tapas. La Tabla 5.2 describe algunas de sus propiedades físicas consultadas de la hoja de especificaciones del fabricante.

Propiedades físicas [unidad]	Valor nominal
Densidad relativa [g/cc]	0.956
Densidad aparente [g/cc]	0.529-0.593
Esfuerzo de cedencia [MPa]	29.2
Esfuerzo de fractura [MPa]	24
Resistencia al impacto Izod [J/m]	31
Temperatura de fusión [°C]	130.2
Módulo de Young, tensión [MPa]	1050

Tabla 5.2: Propiedades físicas del HDPE H5618 Alathon.

Por otro lado, la nanoarcilla I.31PS Nanomer® se trata de un conjunto de nanomateriales 2D de arcilla montmorillonita (MMT) que constan de láminas o capas de aluminosilicato de aproximadamente 1 nm de grosor estructurados de manera apilada conformando una microestructura de dimensiones menores a 20 μm cuyas superficies han sido modificadas con 15-35% de octadecilamina y 0.5-5% de aminopropiltriétoxilano, los cuales funcionan como tensoactivos permitiendo que la superficie de la nanoarcilla interactúe a mayor medida con ambientes orgánicos hidrofóbicos, como lo son las cadenas poliméricas. Entre varias subclases de arcilla de esmectita, MMT ha sido ampliamente investigado como un refuerzo potencial en varias matrices de polímeros. Esto se debe a que la arcilla MMT, además de que es fácil de obtener, exhibe un alta relación superficie-masa junto con una excelente reactividad mientras se modifica. Todas estas características hacen que la arcilla MMT sea compatible para lograr una morfología exfoliada o intercalada con un polímero utilizado como matriz [42].

Con lo que respecta al compatibilizador OREVAC 18341, éste es un anhídrido maleico modificado de polietileno lineal de baja densidad diseñado especialmente para intensificar la fuerza de enlace entre copolímeros de polietileno y cargas minerales como el trihidrato de aluminio (ATH, *por sus siglas en inglés*) o el hidróxido de magnesio (MDH, *por sus siglas en inglés*) que pueden ser procesadas mediante el método de extrusión. Además, también se puede utilizar como capa de unión en la tecnología de revestimiento de tuberías para estructuras multi-capa. La Tabla 5.3 muestra algunas propiedades físicas de dicho compatibilizador.

Propiedades físicas [unidad]	Valor nominal
Densidad relativa [g/cc]	0.918
Esfuerzo de fractura [MPa]	20
Temperatura de fusión [°C]	121
Módulo de Young [MPa]	250

Tabla 5.3: Propiedades físicas OREVAC 18341

Para el proceso de extrusión y peletizado del presente trabajo se generaron diferentes combinaciones de material nano-compuesto teniendo como base el HDPE H5618 y, como relleno o refuerzo, la nano-arcilla I.31PS. Además, fue necesario agregar compatibilizador OREVAC 18341 a cada una de las mezclas procesadas. El efecto del compatibilizador se puede ver reflejado en el tipo de morfología del compuesto. En este caso, se busca evitar aglomeraciones logrando entonces una morfología tipo exfoliada ya que ésta resultaría en la mejor interacción química entre las cadenas poliméricas y las capas minerales que componen la nanoarcilla. La Tabla 5.4 indica las diferentes cargas y tipos de nano-arcilla utilizadas para la generación del material compuesto de interés.

Matriz		Nanorefuerzo [%más.]
Base HDPE H5618	Compatibilizador OREVAC 18341	I.31PS
Relación de masa Base:Compatibilizador 10:1		0 1 3 5

Tabla 5.4: Combinación de mezclas para la generación de los compósitos de interés.

El proceso de extrusión y peletizado se llevó a cabo en la máquina extrusora que se muestra en la Figura 5.1. Básicamente esta máquina consiste en tres módulos dedicados a tres etapas específicas. El primero módulo o módulo de extrusión se encarga de la alimentación de

la carga del material a través de una tolva que conecta con un tornillo extrusor en donde la mezcla y fundido del material se lleva a cabo. El tornillo extrusor es la parte más importante de la máquina ya que es aquí donde se genera como tal el compuesto de interés a través de la mezcla de material fundido. La fundición del material se logra a partir de la fricción mecánica que existe entre el giro del tornillo extrusor en contacto con el material y las paredes donde se aloja dicho tornillo. Además, existen cuatro resistencias que abrazan al alojamiento del tornillo extrusor las cuales transfieren calor hacia su interior enriqueciendo la energía necesaria para llevar a cabo una fundición y mezcla constante. Finalmente, la mezcla de material fundido es empujada (como consecuencia del giro constante del tornillo extrusor) hacia la boquilla de salida, misma que consta de dos barrenos de forma circular de donde el material fundido sale en forma de tiras cilíndricas. La Figura 5.1 indica cada una de las partes relevantes del módulo de extrusión.

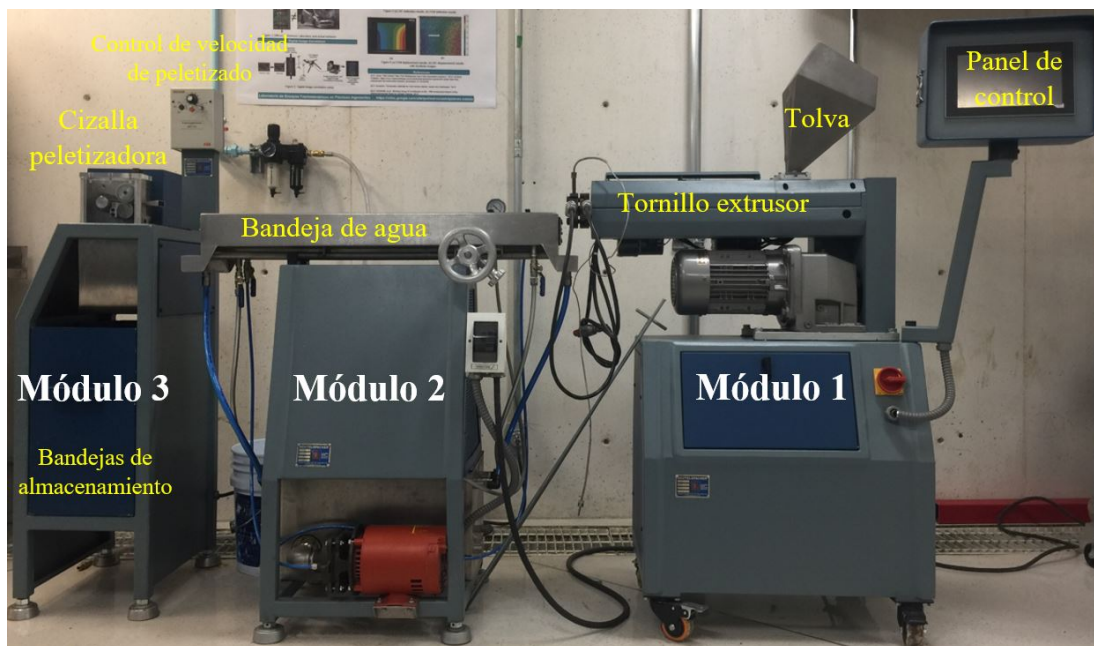


Figura 5.1: Máquina extrusora y peletizadora.

Luego, el módulo dos o módulo de solidificación consiste en una bandeja con agua a temperatura ambiente encargada de solidificar las tiras cilíndricas que resultan del módulo de extrusión. Una vez solidificadas, el material pasa al módulo tres o módulo de peletizado que consta de una cizalla circular de velocidad regulada que se encarga de cortar en pequeños trozos o pellets el material solidificado. Finalmente, el material peletizado cae hacia un par de bandejas de almacenamiento.

5.1.1. Metodología de extrusión y peletizado de nanocompuestos

La primera parte para llevar a cabo el proceso de extrusión es lograr una mezcla heterogénea previa de los materiales que se desean homogeneizar. Para ello, es importante mencionar que tanto el HDPE H5618 como el compatibilizador OREVAC 18341 que se utilizaron son material virgen en presentación de pellets. Por otro lado las nano-arcillas I.31PS son un material tipo talco, es decir, partículas nano-métricas apiladas en escala micro-métrica.

Antes de extruir y peletizar el HDPE con la nano-arcilla, es necesario realizar la mezcla HDPE y compatibilizador. La relación de masa entre estos dos materiales es de 10:1 respectivamente. Entonces, se procede a realizar la mezcla heterogénea correspondiente. Dicha mezcla, HDPE-Compatibilizador, se procesó durante tres ciclos de procesamiento retroalimentados. Se entiende como ciclo de procesamiento retroalimentado a la ejecución de las tres etapas del proceso de extrusión y peletizado explicado en la sección 5.1 en donde para cada ciclo, la salida del último es la entrada del siguiente.

Una vez que se tiene la mezcla HDPE-Compatibilizador se procede entonces a la adición de las nanoarcillas. Para ello, fue necesario antes pasar estas últimas sobre un tamiz de diámetro de poro de 20 μm . El proceso de tamizado se llevó a cabo en una máquina de movimientos oscilatorios que justamente se encargan de lograr que la nano-arcilla pase a través de la malla del tamiz logrando entonces reducir el tamaño de las partículas aglomeradas. La Figura 5.2(a) visualiza la máquina de tamizado operada, mientras que la Figura 5.2(b) muestra el tamiz utilizado. Cabe mencionar que el proceso de tamizado en esta máquina fue de 15 minutos por cada 250 g de nano-arcilla.

Luego, una vez que se tiene la nano-arcillada tamizada, al ser un material higroscópico, se procede a secarla en los hornos adecuados. Los hornos de secado se encargan de extraer la humedad del material absorbida del medio ambiente. Para el caso de la nano-arcilla fue necesario secarla a 60°C durante 24 h. Cabe resaltar que el hecho de secar los materiales higroscópicos antes de cualquier procesamiento ayuda a que, al no haber humedad, los materiales procesados no se vean afectados en sus propiedades mecánicas. Como se verá en la sección 5.2, en el proceso de moldeo por inyección es importante secar un material antes de procesarlo para evitar defectos de inyección. Posteriormente, después de haber secado las nano-arcillas, se procede a realizar una mezcla heterogénea entre estas y los pellets de

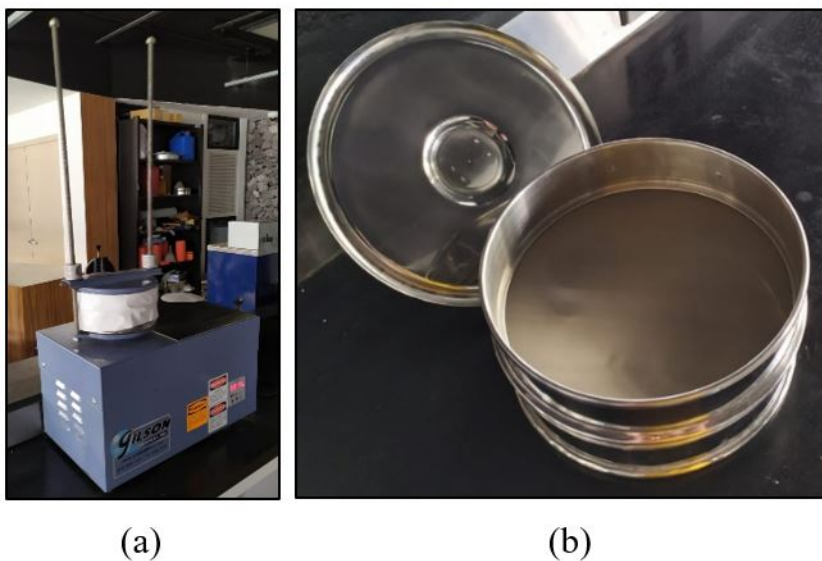


Figura 5.2: (a) Máquina para tamizar y, (b) Tamiz con tamaño de poro de $20\mu\text{m}$.

HDPE-Compatibilizador con las proporciones de masa indicadas en la Tabla 5.4. La técnica que se usó para hacer dicha composición fue un mezclado mecánico manual llevado a cabo dentro de una bolsa de plástico.

Finalmente, el material resultante de cada una de las composiciones HDPE Compatibilizador más nano-arcilla se coloca en la tolva de la máquina extrusora para iniciar con el proceso correspondiente. Nuevamente, se procede a realizar tres ciclos más de procesamiento retroalimentado. El hecho de repetir tres veces el proceso de extrusión y peletizado para cada una de las combinaciones de material compuesto es debido a que, de esta manera, se obtenía una mezcla homogénea a nivel visual. La Figura 5.3 muestra el material saliendo por la boquilla de la extrusora después de cada ciclo de procesamiento. Como puede observarse, el material compuesto se va homogeneizando conforme los ciclos de procesamiento avanzan. Esto se nota claramente en el ciclo uno y tres, donde en el primero se observan grandes aglomerados de nano-arcilla dentro del HDPE, mientras que en el último proceso, la nanoarcilla ya no es visible en la mezcla.

La temperatura de extrusión configurada en la máquina extrusora fue de 140°C para todas las composiciones de HDPE-nano-arcilla llevadas a cabo en la presente investigación. Esta temperatura la indica el proveedor de dichos materiales en su hoja técnica. Basta con comparar los rangos de temperaturas de cada material involucrado para elegir la temperatura que se encuentre dentro de los mismos. De no respetar este rango de temperaturas recomen-

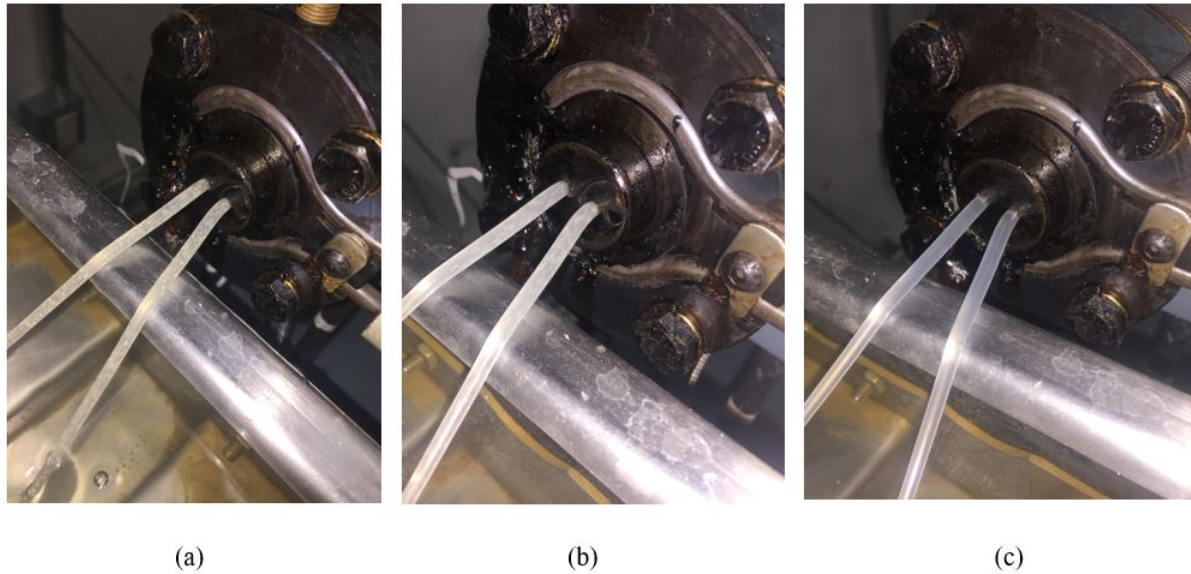


Figura 5.3: (a)Primer ciclo, (b)segundo ciclo y, (c)tercer ciclo de extrusión HDPE-Compatibilizaor-nanoarcilla.

dadas, los materiales procesados puede degradarse. Véase las hojas técnicas del HDPE H5618 y de las nano-arcillas I.31PS en el Anexo 3.

5.2. Proceso de moldeo por inyección

El proceso de inyección de plásticos es un proceso de manufactura que consiste en suministrar, a determinada presión, plástico fundido dentro de un molde. En términos generales la máquina de inyección de plásticos o, también llamada inyectora de plásticos, esta constituida por tres partes; la unidad de inyección, el molde y, la unidad de cierre. En la unidad de inyección se suministra, se funde, se dosifica y se inyecta el material. Por otro lado, la unidad de cierre funciona para mantener sellado el molde de inyección mientras el material fundido es introducido dentro de él. Al igual que la extrusora, la fundición y mezcla del plástico se lleva a cabo mediante el movimiento rotativo de un husillo y el uso de calefactores o resistencias. Para la ejecución de dosificación e inyección se utiliza una válvula y un pistón operado por un motor hidráulico que se encarga de inyectar el plástico dosificado hacia el molde a través de una boquilla. La Figura 5.4 muestra la inyectora de plásticos utilizada para el conformado de las probetas correspondientes a la prueba HSDT.

En cuanto al molde, se define como la parte de la máquina que otorgará la geometría

del producto final de interés. Para obtener el conformado de las probetas correspondientes a la prueba HSDT fue necesario diseñar y mecanizar el molde de inyección de plástico que cumpla con los requisitos dimensionales descritos anteriormente es 2.5. El proceso de diseño y manufactura del molde es descrito a continuación en la sección 5.2.1. Se inyectaron un total de 80 probetas de material nano-compuesto divididas en 4 lotes de 20 especímenes cada uno tal y como lo indica la Tabla 5.4.



Figura 5.4: Máquina de inyección de plásticos BATTENFELD TM 100/525.

5.2.1. Criterios de diseño y mecanizado de la cavidad del molde de inyección de plásticos

Para el diseño de la cavidad del molde de inyección se utilizó el software de simulación MoldFlow. Este software permite simular el comportamiento de flujo de un polímero dentro de un molde durante el proceso de inyección. Además, otorga información como predicción de calidad, confianza de llenado, líneas de soldadura y atrapamientos de aire, por mencionar algunos. Los criterios de diseño que se tomaron en cuenta para el diseño del molde fueron:

1. Material del molde.
2. Dimensiones y volumen de la probeta.

3. Ubicación del punto de inyección.
4. Obtención de un flujo balanceado durante el llenado de la probeta.
5. Ubicación y tipo de compuerta.
6. Sección transversal y distribución de canales de alimentación.

Es importante recalcar que para el diseño de la cavidad del molde, también llamado inserto, se debe considerar las dimensiones del molde de inyección que ya se tiene establecido para la máquina de inyección utilizada. La Figura 5.5 muestra el CAD de las dos placas correspondientes a los porta-insertos del molde de inyección (parte fija y parte móvil) de la máquina Battenfeld 100/525. Como se puede observar en dicha Figura, dicha placa consta de dos porta-insertos de los cuales solo se utilizó uno debido a que si se hubiesen utilizado ambos el volumen de las piezas rebasaría la capacidad volumétrica de inyección de la máquina.

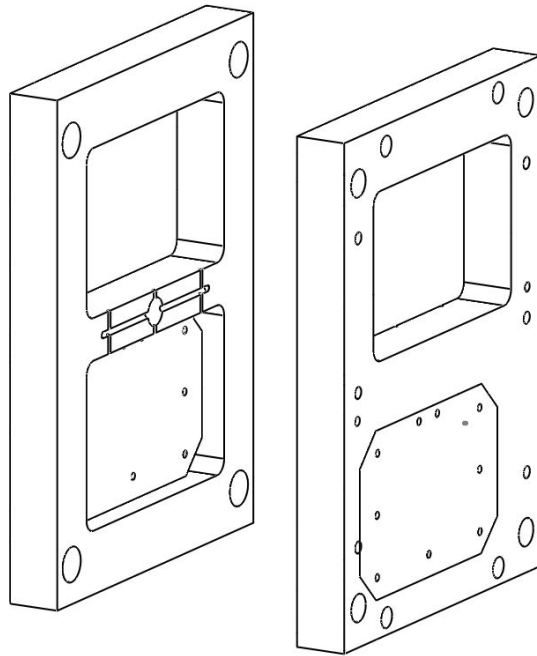


Figura 5.5: Molde de inyección de la máquina Battenfeld 100/525. A la derecha la parte fija y a la izquierda la parte móvil.

Retomando los criterios de diseño de la cavidad del molde, tenemos que para el punto número uno se optó por usar un acero Colled Rolled (CR) 1018 debido a su facilidad de maquinado y bajo costo. En cuanto a las dimensiones de la probeta (punto 2), 100 mm x 200 mm x 6 mm (ancho x largo x grosor), se debe considerar el porcentaje de contracción que

tendrá la pieza después de haberse inyectado y enfriado dentro del molde. Se entiende como contracción, o bien, encogimiento, a la relación entre el volumen del polímero en la masa fundida y el volumen de este en su estado conformado final. En términos dimensionales, la contracción se refiere entonces a la relación de las dimensiones de la cavidad del molde y las dimensiones de la pieza final. Esta contracción se debe principalmente a la diferencia de densidad de los polímeros del estado fundido en comparación con su estado sólido. El dato técnico de contracción de un polímero lo otorga el fabricante en su hoja de datos. Debido a que la mayor parte de material de los compósitos realizados en esta investigación esta conformada por HDPE, se considera entonces un porcentaje de contracción de moldeo de un HDPE genérico que esta entre 1.3 a 3.5 % [43]. Se define entonces un porcentaje de contracción de 2%. Considerando esto, las dimensiones de la cavidad de la probeta serán de 102 mm x 204 mm x 6.12 mm. Además, cabe mencionar que en la cavidad del molde de inyección se maquinó la ranura "V" que lleva la probeta a lo largo que su eje longitudinal. Acorde a la geometría estandarizada de esta probeta, dicha ranura debe tener una profundidad de 1 mm. Entonces, considerando nuevamente el 2% de contracción, la saliente "V" del molde correspondiente a dicha muesca quedó de 1.02 mm.

Luego, considerando el punto número 3 de la lista anterior, la ubicación del punto de inyección es importante debido a que este determina la dirección de flujo dentro de la cavidad del molde. Además, debido a que las probetas serán sometidas a pruebas de alto impacto, es relevante posicionar el punto de inyección lejos de la sección donde el proyectil impactará tal y como se muestra en la Figura 5.6. Esto se debe a que los puntos de inyección tienen grandes esfuerzos residuales. Es recomendable ubicar el punto de inyección en un punto de simetría de la pieza a inyectar. Esto, ayuda a que el llenado de la pieza sea uniforme y con ello se obtendrá un flujo balanceado (punto 4). En cuanto al número de puntos de inyección, en este caso se decidió colocar un solo punto de inyección con la intención de eliminar las líneas de soldadura en la probeta evitando defectos estructurales de la misma.

Con respecto al punto 5, debido a que el volumen de la pieza es relativamente grande, se decidió por una compuerta tipo aspa. Esta compuerta es una compuerta estándar con grosor variable que otorga un frente de flujo uniforme a lo largo del llenado de la pieza. Finalmente, el punto 6 con relación a la sección transversal y distribución de canales, se consideró simplemente respetar las dimensiones del canal que ya estaba maquinado en el

molde de la máquina de inyección con la ventaja de que, al no haber cambios de dimensión entre canales, el frente de flujo no tendrá inestabilidades debidas por ejemplo al cambio drástico de presión de inyección en ese punto. La sección transversal de los canales se maquinó semi-circular ya que esta geometría es más conveniente en términos de facilidad de maquinado. Asimismo, la sección transversal semi-circular de los canales otorga la ventaja de requerir menor fuerza al momento de expulsar la pieza final del molde (ventaja oportuna debido a que en el diseño del molde no se consideró el uso de botadores).

A continuación, la Figura 5.6 muestra la probeta realizada en MoldFlow considerando los criterios de diseño enlistados anteriormente.

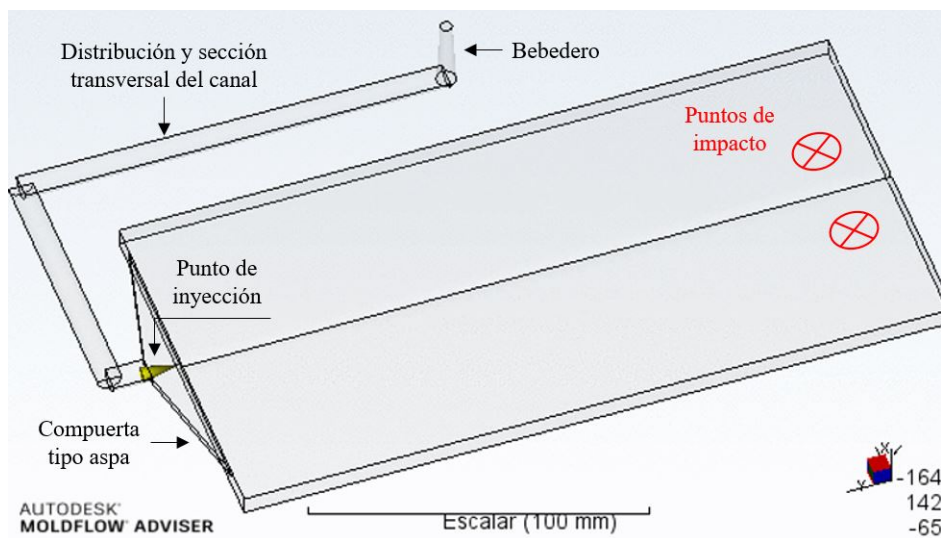


Figura 5.6: Probeta HSDT considerando los criterios de diseño en MoldFlow.

5.2.2. Simulación en MoldFlow

Antes de proceder a mecanizar el inserto del molde se debe llevar a cabo la simulación correspondiente en MoldFlow que nos brinde información acerca de la calidad (en términos generales) de la probeta HSDT inyectada. Para ello, se tomaron en cuenta todos los criterios de diseño enlistados y explicados en la sección 5.2.1. La finalidad de realizar estas simulaciones es conocer los parámetros de inyección de plástico adecuados que nos aproximen a la obtención de una probeta de calidad. Cabe recalcar que las presentes simulaciones en MoldFlow se llevaron a cabo asumiendo que el material a inyectar es un HDPE genérico. Esta suposición es válida considerando dos cosas: (1) se ha reportado en la literatura que el porcentaje de

nanorefuerzo es tan bajo que el cómposito se puede procesar con los mismos parámetros de procesamiento que los de la de la matriz [44] y, (2) que los resultados de parámetros de inyección que nos otorga MoldFlow solo son considerados como valores de partida para llevar a cabo el proceso de inyección ya que dicho proceso es bastante susceptible y sensible a muchas variables que MoldFlow puede no considerar y que, inevitablemente se tendrán que modificar sobre la marcha hasta conseguir una probeta HSDT adecuada. Entendiéndose como adecuada, una probeta sin defectos superficiales y/o defectos internos visuales y, con la máxima densidad posible de plástico en estado sólido. A continuación, la Figura 5.7 muestra los resultados de interés arrojados por MoldFlow. La Tabla 5.5 muestra los parámetros de inyección que MoldFlow propone para obtener los resultados vistos en la Figura 5.7 y que se tomarán como parámetros iniciales para comenzar a inyectar físicamente en la máquina Battenfeld 100/525.

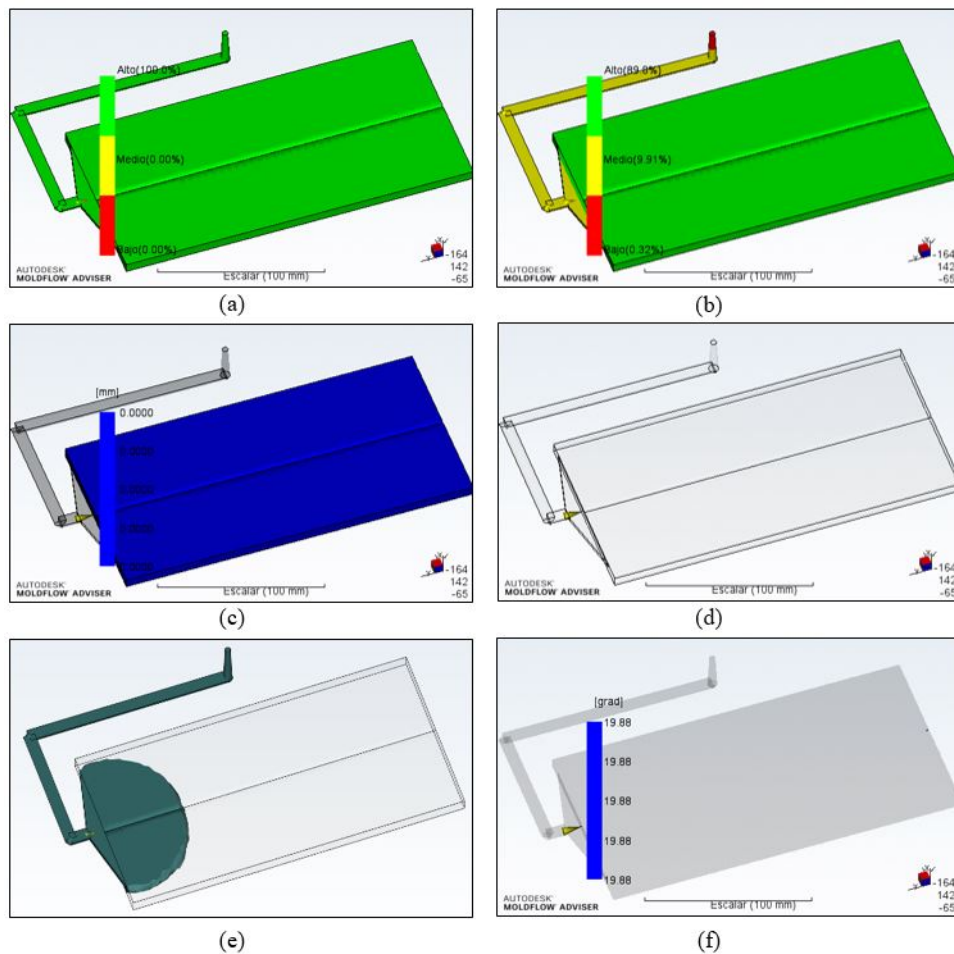


Figura 5.7: Resultados de la simulación en MoldFlow: (a)confianza de llenado, (b)predicción de calidad, (c)estimación de rechupes, (d)atrapamientos de aire, (e)flujo de llenado y, (f)líneas de soldadura.

A continuación, de la Figura 5.7 se definen los conceptos de los resultados obtenidos [45]:

- **Confianza de llenado:** Define el volumen de la pieza con mayor probabilidad de ser llenada por el plástico fundido. En nuestro caso, MoldFlow predice que se tendrá el 100 % de volumen de material dentro de la cavidad el molde.
- **Predicción de la calidad:** Este resultado se utiliza para calcular la calidad de las propiedades mecánicas y apariencia de la pieza. Los resultados indican que la calidad será alta en lo que respecta al volumen de la probeta mientras que, en la colada, la calidad será media prediciendo algunos defectos de inyección en la zona amarilla.
- **Estimación de rechupes:** Muestra la ubicación y profundidades calculadas de rechupes en la pieza. La simulación indica que no habrá rechupes.
- **Atrapamientos de aire:** Un atrapamiento de aire se produce cuando la masa fundida atrapa y comprime una burbuja de aire o gas entre dos o más frentes de flujo convergentes. Esta estimación indica la gravedad de los atrapamientos de aire y dónde es más probable que se produzcan en la pieza. En este caso no hay indicaciones de que haya atrapamientos de aire en la pieza HSDT.
- **Flujo de llenado:** Ésta indicación predice el flujo de polímeros termoplásticos dentro del molde en la fase de llenado; desde la entrada por el punto de inyección hasta haber alcanzado el volumen total simulado de la pieza. Los resultados indican que el flujo será uniforme durante el proceso de llenado.
- **Líneas de soldadura:** Se trata de un defecto visible que se crea cuando dos o más rutas de flujo convergen durante el llenado y, en consecuencia, sus moléculas se desalinean. En el llenado de la probeta HSDT, la simulación indica que en el extremo final de llenado, habrá una pequeña línea de soldadura descrita por un ángulo de 19.88° entre los flujos que convergen. Este defecto estructural se considera despreciable al aparecer en una zona que no tiene efectos en términos experimentales.

Parámetro [unidad]	Valor
Tiempo real de llenado [s]	6.6
Presión real de inyección [MPa]	111.7
Fuerza de cierre máxima durante el llenado [Ton]	22.7
Conmutación de velocidad/presión [% volumen]	98.9
Conmutación de velocidad/presión en tiempo [s]	6.4
Tiempo estimado del ciclo [s]	44.6
Masa total de la pieza [g]	111.6
Volumen de la pieza inyectada [cc]	150.9

Tabla 5.5: Parámetros de inyección arrojados por MoldFlow.

5.2.3. Mecanizado del molde

Una vez que se han aplicado los criterios de diseño del molde y analizado que los resultados de la simulación en MoldFlow de la pieza inyectada son adecuados, se procede entonces a mecanizar la cavidad del molde correspondiente. Para ello es necesario la operación de la máquina fresadora de control numérico (CNC, *por sus siglas en inglés*) HAAS TM mostrada en la Figura 5.8. El uso de este tipo de máquinas para la manufactura de un molde de inyección de plástico se justifica al considerar cuatro cosas: 1) la precisión necesaria del ángulo de desmoldeo (ésta debe ser de 1.5°), 2) la precisión necesaria para lograr un sello hermético al momento de que se inyecte la dosis de plástico al molde, 3) la precisión necesaria para maquinar la saliente "V" correspondiente a la muesca de la probeta, misma que solo alcanza 1.2 mm de altura y, 4) el ajuste H7 (0.035 mm) entre la pared interna del molde y la pared externa del inserto necesario para un ensamble correcto.



Figura 5.8: Máquina de control numérico HAAS TM de tres ejes.

Como se mencionó anteriormente, para el maquinado del molde se usó un material colled rolled de acero 1018. Ahora bien, para mecanizar el molde en la máquina CNC es necesario crear el código G que se encargue de generar las estrategias de mecanizado adecuadas, es decir, se debe realizar el CAM (Computer-Aided Manufacturing, *por sus siglas en inglés*). Para ello, se hace uso de la herramienta CAM que ofrece SolidWorks llamada HSMWorks. La Figura 5.9(a) y 5.9(b) muestra una simulación del mecanizado de la cavidad del molde móvil y fijo respectivamente.

Consideraciones importantes a mencionar sobre el mecanizado del molde son las velocidades de avance, velocidades de giro de las herramientas configuradas y, profundidad por cada paso de la trayectoria de la herramienta para las partes donde se requiere mayor precisión, es decir; para el ángulo de desmoldeo, la saliente "V", la tolerancia H7 de ensamble y, la altura de sellado. La Tabla 5.6 muestra dichos parámetros para cada una de las operaciones de precisión del CAM.

Posteriormente, después de haber mecanizado ambos insertos, debido a que en la superficie (como consecuencia natural del método de mecanizado) se quedan las marcas de la herramienta, se procede entonces a pulir las superficies de las cavidades del molde con el objetivo de obtener probetas HSDT con el mínimo de defectos visuales en su superficie. El proceso de pulido se llevó a cabo mediante el lijado gradual de la superficie mediante lijas de agua de diferente grano. Los granos fueron aplicados en el siguiente orden (del más grueso al más fino): 120, 240, 400 y 620. Finalmente, una vez pulidas las cavidades se montan en el molde y este, se monta en las platinas de la máquina inyectora. La Figura 5.10 muestra el

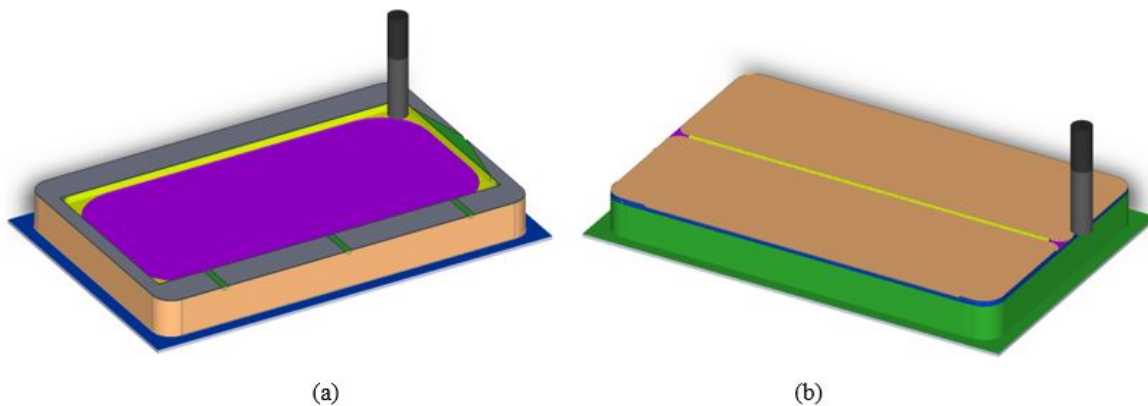


Figura 5.9: (a) simulación CAM de la cavidad del molde fija y, (b) simulación CAM de la cavidad de molde móvil usando HSMWorks.

Operación	Velocidad de avance [mm/min]	Velocidad de giro [rpm]	Profundidad por paso [mm]	Herramienta
Desbaste	600	1000	1	Corona de 50.8 mm
Acabado	500	2000	0.035	Cortador vertical plano de 12.7 mm
Saliente V	500	2000	0.025	Cortador vertical plano de 6 mm
Ángulo de desmoldeo	400	2200	0.025	Cortador vertical plano de 6 mm
Ajuste H7	400	2200	0.025	Cortador vertical plano de 6 mm
Sellado (0.2mm de altura)	500	2000	0.035	Cortador vertical plano de 6mm

Tabla 5.6: Parámetros de mecanizado de la cavidad del molde para diferentes operaciones.

molde con sus respectivas cavidades montado en la máquina Battenfeld TM 100/525 antes y después de pulirlo.



Figura 5.10: Molde montado en la máquina de inyección de plásticos Battenfeld TM 100/525; (a) antes de pulirlo y, (b) después de pulirlo

5.2.4. Inyección de las probetas HSDT

En esta sección se precisan los resultados obtenidos después de haber inyectado las probetas HSDT. Antes de reportar los resultados de inyección exitosos con sus respectivos parámetros de inyección, se considera relevante dedicar algunas páginas de esta tesis a los defectos de inyección que se tuvieron así como sus respectivas soluciones. Esto, con la intención de que el lector, en caso de necesitar llevar a cabo la producción de probetas HSDT, no cometa los mismos errores que se obtuvieron en esta etapa de la presente investigación. Y, de ser así, el lector conozca como solucionar tal problema. Entonces, a continuación se describen e ilustran los defectos de inyección que ocurrieron durante este proceso.

5.2.4.1. Defectos de inyección de las probetas HSDT

- **Burbujas de aire:** Las burbujas de aire en las piezas por inyección de plásticos se presentan debido a dos razones principales: humedad en el material y temperaturas de inyección elevadas. La solución a estos defectos fue secado previo del material (a 60°C por 24 h, en caso del HDPE nano-compuesto utilizado) y disminuir la temperatura de inyección. La Figura 5.11 muestra un ejemplo de este defecto.

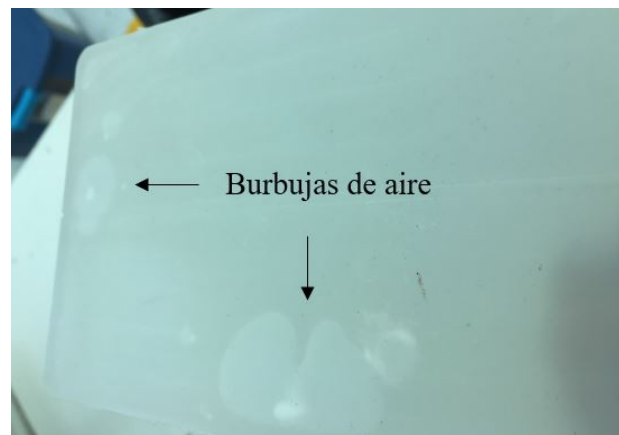


Figura 5.11: Atrapamientos de burbujas de aire.

- **Gusanillo:** Se tratan de marcas superficiales en forma de chorro que aparecen en los puntos de inyección. La Figura 5.12 muestra un ejemplo de gusanillo que se presentó durante la inyección de la probeta de HSDT. Cabe mencionar que este defecto apareció cuando aún no se maquinaba la compuerta de aspa mostrada en la Figura 5.6, sino

más bien se tenían tres puntos de inyección laterales con compuertas rectangulares cada uno para llenar la cavidad. La primera solución a este problema fue disminuir la velocidad de inyección en las primeras etapas para que el compuesto fundido entrase más lento a la cavidad, aumentando entonces la velocidad de inyección en las últimas etapas para compensar el tiempo de inyección de la probeta. Con esta primera medida el problema disminuyó considerablemente, sin embargo, el gusanillo seguía apareciendo. Para eliminar por completo el problema fue necesario entonces rediseñar la cavidad del molde mediante el mecanizado de un nuevo canal y de una compuerta tipo aspa posicionada en el extremo del plano transversal de la pieza, tal y como se muestra en la Figura 5.6.

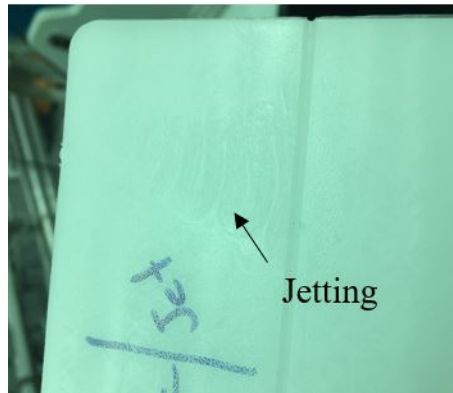


Figura 5.12: Marca de chorreo, también conocido como gusanillo.

- **Rechupe:** El rechupe se identifica cuando hay hundimientos y ondulaciones en la pieza inyectada. La Figura 5.13 es un ejemplo de rechupe. El problema se debe a que la cavidad no se está llenando por completo. Por ello, la solución a este problema es mediante el ajuste de alguno de los siguientes parámetros: 1) aumentar presión de inyección, 2) aumentar tiempo de inyección, o bien, 3) aumentar presión de sostenimiento. Otra alternativa de solución también podría ser aumentar la temperatura de inyección para disminuir la viscosidad del material e inyectar más cantidad de material a la cavidad a la misma presión. Sin embargo, se debe tener cuidado en no degradar el material por exceso de temperatura (esta medida se tomaría como última opción).
- **Ráfagas:** La Figura 5.14 muestra la aparición de ráfagas manifestadas en la superficie de la pieza inyectada. Este defecto se debe a que el material ha absorbido humedad por lo que se deberá secar a 60°C por 24 h antes de inyectar (en el caso de HDPE

compuesto con nanoarcilla). Además, el aumento de la contrapresión ayuda también a desaparecer el problema.

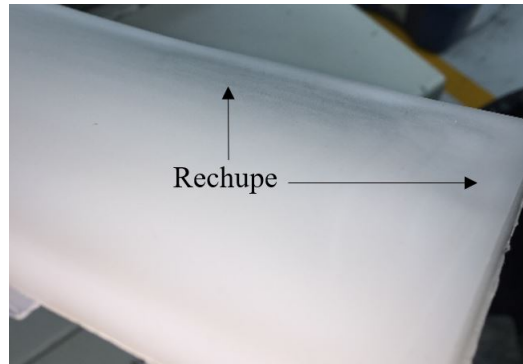


Figura 5.13: Defecto de rechupe.



Figura 5.14: Ráfagas.

- **Rebaba:** Este defecto aparece por dos razones: 1) fuerza de cierre baja y, 2) exceso de presión de inyección. La Figura 5.15 muestra un ejemplo de rebaba en la pieza inyectada. Para solucionarlo será necesario disminuir la presión de inyección o bien, el tiempo de inyección además de aumentar la fuerza de cierre.
- **Puntos negros:** Son símbolo de degradación de material. Para solucionar este problema se deberá reducir la temperatura de inyección. Si esto no soluciona el problema será necesario reducir las RPM del tornillo sin fin durante el proceso de dosificación.
- **Líneas de soldadura:** Para solucionar este problema es necesario aumentar la temperatura del molde o bien, aumentar la presión y velocidad de inyección.

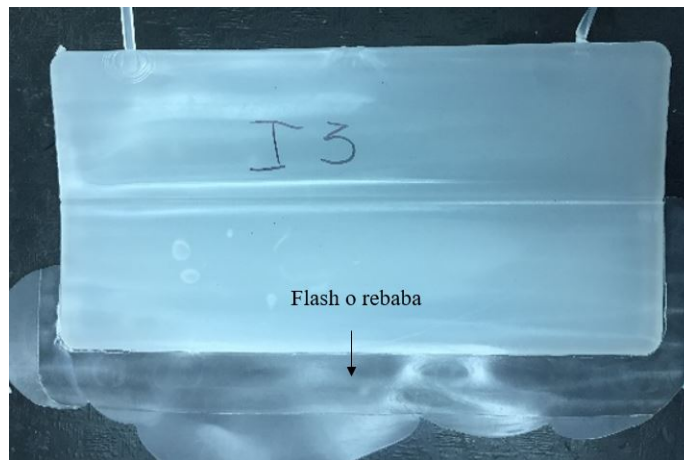


Figura 5.15: Rebaba.

- Pieza incompleta: Ocurre cuando el volumen del material inyectado es menor al volumen de la cavidad. La solución a este problema será aumentar el tiempo de inyección de la pieza. La Figura 5.16 muestra un ejemplo de este defecto.

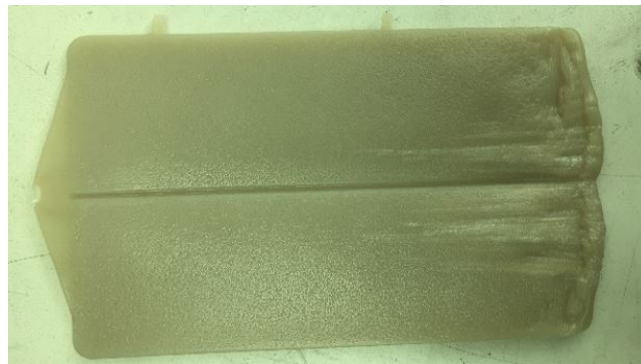


Figura 5.16: Pieza incompleta.

Finalmente, luego de haber solucionado todos los problemas de inyección expuestos anteriormente, a continuación se muestran los parámetros de inyección adecuados para la generación de las probetas HSDT correspondientes a cada uno de los cuatro compuestos descritos en la Tabla 5.4.

5.2.4.2. Parámetros de moldeo por inyección para la generación las probetas HSDT

En esta sección se presentan los parámetros correspondientes a cada uno de los compósitos de las probetas HSDT descritos en la Tabla 5.4. La Tabla 5.7 define los parámetros de inyección

configurados en la máquina Battenfeld 100/525.

Parámetro [unidad]	HDPE 0 % más.	HDPE I.31PS 1 % más.	HDPE I.31PS 3 % más.	HDPE I.31PS 5 % más.
Temperatura de inyección [°C]	190	220	210	200
Fuerza de cierre máxima [kN]	1000	1000	1000	1000
Velocidad máxima de inyección [%]	42	42	42	42
Presión de inyección [bar]	600	600	600	700
Presión de sostenimiento [bar]	500	500	500	520
Tiempo de inyección [s]	22	22	22	24
Tiempo de enfriamiento [s]	200	200	200	200
Tiempo de sostenimiento [s]	8	8	8	9
Dosificación [g]	200	170	170	170
Cojín de masa [g]	70	40	40	40
Velocidad del husillo [rpm]	150	130	80	65
Contrapresión [bar]	100	300	300	300

Tabla 5.7: Parámetros de inyección para las probetas HSDT preparadas en esta investigación.

Los parámetros de inyección expuestos garantizan un proceso de moldeo por inyección adecuado para los diferentes compósitos generados en esta investigación. A continuación, la Figura 5.17 muestra una probeta del compósito HDPE I.31PS 1 %más. Como puede observarse, esta probeta no presenta ninguno de los defectos de inyección vistos en la sección 5.2.4.1 por lo que para efectos del presente trabajo se considera adecuada.



Figura 5.17: Probeta compósito HDPE-Compatibilizador con nanoarcilla I.31PS a 1 %más. sin defectos de inyección.

5.2.5. Aplicación de la técnica de cuadrículado de líneas de material conductivo en las probetas HSDT

La medición de velocidad de propagación de grieta se llevó a cabo mediante la aplicación del método de trazado de líneas de material conductivo detallado en la sección 4.1.2. A continuación, se reporta el procedimiento experimental de preparación de probeta para el acondicionamiento físico de dicha técnica. El procedimiento se dividió en cuatro etapas: 1) pre-grieta y ranurado, 2) aplicación de líneas conductivas, 3) conexión de cables y, 4) enfriamiento. La Figura 5.18 muestra los pasos experimentales que conforman cada una de estas etapas.

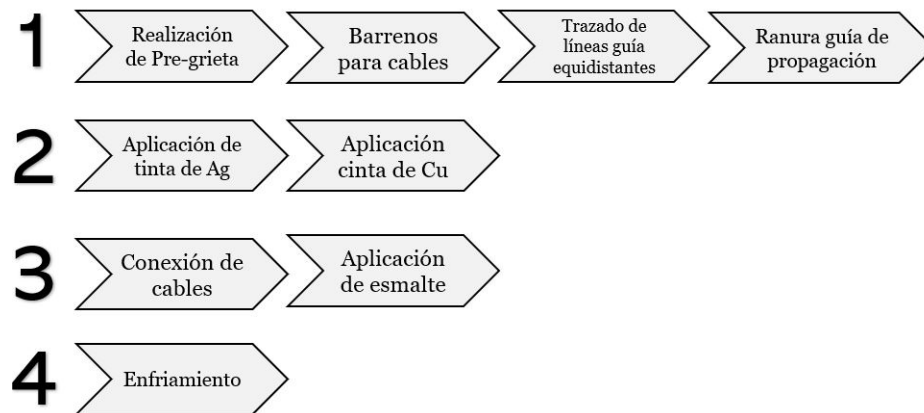


Figura 5.18: Diagrama de los pasos experimentales llevados a cabo para la preparación de probetas antes de impactarlas.

A continuación, la Figura 5.19 muestra la probeta HSDT de material compósito lista para llevar a cabo la prueba de impacto y medir la velocidad de propagación de grieta. Las secciones subsecuentes muestran los pasos experimentales al respecto.

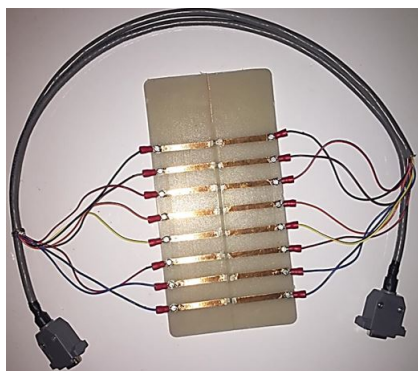


Figura 5.19: Probeta HSDT de material compósito con la técnica cuadrículada de material conductivo aplicada.

5.2.5.1. Pre-grieta y ranurado

En la etapa de ranurado se lleva a cabo la realización de la pregrieta de 40 mm de longitud a lo largo del eje longitudinal de la probeta en el zona donde el proyectil impacta. Para ello, se utilizó una máquina sierra cinta vertical tal y como lo ilustra la Figura 5.20(a). Luego, en la máquina láser se cortó una plantilla de acrílico utilizada como guía para marcar ocho líneas equidistantes a 2 mm una de la otra. Además, esta misma plantilla ayuda a posicionar los barrenos necesarios para la fijación de los cables que se colocan en las orillas laterales de la probeta. La Figura 5.20(b) muestra el trazado de líneas guía. Por otro lado, la Figura 5.20(c) muestra el mecanizado de los barrenos laterales. La broca que se utilizó para tal propósito fue de 3/32 pulgadas. Finalmente, se maquinó la ranura que sirve como guía de propagación de grieta mediante el uso de un rayador de metal el cual tiene una punta de penetración de 1 mm. Esta ranura se hace de lado de la probeta donde el proyectil impacta.

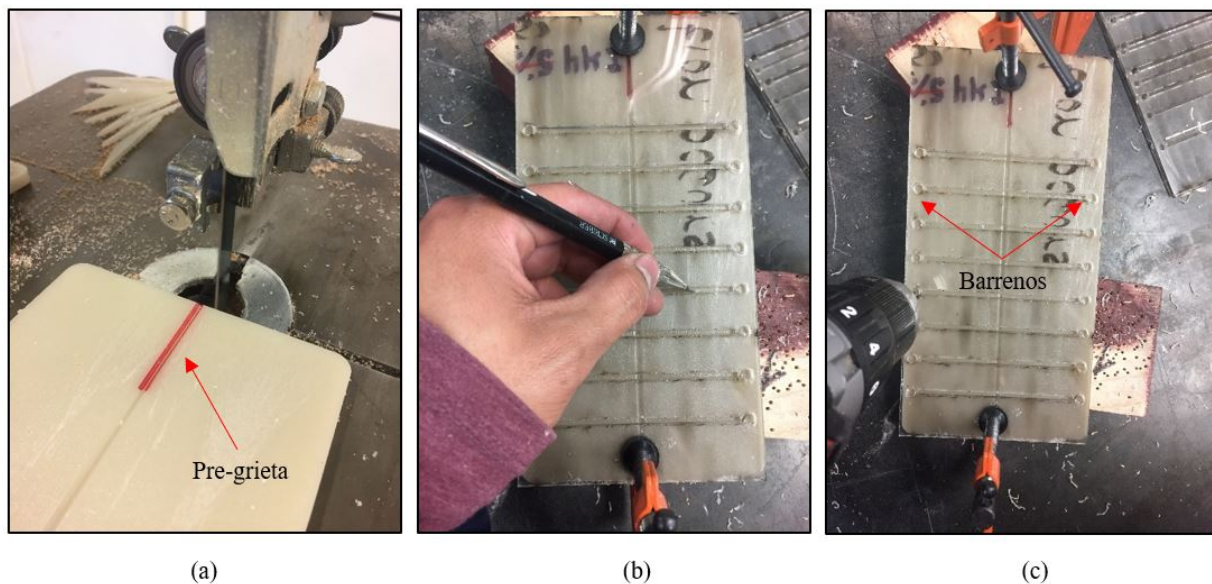


Figura 5.20: (a)Realización de la pre-grieta de 40 mm, (b)trazado de líneas guía y, (c)barrenado.

5.2.5.2. Aplicación de líneas de material conductivo

El material conductivo para el trazado de líneas fue plata y cobre. La plata se aplicó en forma de tinta en la zona central y los dos laterales de la probeta, tal y como lo muestra la Figura 5.21(a). Por otro lado, se utilizó cinta adhesiva de cobre para conectar cada uno de

los extremos de tinta de plata con su respectiva parte central correspondiente a cada una de las líneas. La Figura 5.21(b) muestra este último paso correspondiente a esta etapa.

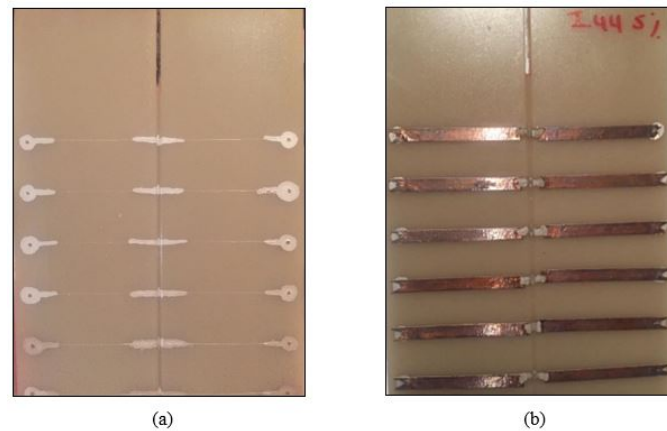


Figura 5.21: (a) Aplicación de tinta de plata conductiva y, (b) aplicación de cinta adhesiva de cobre.

5.2.5.3. Conexión de cables y aplicación de esmalte

En esta etapa se fabrican los cables de conexión necesarios para su respectivo acoplamiento de la probeta con el equipo de instrumentación. Cabe mencionar que debido a la naturaleza de la prueba, la conexión de dichos cables al equipo correspondiente debe consumir el menor tiempo posible. Es por ello que se optó por una terminal de conexión rápida tipo hembra DB15 conectado a la tarjeta de adquisición de datos mediante un conector macho DB15. Esto por un extremo del cable. Por el otro extremo se conectaron ocho terminales tipo ojillo de 3/32 pulgadas para posteriormente ensamblarlas en los barrenos de la probeta previamente maquinados. La Figura 5.22(a) muestra el tipo de cable realizado. Esta conexión se hace mediante la introducción de una pija entre el ojillo del conector y el barreno de la probeta. Luego, se aplica esmalte (kola-loka) sobre cada una de las líneas de material conductor (ver Figura 5.22(b)) con la intención de adherirlas fuertemente a la superficie de la probeta y que, con esto, no se desprendan al momento de impactarla. Finalmente, se prueba que haya continuidad entre cada uno de los extremos correspondientes a la misma línea. La Figura 5.22(c) muestra dicha prueba de continuidad eléctrica.

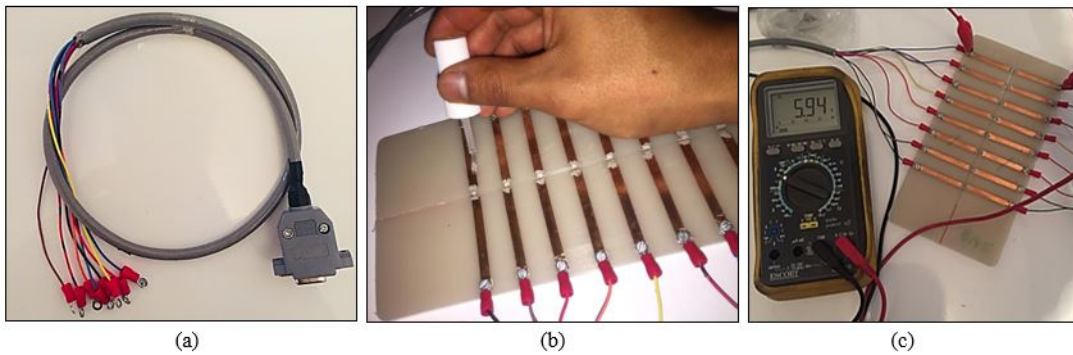


Figura 5.22: (a)Cable DB15-conector ojillo, (b)aplicación de esmalte y, (c)prueba de continuidad eléctrica.

5.2.5.4. Acondicionamiento

La última etapa correspondiente a la preparación de probetas HSDT antes de fracturarlas es un proceso de enfriamiento. El proceso de enfriamiento se lleva a cabo dentro de un congelador. En esta etapa se logra acondicionar las probetas a una temperatura de $-5 \pm 1.5^\circ\text{C}$. Se estimó que el tiempo de congelamiento antes de sacar la probeta del congelador para ejecutar una prueba debe ser mínimo de 12 h. Con este tiempo se asume que la masa completa que compone la probeta HSDT se enfriará a la temperatura de acondicionamiento establecida.

Capítulo 6

Caracterización de materiales

El desarrollo de este capítulo detalla las técnicas de caracterización de materiales llevadas a cabo para la obtención de propiedades mecánicas de cada uno de los compósitos de interés con el objetivo de relacionar éstas últimas con su estructura y entender los modos de fractura que se manifiestan en cada una de las pruebas HSDT. Para ello, las técnicas de caracterización llevadas a cabo fueron: prueba de flexión en tres puntos con geometría SENB, difracción de rayos X y, análisis dinámico mecánico. Esta parte de este trabajo se llevó a cabo en colaboración con el departamento de ingeniería mecánica del Colegio Imperial de Londres. A continuación, se presentan los resultados obtenidos para cada una de las técnicas de caracterización mencionadas.

6.1. Ensayo de flexión en tres puntos

La prueba de flexión en tres puntos con geometría SENB otorga principalmente la estimación de la tenacidad y energía de fractura en condiciones de carga cuasi-estáticas. Por otro lado, el módulo de Young en flexión (E_f) es calculado de acuerdo al estándar ASTM 790 considerando el método referente al cálculo del módulo tangente de elasticidad descrito a detalle en dicho estándar. A continuación, la Tabla 6.1 muestra los valores promedio obtenidos del módulo de Young y esfuerzo máximo correspondientes a la prueba de flexión.

Los resultados obtenidos de la Tabla 6.1 indican que en el caso de los compósitos I.31PS 1 %más. e I.31PS 3 %más. el módulo de Young en flexión tiende a aumentar con respecto

Probeta	E_f [MPa]	Incremento en E [%]	Esfuerzo máximo [MPa]
HDPE 0 %más.	3119.60 ± 426.81	No aplica	16.81
HDPE I.31PS 1 %más.	3279.26 ± 1118.79	5.11	16.66
HDPE I.31PS 3 %más.	3216.22 ± 735.34	3.09	14.61
HDPE I.31PS 5 %más.	2575.20 ± 1497.23	-17.45	9.58

Tabla 6.1: Módulo de Young y esfuerzo máximo obtenidos de las pruebas de flexión en tres puntos a -5°C .

al material HDPE sin carga. Sin embargo en el caso de I.31PS 5 %más. se nota una caída en E_f del 17.45% con respecto al material sin carga. Por otra parte, el esfuerzo máximo manifestado por los compósitos en esta prueba mostró una tendencia negativa en todos los casos conforme la carga %más. aumentaba. Esta tendencia se atribuye a la presencia de burbujas de aire en las probetas SENB inyectadas.

Por otro lado, la tenacidad de la fractura, K_c , fue estimada de acuerdo a la siguiente ecuación [46]:

$$K_c = \frac{3PS}{2W^{3/2}B} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (6.1)$$

donde $f\left(\frac{a}{W}\right)$ es una función geométrica descrita como:

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{1}{\sqrt{\pi}} \frac{1,99 - A(1 - A)(2,15 - 3,93A + 2,7A^2)}{(1 + 2A)(1 - A)^{3/2}} \quad (6.2)$$

donde $A = a/W$, P es la fuerza de fractura, W , B , S y a son dimensiones de la probeta indicadas en la Figura 6.1.

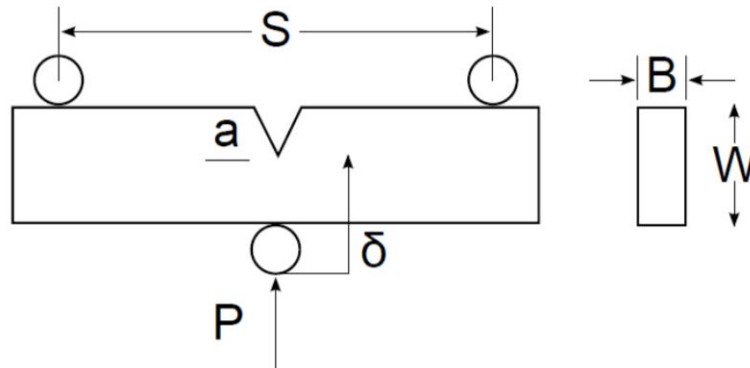


Figura 6.1: Especimen SENB para las pruebas de flexión en tres puntos [38].

La energía de fractura, G_c es calculada como:

$$G_c = \frac{K_c^2(1 - \nu^2)}{E_f} \quad (6.3)$$

donde ν es el módulo de Poisson y se asume con un valor de 0.4 [47]. Los resultados de tenacidad y energía de fractura promedio, K_c y G_c respectivamente, se muestran en la Tabla 6.2.

Probeta	K_C [MPa·m ^{1/2}]	Incremento en K_C [%]	G_C [J/m ²]	Incremento en G_C [%]
HDPE 0 %más.	1.04 ± 0.04	No aplica	293.59 ± 23.43	No aplica
HDPE I.31PS 1 %más.	0.95 ± 0.27	-8.65	230.42 ± 52.82	-21.51
HDPE I.31PS 3 %más.	0.81 ± 0.13	-22.11	170.78 ± 18.97	-41.83
HDPE I.31PS 5 %más.	0.53 ± 0.45	-49.03	92.08 ± 89.17	-40.96

Tabla 6.2: Tenacidad y energía de fractura de los compósitos probados en flexión a tres puntos a -5°C.

Analizando los resultados de la Tabla 6.2 se observa nuevamente una tendencia negativa en K_c y G_c . De acuerdo a la literatura, un decremento en la tenacidad de fractura en un compósito PE-arcilla se debe a la interacción interfacial débil entre la arcilla y la matriz polimérica [48]. Los resultados de XRD que se describen en la sección subsecuente sirven para comprobar este resultado tomando en cuenta que un análisis de XRD otorga información sobre dispersión de la nanoarcilla en la matriz de acuerdo a la morfología manifestada.

6.2. Difracción de rayos X

La difracción de rayos X fue utilizada para la evaluación del grado de intercalación entre las cadenas del polímero matriz HDPE H5618 y las capas de nanoarcillas I.31PS. Esto permite definir el tipo de morfología presente en cada uno de los compósitos. Se operó un sistema generador de rayos X XRD Xpert Pro usando una tensión de aceleración de 40 kV y 40 mA de corriente eléctrica. Una radiación de CuK $_{\alpha}$ con longitud de onda λ de 0.1541 nm fue

utilizada. El rango de escaneo 2θ fue desde 2.5 hasta 28° con un paso de rotación de 0.03° . A continuación, la Figura 6.2 muestra los resultados XRD obtenidos para cada uno de los compósitos de interés. En esta gráfica resaltan los picos XRD característicos de un material HDPE genérico, en este caso HDPE H5618. Sin embargo, para observar los picos relacionados a la nanoarcilla I.31PS será necesario hacer un acercamiento en la zona correspondiente de la Figura 6.2.

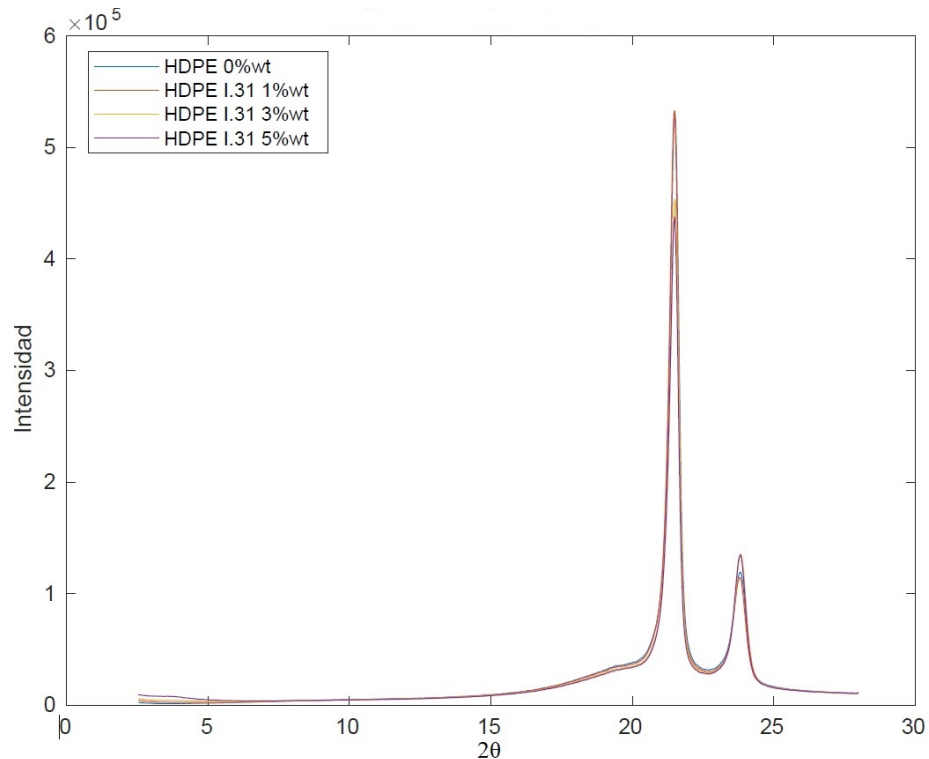


Figura 6.2: Resultados XRD de los compósitos de HDPE.

La posición en 2θ de estos picos (si es que están presentes) servirá como indicativo del tipo de morfología en el compósito ya que, por medio de la ley de Bragg, se podrá estimar la distancia que existe entre cada capa que conforma la nanoarcilla. Entre mayor sea esta distancia asumiremos un mejor intercalamiento y, por ende, una mejor interacción molecular entre las cadenas poliméricas de HDPE y la estructura nano. La ausencia de picos característicos de la nano-arcilla I.31PS en la gráfica XRD será indicativo de una morfología tipo exfoliada [49], la cual es el tipo de morfología deseada para los compósitos, tal y como se describe en 2.8.1. Seguidamente, la Figura 6.3 muestra un acercamiento de la gráfica 6.2 para los propósitos anteriormente mencionados.

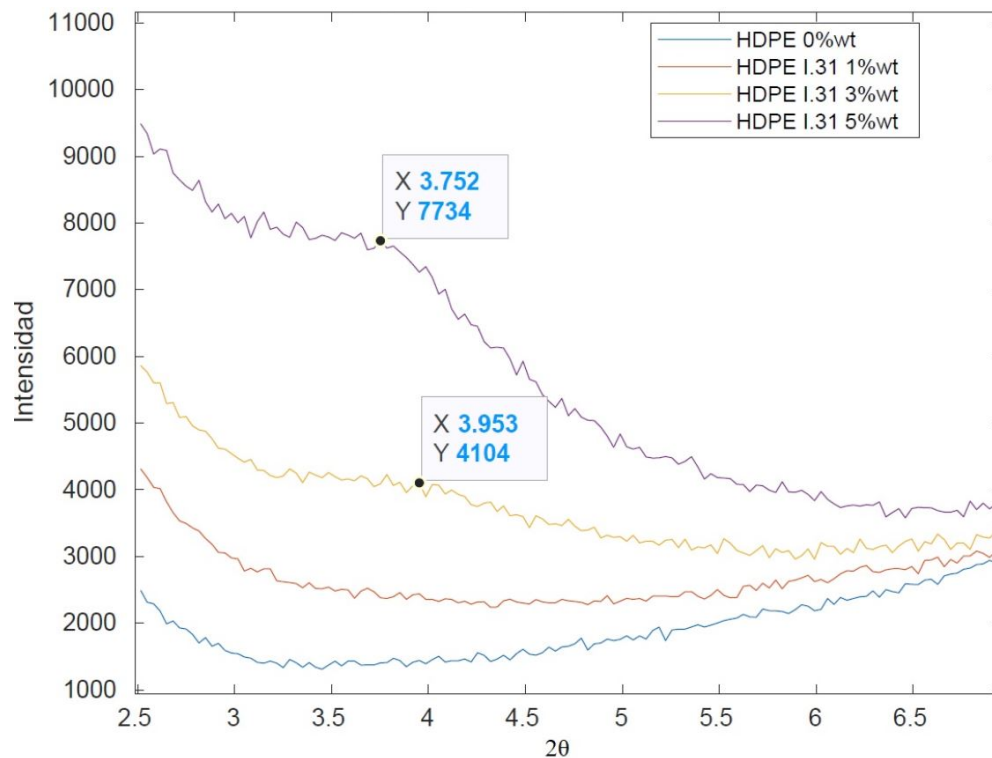


Figura 6.3: Patrones XRD de la nanoarcilla I.31PS correspondientes a cada %más. en HDPE.

La ley de Bragg se define como:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (6.4)$$

donde n es el orden de reflexión, λ es la longitud de onda incidente, d será el espacio entre las capas que constituyen la estructura de la nano-arcilla y, θ es el ángulo de incidencia de los rayos X. De la gráfica 6.3 se observa que solo aparecen picos en el difractograma relacionado a HDPE I.31PS 3% y HDPE I.31PS 5%. Para HDPE I.31PS 1% la morfología es exfoliada. Una vez aplicada la ecuación 6.4 se obtienen los siguientes resultados para d expresados en la Tabla 6.3. Se sabe que la distancia d entre capas de la estructura nano de la arcilla I.31PS pura utilizada es de 1.8-2.2 nm [50]. Por lo tanto, de acuerdo a los resultados de la Tabla 6.3 se observa que para HDPE I.31PS 3% más. y 5% más. la distancia entre las capas de la nanoarcilla aumentó ligeramente lo que podría indicar una estructura intercalada en ambos casos [51].

Probeta	d [nm]	Incremento en d [%]	Morfología
HDPE I.31PS 3 %más.	2.23	11.50	Intercalada
HDPE I.31PS 5 %más.	2.35	17.50	Intercalada

Tabla 6.3: Resultados de la distancia de intercalación d entre las capas de la estructura apilada de I.31PS.

6.3. Análisis dinámico mecánico

La técnica de caracterización DMA fue utilizada para la obtención de las propiedades viscoelásticas de los compósitos (módulo de elasticidad complejo). Además, la temperatura de transición vítrea es un parámetro importante en materiales amorfos y que también puede ser estimado por esta técnica. El instrumento DMA utilizado fue un DMA Q800. En este equipo se configuró un modo de deformación tipo cantiliver simple en el cual la probeta es sujeta por un extremo en la mordaza fija y por el otro extremo en la mordaza móvil de la máquina. La Figura 6.4 muestra esta configuración.

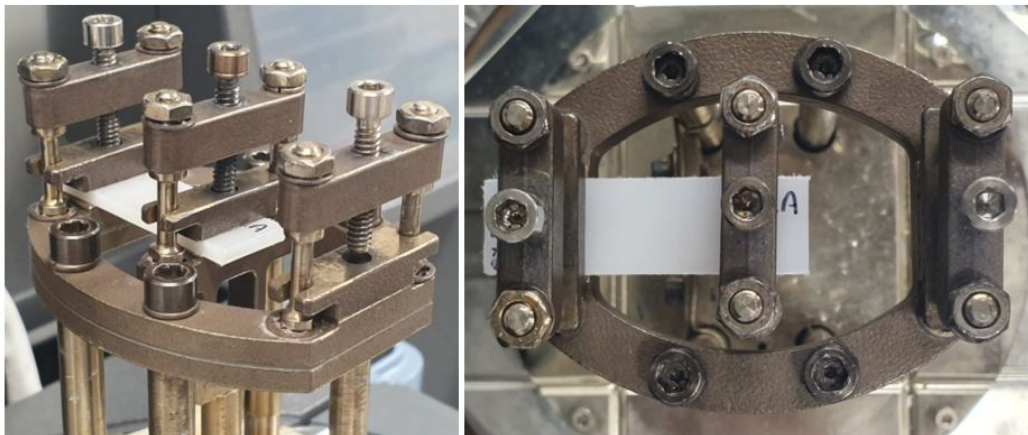


Figura 6.4: Modo cantiliver simple de deformación montado en el equipo DMA Q800.

Luego, una prueba oscilatoria se lleva a cabo a 1 Hz con amplitud de onda de 150 μm sobre un rango de temperatura controlada desde -50°C hasta 95°C con una velocidad de $5^\circ\text{C}/\text{min}$ para cada uno de los compósitos. Con ello, se pretende entonces conocer el módulo complejo, E^* (resistencia general a la deformación) el cual está conformado por el módulo de almacenamiento (E' , componente elástico) y el módulo de pérdida (E'' , componente viscoso). De esta manera se obtendrá una gráfica de E' , E'' versus T la cual funciona para analizar las transiciones termodinámicas presentes en el material causadas directamente por el movimiento molecular de la estructura amorfa-cristalina que lo conforma. La temperatura

de transición vítrea es un parámetro relevante y único en los materiales amorfos que debe considerarse como criterio de diseño dependiendo de la aplicación a la cual este sometida el material en cuestión. Esta transición termodinámica se puede identificar con la prueba DMA mediante la identificación del punto de inicio de E' , o bien por el pico de E'' . A continuación, la Figura 6.5 y la Figura 6.6 muestran los resultados obtenidos de módulo de almacenamiento y módulo de pérdida respectivamente de las pruebas de DMA para cada uno de los compósitos utilizados en esta investigación.

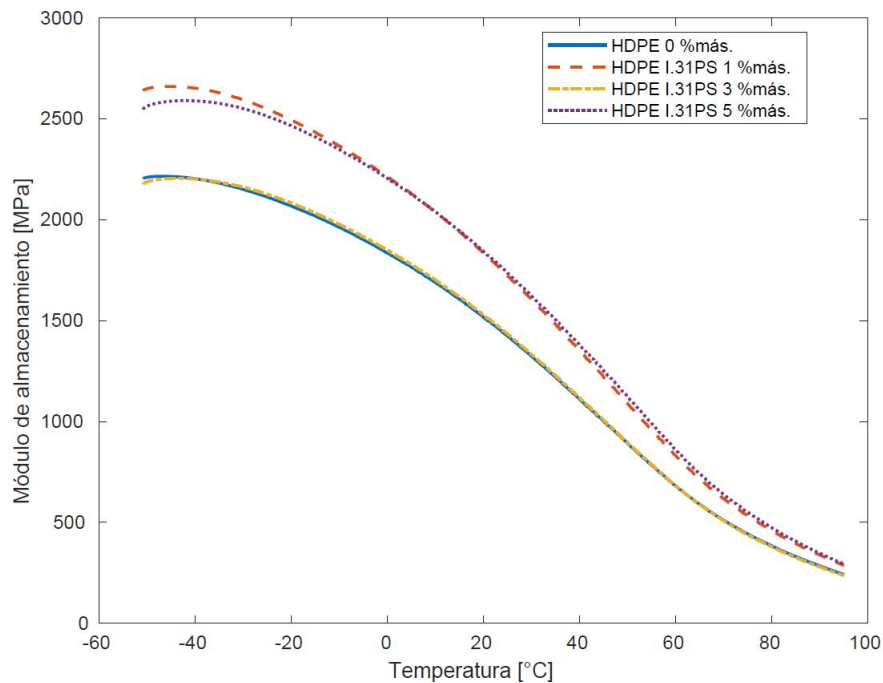


Figura 6.5: Módulo de almacenamiento de los compósitos de interés.

Como se puede observar en la Figura 6.5 en el rango de -50 a 95°C el módulo de almacenamiento tiende a decaer conforme la temperatura aumenta. La transición termodinámica detectada en este rango de temperatura se debe a la transición de relajación α la cual esta asociada a una temperatura previa a la fusión donde el movimiento de cristales del HDPE comienza a ser evidente [52]. El pico del módulo de pérdida en la Figura 6.6 muestra que la temperatura de transición α es en promedio 48°C . Además, muestra claramente un aumento del módulo de pérdida para todos los casos de los compósitos HDPE I.31PS. Este aumento favorece la tenacidad del material ya que el módulo de pérdida esta asociado a las propiedades de absorción de energía.

La temperatura de transición vítrea de un HDPE de propósito general (como lo es el

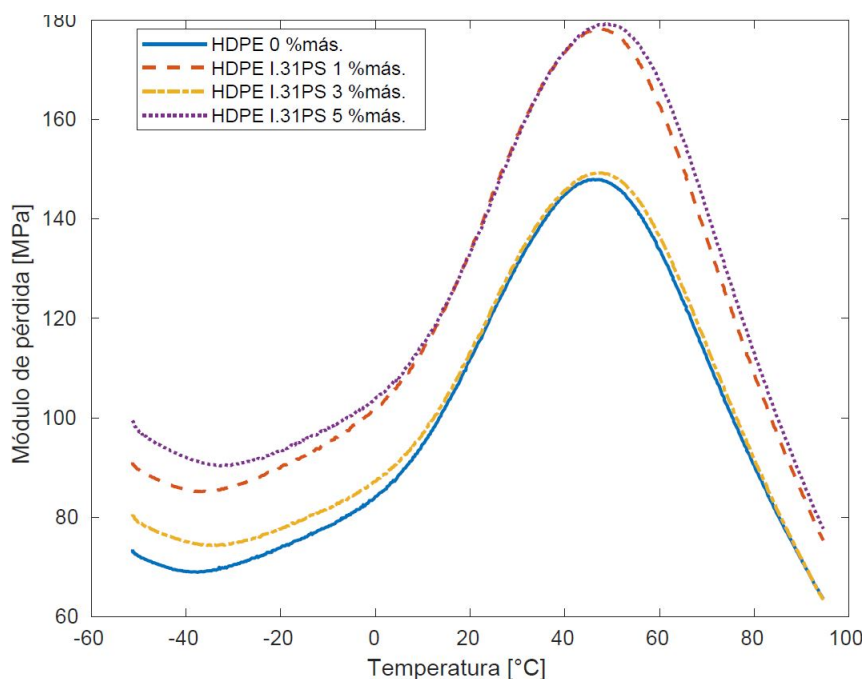


Figura 6.6: Módulo de pérdida de los compósitos de interés.

HDPE H5618) se encuentra entre -90 y -110°C [53]. Debido a ello, tomando en cuenta que la temperatura límite inferior de barrido en esta prueba de DMA fue -50°C , no fue posible visualizar esta transición.

En la Tabla 6.4 se resumen los resultados de E' y E'' a -5°C . De esta Tabla se puede visualizar la tendencia de incremento tanto en E' como en E'' en todos los casos de los compósitos HDPE I.31PS estudiados. Particularmente cada destacar el caso HDPE I.31PS 5 % el cuál presentó un incremento de 25.25 % del módulo de pérdida. Este resultado supone que este compósito tendría la mayor capacidad de absorber energía en un ensayo de resistencia al impacto [52], pudiendo entonces resultar en el mejor resultado de G_{d1} que aminore o evite RCP. Esta suposición se corrobora en el siguiente capítulo.

Probeta	Temperatura [$^{\circ}\text{C}$]	E' [MPa]	E'' [MPa]	Incremento E' [%]	Incremento E'' [%]
HDPE 0 %más.	-4.95	1902.94	80.31	No aplica	No aplica
HDPE I.31PS 1 %más.	-5.04	2294.22	97.38	20.56	21.25
HDPE I.31PS 3 %más.	-4.98	1908.00	84.36	0.26	5.04
HDPE I.31PS 5 %más.	-4.98	2269.67	100.38	19.27	25.25

Tabla 6.4: Componentes del módulo complejo obtenidos de DMA a -5°C .

Capítulo 7

Resistencia a la fractura dinámica en nanocompósitos

En este capítulo se reportan los resultados de resistencia a la fractura dinámica en condiciones de deformación plana, G_{d1} , en función de la velocidad axial de propagación de grieta estimados después de ejecutar la prueba HSDT para cada uno de los compósitos de interés. Cabe resaltar que debido a la declaración de la pandemia mundial por el coronavirus SARS-Cov-2, el laboratorio de ensayos fractomecánicos de plásticos ingenieriles del Tecnológico de Monterrey Campus Estado de México tuvo que cesar actividades a partir del 15 de marzo del presente año. Esta situación obligó a rediseñar el plan experimental de esta investigación reduciéndolo a pruebas de impacto no mayores a 2.8 m/s. Esta limitación se debe a que el equipo correspondiente a las pruebas HSDT se adaptó en un lugar de trabajo donde no se disponía de una fuente de aire comprimido por lo que solo se pudo trabajar con el proyectil a caída libre. Además, el lote experimental de probetas se redujo en número al descartar los compósitos relacionados a HDPE nanoreforzado con nanoarcilla I.44 que previamente se tenían planeados trabajar. En consecuencia, el conjunto experimental adaptado a la situación consiste en llevar a cabo 3 pruebas para cada compósito que hasta este punto se ha trabajado. La temperatura de acondicionamiento será de $-5\pm 1^\circ\text{C}$ y la velocidad del proyectil para cada una de las pruebas en caída libre será de 2.5 ± 0.25 m/s.

No obstante, es importante demostrar que la máquina HSDT descrita en los capítulos 3 y 4 funciona correctamente para velocidades de impacto de hasta 30 m/s. Para ello, antes de

presentar la experimentación de interés referente a los materiales nanocompuestos, este capítulo dedica una sección de algunas pruebas HSDT preliminares llevadas a cabo a diferentes velocidades de impacto de entre 5 hasta 42 m/s sobre HDPE grado tubería que resultaron en la adquisición correcta de parámetros de interés, los cuales son: velocidad de propagación de grieta, velocidad del proyectil y la fuerza de impacto.

7.1. Pruebas HSDT preliminares

La máquina diseñada en esta tesis es capaz de trabajar en un rango de velocidad de entre 2.5 ± 0.2 m/s en caída libre y, hasta 42 m/s utilizando aire comprimido a una presión de 5 bar. A continuación, la Tabla 7.1 evidencia algunos resultados obtenidos de velocidad de impacto, velocidad de propagación de grieta y, fuerza de impacto llevados a cabo a velocidades controladas del proyectil. Se decidió reportar 5 pruebas con velocidad de proyectil mayor a 30 m/s con la intención de evidenciar el funcionamiento de la máquina HSDT a máxima exigencia de respuesta. Debido a que se registraron correctamente los datos a estas velocidades se asume que también lo hará a velocidades menores, cubriendo todo el rango de velocidades de interés desde bajas hasta altas. Cabe mencionar que estas pruebas se llevaron a cabo en probetas HDPE grado tubería moldeadas por compresión. Además, la temperatura de acondicionamiento fue de -20 hasta -25°C . La Figura 7.1 muestra fotografías de una prueba ejecutada en una probeta HDPE grado tubería.

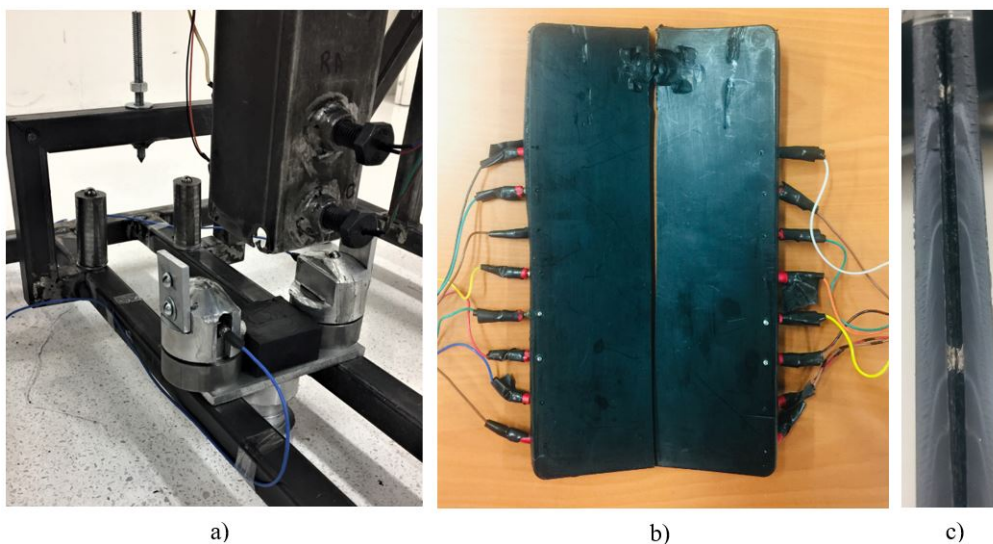


Figura 7.1: Prueba preliminar sobre una probeta de HDPE grado tubería. (a)Máquina HSDT, (b)probeta fracturada y, (c)superficie de fractura.

Probeta	Velocidad de propagación de grieta [m/s]	Velocidad de impacto [m/s]	Fuerza de impacto [kN]	Temperatura de acondicionamiento [°C]
1	119.98	31.61	2.24	-25
2	145.09	39.15	2.68	-20
3	243.67	41.27	3.78	-25
4	250.49	40.22	3.13	-20
5	313.37	41.32	3.82	-20

Tabla 7.1: Resultados de pruebas HSDT preliminares.

7.2. Pruebas HSDT en materiales nanocompuestos

La literatura referente a la prueba HSDT recalca que el rango de velocidades de impacto de esta prueba dinámica debe estar entre 5 y 30 m/s. Sin embargo, no es un requerimiento obligatorio debido a que la prueba no está estandarizada. Con fines de investigación bien se puede trabajar con velocidades fuera de este rango propuesto. Inclusive, Ritchie en su tesis doctoral [15], en su capítulo de trabajo a futuro propone trabajar con velocidades menores a 5 m/s, considerándose aún una prueba HSDT. El inconveniente que Ritchie menciona en su tesis es que trabajar a velocidades menores de 5 m/s genera eventos transitorios en la lectura de fuerza, provocando entonces una lectura dudosa de la misma.

La Figura 7.2 muestra un ejemplo de ejecución de la prueba HSDT sobre una probeta de material nanocompuesto.

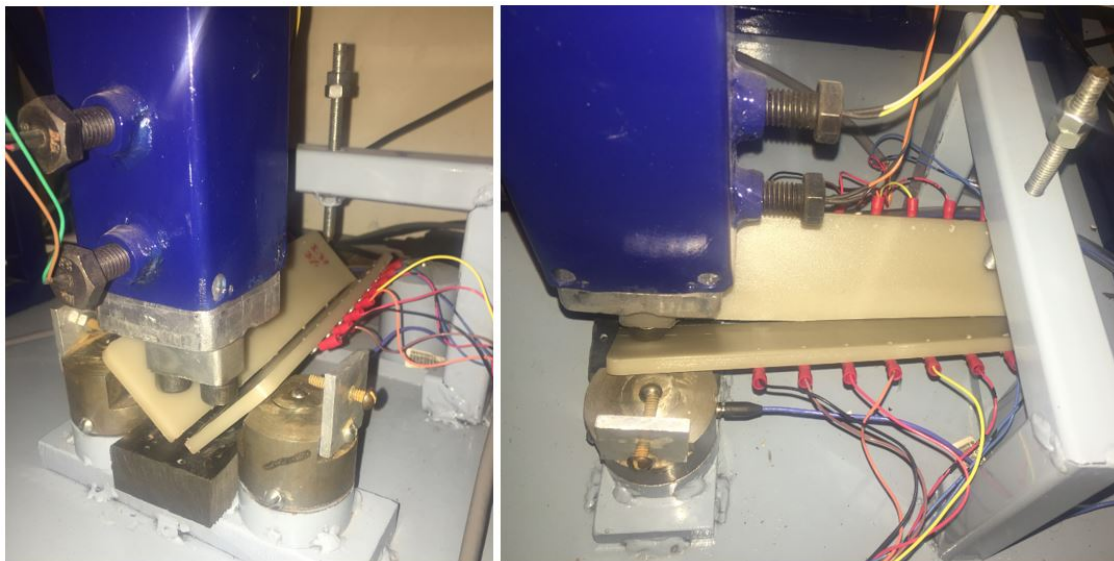


Figura 7.2: Ejecución de la prueba HSDT para una probeta HDPE I.31PS 3 %más..

A continuación, la Figura 7.3 muestra la manera en la cual se visualizan los resultados en el panel de control virtual implementado en LabVIEW. Se observa la medición de la velocidad del proyectil, la gráfica de fuerza y, la velocidad de propagación de grieta en siete puntos específicos a lo largo de la probeta. Además, se agregó un gráfico donde podemos analizar visualmente el fenómeno de propagación de grieta en modo "stick-slip".

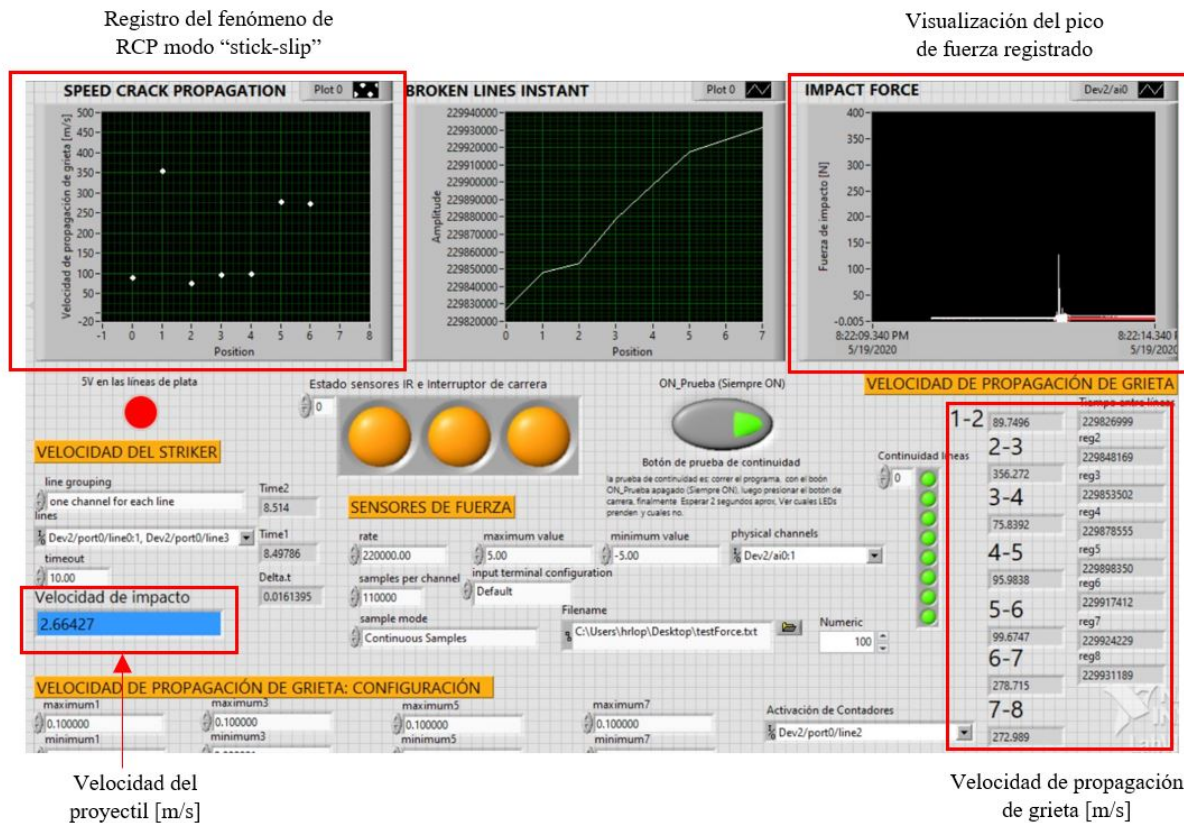


Figura 7.3: Instrumento virtual implementado en LabVIEW para la medición de los parámetros de interés en la prueba HSDT. Prueba ejecutada en una probeta HDPE I.31PS 3 %más.

Debido a que la Figura 7.3 solo otorga información visual sobre el pico de fuerza registrado, será necesario analizar la gráfica de fuerza detalladamente durante el periodo de tiempo en que los sensores piezo-eléctricos registran los datos correspondientes durante el evento de impacto. Posteriormente, se estimará entonces una fuerza media relacionada directamente a la fuerza de impacto útil del proyectil. Esto se logra mediante el cálculo de impulso de la fuerza dividido entre su periodo de tiempo. La Figura 7.4 muestra la curva de fuerza en función del tiempo registrada para una prueba HSDT en una probeta I.31PS 3 %más. Como puede observarse, las curvas presentan oscilaciones lo que afecta directamente a la precisión

de la fuerza de impacto. Este resultado se discute el capítulo 8.

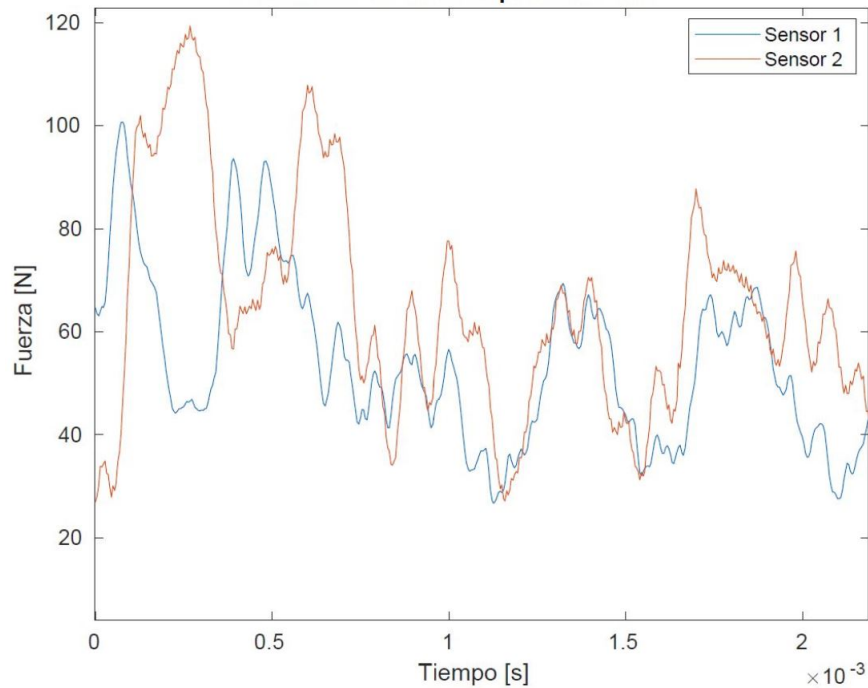


Figura 7.4: Curva fuerza en función del tiempo registrada en una prueba HSDT en una probeta I.31PS 3 %más.

Para cada trazo correspondiente a cada uno de los sensores piezoeléctricos mostrados en la Figura 7.4 se estimó entonces la fuerza media mediante el método anteriormente mencionado. Luego de esto, la fuerza media de cada sensor se suma para obtener la fuerza de impacto total que recibe el espécimen. Para este caso particular la fuerza promedio registrada en un sensor fue de 59.44 N. A continuación, la Tabla 7.2 muestra los resultados de interés obtenidos de las 12 pruebas HSDT (tres para cada compuesto). Cabe resaltar que la estimación de velocidad de propagación de grieta se definió como el promedio de las velocidades de propagación registradas en cada intervalo definido por la distancia entre líneas de plata a lo largo del eje axial de la probeta. En total el panel frontal virtual diseñado (ver Figura 7.3) otorga el registro de siete velocidades de propagación de grieta localizadas.

Cabe mencionar que la prueba 2 correspondiente al compuesto HDPE I.31PS 5 %más. no se fracturó sino más bien se agrietó después de resistir el impacto. Una vez obtenidos los resultados de las doce pruebas HSDT se procede entonces a estimar el valor de G_{d1} . Para ello, se aplicó la ecuación 2.9 reescrita a continuación:

Probeta	Número de prueba	Fuerza de impacto [N]	Velocidad de impacto [m/s]	Velocidad de propagación de grieta promedio [m/s]	Líneas de material conductivo fracturadas y registradas
HDPE 0 %más.	1	143.96	2.60	211.17	1,2,3,4,5,6,8
	2	172.90	2.74	173.46	1,2,3,4,5,6
	3	110.77	2.47	226.26	4,5,7
Promedio		142.54	2.60	203.63	
Desviación estándar		31.09	0.13	27.19	
HDPE I.31PS 1 %más.	1	177.84	2.67	171.57	1,2,3,4,5,7,8
	2	132.78	2.56	150.44	1,2,3,4,6,7
	3	124.93	2.62	145.30	1,2,4,5,6,7,8
Promedio		145.18	2.60	155.77	
Desviación estándar		28.55	0.05	13.92	
HDPE I.31PS 3 %más.	1	114.00	2.60	148.50	1,2,3,4,6,7
	2	116.32	2.68	161.49	1,2,3,4,5,7
	3	118.89	2.66	181.31	1,2,3,4,5,6,7,8
Promedio		116.40	2.64	163.76	
Desviación estándar		2.44	0.04	16.52	
HDPE I.31PS 5 %más.	1	127.57	2.48	24.43	1,5,6,8
	2	262.14	2.63	12.49	2,4,6
	3	123.25	2.68	19.26	2,6,7,8
Promedio		170.98	2.59	18.72	
Desviación estándar		78.97	0.10	5.98	

Tabla 7.2: Resultados de las pruebas HSDT

$$G_{d1} = A \left(1 - \left(\frac{\dot{a}}{C_T} \right)^2 \right)$$

Definimos A como un factor geométrico de la probeta definido como $A = \frac{M^2}{\mu K B_c}$. El valor de μ se refiere a la magnitud del módulo cortante de la probeta. Este valor se adquiere por medio de dos pruebas mecánicas; (1) Prueba de impedancia en torsión propuesta por Wheel [23] o bien, (2) por una técnica de ultrasonido desarrollada por Diah [54]. Para términos prácticos se tomaron los valores de $\mu = 1,08\text{GPa}$ y $C_T = 240\text{ m/s}$ para HDPE reportados en el trabajo de P.S Leever y Wheel en [17]. En el capítulo 8 se discutirá al respecto. A continuación, se muestra un ejemplo de cálculo de G_{d1} para la prueba 1 de HDPE 0 % más.

Tenemos que:

$$G_{d1} = \frac{M^2}{\mu K B_c} \left(1 - \left(\frac{\dot{a}}{C_T} \right)^2 \right)$$

Conociendo la fuerza media de impacto podemos estimar entonces el momento M que esta genera al impactar la probeta. Para ello se define que la distancia entre el punto de impacto y el soporte es de 39 mm para todas las pruebas ejecutadas. Finalmente, se define K como una función tabulada de la sección transversal de la viga en rotación igual a $K = ZHB^3$ donde B y $2H$ son el grosor y el ancho de la probeta y, Z es un factor geométrico definido como $Z = \frac{1}{3} - 0.24\left(\frac{B}{H}\right) + 0.13\left(\frac{B}{H}\right)^2$. Esto resulta en un valor de $K = 3,56e - 09 \text{ m}^4$ Conociendo todas las variables involucradas en la ecuación 2.9 podemos fácilmente estimar G_{d1} por simple sustitución. Las Tablas 7.3 y 7.4 muestran los resultados correspondientes de todo el conjunto experimental.

Probeta	Número de prueba	M [Nm]	μ [GPa]	B_c [m]	\dot{a} [m/s]	C_T [m/s]	G_{d1} [kJ/m ²]
HDPE 0 %más.	1	2.80	1.08	0.005	211.17	240	0.0926
HDPE 0 %más.	2	3.37	1.08	0.005	173.46	240	0.2825
HDPE 0 % más.	3	2.16	1.08	0.005	226.26	240	0.0270
HDPE I.31PS 1 %más.	1	3.47	1.08	0.005	171.58	240	0.3059
HDPE I.31PS 1 %más.	2	2.59	1.08	0.005	150.44	240	0.2117
HDPE I.31PS 1 %más.	3	2.44	1.08	0.005	145.31	240	0.1956
HDPE I.31PS 3 %más.	1	2.22	1.08	0.005	148.50	240	0.1587
HDPE I.31PS 3 %más.	2	2.27	1.08	0.005	161.49	240	0.1465
HDPE I.31PS 3 %más.	3	2.27	1.08	0.005	181.32	240	0.1149
HDPE I.31PS 5 %más.	1	2.49	1.08	0.005	24.43	240	0.3186
HDPE I.31PS 5 %más.	2	5.11	1.08	0.005	12.49	240	1.3556
HDPE I.31PS 5 %más.	3	2.40	1.08	0.005	19.27	240	0.2986

Tabla 7.3: Resultados para la estimación de G_{d1} a -5°C .

Probeta	Promedio G_{d1} [kJ/m ²]	Desviación estándar [kJ/m ²]	Incremento en G_{d1} [%]
HDPE 0 %más.	0.13	0.13	No aplica
HDPE I.31PS 1 %más.	0.24	0.06	84.61
HDPE I.31PS 3 %más.	0.14	0.02	7.69
HDPE I.31PS 5 %más.	0.66	0.60	407.69

Tabla 7.4: Resultados estadísticos sobre el efecto de la nanoarcilla en G_{d1} .

Los resultados de las Tablas 7.3 y 7.4 muestran una tendencia positiva en el incremento

de G_{d1} para todos los nanocompuestos probados en esta investigación. Cabe resaltar el caso del compuesto HDPE I.31PS 3 %más. el cual fue el que menos mejora presentó en G_{d1} . Esta tendencia en particular para HDPE I.31PS 3 %más. ocurre también en la estimación de E' y E'' en las pruebas de DMA. Esta coincidencia en la tendencia de la estimación de ciertas propiedades se discute en el siguiente capítulo. Asimismo, los resultados de desviación estándar tan grandes mostrados en la Tabla 7.4 se deben a la manifestación de un caso atípico. Si por ejemplo consideramos solo la prueba 1 y 3 del HDPE I.31PS 5% el promedio es de 0.3086 kJ/m^2 y la desviación estándar de 0.014 kJ/m^2 . Aún con esto, la tendencia positiva en la mejora de G_{d1} se mantiene.

Una vez estimados los valores de la resistencia a la fractura dinámica en condiciones de deformación plana (G_{d1}) se procede a analizar la superficie de fractura de una de las tres probetas de cada conjunto. Esto, con la intención de observar las marcas de arrestamientos que hubo durante la propagación de grieta evidenciando entonces un modo de propagación "stick-slip", donde la grieta aceleró y desaceleró durante su propagación. Además, es importante visualizar la forma del frente de grieta ya que un frente de grieta curvo promueve la condición de deformación plana. La Figura 7.5 muestra las superficies de fractura de los compósitos a prueba. Se puede observar que en la parte donde la superficie de fractura es lisa, la grieta adquiere mayor velocidad mientras que en los arrestamientos o poco antes de ellos, la grieta desacelera. Otra observación inmediata tiene que ver con la forma curva de los arrestamientos. Claramente se puede observar como las marcas tienden a ser más planas conforme el %más. de la I.31PS aumenta, es decir, el ángulo entre el frente de grieta y el plano de impacto es cada vez más cercano a 90° y con ello el ligamento disminuye. Ritchie en [15] menciona que un frente de grieta plano tenderá a disminuir la velocidad de propagación de grieta lo cual provocará un aumento en el valor de G_{d1} . Tal y como sucedió en este trabajo. En el siguiente capítulo se analizan los resultados obtenidos.

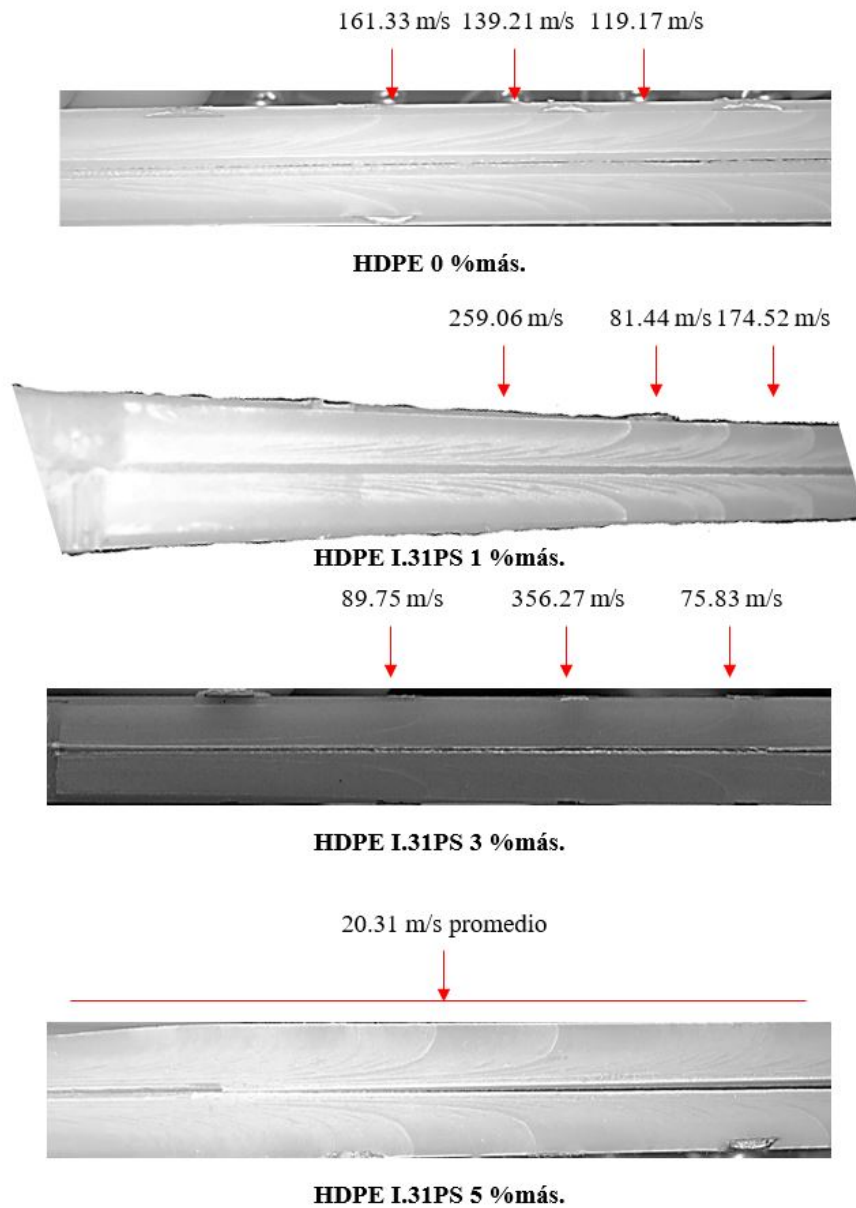


Figura 7.5: Superficies de fractura para cada uno de los compósitos probados a -5°C .

Capítulo 8

Análisis de resultados

8.1. Instrumentación de la máquina HSDT

La técnica de trazado de líneas de material conductor sobre la probeta HSDT ha demostrado ser una estrategia efectiva para la lectura de velocidad de propagación de grieta. Sin embargo, es importante mencionar que algunas de las pruebas HSDT ejecutadas no se culminaron con éxito en cuanto a registro de velocidad de propagación se refiere. Estos fallos se deben, no a la estrategia como tal, sino más bien el problema viene desde la preparación de la probeta en la etapa de aplicación de tinta de plata. En esta etapa, en ocasiones no se logró una adhesión de tinta sobre la superficie de la probeta lo suficientemente fuerte como para mantenerse adherida durante el evento de impacto. Algunas pruebas demostraron que la tinta de plata de las últimas líneas se desprendían de la superficie inclusive antes de que la grieta alcanzara la mitad de su trayecto. Teóricamente, esto se debe a que las ondas torsionales viajan más rápido que la grieta y son justo éstas vibraciones las que acaban desprendiendo algunas líneas de material conductor. Esto ocasionó en algunas pruebas la pérdida de información y precisión en la estimación de \dot{a} al no contar con la información temporal de las ocho líneas trazadas. Debido a este inconveniente en el capítulo de conclusiones y trabajo futuro se discuten algunas estrategias de instrumentación diferentes para la estimación de la velocidad de propagación de grieta.

8.2. Resultados de SENB y DMA

En esta sección se discuten y relacionan los resultados que se obtuvieron en cada una de las pruebas mecánicas ejecutadas con la intención de buscar tendencias y dependencias de las propiedades mecánicas analizadas.

Las pruebas de DMA mostraron una tendencia positiva en la mejora del módulo de pérdida conforme la carga de nanorefuerzo fue incrementando. El módulo de pérdida se relaciona directamente con las propiedades de resistencia al impacto al ser una propiedad que mide la energía de absorción relacionada con las propiedades viscosas del material. Si E'' aumenta, el material tiende a ser más tenaz. En el caso de HDPE I.31PS 1 %más. y HDPE I.31PS 5 %más. se observó una mejora mucho mayor en E'' comparado con el caso HDPE I.31PS 3 %más. Esto mismo ocurrió en las pruebas HSDT para la estimación de G_{d1} en donde HDPE I.31PS 1 %más. y HDPE I.31PS 5 %más. mostraron un incremento de G_{d1} mucho mayor que para el caso de HDPE I.31PS 3 %más. Esto demuestra que ambas propiedades se vinculan en la misma tendencia.

Para el caso de la estimación de G_c se esperaba una tendencia similar comparada con G_{d1} tomando en cuenta que ambas miden tenacidad a la fractura. Sin embargo, las pruebas de flexión a tres puntos demostraron un decremento en G_c conforme el contenido de nanoarcilla aumentaba. Este resultado se atribuye a que las probetas en este ensayo presentaban atrapamientos de aire generados durante el proceso de inyección. Estos huecos en el material provocan que la grieta crezca en esa zona con una aplicación menor de esfuerzo. Evidentemente, el proceso de inyección forma parte fundamental para la estimación adecuada de propiedades en cada uno de los ensayos mecánicos.

8.3. Resultados de G_{d1}

Los resultados obtenidos respecto a la estimación de G_{d1} mostraron en algunos casos una dispersión considerable. Esta sección de análisis se enfoca principalmente en tres situaciones donde los resultados de G_{d1} parecen no conseguir una tendencia específica especulando entonces las causas de estas discrepancias. Llamemos caso 1 a la discrepancia observada en el espécimen 2 de HDPE 0 %más. donde claramente se muestra una variación considerable en

su magnitud respecto a los otros dos casos probados del mismo material. El caso 2 será una situación similar manifestada en el caso de la probeta 1 de HDPE I.31PS 1% más. comparada con su similar el espécimen 2. Finalmente, el caso particular número 3 se evidenció en el conjunto de probetas correspondientes a HDPE I.31PS 5 % más., donde la probeta número 2 fue la única de todo el conjunto experimental que no se fracturó totalmente sino más bien se agrietó. Cabe mencionar que para el caso del conjunto de probetas correspondiente a HDPE I.31PS 3 % más. la dispersión de resultados fue mínima.

8.3.1. Caso 1: HDPE 0% más.

En esta situación particular ocurre que la probeta 2 de este conjunto muestra un valor mucho mayor con respecto al resto. Es interesante porque si observamos en la Tabla 7.3 para el caso de la probeta 2 el registro de fuerza de impacto fue el mayor de este conjunto y sin embargo fue el que mostró la menor velocidad de propagación de grieta. Ésta evidentemente encaja con el resultado de G_{d1} asumiendo que a mayor magnitud de G_{d1} menor será la velocidad de propagación de grieta. Además, si se observa en los resultados de la Tabla 7.2 la velocidad de impacto para el caso 2 no resultó ser la velocidad mayor de este conjunto. Sin embargo, la velocidad de propagación de grieta resultó ser la menor. Intuitivamente se puede pensar que a mayor velocidad de impacto mayor resultará la velocidad de propagación de grieta. Sin embargo, este no fue el caso. Esta situación se puede atribuir a dos situaciones: (1) que el registro de velocidad de propagación de grieta no haya capturado correctamente los datos para esta probeta en particular, o bien, (2) al comportamiento no-lineal del material polimérico manifestado bajo condiciones dinámicas, en este caso, impacto. Analizando esta última situación, esto tiene que ver directamente con la tasa de energía que se le suministra al frente de grieta durante su propagación. Ya que, como reporta Ritchie [15] en su tesis doctoral a velocidades más altas del proyectil, a medida que la velocidad de la grieta se acerca a su límite (determinado por la velocidad de onda torsional), la tensión efectiva en el par de vigas torsionales presente detrás de la punta de la grieta es aproximadamente proporcional a la velocidad del proyectil. Por lo tanto, a medida que aumenta la velocidad del proyectil, la tensión efectiva aumenta (aumentando la deformación y por ende gastando energía) y la velocidad de la onda de torsión disminuye, disminuyendo entonces la tasa de suministro de

energía en el frente de la grieta. Por lo tanto, la velocidad de propagación se reduce.

Ahora bien, analizando la velocidad de propagación de la probeta 1 y 3 de este conjunta, estas muestran velocidades cerca de la velocidad de onda torsional. Como bien indica Wheel en [17] el modelo utilizado en esta investigación para la estimación de G_{d1} muestra dispersión conforme la velocidad de propagación de grieta se acerca en magnitud a la velocidad de onda torsional. Esta restricción se atribuye principalmente a la precisión del valor del módulo cortante. Es por ello que Wheel propone una prueba particular llamada *Torsional Impedance Test* en donde se toma en cuenta la naturaleza de la prueba HSDT y con ello se obtiene un mejor resultado de G_{d1} en cuanto a dispersión se refiere.

8.3.2. Caso 2: HDPE I.31PS 1 %más.

En este caso ocurre lo contrario al caso anteriormente descrito. Aquí la relación de velocidad de impacto y la velocidad de propagación de grieta mostró una tendencia proporcional. Esto se puede atribuir a que las velocidades de propagación de grieta reportadas fueron menores en comparación al conjunto HDPE 0 %más. Esto supone que entre menor sea la velocidad de propagación de grieta con respecto a la velocidad de onda torsional los resultados serán menos dispersos y por ende más repetitivos.

8.3.3. Caso 3: HDPE I.31PS 5 %más.

Este conjunto de probetas fueron en términos de resultados deseados las que mejores resultados tuvieron. Hubo un aumento considerable del valor de G_{d1} dejando por hecho que a esta concentración particular de nano-arcilla en HDPE el fenómeno de falla mecánica RCP no ocurre (al menos para las condiciones de temperatura y velocidad de impacto establecidas). Todas las probetas de este conjunto registraron velocidades de propagación de grieta mucho menores a 100 m/s (el cual es el límite inferior de velocidad que por convención se define RCP en plásticos). Inclusive, la probeta número 2 de este conjunto no presentó fractura total, sino solo un evidente agrietamiento que no logró generar totalmente el área de las dos superficies de fractura. En particular, el caso número 2 de este conjunto fue el que presentó un valor de resistencia a la fractura dinámica en condiciones de deformación plana mucho mayor que

cualquier probeta de cualquier conjunto. Habrá que analizar la causa por la cual el resto de las probetas de este conjunto no presentaron un valor similar de G_{d1} . Sin embargo, a pesar de que se fracturaron presentaron velocidades de grieta en el mismo rango de valores. Debido a que, para la probeta 2 de este conjunto la dirección de propagación fue desviada, entonces se intuye que la razón por la cual las probetas 1 y 3 se fracturaron totalmente y, la 2 no, se debe a un impacto desequilibrado. Este pudo haber sido de forma desalineada provocando entonces que la grieta se desviara desaprovechando de esta manera la ventaja que supone la muesca V como concentrador de tensiones que facilita la propagación en dirección axial. A pesar de ello, cabe resaltar que para otros conjuntos de probetas se obtuvieron igualmente dos casos de desviación de grieta pero en estos casos si hubo fractura total, por lo que la desviación no demerita los resultados positivos de este conjunto.

8.3.4. Análisis estructural

Desde el punto de vista estructural, la conformación de materiales nano-compósitos presentan propiedades mecánicas que en algunas ocasiones son explicadas solo bajo teorías cuánticas. A este nivel atómico ocurren fenómenos cuánticos que aún están en estudio y dificultan el entendimiento del comportamiento dinámico de los materiales. Sin embargo, si que es bien conocido que la nano-arcilla enriquece algunas propiedades mecánicas de los materiales debido a su aumento en la superficie relativa, esto es, una mayor superficie por unidad de masa. Esta condición hace que las nano-arcillas se mantengan en una condición termodinámica inestable siendo entonces altamente reactivas. Es justo este estado el que aprovecha la nanotecnología para crear nuevos materiales con mejores propiedades según sea el caso, ya que esta reactividad incrementa la interacción molecular de los compuestos cambiando totalmente sus propiedades. Una mejora en el comportamiento de los materiales poliméricos de interés es la tenacidad en condiciones de alto impacto. Es importante estudiar esta propiedad sabiendo que la mayoría de los polímeros son dúctiles a bajas tasas de deformación pero frágiles a altas tasas de deformación.

La principal causa por la que existen cambios en las propiedades del material base cuando se le incluye un nano-relleno en su estructura es debido a la tendencia de la aparición de nuevas reacciones químicas y con ello nuevas estructuras moleculares que pueden o no

generar enlaces más fuertes entre las partes involucradas. La dispersión de la nano-arcilla en la base polimérica es un factor importante para la mejora de propiedades. El estudio de XRD sugiere que el compósito I.31PS 1 % más. logró una morfología exfoliada, mejorando con ello las interacciones químicas entre la nano-arcilla y las cadenas poliméricas. En ninguno de los conjuntos se obtuvo una morfología aglomerada. Este último tipo de morfología mencionado induce una concentración de esfuerzos en la vecindad del aglomerado, resultando en zonas de fácil iniciación y propagación de grietas y, con ello, fallas prematuras.

8.3.5. Modelo de estimación de G_{d1}

El modelo que se utilizó para la estimación de G_{d1} se refiere a un modelo deducido mediante un análisis cuasi-estático del comportamiento de movimiento de la probeta durante una prueba de doble torsión. En la prueba HSDT el modelo considera el incremento de energía cinética debida al evento de impacto. Para ello, se agrega el término referente a las ondas torsionales propuesta por Saint-Venant. Sin embargo, esta aproximación asume que la velocidad de impacto y la velocidad de propagación de grieta son constantes. La velocidad de impacto podemos considerarla constante (caída libre a la misma altura) pero la velocidad de propagación de grieta no debido a que se propaga en modo "stick-slip". Además, se reporta que usar esta expresión resulta en valores de G_{d1} dispersos. Esta dispersión afirmaría que G_{d1} no es una propiedad única del material, es decir, que no existe una relación determinada entre la velocidad de impacto y la velocidad de propagación de grieta. Lo cual en parte se debe al comportamiento no-lineal del material en cuestión. Cabe mencionar que dicha dispersión si ocurrió cuando se estimó G_{d1} en esta investigación, sin embargo, se redujo conforme la velocidad de propagación de grieta fue alejándose del valor de la velocidad de onda torsional.

Para disminuir la dispersión de resultados se propone medir μ con una prueba llamada "Torsional Impedance Test" anteriormente mencionada. Sin embargo, reportan que para velocidades menores a 5 m/s no es recomendable usarla para estimar el valor de μ debido a que en la gráfica de fuerza aparecen estados transitorios que afectan directamente a su valor. Es por ello, que se utilizaron valores de μ y C_T reportados en otras investigaciones para un HDPE. Los resultados obtenidos con esta aproximación se consideran válidos siempre y cuando se cumpla que $\dot{a} \ll C_T$.

Capítulo 9

Conclusiones y trabajo futuro

9.1. Conclusiones

En lo que respecta a la construcción de la máquina HSDT se logró obtener una máquina de pruebas funcional y confiable que es capaz de arrojar resultados repetitivos. La máquina diseñada y construida es capaz de impulsar el proyectil a velocidades de hasta 45 m/s. Además, la tecnología de la tarjeta de adquisición de datos utilizada nos permite registrar velocidades de propagación de grieta de hasta 2000 m/s, velocidades de propagación de grieta que corresponden a fracturas en vidrio por ejemplo. Los sensores piezoeléctricos para la obtención de fuerza de impacto permiten registrar hasta 22.2 kN de magnitud fuerza, cuando el máximo registro de fuerza obtenido en pruebas en HDPE grado estructural ha sido entre 3.5 y 4kN. Estas características de diseño de la máquina construida permiten llevar a cabo pruebas de doble torsión a alto impacto a velocidades de proyectil mayores y menores a las que se han registrado actualmente en la literatura.

La etapa de preparación de probetas de HDPE con su respectiva carga nano fue un proceso complejo considerando que el moldeo por inyección de plásticos se ve afectado por infinidad de variables (presión, humedad, temperatura, tiempo, etc). Además, las dimensiones de la probeta HSDT junto con su volumen, complicaban aún más dicho proceso. Sin embargo, se lograron obtener probetas HSDT con el mínimo de defectos posibles y con el máximo de estética. Concluyendo entonces un proceso de preparación de probetas que fue desde el

mezclado mecánico, la extrusión y, el proceso inyección de plástico, exitoso.

La ejecución de las pruebas HSDT mostró los resultados esperados al afectar de manera positiva la resistencia a la fractura mecánica en condiciones de deformación plana de los compósitos probados. Se concluye que, conforme aumentó el porcentaje másico de nanoarcilla I.31PS en la matriz de HDPE H5618 aumenta también G_{dI} . Sin embargo, este incremento no fue de forma proporcional mostrando como mejor resultado el incremento en HDPE I.31PS 5 %más. de hasta un 407.69 % respecto al material sin carga nano. Inclusive la mejora fue tal, que los resultados podrían bien asumirse directamente positivos sin la necesidad de estimar matemáticamente G_{dI} ya que desde la ejecución de la prueba, la probeta 2 referente a dicho lote no se fracturó sino más bien se agrietó. Este resultado concluye intuitiva y visualmente que hubo una obvia mejora en G_{dI} para este caso.

Asimismo, el modelo matemático para la estimación de G_{dI} mostró dispersión de resultados solo en aquellas pruebas donde \dot{a} era similar en magnitud a C_T . En general se obtuvieron resultados adecuados considerando las condiciones de temperatura operadas. En cuanto al análisis de las discrepancias particulares en la estimación de G_{dI} se logró analizar las causas de esta dispersión. Es interesante observar que para el conjunto de compósitos utilizados en esta investigación la tenacidad a la fractura en condiciones cuasi-estáticas se redujo conforme la concentración de arcillas fue aumentando, mientras que para el caso de resistencia a la fractura dinámica, la tenacidad asociada a estas condiciones aumentó conforme la concentración de la nano-arcilla también aumentaba.

9.2. Trabajo futuro

Como se mencionó anteriormente una actividad importante a llevar a cabo en lo subsecuente es la búsqueda de una estrategia de instrumentación diferente para la medición de la velocidad de propagación de grieta. Recalcar que esta sugerencia no es porque la técnica actual sea mala, sino más bien es con el afán de innovar y buscar hacerla más efectiva en cuanto a tiempo consumido se refiere ya que, el tiempo de preparación de probetas para ejecutar la técnica actual es de 50 minutos aproximadamente. A continuación, se documentan tres propuestas a nivel conceptual de estrategias para la medición de \dot{a} que podrían ser potencialmente funcionales.

9.2.1. Estrategias de medición de \dot{a}

9.2.1.1. Diseño conceptual 1: Sensores ópticos

La primera idea conceptual propone el uso de sensores ópticos para medir RCP. Los sensores ópticos son una excelente opción para captar eventos rápidos ya que estos ofrecen una capacidad de respuesta en el rango de los nanosegundos.

El principio de funcionamiento de esta técnica asume que, al propagarse la grieta a lo largo de la probeta, esta generará un espacio entre las dos vigas en torsión suficiente para permitir el paso de luz. Suponiendo que esto sucede, entonces el arreglo para ejecutar la técnica será el acomodo de una fuente de luz infrarroja colocada en la base del porta-probetas de manera que esta enfoque su luz en la zona central inferior del espécimen. Luego, sobre la parte superior de la probeta se colocaría un arreglo de sensores receptores de manera que, a medida que la grieta crezca y genere el supuesto espacio entre vigas, la luz emitida desde la parte inferior pueda llegar a los receptores. Por lo tanto, en el instante en que alguno de los receptores capte luz infrarroja significaría la posición actual del frente de grieta. Si los receptores se encuentran posicionados de manera equidistante y podemos medir el tiempo en que cada uno de ellos capta la luz infrarroja entonces podemos estimar la velocidad de propagación de grieta. La Figura 9.1 muestra el arreglo de la idea conceptual.

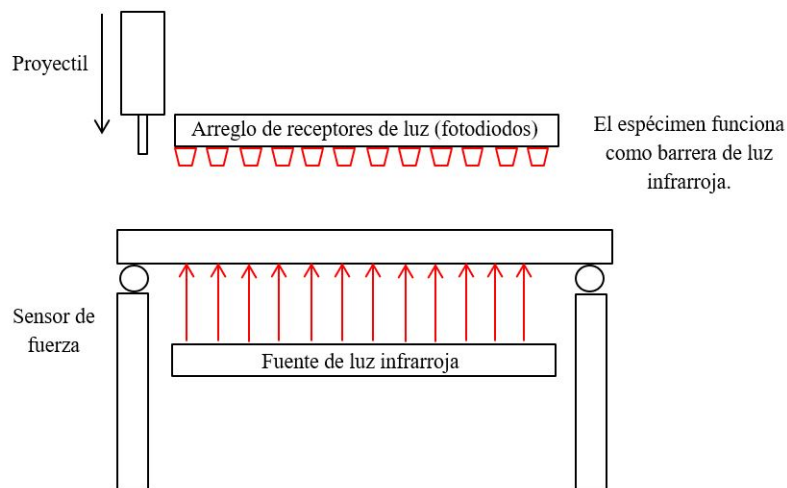


Figura 9.1: Arreglo de sensores ópticos para la medición de la velocidad de propagación de grieta en HSDT. Vista lateral.

Evidentemente, la implementación de esta técnica (en caso de ser funcional) reduciría a

ceros el tiempo consumido respecto al proceso de preparación de probetas para la medición de velocidad de propagación de grieta. Sin embargo, esta alternativa presenta dos desventajas que vale la pena discutir.

1. Considerando que la probeta solo se encuentra descansada en los cuatro soportes, es decir, que no hay manera de mantenerla fija, durante el periodo de tiempo en que ocurre el impacto y consiguientemente la propagación de grieta, esto naturalmente ocasionaría un ligero desplazamiento en los ejes del plano paralelo al plano superior de la probeta. Estos desplazamientos podrían ser significativos al momento de la propagación de grieta ya que si el desplazamiento es en la dirección de la propagación o en contra de ella, esto inevitablemente agregará un offset positivo o negativo en la lectura según sea el caso. Podemos considerar que dicho offset es aleatorio o en su caso, complejo de predecir debido a todos los factores que influyen en la naturaleza de la prueba.

Esta desventaja podría aminorarse si se restringe a cierta tolerancia dimensional el movimiento de la probeta que coincide con la dirección de propagación de grieta. Sin embargo, el problema sigue latente al tratarse de un sistema electrónico referenciado de forma relativa a la posición de la probeta durante la ejecución de la prueba.

2. El espacio asumido entre las dos vigas sometidas a torsión durante la propagación de grieta en caso de ser suficiente para que pasen los fotones emitidos por los emisores hacia los receptores implica que estos últimos deben ser lo suficientemente sensibles a detectar potencias de luz extremadamente bajas. Además, considerando que la potencia del haz luminoso emitida es inversamente proporcional a la distancia, debido a que el receptor se encuentra separado cierta distancia del emisor, el primero recibirá un haz de luz más débil en términos de amplitud. Por lo que además de la poca cantidad de luz que logre pasar por el espaciado entre vigas, a esto hay que sumarle que debe viajar una distancia considerable tomando en cuenta que durante su viaje está irremediablemente perdiendo amplitud de potencia. Por lo tanto, la selección de emisores potentes y receptores muy sensibles se considera un trabajo complicado en términos de la tecnología disponible.

9.2.1.2. Diseño conceptual 2: Resortes y galgas extensiométricas

El uso de resortes como elementos mecánicos de un sistema modela el comportamiento elástico cuando este es sometido a cargas externas. Por otro lado, las galgas extensiométricas son transductores que se encargan de cuantificar la deformación de dicho sistema. La idea general de esta propuesta de diseño se basa en utilizar los resortes y las galgas como un elementos de detección de carga y descarga presente en la probeta HSDT. A continuación se explica a detalle el principio de funcionamiento.

Cuando un sólido tiene una grieta inicial de longitud a en uno de sus bordes y este es sometido a un esfuerzo de tensión σ , la grieta entonces comenzará a crecer en longitud (esto es conocido como modo I de carga). Conforme la grieta crezca, la región adyacente a la superficie libre quedará exenta de líneas de carga en su interior tal y como se muestra en la Figura 9.2.

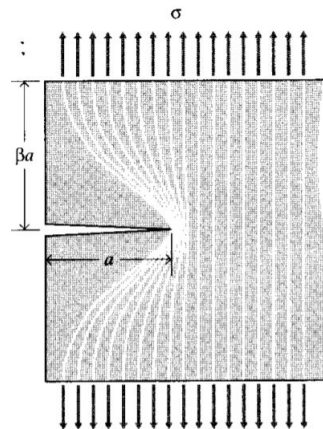


Figura 9.2: Idealización de la región descargada cerca de los flancos de grietas [11].

Conociendo este principio físico en ciencia de materiales se puede entonces aplicar en la probeta HSDT para conocer la posición de la punta de la grieta y, por ende, medir la velocidad de propagación de grieta a través de la detección de puntos de descarga. La idea entonces es colocar 10 resortes (distanciados de manera equidistante) de manera perpendicular a cada uno de los bordes de la probeta HSDT paralelos a su eje longitudinal. En los resortes se cementará una galga extensiométrica para monitorizar su deformación. Por un extremo el resorte es anclado a la probeta (parte móvil) y por el otro es anclado a la base del porta-probetas (parte fija). Ahora bien, los resultados esperados son que, al impactar la probeta,

conforme crece la grieta la rotación correspondiente a la posición de cada resorte hará que este se tense hasta cierto punto. Sin embargo, cuando el frente de grieta rebase la posición de algún resorte, este se relajará indicando que esa zona es libre de carga. Es decir, los puntos de detección de descarga corresponderán a la posición actual del frente de grieta detectado por la galga cementada en el instante de tiempo en el que el resorte llegue a un punto máximo de deformación e inmediatamente sea relajado. En otras palabras, la relajación del resorte después de ser tensionado a un punto máximo será la indicación de que el frente de grieta esta en esa posición.

La aplicación del principio de funcionamiento de esta técnica es lo más valioso de la propuesta ya que se rastrea la punta de la grieta cumpliendo una ley física en ciencia de materiales. Sin embargo, el arreglo para monitorizar la variable de interés puede no ser efectivo debido principalmente a que al impactar la probeta la tensión en los resortes se vería afectada debido a esta carga súbita. Por lo tanto, las galgas extensiométricas detectarían deformaciones en los resortes debidas, en mayor medida, a la naturaleza del impacto más que al perfil de rotación de la probeta, complicando entonces la detección del instante de descarga de interés en los resortes.

9.2.1.3. Diseño conceptual 3: Motor sin escobillas

Los motores sin escobillas son actuadores con rango de velocidades angulares altas. Esta virtud permite considerarlos como elemento principal en el sistema de medición de velocidad de propagación de grieta expuesto a continuación. La idea es utilizar una cuerda de grosor adecuado para que pase a través de la pre-grieta (de 1 mm de grosor aproximadamente) que, por un extremo, conecte la parte de la carcasa del motor y, por el otro, se conecta a un lugar fijo. Luego, al momento de iniciar el crecimiento de la grieta el motor comenzará a girar enrollando la cuerda sobre él. La componente tangencial de la velocidad a la que el motor enrolle la cuerda esta directamente relacionada con la velocidad de propagación de grieta. La velocidad tangencial del motor (v_{motor}) se puede calcular mediante la siguiente ecuación;

$$v_{motor} = r\omega \quad (9.1)$$

donde r es el radio de la carcasa del motor y ω es su velocidad angular. Esta última se puede medir mediante el uso de un encoder acoplado en el motor brushless. Este encoder tendría 10 ranuras equidistantes y generaría entonces un tren de pulsos con cierta distancia temporal entre flancos de subida para la estimación de ω . Finalmente, con la estimación de ω podemos entonces calcular la velocidad tangencial v_{motor} . Con ello, considerando el ángulo β de la cuerda respecto a la horizontal, es posible calcular la componente horizontal de v_{motor} la cual correspondería a \dot{a} . La Figura 9.3 corresponde al arreglo conceptual de este último sistema de medición de \dot{a} propuesto.

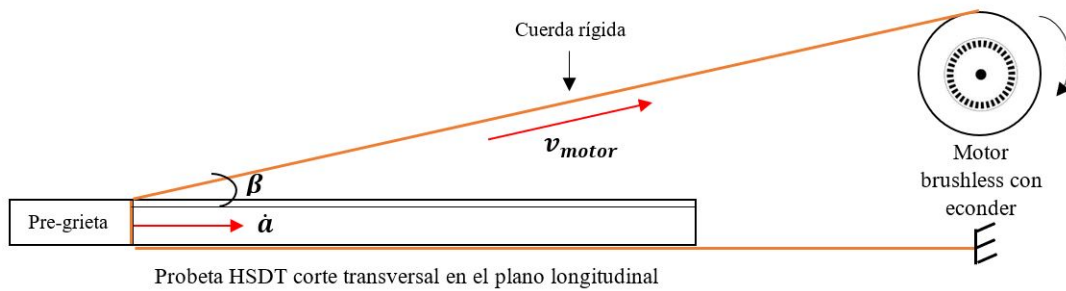


Figura 9.3: Arreglo conceptual del sistema de medición de velocidad de grieta propuesto.

Las complicaciones analizadas para llevar a cabo esta propuesta conceptual se describen a continuación:

1. La cuerda debe ser lo suficientemente rígida para no deformarse elásticamente durante su enrollamiento. Cumplir con esta característica considerando que el grosor de la cuerda no debe exceder 1 mm puede ser complicado.
2. Aunque las velocidades angulares de los motores sin escobillas son velocidades tangenciales del mismo orden que la velocidad de propagación de grieta, dichas velocidades tardan de 2 a 3.5 ms en obtenerse (este parámetro se conoce como constante mecánica de tiempo y depende de la selección del motor). Tomando en cuenta que el evento de RCP en la probeta HSDT dura entre 0.6 y 2 ms el principio de funcionamiento de la técnica no sería funcional en tal caso. Sin embargo, la construcción de un embrague magnético solucionaría este problema ya que lo que se haría es mantener el motor a su velocidad máxima y al momento del impacto embragarlo a una carcasa que sea la que enrolle la cuerda. Para que la propuesta sea válida el reto es diseñar un embrague que se acople al motor en máxima velocidad en menos de 0.6 ms.

9.2.2. Trabajo de investigación inmediato

En cuanto a trabajo a futuro se refiere se recomiendan llevar a cabo las siguientes actividades relacionadas a enriquecimiento de la presente investigación;

1. Ejecutar pruebas HSDT para compósitos HDPE con nano-arcillas I.44 a las mismas concentraciones que las de I.31PS ejecutadas en esta investigación.
2. Acoplar la máquina HSDT diseñada para ejecutar pruebas de impedancia torsional. Además, generar la instrumentación virtual correspondiente.
3. Llevar a cabo las pruebas en los conjuntos de compósitos presentados en esta investigación pero a velocidades de impacto de entre 5 m/s y hasta 30 m/s.
4. Cambiar las condiciones de temperatura de -5°C a -15°C para conjuntos de probetas I.44 e I.31PS al mismo porcentaje de concentración que se trabajó en esta investigación en HDPE.
5. Probar otros modelos dinámicos de estimación de G_{d1} que se encuentran propuestos en la literatura científica referente.
6. En cuanto a las técnicas de caracterización de materiales llevar a cabo el análisis de DMA en un barrido más amplio de temperaturas con la intención de conocer la temperatura de transición vítrea de cada uno de los compósitos ejecutados en esta investigación. El conocimiento de este parámetro de temperatura ayuda a formar un mejor criterio sobre la aplicación de los plásticos a bajas temperaturas.
7. Aplicar la técnica FTIR para conocer más detalladamente los tipos de reacciones químicas que se producen entre el nano-refuerzo y las cadenas poliméricas para enfocar la explicación de una mejora o degradación de una propiedad mecánica en específico hacia un punto de vista químicamente estructural.
8. La aplicación de la técnica de SEM es necesario para deducir como es que la nano-arcilla fue dispersada a lo largo de todo el volumen de la probeta relacionado con el método de moldeo. SEM también ayudaría a corroborar el tipo de morfología que se logró en cada compósito.

9. Realizar pruebas de DMA, XRD, SENB y ensayo de tensión generando las probetas maquinadas de la misma probeta HSDT fracturada.

Bibliografía

- [1] Plastics Pipe Institute (PPI). *Handbook of PE Pipe*. Plastic Pipe Institute (PPI), Texas, segunda ed edition, 2008.
- [2] Kailash C. Jajam and Hareesh V. Tippur. Quasi-static and dynamic fracture behavior of particulate polymer composites: A study of nano- vs. micro-size filler and loading-rate effects. *Composites Part B: Engineering*, 43(8):3467–3481, 2012.
- [3] Lingyu Sun, Ronald F. Gibson, Faramarz Gordaninejad, and Jonghwan Suhr. Energy absorption capability of nanocomposites: A review. *Composites Science and Technology*, 69(14):2392–2409, 2009.
- [4] Shao Yun Fu, Xi Qiao Feng, Bernd Lauke, and Yiu Wing Mai. Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate-polymer composites. *Composites Part B: Engineering*, 39(6):933–961, 2008.
- [5] Tadaharu Adachi, Mayuka Osaki, Wakako Araki, and Soon Chul Kwon. Fracture toughness of nano- and micro-spherical silica-particle-filled epoxy composites. *Acta Materialia*, 56(9):2101–2109, 2008.
- [6] Manwar Hussain, Atsushi Nakahira, Shigehiro Nishijima, and Koichi Niihara. Fracture behavior and fracture toughness of particulate filled epoxy composites. *Materials Letters*, 27(1-2):21–25, 1996.
- [7] P. S. Leever. Resistance of pipe grade polyethylenes to high speed crack propagation. *J. De Physique*, 49:C3–231–C3–236, 1988.
- [8] Marcus A Wheel and PS Leever. High speed double torsion testing of pipe grade polyethylenes. In *ECF8, Torino 1990*, 1991.

- [9] T.L. Anderson. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. Tercera ed edition, 2005.
- [10] A. A. Griffiths. The phenomena of rupture and flow in solids. *Masínovedenie*, (1):9–14, 1995.
- [11] David Roylance. Introduction to Fracture Mechanics. Technical report, MIT, 2001.
- [12] George Rankin Irwin. Onset of fast crack propagation in high strength steel and aluminum alloys. Technical report, Naval Research Lab Washington DC, 1956.
- [13] Maciej Pietrzyk, Lukasz Madej, Lukasz Rauch, and Danuta Szeliga. *Conventional Modeling*. 2015.
- [14] L. Greig, J.M. and Ewing. Fracture Propagation in Plastics Pipes., 1982.
- [15] Stephen Ritchie. *The High Speed Double Torsion Test*. PhD thesis, Imperial Collegue of Science, Technology and Medicine, 1995.
- [16] D.J. Gerry. PhD thesis, University of Vermont, 1966.
- [17] MA Wheel and PS Leever. High speed double torsion tests on tough polymers. i: Linear elastic steady state and dynamic analysis. *International journal of fracture*, 61(4):331–348, 1993.
- [18] S. J.K. Ritchie and P. S. Leever. Non-uniform and dynamic torsion of elastic beams. Part 1: Governing equations and particular solutions. *Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 34(5):303–311, 1999.
- [19] Q. Yuan and R. D.K. Misra. Impact fracture behavior of clay-reinforced polypropylene nanocomposites. *Polymer*, 47(12):4421–4433, 2006.
- [20] L. B. Freund. A simple model of the double cantilever beam crack propagation specimen. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 25(1):69–79, 1977.
- [21] CH Popelar and MF Kanninen. A dynamic viscoelastic analysis of crack propagation and crack arrest in a double cantilever beam test specimen. In *Crack Arrest Methodology and Applications*. ASTM International, 1980.



- [22] B Saint-Venant. Mémoire sur les vibrations tournemantes des verges élastiques. *Comptes Rendus*, 28:69, 1849.
- [23] M. A. Wheel and P. S. Leever. High speed double torsion tests on tough polymers. II: Nonlinear elastic dynamic analysis. *International Journal of Fracture*, 61(4):349–359, 1993.
- [24] PS Leever and CJ Greenshields. A model for predicting the dynamic fracture and impact fracture resistance of tough thermoplastics. Technical report, American Society of Mechanical Engineers, New York, NY (United States), 1995.
- [25] Giannelis EP. Krishnamoorti r. manias e. *Advances in Polymer Science*, 138:107–147, 1999.
- [26] Michael Alexandre and Philippe Dubois. Polymer-layered silicate nanocomposites: Preparation, properties and uses of a new class of materials. *Materials Science and Engineering R: Reports*, 28(1):1–63, 2000.
- [27] Geoffrey A Ozin. Nanochemistry: synthesis in diminishing dimensions. *Advanced Materials*, 4(10):612–649, 1992.
- [28] Stephen Mann. Molecular tectonics in biomineralization and biomimetic materials chemistry. *Nature*, 365(6446):499–505, 1993.
- [29] George M. Crankovic. *ASTM Handbook*. Volume 10 edition, 1986.
- [30] Luísa Gardênia A.T. Farias, Janaina L. Leitinho, Bruno de C. Amoni, Juceline B.S. Bastos, Jorge B. Soares, Sandra de A. Soares, and Hosiberto B. de Sant’Ana. Effects of nanoclay and nanocomposites on bitumen rheological properties. *Construction and Building Materials*, 125:873–883, 2016.
- [31] S.G. Advani. *Processing and Properties of Nanocomposites*. World Scientific Publishing, Singapore, 2007.
- [32] Ling Chen, Shing Chung Wong, and Sreekumar Pisharath. Fracture properties of nanoclay-filled polypropylene. *Journal of Applied Polymer Science*, 88(14):3298–3305, 2003.

- [33] Kevin P Menard. Dynamic Mechanical Analysis DYNAMICAL MECHANICAL ANALYSIS. *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, pages 1–22, 2017.
- [34] Sina Ebnesajjad. *Surface and Material Characterization Techniques*. 2014.
- [35] T Eliades, S Zinelis, D Kim, and W Brantley. *2 - Structure/property relationships in orthodontic polymers*. Elsevier Ltd, 2017.
- [36] Sia Nemat-nasser, Alireza Amirkhizi, Kristin Holzworth, Zhazhan Jia, Wiroj Nantasetphong, and Yesuk Song. 9 Modification and Engineering of HSREP to Achieve Unique Properties Composites for Shock Mitigation. pages 319–345, 2015.
- [37] Marcel Kohutiar, Mariana Pajtášová, Róbert Janík, Iveta Papučová, Jana Pagáčová, Beáta Pecušová, and Ivan Labaj. Study of selected thermoplastics using dynamic mechanical analysis. 07002:1–9, 2018.
- [38] Richard M Everson and Jonathan E Fieldsend. Fracture mechanics testing for environmental stress cracking in thermoplastics. *Procedia Structural Integrity*, 2(1):2–7, 2011.
- [39] Mark Denny. The Internal Ballistics of an Air Gun. *The Physics Teacher*, 49(2):81–83, 2011.
- [40] P C B Piezotronics. Model 218C, Multi-purpose sensor, Installation and Operating Manual.
- [41] PCB PIEZOTRONICS. GENERAL SIGNAL CONDITIONING GUIDE.
- [42] Ravi Babu Valapa, Sravanthi Loganathan, G. Pugazhenthii, Sabu Thomas, and T. O. Varghese. *An Overview of Polymer-Clay Nanocomposites*. Elsevier Inc., 2017.
- [43] Prospector. Polietileno (PE) Propiedades típicas Generic HDPE.
- [44] B. Chen. Polymer-clay nanocomposites: An overview with emphasis on interaction mechanisms. *British Ceramic Transactions*, 103(6):241–249, 2004.
- [45] Autodesk.Help. AUTODESK KNOWLEDGE NETWORK, 2020.
- [46] A. Avci, A. Akdemir, and H. Arikan. Mixed-mode fracture behavior of glass fiber reinforced polymer concrete. *Cement and Concrete Research*, 35(2):243–247, 2005.

- [47] Katsumi Hagita, Hiroshi Morita, and Hiroshi Takano. Molecular dynamics simulation study of a fracture of filler-filled polymer nanocomposites. *Polymer*, 99:368–375, 2016.
- [48] M. Tanniru, Q. Yuan, and R. D.K. Misra. On significant retention of impact strength in clay-reinforced high-density polyethylene (HDPE) nanocomposites. *Polymer*, 47(6):2133–2146, 2006.
- [49] T. O. Kumanayaka, R. Parthasarathy, and M. Jollands. Accelerating effect of montmorillonite on oxidative degradation of polyethylene nanocomposites. *Polymer Degradation and Stability*, 95(4):672–676, 2010.
- [50] Chi Yan Lai, Andrew Groth, Stephen Gray, and Mikel Duke. Impact of casting conditions on PVDF/nanoclay nanocomposite membrane properties. *Chemical Engineering Journal*, 267:73–85, 2015.
- [51] A. Guevara-Morales. Epoxy-Clay Nanocomposites for Electrical Insulation Applications: Synthesis, Characterisation, Properties and Curing. (Tesis de Maestría), 2007.
- [52] W J Sichina. Thermal Analysis for the Characterization of Polymer Impact Resistance. 2000.
- [53] Kamini Sewda and S. N. Maiti. Dynamic mechanical properties of high density polyethylene and teak wood flour composites. *Polymer Bulletin*, 70(10):2657–2674, 2013.
- [54] Ndiba Ngale Dioh. *High strain rate behaviour of polymers at various temperatures*. PhD thesis, Imperial College London (University of London), 1993.

Anexos

Anexo 1: Hoja técnica de sensor 218C

Model Number 218C	CHARGE OUTPUT FORCE SENSOR		Revision: P ECN #: 48697
Performance	ENGLISH	SI	OPTIONAL VERSIONS
Sensitivity(± 15 %)	18 pC/lb	4047 pC/kN	Optional versions have identical specifications and accessories as listed for the standard model except where noted below. More than one option may be used.
Measurement Range(Compression)	≤ 5000 lb	≤ 22.24 kN	P - Positive Output Polarity
Measurement Range(Tension)	≤ 500 lb	≤ 2.224 kN	Output Polarity(Compression) Positive Positive
Maximum Static Force(Compression)	8000 lb	35.59 kN	W - Water Resistant Cable
Maximum Static Force(Tension)	500 lb	2.224 kN	
Upper Frequency Limit	36 kHz	36 kHz	[2][3]
Non-Linearity	≤ 1 % FS	≤ 1 % FS	[4]
Environmental			
Temperature Range	-300 to +400 °F	-184 to +204 °C	
Temperature Coefficient of Sensitivity	≤ 0.03 %/°F	≤ 0.054 %/°C	
Electrical			NOTES:
Capacitance	14 pF	14 pF	[1] Typical.
Insulation Resistance	≥ 1E12	≥ 1E12	[2] Estimated using rigid body dynamics calculations.
Physical			[3] Low frequency response and system noise dependent on choice of external signal conditioning electronics.
Stiffness	6 lb/μin	1.05 kN/μm	[4] Zero-based, least-squares, straight line method.
Size (Hex x Height x Sensing Surface)	0.625 in x 0.625 in x 0.500 in	15.88 mm x 15.88 mm x 12.7 mm	[5] See PCB Declaration of Conformance PS158 for details.
Weight	0.79 oz	22.4 gm	
Housing Material	Stainless Steel	Stainless Steel	SUPPLIED ACCESSORIES:
Sealing	Hermetic	Hermetic	Model 080A81 Thread Locker (1)
Electrical Connector	10-32 Coaxial Jack	10-32 Coaxial Jack	Model 081B05 Mounting Stud (10-32 to 10-32) (2)
Electrical Connection Position	Side	Side	Model 084A03 Impact Cap (1)
Mounting Thread	10-32 Female	10-32 Female	Model M081A62 Mounting stud, 10-32 to M6 x 1, BeCu with shoulder (2)
			
<p>Entered: LK Engineer: RPF Sales: RWM Approved: BAM Spec Number:</p> <p>Date: 9/24/2018 Date: 9/24/2018 Date: 9/24/2018 Date: 9/24/2018 9481</p>			
<p>All specifications are at room temperature unless otherwise specified. In the interest of constant product improvement, we reserve the right to change specifications without notice. ICP® is a registered trademark of PCB Group, Inc.</p>			<p> PCB PIEZOTRONICS™ 3425 Walden Avenue, Depew, NY 14043</p> <p>Phone: 716-684-0001 Fax: 716-684-0987 E-Mail: info@pcb.com</p>

Anexo 2: Protocolo de operación de la máquina HSDT

Protocolo de operación máquina HSDT La máquina de pruebas mecánicas HSDT consiste en pruebas de impacto sobre una probeta de HDPE previamente preparada. Para llevar a cabo una prueba adecuada, se deben seguir los siguientes pasos;

1. Encender las dos DAQ NI USB 6341. Conectarlas al ordenador.
2. Encender la fuente de alimentación a 9V.
3. Encender el amplificador de carga Kistler 5010. Ajustar los parámetros de los sensores de fuerza a 18.0 pC/MU y 500 MU/Volt y verificar que los LEDs ambar encendidos sean Operate, Short y Charge en ambos canales.
4. Ajustar todos los parámetros de configuración de entradas y salidas analógicas y digitales en el panel frontal de la instrumentación virtual. Ver la Figura 4.
5. Colocar el proyectil en la posición inicial asegurando que el O-Ring entre en el tanque adecuadamente,
6. Ajustar el interruptor de final de carrera. Es necesario verificar que dicho interruptor es presionado antes de que los pernos de sujeción liberen el proyectil.
7. Asegurar el proyectil con los pernos de sujeción.
8. Colocar la tapa del proyectil. Ajustar las tres tuercas de la tapa al llegue (no es necesario apretar)
9. Verificar que el FRENO del proyectil (neopreno) este colocado adecuadamente.
10. Sacar la probeta del congelador. Ser cuidadoso en no dañar los cables de la probeta. Se recomienda no tomar la probeta de los cables para evitar dañarlos.
11. Colocar la probeta sobre el porta-probetas de la máquina HSDT verificando que esta quede correctamente alineada.
12. Conectar ambas terminales DB-15 de la probeta a los conectores correspondientes de la DAQ NI USB 6341; negro con negro y gris con gris.

13. Abrir la llave de paso de aire comprimido para llenar el tanque. Verificar que no haya fugas de aire en la parte donde se colocó el proyectil. Si no hay fugas, cerrar la llave de paso de aire comprimido. En caso de fugas, liberar el aire del tanque desconectando la manguera de la unidad de mantenimiento. En tal caso, será necesario cambiar el O Ring del proyectil.

14. Alarmar y ejecutar la prueba mediante el mecanismo de liberación del proyectil.

NOTA: El uso de careta de protección y botas de seguridad es estrictamente obligatorio.

The image shows a software configuration interface with three main sections:

- VELOCIDAD DEL STRIKER:** Contains a 'line grouping' dropdown set to 'one channel for each line', a 'lines' dropdown set to 'Dev1/port0/line0:1, Dev1/port0/line3', and a 'timeout' input field set to '10,00'.
- SENSORES DE FUERZA:** Contains several input fields: 'rate' (22000,00), 'maximum value' (5,00), 'minimum value' (-5,00), 'physical channels' (Dev2/ai0:1), 'samples per channel' (110000), 'input terminal configuration' (Differential), 'sample mode' (Continuous Samples), and 'Filename' (C:\Users\A01747662\Desktop\test.lvm).
- VELOCIDAD DE PROPAGACIÓN DE GRIETA:** A grid of 16 channels. Each channel has 'maximum' and 'minimum' value inputs (all set to 0,100000), a 'counter' input (all set to 0,000001), a 'starting edge' dropdown (all set to 'Rising'), and a 'ctr' dropdown (all set to 'Dev1/ctr0' or 'Dev2/ctr0'). On the right, there is a section for 'Activación de Contadores' with a dropdown set to 'Dev1/port0/line2', 'line grouping 2', and 'one channel for each line'.

Figura 4: Parámetros de configuración panel frontal.

Anexo 3: Especificaciones de nanoarcilla I.31PS y HDPE H5618

SIGMA-ALDRICH®sigma-aldrich.com

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: www.sigmaaldrich.comEmail USA: techserv@sial.comOutside USA: eurtechserv@sial.com

Product Specification

Product Name:

Nanoclay, surface modified - contains 0.5-5 wt. % aminopropyltriethoxysilane, 15-35 wt. % octadecylamine

Product Number:

682632

TEST**Specification**

Appearance (Color)	White to Off-White
Appearance (Form)	Powder
Loss on Drying	≤ 3.0 %
Size	≤ 20 micron
Density (Bulk Density)	200 - 500 kg/m ³

Specification: PRD.0.ZQ5.10000023839

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at Sigma-Aldrich.com. For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

Alathon H5618

High Density Polyethylene

Alathon H5618 High Density Polyethylene

Injection Molding Grade

Melt Index 18 Density 0.956

Applications ALATHON H5618 provides easy processing characteristics and exhibits excellent toughness properties and color as well as low odor and good processing stability. Typical applications include housewares, containers, caps and closures.

Regulatory Status H5618 meets the requirements of the Food and Drug Administration regulation 21 CFR 177.1520. This regulation allows the use of this olefin polymer in "...articles or components of articles intended for use in contact with food." Specific limitations or conditions of use may apply. Contact your Equistar sales representative for more information.

Processing Techniques Specific recommendations for processing H5618 can only be made when the processing conditions, equipment and end use application are known. For further information please contact your Equistar Sales Representative or refer to the Start-up Conditions for HDPE on the Equistar web site. Additional Injection Molding Technical Topics can also be found on the Equistar web site.

Suggested

Start-up Conditions

Extruder Zone	Rear	Center	Front	Nozzle
Cylinder Temperature, °F (°C)	450 (232)	470 (243)	475 (246)	475 (246)

Physical Properties

		Nominal Values		
Resin Properties	English Units	SI Units	Test Method	
Melt Index, 190°C, 2.16 kg		18 g/10 min	ASTM D 1238	
Spiral Flow ¹	11.7 in	29.7 (cm)	Equistar	
Density		0.956 g/cc	ASTM D 1505	
Bulk Density	33-37 lb/ft ³	529-593 kg/m ³	ASTM D 1895	
Molded Properties				
Tensile Stress, Yield	4,230 psi	29.2 MPa	ASTM D 638*	ASTM D 4796
Elongation, Yield		8 %	ASTM D 638*	
Tensile Stress, Break	3,480 psi	24 MPa	ASTM D 638*	
Elongation, Break		62 %	ASTM D 638*	
Flexural Modulus, 1% Secant	203,800 psi	1,140 MPa	ASTM D 790**	
Izod Impact, 23 °C	0.58 ft-lbs/in	31 J/m	ASTM D 256	
Unnotched Impact, -18 °C	No Break	No Break	ASTM D 4812	
Vicat Softening Point	256 °F	124.6 °C	ASTM D 1525	
Hardness, Shore D		69	ASTM D 2240	
Heat Deflection Temperature, 66 psi ²	163 °F	73 °C	ASTM D 648	
Low Temperature Brittleness, F ₅₀ ²	<-105 °F	<-76 °C	ASTM D 746	
Other Properties				
Thermal Properties				
Melting Temperature	266.4 °F	130.2 °C	ASTM D 3418	
Melting Temperature	239.7 °F	115.4 °C	ASTM D 3418	

	English Units	SI Units	Test Method
Molded Properties			
Flexural Modulus, 2% Secant	170,900 psi	1,180 MPa	ASTM D 4976
Flexural Young's Modulus	216,700 psi	1,490 MPa	ASTM D 790**
Tensile Modulus, 1% Secant	122,600 psi	845 MPa	ASTM D 638***
Tensile Young's Modulus	152,600 psi	1,050 MPa	ASTM D 638***

1 Measures the number of inches of flow produced when molten resin is injected into a long, spiral channel (0.0625" insert), at a constant injection pressure of 1000 psi with a melt temperature of 440°F.

2 Data are for control and development work and not intended for use in design or predicting performance at elevated or sub-ambient temperatures.

* Conditions: 50 mm/min, Type IV

** Conditions: 12.5 mm/min