Universidad Nacional de Mar del Plata – Facultad de Ingeniería

Proyecto Final de carrera – Ingeniería en Materiales

"Caracterización mecánica al impacto de uniones de Polietileno soldadas por termofusión"

Autor Gustavo Cegna

Directora

Dra. Patricia M. Frontini

Co - Directora

Dra. Valeria Pettarín

Fecha de entrega: Febrero 2011



RINFI se desarrolla en forma conjunta entre el INTEMA y la Biblioteca de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Mar del Plata. Tiene como objetivo recopilar, organizar, gestionar, difundir y preservar documentos digitales en Ingeniería, Ciencia y Tecnología de Materiales y Ciencias Afines. A través del Acceso Abierto, se pretende aumentar la visibilidad y el impacto de los resultados de la investigación, asumiendo las políticas y cumpliendo con los protocolos y estándares internacionales para la interoperabilidad entre repositorios

Esta obra está bajo una <u>Licencia Creative Commons Atribución</u>-NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional.

Índice

1 - Motivación	4
2 - Objetivos	7
3 - Introducción	9
3.1 Métodos de soldadura de plásticos	10
3.1.1 Introducción	10
3.1.2 El proceso de soldadura por termofusión: Soldadura por termofusió	on a tope y
sus variables principales	10
3.1.3 Ventajas y desventajas de uniones por termofusión a tope	13
3.2 Ensayo de Impacto	15
3.2.1 Importancia de la evaluación de polímeros en impacto	15
3.2.2 Ensayos de impacto más utilizados para polímeros	15
3.2.3 Ensayos de impacto analógicos	16
3.2.4 Ensayos de impacto instrumentados	16
4 - Materiales	18
4.1 Especificaciones y propiedades	19
4.2 Análisis térmico por DSC	20
5 - Equipamiento	
5.1 Máguina soldadora por termofusión para termoplásticos	
5.1.1 Modificaciones a la máguina original	25
5.2 Impacto: Equipamiento y condiciones de ensayo	27
6 - Soldadura	
6.1 Moldeo de placas	
6.2 Soldadura	29
6.2.1 Soldadura por termofusión	29
6.2.2 Inspección visual de la soldadura	31
6.2.3 Análisis térmico por DSC del material soldado	32
6.3 Mecanizado de probetas	33
7 - Análisis de datos	
7.1 Ensayos tipo Charpy	
7.2 Mecánica de Fractura	
7.3 Eficiencia de la soldadura	37
8 - Resultados experimentales y Discusión	38
8.1 Ensavos de impacto Charpy v Fractura	
8.2 Fractografías	
8.2.1 Ensayos Charpy	42
8.2.2 Ensayos Fractura	44
8.3 Valores de tenacidad y Eficiencia de la soldadura	46
8.4 Discusión de resultados	49
9 - Conclusiones y Trabajos Futuros	54

9.1 Conclusiones	
9.2 Trabajos Futuros	
9.2.1 Modificaciones en el equipamiento	
9.2.2 Caracterización mecánica de la soldadura	56
10 – Bibliografía	
10.1 Bibliografía general	
10.2 Referencias	

1 - Motivación

La soldadura térmica de polímeros es utilizada en la actualidad como una de las principales técnicas de unión de polímeros y compuestos de polímeros en diversas aplicaciones tecnológicas, que abarcan desde pequeñas piezas para la industria automotriz hasta piezas de mayor espesor como tuberías para transporte de agua o gas (Figura 1.1).



Figura 1.1- A) Soldadura de tuberías, B) y C) Soldadura en tanque de combustible.

Las tuberías de polietileno de alta y media densidad (HDPE y MDPE) se utilizan debido a sus buenas propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión, combinado con su bajo peso y excelente relación costo – calidad. Es una solución rentable para varios problemas de tuberías en aplicaciones municipales, industriales, de marina, minería, vertederos, ductos y agricultura. Normalmente, tanto el MDPE como el HDPE, presentan un comportamiento dúctil, pero cuando son sometidos a altas velocidades de deformación y bajas temperaturas, pueden fallar en forma frágil. Esto tiene especial importancia en aplicaciones de tubería de PE soldadas para la distribución de agua y gas, donde es esencial una alta tenacidad ya que las consecuencias de una falla inestable son graves (Figuras 1.2 y 1.3).

Dentro de la gran variedad de técnicas de soldadura existentes, la unión por fusión¹ es muy utilizada en la industria de los polímeros termoplásticos, debido a que las propiedades finales de la junta pueden aproximarse a las del material de partida. Si bien este tipo de soldadura es capaz de producir una resistencia a la tracción aproximada a la del material circundante [1], se ha señalado que el ensayo de impacto tipo Charpy, un método semi-cuantitativo que puede utilizarse para evaluar las características de absorción de energía del polímero, puede ser más útil que el ensayo de tracción debido a que se observó que algunas juntas presentaban una resistencia a la tracción equivalente al material sin soldar y una energía de impacto Charpy menor del 50 % del material inicial [2 - 3].

¹ También conocida como Soldadura por termofusión, Soldadura a tope, Soldadura térmica, Butt fusion y Hot plate welding.

No obstante, el ensayo Charpy con probetas entalladas en V, no es capaz de explicar si la debilidad de la junta reside en la iniciación del defecto o en la propagación de la fractura. Por lo tanto, una alternativa atractiva para evaluar el desempeño de la soldadura puede ser la realización de ensayos de impacto en especímenes pre-fisurados a fin de obtener una visión de la fase de propagación en la fractura. Estas técnicas se han empleado en la evaluación de juntas soldadas en metales pero no se han utilizado con tanta frecuencia en el análisis de soldadura de polímeros.



Figura 1.2 - Accidente debido a una explosión de gas natural [4].



Figura 1.3- Falla de la junta soldada por la técnica de Butt Fusion.

Además de la utilización de polímeros tradicionales como polietileno o polipropileno, en las últimas décadas ha avanzado considerablemente el desarrollo de nuevos materiales para lograr una mayor resistencia, menor costo, y menor impacto ambiental. Sin embargo, uno de los principales problemas que surgen con estos avances es la dificultad en la fabricación y procesamiento de piezas de aplicación tecnológica. Uno de los aspectos de la producción de piezas de plástico es la etapa de soldado. Los espesores de piezas soldadas por termofusión que se utilizan en la industria varían desde unos pocos milímetros en piezas pequeñas, y pueden llegar a superar los 50 mm como en el caso de tuberías para transporte de agua o gas. Es por esto que es de suma importancia contar con equipos y procedimientos que permitan simular y estudiar las condiciones de soldado reales de dichas piezas.

2 - Objetivos

- 1. Estudiar la influencia de uniones soldadas mediante la técnica de "butt fusion" en el comportamiento mecánico a impacto de piezas de PE de media y alta densidad.
- 2. Estudiar la resistencia de la soldadura analizando en forma independiente las etapas de iniciación y propagación de las fisuras en piezas de PE de media y alta densidad.
- 3. Analizar la efectividad de la *Soldadora por termofusión* desarrollada en la Facultad de Ingeniería de la UNMdP con el fin futuro de poner a punto técnicas de unión de materiales avanzados (por ejemplo Nanocompuestos).

3 - Introducción

3.1 - Métodos de soldadura térmica de plásticos

3.1.1 - Introducción

Se han desarrollado varias técnicas de soldadura de plásticos, cada una de ellas con sus ventajas y desventajas. Se pueden hacer juntas soldadas de una gran variedad de materiales, geometrías y tamaños. Además, se pueden unir materiales distintos si éstos son compatibles.

Los procesos de soldadura de plásticos pueden dividirse en dos grandes grupos [5]:

• <u>Procesos que involucran movimiento mecánico</u>: aquí se encuentran la soldadura por ultrasonido (ultrasonic welding), la soldadura por fricción (friction welding) y, la soldadura por vibración (vibration welding).

• <u>Procesos que involucran calentamiento externo:</u> incluye la soldadura por termofusión (hot plate welding), la soldadura con gas caliente (hot gas welding) y, la soldadura con inserto de metales (implant welding).

Todas las técnicas de soldadura se desarrollan a través de tres etapas comunes:

• <u>Primera etapa</u>: implica la formación de una zona fundida en cada una de las superficies a unir. Esta capa no necesariamente debe ser grande en volumen, pero debe existir para poder llevar a cabo la soldadura.

· <u>Segunda etapa</u>: las partes se unen bajo presión. Al ejercer presión sobre el volumen fundido, se favorece la mezcla y homogeneización del material en la línea de soldadura.

 \cdot <u>Tercera etapa</u>: se deja enfriar la zona soldada, mientras que se mantiene la presión para evitar vacíos o burbujas dentro de la soldadura.

3.1.2 - <u>El proceso de soldadura por termofusión</u>: soldadura por

termofusión a tope y sus variables principales

La soldadura por termofusión o soldadura a tope, se utiliza comúnmente para soldar extremos de tubos de plásticos utilizados para el transporte de gas, distribución de agua y en las industrias químicas; también en elementos de uso diario como carcasas de aspiradoras, componentes para lavadoras y lavavajillas, partes de automóviles como luces traseras, luces indicadoras; entre otras aplicaciones.

El principio de funcionamiento consiste en calentar las dos superficies a unir del polímero a soldar hasta una temperatura superior a la Tg (temperatura de transición vítrea para polímeros amorfos), o Tm (temperatura de fusión para polímeros semicristalinos), para garantizar que las superficies se ablanden o fundan. El calentamiento se produce por contacto directo de las superficies contra una placa termofusora. Esta etapa se debe realizar con bajas presiones de contacto, debido a que las superficies ablandadas se deforman fácilmente por exceso de presión. Una vez que las dos superficies se encuentran fundidas, las piezas son retiradas del calor (alejadas de la placa termofusora). Luego, ambas superficies se ponen en contacto a una determinada presión, generando un desplazamiento perpendicular del material fundido hacia los bordes de la placa (Figura 3.1). Esta orientación desfavorable en la zona de la soldadura se mantiene luego de que el material solidifica, reduciendo de este modo su resistencia respecto del material base [6].



Figura 3.1- Dirección del flujo de material durante la soldadura.

Se han propuesto varias teorías que explican el comportamiento de las cadenas poliméricas durante la soldadura. En el modelo de reptación propuesto por De Gennes la movilidad de las cadenas poliméricas está directamente relacionada con su longitud y está restringida por la interacción física con otras cadenas ("entanglement"). El movimiento de las cadenas es al azar, y en el proceso de difusión que tiene lugar durante la soldadura las cadenas más pequeñas fluyen con mayor facilidad. Otro modelo propuesto por Wool y O'Connor establece que durante el proceso de soldadura se producen las siguientes etapas: reacomodamiento, aproximación de las superficies, mojado, difusión, y movimientos al azar. Luego de la etapa de mojado, las cadenas poliméricas son libres de moverse a través de la interfase en las dos etapas posteriores. Ambas teorías hacen énfasis en la importancia de la autodifusión e interpenetración molecular a través de la interfase de unión (Figura 3.2). Dicha interpenetración dependerá del flujo de material, si el flujo es pequeño la interpenetración de cadenas será insuficiente y por lo tanto la resistencia de la junta disminuirá. Por otro lado, si el flujo de material es excesivo entonces se producirán defectos en la geometría de las piezas soldadas. Por lo tanto, el patrón de flujo de material en la interfase es un factor importante a tener en cuenta para una buena soldadura [6, 7].



Figura 3.2- Difusión molecular y "entanglement" durante la soldadura.

Finalmente y una vez que la soldadura se deja enfriar lentamente las cadenas recuperan el arreglo molecular que poseían en estado sólido (amorfo o semi-cristalino), las interfaces originales desaparecen y, las dos piezas se convierten en una sola pieza homogénea, quedando en la superficie externa un cordón de soldadura (Figura 3.3). Debido al gradiente de temperatura que existe en la zona de fusión (varía desde la temperatura de la placa termofusora hasta la temperatura del material sin fundir) la microestructura de la soldadura es heterogénea y tiene gran influencia sobre la performance de la unión [8, 9].



Figura 3.3- Cordón de soldadura.

A continuación se resumen las operaciones que se realizan durante el proceso de soldadura [10], y en la Figura 3.4 se presenta un esquema del proceso.

 \cdot <u>Corte</u>: Los extremos de las piezas deben cortarse de manera que las superficies queden limpias y paralelas.

• <u>Alineación</u>: Los extremos de las piezas deben estar alineados entre sí para evitar un mal acoplamiento o errores de espesor en la soldadura.

 \cdot <u>Sujeción</u>: Una vez alineadas axialmente, las piezas deben sujetarse con firmeza para evitar que se desplacen al ejercer presión.

• <u>Calentamiento</u>: Los extremos de las piezas deben calentarse hasta lograr una zona fundida. El calentamiento se realiza con una placa termofusora.

• <u>Unión</u>: Las piezas con los extremos fundidos deben unirse. El control de la soldadura puede realizarse por presión o por desplazamiento. La fuerza debe ser constante alrededor de la zona de la interfaz.

· <u>Enfriamiento</u>: Se debe inmovilizar la unión fundida mientras se enfría lentamente.



Figura 3.4- Esquema del proceso de soldadura por termofusión.

Los principales parámetros de soldadura son: temperatura de la placa termofusora, ciclo de calentamiento, presión de soldadura (o desplazamiento impuesto), y ciclo de enfriamiento. Las condiciones dependen del tamaño del área de la junta y del tipo de plástico que se desea soldar.

3.1.3 - Ventajas y desventajas de uniones por termofusión a tope

Las ventajas y desventajas que presentan las uniones por termofusión son [11]:

Ventajas:

- ✓ <u>Materiales adicionales</u>: La soldadura por termofusión no necesita elementos adicionales tales como material de aporte, sujetador, inserto, preformas electromagnéticas, adhesivos o solventes. Por lo tanto, tiene un menor costo que otros métodos que cumplen con los mismos requisitos.
- ✓ <u>Facilidad de montaje</u>: La soldadura por termofusión solo requiere la colocación de las dos partes de la pieza en el soporte de la soldadura.
- ✓ <u>Tipo de unión</u>: La soldadura por termofusión crea uniones permanentes que no pueden ser reabiertas sin dañar las partes. Bajo condiciones ideales, se pueden obtener uniones con resistencias equivalentes a las paredes adyacentes.
- ✓ <u>Materiales</u>: El proceso permite soldar la mayoría de los materiales termoplásticos incluyendo los semi-cristalinos. En algunos casos se pueden

soldar materiales disímiles utilizando dos placas termofusoras a distintas temperaturas (por ejemplo se puede soldar PEI con PC, PC con PBT).

- ✓ <u>Calidad de Sellos</u>: La soldadura crea excelentes sellos herméticos, que suelen ser un requisito para sus aplicaciones.
- ✓ <u>Atmósfera limpia</u>: Contrariamente a lo que sucede en los sistemas de unión con adhesivos y solventes, en este tipo de soldadura generalmente no es necesario contar con un equipo de ventilación para remover humos tóxicos.
- ✓ <u>Velocidad de producción</u>: Puede trabajarse a altas velocidades de producción con piezas pequeñas, sobre todo si se sueldan múltiples piezas en cada ciclo.
- ✓ <u>Libertad de proceso</u>: Se pueden soldar por termofusión una gran variedad de piezas termoplásticas, no obstante, los rellenos (cargas) y/o aditivos pueden afectar la soldabilidad de las piezas.
- Proceso silencioso: A diferencia de la soldadura por ultrasonido, por vibración y "spin" (similar a la soldadura por fricción), en este proceso no se genera ruido.
- ✓ <u>Limitaciones geométricas</u>: Este proceso permite soldar grandes piezas y paredes internas. El tamaño de la pieza está limitado solamente por el tamaño de la placa termofusora. Además, se puede hacer prácticamente cualquier forma de pieza incluyendo paredes finas.

Desventajas:

- ★ <u>Costo energético</u>: La soldadura por termofusión tiene aparejado un alto costo en la energía utilizada comparada con otros procesos de soldadura.
- Puesta en marcha: En la puesta en marcha, se debe esperar que la placa termofusora alcance la temperatura de trabajo y se estabilice. El tiempo puede oscilar entre 15 y 30 minutos, y todo el calor generado en este lapso no es utilizado en la producción.
- ✗ <u>Tensionado de piezas</u>: El proceso puede causar tensiones residuales en el área de unión y generar fisuras. Sin embargo, otros métodos como ultrasonido y "spin" producen una cantidad mayor aún de fisuras.
- <u>Residuo generado</u>: En la superficie de la placa se acumula material fundido y se debe limpiar para no interferir en la soldadura de otros materiales.
- Costo del equipo: Los equipos de soldadura por termofusión son menos costosos que los equipos de producción de soldadura por vibración para tamaños de piezas equivalentes. En cambio, tienen un costo más elevado que los equipos de soldadura por ultrasonido y por rotación "spin".

3.2.1 - Importancia de la evaluación de polímeros en impacto

El ensayo de impacto consiste en determinar la capacidad de un material para absorber y disipar la energía producida en un choque por la acción de una carga que actúa bruscamente.

A diferencia de los ensayos estáticos, los ensayos de impacto constituyen el entorno más crítico en el cual puede determinarse la tenacidad de un polímero [12]. Además, muchos polímeros que presentan fallas dúctiles y tenaces a bajas velocidades de deformación pueden sufrir fractura frágil bajo cargas de impacto [13]. Es por ello que este tipo de ensayo resulta más apropiado que el ensayo de tracción para determinar la eficiencia de uniones soldadas.

3.2.2 - Ensayos de impacto más utilizados para polímeros

Los ensayos de impacto se pueden clasificar básicamente en tres métodos, los cuales se diferencian en el tipo de solicitación, en el tipo de probeta, o en ambos:

- impacto-tracción,
- flexión de barras prismáticas,
- flexión de discos, o placas.

Los ensayos de *impacto-tracción* consisten en someter probetas en forma de hueso a una solicitación en tracción a elevadas velocidades de deformación, del orden del metro por segundo.

Los ensayos de *flexión de barras* consisten en solicitar en flexión probetas prismáticas, que pueden estar libremente apoyadas y recibir el impacto en el centro (tipo Charpy), o pueden estar empotradas en un extremo y recibir el golpe por el otro (tipo Izod). (Figura 3.5 A y B).



Figura 3.5- A) Ensayo con péndulo, B) Probetas Charpy e Izod.

El tercer tipo de método corresponde a los ensayos en los que se solicita a flexión una pieza con forma de disco, plato o placa. El golpe se origina por el choque de una masa que se deja caer o que se impulsa por otros medios hacia la probeta del material que se encuentra soportada libremente o está sujeta por una mordaza. Los métodos normalizados más usuales suelen ser los de caída de dardo, generalmente denominados como "Falling weight" (Figura 3.6).



Figura 3.6- Ensayo de impacto tipo Falling Weight.

3.2.3 - Ensayos de impacto analógicos

La energía medida en los ensayos de impacto analógicos (no instrumentados) es la suma de distintas contribuciones energéticas [14]: la energía de indentación de los apoyos, la energía elástica almacenada en la máquina, la energía perdida por ésta en vibraciones y rozamientos, la energía consumida para expulsar las porciones rotas del objeto, y la energía total consumida durante la deformación y rotura de la probeta (flexión, iniciación y propagación de la entalla). La contribución de cada una de ellas puede variar sustancialmente dependiendo del tipo y geometría del ensayo.

Aunque los métodos analógicos son de fácil aplicación, sus resultados son difíciles de interpretar [15]. Esto es consecuencia de que la resistencia al impacto no es una propiedad fundamental del material, sino que depende, entre otros factores, de la temperatura, del tipo y geometría del ensayo, de la microestructura, y de la orientación del material.

3.2.4 - Ensayos de impacto instrumentados

Parte de los inconvenientes mencionados en la sección anterior pueden resolverse con la utilización de equipos instrumentados. Estos equipos permiten la separación de las contribuciones de las distintas energías ya que registran la fuerza soportada por el percusor durante el evento de impacto. A partir del registro de la fuerza en función del tiempo y conociendo la velocidad instantánea del percusor se puede calcular el desplazamiento. Finalmente, la energía absorbida por la probeta resultará de la integral de la curva Fuerza vs Desplazamiento. De esta manera, es posible en principio diferenciar dos comportamientos mecánicos muy distintos que consumen la misma energía a fractura (Figura 3.7) [16].



Desplazamiento (x) Figura 3.7- Igual energía absorbida para diferentes comportamientos a impacto.

4 – Materiales

Los materiales utilizados en el desarrollo de este trabajo son:

✓ Polietileno de alta densidad – HDPE 7808^2

✓ Polietileno de media densidad – MDPE 8818^3

Physical Properties	Test Method	Values ⁽¹⁾
Resin Properties		
Melt Index, g/10 min	ASTM D 1238	0,22
Melt Index, g/10 min	ASTM D 1238	7,2
Density, g/cc	ASTM D 1505	0,9470
Molded Part Properties, 3 mm		
Ultimate Tensile, kg/cm ² (MPa)	ASTM D 638	330 (32)
Tensile Yield, kg/cm ² (Mpa)	ASTM D 638	210 (21)
Ultimate Elongation, %	ASTM D 638	660
ESCR ⁽²⁾	ASTM D 1693	>2000
Izod Impact, J/mt (Ib.pie/plg)	ASTM D 256	460 (8.5) NB
Oxidation Induction Time @ 200°C, min	ASTM D 3895	>90
Vicat Softening Point, °C	ASTM D 1525	123
Hardness Shore D	ASTM D 2240	64
Hydrostatic Base Design, kg/cm ² (Mpa) (psi)	ASTM D 2837	88 (8,6) (1250)

Tests performed by compression molded

Processing Conditions Recommended:

Barrel Temperature: 165 - 185 - 200 - 205°C
Die Temperature: 200 - 215°C

(1) Typical values, not to be construed as specifications.

(1) Typical values, not to be construct as promotion Users should confirm results by their own tests.
 (2) Conditions: Igepal 100%, with slit, 100°C.

Propiedades Físicas	Método	Valor Típico (1)
Propiedades de la Pesina		
Propiedades de la Resina		
Indice de Fluencia (190°C/2.16 Kg) g/10 min	ASTM D 1238	0.2
Indice de Fluencia (190°C/21.6 Kg) g/10 min	ASTM D 1238	20.0
Densidad, g/cc	ASTM D 1505	0.939
Propiedades de la Placa (3 mm)		
Resistencia a la Tracción, Kg/cm ² (MPa)	ASTM D 638	300 (29.4)
Límite Elástico, Kg/cm² (MPa)	ASTM D 638	180 (17.7)
Módulo Secante, Kg/cm ² (MPa)	ASTM D 638	5900
Elongación a la Rotura, %	ASTM D 638	625
Resistencia al Resquebrajamiento bajo Tensiones		
en Medio Agresivo (h), Igepal 10%, con Ranura, 50°C	ASTM D 1693	>2000
Base de Diseño Hidrostático Kg/cm ² (MPa) (psi)	ASTM D 2837	88 (8.6) (1250)
Impacto Izod J/mt (Ib.pie/plg)	ASTM D 256	590 (11.0)
Tiempo de Inducción (min)	ASTM D 3895	>90
Clasificación y Aprobaciones		
Clasificación Matricial	ASTM D 3350	233233 A
ENARGAS, Argentina	GE-NI-129: 1990	Aprobado

Condiciones de Procesamiento

- Temperatura Cilindro: 165 185 200 205°C
- Temperatura Cabezal: 200 210°C

(1) Valores típicos; los usuarios deberían confirmar los resultados a través de sus propios ensayos

² De acuerdo a la ficha técnica del proveedor PBB Polisur.

³ Ídem 2.

4.2 - Análisis térmico por DSC

Para determinar la temperatura de fusión y el porcentaje de cristalinidad de los dos polímeros estudiados (HDPE 7808 y MDPE 8818) se realizó un análisis térmico por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) con un equipo Shimadzu, a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min. El ensayo consiste en calentar en forma continua y a velocidad constante dos porta muestras, uno con la muestra de PE y el otro con un material de referencia (generalmente aire) y comparar la energía (calor) que se entrega a cada una de ellas para que ambas se encuentren a la misma temperatura. El calor que registra la máquina es aquél que compensa el que se pierde o gana como consecuencia de reacciones endo o exotérmicas que tienen lugar en la muestra.

En la Figura 4.1 se presentan las corridas realizadas para MDPE y HDPE.



Figura 4.1- DSC MDPE (8818) y HDPE (7808).

En la Tabla 4.1 se muestran las temperaturas medias de fusión resultantes del ensayo de DSC para cada material. A partir del calor de fusión se calculó la cristalinidad de acuerdo a:

$$\chi_c = \frac{\Delta H_{\exp}}{\Delta H_{ieo}}.100 \qquad (1)$$

Donde: χ_c = Cristalinidad,

 $\Delta Hexp$ = Calor de fusión de la muestra, $\Delta Hteo$ = Calor de fusión de un PE 100 % cristalino = 293 J/g. [17]

Material	T fusión (°C)	Desv Est T _f	Cristalinidad	Desv Est cristalinidad
MDPE	131,4	0,1	51,2	4,8
HDPE	135,2	2,4	61,4	4,8

 Tabla 4.1- Temperatura de fusión (valor del pico del termograma) y cristalinidad de los dos polímeros estudiados.

5 - Equipamiento

5.1 - Máquina soldadora por termofusión para termoplásticos

Durante la realización de este proyecto se utilizó una máquina diseñada durante el desarrollo de un proyecto final de Ingeniería en Materiales en la Facultad de Ingeniería de la U.N.M.d.P [18]. En la Figura 5.1 se presenta el dispositivo original terminado, y en las Figuras 5.2 a 5.7 el despiece del mismo.



Figura 5.1- Dispositivo original de soldadura por termofusión.



Figura 5.2- Despiece de máquina soldadora de termoplásticos.



Figura 5.3- Despiece de máquina soldadora de termoplásticos.



Figura 5.4- Despiece de máquina soldadora de termoplásticos.



Figura 5.5- Despiece de máquina soldadora de termoplásticos.



Figura 5.6- Despiece de máquina soldadora de termoplásticos.



Figura 5.7- Despiece de máquina soldadora de termoplásticos.

La temperatura de la placa termofusora se controla mediante un controlador digital, de tipo "on - off" (Figura 5.8).



Figura 5.8- Controlador de temperatura "on – off".

5.1.1 - Modificaciones a la máquina original

Para solucionar algunos problemas que surgieron durante las primeras soldaduras se realizaron las siguientes modificaciones en la máquina original:

- Problema: Deslizamiento en conjunto de las placas a soldar al aplicar presión.
 - <u>Modificación</u>: Se agregó una lámina de Etileno Acetato de Vinilo a las dos mordazas móviles y a las fijas, para mejorar el agarre de las placas de PE (Figura 5.9 A y B).



Figura 5.9 A- Mordazas sin recubrimiento.



Figura 5.9 B- Mordazas con recubrimiento.

• <u>Problema:</u> El sistema de medición original es eficiente si las dos partes móviles, separadas por la placa termofusora, se mueven de igual modo, es decir, si la máquina es perfectamente simétrica en su movimiento. Como esto no sucede, el desplazamiento que se lee en el alesómetro sujeto a una de las partes móviles no es igual al de la otra parte.

<u>Modificación</u>: se sujetó el comparador a una de las placas móviles y el tornillo a la otra placa como se muestra en la Figura 5.10 B. De este modo se mide directamente el acercamiento entre ambos lados de la máquina.



Figura 5.10 A- Sistema de medición de desplazamiento original.



Figura 5.10 B- Modificación del sistema de medición de desplazamiento.

<u>Verificación y reemplazo de resortes</u>: Se realizaron ensayos de compresión a los cuatro resortes originales de la máquina. Todos presentaron curvas de Carga vs. Desplazamiento distintas, y dos de ellos, una zona de desplazamiento sin aumento de carga (Figura 5.11). Por lo tanto, los cuatro resortes fueron sustituidos por unos de igual diámetro, mayor longitud y menor constante k (Fig. 5.12).



Figura 5.11-Ensayo de compresión resortes originales.



5.2 - Impacto: equipamiento y condiciones de ensayo

Todos los ensayos de impacto se realizaron con una configuración de flexión en 3 puntos, utilizando una máquina de impacto instrumentado Fractovis CEAST 6789 (Falling Weight) (Figuras 5.13 y 5.14), con un adquisidor de datos DAS 4000.

Las condiciones de ensayo fueron:

- **Energía de impacto impuesta:** 14,25 J.
- Velocidad de impacto impuesta: 1 m/s (velocidad cuasi estática alta que produce efectos dinámicos pequeños).
- **Tiempo de muestreo:** 4 ms.



Figura 5.13- Esquema de ensayo en flexión en 3 puntos.



Figura 5.14- Máquina de impacto instrumentado Cest Fractovis.

6 – Soldadura

Se moldearon placas de 197 x 147 x 10 mm por compresión en una prensa hidráulica AMS 160/335DE de 40 toneladas (Figura 6.1), partiendo de pellets de HDPE 7808 y MDPE 8818 siguiendo los pasos que se detallan a continuación:

Se rocia el molde con agente desmoldante,

 \succ Se calienta el molde hasta 200 ° C (aprox. 70 °C por encima de la temperatura de fusión),

Se agrega el material pelletizado al molde,

Se deja fundir el material durante 10 minutos sin presión,

Se aplica una presión media de 45 Kg/cm² durante 40 minutos a 200 °C,

➢ Finalmente, se enfría el molde con agua hasta alcanzar aproximadamente 120 ℃, y luego se deja enfriar la placa dentro del molde hasta temperatura ambiente para minimizar la generación de tensiones residuales.





Figura 6.1 – Prensa hidráulica AMS 160/335DE.

Durante la etapa de enfriamiento la presión disminuye como consecuencia de la cristalización del polímero, por lo tanto es necesario aplicar presión (manteniéndola en el valor inicial) para evitar deformaciones y huecos en la placa.

6.2 – Soldadura

6.2.1 – Soldadura por termofusión

Luego del conformado, las placas se cortaron y se soldaron en la máquina termofusora. En primer lugar se limpiaron las áreas de la junta con alcohol, luego se alinearon las dos secciones y, finalmente se fundió una pequeña zona de cada placa (Figura 6.2). Posteriormente se retiró la placa termofusora y se acercaron las dos superficies fundidas como se muestra en la Figura 6.3. La soldadura se controló por desplazamiento con un alesómetro como el que se presenta en la Figura 6.4.

Para todas las soldaduras se utilizaron los siguientes parámetros tomando como referencia la norma ASTM F 2620 "Standard practice for heat fusion joining of polyethylene pipe and fittings":

- Zona de fusión de cada placa = 2 mm
- Temperatura soldadura = $204 \,^{\circ}C$
- Acercamiento medido en el alesómetro = 2.5 mm



Figura 6.2 – Calentamiento y fusión de las placas a soldar.



Figura 6.3 – Unión de las zonas fundidas durante la soldadura.



Figura 6.4 – Alesómetro de precisión 0,01 mm.

6.2.2 - Inspección visual de la soldadura

Un primer modo de evaluar la calidad de la soldadura es por medio de una inspección visual durante y después del proceso. En la etapa de soldado se debe verificar que las dos superficies a unir se encuentren alineadas respecto de la placa termofusora para garantizar que la zona fundida sea uniforme en todo el espesor. Una vez realizada la soldadura el cordón debe ser homogéneo en todo el ancho de la placa respetando las dimensiones que se muestran en la Figura 6.5. Con la máquina soldadora utilizada en este proyecto se obtuvo una soladura homogénea en casi todo el ancho de las placas, excepto en los bordes como se muestran en la Figura 6.6.



Figura 6.5 – Dimensiones que debe presentar el cordón de soldadura.



Figura 6.6 – Cordón de soladura de las placas de PE. En el centro es homogéneo, y a medida que se acerca a los bordes disminuye su espesor.

También se realizo una inspección visual de la soldadura en el espesor de la placa mediante un corte transversal previo al mecanizado de las probetas, verificando de este modo la ausencia de huecos o discontinuidades (Figura 6.7).



Figura 6.7 – Inspección visual de la soldadura en el espesor de la placa.

6.2.3 - Análisis térmico por DSC del material soldado

Para evaluar si el proceso de soldado generó modificaciones en la microestructura de ambos polímeros, se realizaron ensayos de DSC de material extraído de la zona soldada. Los registros y resultados se presentan en la Figura 6.8 y la Tabla 6.1.





Figura 6.8- DSC W-MDPE (8818) y W-HDPE (7808).

Material	T fusión (°C)	Desv Est T _f	Cristalinidad	Desv Est cristalinidad
MDPE	131,4	0,1	51,2	4,8
HDPE	135,2	2,4	61,4	4,8
WMDPE	130,8	0,4	52,9	7,2
WHDPE	132,7	0,1	59,7	2,4

Tabla 6.1- Comparación de temperatura de fusión y cristalinidad para ambos polímeros soldados.

6.3 - Mecanizado de probetas

Una vez realizada la soldadura, y antes de cortar cada placa para obtener las probetas, se limó el cordón de soldadura con una afiladora. Luego se cortó la placa con una sierra caladora, y finalmente se maquinaron las probetas con una fresa hasta las dimensiones finales que establecen las normas ASTM D 6110 – 04 ("Standard test method for determining the Charpy impact resistance of notched specimens of plastics") y ASTM D5045 – 99 ("Standard test method for plane-strain fracture toughness and strain energy release rate of plastic materials") (Figuras 6.9 y 6.10).



Figura 6.9 – Geometría de las probetas Charpy ensayadas de acuerdo a Norma ASTM D 6110 - 04.



Figura 6.10 – Geometría de las probetas para ensayo de Fractura de acuerdo a Norma ASTM D 5045 - 99.

Finalmente, en el centro de las probetas se hicieron entallas en V o *agudas* de acuerdo al ensayo a realizar (Figura 6.11). Para ello se utilizó una entalladora Ceast modelo Notchvis como la que se muestra en la Figura 6.12.



Figura 6.11 – Probetas con entallada en V y aguda.



Figura 6.12 - Entalladora modelo Notchvis de la marca Ceast.

7 – Análisis de datos

Se calculó la resistencia al impacto (energía que absorbe el material por unidad de área resistente) a partir de ensayos sobre probetas con entalla en V de acuerdo a (ASTM D6110 - 04):

$$Ec = \frac{E}{b \cdot (w-a)} \quad (2)$$

Donde E = resistencia al impacto,

b = espesor de la probeta,

w = ancho de la probeta,

a =longitud de la entalla.

7.2 - Mecánica de Fractura

El método utilizado para evaluar la tenacidad a la fractura de un material depende del tipo de comportamiento que éste presenta. Cuando la deformación no lineal está confinada a una pequeña región alrededor del vértice de la fisura la caracterización se realiza a través de la Mecánica de Fractura Lineal Elástica (MFLE). Esta teoría se aplica para evaluar el comportamiento a la fractura de materiales lineales elásticos que generalmente exhiben fractura frágil. Si, en cambio, la deformación plástica en la punta de la fisura no es pequeña comparada con las dimensiones de la probeta la MFLE pierde validez y se debe utilizar la Mecánica de Fractura Elásto – Plástica (MFEP). Los parámetros elasto-plásticos más utilizados son la Integral J y el CTOD [19]. Esta teoría se utiliza en materiales dúctiles que presentan una propagación inicial estable de la fisura.

En este proyecto se utilizó el valor de la integral J en la inestabilidad, Jc, para evaluar la tenacidad a la fractura [20]. Dicho valor se calculó de acuerdo con:

$$Jc = \frac{\eta \cdot U}{b \cdot (w - a)} \quad (3)$$

Donde U = energía consumida hasta el punto de inestabilidad por una probeta con entalla aguda,

- η = factor de calibración para la geometría utilizada,
- b = espesor de la probeta,
- w = ancho de la probeta,
- a =longitud de la entalla.

El factor de calibración η depende de la geometría de ensayo. Para el caso de probetas ensayadas en flexión con relaciones de entallas a/W=0.5, el factor de calibración es 2 [20].

7.3 - Eficiencia de la soldadura

La eficiencia de la soldadura se calculó a partir de los resultados de los ensayos Charpy y de los de Fractura utilizando el parámetro adimensional φ . Dicho parámetro se define del siguiente modo:

$$\varphi = \frac{\text{Re sistencia _soldadura}}{\text{Re sistencia _material _base}} \quad (4)$$

La clasificación de la soldadura en función de este parámetro se realiza de acuerdo a la Tabla 6.1 [21]:

Modo de Falla	Calificación de la soldadura	φ
La probeta se rompe en la línea de soldadura. Fractura frágil.	Mala	< 0,12
La probeta supera el punto de fluencia, ocurriendo cierta deformación plástica.	Pobre a Buena	0,12 - 0,56
La probeta se comporta en forma completamente dúctil antes de fallar.	Buena a Excelente	> 0,56

Tabla 6.1- Criterio de clasificación de la soldadura por termofusión.

8 – Resultados experimentales y Discusión

8.1 - Ensayos de impacto Charpy y Fractura

En las Figuras 8.1 y 8.2 se presentan las curvas carga vs desplazamiento obtenidas del ensayo de impacto Charpy para MDPE y HDPE respectivamente con y sin soldadura a ~ 25 y 0 °C.

En todos los gráficos se observa que las curvas presentan un pico inicial seguido de una caída de carga por debajo de cero, este pico característico se conoce como *pico de inercia* y se produce por el contacto inicial entre el percusor que viaja a 1 m/s y la probeta que se encuentra en reposo. Luego, la carga vuelve a aumentar en forma oscilante hasta que finalmente cae a cero al producirse la fractura final.



Figura 8.1- Curvas Carga – Desplazamiento obtenidas a partir de ensayos de impacto Charpy en probetas de MDPE y W-MDPE en función de la temperatura.



Figura 8.2- Curvas Carga – Desplazamiento obtenidas a partir de ensayos de impacto Charpy en probetas de HDPE y W-HDPE en función de la temperatura.

En las Figuras 8.3 y 8.4 se presentan las curvas carga vs desplazamiento para MDPE, W – MDPE, HDPE, y W – HDPE resultantes del ensayo de fractura a ~ 20 y 0 °C.

En este caso se observó un comportamiento similar al de los ensayos Charpy: todas las curvas presentan pendientes similares diferenciándose principalmente en el desplazamiento final, acentuándose las diferencias en los ensayos con probetas soldadas.





Figura 8.3- Curvas Carga – Desplazamiento obtenidas a partir de ensayos de impacto en probetas de MDPE con entalla aguda en función de la temperatura.



Figura 8.4- Curvas Carga – Desplazamiento obtenidas a partir de ensayos de impacto en probetas de HDPE con entalla aguda en función de la temperatura.

Se realizó un análisis de la superficie de fractura de todas las probetas luego del ensayo de impacto utilizando un microscopio óptico Olympus.

8.2.1 - Ensayos Charpy

En las Figuras 8.5 a 8.8 se presentan fractografías de MDPE, W – MDPE, HDPE, y W – HDPE correspondientes a ensayos Charpy a ~ 25 y 0 °C.

En todas las fractografías se pueden distinguir 3 zonas diferentes: en primer lugar la zona correspondiente a la entalla; seguida de una zona dúctil con formación de craze, y finalmente y abarcando la mayoría de la superficie de fractura, la zona correspondiente a una fractura frágil inestable en donde la fisura avanza rápidamente.

Los bordes presentan pequeños labios de corte - zonas muy pequeñas de ductilidad-, producto de una variación en el estado tensional (cambio de un estado plano de deformaciones a un estado plano de tensiones). Estos labios de corte, si bien constituyen un bajo porcentaje de la superficie, aumentan mucho la resistencia a la fractura controlando el arresto de la fisura. En las superficies de HDPE, además de las zonas descriptas anteriormente también se observó una última zona correspondiente al fenómeno de "Hinging" (bisagra), producido por una disminución en la velocidad de crecimiento de la fisura (Figura 8.7).

Por otra parte, todas las superficies de las probetas soldadas presentaron una disminución de la zona de craze y de los labios de corte (en los casos en que se formaron) comparado con la superficie del material base a la misma temperatura (Ver por ejemplo Figura 8.5 A vs Figura 8.5 B). También se observó el mismo comportamiento al comparar las superficies de un mismo material a diferentes temperaturas, es decir, una disminución de las zonas dúctiles con la disminución de la temperatura.



Figura 8.5- Superficie de fractura. A) MDPE; B) W-MDPE. Charpy ~ 25 °C.⁴

⁴ En todas las imágenes la barra dentro del círculo representa 1 mm.



Figura 8.6- Superficie de fractura. A) MDPE; B) W-MDPE. Charpy ~ 0 °C.



Figura 8.7- Superficie de fractura. A) HDPE; B) W-HDPE. Charpy ~ 25 °C.



Figura 8.8- Superficie de fractura. A) HDPE; B) W-HDPE. Charpy ~ 0 °C.

Es importante aclarar que no todas las superficies de fractura de los dos PE soldados fueron como las que presentaron anteriormente. En algunas probetas se observó una superficie completamente lisa, sin labios de corte ni craze (Figura 8.9), y en otras una superficie bastante particular debido a que la fractura pareciera producirse en diferentes planos (Fig. 8.10).



Figura 8.9- Superficie de fractura lisa. A) W-MDPE; B) W-HDPE. Charpy ~ 25 °C.



Figura 8.10- Superficies de fractura de una misma probeta de W-MDPE en donde se observa la fractura en diferentes planos. Charpy ~ 25 °C.

8.2.2 - Ensayos Fractura

En las Figuras 8.11 a 8.14 se presentan fractografías de MDPE, W – MDPE, HDPE, y W – HDPE correspondientes a ensayos de fractura a ~ 20 y 0 °C.

Las principales diferencias que se encontraron en estas superficies de fractura respecto de las del ensayo Charpy fueron la aparición de hinging en las superficies de MDPE, y una mayor ductilidad en el polietileno de alta densidad. Las fractografías de MDPE y W-MDPE a 20 °C fueron similares. Sin embargo, sí se observó una disminución de ductilidad en los ensayos de HDPE tanto a 20 como a 0 °C (Figuras 8.13 y 8.14). Nuevamente se registraron superficies lisas y fractura en diferentes planos en las superficies del material soldado.



Figura 8.11- Superficie de fractura. A) MDPE; B) W-MDPE. Fractura ~ 20 °C.



Figura 8.12- Superficie de fractura. A) MDPE; B) W-MDPE. Fractura ~ 0 °C.



Figura 8.13- Superficie de fractura. A) HDPE; B) W-HDPE. Fractura ~ 20 °C.



Figura 8.14- Superficie de fractura. A) HDPE; B) W-HDPE. Fractura ~ 0 °C.

8.3 - Valores de Tenacidad y Eficiencia de la soldadura

En las Tablas 8.1 y 8.2, y Figuras 8.15 y 8.16, se presentan los valores de Energía Charpy y Jc para cada condición de ensayo.

Ensayo	Material	T (°C)	E _{Charpy} (N/mm)	± Desv Est (N/mm)	Desplazamiento a rotura δ (m)	± Desv Est (m)
Charpy	MDPE	~ 25	7,93	0,43	0,0047	0,0002
Charpy	W – MDPE	~ 25	5,62	2,36	0,0037	0,0011
Charpy	HDPE	~ 25	9,21	0,76	0,0045	0,0003
Charpy	W – HDPE	~ 25	3,95	2,24	0,0029	0,0009
Charpy	MDPE	~ 0	9,44	2,09	0,0041	0,0007
Charpy	W – MDPE	~ 0	4,80	2,52	0,0025	0,0011
Charpy	HDPE	~ 0	11,33	2,50	0,0044	0,0006
Charpy	W – HDPE	~ 0	6,50	2,95	0,0030	0,0008

Tabla 8.1- Valores de Energía Charpy para probetas soldadas y sin soldar de MDPE y HDPE a ~ 25 y 0 °C.

Ensayo	Material	T (°C)	Jc (N/mm)	± Desv Est (N/mm)	Desplazamiento a rotura δ (m)	± Desv Est (m)
Fractura	MDPE	~ 20	6,52	0,44	0,0017	0,0000
Fractura	W – MDPE	~ 20	6,95	0,75	0,0019	0,0002
Fractura	HDPE	~ 20	7,87	0,18	0,0019	0,0001
Fractura	W – HDPE	~ 20	5,61	2,39	0,0016	0,0004
Fractura	MDPE	~ 0	4,93	1,29	0,0014	0,0001
Fractura	W – MDPE	~ 0	1,99	0,40	0,0007	0,0002
Fractura	HDPE	~ 0	7,97	0,56	0,0015	0,0001
Fractura	W – HDPE	~ 0	3,52	1,63	0,0011	0,0003

Tabla 8.2- Valores de Jc para probetas soldadas y sin soldar de MDPE y HDPE a ~ 20 y 0 °C.



Figura 8.15- Energía Charpy vs. Temperatura. Ensayos con y sin soldadura de MDPE y HDPE a ~ 25 y 0 °C.



Figura 8.16- Jc vs. Temperatura. Ensayos con y sin soldadura de MDPE y HDPE a ~ 20 y 0 °C.

Ensayo	Material	T (° C)	Φ	Calificación de la soldadura	
Charpy	MDPE	~ 25	0.71	Buene e Evenlente	
Charpy	W – MDPE	~ 25	0,71	Buena a Excelence	
Charpy	HDPE	~ 25	0.42	Dohro o Duono	
Charpy	W – HDPE	~ 25	0,43	Foole a Buella	
Charpy	MDPE	~ 0	0.51	Dohro o Duono	
Charpy	W – MDPE	~ 0	0,31	Pobre a Buena	
Charpy	HDPE	~ 0	0.57	Durana a Emerilante	
Charpy	W – HDPE	~ 0	0,57	Buena a Excelente	
Fractura	MDPE	~ 20	1.07	Duono o Evoclonto	
Fractura	W – MDPE	~ 20	1,07	Buena a Excelence	
Fractura	HDPE	~ 20	0.71	Durana a Emerilante	
Fractura	W – HDPE	~ 20	0,71	Buena a Excelence	
Fractura	MDPE	~ 0	0.40	Dahar a Duana	
Fractura	W – MDPE	~ 0	0,40	Pobre a Buena	
Fractura	HDPE	~ 0	0.44	Dehre e Duere	
Fractura	W – HDPE	~ 0	0,44	Pobre a Buena	

En la Tabla 8.3 se presentan los valores de eficiencia de la soldadura para cada condición de ensayo de acuerdo a la clasificación de la tabla 6.1 (Pág. 37).

Tabla 8.3- Calidad de la soldadura. Ensayo Charpy y Fractura - MDPE y HDPE.

Finalmente en las Tablas 8.4 y 8.5 se presentan los porcentajes de área dúctil calculados a partir de las superficies de fractura.

Ensayo	Material	Temperatura (°C)	% área dúctil	Desviación estándar (%)
Charpy	MDPE	~ 25	30,1	3,6
Charpy	W – MDPE	~ 25	13,8	14,1
Charpy	HDPE	~ 25	52,7	5,4
Charpy	W – HDPE	~ 25	14,5	20,1
Charpy	MDPE	~ 0	19,3	3,3
Charpy	W – MDPE	~ 0	9,3	5,8
Charpy	HDPE	~ 0	36,2	3,2
Charpy	W – HDPE	~ 0	10,2	8,4

Tabla 8.4- Porcentaje de área dúctil para MDPE y HDPE. Ensayos Charpy a 25 y 0 °C.

Ensayo	Material	Temperatura (°C)	% área dúctil	Desviación estándar
Fractura	MDPE	~ 20	31,2	4,0
Fractura	W – MDPE	~ 20	33,7	2,0
Fractura	HDPE	~ 20	72,7	1,5
Fractura	W – HDPE	~ 20	28,3	31,1
Fractura	MDPE	~ 0	10.8	1.6
Fractura	W – MDPE	~ 0	23.4	3.4
Fractura	HDPE	~ 0	52,7	2,7
Fractura	W – HDPE	~ 0	8,6	9,2

Tabla 8.5- Porcentaje de área dúctil para MDPE y HDPE. Ensayos Fractura a 20 y 0 °C.

8.4 - Discusión de resultados

En los resultados presentados en el inciso anterior se observa que en todos los ensayos Charpy se obtuvo siempre una resistencia al impacto mayor por parte del polietileno sin soldadura. La Tabla 8.1 muestra que la resistencia del W-MDPE fue un 29 % menor a la del MDPE a temperatura ambiente y un 49% menor a 0 °C, mientras que en el W-HDPE se registró una disminución del 57 y 43 % respectivamente. De los datos de la misma tabla también surge que la presencia de la soldadura produjo un aumento en la dispersión de la resistencia al impacto. En el MDPE el incremento fue de 5 a 42 % a temperatura ambiente y de 22 a 53 % a 0 °C, mientras que para el HDPE fue de 8 a 57 y 22 a 45 % respectivamente.

En los ensayos de fractura se observó que la tenacidad de ambos polietilenos soldados fue similar a la del material base solo a temperatura ambiente. Los datos de la Tabla 8.2 muestran que la diferencia en el MDPE fue menor al 10 %, mientras que para el HDPE fue de un 29 %. Sin embargo, a 0 ° C la disminución de tenacidad superó el 50 % en ambos materiales. La dispersión en la tenacidad a la fractura nuevamente aumentó con la presencia de la soldadura. Si para ambos ensayos se considera que la dispersión del material base es la correspondiente a la preparación de las placas, mecanizado de las probetas, y a la realización del ensayo de impacto, entonces podría suponerse que existe un aumento de dispersión inherente pura y exclusivamente al proceso de soldadura.

Una posible causa de la disminución de la resistencia al impacto y de la tenacidad a la fractura podría deberse a una diferencia en la microestructura de la soldadura. Esta diferencia surgió a partir del análisis por DSC en donde se observó que la temperatura de fusión de ambos polietilenos soldados fue menor que la del material base, sugiriendo que los cristales que se formaron durante la cristalización fueron de menor tamaño. Otra causa podría ser la presencia de defectos en la unión soldada. Resultados de investigaciones previas indican que la presencia de partículas (polvo) en las superficies a unir afecta considerablemente la resistencia de la unión soldada como se observa en las micrografías de la Figura 8.17 [22].



Figura 8.17- Presencia de partículas en la soldadura [22].

En todos los ensayos, tanto Charpy como fractura, también se registró un aumento de la dispersión en el desplazamiento a rotura del material soldado. El análisis fractográfico posterior reveló que las probetas que presentaban menores desplazamientos (y por lo tanto menor resistencia al impacto y tenacidad) exhibían una superficie de fractura completamente lisa debido a una pérdida importante en la capacidad de deformación plástica (Figura 8.18). Por este motivo se podría inferir que durante la soldadura no se produjo una interpenetración homogénea de las cadenas poliméricas en todo el ancho de las placas. Estas diferencias no se debieron a la posición de las probetas en la placa como muestra la Figura 8.19. Para confirmar este resultado se realizó un ensayo cualitativo de flexión en tres puntos de una probeta soldada extraída del borde de la placa (condición más desfavorable debido a la disminución del cordón de soldadura. Ver Figura 6.6). Luego del ensayo no se observaron fisuras sobre la superficie de la probeta (Figura 8.20).



Figura 8.18- Relación entre superficies de fractura y curvas de impacto: las superficies lisas se corresponden con los registros de menor desplazamiento final.



Figura 8.19- Relación entre la posición de las probetas en la placa con la energía Charpy y la tenacidad a la fractura.



Figura 8.20- Ensayo de flexión en 3 puntos de una probeta soldada extraída del borde de la placa.

De los valores de los ensayos también surge que la resistencia al impacto aumenta con la disminución de la temperatura, excepto para el WMDPE. Ello podría deberse a la presencia de un máximo en dicha curva [25]. Sin embargo, la tenacidad se comporta de un modo diferente, disminuyendo con la disminución de la temperatura (Figs. 8.15 y 8.16). Estos resultados son congruentes con valores que se obtuvieron en investigaciones previas también utilizando PE de media y alta densidad. En la Figura 8.21 se observa que para el HDPE la tenacidad aumenta al pasar de 20 a 0 ° C, mientras que para el MDPE y WMDPE se mantiene relativamente constante [26].



Figura 8.21- Variación del Jc en función de la temperatura para HDPE y MDPE [26].

Otra característica común que se aprecia para cada condición de ensayo (material y temperatura) es que todas las curvas presentaron aproximadamente la misma pendiente, diferenciándose solamente en el desplazamiento a rotura (Figuras 8.1 a 8.4). Esta repetitividad en la pendiente implica que cada grupo de probetas tuvo la misma rigidez, y que la variación de temperatura que pudo existir entre diferentes probetas de un mismo ensayo es despreciable.

Con respecto a la eficiencia de la soldadura, en la Tabla 8.3 se observa claramente que las mejores soldaduras se obtuvieron a temperatura ambiente. Para el MDPE la eficiencia presentó un valor de 0,71 en los ensayos Charpy a 25 °C y de 1,07 en los ensayos de fractura a 20 °C, mientras que para el HDPE los valores fueron de 0,43 y 0,71 respectivamente. Estos valores indican que a esa temperatura el polietileno de media densidad presenta mejor soldabilidad que el polietileno de alta densidad.

A 0 °C la performance de la soldadura disminuyó obteniéndose eficiencias de aproximadamente 0.4 y 0.5. Esto podría deberse a la gran pérdida de capacidad de deformación plástica que se observó en las superficies de fractura del material soldado.

No obstante, si se tiene en cuenta la gran dispersión de los resultados y cada valor particular, se observa que en ciertos casos el material soldado puede repetir la performance del material base (como se muestra en el ejemplo de la Tabla 8.6). Sin embargo, pareciera ser que es imposible controlar la soldadura de manera de repetir la resistencia del material base.

Ensayo	Material	T (°C)	E Charpy máxima (N/mm)	E Charpy mínima (N/mm)	Eficiencia de la soldadura con valores medios	Eficiencia de la soldadura con valores máximos
Charpy	MDPE	~ 25	8,36	7,50	0.71	0,95
Charpy	W – MDPE	~ 25	7,98	3,26	0,71	

Tabla 8.6- Eficiencia de la soldadura teniendo en cuenta la dispersión de los resultados.

Los resultados obtenidos en impacto para ambos PE son menores a los que se encontraron en ensayos de tracción de probetas soldadas con esta misma máquina partiendo de placas de 3 mm de espesor [27]. En el MDPE la eficiencia de la soldadura que surge del ensayo de impacto es un 21 % menor a la de tracción, y la del HDPE un 50 % menor (Tabla 8.7). Estos resultados podrían indicar que el ensayo de tracción no es una forma conservativa de evaluar la soldadura, y además, sugieren que los resultados encontrados para bajos espesores no son directamente extrapolables a espesores mayores. Se concluye entonces que posiblemente la soldadura por termofusión sea más fácil de realizar utilizando espesores pequeños.

Ensayo	Material	T (°C)	Φ
Tracción	MDPE (8818)	Ambiente	0,90
Charpy	MDPE (8818)	Ambiente	0,71
Tracción	HDPE (7808)	Ambiente	0,86
Charpy	HDPE (7808)	Ambiente	0,43

 Tabla 8.7- Eficiencia de la soldadura obtenida a partir de ensayos de tracción para MDPE (8818) y

 HDPE (7808). [27]

9 – Conclusiones y Trabajos futuros

En base al análisis presentado en este trabajo y a la información recopilada de otras investigaciones se concluye que:

- Bajo las condiciones de soldadura impuestas de acuerdo a la norma ASTM F 2620 las uniones soldadas presentan dispersión de las propiedades medidas. El análisis posterior reveló que ello se debe a que no se produce una interdifusión homogénea del material a través de toda la superficie de unión, y que la dispersión es independiente de la posición de la soldadura en la máquina.
- La presencia de la soldadura indujo una disminución en la tenacidad y resistencia al impacto de ambos polietilenos respecto de los valores encontrados para el material base. No obstante, si se tiene en cuenta la superposición de las bandas de dispersión de los resultados la soldadura en algunos casos fue capaz de alcanzar los valores obtenidos para el material base obteniéndose una calificación *Buena a Excelente*.
- Las eficiencias medias de la soldadura evidenciaron que el MDPE presenta mayor soldabilidad que el HDPE a temperatura ambiente. Este resultado está de acuerdo con estudios de otros investigadores que determinaron que el MDPE es menos susceptible que el HDPE a las condiciones de soldadura en servicio presentando mejor soldabilidad [28]. Sin embargo, nuevamente cuando se tiene en cuenta el solapamiento de las bandas de dispersión se induce que la soldabilidad de ambos PE es similar.
- Los valores de tenacidad a la fractura a temperatura ambiente se mostraron menos susceptibles a la presencia de la unión soldada que los de resistencia al impacto, lo que podría sugerir que a dicha temperatura la resistencia de la unión está esencialmente controlada por la iniciación de las fisuras y no por la propagación de las mismas.
- El análisis de las superficies de fractura evidenció una disminución de la capacidad de deformación plástica a 0 °C, aún más evidente en el material soldado. Como consecuencia de ello la tenacidad a la fractura disminuye, sin embargo no se observó una correlación bi-unívoca para la resistencia al impacto debido a la superposición de las bandas de dispersión.
- La diferencia en las eficiencias de las soldadura arrojadas entre los ensayos de impacto y las determinadas en la forma más convencional mediante el ensayo de tracción nos advierten de la importancia de evaluar las uniones soldadas mediante ensayos de impacto si los componentes estructurales en cuestión estarán sometidos a este tipo de carga.

En este capítulo se presentarán algunas alternativas para futuras investigaciones que puedan surgir a partir de lo expuesto en este proyecto:

9.2.1 - Modificaciones en el equipamiento

- 1. Instalar una cámara de temperatura en la máquina de impacto Ceast Fractovis que permita realizar y controlar ensayos en el rango de -80 a 80 °C aproximadamente. Uno de los objetivos que no se pudo completar en este proyecto fue el estudio del comportamiento de la soldadura de MDPE y HDPE a temperaturas de -20, -40, y 60 °C.
- 2. Mejorar el sistema de ajuste de las placas en la máquina soldadora. Actualmente la máquina utiliza un tornillo sin fin unido a una pequeña barra rectangular (Figura 9.1). El principal problema de este sistema es que el ajuste entre el tornillo y la barra no es perfectamente fijo, permitiéndole tener a la barra un pequeño juego lateral que dificulta el posicionamiento correcto del material a soldar. Para evitar que la barra rectangular tenga juego se podrían colocar dos tornillos sin fin, en lugar de uno solo.



Figura 9.1- Deficiencia del sistema de ajuste de placas.

9.2.2 - Caracterización mecánica de la soldadura

3. Completar la caracterización de la soldadura para MDPE (7808) y HDPE (8818) en el rango de temperaturas mencionado en el punto 1. De este modo se contará con un análisis completo del comportamiento de la soldadura en el rango de temperaturas que se utilizan en varias aplicaciones de la industria.

10 – Bibliografía

- W. Grellmann, S. Seidler. *Deformation and fracture behaviour of polymers*. (2001).
- Instrumented Impact Testing. American Society for Testing and Materials.
- Watson M., Murch G. *Recent development in Hot Plate Welding of thermoplastics*. The Welding Institute. Cambridge. UK.
- Pimputkar M. *The dependence of Butt Fusion bond strength on joining conditions for Polyethylene pipes*. Batelle Memorial Institute. Columbus.
- Parmar R., Bowman J. *Crack initiation and propagation paths for brittle failures in aligned and misaligned pipe butt fusion joints*. Department of Materials Technology. Brunel University. UK.
- Atkinson J., Ward I. The *joining of biaxially oriented Polyethylene pipes*. School of Materials. Leeds University. UK.
- B. Acha, V. Pettarín, P. M. Frontini. *Impact performance of PE Butt Fusion Welded Joints*. INTEMA. UNMdP. Argentina.
- ASTM D 6110 04. Standard test method for determining the Charpy impact resistance of notched specimens of plastics.
- ASTM D5045 99. Standard test method for plane-strain fracture toughness and strain energy release rate of plastic materials.
- ASTM F 2620. *Standard practice for heat fusion joining of polyethylene pipe and fittings.*
- W. D. Callister Jr. *Introducción a la ciencia e ingeniería de materiales*. Departamento de ciencia e ingeniería de materiales. Universidad de Utah.
- Proyecto Final Diego Veselka. "Construcción de dispositivo para soldar plásticos a tope" UNMdP, Mar del Plata, Argentina.
- Jordan Rotheiser. Joining of Plastics. Handbook for designers and engineers.
- Stokes V. K. Joining methods for plastics and plastic composites: an overview. Polymer Engineering and Science, Vol. 29 (1989).

- Koichi Kitao. *Effect of Entanglement on Brittle-Ductile Transition in Polyethylene*. Materials and Processing Research Center. Japan.
- Koichi Kitao. *A study of Brittle-Ductile Transition in Polyethylene*. Materials and Processing Research Center. Japan.

10.2 - Referencias

- [1] J. C. Dekker and A. Bakker, in: ECF Structural Integrity: Experiments, models and applications Eds: K H Schewalbe & C Berger, 571 – 580 (1984).
- [2] J. Rotheiser, Joinings of Plastics. Handbook for designers and engineers, Hanser Publishers, Munich, Chapter 10, 306 (2004).
- [3] Mechanical testing of welded plastics joints, TWI World Centre for Materials Joining Technology Knowledge Summary, <u>http://www.twi.co.uk/</u>.
- [4] Pipeline accident brief. Natural gas pipe leak explosion, and fire. Dubois, Pennsylvania, August 21, 2004.
- [5] Stokes V. K., Joining methods for plastics and plastic composites: an overview; Polymer Engineering and Science, Vol. 29 (1989), p. 1310-1324.
- ▶ [6] DSM Engineering Plastics, <u>www.dsm.com</u>.
- [7] Mi-Ja Shim, Sang-Wook Kim. Characteristics of polymer welding by healing process. Seoul University.
- [8] Jenn-Yeu Nieh, L. James Lee. Hot Plate Welding of Polypropylene. Part I: Crystallization Kinetics. Department of Chemical Engineering. Ohio State University.
- [9] Jenn-Yeu Nieh, L. James Lee. Hot Plate Welding of Polypropylene. Part II: Process Simulation. Department of Chemical Engineering. Ohio State University.
- [10] Mistry K., Tutorial Plastics welding technology for industry; Assembly Automation, Vol. 17 (1997), p. 196-200.
- [11] Molinaro, Hope, Joining of Plastics: Handbook for Designers and Engineers; 2000
- [12] Williams J. G. and Adams G. C., *The analysis of instrumented impact tests using a mass-spring model*, International Journal of Fracture, 33, 209-222 (1987).

- [13] Kinloch, A. J. and Young, R.J., *Fracture Behaviour of Polymers*, Chapter 6: Impact and Fatigue, Applied Science Publishers Ltd., Essex, England (1983).
- [14] Reed, P. E., Impact Performance of Polymers. Developments in Polymer Fracture, Applied Science Publishers, London (1979).
- [15] Pettarin, V., Tesis de Grado: Comparación de Técnicas de Impacto Convencionales, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de Mar del Plata (1998).
- [16] Martinez, A. B., Arnau, J., Maspoch, M. Ll., Pagès, P., Las técnicas de Impacto Instrumentado, Fetraplast, 4-11 (1992).
- ▶ [17] Macromolecular Physics, Vol. 3. Academic Press, New York, USA (1980).
- [18] Veselka D., Proyecto Final: Construcción de dispositivo para soldar plásticos a tope. UNMdP, Mar del Plata, Argentina.
- [19] Chapetti M. Mecánica de Materiales: Teorías de Elasticidad, Plasticidad, y Mecánica de Fractura. UNMdP. (2005).
- [20] Fasce A, Pettarin V, Seltzer R, Frontini P. Evaluation of Impact Fracture Toughness of Polymeric Materials by Means of the J-Integral Approach. Pol. Eng. & Sci., 43 (5), 1061 (2003).
- [21] Zhao, JQ; Daigle L, Beaulieu D; Effect of joint contamination on the quality of butt-fused high density polyethylene (HDPE) pipe joints, Canadian Journal of Civil Engineering 29, 787-798 (2002).
- ▶ [22] Ídem [21].
- [23] K. Leskovics, M. Kollár, P. Bárczy. A study of structure and mechanical properties of welded joints in polyethylene pipes. (2005).
- [24] W. Grellmann, S. Seidler. Deformation and fracture behaviour of polymers. (2001).
- [25] Lach R.; Grellmann W. Crack toughness behaviour of ABS materials. Pág. 305, 306.
- [26] B. Acha, V. Pettarín, P. M. Frontini. Impact performance of PE Butt Fusion Welded Joints. INTEMA. UNMdP. Argentina.
- ▶ [27] Ídem [18].
- ▶ [28] Ídem [22].