

“PREDICCIÓN A LARGO PLAZO  
DE PROPIEDADES MECÁNICAS  
EN POLIETILENO DE ALTA DENSIDAD”

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE

MAESTRO EN CIENCIA  
E INGENIERÍA DE MATERIALES

P R E S E N T A

ING. FELIPE LUGO RAMÍREZ

TUTOR: DR. GUILLERMO PULOS CÁRDENAS



# AGRADECIMIENTOS

Agradezco profundamente por abrirme sus puertas, por depositarme su confianza y por el apoyo recibido,

A la Universidad Nacional Autónoma de México,

al personal Académico, Administrativo y Técnico del Instituto de Investigaciones en Materiales y a su Director

Dr. Luis Enrique Sansores Cuevas,

al Comité Académico y Personal Administrativo del Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales, así como a

su Coordinador el Dr. Ricardo Vera Graziano,

a los miembros de mi comité tutor, Dr. Roberto Zenit Camacho y Dr. Armando Ortiz Prado,

en especial a mi tutor el Dr. Guillermo Pulos Cárdenas...

...sin su labor no hubiera conseguido tan anhelada meta.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología y a la Dirección General de Estudios de Posgrado de la UNAM por otorgarme el apoyo económico, ya que este trabajo y mis estudios no se hubieran podido realizar sin tales beneficios.

A los integrantes del jurado por el tiempo que se tomaron en el proceso de revisión de la tesis.

A mi Maestra la Ing. María Asunción Carranza Olvera por haber hecho posible que se unieran las costas en el mar de la ignorancia; ya que con sus cátedras y su ejemplo, tuve las herramientas para hacerle frente a ésta empresa.

A mis padres Sofía y Claudio que incondicionalmente me han dado su apoyo, confianza y cariño durante el transcurso de todos mis estudios, sin ellos nada de esto hubiera sido posible. Gracias.

A Jessy, ya que a su lado obtuve la inspiración para iniciar y concluir este proyecto. Tu presencia en mi vida le da sentido a la mía, siendo muy afortunado de contar con tu amor y paciencia. Mil gracias.

A todas las personas que se cruzaron en mi camino y tendieron su mano durante mi estancia en el Instituto y fuera de el, sin duda han dejado una enorme huella en mi vida. Con orgullo y reserva me atrevo a nombrarlas, colocando sus nombres en el orden en el que las conocí –y con temor de olvidar a alguien–, pero tú sabes que si no estás en éstas líneas lo estás en mi pensamiento:

Eréndira	Francisco	Cristina	Lupita
Néstor y familia	J. Manuel	Katya	Carla
Juan Hernández	Omar	Doña Tere	Jonatan
Ángel	Carlos	Betty	Vladimir
Doris	Miguel Ángel	Sarita	René
Citlalli	Alfredo	Ceci	Federico
Javier	León	Carmen	Marco Antonio
Marel	Gabriel	Griselda	Hugo
Abdellah	Gilberto	Lily	Silvia
Edgar	Sandra	Jesús Camacho	Aida
Violeta	Mirna Estrada	Bernardo	Josué
Montserrat	Gerardo	Enrique	Pascual

... ustedes me orientaron en mi trabajo y estudios,  
en la parte administrativa, en la construcción del conocimiento,  
por los momentos realmente emocionantes sujetando un MA5B,  
M90,S2 AM o al ser abatido por un M19 SSM,  
pero sobre todo por su compañía, amistad y cariño,  
Gracias Totales.

Al Ing. Rafael López Mejía por haberme ofrecido la mejor oportunidad de mi vida profesional. Al Ing. Roberto Cornejo Treviño y directivos de ADS Mexicana, quienes amablemente donaron el material objeto de ésta investigación.

A ti por leer este trabajo y no dejar que se empolve en un librero o estante.

Y por supuesto a Dios.

# DEDICATORIAS

Con todo mi afecto para:

Sofía, Claudio, Jessy,  
José Luis, Selva, Maya, Greta,  
mi abuelita María, tíos, primos, sobrinos,  
y a mis amigos, presentes o ausentes...

...que aún en la distancia los llevo conmigo.

# RESUMEN

El desempeño satisfactorio de un plástico como material estructural depende de que al someterlo a fuerzas externas conserve su integridad durante largos períodos de tiempo. Para conocer sus propiedades mecánicas deben desarrollarse experimentos a largo plazo donde las probetas estarán sujetas a las condiciones que experimenta el material en el tiempo real de uso. El inconveniente es la acumulación de los datos que los vuelven costosos e imprácticos. Las propiedades viscoelásticas de los termoplásticos muestran una equivalencia entre el tiempo y la temperatura. Esta equivalencia en su forma más simple implica que el comportamiento a una temperatura puede relacionarse con otra únicamente por un cambio de escala. Mediante éste principio es posible realizar los ensayos a corto plazo, extrapolar los datos obtenidos con respecto a las temperaturas en una sola curva maestra y pronosticar a muchas décadas en el tiempo.

El objetivo del presente trabajo es proponer un método de predicción a largo plazo de la rigidez, la resistencia mecánica y la ductilidad del Polietileno de Alta Densidad, con experimentos de corto plazo, extendiendo el principio de superposición tiempo-temperatura.

Se utilizó un tubo liso de Polietileno para agua potable, para conocer sus propiedades a largo plazo. Las probetas del tubo se ensayaron en tracción uniaxial, dentro de un horno con temperatura controlada. Basándonos en éste principio, se tomaron los datos de las curvas esfuerzo vs. deformación a diferentes velocidades de deformación y temperatura. Se extrapolaron los datos y se construyeron curvas maestras que muestran la posibilidad para predecir el esfuerzo a la cedencia, los módulos secante y tangente, la deformación a la cedencia y el esfuerzo en la propagación del cuello en el material, para un lapso de 8 décadas en el tiempo. Se observaron diferencias de las propiedades del material entre las probetas cortadas en sentido longitudinal y transversal con respecto al sentido de la extrusión del material.

# ÍNDICE GENERAL

<b>ÍNDICE GENERAL</b> .....	i
<b>ÍNDICE DE FIGURAS</b> .....	iv
<b>ÍNDICE DE TABLAS</b> .....	viii
<b>PRÓLOGO</b> .....	1
<b>OBJETIVO</b> .....	3
<b>HIPÓTESIS</b> .....	3
<b>CAPÍTULO 1 GENERALIDADES</b> .....	4
1.1 Transiciones poliméricas .....	4
1.1.1 Temperatura de transición vítrea.....	4
1.1.2 Cristalinidad polimérica.....	5
1.2 Objeto de la Investigación .....	11
1.3 Material de estudio .....	12
1.4 Referencias .....	13
<b>CAPÍTULO 2 PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS POLÍMEROS</b> .....	15
2.1 Conceptos básicos .....	15
2.1.1 Sólidos elásticos y fluidos viscosos.....	15
2.2 Respuesta de un polímero a una fuerza aplicada.....	18
2.2.1 Modelo de Maxwell .....	20
2.2.2 Modelo de Voigt.....	25
2.2.3 Otros modelos .....	28
2.3 Principio de Superposición Tiempo-Temperatura.....	29
2.4 Ensayo de tracción uniaxial en los polímeros .....	31

---

2.4.1	Factores que influyen en los ensayos de tracción de los plásticos .....	31
2.4.2	Equipo empleado en el ensayo de tracción .....	32
2.4.3	Las probetas del ensayo de tracción .....	32
2.4.4	Descripción de la curva esfuerzo vs. deformación .....	33
2.4.5	Efecto de la velocidad de deformación y la temperatura en los ensayos de tracción .....	35
<b>2.5</b>	<b>Ensayo de resistencia a la fatiga .....</b>	<b>37</b>
<b>2.6</b>	<b>Ensayo de relajación de esfuerzos.....</b>	<b>39</b>
<b>2.7</b>	<b>Proceso de conformado en los termoplásticos .....</b>	<b>40</b>
2.7.1	Relación entre orientación y propiedades mecánicas .....	41
<b>2.8</b>	<b>Referencias .....</b>	<b>42</b>
<b>CAPÍTULO 3</b>	<b>DESARROLLO EXPERIMENTAL.....</b>	<b>44</b>
<b>3.1</b>	<b>Material.....</b>	<b>44</b>
<b>3.2</b>	<b>Preparación de las probetas .....</b>	<b>45</b>
<b>3.3</b>	<b>Preparación del marco de carga.....</b>	<b>46</b>
<b>3.4</b>	<b>Adquisición de datos.....</b>	<b>50</b>
<b>3.5</b>	<b>Trabajo experimental.....</b>	<b>54</b>
<b>3.6</b>	<b>Referencias .....</b>	<b>57</b>
<b>CAPÍTULO 4</b>	<b>PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....</b>	<b>58</b>
<b>4.1</b>	<b>Presentación de los resultados y discusión .....</b>	<b>58</b>
<b>4.2</b>	<b>Caracterización de los experimentos de tracción uniaxial.....</b>	<b>65</b>
<b>4.3</b>	<b>Extensión del PSTT en la predicción de las propiedades mecánicas .....</b>	<b>76</b>
4.3.1	Predicción a largo plazo del esfuerzo a la cedencia.....	76
4.3.2	Predicción a largo plazo de la deformación al ocurrir el esfuerzo de cedencia.....	80

---

4.3.3	Predicción a largo plazo del módulo tangente inicial .....	82
4.3.4	Predicción a largo plazo del esfuerzo en la propagación del cuello .....	84
4.4	Caracterización de los experimentos de relajación de esfuerzos .....	87
4.5	Caracterización de los experimentos de resistencia a la fatiga .....	88
4.6	Referencias .....	96
<b>CAPÍTULO 5</b>	<b>CONCLUSIONES .....</b>	<b>97</b>
	<b>BIBLIOGRAFÍA .....</b>	<b>100</b>
	<b>APÉNDICES .....</b>	<b>105</b>

# ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1. Estructura del polietileno en los tipos de: alta densidad, baja densidad y lineal de baja densidad .....	7
Figura 1.2. Comportamiento en esfuerzo vs deformación a la tracción para tres tipos de polietileno. ....	7
Figura 2.1. Respuesta en deformación de un sólido de Hooke a un esfuerzo aplicado.....	16
Figura 2.2. Analogía mecánica del sólido de Hooke con un resorte. La constante del resorte es el módulo de Young, $E$ . ....	16
Figura 2.3. Respuesta de un fluido viscoso a un esfuerzo y su analogía mecánica, $\eta_e$ es la viscosidad elongacional. ....	18
Figura 2.4. Respuesta típica de un polímero a la tracción uniaxial rampa y regiones características en la curva. ....	19
Figura 2.5. Esquema del modelo de Maxwell.....	21
Figura 2.6. Comportamiento ante la deformación ejercida para un material elástico y un material viscoelástico. ....	22
Figura 2.7. Caída del esfuerzo y la constante de relajación.....	24
Figura 2.8. Respuesta de un elemento de Maxwell a una velocidad de deformación constante.....	25
Figura 2.9. Esquema del Modelo de Voigt. ....	26
Figura 2.10. Curvas de un experimento de fluencia para materiales elásticos y viscoelásticos.....	27
Figura 2.11. Procedimiento para deslizar curvas mediante el principio de superposición tiempo-temperatura. ....	30
Figura 2.12. Probeta para ensayo de tracción uniaxial con geometría rectangular.....	32
Figura 2.13. Curva típica de un ensayo de tracción de un termoplástico. ....	34
Figura 2.14. Influencia de la temperatura en las propiedades mecánicas de los polímeros. ....	36
Figura 2.15. Respuesta a la fatiga típica de un polímero.....	37
Figura 2.16. Relación esfuerzo-deformación para un material elástico (a) y un material viscoelástico (b).....	39
Figura 3.1. Dimensiones de la probeta Tipo V de la norma ASTM D638. Cotas en mm, sin escala. ....	45
Figura 3.2. Material empleado y probetas cortadas del tubo. ....	46

---

Figura 3.3. Montaje de horno, mordazas y celda de carga en el marco de carga MTS.....	47
Figura 3.4. Detalle de las mordazas y el travesaño interno con el montaje de una probeta de polietileno. ....	49
Figura 3.5. Gráfica de la función ajustada a los datos y los residuales de los datos respecto al ajuste. ....	49
Figura 3.6. Datos obtenidos del controlador 407. Se observa que los datos son discretos tanto en el canal de desplazamiento como en el canal de fuerza. ....	50
Figura 3.7. Vista del panel de control del Instrumento virtual para adquisición de datos. ....	52
Figura 3.8. Diagrama del programa de adquisición de datos en lenguaje gráfico de LabView.....	53
Figura 4.1. Gráfica de los datos desplazamiento del LVDT vs tiempo de un ensayo de tracción uniaxial. ....	59
Figura 4.2. Gráfica con los datos fuerza vs. tiempo de un ensayo de tracción uniaxial. ....	60
Figura 4.3. Gráfica de los datos de fuerza vs. desplazamiento. ....	60
Figura 4.4. Malla con elementos finitos para analizar la geometría de la probeta. ....	62
Figura 4.5. Resultados del desplazamiento total de la probeta. ....	63
Figura 4.6. Resultados de los esfuerzos por la teoría de von Mises. ....	64
Figura 4.7. Gráfica con los datos de esfuerzo vs. deformación.....	64
Figura 4.8. Ajuste de los datos con una función parabólica y deslizamiento de los mismos para cruzar por el origen. ....	65
Figura 4.9. Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación longitudinal a T 25°C ( <i>izq. desarrollo completo, der. extracto de la curva original</i> ). ....	66
Figura 4.10 . Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación transversal a T 25°C ( <i>izq. desarrollo completo, der. extracto de la curva original</i> ). ....	66
Figura 4.11 Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación longitudinal a T 50°C ( <i>izq. desarrollo completo, der. extracto de la curva original</i> ). ....	67
Figura 4.12. Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación transversal a T 50°C ( <i>izq. desarrollo completo, der. extracto de la curva original</i> ). ....	67
Figura 4.13 Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación longitudinal a T 70°C ( <i>izq. desarrollo completo, der. extracto de la curva original</i> ) .....	68
Figura 4.14. Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación transversal a T 70°C ( <i>izq. desarrollo completo, der. extracto de la curva original</i> ) .....	68

---

Figura 4.15. Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación transversal a la velocidad de deformación de 500 mm/min .....	69
Figura 4.16. Ajuste del Esfuerzo de cedencia en experimentos de tracción uniaxial. ....	71
Figura 4.17. Predicción del nivel de esfuerzo en la propagación del cuello.....	72
Figura 4.18. Curvas del esfuerzo de cedencia vs. temperatura a diferentes velocidades de deformación. ....	76
Figura 4.19. Curvas del esfuerzo de cedencia vs. velocidad de deformación a diferentes temperaturas. ....	77
Figura 4.20. Gráfica semilogarítmica de las curvas del esfuerzo de cedencia vs. velocidad de deformación a diferentes temperaturas.....	77
Figura 4.21. Preparación de los datos para deslizarse en el tiempo.....	78
Figura 4.22. Curva maestra para la predicción del esfuerzo de cedencia del material con orientación transversal al sentido de la extrusión. Se reporta la incertidumbre del ajuste de los datos. ....	79
Figura 4.23. Curva maestra para la predicción del esfuerzo a la cedencia del material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión. ....	79
Figura 4.24. Curva maestra para la predicción de la deformación del esfuerzo a la cedencia del material con orientación transversal al sentido de la extrusión. ....	81
Figura 4.25. Curva maestra para la predicción del módulo tangente inicial del material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión. ....	81
Figura 4.26. Curva maestra para la predicción del módulo tangente inicial del material con orientación transversal al sentido de la extrusión.....	83
Figura 4.27. Curva maestra para la predicción del módulo tangente inicial del material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión. ....	83
Figura 4.28. Curva maestra del esfuerzo en la propagación del cuello del material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión.....	85
Figura 4.29. Curva maestra del esfuerzo en la propagación del cuello del material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión. Para el ajuste de esta curva se empleó una función de orden 2.....	85
Figura 4.30. Curva maestra del esfuerzo en la propagación del cuello del material con orientación transversal al sentido de la extrusión. ....	86

---

Figura 4.31. Curva maestra del esfuerzo en la propagación del cuello del material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión. Para el ajuste de esta curva se empleó una función de orden 2.....	87
Figura 4.32. Ciclos de fuerza vs. tiempo de un ensayo de fatiga entre 0 y 290 N. ....	89
Figura 4.33. Detalle de la Figura 4.32, donde se muestran los ciclos iniciales en la fatiga. ....	90
Figura 4.34. Detalle de la Figura 4.32, donde se muestran los ciclos finales en la fatiga. ....	91
Figura 4.35. Ciclos de desplazamiento vs. tiempo para el ensayo de fatiga. ....	92
Figura 4.36. Detalle de la Figura 4.35, donde se muestran los ciclos iniciales en la fatiga. ....	92
Figura 4.37. Detalle de la Figura 4.35, donde se muestran los ciclos finales en la fatiga. ....	93
Figura 4.38. Ciclos de desplazamiento vs. Fuerza.....	94
Figura 4.39. Ciclos seleccionados en el experimento para comparar la histéresis del material y la caída del módulo elástico. ....	95
Figura 4.40. Curva S-N para las probetas de PEAD con orientación transversal. ....	96
Figura A 1. Termogravimetría de una muestra del tubo de PEAD. ....	109
Figura A 2. Gráfica del Análisis Termomecánico del tubo de PEAD. ....	110
Figura A 3. Curva obtenida de la calorimetría diferencial por barrido. ....	111
Figura A 4. Gráfica obtenida por calorimetría diferencial de barrido en el recalentamiento. ....	112

---

# ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1. Propiedades del polietileno en función de su peso molecular .....	8
Tabla 1.2. Valor de la densidad para los diferentes tipos de polietileno .....	12
Tabla 3.1. Ensayos de tracción uniaxial. ....	55
Tabla 3.2. Temperatura de los ensayos de tracción uniaxial con velocidad de deformación de 500 mm/min. ....	55
Tabla 3.3. Ensayos de relajación de esfuerzos. ....	56
Tabla 3.4. Ensayos de resistencia a la fatiga. ....	57
Tabla 4.3. Constante de relajación calculada para los ensayos de relajación de esfuerzos. ....	88
Tabla 4.4. Resultados del análisis para ciertos ciclos de la probeta sometida a fatiga con fuerza constante de 290 N. ....	95
Tabla 5.1. Dimensiones de las probetas longitudinales .....	105
Tabla 5.2. Dimensiones de las probetas transversales .....	106
Tabla 5.3. Parámetros experimentales de las probetas longitudinales .....	107
Tabla 5.4. Parámetros experimentales de las probetas transversales. ....	108

# PRÓLOGO

Ningún otro material juega un rol tan importante en nuestros días como los plásticos. El auge de estos materiales ha hecho posible el desarrollo de aplicaciones en las que se combina una resistencia semejante a la del acero, métodos de producción sencillos y un artículo de peso ligero.

Otra ventaja que estimula el uso de estos materiales es el factor económico. La fabricación tiende cada vez más a la automatización para elevar la producción y reducir costos. Por más que se busquen las condiciones óptimas en la manufactura, nada garantiza que los plásticos no fallarán en servicio. El desempeño satisfactorio de un plástico como material estructural depende de su comportamiento cuando se somete a fuerzas externas. Existen aplicaciones en las cuales se requiere que los plásticos sometidos a una carga, conserven su integridad para largos períodos de tiempo.

Los criterios que se han desarrollado para proyectar a los polímeros como candidatos para aplicaciones de corto y largo plazo, se han derivado de la metodología empleada para los metales. Actualmente, es escasa la información que se tiene de la relación existente entre el esfuerzo y el tiempo con respecto a la cedencia de un plástico. Tampoco existe información abundante sobre las condiciones de evaluación de la deformación de un plástico en cuanto a un esfuerzo constante aplicado. Tal ausencia de referencias sobre las condiciones de cedencia de los plásticos impide, por ejemplo, emplear el esfuerzo a la cedencia como un parámetro de diseño.

Para conocer las propiedades mecánicas de un material polimérico deben desarrollarse experimentos sobre un largo período de tiempo. En estas pruebas las probetas del material están sujetas a las condiciones que experimenta el material en el tiempo real de uso. El inconveniente de esta actividad es la acumulación de los datos experimentales a largo plazo que los vuelven costosos e imprácticos.

Los diseñadores, fabricantes y proveedores de plásticos necesitan cumplir una variedad de normas y especificaciones para probar diseños conceptuales, seguridad, control de calidad,

---

procesos de manufactura, entre otros. En la necesidad de responder a estos requisitos, se plantea el uso de experimentos de tracción uniaxial como un ensayo de tiempo corto para la predicción de las propiedades de un termoplástico a largo plazo. Para acercarse al caso práctico, se cortaron las probetas de un tubo de pared gruesa fabricado por el proceso de extrusión y elaborado con Polietileno de Alta Densidad.

Las propiedades viscoelásticas de los termoplásticos muestran una equivalencia entre el tiempo y la temperatura. Esta equivalencia en su forma más simple implica que el comportamiento viscoelástico a una temperatura puede relacionarse con otra únicamente por un cambio de escala. Esto constituye la base para el principio de superposición tiempo-temperatura. Mediante este principio es posible extrapolar los datos de las temperaturas obtenidas en una sola curva maestra, realizando ensayos a corto plazo y pronosticando a muchas décadas en el tiempo. Entonces, es razonable asumir que tal similitud en el comportamiento del tiempo y la temperatura tienen un efecto equivalente en la rigidez, la resistencia y la ductilidad.

En este trabajo se propone una metodología para predecir la rigidez, la resistencia mecánica y la ductilidad a largo plazo del Polietileno de Alta Densidad, mediante experimentos de corto plazo. Se combinará el efecto de la temperatura y en la influencia de la velocidad de deformación de los ensayos de tracción. Con los experimentos realizados y extendiendo el principio de superposición tiempo-temperatura, se determina para un lapso de 30 años la caída de sus propiedades a la tracción uniaxial de dicho material.

En el capítulo uno se presentan las generalidades de los plásticos junto con una exposición breve del planteamiento del problema. En el capítulo dos se muestra un resumen de la teoría empleada para la elaboración de este trabajo. En el capítulo tres se explican los detalles experimentales y en el capítulo cuatro el tratamiento de los datos y la discusión de los resultados.

# OBJETIVO

El objetivo del presente trabajo es proponer una metodología de predicción a largo plazo de la rigidez, la resistencia mecánica y la ductilidad de un tubo liso de Polietileno de Alta Densidad.

A partir del objetivo principal se desprendieron los siguientes objetivos particulares:

- Confirmar si existen diferencias entre las propiedades mecánicas de los tubos fabricados mediante el proceso de extrusión según la orientación preferencial de las cadenas poliméricas para conocer la fragilidad del material
- Comprobar la influencia de la velocidad de deformación y la temperatura en un ensayo de tracción uniaxial en los termoplásticos
- Predecir la constante de relajación de esfuerzos
- Comparar los resultados de los ensayos de resistencia a la fatiga del material con la predicción a largo plazo

# HIPÓTESIS

La rigidez, la resistencia mecánica y la ductilidad de un tubo liso de Polietileno de Alta Densidad se pueden predecir empleando el principio de superposición tiempo-temperatura en experimentos de corto plazo.

# CAPÍTULO 1

## Generalidades

### **1.1 Transiciones poliméricas**

Las transiciones poliméricas representan un cambio en las características físicas de los polímeros. Estos cambios son muy importantes cuando se considera a un polímero para un producto o una aplicación específica, ya que el desempeño satisfactorio está en función de su comportamiento al estar sometido a fuerzas externas. El diseñador debe considerar la naturaleza de los factores que afectan a la estructura del polímero en estado sólido, ya que se requiere que las partes fabricadas con polímeros mantengan su integridad para largos períodos de tiempo. Desde el punto de vista del diseño, las transiciones más significativas son: la temperatura de transición vítrea, la temperatura de fusión,  $T_F$ , y la posible tendencia a cristalizar de ciertos polímeros amorfos durante la vida útil del producto.

#### **1.1.1 Temperatura de transición vítrea**

Dependiendo de la temperatura y la estructura, los polímeros muestran un amplio patrón de comportamiento físico y mecánico. A temperaturas muy bajas, los polímeros amorfos son vítreos, duros y frágiles. Mientras la temperatura de éstos polímeros se eleva, pasan por una transición de un estado vítreo a un estado parecido al cuero. A ésta temperatura se le conoce como la temperatura de transición vítrea,  $T_v$ . Típicamente, la rigidez del polímero en ésta temperatura cae en un factor de 1000 en un intervalo entre 20° y 30°C [1]. El comportamiento de los polímeros a ésta temperatura se explica por el inicio de los movimientos moleculares coordinados en las cadenas poliméricas, que se manifiesta en un reblandecimiento del material. La transición vítrea y otras transiciones en los polímeros se pueden observar experimentalmente midiendo alguna de las propiedades termodinámicas, físicas, mecánicas o eléctricas básicas en función de la temperatura.

Se han desarrollado algunas teorías para explicar esta transición a nivel molecular: la teoría del volumen libre, la teoría cinética y la teoría termodinámica. En la primer teoría se utiliza el término “volumen libre” para describir el volumen total ocupado por los agujeros o el volumen vacante. En ésta se plantea que el volumen libre se incrementa repentinamente a un punto en el cual se hacen posibles los movimientos de los segmentos moleculares a gran escala [2].

Inmediatamente por encima de la temperatura de transición vítrea, las propiedades físicas son de tipo viscoelástico en donde ocurren deformaciones que pueden ordenarse en sistemas lineales o ligeramente entrecruzados. Este comportamiento remarcado únicamente puede observarse en los altos polímeros. Mientras la temperatura se incrementa más allá de la transición vítrea, son posibles todos los movimientos de las cadenas a nivel molecular. Entonces se asume que las moléculas están en un estado continuo, con movimientos aleatorios, el cual se define como el estado fundido de los polímeros vítreos. Por consiguiente a la temperatura de transición vítrea, los polímeros amorfos sólidos cambian a un estado gomoso y con un aumento considerable de la temperatura a un líquido viscoso.

### **1.1.2 Cristalinidad polimérica**

En los sólidos cristalinos, las moléculas se encuentran ordenadas en las tres dimensiones. Esto es lo que se llama ordenamiento periódico y lo pueden tener los sólidos cristalinos constituidos por moléculas pequeñas.

En el caso de los polímeros, las cadenas son muy largas y fácilmente se enmarañan. En el estado fundido, las moléculas poliméricas se mueven en un medio muy viscoso y no se espera un orden, aunque en algunos polímeros que poseen la suficiente regularidad química y geométrica se muestra un ordenamiento parcial localizado en regiones llamadas cristales. Una sola macromolécula no cabe en uno de esos cristalitos, por lo cual se doblará sobre si misma pudiendo extenderse a lo largo de varios cristalitos. En las regiones cristalinas se encontrarán las cadenas alineadas y dobladas varias veces en zigzag –formando los cristales– y otras regiones amorfas, en las cuales las cadenas se enmarañan en un completo desorden.

En los termoplásticos en estado sólido se distinguen dos clases de estructuras moleculares, los termoplásticos cristalinos y los amorfos. La cristalización en los polímeros se ha demostrado por difracción de rayos X [3]. A diferencia de los materiales de bajo peso molecular, el proceso de cristalización nunca alcanza a completarse. Tanto la rapidez de nucleación como la velocidad de crecimiento de los cristales están en función de la temperatura. Esto tiene una consecuencia importante debido a que las propiedades difieren entre los estados cristalinos y los no cristalinos, y los polímeros lineales se someten necesariamente a un tratamiento térmico durante su procesamiento. Por definición los cristales son anisotrópicos, a pesar de que esto tiene mayor significado si el sistema está orientado.

Las propiedades que se ven afectadas por el incremento en la cristalinidad de un polímero son las siguientes:

- Incremento en la resistencia mecánica y en la rigidez
- baja solubilidad y baja permeabilidad
- incremento en la densidad
- la transparencia se puede ver afectada

En su caso, la cristalinidad se afecta por:

- la temperatura de fundición, cuando se alcanza durante el procesamiento
- la temperatura del molde y la velocidad de enfriamiento
- la alineación molecular inducida durante el procesamiento
- la presencia de un aditivo en la nucleación de cristales
- la longitud de las cadenas, como en el caso de los polímeros de alto peso molecular que son más reuentes a cristalizar que aquellos de bajo peso molecular.

Los polímeros y copolímeros del etileno sirven de referencia para observar el efecto de las ramificaciones de las cadenas poliméricas sobre la cristalinidad y la morfología, como se muestra en la Figura 1.1. El Polietileno de Alta Densidad (PEAD) es un polímero lineal casi perfecto y puede desarrollar un estado altamente cristalino, entre el 80% y 85%. El Polietileno de Baja Densidad (PEBD) tiene un número sustancial de ramificaciones etilo y butilo y cadenas largas subdivididas; su nivel de cristalinidad es de 55% al 70%. El Polietileno Lineal de Baja Densidad (PELBD) tiene una

densidad similar al de baja densidad y su nivel de cristalinidad es del 70% al 90%. En la Tabla 1.1 se resumen algunas propiedades relevantes de los polietilenos descritos anteriormente.

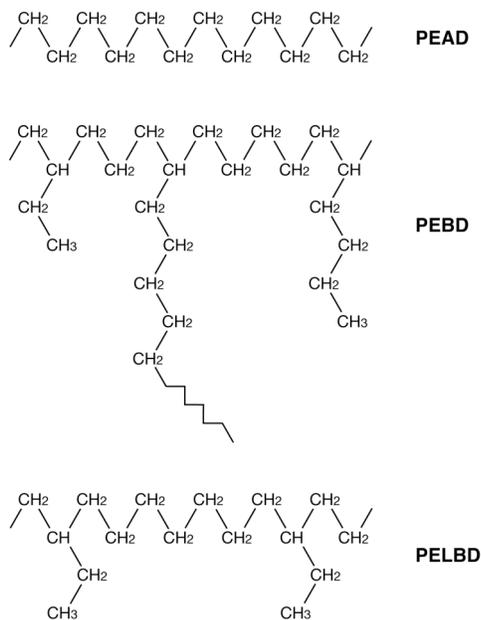


Figura 1.1. Estructura del polietileno en los tipos de: alta densidad, baja densidad y lineal de baja densidad

La influencia de la estructura molecular y la cristalinidad en las propiedades mecánicas se ilustra en la Figura 1.2 mediante un ensayo a la tracción para los tres tipos de polietileno mencionados anteriormente [4]:

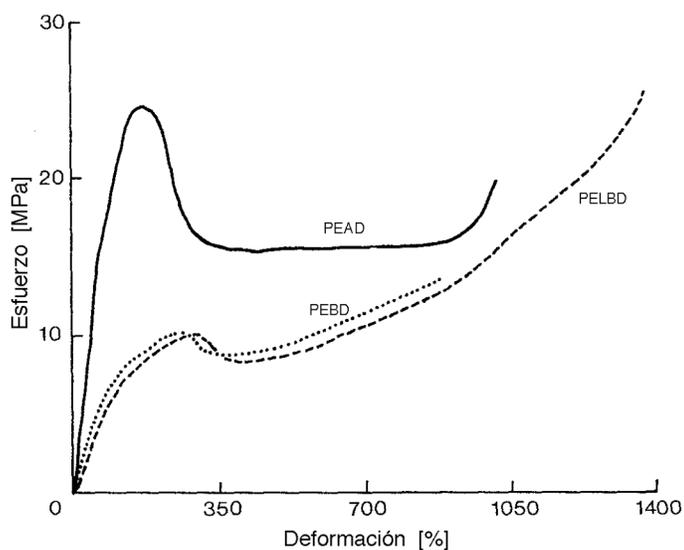


Figura 1.2. Comportamiento en esfuerzo vs deformación a la tracción para tres tipos de polietileno.

Tabla 1.1. Propiedades del polietileno en función de su peso molecular

Propiedad	PEAD	PEBD	PELBD relativo al PEAD
Resistencia a la tensión [MN/m <sup>2</sup> ]	21.4 – 38	6.9 – 15.9	Bajo
Elongación [%]	50 – 800	90 – 650	Alta
Resistencia al impacto [J/12.7 mm]	1.02 – 8.15	No rompe	Similar
Temperatura de distorsión al calor [°C]	60 – 82	40 – 50	Baja
Rigidez [4.5 MN/m <sup>2</sup> ]	5.53 – 10.4	1.18 – 2.42	Baja
$T_V$ [°C]	-30	-125	Menor
$T_F$ [°C]	135	105 – 110	110 – 125

## 1.2 Contexto industrial

El énfasis en la fabricación de los materiales tiende cada vez más a la automatización, para elevar la producción y reducir los costos. Hay una creciente demanda por las formas intrincadas y las partes con bajas tolerancias dimensionales. No hace mucho tiempo, el concepto de experimentar se concebía como un paso más en el proceso de obtener algo específico; pero el conocimiento de los consumidores es ahora una de las áreas más relevantes en la elaboración de un producto. En estos días se necesita evaluar el desempeño de los plásticos para:

- Control de calidad
- Propósitos de investigación
- Obtener datos para el diseño ingenieril
- Predicción de propiedades a largo plazo

El hecho de que un plástico se haya manufacturado aparentemente bajo las óptimas condiciones, no garantiza que nunca fallará en servicio. Las fallas de un material polimérico pueden ocurrir por diferentes medios, ya sean mecánicos, térmicos, diferentes tipos de radiación o por efectos producidos por el ambiente. Estos medios afectan de diferente forma a los diversos tipos de polímeros.

El desempeño satisfactorio de un plástico como material estructural depende de su comportamiento cuando se somete a fuerzas externas. Usualmente se requiere que las partes estructurales fabricadas con polímeros mantengan su integridad para largos períodos de tiempo. En este caso, la rigidez, la resistencia y la ductilidad de un polímero se convierten en parámetros importantes en el diseño de piezas, ya que éstas propiedades mecánicas están relacionadas con la geometría y las dimensiones del producto final.

### **1.3 Justificación teórica**

Como se explicará más adelante, la respuesta de los termoplásticos a una fuerza aplicada se rige por la teoría de la viscoelasticidad. Ésta es la principal característica que contrasta el comportamiento de los esfuerzos y las deformaciones entre los metales y los plásticos. No hay un criterio de falla simple en el contexto del comportamiento viscoelástico. Si se considera el nivel del esfuerzo aplicado, el tiempo transcurrido y el tipo de plástico, el material puede fallar debido al agrietamiento (craze), ruptura por fluencia dúctil o fluencia frágil. Los diferentes modos de falla corresponden a mecanismos diferentes e independientes. A grandes rasgos, la viscoelasticidad quiere decir que los fenómenos están en función del tiempo. En la descripción de los fenómenos de la viscoelasticidad se deben considerar como variables independientes el esfuerzo aplicado, el tipo de carga, la velocidad de carga, el tiempo transcurrido y la temperatura.

Las propiedades viscoelásticas de los polímeros semicristalinos y de los amorfos lineales muestran una equivalencia entre tiempo-temperatura, ya que los polímeros se reblandecen y fluyen en temperaturas cercanas y por encima de la temperatura de transición vítrea. Para que el flujo ocurra se requieren una serie de movimientos moleculares que necesitan una porción crítica de volumen libre para que ciertos segmentos de las cadenas moleculares giren o roten y de los obstáculos que

tales giros ocasionan en las moléculas vecinas. Esto constituye las bases para el Principio de Superposición Tiempo—Temperatura. Mediante este principio es posible extrapolar los datos de relajación de esfuerzos de las temperaturas obtenidas en una sola curva maestra, ya que ocurren más rápido los movimientos de difusión molecular mientras se incrementa más la temperatura. Al realizar ensayos a corto plazo, se trazan curvas maestras expresadas en espacios logarítmicos y se consigue pronosticar a muchas décadas el tiempo de la relajación de esfuerzos en el material. Entonces, es razonable asumir que tal similitud en el comportamiento del tiempo y la temperatura tienen un efecto equivalente en la rigidez, la resistencia y la ductilidad de un termoplástico.

El Principio de Superposición Tiempo—Temperatura (PSTT) como método fue sugerido primeramente por Leaderman [5, 6]. Observó que los datos de recuperación a la fluencia obtenidos a diferentes temperaturas, podían sobreponerse mediante una traslación horizontal a lo largo del eje logarítmico del tiempo. Esto sería equivalente a afirmar que el efecto de la temperatura sobre las propiedades viscoelásticas se multiplican en la escala del tiempo por un factor constante a cada temperatura. Este principio de superposición aplicado de una manera más explícita a datos experimentales lo realizaron Tobolsky y sus colaboradores [7, 8, 9], ya que superpusieron curvas individuales de experimentos de fluencia en una sola curva de referencia o curva maestra. Ferry [10] y Mercier [11] calcularon tal sugerencia y demostraron la validez del principio.

Posteriormente, este principio se utilizó ampliamente para caracterizar las propiedades viscoelásticas de diversos polímeros a largo plazo [12, 13, 14, 15]. Otros investigadores extendieron el uso del principio para polímeros termofijos [16] y para materiales compuestos [17], ya sea con experimentos de flexión en tres o en cuatro puntos.

Los trabajos más relevantes que están relacionados con el presente estudio son los desarrollados por Massa et al. [18], Lu et al. [19], Nitta e Ishiburo [20] y por Mano y Viana [21, 22]. En estos trabajos se realizan ensayos de tracción uniaxial y se reportan curvas maestras para predecir en el tiempo: el esfuerzo de cedencia (Massa), la relación de Poisson (Lu), el módulo secante y tangente.

#### **1.4 Objeto de la Investigación**

En este trabajo se propone predecir la rigidez, la resistencia mecánica y la ductilidad de un termoplástico en el tiempo, mediante experimentos de tracción uniaxial extendiendo el principio de superposición tiempo-temperatura.

Idealmente, los experimentos empleados para conocer las propiedades mecánicas de un material polimérico deben desarrollarse sobre un largo período de tiempo. En este período, las probetas de ensayo están sujetas a condiciones comparables con las que experimenta el material en el tiempo real de uso. La acumulación de los datos experimentales a largo plazo son el inconveniente en el estudio de las propiedades mecánicas en los polímeros, ya que los ensayos se vuelven costosos y escasamente son prácticos. Como consecuencia, los diseñadores, fabricantes y proveedores de plásticos necesitan cumplir una variedad de normas y especificaciones para probar diseños conceptuales, seguridad, control de calidad, procesos de manufactura, entre otros. Debido a la necesidad de responder a estas preguntas, se plantea el uso de experimentos de tracción uniaxial como un ensayo de tiempo corto para la predicción de tales propiedades a largo plazo.

Existen dos grandes problemas para evaluar las propiedades mecánicas de los plásticos. Uno de ellos es diseñar experimentos que sean capaces de medir las propiedades deseadas con un valor de confianza aceptable. El otro es diseñar experimentos que puedan predecir con precisión el desempeño de ciertas propiedades particulares de forma acelerada. Hay una gran variedad de métodos que se han desarrollado para predecir el desempeño de las propiedades mecánicas. Diversas asociaciones y comités nacionales e internacionales han desarrollado la mayoría de los experimentos para los plásticos. Muchos de estos experimentos evolucionaron de métodos similares que se utilizan en los metales, pero en las revisiones de éstas normas, se han modificado los procedimientos para hacerlos más específicos para los plásticos. Más adelante se detallará el ensayo de tracción uniaxial en los plásticos para lograr una mejor comprensión del reto de esta investigación.

## 1.5 *Material de estudio*

En el presente trabajo se utilizará el Polietileno de Alta Densidad, por ser este uno de los termoplásticos por excelencia. La principal motivación para emplear el Polietileno de Alta Densidad es que la predicción de las propiedades mecánicas anteriormente citadas, se llevará a cabo en un producto terminado. Se analizará un tubo liso fabricado en este material que se utiliza en tuberías de agua potable. Este tubo está fabricado por extrusión y se desean conocer sus propiedades a largo plazo.

A nivel comercial el polietileno ha encontrado amplia aceptación en virtud de sus propiedades físicas y químicas. Las propiedades que hacen del polietileno una materia prima conveniente para miles de artículos manufacturados son su ligereza, flexibilidad, tenacidad, alta resistencia química y propiedades mecánicas y eléctricas sobresalientes.

Debido a las características del polietileno sus aplicaciones comerciales más comunes son:

- envases para detergentes, shampoo, lácteos, aceites, helados, pintura
- bolsas para supermercados, bazar y menaje
- cajones para pescados, gaseosas y cervezas
- tubería para gas, telefonía, agua potable, minería, drenaje y uso sanitario
- macetas, bolsas tejidas, entre otras aplicaciones

El polietileno de alta densidad es un termoplástico fabricado a partir del etileno (elaborado a partir del etano, uno de los componentes del gas natural). Es muy versátil y se le puede transformar mediante diversas técnicas: Extrusión, Inyección, Soplado o Roto moldeo. La familia del polietileno se clasifica por su densidad que se cataloga en la siguiente Tabla 1.2:

Tabla 1.2. Valor de la densidad para los diferentes tipos de polietileno

Polietileno	Densidad [g/cm <sup>3</sup> ]
Baja densidad	0.910 - 0.925
Media densidad	0.926 - 0.940
Alta densidad	0.941 - 0.965

---

## 1.6 Referencias

---

- [1] Sperling L.H., **2006**, *Introduction to Physical Polymer Science*, Editorial Wiley-Interscience, Cuarta edición, EUA, p. 358.
- [2] Fox T.G. y Flory P.J., **1950**, Second order transition temperatures and related properties of polystyrene, *J. Applied Phys*, v 21, p. 581.
- [3] Hans-Georg Elias, **1984**, *Macromolecules: Structure and Properties*, Editorial Plenum, Vol 1, Segunda edición, Nueva York, p. 100-101.
- [4] Datta N.K., **1982**, *A Study of the miscibility of Crystalline polyolefins*, Ph.D. Thesis, Loughborough University of Technology, p. 189.
- [5] Leaderman H., **1941**, *Textile Research Journal*, 11, p. 171.
- [6] Leaderman H., **1943**, *Elastic and Creep properties of Filamentous Materials and other High Polymers*, p 16 30 76 y 100, Editado por The Textile Foundation, Washington D.C., EEUU.
- [7] Tobolsky A.V. y Andrews R.D., **1945**, Systems manifesting superposed elastic and viscous behavior, *Journal of Chemical Physics*, v 13, n 1, p. 3-27.
- [8] Andrews R.D., Hofman-Bang N. y Tobolsky A.V., **1948**, Elastoviscous properties of polyisobutylene. I. Relaxation of stress in whole polymer of different molecular weights at elevated temperatures, *Journal of Polymer Science*, v 3, n 5, p. 669-692.
- [9] Tobolsky A.V. y McLoughlin J.R., **1952**, Elastoviscous properties of polyisobutylene. V. The transition region, *Journal of Polymer Science*, v 8, n 5, p. 543-553.
- [10] Ferry J.D., **1961**, *Viscoelastic Properties of Polymers*, Editorial John Wiley and Sons, Nueva York, EEUU.
- [11] Mercier J., Aklonis M.L., Tobolsky A.V., **1965**, Viscoelastic behavior of the polycarbonate of bisphenol A, *Journal of Applied Polymer Science*, v 9, n 2, p. 447-459.
- [12] Cessna Jr. L.C., **1971**, Stress-Time superposition of creep data for Polypropylene and coupled glass-reinforced polypropylene, *Polymer Engineering and Science*, v 11, n 3, p. 211-219.

- 
- [13] Matsumoto D.S., **1988**, Time-temperature superposition and physical aging in amorphous polymers, *Polymer Engineering and Science*, v 28, n 20, p. 1313-1317.
- [14] Grzywinski G.G. y Woodford D.A., **1993**, Design data for polycarbonate from stress-relaxation tests, *Materials and Design*, v 14, n 5, p. 279-284
- [15] Deng M., Latour R.A., Ogale A.A., Shalaby S.W., **1998**, Study of creep behavior of ultra-high-molecular-weight polyethylene systems, *Journal of Biomedical Materials Research*, v 40, n 2, p. 214-223.
- [16] Miwa M., Takeno A., Yokoi T., Watanabe A., **1999**, Strain rate and temperature dependence of shear properties of epoxy resin with various molecular weight between cross-linkings, *Journal of materials science*, v 34, n 22, p. 5489-5495.
- [17] Miyano Y., Nakada M., Sekine N., **2004**, Accelerated testing for long-term durability of GFRP laminates for marine use, *Composites Part B: engineering*, v 35, p. 497-502
- [18] Massa F., Piques R. y Laurent A., **1997**, Rapid propagation in polyethylene pipe: combined effect of strain rate and temperature on fracture toughness, *Journal of Materials Science*, v 32, n 24, p 6583-6587.
- [19] Lu H., Zhang X. y Knauss W.G., **1997**, Uniaxial, shear, and Poisson relaxation and their conversion to bulk relaxation: Studies on Poly(Methyl Methacrylate), *Polymer Engineering and Science*, v 37, n 6, p. 1053-1064.
- [20] Nitta K., Ishiburo T., **2002**, Ultimate Tensile Behavior of Linear Polyethylene Solids, *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, v 40, p. 2018-2026.
- [21] Mano J.F. y Viana J.C., **2001**, Effects of strain rate and temperature in stress-strain test: study of the glass transition of a polyamide-6, *Polymer Testing*, v 20, p. 937-943.
- [22] Mano J.F. y Viana J.C., **2006**, Stress-strain experiments as a mechanical spectroscopic technique to characterize the glass transition dynamics in poly(ethylene terephthalate), *Polymer Testing*, v 25, p. 953-960.

# CAPÍTULO 2

## Propiedades Mecánicas de los Polímeros

### 2.1 Conceptos básicos

Tradicionalmente los materiales han sido clasificados como fluidos viscosos o sólidos elásticos. Un ejemplo de sólidos elásticos son los metales como el acero, el aluminio, el zinc, los no metales como el concreto y la madera, entre otros. Algunos ejemplos de fluidos viscosos son el agua, el aire, el aceite. A lo largo del tiempo se ha desarrollado la suficiente tecnología para poder predecir la respuesta de una fuerza aplicada a los sólidos elásticos y los fluidos viscosos.

Cuando se aplica una carga mecánica a una material polimérico, puede tener dos tipos de respuesta:

- Un cambio en la forma y dimensiones,
- Puede ocurrir una fractura

Debido a que muchos modos de falla provienen de medios mecánicos, el comportamiento esfuerzo-deformación representa la mejor referencia de estudio para predecir las propiedades mecánicas de un polímero. La manera más fácil de relacionar los esfuerzos con las deformaciones es mediante el uso de la teoría clásica de la elasticidad.

#### 2.1.1 Sólidos elásticos y fluidos viscosos

Idealmente un material que muestra una relación lineal entre los esfuerzos y las deformaciones se le conoce como sólido de Hooke. Estos materiales se elongan una cantidad fija si se les aplica una carga fija; si se duplica la carga, se duplicará la elongación. Si la carga permanece constante, el material mantendrá la elongación sin importar el paso del tiempo. Al retirarse la carga, regresará instantáneamente a su dimensión original. El módulo elástico, es la proporcionalidad entre el

esfuerzo y la deformación en un sólido de Hooke. En esfuerzos de tracción a esta proporcionalidad se le denomina módulo de Young,  $E$ :

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad (2.1)$$

Un material de Hooke es puramente elástico si responde instantáneamente a los cambios en la carga aplicada y siempre regresa a su forma original. Debido a que la deformación de un sólido de Hooke está en función únicamente del esfuerzo aplicado, la representación del esfuerzo vs. la deformación para diferentes velocidades de deformación originan una línea simple en la que el valor del módulo es el valor de la pendiente (Figura 2.1).

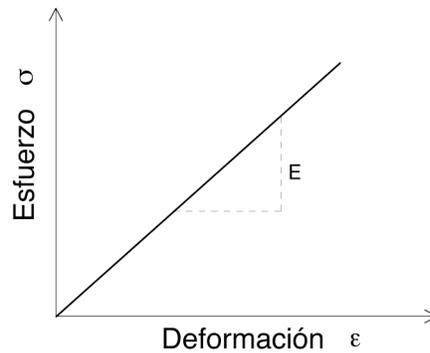


Figura 2.1. Respuesta en deformación de un sólido de Hooke a un esfuerzo aplicado.

La analogía mecánica para un material de Hooke es un resorte, en el cual se almacena toda la energía de la cual obtuvo su deformación (Figura 2.2). Esta energía estará disponible para restaurar la forma original del objeto cuando las fuerzas se retiren.

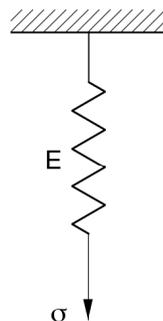


Figura 2.2. Analogía mecánica del sólido de Hooke con un resorte. La constante del resorte es el módulo de Young,  $E$ .

Idealmente, al aplicarle a un fluido un esfuerzo cortante, se le provoca una deformación angular mínima que lo pondrá en movimiento. Esta deformación crece sin límite mientras el esfuerzo permanece. A estos fluidos se les llama fluidos Newtonianos. El ejemplo típico es el escurrimiento del agua en un río, que fluye por acción de la gravedad hasta que llega al mar. Los fluidos muestran una relación lineal entre el esfuerzo aplicado y la velocidad de deformación. A esta constante de proporcionalidad en esfuerzos cortantes se le conoce como viscosidad, la cual se denota como  $\eta$ :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (2.2)$$

Para fluidos bajo tracción uniaxial, la constante de proporcionalidad se denomina viscosidad elongacional de Trouton,  $\eta_e$ .

$$\eta_e = \frac{\sigma}{\dot{\epsilon}} \quad (2.3)$$

Para la tracción uniaxial simple, la viscosidad elongacional de Trouton es directamente proporcional a la viscosidad Newtoniana. La relación entre la viscosidad Newtoniana y la viscosidad de Trouton es tres en tracción uniaxial simple:

$$\eta_e = 3\eta \quad (2.4)$$

La analogía mecánica de un fluido Newtoniano es un amortiguador (Figura 2.3). La respuesta de un amortiguador viscoso a una fuerza aplicada es un desplazamiento lineal en función del tiempo. La velocidad de desplazamiento es independiente de la posición inicial del amortiguador. Hasta que se retire la fuerza aplicada, la velocidad de deformación del amortiguador instantáneamente cae a cero y el amortiguador mantiene esta última posición fija. La respuesta a la deformación de un fluido Newtoniano se muestra en las gráficas de la Figura 2.3.

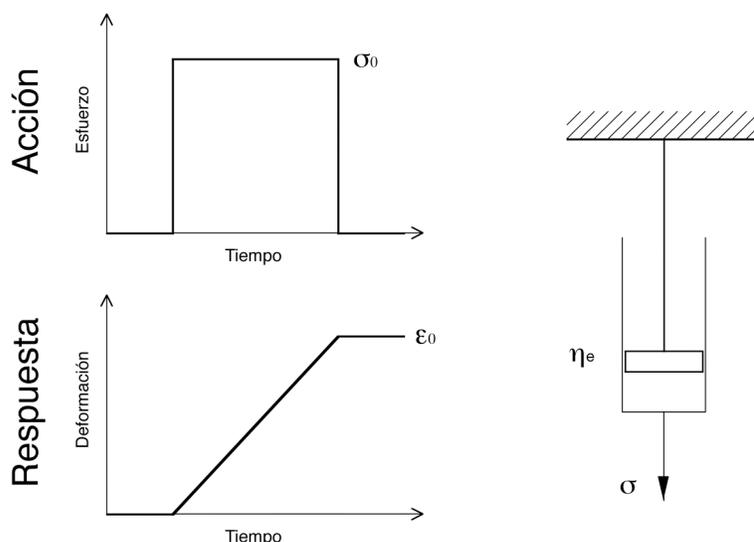


Figura 2.3. Respuesta de un fluido viscoso a un esfuerzo y su analogía mecánica,  $\eta_e$  es la viscosidad elongacional.

## 2.2 Respuesta de un polímero a una fuerza aplicada

Debido a su microestructura, los polímeros no responderán a las fuerzas aplicadas de la misma manera en la que responden los materiales tradicionales. En ésta sección se describe el comportamiento a la tracción de los polímeros mediante una curva típica de los ensayos de tracción uniaxial, como la que se muestra en la Figura 2.4. Posteriormente se describen los ensayos de tracción efectuados en los materiales.

La respuesta de los polímeros a una carga incluye simultáneamente un comportamiento como de un líquido viscoso y de un sólido elástico. Por lo tanto, a esta respuesta en los polímeros se le conoce como viscoelasticidad. La curva de la respuesta de un material polimérico en tracción uniaxial puede dividirse en cuatro distintas regiones: una región viscoelástica lineal (región 1), una región viscoelástica no lineal (región 2), una región donde se presenta la cedencia del material junto con el estrangulamiento de la probeta (región 3) y la última región donde se presenta la fluencia y ruptura del polímero (región 4).

En la curva de la Figura 2.4 se observa que una característica sobresaliente del proceso total de deformación es que llega a ser mucho más “viscoso” que “elástico”. En este caso la probeta se extiende y cede mediante mecanismos de estrangulamiento en conformidad con la teoría de la plasticidad. El punto de cedencia se define como el máximo en la curva de la región 3 [1, 2, 3], pero si no hay un pico en la curva, se puede adoptar como indicador de la cedencia un marcado cambio en la pendiente. La forma de la curva más allá del punto de cedencia de la región 3 varía con la arquitectura del polímero y otros factores. La forma de la curva en la región 4 depende si el material se está endureciendo, ablandando o sucumbe a la ruptura por estrangulamiento.

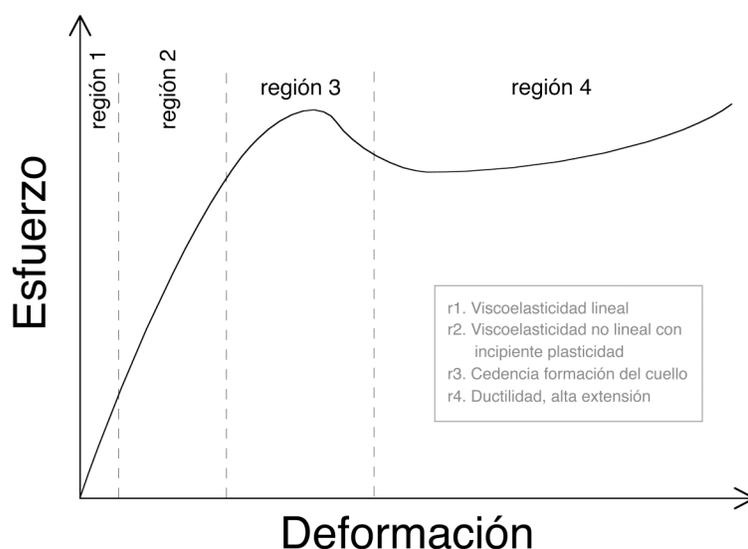


Figura 2.4. Respuesta típica de un polímero a la tracción uniaxial rampa y 4 regiones características en la curva.

La dependencia de los polímeros al tiempo y a la temperatura viene como resultado de las bajas fuerzas intermoleculares y la flexibilidad de las cadenas poliméricas. Una fuerza externa aplicada a un tiempo inicial, origina deformaciones que resultarán en desplazamientos internos de las cadenas moleculares y distorsiones en los enlaces. Transcurrido un tiempo, la energía potencial almacenada gradualmente se redistribuirá a través de rotaciones de los segmentos en las cadenas moleculares. Estas rotaciones producirán más deformaciones posteriores hasta alcanzar un equilibrio entre las fuerzas externas y las fuerzas intermoleculares establecidas. Es de esperarse que al elevar la temperatura, las rotaciones moleculares ocurran más rápido y se acompañen de una redistribución

de fuerzas internas. El aumento en la temperatura resultará en una expansión interna que originará una reducción en el módulo elástico y un decaimiento más rápido del módulo en el tiempo.

En la descripción de los fenómenos de la viscoelasticidad se deben considerar como variables independientes el esfuerzo aplicado, el tipo de carga, la velocidad de carga, la deformación, la velocidad de deformación, el tiempo transcurrido y la temperatura. Debido a que todas estas variables están involucradas, es necesario explicarlas por los siguientes aspectos fundamentales llamados relajación, fluencia y recuperación. La relajación es la respuesta en esfuerzo a una deformación aplicada que es constante en el tiempo. La fluencia es la respuesta en deformación a un esfuerzo aplicado e igualmente es constante en el tiempo. La recuperación es la respuesta en deformación a un esfuerzo que se ha removido.

El deseo de comprender mejor el comportamiento de los materiales reales por medio de modelos idealizados y sencillos de manejar. Esto llevó a imaginar a los cuerpos viscoelásticos, dotados de propiedades elásticas y de propiedades viscosas que se manifiestan de diferentes maneras. Muchos trataron de describir la relajación y la fluencia en el comportamiento de los polímeros, en términos de modelos simples y básicos. Se realizaron combinaciones de resortes y amortiguadores mecánicos en serie y en paralelo para reproducir la respuesta viscoelástica de un material polimérico y obtener un modelo del comportamiento. Estos modelos sirven únicamente para ilustrar el fenómeno, la respuesta de un polímero real es más compleja que la respuesta de las analogías mecánicas. Para ilustrar las deformaciones resultantes de la aplicación de esfuerzos a un polímero isótropo sólido se utiliza el modelo de Maxwell para representar la relajación de esfuerzos y el modelo de Voigt para representar la fluencia y la recuperación.

### **2.2.1 Modelo de Maxwell**

El modelo de Maxwell en su forma más simple lo constituye el arreglo en serie de un resorte simple conectado con un amortiguador (Figura 2.5). Maxwell combina ambos modelos en serie para explicar las propiedades del alquitrán o brea. Este modelo representa materiales (como el asfalto) que al aplicárseles una carga, responden inmediatamente de manera elástica; pero si la carga se mantiene, tienden a comportarse de manera viscosa. El asfalto duro dentro de un barril reacciona

elásticamente a cargas reducidas y no prolongadas, como al impacto de una piedra pequeña; pero una piedra grande apoyada en su superficie, se va sumergiendo lentamente hasta llegar al fondo.

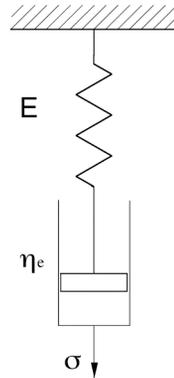


Figura 2.5. Esquema del modelo de Maxwell.

### 2.2.1.1 Deformación constante

La representación física del modelo se explica cuando se ejerce una deformación constante a un polímero en un instante de tiempo dado. Si la deformación permanece, se puede observar que el esfuerzo decae conforme pasa el tiempo, como se muestra en la Figura 2.6. Por el contrario cuando se trata de un material elástico el esfuerzo se mantiene. Si al modelo de Maxwell se le retira la carga ejercida, el resorte vuelve a su longitud inicial, pero el amortiguador conserva su longitud alcanzada en ese instante. Luego existen una deformación elástica y una deformación permanente y por lo tanto, hay un efecto de plastificación.

En este modelo, el esfuerzo ejercido es igual en ambos elementos tanto en el amortiguador como en el resorte:

$$\sigma_{\text{total}} = \sigma_{\text{resorte}} = \sigma_{\text{amortiguador}} \quad (2.5)$$

De la ecuación ( 2.1 ) el esfuerzo en el resorte es:

$$\sigma_r = E \varepsilon_r \quad (2.6)$$

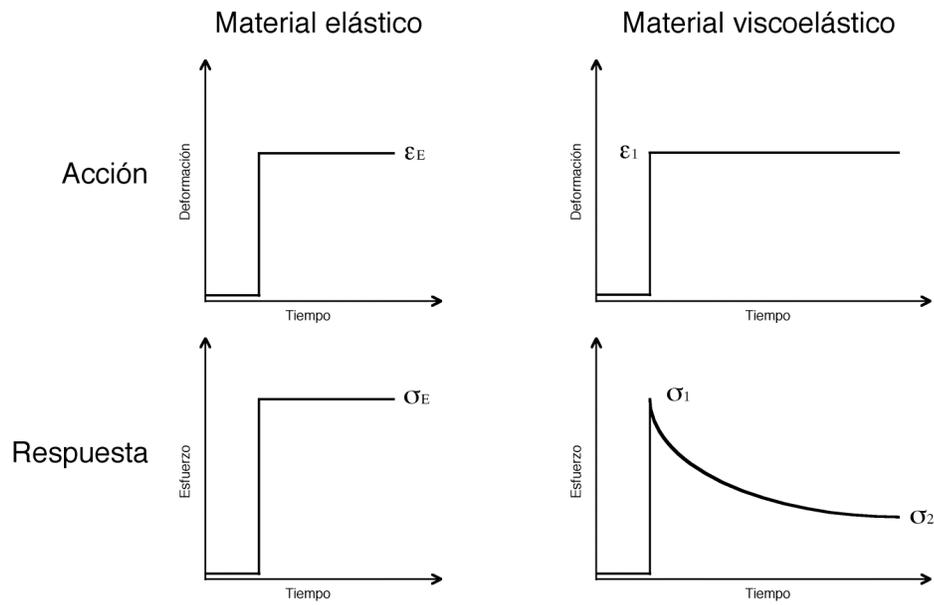


Figura 2.6. Comportamiento ante la deformación ejercida para un material elástico y un material viscoelástico.

De la ecuación ( 2.2 ) el esfuerzo en el amortiguador es:

$$\sigma_a = \eta_e \frac{d\varepsilon_a}{dt}. \quad (2.7)$$

Por lo tanto, el desplazamiento total es la suma de los desplazamientos de los dos componentes:

$$\varepsilon_{\text{total}} = \varepsilon_{\text{resorte}} + \varepsilon_{\text{amortiguador}}. \quad (2.8)$$

Para encontrar la relación entre el esfuerzo total y la deformación total con respecto al tiempo, la ecuación ( 2.6 ) se puede escribir:

$$\frac{d\sigma}{dt} = E \frac{d\varepsilon_r}{dt} \quad (2.9)$$

y sumarse a la ecuación ( 2.7 ) para obtener:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{1}{E} \frac{d\sigma}{dt} + \frac{\sigma}{\eta_e}. \quad (2.10)$$

Si se considera que bajo deformación constante  $\dot{\epsilon} = 0$ , entonces:

$$\frac{1}{E} \frac{d\sigma}{dt} + \frac{\sigma}{\eta_e} = 0 \quad (2.11)$$

simplificando se obtiene:

$$\frac{d\sigma}{\sigma} = -\frac{E}{\eta_e} dt. \quad (2.12)$$

A un tiempo  $t = 0$ , el esfuerzo inicial es  $\sigma = \sigma_0$ , al integrar la ecuación (2.12) se obtiene:

$$\sigma(t) = \sigma_0 \exp\left(-\frac{Et}{\eta_e}\right) = \sigma_0 \exp\left(-\frac{t}{\lambda}\right) \quad (2.13)$$

donde:  $\lambda$  es la constante de relajación en el tiempo.

Una característica de cualquier ecuación diferencial de primer orden es la constante de tiempo,  $\lambda$ . Esta constante del tiempo proporciona una medida de la rapidez de la respuesta de un sistema a una función escalón. A un tiempo igual a uno, el sistema ha alcanzado  $[1 - 1/e]$  o el 63.2% de la respuesta total. A un tiempo igual a dos tiempos constantes la respuesta ha alcanzado  $[1 - 1/e^2]$  o el 86.5% de la respuesta total, y así sucesivamente. Para un elemento de Maxwell en tracción se define el tiempo de relajación como:

$$\lambda = \frac{\eta_e}{E} \quad (2.14)$$

Empleando en los polímeros ésta constante de tiempo  $\lambda$ , representa el tiempo necesario para que el esfuerzo decaiga a  $1/e$  o al 36.8% de su valor inicial. Este es el intercepto de una línea tangente dibujada en una curva esfuerzo vs. tiempo a un tiempo cero, como se muestra en la Figura 2.7. Se observa que para tiempos de relajación muy largos el esfuerzo se aproxima a cero en una asíntota.

El elemento de Maxwell ilustra cualitativamente la forma en la cual muchos polímeros responden a un ensayo de tracción simple. La relajación de esfuerzos ha recibido menos atención en el diseño de materiales de ingeniería, debido a que hay pocos ejemplos de casos prácticos en los polímeros.

Tales deformaciones constantes existen en uniones entre componentes como las juntas elásticas, soportes, cojinetes, chumaceras, ligas, entre otros.

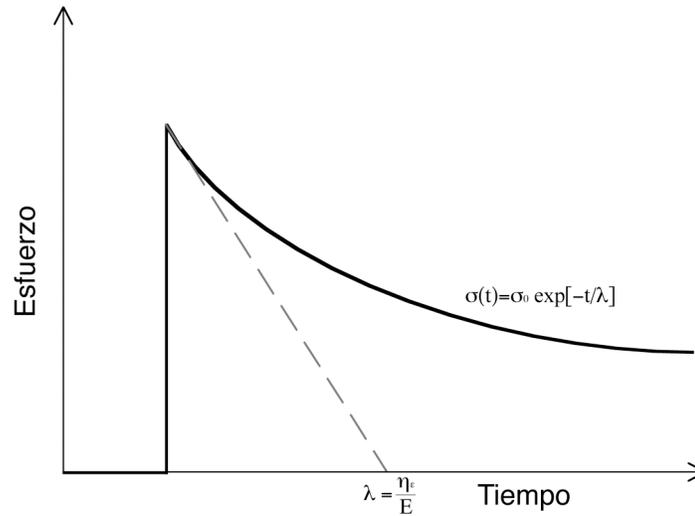


Figura 2.7. Caída del esfuerzo y la constante de relajación.

### 2.2.1.2 Velocidad de deformación constante

Considerándose la respuesta de un elemento de Maxwell sometido a una velocidad de deformación,  $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0$ . Esto representa las condiciones ejercidas a la probeta de un polímero en un ensayo de tracción uniaxial. La ecuación diferencial puede escribirse de la siguiente manera:

$$\dot{\sigma} + \left(\frac{E}{\eta_e}\right)\sigma = E\dot{\epsilon}_0 \quad (2.15)$$

si el esfuerzo inicial es cero,  $\sigma(0) = 0$ , la solución será:

$$\sigma = \dot{\epsilon}_0 \eta_e \left(1 - \exp\left(-\frac{E\epsilon}{\dot{\epsilon}_0 \eta_e}\right)\right) \quad (2.16)$$

Esta ecuación se graficó y se muestra en la Figura 2.8. El modelo simple de Maxwell ilustra cualitativamente la forma en la cual muchos polímeros responden a un simple ensayo de tracción. Si

se considera una situación límite para las dos respuestas, entonces cuando  $\eta_e \dot{\epsilon}_0 = 0, \sigma = 0$ . Si el término exponencial se expande en una serie infinita, por la condición  $\eta_e \dot{\epsilon}_0 = \infty$  el esfuerzo llegará a  $\sigma = E\epsilon_0$ . Entonces, el módulo de un material viscoelástico aparentemente se modela en un elemento de Maxwell por los cambios en la velocidad de deformación (como se observa en la Figura 2.8 el módulo se incrementa cuando se aumenta la velocidad de deformación).

El elemento de Maxwell es la analogía mecánica de un fluido viscoelástico lineal simple. Su respuesta describe cualitativamente el fenómeno de la relajación de esfuerzos y el cambio aparente en el módulo de un ensayo de tracción en los polímeros. Sin embargo, no describe adecuadamente la respuesta a una carga estática o la fluencia en los polímeros.

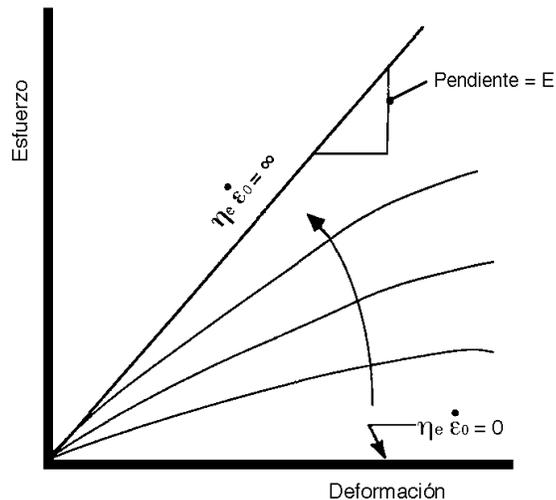


Figura 2.8. Respuesta de un elemento de Maxwell a una velocidad de deformación constante.

## 2.2.2 Modelo de Voigt

El modelo de Voigt difiere del modelo de Maxwell en que el amortiguador y el resorte están conectados en paralelo (Figura 2.9). Este modelo se utiliza para representar materiales elásticos y viscosos simultáneamente.

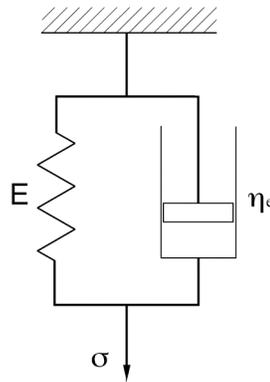


Figura 2.9. Esquema del Modelo de Voigt.

En las gráficas de la Figura 2.10 se compara el comportamiento a la respuesta en deformación al ejercer una carga, entre un material elástico y un material viscoelástico representado por el modelo de Voigt. Se observa en la figura que al aplicarle la carga al material viscoelástico el resorte no se deformará instantáneamente, debido a que el amortiguador se resistirá a la deformación inmediata. La fuerza que ocasionará que el amortiguador se alargue a una velocidad instantánea es  $\sigma_0/\eta_e$ . Mientras el tiempo transcurre la proporción de alargamiento del amortiguador decrece, ya que éste empieza a ceder a la carga aplicada. Eventualmente, el amortiguador estará estirado a un grado semejante a la carga completa sostenida por el resorte. Al retirar la carga, el resorte del modelo siempre obligará al amortiguador a volver a su posición inicial. Se trata de un cuerpo que sin ser elástico, comparte con el cuerpo elástico la propiedad de recuperar su forma primitiva al suprimirse la carga aplicada; por lo que se dice que no hay plastificación.

En este modelo ambos componentes se deforman uniformemente a la carga, entonces:

$$\varepsilon_{\text{resorte}} = \varepsilon_{\text{amortiguador}} = \varepsilon_{\text{total}} \quad (2.17)$$

y el esfuerzo total aplicado al elemento es igual a la suma de los esfuerzos en el resorte y en el amortiguador:

$$\sigma_{\text{total}} = \sigma_{\text{resorte}} + \sigma_{\text{amortiguador}} \quad (2.18)$$

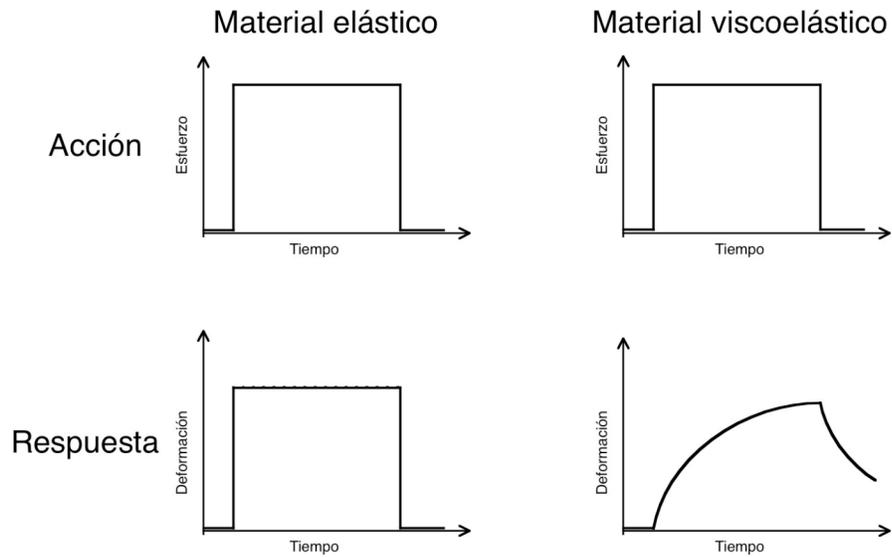


Figura 2.10. Curvas de un experimento de fluencia para materiales elásticos y viscoelásticos.

Sustituyendo las ecuaciones ( 2.1 ) y ( 2.3 ) en ( 2.18 ), la ecuación diferencial de primer orden para el modelo de Voigt es:

$$\sigma = E\varepsilon + \eta_e \frac{d\varepsilon}{dt}. \quad (2.19)$$

Resolviendo para  $0 < t < t_1$ , cuando el esfuerzo es  $\sigma$

$$\frac{E}{\eta_e} \int_0^t dt = \int_0^\varepsilon \frac{d\varepsilon}{(\sigma/E) - \varepsilon} \quad (2.20)$$

donde:  $\frac{\eta_e}{E}$  tiene dimensiones de tiempo y representa la velocidad a la cual ocurre la deformación.

La constante del tiempo para un elemento de Voigt en tracción se define como el tiempo de retardo:  $\lambda' = \frac{\eta_e}{E}$ , entonces sustituyendo apropiadamente en la ecuación ( 2.20 ) e integrando:

$$\frac{t}{\lambda'} = \ln \left( \frac{\sigma/E}{(\sigma/E) - \varepsilon} \right), \quad (2.21)$$

se obtiene:

$$\frac{\sigma}{E} = \left( \frac{\sigma}{E} - \varepsilon \right) \exp\left(-\frac{t}{\lambda'}\right). \quad (2.22)$$

Despejando para la deformación  $\varepsilon$ , se tiene:

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_0}{E} \left( 1 - \exp\left(-\frac{t}{\lambda'}\right) \right). \quad (2.23)$$

Si se quita el esfuerzo a un tiempo  $t_0$ , para  $t > t_0$ , entonces la deformación queda como:

$$\varepsilon(t) = \left( \frac{\sigma_0}{E} \left( 1 - \exp\left(-\frac{t}{\lambda'}\right) \right) \right) \exp\left(-\frac{(t-t_0)}{\lambda'}\right). \quad (2.24)$$

El elemento de Voigt siempre regresa a la condición inicial donde no hay deformación. Este elemento muestra un decaimiento de la velocidad de la fluencia después de la deformación inicial. Debido a que este elemento eventualmente regresa a la condición antes de la deformación después de quitar el esfuerzo aplicado, se considera que el elemento de Voigt representa a un sólido viscoelástico.

Este modelo no describe los fenómenos de relajación de esfuerzos, porque a una deformación constante el amortiguador no se puede relajar. Si se ejerciera una deformación finita en un tiempo cero, se requeriría que el amortiguador se alargara instantáneamente. Esto sería posible si el amortiguador no tuviera una resistencia infinita.

### 2.2.3 Otros modelos

Una mejor representación para modelar materiales poliméricos reales, se obtiene con arreglos y combinaciones de los modelos de Maxwell y Voigt. Se han desarrollado el modelo Zener o de tres elementos, que le incorpora al modelo de Voigt un resorte en serie y el modelo de Burgers o de cuatro elementos, que acopla un elemento de Maxwell en serie con el modelo de Voigt [1, 4, 5, 6]. Estos modelos únicamente se mencionan como referencia.

### 2.3 Principio de Superposición Tiempo-Temperatura

El principio de superposición tiempo-temperatura se ha utilizado para la predicción de los fenómenos de fluencia y relajación de esfuerzos en el tiempo. A partir de datos experimentales, se obtienen las curvas de fluencia o relajación realizados a diferentes temperaturas. Tales datos se superponen mediante deslizamientos horizontales a lo largo de la escala del tiempo logarítmico para dar una sola curva de fluencia que cubre un intervalo muy largo en el tiempo. Las curvas hechas mediante superposición, utilizan una temperatura como la temperatura de referencia, cubriendo periodos que están fuera del intervalo de tiempo y que son accesibles mediante experimentos prácticos.

El método de relacionar los deslizamientos horizontales a lo largo de la escala del tiempo logarítmico con los cambios en la temperatura se desarrollaron por Williams, Landel y Ferry [7]. La cantidad de deslizamiento horizontal en la escala del tiempo se define por  $a_T$ , la cual se conoce como la ecuación WLF. Si se elige la temperatura de transición vítrea como la temperatura de referencia, el factor de deslizamiento para la mayoría de los polímeros amorfos es:

$$\log a_T = \frac{17.44(T - T_v)}{51.6 + T - T_v} \quad (2.25)$$

donde: la temperatura está en grados Kelvin.

El factor de deslizamiento  $a_T$  se relaciona con el cambio en viscosidad o el tiempo de relajación mediante la siguiente relación:

$$\log a_T = \log \frac{\eta}{\eta_0} = \log \frac{\lambda}{\lambda_0}$$

La ecuación WLF es relativamente confiable para polímeros amorfos en estado viscoelástico en el intervalo entre la temperatura de transición vítrea del material y 100°C por encima de ésta. Si la temperatura de referencia es diferente a la temperatura de transición vítrea, se obtiene una ecuación similar a la ( 2.25 ) pero los valores numéricos son diferentes [8].

En su forma más simple, la equivalencia tiempo-temperatura implica que el comportamiento viscoelástico a una temperatura puede relacionarse a tal comportamiento en otra temperatura mediante el cambio de la escala del tiempo. Las fórmulas matemáticas puede construirse tomando cada uno de los datos corregidos de las curvas y deslizarlas horizontalmente a la derecha o a la izquierda para formar una “curva maestra” referida a una temperatura  $T_r$ .

El procedimiento se ilustra para un polímero hipotético con una temperatura de transición vítrea de  $0^\circ\text{C}$  en un experimento de relajación de esfuerzos en la Figura 2.11. Primero se obtienen las curvas experimentales de la relajación de esfuerzos a una serie de temperaturas sobre un gran período de tiempo que sea conveniente. Estas pueden hacerse de un minuto a  $10^4$  minutos (Figura 2.11a). Para hacer la curva maestra a partir de los datos experimentales, el módulo de relajación de esfuerzos  $E_r(t)$ , debe multiplicarse por un pequeño factor de corrección de la temperatura  $f_c(T)$ . Por encima de la temperatura de transición vítrea, este factor de corrección es  $T_v/T$ , donde las temperaturas están en grados Kelvin. A continuación se dibujan las curvas con el módulo corregido. Se elige una de las curvas para que sea la temperatura de referencia. Entonces se desliza curva por curva a lo largo del eje del tiempo en escala logarítmica hasta sobreponerlas.

En la Figura 2.11b se muestra la curva maestra completa, en la cual se observa que cubre 9 décadas de tiempo, mientras que los datos originales únicamente cubren 4 décadas. Las curvas maestras se han hecho para experimentos de relajación de esfuerzos, de fluencia y en experimentos de dinámica mecánica.

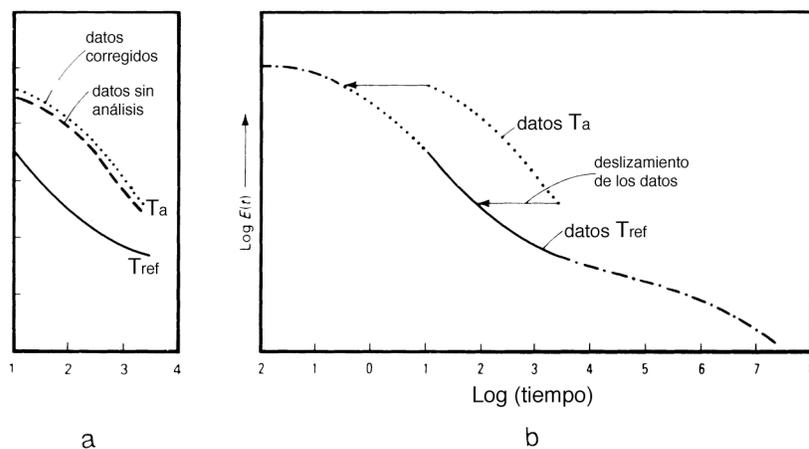


Figura 2.11. Procedimiento para deslizar curvas mediante el principio de superposición tiempo-temperatura.

## **2.4 Ensayo de tracción uniaxial en los polímeros**

El ensayo de tracción uniaxial se utiliza para evaluar en los materiales la rigidez, la resistencia mecánica, la ductilidad, la resiliencia y la tenacidad. El procedimiento de esta prueba se desarrollo originalmente para metales, el cual está normalizado por la ASTM y su nomenclatura es la E8. La prueba normalizada para los polímeros se nombra por la ASTM como D638, por la ISO como ISO/R 527, por las normas alemanas como DIN 53455 y por los estándares británicos como BS 2782 método 301. En el caso de los plásticos debido a su naturaleza viscoelástica y la anisotropía de sus productos terminados, serán factores que influenciarán enormemente tanto el comportamiento del experimento como la interpretación de los resultados.

### **2.4.1 Factores que influyen en los ensayos de tracción de los plásticos**

La influencia de la viscoelasticidad en la relación entre la excitación y la respuesta, complica el análisis de los datos y afecta en algunos aspectos prácticos los experimentos. La anisotropía tiene la misma influencia en estos factores; pero agrega cierta incertidumbre acerca de la utilidad de cualquier dato específico, ya que estos varían de punto a punto en una probeta y de probeta a probeta en una muestra. Como se mencionó anteriormente los polímeros son sensibles a las condiciones atmosféricas y a la velocidad de deformación. Por esta razón, los datos obtenidos no pueden usarse en condiciones ambientales diferentes a las especificadas en los ensayos.

Las propiedades a la tracción también dependen del método de preparación de la probeta; entonces este factor debe cuidarse si se desea comparar los resultados. Las probetas pueden maquinarse, moldearse o cortarse con un troquel. Comúnmente, la geometría puede tener una sección transversal rectangular o circular. La preparación de cada probeta debe tomarse con cuidado para minimizar los esfuerzos residuales y las irregularidades superficiales originadas por el maquinado. Estas imperfecciones afectan los resultados de las pruebas.

## 2.4.2 Equipo empleado en el ensayo de tracción

El equipo que se emplea en los ensayos de tracción consiste de ciertos dispositivos que controlan las fuerzas de tracción ejercidas en las probetas y de sensores que miden la fuerza y la deformación. Hay dos tipos, el equipo electromecánico y el equipo servohidráulico. En ambos sistemas es común que la fuerza se mida mediante una celda de carga y la elongación ejercida en el material indirectamente mediante un transductor de desplazamiento (LVDT, Linear Variable Differential Transformer) o directamente mediante un extensómetro o de un detector de deformación (strain gage).

## 2.4.3 Las probetas del ensayo de tracción

En la Figura 2.12 se muestra una probeta típica de un ensayo de tracción uniaxial, la cual es más gruesa en sus extremos para mantener una sujeción paralela firme mediante las mordazas. La parte más importante de la probeta, es la longitud de trabajo o longitud de medición. El área transversal de la longitud de trabajo es relativamente más delgada que en el resto de la probeta; por lo tanto, la deformación y la falla se localizarán dentro de ésta región.

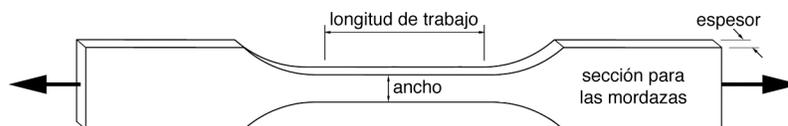


Figura 2.12. Probeta para ensayo de tracción uniaxial con geometría rectangular.

Las probetas deben fijarse dentro de unas mordazas diseñadas especialmente para reducir el deslizamiento entre la probeta y las caras de sujeción de las mordazas durante la aplicación de la carga. El sistema de mordazas deberá alinearse con respecto al eje de tracción y no deberán transmitir momento de torsión a la probeta. El tipo de material también determina el tipo de mordazas que se van a emplear.

#### 2.4.4 Descripción de la curva esfuerzo vs. deformación

En un ensayo de tracción, bajo ciertas condiciones de temperatura y de velocidad de deformación, la mayoría de los polímeros mostrarán curvas como la que se muestra en la Figura 2.13. Cuando se ejerce la deformación, la probeta se estira incrementándose rápidamente el valor del esfuerzo. En esta etapa inicial, se muestra una relación casi lineal con la deformación (punto a). Si la deformación se retira en este momento, entonces la probeta regresará a su forma y tamaño original, porque a cada lado del ligero enrollamiento elástico del ángulo de la cadena de  $C-C-C$  no tendrá un desplazamiento relativo entre los enlaces de las cadenas.

Al continuar con la deformación, ocurrirán grandes extensiones. La curva comenzará a inclinarse ligeramente, pero la fuerza se incrementará sólo hasta el punto del límite de cedencia en el cual el valor del esfuerzo llegará a un valor máximo inicial (punto b). En este punto el material ha excedido su límite elástico y la recuperación completa será imposible. Si se retira la fuerza de tracción en éste punto, puede recuperarse únicamente del 1% al 3% de la extensión. Aquí es donde ocurre la transición entre deformación elástica y deformación plástica, donde sobrevendrá un flujo viscoelástico evidente seguido de un sucesivo flujo plástico, extendiendo la probeta del 5% al 10 % de la deformación. Se aprecia un decaimiento en la curva esfuerzo vs. deformación ingenieril.

Si el estiramiento continúa se formará en la probeta una estrangulación en algún lugar de la longitud de trabajo, disminuyendo la magnitud del esfuerzo ingenieril hasta estabilizarse (punto c). Esta estrangulación se estirará en ambas direcciones y continuará alargándose hasta que la longitud completa de la probeta haya alcanzado la fuerza necesaria para permanecer constante. Una causa específica del inicio de la estrangulación en las probetas, se debe a la geometría de la probeta. Por lo tanto, se han observado las siguientes particularidades:

- Si la sección transversal de la probeta es apreciablemente menor en algún lugar, pero la probeta es homogénea en las otras secciones, la estrangulación ocurrirá en ese lugar
- Si el volumen libre es ligeramente mayor o si el material no es homogéneo en la región ocurrirá la estrangulación

En la estabilización del estrangulamiento, la probeta presenta una resistencia a la deformación comenzando la propagación del cuello o estirado en frío, la cual se muestra en el punto d. Tal alargamiento le proporcionará un endurecimiento a la probeta, incrementando la fuerza. En condiciones de temperaturas elevadas se observa una deformación homogénea del cuello con una extensión muy larga, que en ocasiones es mayor al 500% de la deformación. Debido a que la deformación del material continúa, la resistencia del material comienza a ser muy grande y el esfuerzo comienza nuevamente a incrementarse hasta llegar a la ruptura (punto e). El esfuerzo en este punto se conoce como punto máximo de resistencia a la tracción del material.

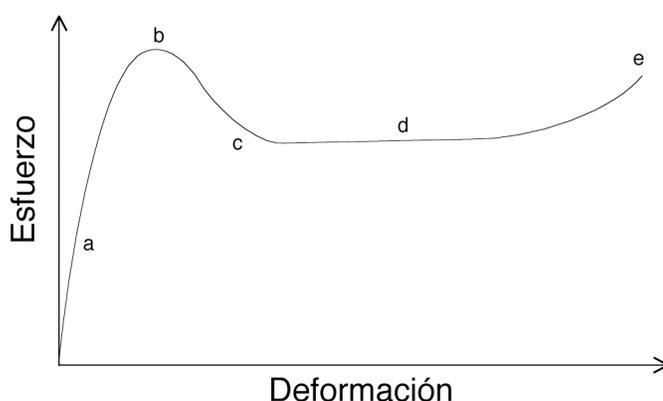


Figura 2.13. Curva típica de un ensayo de tracción de un termoplástico.

El módulo es la medida de la rigidez del material. En los plásticos el inicio de la curva es no lineal, entonces el módulo elástico del material no se calcula como tradicionalmente se hace para los materiales metálicos. Los métodos más utilizados para calcular el módulo en los polímeros son el método del módulo tangente y el método del módulo secante a una deformación específica, que usualmente es la inicial, al 1% y al 2% para el módulo tangente y del 1% y al 2% para el módulo secante.

Para calcular el módulo tangente se deriva la función de los datos y se evalúa a la deformación específica para conocer la razón de cambio:

$$E_T(\epsilon) = \frac{d\sigma(\epsilon)}{d\epsilon} \quad (2.26)$$

Para calcular el módulo secante se evalúa la función de los datos a la deformación específica:

$$E_s(\varepsilon) = \frac{\sigma(\varepsilon)}{\varepsilon} \quad (2.27)$$

El área bajo la curva del ensayo de tracción es una medida de la tenacidad del material. La tenacidad es la cantidad de energía que un material puede absorber antes de romperse. Se calcula integrando el área bajo la curva del ensayo esfuerzo vs. deformación:

$$\text{Tenacidad} = \int_0^{\infty} \frac{d\sigma}{d\varepsilon} d\varepsilon \quad (2.28)$$

y sus unidades son  $J/m^3$ .

#### 2.4.5 Efecto de la velocidad de deformación y la temperatura en los ensayos de tracción

Las propiedades mecánicas de los polímeros son enormemente afectadas por la temperatura y la rapidez de deformación. En la Figura 2.14 se muestra esquemáticamente que a una velocidad de deformación constante la curva esfuerzo vs. deformación cambia con el incremento de la temperatura. A bajas temperaturas, como en la curva de 25°C, el esfuerzo se eleva casi linealmente con el incremento de la elongación hasta el punto de ruptura, ocurriendo una fractura de manera frágil. Si se aumenta un poco la temperatura, como en el caso de los 0°C se observa un punto de cedencia y la carga cae antes de ocurrir la ruptura. Si se continúa aumentando la temperatura, puede observarse que bajo ciertas condiciones, se forma un estrangulamiento (25°C), ocurre el endurecimiento por deformación (entre los 50° y 60°C) y el resultado es un estiramiento en frío de la probeta. Las extensiones en el caso de las temperaturas elevadas son muy largas, por arriba del 1000%.

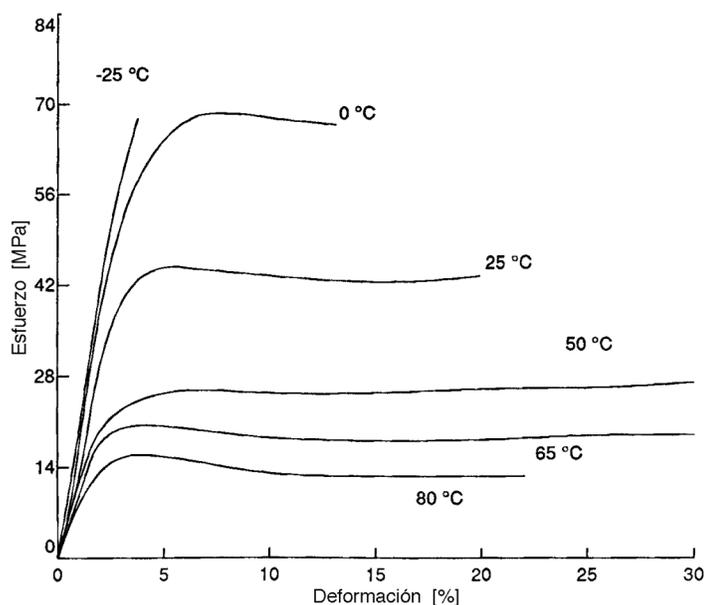


Figura 2.14. Influencia de la temperatura en las propiedades mecánicas de los polímeros.

Smith y sus colaboradores [9, 10] estudiaron extensamente la influencia de la velocidad de la deformación y la temperatura en las propiedades a la tracción de los elastómeros y polímeros amorfos. Midieron la variación de la resistencia a la tracción y la última deformación como una función de la velocidad de deformación para cierto número de elastómeros. Los resultados que obtuvieron a diferentes temperaturas los sobrepusieron mediante deslizamientos a lo largo del eje de la velocidad de deformación. Los factores de deslizamiento que calcularon a partir de la superposición tanto de la resistencia a la tracción como de la última deformación, tomaron la forma de la predicción por la ecuación WLF. Estos resultados sugieren que el proceso de fractura está dominado por los efectos viscoelásticos; excepto a muy bajas velocidades de deformación y en altas temperaturas, donde las cadenas moleculares tienen una completa movilidad. Bueche trató éste problema teóricamente [11] y obtuvo la forma observada por la dependencia de la resistencia a la tracción sobre la velocidad de deformación y la temperatura. Si se observa la Figura 2.14 el módulo elástico y el esfuerzo a la cedencia a la tracción en todos los polímeros dúctiles se incrementan respectivamente con la disminución de la temperatura y viceversa.

## 2.5 Ensayo de resistencia a la fatiga

Muchos productos suelen soportar cargas continuas o cíclicas durante cientos o miles de horas. Tales productos incluyen tanques de almacenaje, tanques de combustible, recipientes, anaqueles, aspas de ventilador, armaduras de motores, mangueras y tuberías hidráulicas y neumáticas, entre otros. En algunos casos, se ejercen cargas durante largos períodos de tiempo con una deformación constante como en los empaques. Tales cargas aplicadas repetidamente provocan que el material pierda su resistencia muy por debajo del punto de cedencia.

En los polímeros la fallas inician en microcavidades alrededor de moléculas que están esforzadas repetidamente. Dependiendo de la naturaleza del polímero, estas microfisuras eventualmente se manifestarán en un esfuerzo blanquecino, agrietamientos o en fracturas. Por lo tanto, las cargas repetidas continuas resultan en falla a la fatiga.

Típicamente mientras se incrementa el nivel del esfuerzo ejercido repetidamente a la probeta, el espécimen disminuye la habilidad de soportar las cargas. Por ésta razón, se realizan experimentos dinámicos donde se estudia el esfuerzo aplicado como función del número de ciclos a los cuales se le somete al material. El análisis de estos resultados proporciona la resistencia de la fatiga del material para un número determinado de ciclos. Usualmente se conocen como curvas “ $S - N$ ” donde  $S$  es el esfuerzo y  $N$  son los números de ciclos a la ruptura (Figura 2.15).

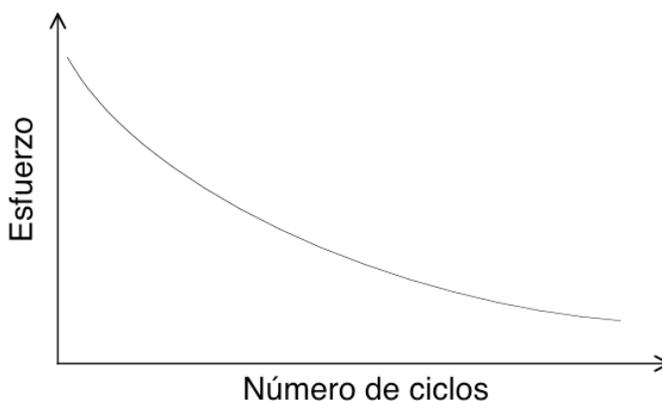


Figura 2.15. Respuesta a la fatiga típica de un polímero.

Para obtener éstas curvas se somete una probeta del material a tensiones cíclicas con amplitud menor al valor del esfuerzo de cedencia. Se cuentan los ciclos hasta la ruptura. Este procedimiento se repite en la siguiente probeta la cual se fatigará a una amplitud menor que su predecesora. Se reúnen los datos y se muestran los resultados del esfuerzo contra el logaritmo del número de ciclos a la fatiga. En algunos materiales la curva  $S - N$  se hace horizontal para valores grandes de  $N$ , es decir, existe un límite de fatiga por debajo del cual la ruptura no ocurrirá.

La naturaleza del procedimiento experimental puede afectar notablemente la forma de la curva  $S - N$ . Andrews [12] recomienda seguir la siguiente guía:

- El sistema de esfuerzo debe utilizar un tipo de onda característico, típicamente senoidal
- La amplitud del esfuerzo deberá fijarse,  $\Delta\sigma$
- Tener una frecuencia fija de oscilación experimental
- La temperatura ambiental o interna se debe conocer y mantener constante
- La geometría entre las probetas debe ser idéntica
- La amplitud del esfuerzo debe variar alrededor de un valor medio, por lo cual se determina el promedio del esfuerzo máximo y mínimo en cada ciclo:  $\sigma_m = (\sigma_{\text{máx}} + \sigma_{\text{mín}})/2$

Para los sólidos elásticos sometidos a cargas cíclicas, el esfuerzo y la deformación estarán en fase y se relacionarán por un valor del módulo a cualquier frecuencia. Por el contrario, para un material viscoelástico, existe un retraso entre el esfuerzo y la deformación. Se obtiene un conocimiento invaluable del comportamiento viscoelástico de los polímeros estudiando la respuesta obtenida al someterlos a una frecuencia fija y a un esfuerzo oscilante. El efecto de la dependencia del tiempo en los sólidos viscoelásticos lineales se ejemplifica por el retraso de fase observado entre el esfuerzo y la deformación. Este efecto varía de acuerdo a las condiciones del experimento tales como frecuencia y temperatura. El valor de módulo estará en función del tiempo y será diferente en cada ciclo. En la Figura 2.16 se muestra un programa de esfuerzo.

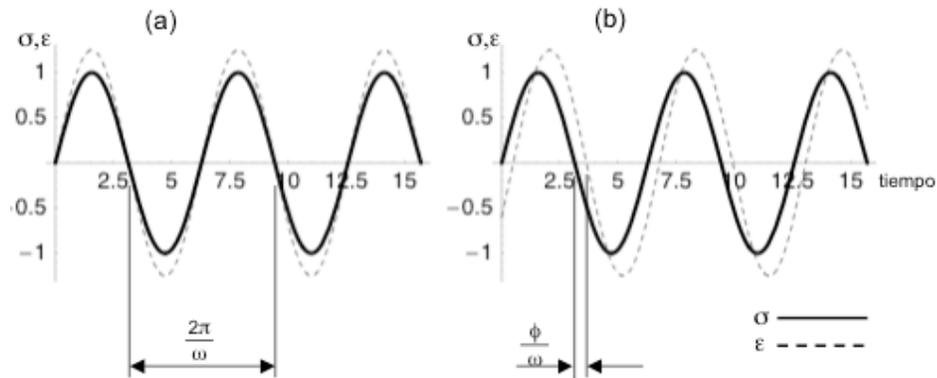


Figura 2.16. Relación esfuerzo-deformación para un material elástico (a) y un material viscoelástico (b).

Para un cuerpo elástico y un cuerpo viscoelástico el esfuerzo será:

$$\sigma = \sigma_0 \text{sen}(\omega t), \quad (2.29)$$

por lo tanto, la deformación en un sólido elástico será:

$$\epsilon = \epsilon_0 \text{sen}(\omega t) \quad (2.30)$$

y en un sólido viscoelástico será:

$$\epsilon = \epsilon_0 \text{sen}(\omega t + \phi) \quad (2.31)$$

donde:  $\sigma_0$  y  $\epsilon_0$  son la amplitud del esfuerzo y la deformación y  $\phi$  es el desfase.

## 2.6 Ensayo de relajación de esfuerzos.

Otro fenómeno relacionado con la viscoelasticidad en los materiales poliméricos es la relajación de esfuerzos. En éste los esfuerzos disminuyen conforme pasa el tiempo al someter a un material viscoelástico a una deformación constante. Tales efectos de relajación en los polímeros deben incorporarse en los procedimientos de diseño de un producto.

El fenómeno de relajación de esfuerzos se puede explicar analíticamente por medio del modelo de Maxwell. El arreglo experimental más conveniente para medir la relajación de esfuerzos es el modo de tracción o compresión. Usualmente este ensayo se practica con el mismo equipo que el empleado en los ensayos de tracción uniaxial. La probeta se sujeta en las mordazas, se ejerce una deformación instantánea menor al esfuerzo de cedencia y se mide la caída de la fuerza mediante la celda de carga. Para un sólido viscoelástico lineal el esfuerzo inicial será proporcional a la deformación instantánea aplicada, pero disminuirá con el paso del tiempo. Para polímeros lineales amorfos sometidos a altas temperaturas, el esfuerzo eventualmente decaerá hasta llegar a cero.

Asumiendo de que se trata de un comportamiento viscoelástico lineal se define el módulo de relajación de esfuerzos como:

$$E_r = \frac{\sigma(t)}{\epsilon}. \quad (2.32)$$

## **2.7 Proceso de conformado en los termoplásticos**

Existen una gran variedad de técnicas que se emplean para el conformado de materiales poliméricos. El conformado es el término genérico para convertir un polímero en bruto y sus aditivos, en productos útiles para el consumo. Los métodos empleados para los termoplásticos dependen de diversos factores:

- La temperatura a la cual reblandecen
- La estabilidad atmosférica del material al cual se le comienza a dar forma
- La geometría y tamaño del producto terminado

El desempeño final del producto depende de la selección adecuada del polímero y sus aditivos. Normalmente el conformado de materiales termoplásticos ocurre a temperaturas elevadas y mediante la aplicación de carga. Esto se debe a que los termoplásticos se conforman por encima de su temperatura de transición vítrea (si es amorfo) o por encima de su temperatura de fundición (si es semicristalino). Estas propiedades de los termoplásticos resultan en un beneficio económico ya que se pueden reciclar.

Los métodos de conformado de termoplásticos más comunes son la extrusión (para piezas largas de sección constante), la inyección en moldes (para piezas complicadas), el termoformado y el moldeo por soplado. En este trabajo se estudiará un producto fabricado por extrusión, entonces se explicará brevemente este proceso.

### **2.7.1 Relación entre orientación y propiedades mecánicas**

Tan pronto como una fundido de moléculas poliméricas de cadenas largas se hace fluir, existirá un diferencial de velocidad entre las capas externas cercanas a una superficie estacionaria y las capas centrales, resultado de la viscosidad del fundido. Estas fuerzas cortantes alinearán al menos una parte de las cadenas en la dirección del flujo. Cualquier parte plástica formada por extrusión o por inyección mostrará éste fenómeno en cierto grado. Particularmente durante el proceso de extrusión ocurrirá un estiramiento adicional mientras se empuja el fundido. Ya que la orientación también ocurre relativamente a altas temperaturas, la fuerza de empuje es usualmente baja. Esto permitirá a secciones de moléculas adyacentes deslizarse fácilmente entre cada una.

Una orientación significativa en las cadenas poliméricas puede alcanzarse cuando se ejercen elevadas fuerzas cortantes a bajas temperaturas, las cuales son cercanas a la temperatura de transición vítrea. Bajo tales circunstancias un segmento de cadenas poliméricas adicionales de las moléculas originalmente enrolladas se alinearán en la dirección del empuje, dejando pocos segmentos de cadenas remanentes en la dirección transversal. Usualmente a un proceso de calentamiento le sigue uno de encogimiento para estabilizar el producto orientado. Por esta razón no ocurrirán cambios dimensionales cuando se someta al producto a elevadas temperaturas.

La razón más importante para orientar materiales poliméricos es la posibilidad de mejorar sus propiedades mecánicas. En un nivel molecular las propiedades a la tracción siempre son más altas en la dirección de los enlaces covalentes en la cadena carbono-carbono que en la dirección transversal dominada por los débiles enlaces Van der Waals.

## 2.8 Referencias

- 
- [1] Ward Ian M., **1993**, *An introduction to the mechanical properties of solid polymers*, Editorial John Wiley & Sons Ltd., Inglaterra.
- [2] Gui-Fang Shan, Wei Yang, et al., **2005**, Double yielding behaviors of polyamide 6 and glass bead filled polyamide 6 composites, *Polymer Testing*, vol. 24, p. 704-711.
- [3] Siviour C.R., Walley S.M. et al., **2006**, Mechanical behaviour of polymers at high rates of strain, *Journal de Physique IV (Proceedings from the 8th International Conference on Mechanical and Physical Behaviour of Materials under Dynamic Loading, Dijon, France, 11-15 September 2006)*, vol. 134, p. 949-955.
- [4] Aklonis John J. y MacKnight William J., **1983**, *Introduction to polymer viscoelasticity*, Editorial John Wiley & Sons, EEUU, p. 139-188.
- [5] Progelhof Richard C. y Throne James L., **1993**, *Polymer engineering principles: properties, processes, and tests for design*, Editorial Carl Hanser Verlag, Munich, Alemania.
- [6] Riande Evaristo, et al, **1999**, *Polymer Viscoelasticity: stress and strain in practice*, Editorial Marcel Dekker Inc., Nueva York, EEUU, p. 394-422.
- [7] Williams, M. L., Landel R. F., y Ferry J. D., **1955**, Temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass forming liquids, *J. Am. Chem. Soc.* 77, p. 3701-3706
- [8] Ferry J.D., **1961**, *Viscoelastic Properties of Polymers*, Editorial John Wiley and Sons, Nueva York, EEUU.
- [9] Smith Thor L., 1958, Dependence of the ultimate properties of a GR-S rubber in strip rate and temperature, *Journal of Polymer Science*, vol. 32, número 124, p. 99-113.
- [10] Smith Thor L. y Stedry Paul J., **1960**, Time and temperature dependence of the ultimate properties of an SBR rubber at constant elongations, *Journal of Applied Physics*, vol. 31, número 11, p 1892-1898.

---

[11] Bueche F., **1955**, Tensile strength of plastics above the glass temperature, *Journal of Applied Physics*, vol. 26, número 9, p. 1133-1140.

[12] Andrews E. H. en Brown W., Editor, **1969**, *Testing of Plastics, Vol. 4*, Editorial Wiley-Interscience, Nueva York, p 128.

# CAPÍTULO 3

## Desarrollo Experimental

### 3.1 *Material*

Está reportado en la literatura [1, 2], que la dirección de las cadenas poliméricas en los termoplásticos se orienta preferentemente en la dirección de la inyección o extrusión. Uno de los objetivos del proyecto fue caracterizar el comportamiento mecánico del material tanto en la dirección longitudinal como en la transversal, con base en el sentido de extrusión.

Se analizaron muestras de polietileno de alta densidad cortadas de tubería lisa. Esta tubería se utiliza en redes de distribución de agua potable, las cuales trabajan a presión. Las dimensiones del tubo son: diámetro externo  $16.75 \pm 0.05$  cm., el espesor es de  $11.19 \pm 0.31$  mm. El tubo se fabricó en México por VALTIC SA de CV, el 20 de mayo del 2004. Las especificaciones del fabricante son: tubo PEAD Tipo III de 6", 150 mm, RD 17,  $7.02$  kg/cm<sup>2</sup>.

Los materiales utilizados en tuberías de polietileno se designan según la norma ASTM D1248. En la norma se identifica la densidad nominal del polietileno según el tipo: Tipo I es para baja densidad ( $0.910$  a  $0.925$  g/cm<sup>3</sup>), Tipo II para media densidad ( $0.926$  a  $0.940$  g/cm<sup>3</sup>), Tipo III para alta densidad ( $0.941$  a  $0.959$  g/cm<sup>3</sup>) y Tipo IV para densidades arriba de  $0.960$  g/cm<sup>3</sup>. El diseño de una tubería de polietileno para fluidos a presión está basado en el radio dimensional, RD. El RD es la razón del diámetro exterior de la tubería a su mínimo espesor de pared. En el caso del material empleado en la investigación, RD 17 significa que el diámetro de la tubería es 17 veces el grosor de la pared. A valores altos de RD, la pared es delgada en comparación con el diámetro exterior; a valores bajos, la pared es gruesa en comparación con el diámetro exterior de la tubería.

Para conocer las propiedades térmicas del material y su comportamiento con los cambios de temperatura, se tomaron muestras para practicarle al material análisis de termogravimetría, análisis

termomecánico y calorimetría diferencial de barrido. Las gráficas reportadas de los análisis térmicos del material se muestran en el Apéndice.

Del análisis de termogravimetría realizado en atmósfera de nitrógeno, se definió que la reacción de descomposición por temperatura comienza a una temperatura de 417°C (Figura A 1). El análisis termomecánico en atmósfera de aire, reporta que ocurre el cambio en las dimensiones del material por efecto de la temperatura a los 135°C (Figura A 2). Finalmente, en el reporte de la calorimetría diferencial de barrido en atmósfera de nitrógeno, se señala que la temperatura de fusión comienza a los 122°C consumiendo una energía de 290 J/g (Figura A 3). Estos resultados garantizan que por debajo de los 80°C no existen modificaciones físicas o de fase, que impidan emplear del principio de superposición tiempo-temperatura.

### 3.2 Preparación de las probetas

La geometría de las probetas se eligió tomando en cuenta la establecida en la norma ASTM D638. Se seleccionó el Tipo V de la norma, ya que tiene las dimensiones adecuadas para cortar las probetas directamente del tubo. Se muestra la geometría y las dimensiones de las probetas que se utilizaron en los experimentos en la Figura 3.1.

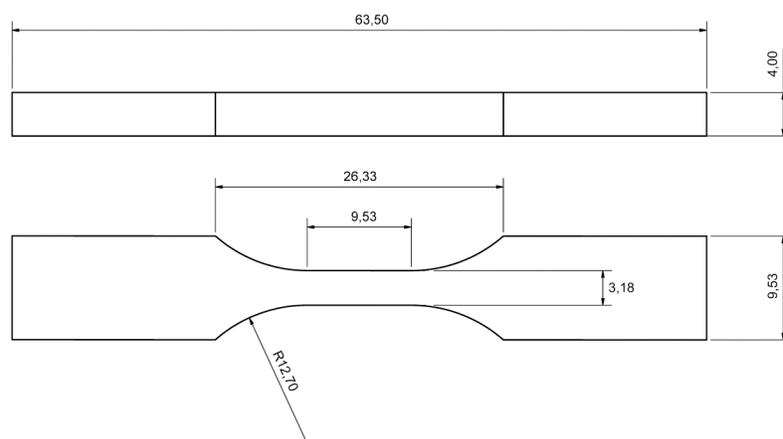


Figura 3.1. Dimensiones de la probeta Tipo V de la norma ASTM D638. Cotas en mm, sin escala.

Se cortaron secciones rectangulares del tubo para obtener juegos de 3 piezas por sección rectangular. Al cortar estas secciones, se observó que el material tenía esfuerzos residuales ya que la pared del tubo se contraía hacia su interior en cada corte. Se dejaron estabilizar por algunos días éstas secciones hasta que se detuviera la contracción del material. Las probetas se cortaron en una fresadora con control numérico en la dirección axial y en la transversal con respecto a la extrusión del tubo (Figura 3.2).

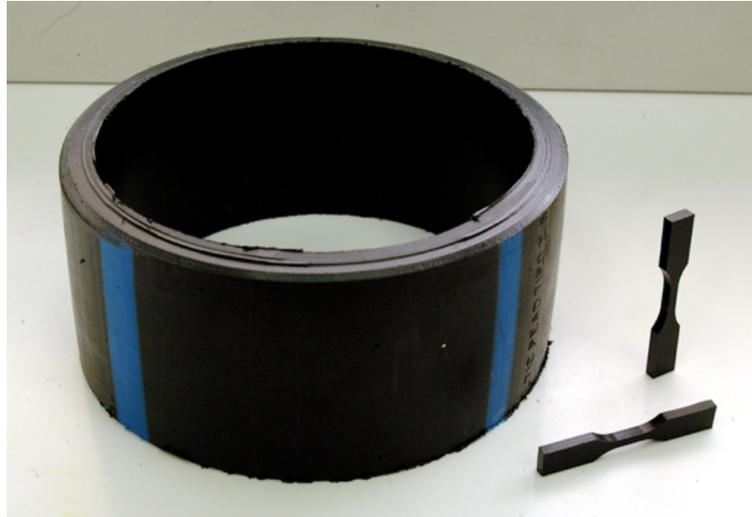


Figura 3.2. Material empleado y probetas cortadas del tubo.

Cada probeta se midió e identificó con la siguiente nomenclatura: las probetas longitudinales con la letra L, después en números arábigos sucesivamente comenzando con el 01 y la letra N, ejemplo: L02N, L06N; las probetas transversales con la letra T, después números romanos del 1 al 3 y después una letra mayúscula empezando por la A que se repite en los tres números romanos para después continuar con la B sucesivamente, ejemplo: TIA, ..., TIIIA, TIB, ... etc. En la sección de Apéndices se muestra una relación de las dimensiones de las probetas y el experimento en el que fueron utilizadas.

### **3.3 Preparación del marco de carga**

Para realizar los experimentos en el marco de carga MTS, se diseñó un horno con control de temperatura. El horno lo fabricó la compañía RIOSSA y se estuvo supervisando la fabricación hasta

el momento de su entrega. Para montar el material en el marco de carga se diseñaron los siguientes accesorios: un par de mordazas en acero inoxidable, un travesaño para empotrar una mordaza, una barra para extender la distancia entre la otra mordaza y la celda de carga y se realizaron modificaciones a una placa para sujetar las barras de empotramiento del travesaño. Estos accesorios se fabricaron en el taller del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM. El sistema completo armado se muestra en la Figura 3.3.

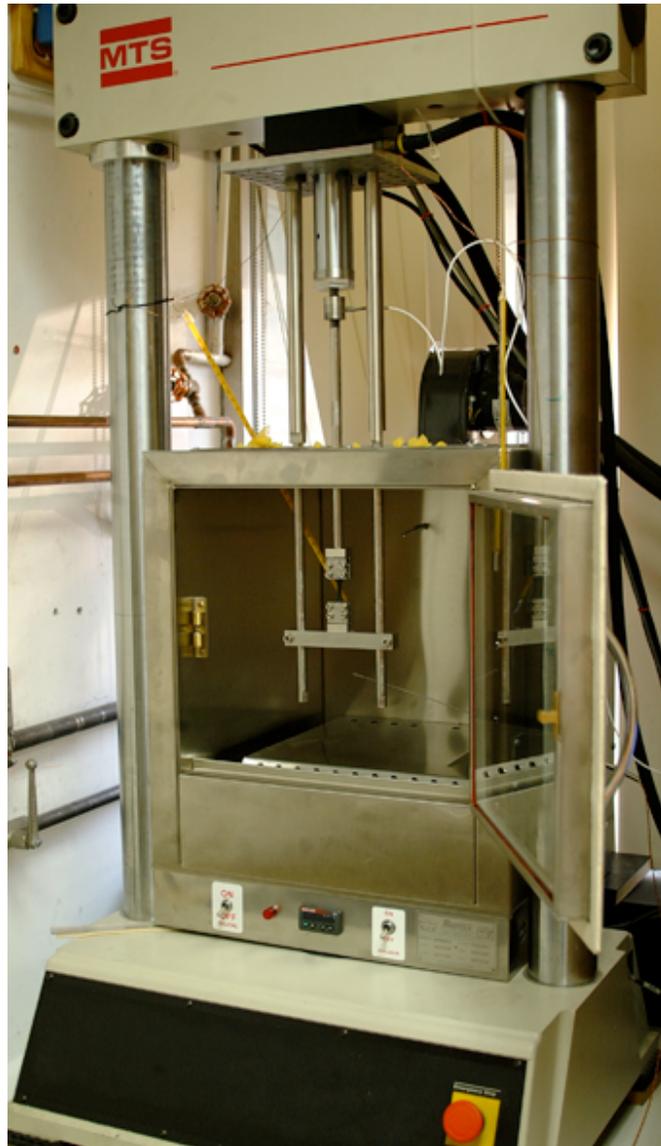


Figura 3.3. Montaje de horno, mordazas y celda de carga en el marco de carga MTS.

El marco de carga tiene un espacio de trabajo que comprende un área de 460 mm de base por 900 mm de altura. Se fabricó un horno cuyas dimensiones no excedieran el área permitida. El horno cuenta con: una puerta de vidrio templado para observar los experimentos y montar las probetas, control de temperatura al frente del horno, agujeros en el techo y a un lado con separaciones de 10 y 20 mm para atravesar barras que soporten los accesorios o para pasar dispositivos (Figura 3.3).

Las mordazas están fabricadas en acero inoxidable y diseñadas específicamente para sujetar la geometría específica de estas probetas. El travesaño se diseñó con una muesca en la cara donde se coloca la mordaza para que en el acoplamiento embonara y se previniera alguna rotación. Las mordazas y el travesaño se maquinaron en fresadora con control numérico para asegurar el centrado de la probeta. La mordaza se sujeta con un tornillo a la base del travesaño. El travesaño se sujeta a dos barras que atraviesan el horno y se atornillan a una placa acoplada a la base del pistón (Figura 3.4).

Las barras donde se colocó el travesaño, tienen un diámetro de 12 mm y se encuentran dentro del horno. Para aumentar la rigidez del empotramiento se usaron barras de 20 mm, las cuales están fuera del horno. Con la barra de extensión se dejó fuera del horno a la celda de carga. Esta barra se maquinó para unirse a la celda y a la mordaza con roscas internas de 1/4-28 UNF. Finalmente se montó el horno, se conectaron los accesorios y se comprobó la rigidez del sistema registrando en video algunas pruebas. Estas imágenes se analizaron e hicieron posible que se realizaran pequeños ajustes. Para comprobar que el control de la temperatura funcionara correctamente, se colocó un termómetro en el cual se hacían las comparaciones entre el control y el ambiente dentro del horno.

De algunos experimentos previos realizados en la máquina Instron, se registraron 300 N como la fuerza máxima a la tracción de las probetas de PEAD. Por lo tanto, se utilizó una celda de carga de 100 lb equivalente a 445 N para que se adquirieran datos con la resolución óptima. Ésta celda de carga se calibró con masas en la dirección de la tracción. Se definieron 5 intervalos de 85 N que van de 0 a 425 N. Se realizaron tres lecturas de subida y bajada, a las cuales se les realizó un ajuste lineal para conocer la correspondencia entre mV y N. Mediante el ajuste se calculó la función para convertir los datos y la incertidumbre asociada. En la Figura 3.5, se muestran las lecturas de calibración y el ajuste de una función a las lecturas efectuadas.



Figura 3.4. Detalle de las mordazas y el travesaño interno con el montaje de una probeta de polietileno.

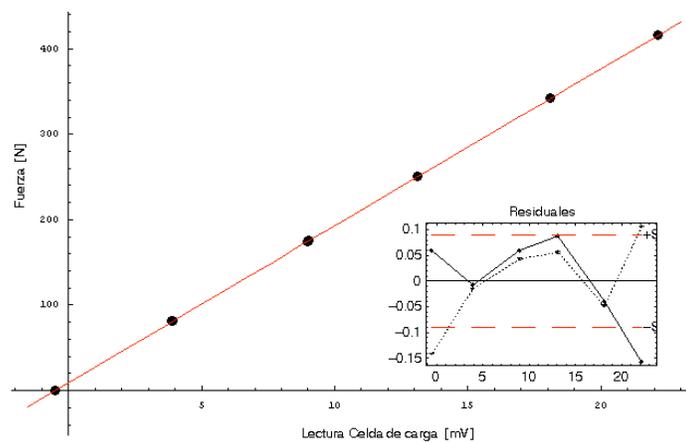


Figura 3.5. Gráfica de la función ajustada a los datos y los residuales de los datos respecto al ajuste.

La función de conversión  $f_{conv}$  para pasar los datos de la celda de carga de mV a N es:

$$f_{conv} = 9.15 \pm 0.04 + 18.373x \pm 0.003. \quad (3.1)$$

### 3.4 Adquisición de datos

Del sistema de adquisición de datos, se realizaron varias versiones hasta llegar a la versión definitiva. En la primera se programó un instrumento virtual que se comunica con el controlador del equipo servohidráulico MTS mediante el puerto serie. Se realizaron experimentos previos de tracción uniaxial con este instrumento virtual para revisar la correcta adquisición de datos. Se comprobó que con la comunicación del puerto serie se adquieren de 14 a 15 datos por segundo. Con tal velocidad de comunicación y empleando velocidades del pistón por debajo de 10 mm/min, se adquiere una cantidad de datos suficiente. En pruebas con mayor velocidad del pistón y adquiriendo 14 datos por segundo resultan insuficientes para estudiar el comportamiento del material.

Para aumentar el número de datos adquiridos, se desarrolló un nuevo sistema para tomar señales de voltaje directamente del controlador. Esta versión se implementó con un sistema PXI de National Instruments. Al adquirir los datos con este nuevo instrumento virtual, se encontró que el voltaje que se lee de las tarjetas del controlador es de señal discreta. Este tipo de datos se muestran en la Figura 3.6.

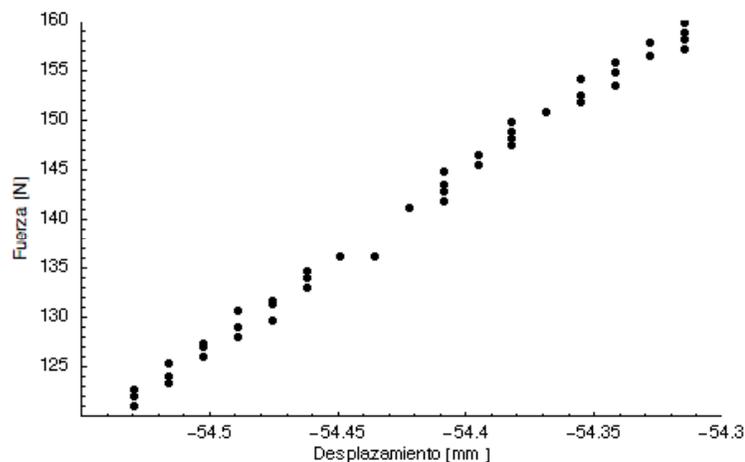


Figura 3.6. Datos obtenidos del controlador 407. Se observa que los datos son discretos tanto en el canal de desplazamiento como en el canal de fuerza.

Debido a que se realizaría la adquisición del canal de fuerza directamente de la celda de carga, se configuró un cable con un conector de entrada y dos conectores de salida. Uno de los conectores

de salida se acopló al controlador para que no se perdiera el control y el otro se conectó en la tarjeta de adquisición de datos. Se programó un instrumento virtual para que adquiriera los datos en mV, directamente de la celda de carga y del puerto serie del controlador. Este arreglo en el instrumento virtual, permitió adquirir datos sincronizados en el tiempo los cuales se corroboraban con el control. En esta nueva versión, se programó la visualización de las gráficas de los datos desplazamiento vs. fuerza en tiempo real, así como la adquisición de la temperatura interna del horno mediante un termopar. Se consideró al control del instrumento virtual como el instrumento estándar para el tiempo.

La última versión del instrumento virtual, adquiere simultáneamente datos de un ensayo de tracción uniaxial mediante comunicación del puerto serie de una PC y de una tarjeta de adquisición de National Instruments. Estos datos se dividen en dos archivos, cuyo nombre es “datos 407” y “datos PXI”, según de donde procede la señal. El primer archivo registra en un archivo de texto: tiempo, desplazamiento y fuerza. El siguiente archivo escribe los datos de: tiempo [s], desplazamiento [V], fuerza directa de la celda de carga [mV], fuerza leída del controlador 407 [V] y temperatura [°C]. Ambos archivos se guardan en la computadora en formato de texto con la extensión \*.dat. También se guarda un archivo con los errores registrados en la adquisición de datos, que le permite al usuario revisar el archivo y corregir el problema, ya sea que se haya llenado el buffer de la computadora o detenido la adquisición. Se muestra en la Figura 3.7 el panel de control con la versión final del programa de adquisición de datos de tracción uniaxial y en la Figura 3.8 el programa creado en LabView.

Debido a que se realizarían experimentos de relajación de esfuerzos y resistencia a la fatiga, se programaron nuevas versiones del instrumento virtual. Respecto a la relajación de esfuerzos, se modificó la visualización de las gráficas, para que aparecieran como tiempo vs. fuerza. Los archivos obtenidos tienen el mismo formato que el instrumento de tracción uniaxial. Para el instrumento que adquiere datos del ensayo de fatiga, se modificó la parte que adquiere la señal del puerto serie. El controlador 407 entrega los datos de pico y valle de una función periódica. Debido a que se quiere conocer la deformación del material a un esfuerzo constante, se solicita en esta versión del instrumento, los datos del pico y del valle, tanto del desplazamiento como de la fuerza para conocer el cambio del módulo durante la prueba.

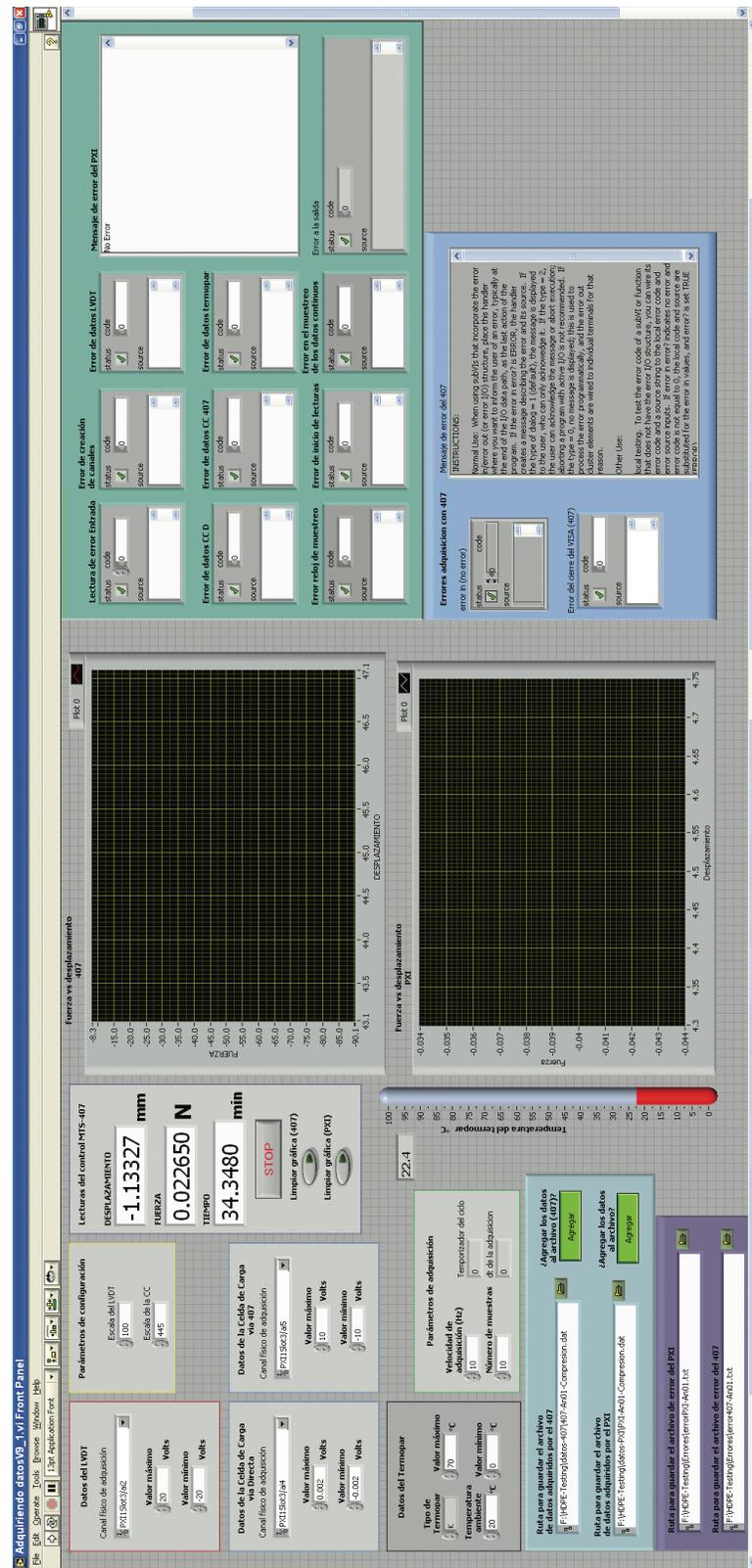


Figura 3.7. Vista del panel de control del Instrumento virtual para adquisición de datos.



### **3.5 Trabajo experimental**

Antes de iniciar cualquiera de los ensayos, se calentaba el actuador hidráulico con la ejecución de ciclos senoidales durante 15 minutos, para que el equipo alcanzara la temperatura de trabajo. A continuación se revisaba que los programas de adquisición de datos trabajaran tomando datos y generando los archivos con renglones y columnas con la información de los instrumentos. Se elegía una temperatura de trabajo, la cual se repetía en cualquiera de las probetas que se ensayaban durante el día.

El horno se precalentaba a una temperatura de 20°C; cuando alcanzaba esta temperatura, se abría la puerta del horno y se colocaba la probeta en las mordazas. Este paso se hacía lo más rápido posible, cuidando que la probeta estuviera centrada respecto al eje de tracción. En ensayos con velocidad de deformación igual o superiores a 10 mm/min, se colocaba en el interior del horno la siguiente probeta que se ensayaría para que alcanzara la temperatura de trabajo. Se cerraba la puerta del horno y ajustaba la temperatura de trabajo en el control de horno.

La estabilidad de la temperatura en el horno se conseguía después de 40 minutos. Con el termómetro adicional se revisaba que la temperatura estuviera de acuerdo a lo reportado por el control del horno. En su caso se procedía con el experimento, pero en caso contrario, se hacían los ajustes necesarios para lograr la temperatura correspondiente.

Una vez que se obtenía la temperatura de trabajo en el interior del horno, se ponía en funcionamiento el sistema de adquisición de datos para que hicieran lecturas entre 5 a 10 segundos antes de iniciar el experimento. De ésta forma se aseguraba que cualquier perturbación quedara registrada en el momento en el que comenzaba a moverse el actuador servohidráulico. Después de que transcurrían los 5 segundos se ponía en marcha el experimento. Se registro en la bitácora alguna observación especial que ocurriera en cada experimento. Las probetas ensayadas se guardaron e identificaron para un análisis posterior.

Debido a que el procedimiento de corte de las probetas fue un trabajo artesanal y laborioso, no se contó con el número suficiente de muestras para hacer más que un ensayo de tracción por

temperatura, cuando lo mínimo necesario es ensayar tres probetas por condición. Se sabe que esto afecta considerablemente la investigación y es examinado en su análisis. Se escogieron por lo tanto tres intervalos de temperaturas para realizar los experimentos. La escasa cantidad de probetas impidió que se comprobara la repetibilidad de los datos en todos los intervalos de velocidad de deformación y temperatura. Los ensayos de tracción uniaxial se resumen en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Ensayos de tracción uniaxial.

Orientación del corte de las probetas	Temperatura experimental [°C]	Velocidades de deformación [mm/min]				
		0.1	1	10	100	500
Longitudinal	25	0.1	1	10	100	500
	50		1	10	100	500
	70		1	10	100	500
Transversal	25	0.1	1	10	100	500
	50		1	10	100	500
	70		1	10	100	500

De los ensayos de tracción uniaxial se comprobó que las probetas con corte transversal rompían a una velocidad de deformación de 500 mm/min. En ésta velocidad, se hicieron experimentos con intervalos de temperatura de 10 °C, para tener una mejor resolución de las propiedades de la curva esfuerzo vs. deformación. Al obtener más puntos en éstas condiciones se podrían tomar como referencia en la extensión del principio de superposición tiempo-temperatura. En la Tabla 3.2 se muestran las temperaturas utilizadas en las probetas sometidas a la velocidad de deformación de 500 mm/min.

Tabla 3.2. Temperatura de los ensayos de tracción uniaxial con velocidad de deformación de 500 mm/min.

Orientación del corte de las probetas	Velocidad de deformación [mm/min]	Temperatura experimental [°C]
Transversal	500	25
		40
		50
		60
		70

Para efectuar los experimentos de relajación de esfuerzos, se siguieron los mismos procedimientos para preparar el horno, el equipo servohidráulico y el sistema de adquisición de datos, que los descritos para los ensayos de tracción uniaxial. Ya que el ensayo de relajación de esfuerzos consiste en deformar la probeta una longitud determinada a una velocidad instantánea y medir como cambia el esfuerzo en función del tiempo, se ajustó el controlador servohidráulico. En el control la velocidad de deformación se ajustó a 9000 mm/min, que es la velocidad de deformación más rápida manejada por el controlador. Se muestran en la Tabla 3.3 los valores de las temperaturas experimentales:

Tabla 3.3. Ensayos de relajación de esfuerzos.

Orientación del corte de las probetas	Temperatura experimental [°C]	Duración del experimento [s]	Elongación instantánea en la probeta [mm]
Longitudinal	25	9200	1
	50	2500	
	70	3650	
Transversal	25	1100	1
	50	443	
	70	6280	

En un análisis previo de los resultados de tracción uniaxial, se corroboró que las probetas cortadas transversalmente tienen menor resistencia a la tracción. Debido a esto, se investigó la resistencia a la fatiga del material únicamente en éstas probetas. Para efectuar los experimentos de resistencia a la fatiga, se siguió el mismo procedimiento de preparación del horno, equipo servohidráulico y sistema de adquisición de datos empleado en los ensayos anteriores. Los experimentos de fatiga se realizaron a carga constante, con un ciclo senoidal a 1 Hz de frecuencia fija y a una sola temperatura. Se utilizaron diferentes amplitudes de la carga aplicada a diferentes probetas, las cuales se muestran en la Tabla 3.4. La amplitud de la carga mínima se ajustó para que fuera de 0 N, por lo tanto, los experimentos fueron únicamente de tracción.

Tabla 3.4. Ensayos de resistencia a la fatiga.

Orientación del corte de las probetas	Temperatura ambiental [°C]	Tipo de señal	Amplitud de la fuerza [N]
Transversal	25	Onda Seno a 1 Hz de frecuencia	200
			250
			260
			280
			290
			300

### 3.6 Referencias

[1] Maddams W. F. y Preedy J. E., **1978**, X-ray diffraction orientation studies on blown polyethylene films: I. Preliminary measurements; II. Measurements on films from a commercial blowing unit; III. High-stress crystallization orientation, *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 22, número 10, p. 2721-2737; 2739-2749; 2751-2759.

[2] Gilbert M., Hemsley D.A. y Patel S.R., **1987**, Effect of processing conditions on the orientation and properties of polyethylene blown film, *British Polymer Journal*, vol 19, número 1, p 9-23.

# CAPÍTULO 4

## Presentación de los resultados y discusión

### 4.1 *Presentación de los resultados y discusión*

Uno de los retos del presente trabajo es la interpretación de los resultados experimentales. Debido a la naturaleza de las probetas y en sí de los experimentos realizados, se desea que en los mismos esté reflejado el comportamiento de las propiedades del material en el tiempo. Desafortunadamente para el trabajo experimental no se proporcionaron el número suficiente de probetas de ensayo; por ésta razón, no se revisó la repetibilidad en los datos. Sin embargo, los experimentos realizados muestran consistencia interna, ya que al tomar una velocidad de deformación como referencia se pudo observar, que al aumentar la velocidad de deformación en los ensayos, las probetas dan gráficas de un material más rígido; y a menor velocidad de deformación, el material es más suave y la deformación alcanzada es mayor. Lo mismo sucedió al aumentar o disminuir la temperatura ambiental en los ensayos. Esto permite aumentar la confianza en que hay un nivel de consistencia en los resultados.

El análisis de la información y la manipulación de los datos obtenidos se realizó en el programa *Mathematica*. En este software se programó una metodología de análisis, ya que no se cuenta con medios automatizados para obtener la información. A continuación, se explicarán los pasos que se llevaron a cabo para obtener los resultados, tomando como referencia el análisis de la probeta TIIIIC. La temperatura ambiental para ésta probeta fue de 70°C y la velocidad de deformación fue de 500 mm/min. Este procedimiento se repitió en cada resultado.

Con el objeto de registrar cualquier cambio en la etapa inicial del experimento, el programa de adquisición capturó información antes de iniciar la deformación del material. Debido a esto, los datos de desplazamiento y fuerza no están sincronizados con el tiempo exacto en el que comienza la tracción. Por consiguiente, el tiempo cero debería de sincronizarse con los datos de fuerza y desplazamiento para que correspondan los sucesos en función del tiempo. En la Figura 4.1 se

muestran los datos de desplazamiento vs. tiempo y en la Figura 4.2 se muestran los datos de fuerza vs. tiempo. En ambas figuras se observa que el experimento comienza aproximadamente a los 5.5 segundos.

Para calcular el tiempo en el que comienza el experimento, se seleccionaron las columnas de los datos del tiempo y desplazamiento. Se elige un primer intervalo con los datos desde el tiempo cero y los datos antes de que se registre el movimiento, que forman una meseta inicial. Para este caso sería hasta los 5 segundos. Se efectúa el ajuste de los datos para obtener su función. Se elige un segundo intervalo de datos, tomándolos en un tiempo posterior al inicio, que en este caso es de 6 y hasta 15.5 segundos. Se realiza un ajuste por mínimos cuadrados a la pendiente seleccionada y se obtiene su función. Para calcular el tiempo en el que se inició cada experimento, se resuelve el sistema igualando las funciones. Este valor del tiempo en el que se inicia la deformación del material, se elige como el tiempo de referencia cero. Se recortan los datos anteriores al tiempo de referencia y se resta este valor a toda la columna del tiempo para que la referencia comience desde cero.

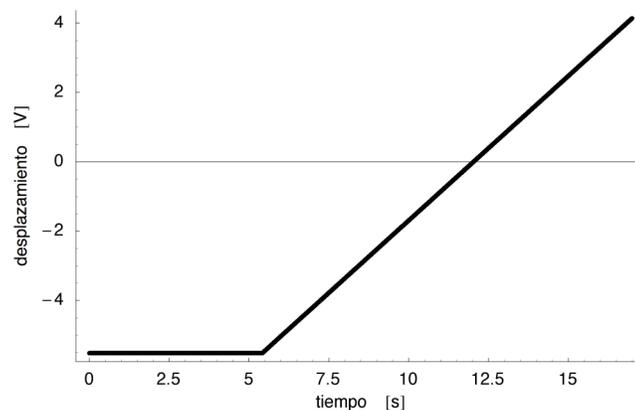


Figura 4.1. Gráfica de los datos desplazamiento del LVDT vs tiempo de un ensayo de tracción uniaxial.

Se puede observar en la gráfica de los datos de desplazamiento vs. tiempo de la Figura 4.1, que el desplazamiento comienza en  $-5$  Vcd. Esto se explica porque la referencia electrónica del cero del LVDT está en la mitad de la carrera del actuador servohidráulico. Sumando el valor del ajuste calculado a la meseta inicial de los datos, se desplazaron los datos del desplazamiento a la referencia cero.

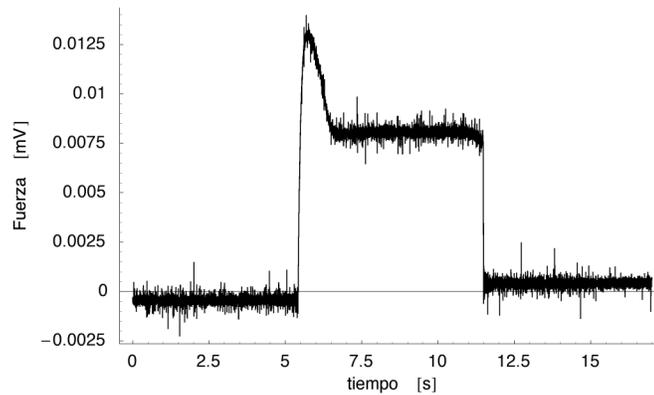


Figura 4.2. Gráfica con los datos fuerza vs. tiempo de un ensayo de tracción uniaxial.

Las unidades de los datos del desplazamiento y la fuerza, están en unidades de Volts y miliVolts respectivamente. Para convertir los datos en unidades de longitud, se sabe que en la escala del transductor de desplazamiento 1 Volt equivale a 10 mm. Por lo tanto, estos datos se multiplican por un factor de 10 para obtener milímetros y después se dividieron por la longitud de trabajo de la probeta para obtener la deformación. Para convertir los datos de fuerza en Newtons, se utilizó la ecuación ( 3.1 ). Se pueden observar los datos graficados de la fuerza vs. el desplazamiento en la Figura 4.3.

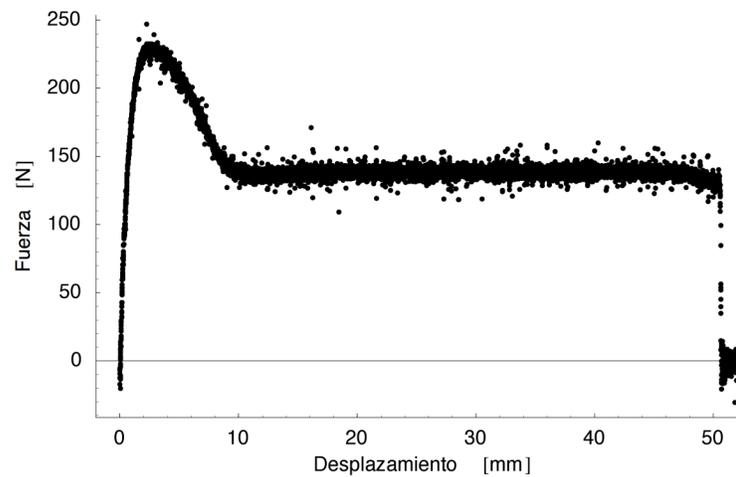


Figura 4.3. Gráfica de los datos de fuerza vs. desplazamiento.

Debido a los altos niveles de elongación del material, no fue posible colocar extensómetro o galgas extensométricas para medir la deformación de las probetas. Por ésta razón, se utilizaron los datos del desplazamiento del actuador servohidráulico para calcular la deformación del material.

Al realizarse la conversión de los datos experimentales en esfuerzo vs. deformación, se observó que el valor del módulo elástico del material en el ensayo a una  $T=25^{\circ}\text{C}$  @ 100 mm/min es de 512 MPa, el cual no coincide con el reportado en la literatura de 1 GPa [1, 2]. Se buscó evidencia de deslizamiento en las huellas de sujeción de las mordazas dejadas en las probetas para comprobar que hubiera deslizamiento o mal agarre, las cuales no se encontraron. La explicación que se encontró es que la geometría de la probeta no aísla la deformación ocasionada por la tracción en la zona de trabajo; más bien, la probeta también se deforma en la zona que tiene el radio de curvatura. Entonces la cooperación de ésta zona se debe considerar en el cálculo de la deformación, ya que en la probeta la longitud esbelta no es equivalente con la longitud real que se está deformando. Es decir, se considera que el cálculo de la longitud de la deformación incluya la longitud de la zona de trabajo junto con la longitud de la zona de transición de la probeta. Se propone calcular la deformación con base en el concepto de longitud equivalente, en función de la geometría de la probeta.

De la ecuación ( 2.6 ), se sabe que el esfuerzo en la región elástica es igual al módulo elástico por la deformación

$$\sigma = E\varepsilon$$

y de la ecuación para el cálculo de la deformación ingenieril se establece que la deformación es el cambio de la longitud entre la longitud inicial

$$\varepsilon = \frac{L - L_0}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0},$$

al sustituir ésta ecuación en la ecuación ( 2.6 ) y simplificar, se obtiene que:

$$L_0 = \frac{E \cdot \Delta L}{\sigma} = L_{eq} \quad (4.1)$$

La longitud inicial está en función del módulo elástico, el cambio de longitud y el esfuerzo calculado. Si se conocen estos datos entonces se podrá calcular la longitud equivalente a la cual se han sumado las contribuciones de la deformación en toda la geometría de la probeta.

La herramienta que se propone para obtener la longitud equivalente es el análisis de la probeta sometida a tracción uniaxial, en un programa de Elemento Finito. Para el análisis en elemento finito se utilizó el programa *FEMLab*, en el cual se importó la geometría tridimensional de la probeta dibujada en *Inventor*. Como es una geometría simétrica longitudinalmente, se eligió la mitad de la probeta para colocar una carga de tracción uniformemente distribuido en el área transversal de 500 MPa. En el otro extremo se colocaron las restricciones de movimiento, ya que es la frontera donde se termina la zona de sujeción de la mordaza. Se generaron automáticamente 3373 elementos y 16404 nodos. Se muestra la geometría que se analizó y los elementos finitos creados en el programa de análisis en la Figura 4.4.

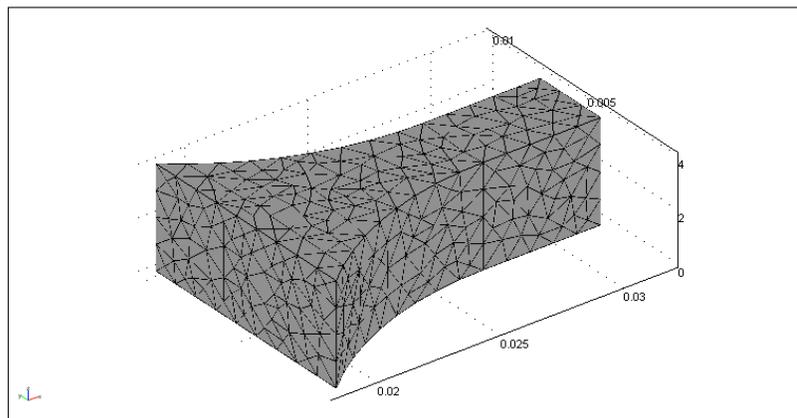


Figura 4.4. Malla con elementos finitos para analizar la geometría de la probeta.

El Aluminio es un material tradicional del cual se conoce perfectamente su módulo elástico, por lo tanto, es el material que se utilizará en la simulación. En el análisis del postproceso, se revisaron los resultados del desplazamiento total, en los cuales se obtuvo una deformación de  $7.712 \times 10^{-11} m$ , la cual se muestra en la barra del lado derecho de la Figura 4.5.

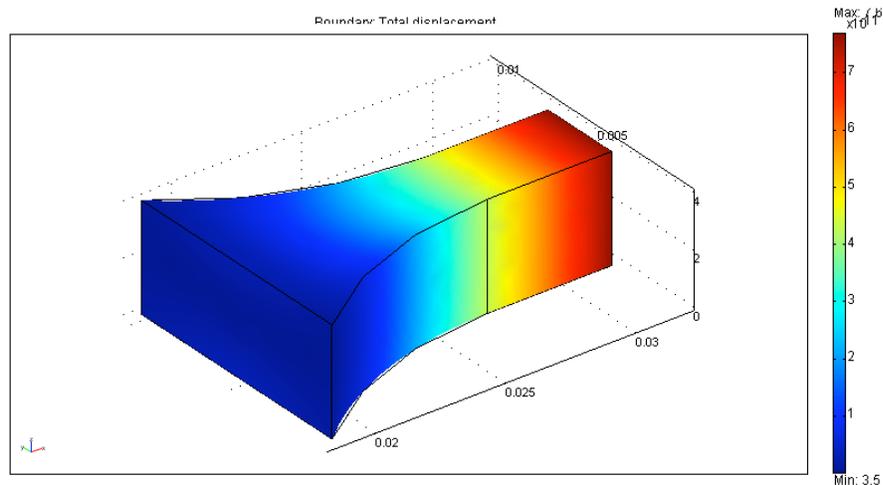


Figura 4.5. Resultados del desplazamiento total de la probeta.

Finalmente, para conocer la longitud equivalente se sustituyeron los valores del módulo elástico del Aluminio ( $E_{Al} = 70 \times 10^9 \text{ MPa}$ ) y el de la deformación calculada en el programa de Elemento Finito, en la ecuación ( 4.1 ):

$$L_{eq} = \frac{(70 \times 10^9 \text{ MPa})(7.712 \times 10^{-11} \text{ m})}{500 \text{ MPa}} \times 2 \approx 0.0216 \text{ m} \approx 21.6 \text{ mm}$$

En la conversión de los datos de desplazamiento a deformación, se empleó como la longitud inicial el valor obtenido para la longitud equivalente. Al tomar en cuenta la geometría de la probeta, los resultados de esfuerzo vs. deformación del módulo elástico correspondieron con el módulo de Young reportado anteriormente.

En el análisis en Elemento Finito, se calculó la distribución de los esfuerzos en la probeta. Estos resultados se muestran en la Figura 4.6. Se puede observar que en la sección de trabajo están concentrados la mayor cantidad de esfuerzos, pero hacia la parte donde comienza el radio se puede ver que los esfuerzos son altos más allá de la región transversal de trabajo. Se obtuvo un esfuerzo crítico de 533.987 MPa, en la región donde se comienza a dibujar el radio.

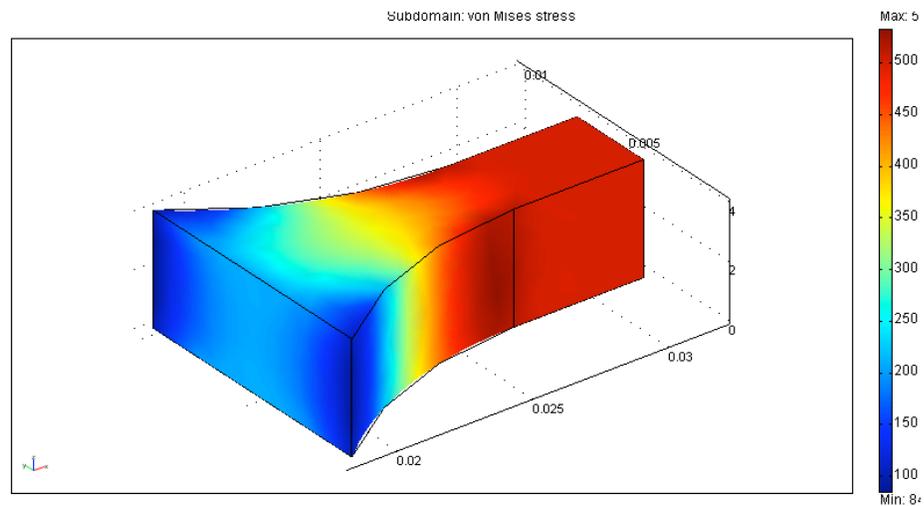


Figura 4.6. Resultados de los esfuerzos por la teoría de von Mises.

Se realizó nuevamente el cálculo de los datos en esfuerzo vs. deformación y los valores para el módulo elástico del polietileno corresponden con los reportados anteriormente. Se pueden observar los datos graficados de esfuerzo vs. deformación en la Figura 4.7.

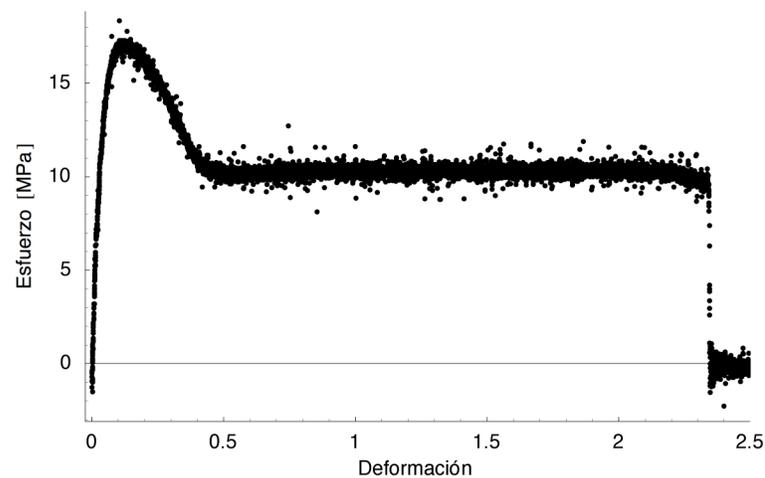


Figura 4.7. Gráfica con los datos de esfuerzo vs. deformación.

A continuación se hizo un ajuste lineal parabólico con mínimos cuadrados a los datos iniciales de cada prueba (para  $\epsilon \leq 0.02$ ), para deslizar todos los datos en el eje de la deformación, con la intención de que cruzaran por el origen. De esta manera, podría calcularse con mayor precisión las deformaciones del material, ya que de no hacerlo, se estaría tomando en cuenta la precarga que

ocasionan las mordazas al apretar la probeta. En la Figura 4.8 se observa un acercamiento de la curva esfuerzo vs. deformación con los datos ya deslizados y cruzando por el origen. En esta figura se incluye el cálculo de los residuales en el cual se observa que la dispersión de los datos se encuentra a  $\pm 0.5$  MPa con respecto al ajuste lineal.

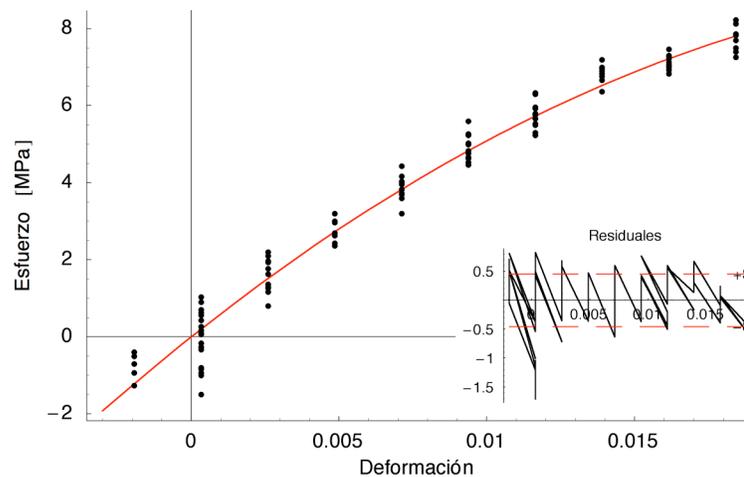


Figura 4.8. Ajuste de los datos con una función parabólica y desplazamiento de los mismos para cruzar por el origen.

En los experimentos de relajación de esfuerzos y resistencia a la fatiga también se adquirieron los datos antes de iniciar el movimiento del pistón. Por ésta razón se siguió el mismo procedimiento de deslizar los datos de tiempo a referencia cero y los datos del desplazamiento a que cruzaran por el origen de la curva fuerza vs. desplazamiento.

## 4.2 Caracterización de los experimentos de tracción uniaxial

A continuación se muestran de manera simplificada, las curvas esfuerzo vs. deformación de los ensayos de tracción uniaxial de las probetas con orientación longitudinal y transversal. Las curvas se agruparon en función de la temperatura ambiental del horno, por lo tanto, se obtuvieron gráficas para las temperaturas de 25°C, 50°C y 70°C respectivamente. En cada figura se muestra del lado izquierdo las curvas en toda la deformación aplicada y del lado derecho solo se muestra la deformación al 100% con el propósito de visualizar adecuadamente la región de la transición elástica a la plástica.

Al comparar la Figura 4.9 y la Figura 4.10 se observa que los valores del esfuerzo son similares, excepto por la probeta de las transversales a la velocidad de 500 mm/min, que es más frágil que el resto. En cambio, al observar lo que ocurre con la probetas en función de la deformación se puede observar que cualitativamente las probetas con orientación longitudinal y con velocidad de deformación menor a 100 mm/min, soportan mayor deformación a la tracción que las probetas con orientación transversal. En términos generales, se argumenta que esto ocurre porque hay una preferencia en la orientación de las cadenas poliméricas con respecto al sentido de la extrusión del material.

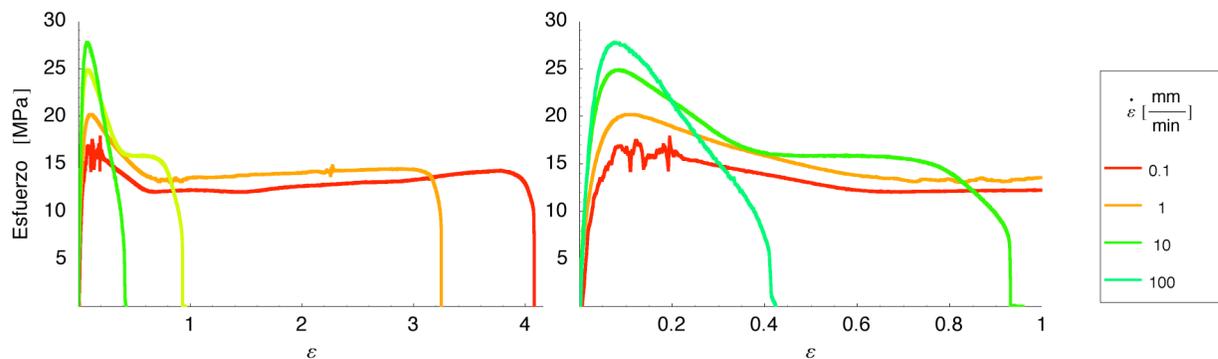


Figura 4.9. Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación longitudinal a T 25°C  
(izq. desarrollo completo, der. extracto de la curva original).

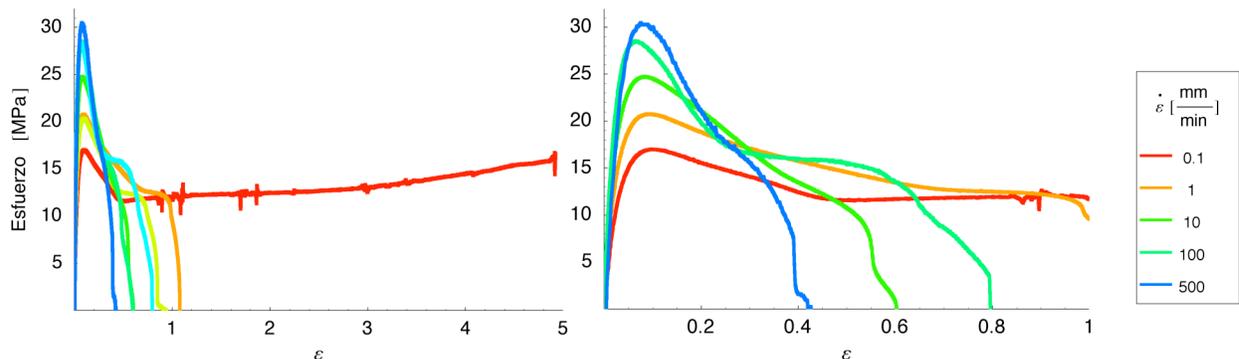


Figura 4.10 . Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación transversal a T 25°C  
(izq. desarrollo completo, der. extracto de la curva original).

Si ahora se comparan las Figura 4.11 y Figura 4.12 se observa que los valores al esfuerzo son ligeramente mayores en las probetas que tienen orientación longitudinal con respecto a las probetas con orientación transversal, pero en ambos casos el valor del esfuerzo disminuyó, debido al aumento de la temperatura ambiental en la prueba con respecto a la temperatura ambiental de 25°C. En contraste, al observar lo que ocurre con la probetas en función de la deformación se puede observar que con el aumento de la temperatura, a velocidades de deformación menores a 100 mm/min, se alcanza una deformación mayor al 500% y que desafortunadamente no se pudo registrar por la carrera del pistón servohidráulico. A este intervalo de temperatura, las probetas longitudinales rompen antes que las transversales. En este caso se cree que las probeta tenían defectos superficiales que provocaron la ruptura acelerada del material.

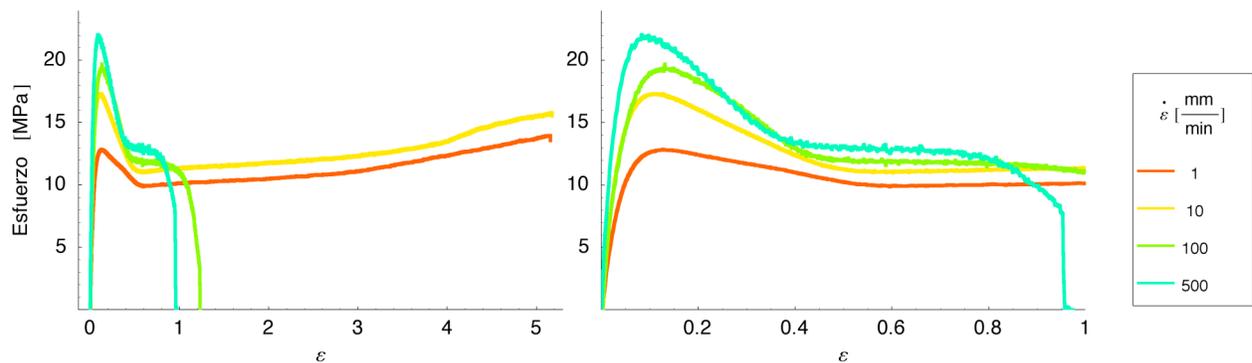


Figura 4.11 Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación longitudinal a T 50°C  
(izq. desarrollo completo, der. extracto de la curva original).

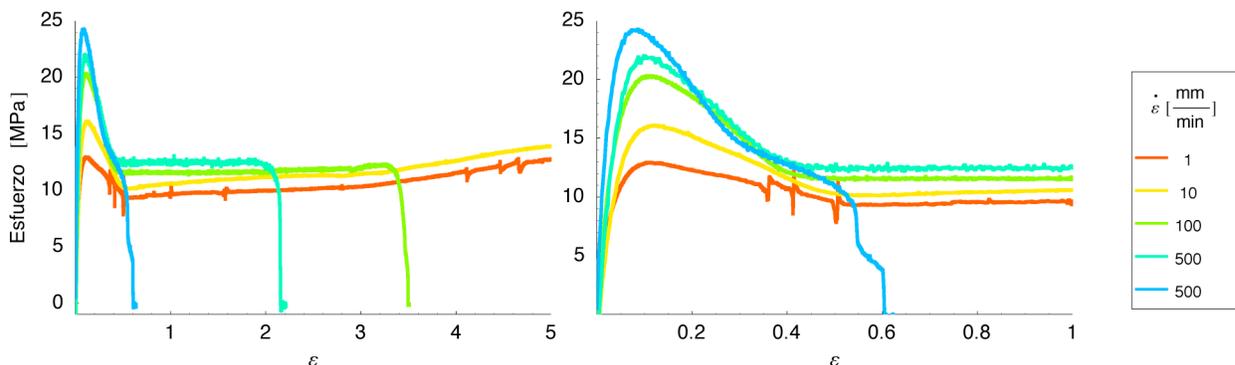


Figura 4.12. Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación transversal a T 50°C  
(izq. desarrollo completo, der. extracto de la curva original).

Si se compara el comportamiento del valor del esfuerzo para las probetas con una temperatura ambiental de 70°C, mostrado en la Figura 4.13 y en la Figura 4.14, se puede observar que los valores son menores con respecto a las temperaturas de 25°C y de 50°C. En el caso de las velocidades de deformación menores a 100 mm/min, se puede apreciar que el estrangulamiento que ocurre en los ensayos de tracción uniaxial no requiere de mucha energía, ya que no hay un descenso súbito del esfuerzo después de haber ocurrido la cedencia del material. Las curvas no muestran suavidad en su trayectoria y esto se presenta debido a la oscilación del pistón servohidráulico, debido a que el aceite de la bomba se calienta en exceso y el tiempo que se necesito para alcanzar la temperatura de la cámara fue mayor que en los casos anteriores.

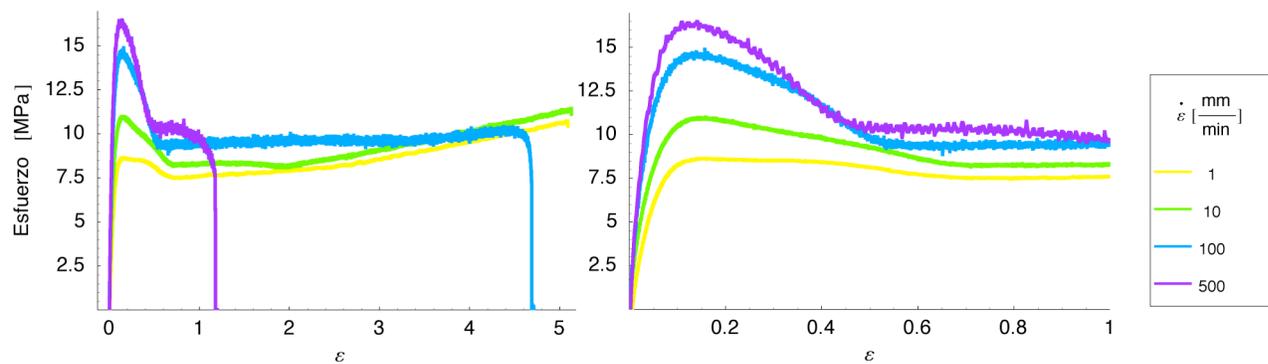


Figura 4.13 Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación longitudinal a T 70°C  
(izq. desarrollo completo, der. extracto de la curva original)

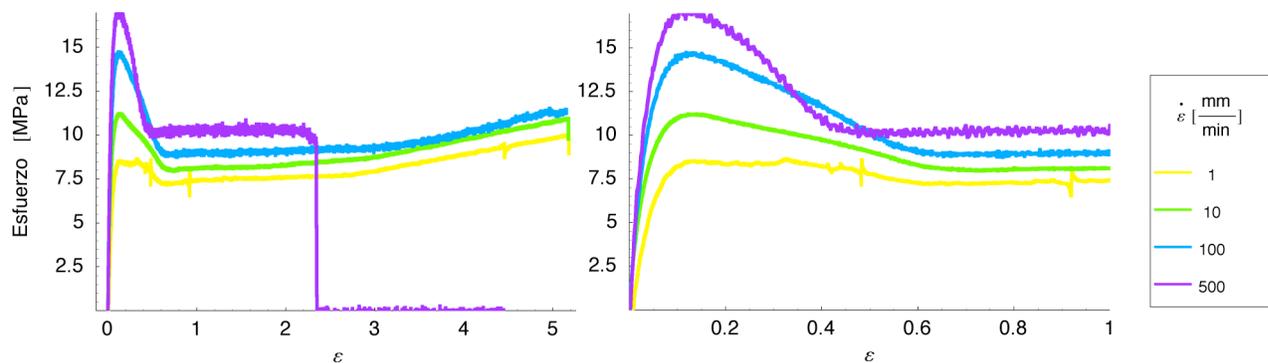


Figura 4.14. Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación transversal a T 70°C  
(izq. desarrollo completo, der. extracto de la curva original)

Para observar el cambio que ocurre en el material al aumentar la temperatura ambiental, se hizo la colección de las curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación transversal a diferentes temperaturas y con una velocidad de deformación de 500 mm/min. El resultado se muestra en la Figura 4.15, en el cual se puede observar que a mayor temperatura ambiental, habrá una mayor deformación en el material con un descenso en su resistencia mecánica a la tracción. Un rasgo característico de las curvas a esta velocidad de deformación es que el nivel de esfuerzo que se mantiene en el estrangulamiento del material es uniforme. Si se trazara una línea a lo largo de estos datos, se puede apreciar que no hay pendiente en tal línea. Otro rasgo característico de estos resultados es que todas las probetas rompieron y que el mayor nivel de deformación corresponde a la probeta que estaba a 70°C y que alcanzó el 235% de deformación.

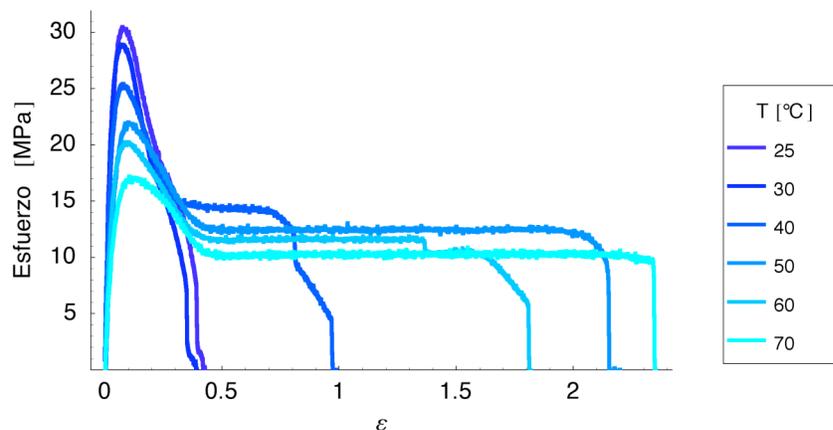


Figura 4.15. Curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación transversal a la velocidad de deformación de 500 mm/min

Las curvas esfuerzo vs. deformación de los ensayos de tracción uniaxial se caracterizaron en el programa *Mathematica* para obtener los siguientes datos:

- Se calculó la resiliencia y la tenacidad de cada probeta
- Para la región elástica de las curvas:
- El módulo secante al 0.2 y 1% de la deformación
  - El módulo tangente inicial, al 0.2 y 1% de la deformación
  - La mitad del esfuerzo a la tracción y la deformación del esfuerzo dado

- La mitad de la deformación máxima a la tracción y el esfuerzo a la deformación dada
- El módulo secante en la mitad del esfuerzo máximo y en la mitad de la deformación máxima
- El módulo tangente en la mitad del esfuerzo máximo y en la mitad de la deformación máxima

Para la región plástica de las curvas:

- El esfuerzo de cedencia a la tracción y el porcentaje de deformación alcanzado
- El valor del esfuerzo y la deformación al momento en que comienza la fluencia
- Se calculó una función de la propagación del cuello
- La deformación máxima a la ruptura

Para calcular el módulo secante y el módulo tangente, se realizó el ajuste de una función parabólica a los datos a partir del origen y hasta el 2% de la deformación. Para el módulo tangente se obtuvo la derivada de ésta función, calculándose el valor de las deformaciones establecidas para conocer la razón de cambio ( 2.26 ). En el caso del módulo secante, la función calculada se utilizó para evaluar el módulo y obtener su valor ( 2.27 ).

El tratamiento de cálculo para el caso del esfuerzo de cedencia es similar al empleado en el de la obtención de los módulos. La diferencia es que se seleccionaron únicamente los datos del pico y se realizó un ajuste con una función de grado 5. En la Figura 4.16 se muestran los datos como puntos de color rojo y la función calculada del ajuste con la línea sólida que pasa por ellos. También se muestran en ésta figura la gráfica de los residuales. En esta figura se incluye el cálculo de los residuales en el cual la dispersión de los datos se encuentra a  $\pm 0.25$  MPa con respecto del ajuste lineal. Conociendo el máximo de la función, se evaluó la deformación ocurrida y se determinó el valor del esfuerzo de cedencia con su correspondiente valor de la deformación. Con ésta función se calculó la mitad del esfuerzo máximo a la tracción y la deformación asociada a este esfuerzo.

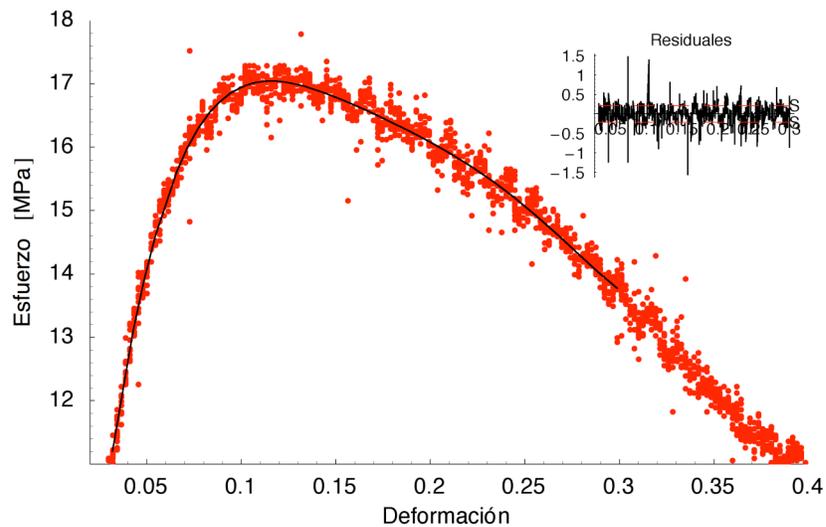


Figura 4.16. Ajuste del Esfuerzo de cedencia en experimentos de tracción uniaxial.

Se observa en los datos experimentales que se presenta una caída en el valor del esfuerzo posterior al esfuerzo de cedencia que llega a cierto límite; después de ese límite se mantiene el esfuerzo casi lineal. Para conocer el momento en el que el esfuerzo se torna constante, se tomaron los datos posteriores al esfuerzo máximo con tendencia lineal y hasta antes de que comience a estabilizarse el esfuerzo. A este intervalo de datos se les ajustó una función lineal. A continuación se tomaron los datos que corresponden a la meseta e igualmente se les ajustó otra función lineal. En la Figura 4.17 se muestran los datos experimentales en color verde y las funciones ajustadas con la línea sólida. Al resolver el sistema de ecuaciones se calculó el nivel en el que se estabiliza el esfuerzo y su deformación asociada. Se plantea que en este momento es cuando comienza la propagación del cuello.

En cada experimento se realizó el ajuste a los datos de una función lineal después del punto de inicio de propagación del cuello hasta el momento en el que comenzaba a disminuir la pendiente de los datos, porque evidenciaban la próxima ruptura de la probeta.

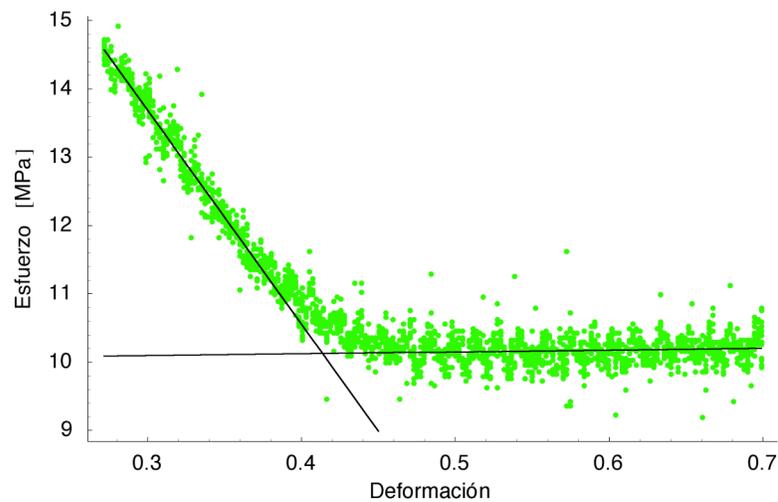


Figura 4.17. Predicción del nivel de esfuerzo en la propagación del cuello.

Para determinar el valor de la deformación máxima a la ruptura, se tomaron los datos finales, se agruparon y cada grupo se promedió para suavizar el comportamiento. Se realizó un ajuste a estos datos de la función obtenida se le sacó la derivada y se revisó el cambio de la pendiente. En el momento en el que se registró la mayor pendiente se determinó el valor de la deformación máxima.

Para conocer la tenacidad y la resiliencia se le hizo una interpolación a todos los datos para obtener una función de la curva esfuerzo vs. deformación. A la función calculada se le sacó su integral para obtener la tenacidad y para conocer la resiliencia del material se restringió el intervalo de la integral hasta el valor de deformación ocurrida en el valor del esfuerzo de cedencia.

Los resultados obtenidos de los experimentos de tracción uniaxial se resumen para las probetas con orientación longitudinal en la Tabla 4.1 y para las probetas con orientación transversal en la Tabla 4.2. En ambas tablas se muestran varias columnas con un encabezado (+ / -). Este valor es la desviación estándar para cada dato que antecede a esta columna. En el caso de las columnas que declaran la deformación y a continuación viene el resultado de un esfuerzo, entonces la desviación estándar es para el esfuerzo, ya que está en función de la deformación.

Tabla 4.1. Resultados obtenidos de las curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación transversal al sentido de la extrusión.

T amb [°C]	(+ / -)	Vel Def [mm/min]	Rompe probeta	Tenacidad [J/m <sup>2</sup> ]	Resiliencia [J/m <sup>3</sup> ]	Def Mod Sec	Mod Sec [MPa]	Def Mod Sec	Mod Sec [MPa]	(+ / -)	Def Mod Tan	Mod Tan [MPa]	Def Mod Tan	Mod Tan [MPa]	(+ / -)	Def Esimax [MPa]	Esimax [MPa]	(+ / -)
L21N	25	0.62	0.1	si	53.287	1.561	731.600	0.01	606.434	0.557	0	692.044	0.002	653.077	0.01	497.028	16.542	0.635
L23N	25	0.50	1	si	43.7	1.650	1043.950	0.01	786.01	0.597	0	1123.12	0.002	967.712	0.01	522.34	20.183	0.236
L01N	50	0.65	1	no	58.6	1.266	427.044	0.01	360.73	0.335	0	442.932	0.002	406.427	0.01	289.681	12.821	0.195
L19N	70	0.70	1	no	43.704	1.031	238.218	0.01	202.737	0.238	0	243.856	0.002	225.366	0.01	166.352	8.628	0.189
L22N	25	0.49	10	si	15.747	1.622	1089.340	0.01	946.072	0.703	0	1125.16	0.002	1053.52	0.01	766.987	24.844	0.199
L03N	50	0.62	10	no	66.176	1.436	666.689	0.01	553.696	0.434	0	696.465	0.002	633.412	0.01	430.677	17.301	0.203
L08N	70	0.62	10	no	47.64	1.276	315.316	0.01	274.916	0.277	0	325.416	0.002	305.216	0.01	224.416	10.946	0.195
L02N	25	0.49	100	si	7.771	1.609	1254.400	0.01	1086.83	0.730	0	1303.83	0.002	1217.53	0.01	872.333	27.705	0.196
L04N	50	0.55	100	si	15.339	1.883	676.035	0.01	552.772	0.531	0	714.459	0.002	642.37	0.01	418.825	19.346	0.213
L07N	70	0.53	100	si	46.599	1.562	438.563	0.01	386.495	0.367	0	451.751	0.002	425.66	0.01	312.295	14.556	0.203
L05N	50	0.54	500	si	13.652	1.547	862.857	0.01	750.524	0.534	0	890.941	0.002	834.774	0.01	610.107	21.845	0.203
L06N	70	0.48	500	si	13.272	1.580	571.058	0.01	478.593	0.434	0	584.277	0.002	541.343	0.01	369.609	16.376	0.267

(Continúa de la Tabla 4.1) Resultados obtenidos de las curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación transversal al sentido de la extrusión.

Def Esimax / 2	Esimax / 2	Defmax / 2	Defmax / 2	Es / Defmax / 2	Mod Sec Defmax / 2	Mod Sec Esimax / 2	Mod Tan Defmax / 2	Mod Tan Esimax / 2	Defmax / 2	Defmax / 2	Defmax / 2	Defmax / 2	Defmax / 2	Defmax / 2	Defmax / 2	Defmax / 2	Defmax / 2	Defmax / 2	Defmax / 2
L21N	0.0153	8.271	0.0584	15.394	263.789	540.654	76.759	324.474	0.609	4.0756	3.950	11.08+0.756 x	0.5944	12.117					
L23N	0.0149	10.091	0.0516	18.214	353.062	677.664	107.009	402.59	0.348	3.0389	4.242	12.92+0.615 x	0.5883	13.128					
L01N	0.0214	6.407	0.0629	11.471	182.307	298.733	62.174	205.804	0.236	5.15	13.972	9.64+0.456 x	0.5436	9.936					
L19N	0.0265	4.314	0.0768	7.790	101.491	163.024	35.054	117.15	0.203	5.08	10.719	7.11+0.433 x	0.6913	7.502					
L22N	0.0144	12.422	0.0422	22.072	523.104	862.503	174.279	614.568	0.411	0.9317	4.898	16.04+0.356 x	0.3659	15.867					
L03N	0.0185	8.651	0.0538	15.311	284.449	467.518	101.775	313.145	0.279	5.16	15.728	10.76+0.527 x	0.4710	11.063					
L08N	0.0261	5.473	0.0755	9.683	128.221	210.003	44.986	137.202	0.210	5.125	11.390	8.42+0.1 x	0.6695	8.333					
L02N	0.0139	13.852	0.0381	24.283	636.987	999.403	230.344	717.223	0.435	0.4111	1.715	32.99+59.88 x	0.2319	19.101					
L04N	0.0227	9.673	0.064	16.787	262.427	425.654	108.998	257.938	0.311	1.2258	3.037	12.49+0.967 x	0.4232	12.004					
L07N	0.0232	7.278	0.0692	12.937	186.946	313.313	64.581	215.802	0.252	4.6877	4.736	9.27+0.176 x	0.5170	9.367					
L05N	0.0167	10.922	0.0464	19.078	410.878	655.435	155.301	453.733	0.332	0.9544	4.047	13.7-1.391 x	0.3657	13.177					
L06N	0.0215	8.188	0.0627	14.475	230.865	380.132	84.448	246.228	0.297	1.1763	3.028	10.66+0.535 x	0.4415	10.370					



(Continúa de la Tabla 4.2) Resultados obtenidos de las curvas esfuerzo vs. deformación de las probetas con orientación longitudinal al sentido de la extrusión.

	Def Esimax / 2	Esimax / 2	Defimax / 2	Esf Defimax / 2	Mod Sec Esimax / 2	Mod Sec Defimax / 2	Mod Tan Esimax / 2	Mod Tan Defimax / 2	(+ / -)	Def ruptura / Def max	Esf ruptura / Esf max	Fnc propagación cuello	Def Prop cuello	Esf Prop cuello
	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]			[MPa]			[MPa]
TIE	0.0162	8.506	0.0491	15.059	525.695	306.451	356.99	104.499	0.287	4.8500	15.818	11.53+0.468 x	0.4481	11.7192
TIA	0.0150	10.407	0.0497	18.850	691.529	379.652	472.523	114.799	0.336	1.0782	1.3148	14.15-2.08 x	0.6263	12.8461
TIIE	0.0155	10.170	0.0486	18.006	656.132	366.271	450.846	130.486	0.361	0.8488	1.15973	13.63-2.246 x	0.4126	12.6762
TIA	0.0190	6.460	0.0579	11.383	340.276	196.437	224.495	69.229	0.249	5.1900	13.002	9.36+0.308 x	0.5377	9.40348
TIIH	0.0238	4.253	0.0669	7.491	178.458	112.02	125.575	41.678	0.213	5.1700	10.0129	7.21+0.202 x	0.6238	7.32192
TIO	0.0141	12.366	0.0416	21.879	876.043	525.544	615.924	174.127	0.408	0.5544	4.90286	23.56-25.16 x	0.3525	14.6902
TIIC	0.0221	8.026	0.0568	13.932	363.172	245.41	262.631	101.075	0.305	5.0150	13.8961	9.88+0.676 x	0.4802	10.1369
TIID	0.0212	5.596	0.0671	10.040	264.527	149.712	180.498	47.204	0.282	5.1690	10.3376	7.76+0.29 x	0.6563	8.05154
TIIB	0.0138	14.201	0.0371	24.806	1028.580	668.718	745.677	247.218	0.481	0.5834	0.413965	22.22-19.23 x	0.2631	17.1789
TIU	0.0134	14.236	0.0331	24.534	1066.100	741.772	792.315	310.608	0.468	0.7965	0.985374	17.54-3.806 x	0.2387	16.5988
TIB	0.0201	10.141	0.0546	17.522	505.730	320.968	341.323	130.174	0.315	3.4894	2.67476	11.39+0.159 x	0.3971	11.5766
TID	0.0210	7.321	0.0631	12.986	347.980	205.687	236.424	71.501	0.296	5.1500	11.2646	8.81+0.147 x	0.5984	8.92556
TIID	0.0159	15.191	0.0381	25.784	953.765	676.359	690.626	308.244	0.564	0.3866	2.69019	28.85-44.9 x	0.2043	19.6779
TIE	0.0143	14.444	0.0374	25.142	1007.970	672.919	747.282	256.119	0.451	0.3511	4.9023	29.61-56.402 x	0.1927	18.739
TIH	0.0152	12.645	0.0394	21.814	830.699	553.205	593.397	224.579	0.373	0.9710	2.20897	15.07-1.309 x	0.2777	14.7313
TIIC	0.0206	10.936	0.0497	18.560	531.136	373.333	369.823	178.487	0.393	2.1457	7.21875	12.43+0.027 x	0.3847	12.3996
TIIU	0.0146	12.103	0.0406	21.106	830.960	520.159	568.888	200.592	0.458	0.6023	3.47896	19.33-16.35 x	0.2848	14.661
TII	0.0173	10.090	0.0464	17.622	582.904	379.645	415.12	147.510	0.297	1.8082	4.69697	11.55+0.625 x	0.3831	11.4594
TIIC	0.0206	8.522	0.0579	14.916	414.568	257.656	294.561	97.255	0.296	2.3430	3.63179	10.16+0.079 x	0.4136	10.1255

### 4.3 Extensión del PSTT en la predicción de las propiedades mecánicas

A continuación, se explica el procedimiento para caracterizar los resultados del experimento de tracción uniaxial. Se toma como referencia el esfuerzo de cedencia de las probetas cortadas en la orientación transversal al sentido de la extrusión.

#### 4.3.1 Predicción a largo plazo del esfuerzo a la cedencia

En la Figura 4.18 se graficaron los resultados del esfuerzo de cedencia vs. temperatura de los experimentos realizados en las probetas transversales. Se unen los puntos agrupándolos por la misma velocidad de deformación. En estos resultados se observa que para cada familia de velocidades al aumentar la temperatura disminuye el esfuerzo de cedencia, tal como se demostró en la Figura 4.12, Figura 4.13 y Figura 4.14.

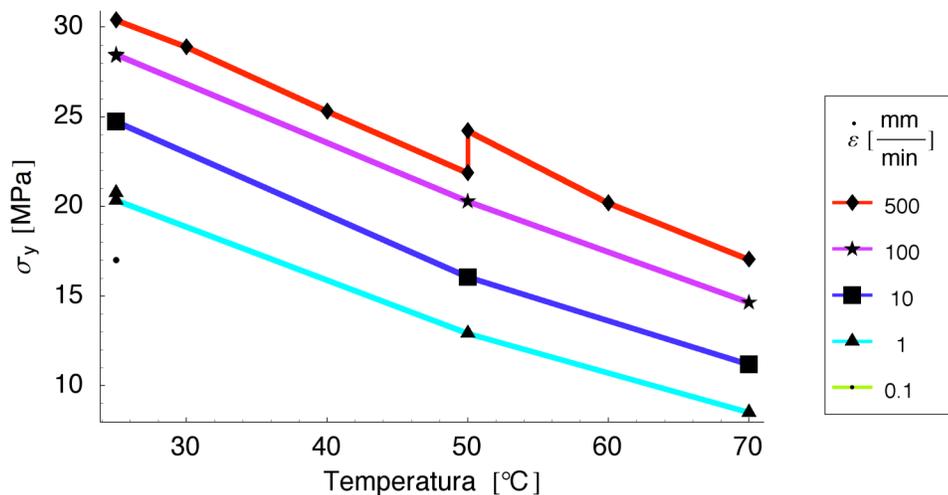


Figura 4.18. Curvas del esfuerzo de cedencia vs. temperatura a diferentes velocidades de deformación.

En la Figura 4.19 se muestran los resultados del esfuerzo de cedencia vs. la velocidad de deformación. Se unen los puntos agrupándolos por la misma temperatura experimental. Se observa que al aumentar la velocidad de deformación aumenta el esfuerzo de cedencia en cada familia de temperaturas.

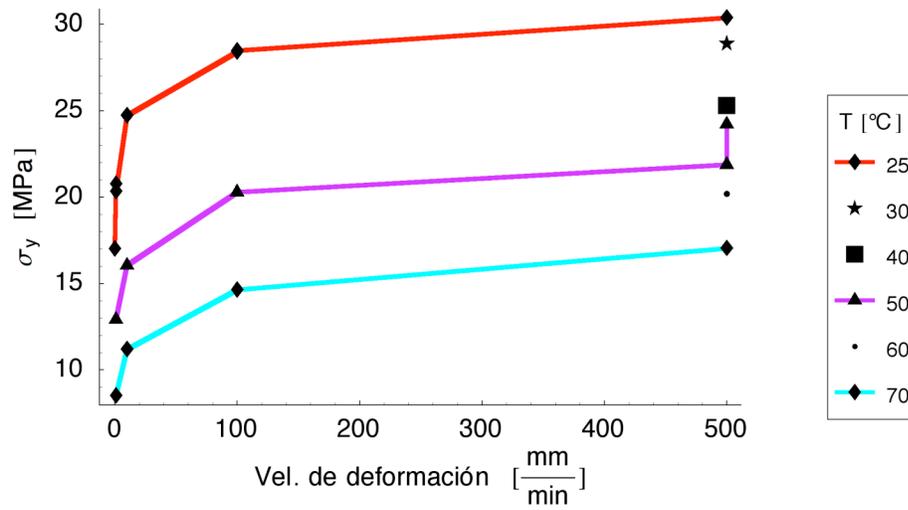


Figura 4.19. Curvas del esfuerzo de cedencia vs. velocidad de deformación a diferentes temperaturas.

Los datos de la Figura 4.19 se muestran en una gráfica semilogarítmica en la Figura 4.20 para observar la tendencia en el espacio logarítmico de la velocidad de deformación. Se aprecia una tendencia lineal del esfuerzo de cedencia en esta gráfica para cada grupo de datos en las curvas de temperatura.

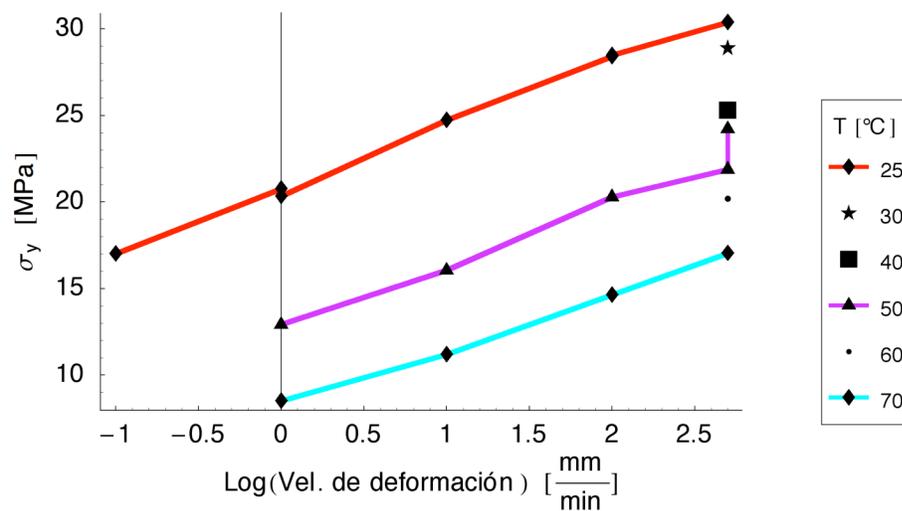


Figura 4.20. Gráfica semilogarítmica de las curvas del esfuerzo de cedencia vs. velocidad de deformación a diferentes temperaturas.

De acuerdo al principio de superposición tiempo-temperatura los datos de la velocidad de deformación se pasaron a logaritmo de base 10 y se convirtieron a  $s^{-1}$  ya que es conveniente para el procedimiento [3]. Estos datos se muestran en la Figura 4.21, donde se observa que las curvas tienen una tendencia lineal en la gráfica semilogarítmica. En este momento se elige la temperatura de  $25^{\circ}\text{C}$  como la temperatura de referencia para comenzar a deslizar los datos.

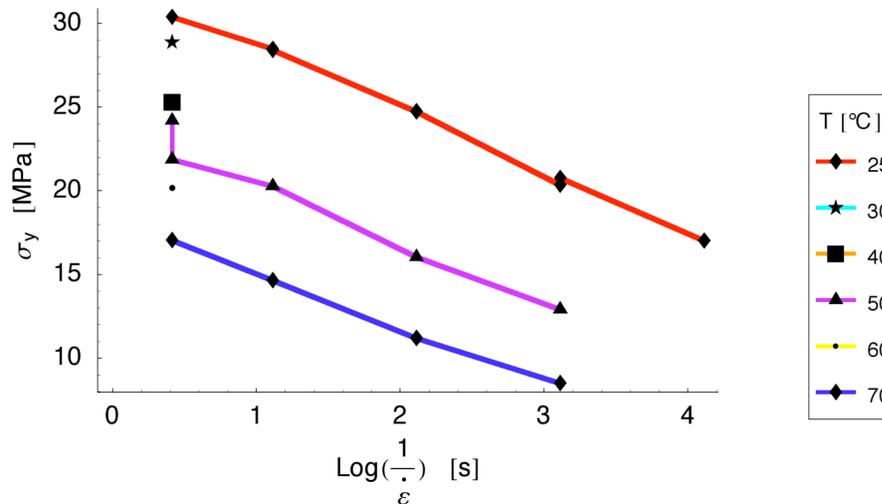


Figura 4.21. Preparación de los datos para deslizarse en el tiempo.

Al observarse la tendencia lineal en el espacio semilogarítmico se deslizan los datos mediante el criterio de que se formará una función lineal. Entonces, para cada grupo de curvas se calcula el factor de deslizamiento  $a_T$  para formar la curva maestra. La curva maestra para el esfuerzo de cedencia se muestran en la Figura 4.22 en la cual se incluye el gráfico de la incertidumbre del ajuste de los datos por mínimos cuadrados. En la curva de los residuales, se observa que se logró un buen ajuste ya que no se muestra ninguna tendencia en la gráfica. Se predice con la curva maestra un esfuerzo de cedencia de hasta siete décadas. La curva maestra que a continuación se presenta es para el material con orientación transversal al sentido de extrusión.

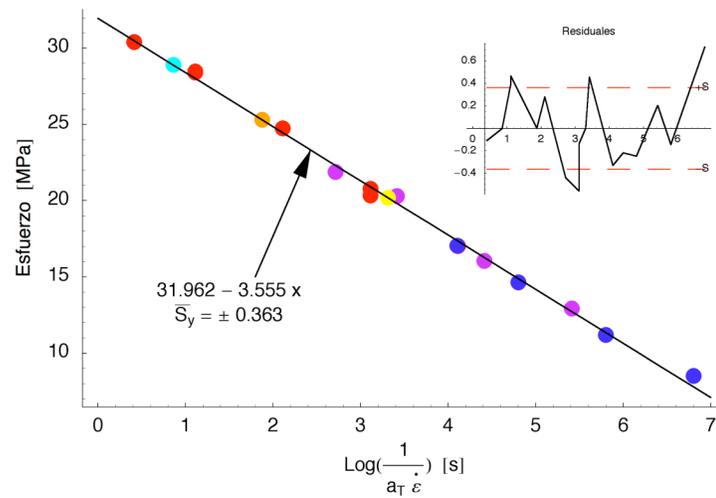


Figura 4.22. Curva maestra para la predicción del esfuerzo de cedencia del material con orientación transversal al sentido de la extrusión. Se reporta la incertidumbre del ajuste de los datos.

Para cada dato obtenido de las curvas esfuerzo vs. deformación se repitió el procedimiento descrito anteriormente. A continuación se muestra en la Figura 4.23 la curva maestra para la predicción del esfuerzo de cedencia del material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión. Al igual que en la figura anterior, también se incluye la gráfica de los residuales de la función ajustada a los datos, en la cual se observa que se consiguió el mejor ajuste.

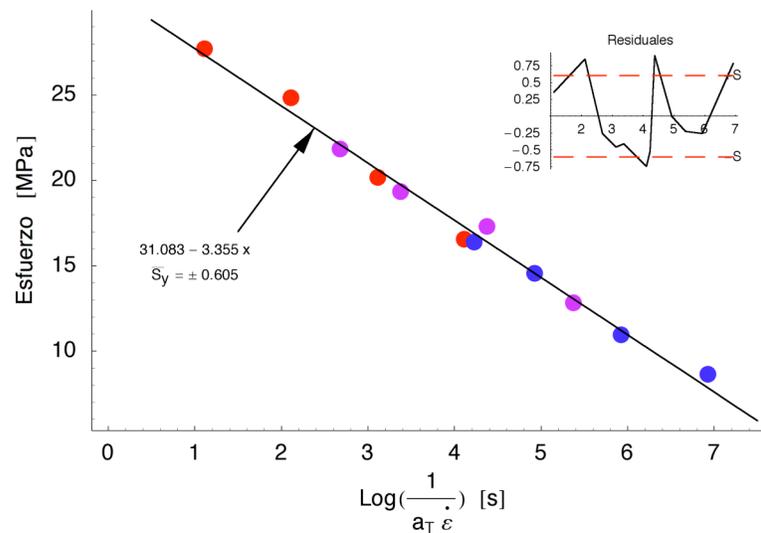


Figura 4.23. Curva maestra para la predicción del esfuerzo a la cedencia del material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión.

La función de ajuste de los datos de ésta curva maestra es semejante a la obtenida para el material con orientación transversal al sentido de la extrusión. El valor de la función de la curva maestra para el material con sentido transversal es  $31.962 - 3.555x$  y la función en sentido longitudinal es  $31.083 - 3.355x$ . Si se compara el valor de la pendiente y de la ordenada al origen de ambas funciones lineales, se observa que sus valores son semejantes. También se obtuvo un valor similar de predicción en el tiempo pues en ambos casos se predicen hasta siete décadas del esfuerzo a la cedencia.

A partir de estos resultados se plantea que en el cálculo del esfuerzo a la cedencia a largo plazo:

- Con ensayos de tracción uniaxial de corto plazo es posible su predicción
- La orientación preferencial de las cadenas poliméricas de un termoplástico formado por extrusión, no es un factor de consideración en el tiempo
- El deslizamiento de los datos con un ajuste lineal para la formación de la curva maestra es el más adecuado

#### **4.3.2 Predicción a largo plazo de la deformación al ocurrir el esfuerzo de cedencia**

En la Figura 4.24 se muestra la curva maestra calculada para el valor de la deformación ocurrida en el momento en que se presenta el esfuerzo a la cedencia del material. Esta curva muestra los resultados del material con orientación transversal al sentido de la extrusión. Se observa que a diferencia de las curvas para el esfuerzo, ésta curva tiene una pendiente positiva. Esta apreciación es correcta, ya que en la medida en la que el esfuerzo decae con el tiempo, la deformación alcanzada será mayor a largo plazo. Se aprecia en ésta gráfica que se pueden predecir diez décadas para la deformación del esfuerzo a la cedencia. En esta figura se añade el valor de la función de ajuste y los residuales de la función ajustada. En la gráfica de residuales se muestra que se ha conseguido el mejor ajuste, ya que los residuales muestran un comportamiento irregular y sin señal.

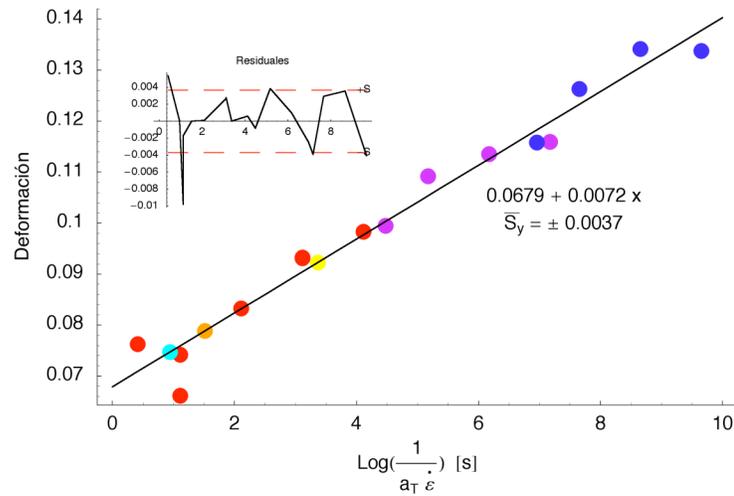


Figura 4.24. Curva maestra para la predicción de la deformación del esfuerzo a la cedencia del material con orientación transversal al sentido de la extrusión.

En la Figura 4.25 se muestra la curva maestra de la deformación ocurrida en el momento en que se presenta el esfuerzo a la cedencia para el material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión. También se añade a esta figura el valor de la función de ajuste y los residuales de la función ajustada. Puede observarse en la gráfica de residuales que se ha conseguido el mejor ajuste, ya que los residuales muestran un comportamiento irregular y sin señal. Sin embargo, el valor de la desviación estándar de  $\pm 0.0084$  para el ajuste de la función del material con orientación longitudinal es mayor que en los resultados para la orientación transversal es que es de  $\pm 0.0037$ .

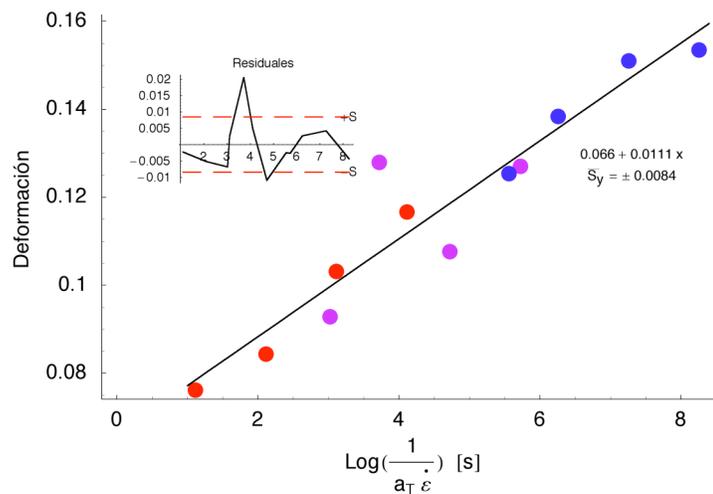


Figura 4.25. Curva maestra para la predicción del módulo tangente inicial del material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión.

En la curva de la Figura 4.25 se pueden predecir siete décadas para la deformación del esfuerzo a la cedencia. Si se elige el valor de la deformación para el tiempo en 8, se observa que la deformación que ocurrirá será aproximadamente de 0.155. Así mismo, si se regresa a la Figura 4.24 y se elige el mismo tiempo 8, la deformación ocurrirá aproximadamente a un valor de 0.125. El valor de la deformación entre ambas predicciones resulta ser mayor en el caso del material con orientación longitudinal que en el de orientación transversal. Al comparar la pendiente de ambas curvas, se observa que es mayor en el material con la orientación longitudinal.

Por lo tanto, se plantea para la predicción de la deformación del esfuerzo de cedencia a largo plazo:

- Con ensayos de tracción uniaxial de corto plazo es posible su predicción
- La orientación preferencial de las cadenas poliméricas de un termoplástico formado por extrusión es un factor de consideración
- El deslizamiento de los datos con un ajuste lineal para la formación de la curva maestra es el más adecuado

### **4.3.3 Predicción a largo plazo del módulo tangente inicial**

En la Figura 4.26 se muestra la curva maestra del módulo tangente inicial calculada para el material con orientación transversal al sentido de la extrusión. Esta curva muestra una pendiente semejante a la observada en la curva maestra del esfuerzo a la cedencia. Se aprecia que en la medida en la que el tiempo pasa, el módulo tangente inicial decae. La curva predice para éste módulo hasta 8 décadas en el tiempo. Se le agregó a esta curva el valor de los residuales de la función ajustada y el valor de la función junto con la desviación estándar. En la curva de los residuales se puede ver que el ajuste lineal no fue la mejor aproximación, ya que en la dispersión de los datos con respecto al valor calculado se observa que no es una señal aleatoria, sino que hay una tendencia en los residuales.

En la Figura 4.27 se muestra la curva maestra del módulo tangente inicial, en la orientación longitudinal al sentido de la extrusión del material. Con ésta curva se predicen hasta 8 décadas en el tiempo, que es similar a la curva para el material con orientación transversal. El valor de la pendiente tiene casi el mismo valor numérico, así como la ordenada al origen. La función ajustada es el mejor

valor encontrado, ya que como se muestra en la gráfica de los residuales, se puede apreciar una señal alternada al valor de la función.

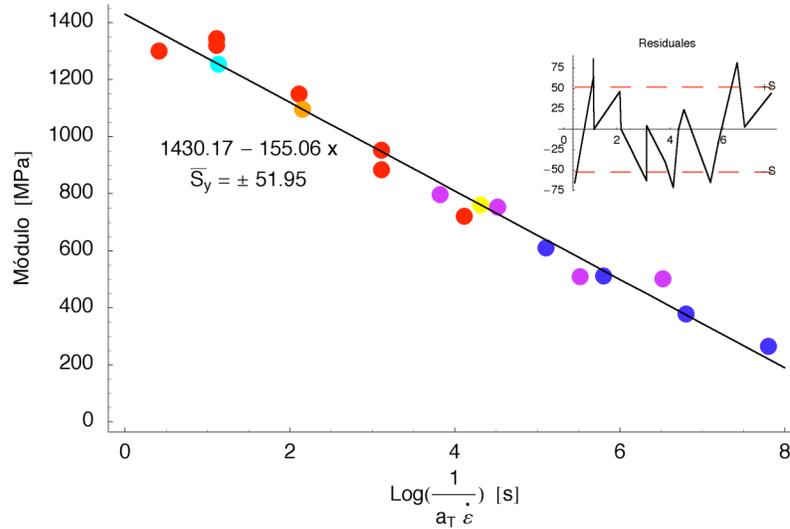


Figura 4.26. Curva maestra para la predicción del módulo tangente inicial del material con orientación transversal al sentido de la extrusión.

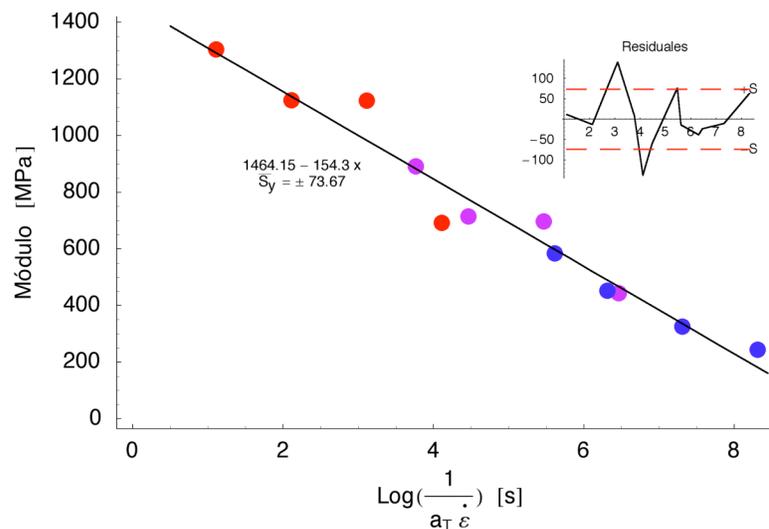


Figura 4.27. Curva maestra para la predicción del módulo tangente inicial del material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión.

A partir de estos resultados se plantea que al calcular el módulo tangente inicial a largo plazo:

- La orientación preferencial de las cadenas poliméricas de un termoplástico formado por extrusión, es un factor de consideración en el tiempo
- En las predicciones con diferente orientación el módulo será cero
- Se necesita averiguar el comportamiento a largo plazo con pruebas en tiempo real

#### **4.3.4 Predicción a largo plazo del esfuerzo en la propagación del cuello**

En la Figura 4.28 se muestra la curva maestra del esfuerzo en la propagación del cuello para el material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión. Con el empleo de ésta gráfica se pueden predecir ocho décadas en el esfuerzo de la propagación del cuello. Como en las gráficas anteriores se añaden el valor de la función ajustada y la gráfica con los residuales de la función. Puede observarse en la gráfica de los residuales que para esta aproximación no se ha conseguido la mejor función, ya que la gráfica carece de datos aleatorios, por lo que los residuales muestran que hay una tendencia en el ajuste. Al ser un resultado que está después del esfuerzo de cedencia, se plantea que no es posible encontrar la curva maestra adecuada con una aproximación lineal. Por esta razón, se propone que se le ajuste a los datos una función de segundo orden.

El resultado del ajuste a los datos con una función de segundo orden se muestra en la Figura 4.29. Al observar la gráfica de los residuales se aprecia que se obtuvo un mejor ajuste de los datos, ya que la desviación estándar que tiene un valor de  $\pm 0.42819$  MPa es menor en comparación con la desviación de la función lineal con un valor de  $\pm 0.803$  MPa. También se puede observar que los residuales no muestran una señal ya que la gráfica oscila con respecto al ajuste.

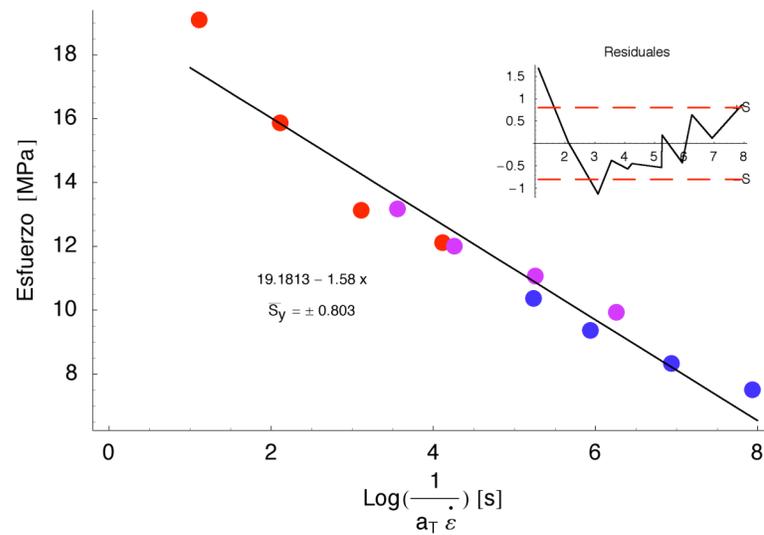


Figura 4.28. Curva maestra del esfuerzo en la propagación del cuello del material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión.

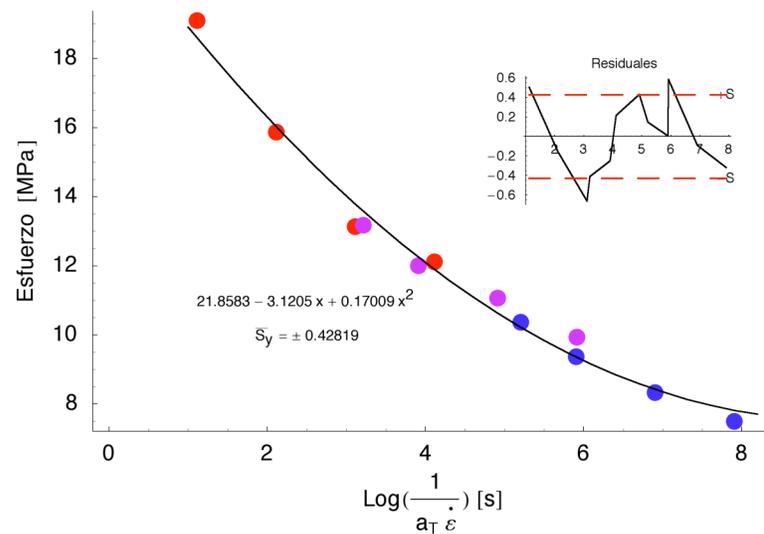


Figura 4.29. Curva maestra del esfuerzo en la propagación del cuello del material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión. Para el ajuste de esta curva se empleó una función de orden 2.

A continuación, se muestra en la Figura 4.30 la curva maestra del esfuerzo en la propagación del cuello para el material con orientación transversal al sentido de la extrusión. Al igual que las curvas anteriores, se añade el reporte de los residuales a la gráfica y la función ajustada. Con estos datos se pueden predecir casi ocho décadas en el tiempo.

Nuevamente se observa en la gráfica de los residuales que no se consigue el mejor ajuste de los datos con una función lineal y se corrobora al obtener un valor alto en la desviación estándar. Se propone entonces hacer un ajuste a los datos con una función de segundo orden.

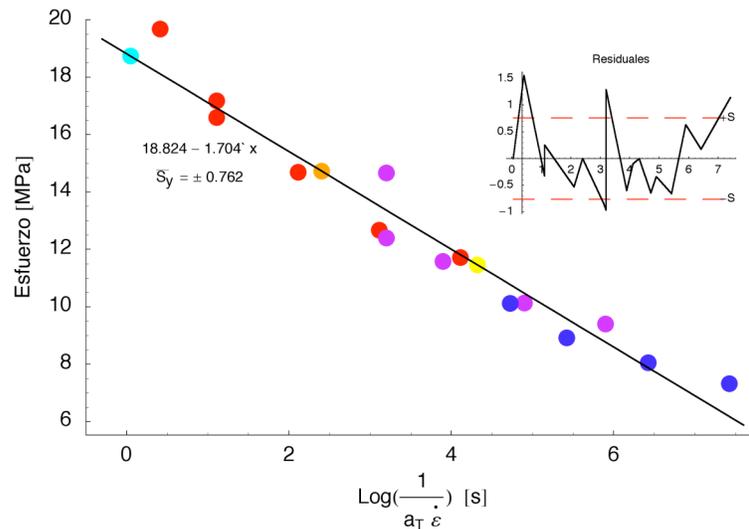


Figura 4.30. Curva maestra del esfuerzo en la propagación del cuello del material con orientación transversal al sentido de la extrusión.

A continuación se muestran en la Figura 4.31 los datos deslizados con respecto al ajuste de una función de segundo orden. Al analizar la gráfica de los residuales, se confirma que se obtuvo un mejor ajuste con la función de segundo orden que con la de primer orden. Al tener un mayor número de datos, la desviación estándar con la función de segundo orden es menor con respecto al ajuste lineal y se asegura la obtención de un mejor deslizamiento de los datos en el tiempo. Se observa que con estos datos se están prediciendo 8 décadas en el tiempo aproximadamente.

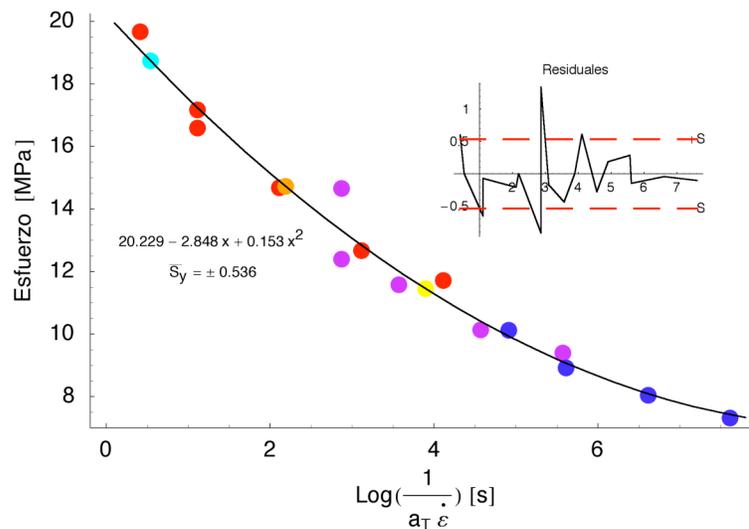


Figura 4.31. Curva maestra del esfuerzo en la propagación del cuello del material con orientación longitudinal al sentido de la extrusión. Para el ajuste de esta curva se empleó una función de orden 2.

A partir de estos resultados se plantea que en el esfuerzo en la propagación del cuello:

- La orientación preferencial de las cadenas poliméricas (ya sea transversal o longitudinal), no influye en el nivel de esfuerzo. Esto se demuestra por que los valores de las funciones obtenidas, tanto para el ajuste lineal de primer orden como para el de segundo orden, son similares y muy cercanos
- El ajuste de segundo orden demostró ser el mejor tratamiento para el deslizamiento de los datos para los fenómenos que ocurren después del esfuerzo a la cedencia de los termoplásticos
- Como trabajo a futuro, investigar que otro tipo de funciones pueden ajustarse a los datos en el deslizamiento de las curvas maestras

#### 4.4 Caracterización de los experimentos de relajación de esfuerzos

Se analizaron las curvas experimentales de relajación de esfuerzos y para las tres pruebas efectuadas se obtuvo su constante de relajación. Los resultados se pueden observar en la Tabla 4.3. No es del interés de éste trabajo predecir el módulo elástico del material empleando la superposición de las curvas de relajación del módulo. En otras palabras, con los resultados

obtenidos se pretendió indagar si era posible obtener el módulo elástico del material, por comparación de la constante de relajación del material.

Tabla 4.3. Constante de relajación calculada para los ensayos de relajación de esfuerzos.

Orientación de la probeta	Temperatura [°C]	Valor del ajuste	Constante de relajación
Longitudinal	25	$8.255 + 3.775 e^{-.000752x}$	1329.787234
	50	$4.787 + 2.823 e^{-.00242x}$	413.2231405
	70	$3.003 + 1.143 e^{-.00241x}$	414.9377593
Transversal	25	$9.404 + 4.929 e^{-.00505x}$	198.019802
	50	$4.668 + 5.831 e^{-.0291x}$	34.36426117
	70	$3.612 + 1.497 e^{-.00618x}$	161.8122977

Se puede observar en la Tabla 4.3 que entre los resultados de los ajustes existe una gran discrepancia. Desafortunadamente, en los experimentos realizados influyó el equipo utilizado, ya que en las gráficas obtenidas se observaron variaciones en la toma de datos y mucho ruido en la señal. No fue posible encontrar el módulo en las curvas esfuerzo-deformación, calculándolo a partir de la constante de relajación. Se hicieron varios ajustes según el modelo de Maxwell, pero los resultados obtenidos en estos experimentos no fueron satisfactorios.

#### **4.5 Caracterización de los experimentos de resistencia a la fatiga**

Se conoce en la literatura [4, 5] que es más evidente el comportamiento viscoso en los polímeros cuando estos están sometidos a cargas dinámicas cíclicas. Para asemejar con mayor precisión las condiciones del tubo enterrado, se investigó en los experimentos de resistencia a la fatiga los siguientes datos:

- Para cada probeta el número de ciclos que resistía al nivel de fuerza dado
- Tomando en cuenta el tiempo total de cada experimento se seleccionaron, un ciclo inicial, un ciclo al primer tercio, un ciclo en la mitad, otro al segundo tercio y un ciclo al final de la prueba. Para cada ciclo se calculó:
  - El módulo dinámico
  - La energía disipada
  - La velocidad de deformación

Para explicar el análisis que se realizó a cada probeta ensayada, se emplean los resultados de la probeta T11H a la cual se aplicó una fuerza cíclica senoidal de 290 N a 1 Hz. El procedimiento que se describe a continuación se utilizó en cada experimento de resistencia a la fatiga.

Los datos de resistencia a la fatiga se adquirieron por lapsos ya que el tiempo empleado en estos experimentos suele tomar de algunas horas hasta días y el tamaño de los archivos digitales crece hasta el punto en que no es posible manipularla. Al inicio del experimento se tomaron datos continuamente, después de transcurrido un tiempo y al observar en el control que el desplazamiento se estabiliza en un valor, el instrumento virtual registró la información de manera intermitente. Un ejemplo de la forma en la que se tomaron los datos se muestra en la Figura 4.32, donde se pueden observar franjas negras y espacios en blanco. Las franjas negras corresponden al momento en el que el instrumento virtual adquiría la información y los espacios en blanco cuando se detenía la captura de los datos. En esta figura se puede examinar que hay una franja ancha que va desde el tiempo cero hasta los 50 segundos y otra más ancha entre los 900 y los 1100 segundos. Debido a que ocurren transiciones importantes en el material se registraron continuamente los datos iniciales y finales. En el transcurso del experimento se adquirieron datos durante 5 segundos únicamente, para dejar transcurrir otro tiempo sin guardar información. Por este motivo se observa en la Figura 4.32 entre los 50 y los 900 segundos franjas blancas y negras. Respecto a la información que nos proporciona ésta figura, se observa que el controlador mantuvo la fuerza dentro de los límites establecidos en el control entre 0 y 290 N.

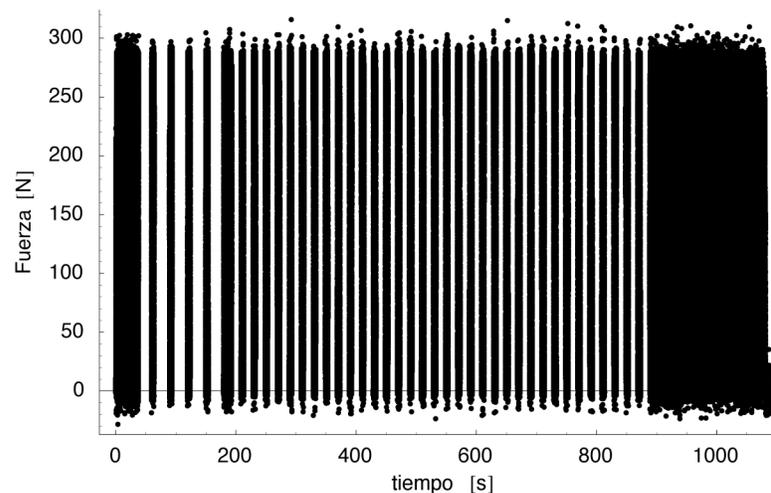


Figura 4.32. Ciclos de fuerza vs. tiempo de un ensayo de fatiga entre 0 y 290 N.

Para observar los datos iniciales de la Figura 4.32 se tomaron los primeros 6 ciclos del experimento, los cuales se muestran en la Figura 4.33. En esta figura, se pueden observar los ciclos senoidales a los que está expuesta la probeta ya que en la Figura 4.32 no se podían apreciar por razones de escala. Se puede observar en el primer ciclo que el inicio no está bien definido por el controlador del pistón, debido a que se comienza con una rampa. Inmediatamente después de la rampa, se envía el comando de la onda senoidal, el cual se estabiliza en el segundo ciclo del experimento. Esto se presentó al inicio en todos los experimentos de fatiga porque al ser un experimento con control de fuerza, no se alcanzó la sincronización inmediata entre el botón de ajuste de la fuerza y el de inicio de la prueba. Para versiones posteriores del sistema de control automatizado del equipo, se necesita sincronizar este comando para no someter a las probetas inmediatamente a la fuerza tipo rampa como la que se muestra en la figura. Sin embargo al transcurrir el experimento, se puede apreciar que el equipo controla el nivel de fuerza establecido, ya que la señal no rebasa la línea punteada que marca la fuerza de 290 N.

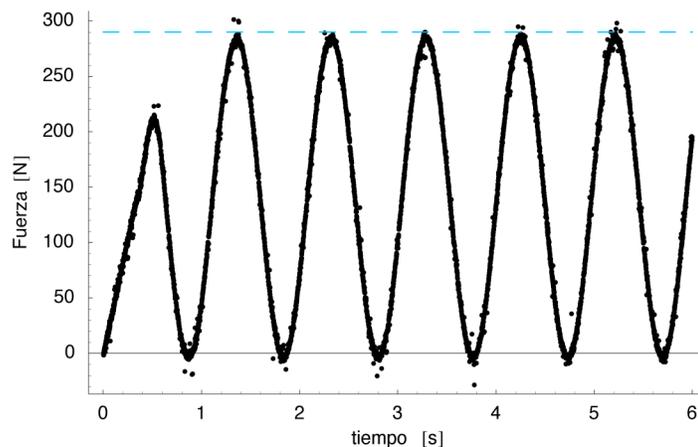


Figura 4.33. Detalle de la Figura 4.32, donde se muestran los ciclos iniciales en la fatiga.

Para observar los datos finales de la Figura 4.32 se tomaron 8 ciclos del experimento previos a la ruptura de la probeta, los cuales se muestran en la Figura 4.34. Claramente se observa la pérdida de la fuerza en estos últimos ciclos debido a que los picos de la señal senoidal no alcanzan el nivel de fuerza establecido por la línea punteada. Este comportamiento se explica por la acumulación de daño causado a la probeta, que como se verá posteriormente, la deformación que se necesita para llegar al nivel de fuerza ha crecido considerablemente.

En la Figura 4.34 se puede observar que en el tiempo de 1080 segundos, la cresta toma otra forma que los ciclos precedentes. Se deduce que es el momento en el cual se estrangula el material, formándose un pequeño cuello y se rompe la probeta. En este momento el pistón del equipo alcanza la velocidad máxima y pierde el control de la fuerza.

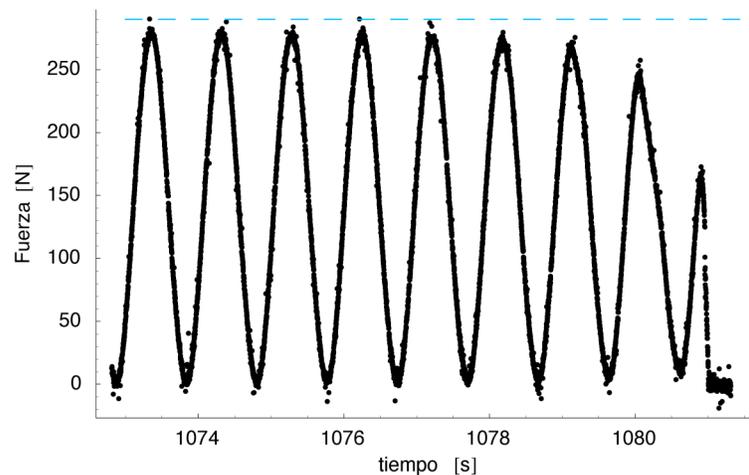


Figura 4.34. Detalle de la Figura 4.32, donde se muestran los ciclos finales en la fatiga.

Se tomaron los datos del tiempo y desplazamiento para graficarlos, los cuales se muestran en la Figura 4.35. Nuevamente se observa en ésta figura una franja ancha al principio, otra franja ancha al final del experimento y unas franjas intermitentes desde los 50 segundos hasta los 900. Esto se explica porque la información se adquirió de manera intermitente, como en los datos mostrados para la gráfica de tiempo vs. Fuerza. Por razones de escala, tampoco se ven los ciclos senoidales en ésta figura, pero en las gráficas posteriores se muestran con mayor claridad.

Se puede observar que desde el inicio del experimento, el desplazamiento va en aumento conforme pasa el tiempo. Esto indica un daño severo a la probeta en cada ciclo, ya que no hay una recuperación elástica que lleve a la probeta al nivel de deformación anterior. Más bien se aprecia que en cada ciclo no hay recuperación, se acumula el daño y se lleva a la probeta a la ruptura rápida. Si se trazara una línea constante en ésta figura en el eje de desplazamiento a un nivel de 10 mm, se vería que el pico del ciclo senoidal en el desplazamiento inicial de la probeta ahora es el valle con respecto al ciclo cercano a los 250 segundos aproximadamente. Por lo tanto, en este

tiempo se puede observar que a cargas cíclicas constantes se ha logrado una deformación del 100% con respecto a la deformación inicial del experimento.

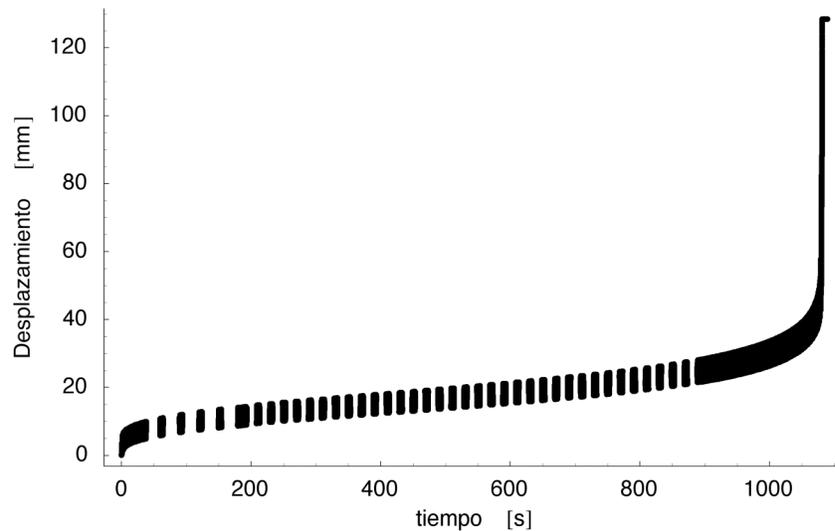


Figura 4.35. Ciclos de desplazamiento vs. tiempo para el ensayo de fatiga.

A continuación se muestran en la Figura 4.36 los ciclos iniciales de la Figura 4.35, en los cuales se hace evidente la rampa que se mencionó anteriormente. En estos primeros ciclos se observa que el desplazamiento que ejerce el pistón a la probeta para sostener el nivel de fuerza establecido es de 5.5 mm aproximadamente. Es evidente que la fuerza establecida para la probeta es notoriamente destructiva para el material por el nivel del desplazamiento del pistón para mantener la fuerza de 290 N.

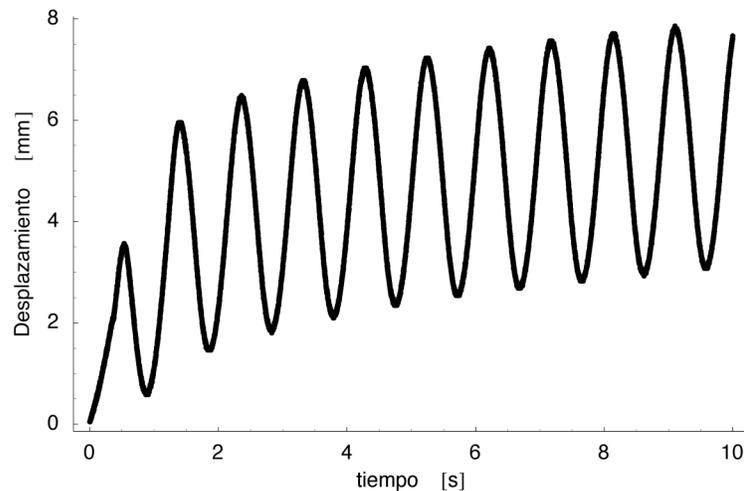


Figura 4.36. Detalle de la Figura 4.35, donde se muestran los ciclos iniciales en la fatiga.

Para observar los ciclos finales de la Figura 4.35 se tomaron 7 ciclos previos a la ruptura de la probeta que se muestran en la Figura 4.37. En esta figura se puede notar, que el nivel de desplazamiento entre pico y valle de la señal senoidal en los últimos ciclos es de 10 mm aproximadamente. En comparación con los ciclos iniciales, hay una diferencia de 4.5 mm que aumentaron durante el transcurso del experimento. Es notorio el debilitamiento del material causado por la acumulación del daño. En el tiempo de 1080 segundos la diferencia entre el valle y el pico del desplazamiento para este tiempo es de 35 mm. Este es el momento en el que se determina la estrangulación de la probeta, para que en el siguiente ciclo se rompa.

Físicamente se apreciaban en las probetas de ensayo que se adelgazaba la sección de trabajo y momentos antes de que se rompiera, se formaba una ligera estrangulación del material.

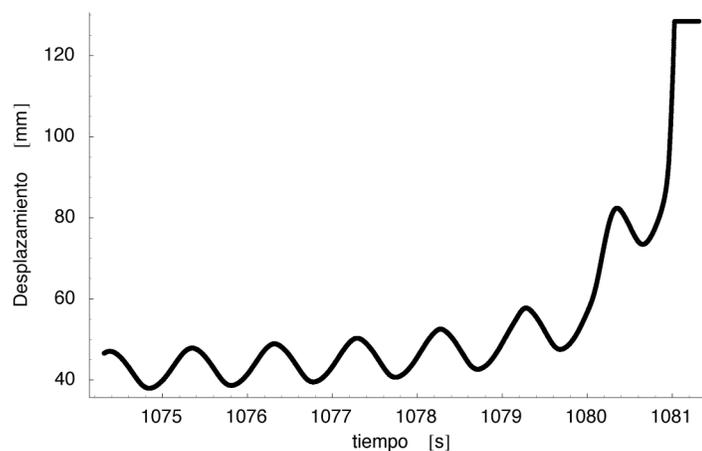


Figura 4.37. Detalle de la Figura 4.35, donde se muestran los ciclos finales en la fatiga.

Se unieron los datos de desplazamiento vs. fuerza, los cuales se muestran en la Figura 4.38. En esta gráfica se observan: la pérdida de la rigidez del material, el incremento de la deformación en la probeta y el incremento en la energía. Cabe hacer notar que no se registraron todos los datos del experimento, ya que en las siguientes gráficas se muestran datos intermitentes.

Se observa que entre el pico y el valle en cada ciclo se forma una elipse cuyo semieje mayor va girando. Este semieje es el módulo elástico del material el cual disminuye en cada ciclo del ensayo de fatiga. En el último ciclo se aprecia que la elipse se deforma completamente y la fuerza cae. Esto lo ocasiona el estrangulamiento de la probeta la cual súbitamente se rompe en éste último ciclo.

En los materiales tradicionales como en los aceros, el semieje mayor rotaría sobre un mismo punto. En el caso del PEAD se aprecia que no ocurre de la misma manera, ya que este semieje se corre sobre el eje del desplazamiento. Esta es una variación interesante de las propiedades mecánicas del termoplástico, ya que puede ser utilizado como un parámetro de acumulación de daño. Para el caso de esta probeta, el corrimiento o deslizamiento en el eje del desplazamiento se deduce que la probeta sufre deformación permanente en cada ciclo.

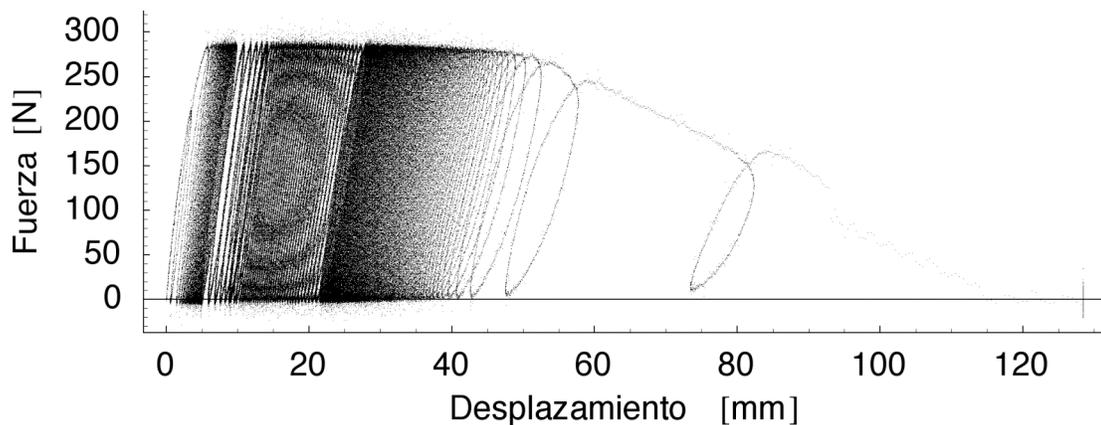


Figura 4.38. Ciclos de desplazamiento vs. Fuerza.

Para observar mejor el cambio del módulo elástico, la histéresis, la energía disipada y la velocidad de deformación, se aislaron los datos de cinco ciclos, los cuales se muestran en la Figura 4.39. Los datos se muestran en la figura por puntos de color negro. En cada ciclo se hizo el ajuste de una función la cual se observa de color gris alrededor de los puntos. También se calculó el módulo elástico el cual se muestra en la línea del semieje mayor de la elipse.

Con los ciclos aislados se observa claramente el cambio en la rigidez del material en cada ciclo debido a que disminuye el módulo elástico. En esta figura es más evidente que el área de las elipses es mayor en cada ciclo, con lo que se observa la acumulación del daño en el material. Al observar el desplazamiento en el primer ciclo y compararlo con los siguientes, puede notarse que la probeta se elonga más en cada ciclo. Esto ocurre porque para mantener el nivel de fuerza establecido, el material pierde su rigidez y por lo tanto, aumenta la energía de deformación. También coopera para incrementar tanto la velocidad de deformación como el daño en el material en cada ciclo.

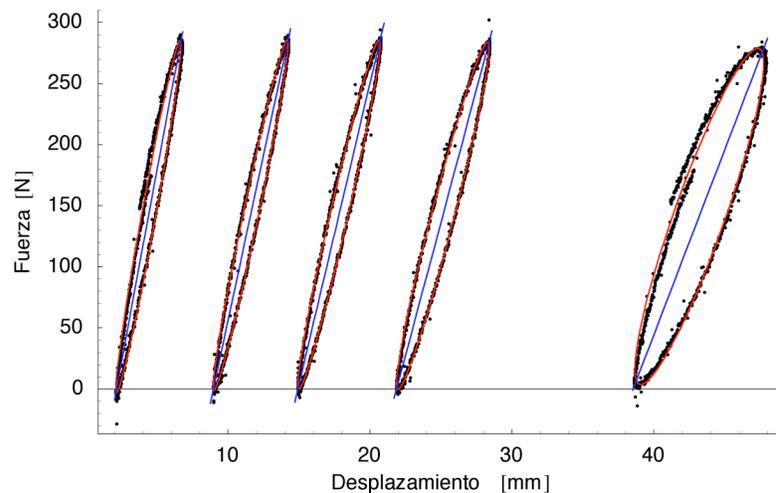


Figura 4.39. Ciclos seleccionados en el experimento para comparar la histéresis del material y la caída del módulo elástico.

Los resultados numéricos obtenidos para los ciclos aislados se registraron en la Tabla 4.4 en la que se puede observar que el módulo en el ciclo final cae al 50% con respecto al valor inicial calculado. Respecto a la energía disipada se ve que aumenta progresivamente, siendo mayor al final casi tres veces y medio con respecto al valor inicial obtenido. La velocidad de deformación también aumenta con respecto al valor inicial alcanzando al final casi el doble de velocidad. Este procedimiento detallado se repitió para cada ensayo de resistencia a la fatiga.

Tabla 4.4. Resultados del análisis para ciertos ciclos de la probeta sometida a fatiga con fuerza constante de 290 N.

Ciclo elegido	Módulo elástico [MPa]	Trabajo [F-mm]	Velocidad [mm/min]
Inicial	172.8792076	229.697	570.398
Primer tercio	149.3103495	249.235	658.346
Intermedio	135.4450469	293.889	720.971
Segundo tercio	119.9011122	372.239	811.285
Final	83.44228331	823	1128.13

En la investigación de la resistencia mecánica del material y tomando los datos de la fuerza a la ruptura de cada experimento de fatiga, se obtuvo la curva de fuerza vs. número de ciclos para predecir la resistencia del material. Esta curva se muestra en la Figura 4.40 y a los datos para formarla se le hicieron el ajuste de una función y se reportan los residuales. A pesar de que por

motivos técnicos no se extendió el tiempo experimental a  $10^6$ , se observa que la fuerza tiene a ser constante a un valor 270 N aproximadamente.

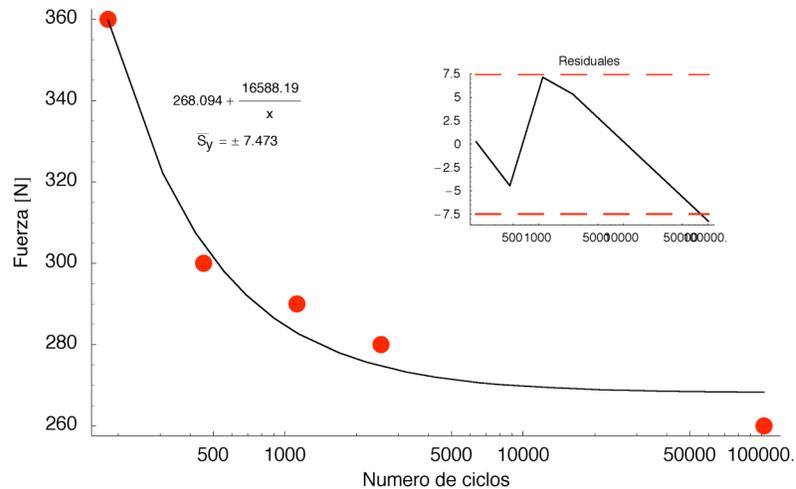


Figura 4.40. Curva S-N para las probetas de PEAD con orientación transversal.

## 4.6 Referencias

- 1 Krevelen D. W., **1990**, *Properties of polymers: Their correlation with chemical structure; their numerical estimation and prediction from additive group contributions*, Editorial Elsevier, Tercera revisión, Amsterdam, p. 417.
- 2 Sperling L.H., **2006**, *Introduction to Physical Polymer Science*, Editorial Wiley-Interscience, Cuarta edición, EUA, p. 565.
- [3] Massa F., Piques R. y Laurent A., **1997**, Rapid propagation in polyethylene pipe: combined effect of strain rate and temperature on fracture toughness, *Journal of Materials Science*, v 32, n 24, p 6583-6587.
- [4] Progelhof R.C. y Throne J.L., **1993**, *Polymer engineering principles: properties, processes, and tests for design*, Editorial Carl Hanser Verlag, Munich, Alemania.
- [5] Birley Arthur W., Haworth Barry y Batchelor Jim, **1992**, *Physics of plastics: processing, properties and materials engineering*, Editorial Carl Hanser Verlag, Munich, Alemania.

# CAPÍTULO 5

## Conclusiones

A partir de los ensayos realizados en la presente investigación se construyeron curvas maestras que muestran la posibilidad para predecir el esfuerzo a la cedencia, los módulos tangentes y secantes, la deformación a la cedencia y el esfuerzo en la propagación del cuello. En esta investigación se predice para algunas de las condiciones antes mencionadas hasta ocho décadas en el tiempo -que es un intervalo corto de predicción-. Cabe señalar que dichos resultados no son representativos, ya que sólo se ensayó una probeta por condición. Sin embargo, lo más relevante de los resultados obtenidos es que muestran una tendencia favorable para continuar el trabajo en una gama amplia de condiciones experimentales y obtener así, un intervalo confiable de predicción.

En la interpretación de las gráficas esfuerzo-deformación de los ensayos de tracción uniaxial se observaron diferencias entre las propiedades del material en la orientación longitudinal y transversal, respecto al sentido de la extrusión. Se confirma que estas diferencias existen debido a la orientación preferencial de las cadenas poliméricas. Para propósitos de diseño de un termoplástico como material estructural se deben considerar las propiedades en ambos sentidos, ya que los artículos elaborados por extrusión muestran más debilidad en la orientación transversal que en la longitudinal.

Se reconoció que en las curvas esfuerzo vs. deformación, en los datos previos al esfuerzo de cedencia, el ajuste de las curvas maestras se logró con una función lineal. También se observó que con los datos posteriores al esfuerzo de cedencia, el mejor ajuste se consiguió con una función de segundo orden. Debido a que las formas de las curvas maestras no se han reportado anteriormente, se necesita indagar con mayor profundidad la equivalencia en el tiempo que se reporta.

A partir del análisis y caracterización matemática de las curvas de esfuerzo vs. deformación a diferentes velocidades de deformación y temperatura, se confirma que existe una relación entre ambas variables. Dicha relación sustenta las bases metodológicas para la extensión del principio de superposición tiempo-temperatura (PSTT) en la predicción de ciertas propiedades mecánicas de los

termoplásticos mediante ensayos de tracción uniaxial. Con base en esta investigación se propone una metodología con aplicación del PSTT para conseguir la predicción de la rigidez, la resistencia mecánica y la ductilidad.

La presente metodología se muestra como una alternativa en predicción para llevar su uso a la industria ya que es sencilla en su aplicación y ocupa un mínimo de equipo. Sin embargo, una de sus desventajas es el tiempo requerido para realizar la experimentación, debido a que el control de temperatura del horno necesita tiempo considerable para estabilizar las condiciones ambientales en su interior.

Se diseñó y desarrolló un sistema de adquisición de datos para adquirir la información de los ensayos de tracción uniaxial, resistencia a la fatiga y relajación de esfuerzos. También se logró un diseño de mordazas adecuado para sujetar las probetas, pero solamente son útiles con la geometría Tipo V especificada por la ASTM D638. Se aplicó el concepto de Longitud Equivalente, para compensar la ausencia de un extensómetro en los experimentos, el cual resultó adecuado para la elaboración de las gráficas esfuerzo vs. deformación.

Con respecto a las probetas se necesita controlar escrupulosamente su preparación y las condiciones de corte. A pesar de que éstas se fabricaron en fresadora con control numérico, no se consiguió la suficiente homogeneidad geométrica, ya que se presentaron inconsistencias en sus medidas. Se midieron secciones de trabajo con diferentes espesores y no se logró un buen acabado superficial en las probetas. Estos acabados tuvieron mucha influencia en los resultados obtenidos. Para experimentos semejantes se recomienda disminuir la longitud de trabajo de la probeta porque la carrera del pistón es limitada y no rompen todas las muestras.

Para productos terminados es recomendable diseñar herramientas de corte con las cuales se obtengan en menor tiempo probetas con mejor acabado superficial y mayor precisión en sus dimensiones. De no ser posible el diseño de estas herramientas, será necesario realizar el corte de las probetas de forma artesanal (una por una). Cabe advertir que con el corte artesanal se obtienen dimensiones y acabados irrepetibles y la experimentación se ve afectada. Se pueden utilizar también probetas moldeadas a partir de materia prima. La desventaja de estas probetas es que no han pasado por el proceso industrial y sólo se evaluaría el comportamiento de la materia prima.

Para investigaciones posteriores que se basen en esta metodología se propone ensayar un mínimo de tres probetas por condición con el objeto de obtener una muestra representativa y con ello predecir en el tiempo con mayor confianza las propiedades a la tracción uniaxial. El procedimiento se utilizó para evaluar únicamente el comportamiento del Polietileno de Alta Densidad. Se considera que la continuación de este trabajo en otros termoplásticos podría ser la base para el desarrollo de un principio que prediga a largo plazo la rigidez, la resistencia mecánica y la ductilidad con experimentos de corto plazo.

En este trabajo el deslizamiento de las curvas para formar las curvas maestras se realizó de forma matemática. De esta manera, se disminuyó la incertidumbre de las aproximaciones, debido a que se analizaron los residuales de las funciones calculadas y se reportó la desviación estándar del ajuste. Para trabajos posteriores se propone utilizar este tratamiento, así como, investigar que otro tipo de funciones pueden ajustarse a los datos en el deslizamiento de las curvas maestras.

Se considera que el actuador servohidráulico MTS no es el equipo adecuado para los experimentos de relajación de esfuerzos, ya que los datos adquiridos mostraron variaciones en la caída de la fuerza y desplazamientos abruptos del actuador. Se caracterizaron las curvas de esfuerzo vs. tiempo, pero entre ellas no se mostró ninguna regularidad, por lo que no fue posible construir su curva maestra.

Con los experimentos de resistencia a la fatiga se comprobaron los efectos de la viscoelasticidad del material módulo cae en función del tiempo. Se pudo apreciar que a medida que había acumulación de daño en el material, aumentaba la velocidad de deformación y se corría la referencia en la deformación.

# BIBLIOGRAFÍA

Aklonis John J. y MacKnight William J., **1983**, *Introduction to polymer viscoelasticity*, Editorial John Wiley & Sons, EEUU.

Andrews E. H. en Brown W., Editor, **1969**, *Testing of Plastics, Vol. 4*, Editorial Wiley-Interscience, Nueva York.

Andrews R. D., Hofman-Bang N. y Tobolsky A.V., **1948**, Elastoviscous properties of polyisobutylene. I. Relaxation of stress in whole polymer of different molecular weights at elevated temperatures, *Journal of Polymer Science*, v 3, n 5, p. 669-692.

Arnold L.K., **1968**, *Introduction to Plastics*, Editorial Iowa State University Press, Ames IA.

Birley Arthur W., Haworth Barry y Batchelor Jim, **1992**, *Physics of plastics: processing, properties and materials engineering*, Editorial Carl Hanser Verlag, Munich, Alemania.

Boiko Y. M., Brostow W., Goldman A., Ramamurthy A. C., **1995**, Tensile, stress, relaxation and dynamic mechanical behaviour of polyethylene crystallized from highly deformed melts, *Polymer*, vol. 36, número 7, p. 1383-1392.

Bueche F., **1955**, Tensile strength of plastics above the glass temperature, *Journal of Applied Physics*, vol. 26, número 9, p. 1133-1140.

Cessna Jr. L.C., **1971**, Stress-Time superposition of creep data for Polypropylene and coupled glass-reinforced polypropylene, *Polymer Engineering and Science*, v 11, n 3, p. 211-219.

Chudnovsky A., Shulkin Y., Baron D. y Lin K. P., **1995**, New method of lifetime prediction for brittle fracture of Polyethylene, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 56, p. 1465-1478.

Datta N.K., **1982**, *A Study of the miscibility of Crystalline polyolefins*, Ph.D. Thesis, Loughborough University of Technology, pp 189.

Deng M., Latour R.A., Ogale A.A., Shalaby S.W., **1998**, Study of creep behavior of ultra-high-molecular-weight polyethylene systems, *Journal of Biomedical Materials Research*, v 40, n 2, p. 214-223.

Ferry J.D., **1961**, *Viscoelastic Properties of Polymers*, Editorial John Wiley and Sons, Nueva York, EEUU.

Fox T.G. y Flory P.J., **1950**, Second order transition temperatures and related properties of polystyrene, *J. Appl Phys*, v 21, pp 581.

Gilbert M., Hemsley D.A. y Patel S.R., **1987**, Effect of processing conditions on the orientation and properties of polyethylene blown film, *British Polymer Journal*, vol 19, número 1 pp 9-23.

Grzywinski G.G. y Woodford D.A., **1993**, Design data for polycarbonate from stress-relaxation tests, *Materials and Design*, v 14, n 5, p. 279-284.

Gui-Fang Shan, Wei Yang, et al., **2005**, Double yielding behaviors of polyamide 6 and glass bead filled polyamide 6 composites, *Polymer Testing*, vol. 24, p. 704-711.

Hans-Georg Elias, **1984**, *Macromolecules: Structure and Properties*, Editorial Plenum, Vol 1, Segunda edición, Nueva York, pp 100-101.

Krevelen D. W., **1990**, *Properties of polymers: Their correlation with chemical structure; their numerical estimation and prediction from additive group contributions*, Editorial Elsevier, Amsterdam.

Leaderman H., **1941**, *Textile Research Journal*, 11, p. 171.

Leaderman H., **1943**, Elastic and Creep properties of Filamentous Materials and other High Polymers, p. 16, 30, 76 y 100, *Editado por The Textile Foundation*, Washington D.C., EEUU.

Lu H., Zhang X. y Knauss W.G., **1997**, Uniaxial, shear, and Poisson relaxation and their conversion to bulk relaxation: Studies on Poly(Methyl Methacrylate), *Polymer Engineering and Science*, v 37, n 6, p. 1053-1064.

Maddams W. F. y Preedy J. E., **1978**, X-ray diffraction orientation studies on blown polyethylene films: I. Preliminary measurements; II. Measurements on films from a commercial blowing unit; III. High-stress crystallization orientation, *Journal of Applied Polymer Science*, vol 22, número 10, p. 2721-2737; 2739-2749; 2751-2759.

Mano J.F. y Viana J.C., **2001**, Effects of strain rate and temperature in stress-strain test: study of the glass transition of a polyamide-6, *Polymer Testing*, v 20, p. 937-943.

Mano J.F. y Viana J.C., **2006**, Stress-strain experiments as a mechanical spectroscopic technique to characterize the glass transition dynamics in poly(ethylene terephthalate), *Polymer Testing*, v 25, pp. 953-960.

Massa F., Piques R. y Laurent A., **1997**, Rapid propagation in polyethylene pipe: combined effect of strain rate and temperature on fracture toughness, *Journal of Materials Science*, v 32, n 24, pp 6583-6587.

Matsumoto D.S., **1988**, Time-temperature superposition and physical aging in amorphous polymers, *Polymer Engineering and Science*, v 28, n 20, pp 1313-1317.

Mercier J., Aklonis M.L., Tobolsky A.V., **1965**, Viscoelastic behavior of the polycarbonate of bisphenol A, *Journal of Applied Polymer Science*, v 9, n 2, pp 447-459.

Miyano Y., Nakada M., Sekine N., **2004**, Accelerated testing for long-term durability of GFRP laminates for marine use, *Composites Part B: engineering*, v 35, p. 497-502

Miwa M., Takeno A., Yokoi T., Watanabe A., **1999**, Strain rate and temperature dependence of shear properties of epoxy resin with various molecular weight between cross-linkings, *Journal of materials science*, v 34, n 22, p. 5489-5495.

---

Moore D. R. y Turner S., **2001**, *Mechanical evaluation strategies for plastics*, Editorial Woodhead Publishing Limited, Cambridge, Inglaterra.

Nielsen L. E, Landel R. F., **1994**, *Mechanical properties of polymers and composites*, Editorial Marcel Dekker, Nueva York.

Nitta K., Ishiburo T., **2002**, Ultimate Tensile Behavior of Linear Polyethylene Solids, *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, v 40, p. 2018-2026.

O'Connell P. A., McKenna G. B., **1997**, Large deformation response of polycarbonate: Time-Temperature, Time-Aging Time, and Time-Strain Superposition, *Polymer Engineering and Science*, vol. 37, número 9, p. 1485-1495.

Progelhof Richard C. y Throne James L., **1993**, *Polymer engineering principles: properties, processes, and tests for design*, Editorial Carl Hanser Verlag, Munich, Alemania.

Riande Evaristo, et al, **1999**, *Polymer Viscoelasticity: stress and strain in practice*, Editorial Marcel Dekker Inc., Nueva York, EEUU.

Siviour C.R., Walley S.M. et al., **2006**, Mechanical behavior of polymers at high rates of strain, *Journal de Physique IV* (Proceedings from the 8th International Conference on Mechanical and Physical Behavior of Materials under Dynamic Loading, Dijon, France, 11-15 September 2006), vol. 134, p. 949-955.

Smith Thor L., **1958**, Dependence of the ultimate properties of a GR-S rubber in strip rate and temperature, *Journal of Polymer Science*, vol. 32, número 124, p. 99-113.

Smith Thor L. y Stedry Paul J., **1960**, Time and temperature dependence of the ultimate properties of an SBR rubber at constant elongations, *Journal of Applied Physics*, vol. 31, número 11, pp 1892-1898.

---

Sperling L.H., **2006**, *Introduction to Physical Polymer Science*, Editorial Wiley-Interscience, Cuarta edición, EUA, p. 358.

Tobolsky A.V., **1960**, *Properties and Structures of Polymers*, Editorial J. Wiley, Nueva York.

Tobolsky A.V. y Andrews R.D., **1945**, Systems manifesting superposed elastic and viscous behavior, *Journal of Chemical Physics*, v 13, n 1, p. 3-27.

Tobolsky A.V. y McLoughlin J.R., **1952**, Elastoviscous properties of polyisobutylene. V. The transition region, *Journal of Polymer Science*, v 8, n 5, p. 543-553.

Vincent P. I., **1973**, *Load-extension curves and fracture*, Polish Academy of Sciences, Institute of Fundamental Technical Research, Nonlinear Vibration Problems/Zagadnienia Drgan Nieliniowych, Editorial Plenum Press, División de Plenum Publication Corp. Alemania, p 287-300.

Ward Ian M., **1993**, *An introduction to the mechanical properties of solid polymers*, Editorial John Wiley & Sons Ltd., Inglaterra.

Wickham-Jones T., **1994**, *Mathematica Graphics: Techniques & Applications*, Editorial Springer – Telos, California, EEUU.

Williams, M. L., Landel R. F., y Ferry J. D., **1955**, *Temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass forming liquids*, J. Am. Chem. Soc. 77, p. 3701-3706.

# APÉNDICES

## A. Datos de las probetas

Tabla 5.1. Dimensiones de las probetas longitudinales

Nombre	ANCHO [mm]				ESPESOR [mm]				LONGITUD DE TRABAJO [mm]		
	A1	A2	A3	promedio	E1	E2	E3	promedio	L1	L2	promedio
L01N	3.32	3.32	3.32	3.32000	3.78	3.83	3.88	3.83000	10.04	10.15	10.095
L02N	3.37	3.34	3.35	3.35333	4.1	4.09	4.09	4.09333	10.11	9.98	10.045
L03N	3.33	3.32	3.31	3.32000	4.03	4.04	4.05	4.04000	10.32	10.29	10.305
L04N	3.35	3.35	3.34	3.34667	3.94	3.96	3.99	3.96333	10.09	10.04	10.065
L05N	3.33	3.35	3.29	3.32333	3.98	3.98	3.98	3.98000	10.07	10.14	10.105
L06N	3.37	3.35	3.34	3.35333	3.92	3.95	3.95	3.94000	10.05	10.08	10.065
L07N	3.31	3.31	3.36	3.32667	4.12	4.1	4.09	4.10333	10.15	10.2	10.175
L08N	3.37	3.37	3.36	3.36667	4.04	3.99	3.92	3.98333	10.07	10.15	10.11
L09N	3.32	3.32	3.34	3.32667	4.02	4.04	4.05	4.03667	10.06	10.03	10.045
L12N	3.31	3.31	3.3	3.30667	3.94	3.94	3.94	3.94000	10.04	10.02	10.03
L13N	3.33	3.33	3.34	3.33333	4.01	4.02	4.01	4.01333	10.24	10.1	10.17
L14N	3.32	3.32	3.32	3.32000	4.02	4.02	4.02	4.02000	10.13	9.96	10.045
L15N	3.33	3.34	3.34	3.33667	3.94	3.95	3.94	3.94333	9.84	9.99	9.915
L16N	3.31	3.31	3.31	3.31000	4.1	4.1	4.11	4.10333	10.08	9.97	10.025
L17N	3.31	3.32	3.31	3.31333	3.93	3.96	3.97	3.95333	10.57	10.15	10.36
L18N	3.31	3.3	3.31	3.30667	4.06	4.06	4.06	4.06000	9.97	10.06	10.015
L19N	3.3	3.26	3.31	3.29000	4.05	4.04	4.01	4.03333	10.06	10.01	10.035
L20N	3.34	3.34	3.33	3.33667	3.97	3.97	3.97	3.97000	10.03	10.04	10.035
L21N	3.32	3.3	3.31	3.31000	3.95	3.93	3.91	3.93000	9.99	9.99	9.99
L22N	3.35	3.35	3.35	3.35000	3.98	3.98	3.97	3.97667	10.34	10.28	10.31
L23N	3.35	3.33	3.35	3.34333	4.05	4.06	4.04	4.05000	10	10.17	10.085
L24N	3.36	3.35	3.35	3.35333	3.89	3.93	3.92	3.91333	10.09	10.11	10.1
L25N	3.35	3.36	3.35	3.35333	4.01	4	3.99	4.00000	9.81	9.96	9.885
LXL	3.39	3.37	3.37	3.37667	3.98	3.99	3.99	3.98667	10.06	10.07	10.065
LXXXIX	3.37	3.39	3.38	3.38000	4.02	4.02	4.03	4.02333	10.05	10.13	10.09

Tabla 5.2. Dimensiones de las probetas transversales

Nombre	ANCHO [mm]				ESPESOR [mm]				LONGITUD DE TRABAJO [mm]		
	A1	A2	A3	promedio	E1	E2	E3	promedio	L1	L2	promedio
TIA	3.32	3.33	3.33	3.32667	3.7	3.72	3.81	3.74333	10.22	10.04	10.13
TIIA	3.31	3.34	3.34	3.33000	3.96	3.94	3.97	3.95667	10.4	10.23	10.315
TIIAA	3.33	3.37	3.38	3.36000	3.66	3.65	3.63	3.64667	9.98	10.05	10.015
TIB	3.29	3.3	3.32	3.30333	3.98	3.98	3.99	3.98333	9.93	9.84	9.885
TIIB	3.36	3.35	3.32	3.34333	4.07	4.02	4.09	4.06000	9.97	9.52	9.745
TIIBB	3.32	3.3	3.3	3.30667	4.01	3.98	3.98	3.99000	9.92	10	9.96
TIC	3.33	3.34	3.32	3.33000	3.98	3.97	3.96	3.97000	10.02	9.97	9.995
TIIC	3.33	3.33	3.31	3.32333	3.86	3.86	3.9	3.87333	10.07	10.01	10.04
TIICB	3.32	3.33	3.32	3.32333	4.04	4.07	4.04	4.05000	9.98	10.01	9.995
TID	3.34	3.38	3.34	3.35333	3.9	3.92	3.9	3.90667	10.1	10.05	10.075
TIID	3.34	3.34	3.33	3.33667	3.92	3.89	3.85	3.88667	10.1	9.98	10.04
TIIDB	3.35	3.33	3.33	3.33667	3.96	3.97	3.98	3.97000	9.97	9.93	9.95
TIE	3.32	3.32	3.33	3.32333	3.95	4.01	4.04	4.00000	10.03	10.06	10.045
TIIE	3.35	3.33	3.32	3.33333	3.99	3.94	3.99	3.97333	9.98	9.9	9.94
TIIEB	3.32	3.34	3.36	3.34000	3.45	3.36	3.37	3.39333	9.98	10	9.99
TIH	3.32	3.31	3.32	3.31667	3.97	3.95	3.96	3.96000	9.63	10.17	9.9
TIHB	3.33	3.35	3.32	3.33333	3.9	3.9	3.92	3.90667	10.3	10.16	10.23
TIHBB	3.39	3.38	3.37	3.38000	4.03	4.03	4.03	4.03000	10.21	10.16	10.185
TII	3.33	3.36	3.34	3.34333	3.99	3.99	4.01	3.99667	9.92	10.05	9.985
TIIA	3.37	3.33	3.31	3.33667	3.47	3.52	3.55	3.51333	10.03	10.14	10.085
TIIAA	3.31	3.32	3.33	3.32000	4.07	4.07	4.08	4.07333	10.09	10.03	10.06
TIIM	3.31	3.33	3.36	3.33333	4	4	4.02	4.00667	10.14	10.04	10.09
TIIMB	3.33	3.33	3.3	3.32000	3.94	3.86	3.76	3.85333	9.81	9.81	9.81
TIIMBB	3.35	3.34	3.31	3.33333	4.06	4.07	4	4.04333	10.03	10.02	10.025
TIO	3.36	3.31	3.36	3.34333	4.03	4.04	4.03	4.03333	10.17	10.06	10.115
TIIO	3.35	3.32	3.31	3.32667	4	4.01	4.01	4.00667	9.89	10.09	9.99
TIIOB	3.32	3.37	3.39	3.36000	3.99	4	3.99	3.99333	10.13	10.05	10.09
TIU	3.34	3.33	3.33	3.33333	4.05	4.05	4.06	4.05333	9.91	9.95	9.93
TIUB	3.34	3.33	3.32	3.33000	4.02	4.04	4.06	4.04000	10.12	10.26	10.19
TIUBB	3.29	3.33	3.36	3.32667	4.05	4.03	4.04	4.04000	10.05	10.02	10.035
TIIBB	3.32	3.32	3.32	3.32000	3.97	3.96	3.96	3.96333	10.03	9.98	10.005
TIZ	3.33	3.33	3.33	3.33000	3.96	3.99	3.98	3.97667	10.01	10.18	10.095
TXXXII	3.29	3.31	3.3	3.30000	4.01	4.03	4.03	4.02333	10.03	10	10.015
TXXXIII	3.28	3.32	3.29	3.29667	4.02	4.02	4.01	4.01667	10.11	10.06	10.085
TXXXIV	3.27	3.32	3.29	3.29333	4.06	4.06	4.06	4.06000	10.48	10.01	10.245
TXXXV	3.28	3.29	3.27	3.28000	4.06	4.06	4.06	4.06000	10.02	9.98	10

Tabla 5.3. Parámetros experimentales de las probetas longitudinales

Nombre	Velocidad [mm/min]	Temperatura [°C]	Lectura CERO [mV]		promedio
L17N	relajación	25	0.262		0.262
L21N	0.1005	25	0.297		0.297
L23N	1	25	0.251		0.251
L22N	10	25	0.277	0.278	0.2775
L02N	100	25	0.292	0.294	0.293
L09N	500	25	0.276	0.279	0.2775
L13N	relajación	50	0.268	0.27	0.269
LXL	relajación	50	0.26		0.26
L01N	1	50	0.292	0.293	0.2925
L03N	10	50	0.281	0.282	0.2815
L04N	100	50	0.262	0.263	0.2625
L05N	500	50	0.227	0.228	0.2275
L14N	relajación	70	0.235	0.236	0.2355
L15N	relajación	70	0.282	0.28	0.281
L12N	1	70	0.288	0.289	0.2885
L19N	1	70	0.255	0.256	0.2555
L08N	10	70	0.321	0.322	0.3215
L07N	100	70	0.25	0.249	0.2495
L06N	500	70	0.272		0.272

Tabla 5.4. Parámetros experimentales de las probetas transversales.

Nombre	Velocidad [mm/min]	Temperatura [°C]	Lectura CERO [mV]		promedio
TIIH	fatiga	25	0.311		0.311
T111I	fatiga	25	0.266	0.267	0.2665
TIM	fatiga	25	0.281		0.281
TIIIO	fatiga	25	0.34	0.339	0.3395
TIU	fatiga	25	0.287	0.288	0.2875
TIZ	fatiga	25	0.326		0.326
TXXXII	fatiga	25	0.329		0.329
TXXXIII	fatiga	25	0.283		0.283
TIIIA	relajación	25	0.285		0.285
TIIIE	0.1	25	0.276		0.276
TIIA	1	25	0.278		0.278
TIIIE	1	25	0.289		0.289
TIO	10	25	0.29	0.291	0.2905
TIIB	100	25	0.321	0.323	0.322
TIIB	100	25	0.326		0.326
TIU	100	25	0.31		0.31
TIID	500	25	0.285	0.286	0.2855
TIE	500	30	0.267	0.268	0.2675
TIH	500	40	0.263	0.264	0.2635
TXXXV	relajación	50	0.268		0.268
TIA	1	50	0.297	0.298	0.2975
TIIC	10	50	0.242	0.244	0.243
TIB	100	50	0.309	0.31	0.3095
TIC	500	50	0.253	0.254	0.2535
TIIU	500	50	0.259	0.258	0.2585
T1I	500	60	0.249	0.25	0.2495
TIIO	relajación	70	0.251	0.253	0.252
TIHH	1	70	0.292	0.293	0.2925
TIID	10	70	0.264		0.264
TID	100	70	0.278	0.28	0.279
TIIC	500	70	0.253		0.253

## B. Propiedades térmicas del material

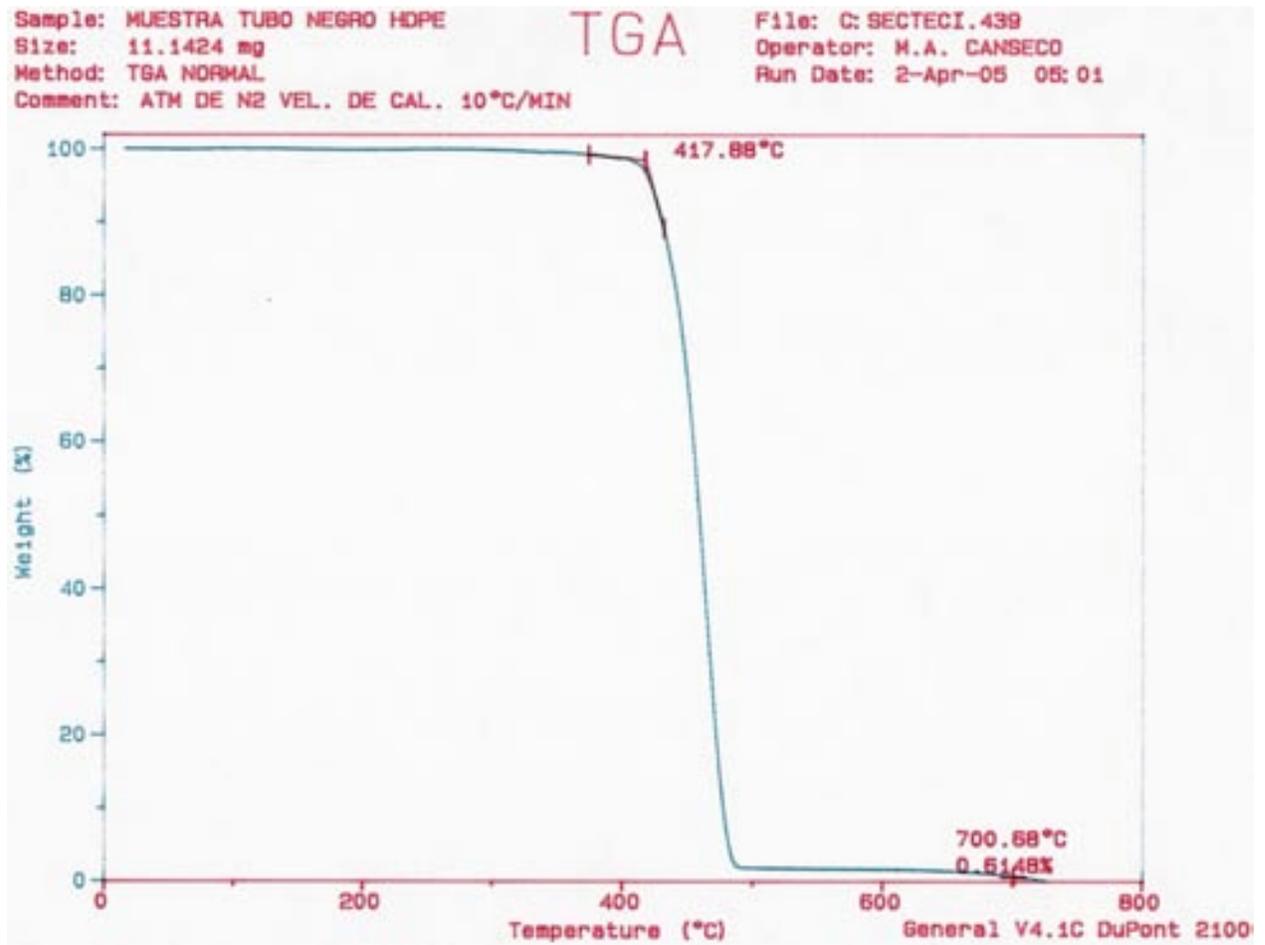


Figura A 1. Termogravimetría de una muestra del tubo de PEAD.

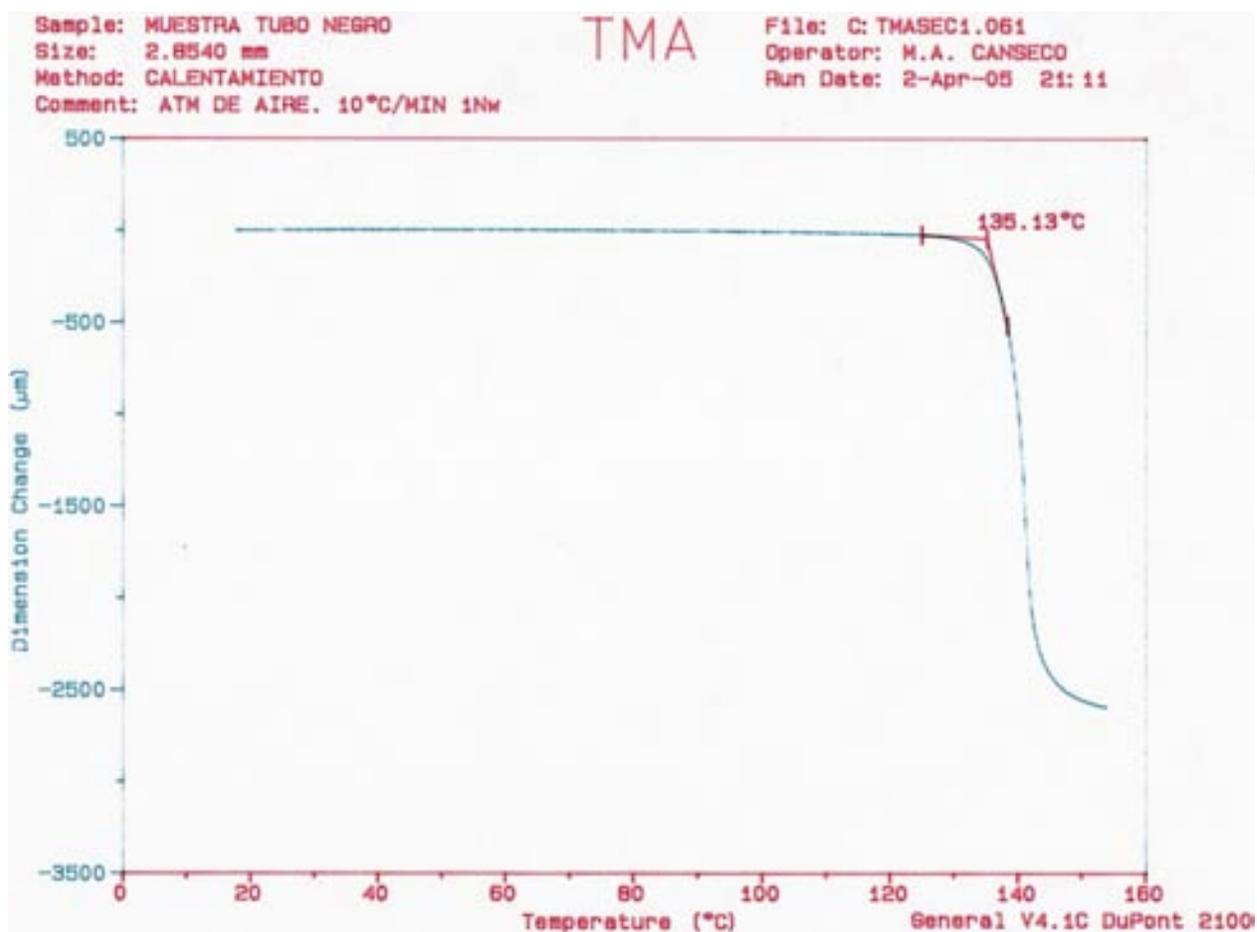


Figura A 2. Gráfica del Análisis Termomecánico del tubo de PEAD.

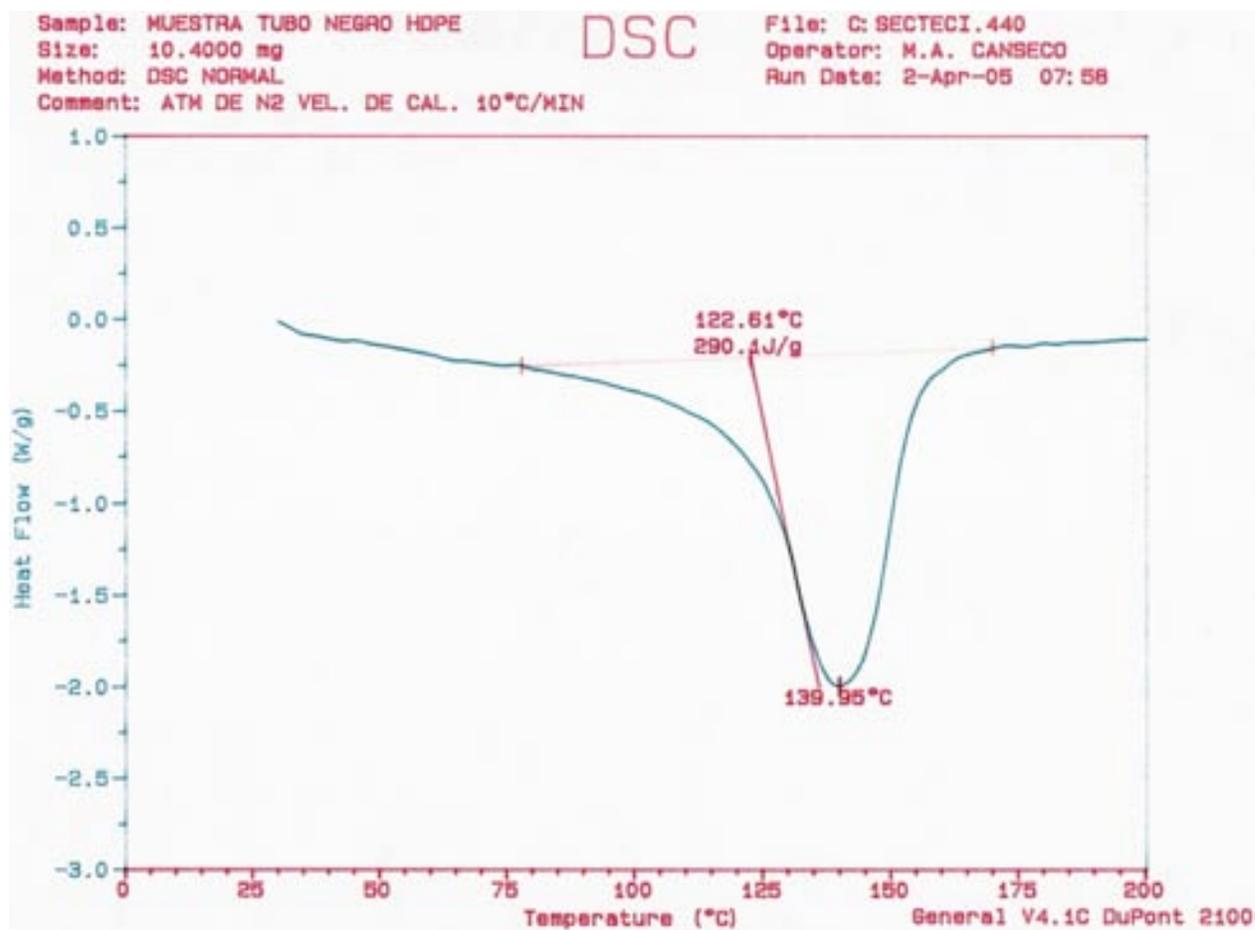


Figura A 3. Curva obtenida de la calorimetría diferencial por barrido.

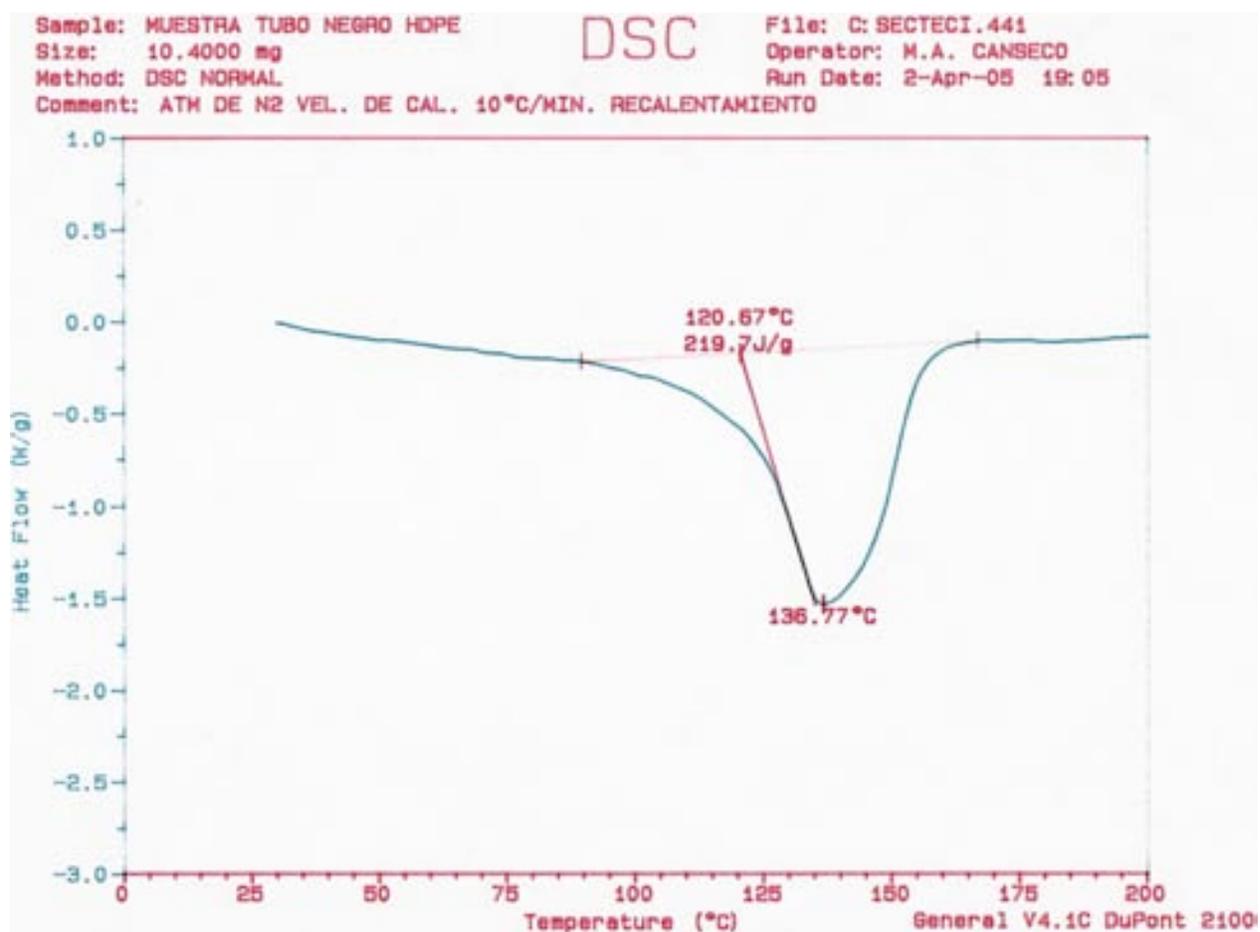


Figura A 4. Gráfica obtenida por calorimetría diferencial de barrido en el recalentamiento.