

UNIVERSIDAD NACIONAL DE MAR DEL PLATA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA EN MATERIALES

# Adaptación y puesta a punto de método resistivo para la medición de propagación de fisuras en polímeros

María Sol Real

Contacto: solci.real@gmail.com

PROYECTO FINAL PARA OPTAR AL  
GRADO DE INGENIERO EN MATERIALES

**Dirección:** Dr. Ing. Federico Rueda

**Co-Dirección:** Dr. Ing. Lucas Sanchez Fellay

**Colaboración:** Fabricio Pietrani

Mar del Plata, Diciembre 2024



RINFI es desarrollado por 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 [Licencia Creative Commons Atribución- NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/).

UNIVERSIDAD NACIONAL DE MAR DEL PLATA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA EN MATERIALES

# Adaptación y puesta a punto de método resistivo para la medición de propagación de fisuras en polímeros

María Sol Real

Contacto: solci.real@gmail.com

PROYECTO FINAL PARA OPTAR AL  
GRADO DE INGENIERO EN MATERIALES

**Dirección:** Dr. Ing. Federico Rueda

**Co-Dirección:** Dr. Ing. Lucas Sanchez Fellay

**Colaboración:** Fabricio Pietrani

Mar del Plata, Diciembre 2024

## *Agradecimientos*

Quiero agradecer al grupo de Ciencia e Ingeniería de Polímeros del INTEMA por haberme recibido y permitido formar parte de su equipo durante el desarrollo de este trabajo. En especial, agradezco a mi director, el Dr. Ing. Federico Rueda, por su guía y apoyo constante, y a Fabricio Pietrani por su predisposición y colaboración.

A mi familia, gracias por acompañarme en todo momento. A mis padres y hermanos, por su apoyo incondicional y por estar siempre, y a mis amigos y compañeros, por ayudarme a transitar esta etapa de la mejor manera posible llenándola de buenos momentos.

Agradezco también a todos los profesores que tuve a lo largo de mi carrera, por su dedicación y compromiso al enseñar.

A todos ellos, ¡GRACIAS!

# Índice general

<b>Resumen</b>	<b>VIII</b>
<b>Introducción</b>	<b>1</b>
El auge de los polímeros en aplicaciones estructurales . . . . .	1
Fractura en polímeros . . . . .	2
Antecedentes, motivaciones y objetivos del trabajo . . . . .	3
<b>1. Diseño e implementación de métodos resistivos para la medición de propagación de fisuras en plásticos</b>	<b>5</b>
1.1. Introducción . . . . .	5
1.2. Materiales . . . . .	8
1.2.1. Poliestireno de alto impacto . . . . .	8
1.2.2. Pinturas conductoras . . . . .	9
1.3. Métodos . . . . .	9
1.3.1. Métodos de líneas conductoras . . . . .	9
1.3.1.1. Método de incremento parcial de resistencia . . . . .	9
1.3.1.2. Método umbral de canales múltiples . . . . .	12
1.3.1.3. Método umbral de canales múltiples con divisor de tensiones	15
1.3.2. Método de metalización de la superficie . . . . .	16
1.4. Resultados . . . . .	17
1.4.1. Métodos de líneas conductoras . . . . .	17
1.4.1.1. Método de incremento parcial de resistencia . . . . .	17
1.4.1.2. Método umbral de canales múltiples . . . . .	20
1.4.1.3. Método umbral de canales múltiples con divisor de tensiones	22
1.4.2. Método de metalización de la superficie . . . . .	23
1.5. Conclusiones . . . . .	24
<b>2. Casos de aplicación del método umbral de canales múltiples</b>	<b>26</b>
2.1. Introducción . . . . .	26
2.2. Caso 1: Estudio de la influencia del estado tensional del material en la propagación de fisuras . . . . .	26
2.2.1. Materiales . . . . .	29
2.2.1.1. Poliamida 12 . . . . .	29
2.2.1.2. Poliestireno de alto impacto . . . . .	29
2.2.2. Métodos . . . . .	30
2.2.2.1. Medición de velocidad de propagación de fisuras en probetas de PA12 sometidas a tensión con dispositivo <i>Hoop-Stress</i>	30

---

2.2.2.2.	Registro del avance completo de fisura en probetas de HIPS en dos condiciones de carga . . . . .	31
2.2.3.	Resultados . . . . .	33
2.2.3.1.	Medición de velocidad de propagación de fisuras en probetas de PA12 sometidas a tensión y análisis de la superficie de fractura . . . . .	33
2.2.3.2.	Registro del avance completo de fisura en probetas de HIPS en dos condiciones de carga . . . . .	35
2.3.	Caso 2: Construcción de curva de resistencia $J-R$ en impacto para ABS . . .	37
2.3.1.	Materiales . . . . .	38
2.3.1.1.	Acrilonitrilo butadieno estireno . . . . .	38
2.3.2.	Métodos . . . . .	40
2.3.2.1.	Construcción de curva $J-R$ en impacto de ABS con metodología multimuestra . . . . .	40
2.3.2.2.	Construcción de curva $J-R$ en impacto de ABS con metodología $S_{pb}$ . . . . .	42
2.3.3.	Resultados . . . . .	44
2.4.	Conclusiones . . . . .	46
	<b>Conclusiones generales</b>	<b>48</b>

# Índice de figuras

1.1. Esquema de un arreglo de N resistencias en paralelo . . . . .	6
1.2. Sensor tipo CPA01 & CPA02 y curva de respuesta asociada . . . . .	6
1.3. Prensa hidráulica CLO132S . . . . .	8
1.4. Probeta SE(B) con entalla aguda . . . . .	8
1.5. Probeta SE(B) con entalla roma . . . . .	9
1.6. Patrón de líneas de pintura conductora de grafito sobre probeta de HIPS con entalla aguda . . . . .	10
1.7. Patrón de líneas de pintura conductora de plata sobre probeta de HIPS con entalla aguda . . . . .	10
1.8. Patrón de líneas de pintura conductora de grafito sobre probeta de HIPS con entalla roma ( <i>non-growing</i> ) . . . . .	10
1.9. Multímetro digital UT139 Series . . . . .	11
1.10. Máquina universal de ensayos INSTRON 4467 . . . . .	12
1.11. Montaje del sistema para los ensayos de flexión . . . . .	12
1.12. Esquema del método umbral para un único canal . . . . .	13
1.13. Frente de la probeta . . . . .	13
1.14. Dorso de la probeta . . . . .	13
1.15. Probeta de HIPS con el diseño inicial de dos líneas . . . . .	13
1.16. Probeta de HIPS con el diseño inicial de dos líneas y soldaduras en el frente . . . . .	13
1.17. Fuente de laboratorio regulable UNI-T UTP3315TFL-II . . . . .	14
1.18. Osciloscopio PicoScope 2205A . . . . .	14
1.19. Esquema del circuito eléctrico empleado en el diseño de dos líneas . . . . .	14
1.20. Máquina instrumentada tipo <i>falling weight</i> FRACTOVIS CEAST MOD . . . . .	15
1.21. Probeta de HIPS con el diseño de cuatro líneas . . . . .	16
1.22. Esquema del circuito eléctrico empleado en el diseño de cuatro líneas . . . . .	16
1.23. Probeta de HIPS con superficie metalizada con cromo . . . . .	17
1.24. Metalizador por <i>sputtering</i> y evaporador Quorum Q150T ES Plus . . . . .	17
1.25. Potenciostato Gamry Interface 1010E . . . . .	17
1.26. Esquema de la conexión de la probeta al potenciostato . . . . .	17
1.27. Curvas de $P$ y $R$ en función del tiempo de la probeta con entalla aguda con el patrón de grafito . . . . .	18
1.28. Curvas de $P$ y $R$ en función del tiempo de la probeta con entalla roma con el patrón resistivo de grafito, con intervalos temporales marcados . . . . .	19
1.29. Curvas de $R_{normalizada}$ en función del tiempo para la probeta aguda y la roma . . . . .	19
1.30. Curvas de $P$ y $R$ en función del tiempo de la probeta con entalla aguda y patrón de plata, con intervalos temporales . . . . .	20
1.31. Curva de potencial en función del tiempo registrada por el osciloscopio para una probeta con dos líneas . . . . .	21

1.32. Curvas a velocidad de ensayo de 1 $m/s$ . . . . .	22
1.33. Curvas a velocidad de ensayo de 2 $m/s$ . . . . .	22
1.34. Curvas a velocidad de ensayo de 4 $m/s$ . . . . .	22
1.35. Curvas obtenidas por el osciloscopio para probetas con patrón de dos líneas de plata a diferentes velocidades de impacto . . . . .	22
1.36. Curvas a velocidad de ensayo de 1 $m/s$ . . . . .	23
1.37. Curvas a velocidad de ensayo de 2 $m/s$ . . . . .	23
1.38. Curvas a velocidad de ensayo de 4 $m/s$ . . . . .	23
1.39. Curvas obtenidas por el osciloscopio para probetas con patrón de cuatro líneas de plata a diferentes velocidades de impacto . . . . .	23
1.40. Curva obtenida por el potencióstato para el método de metalización de la superficie . . . . .	24
2.1. Dispositivo <i>Hoop-Stress</i> instalado en la máquina instrumentada tipo <i>falling weight</i> . . . . .	27
2.2. Estado tensional de una tubería de longitud $L$ , diámetro externo $D_{out}$ y espesor $t$ , sometido a una presión interna $p_{int}$ . . . . .	28
2.3. Idea detrás del ensayo con uso del dispositivo <i>Hoop-Stress</i> . . . . .	29
2.4. Probeta de PA12 de fractura con entalla aguda agujereada . . . . .	29
2.5. Probeta de fractura con entalla aguda agujereada. . . . .	29
2.6. Probetas de PA12 preparadas para ensayar en impacto sometidas a diferentes estados tensionales . . . . .	30
2.7. Curva de avance de fisura $da-t$ en muestra de PA12 del trabajo de tesis de C. Waly . . . . .	32
2.8. Esquema de las posiciones de las líneas que conforman el diseño completo . . . . .	32
2.9. Curvas de PA12-1 sin <i>Hoop-Stress</i> . . . . .	34
2.10. Curvas de PA12-2 con $F_{hoop} = 340N$ . . . . .	34
2.11. Curvas de PA12-3 con $F_{hoop} = 520N$ . . . . .	34
2.12. Superficies de fractura de las muestras de PA12. Los dos fragmentos de la izquierda corresponden a la PA12-1, las del centro a la PA12-2 y las de la derecha a la PA12-3. . . . .	35
2.13. Micrografías de las superficies de fractura de las muestras PA12-1, PA12-2 y PA12-3 . . . . .	35
2.14. Curvas de avance de la fisura construidas mediante el método umbral de dos canales y el DIC . . . . .	36
2.15. Curvas de $a-t$ para probetas sometidas a tensión (Grupo A) y libres de tensión (Grupo B) . . . . .	37
2.16. Termogramas obtenidos por DSC para el ABS antes y después del secado . . . . .	39
2.17. Probeta SE(B) con entalla aguda . . . . .	39
2.18. Probeta SE(B) con entalla roma . . . . .	39
2.19. Probeta tipo <i>huesito</i> . . . . .	39
2.20. <i>Trigger</i> de cinta adhesiva de cobre en el canto de la probeta de ABS . . . . .	40
2.21. Probeta de ABS preparada con una línea de registro de avance de fisura . . . . .	41
2.22. Curvas $P-\nu$ de las probetas de entalla aguda y roma para el método $S_{pb}$ a 1 $m/s$ . . . . .	45
2.23. Curva $S_{pb}$ en función del desplazamiento a 1 $m/s$ . . . . .	45
2.24. Extrapolación de la correlación de Eyring para la velocidad de deformación inducida en el material por el ensayo . . . . .	46

---

2.25. Curvas de resistencia $J-R$ construidas mediante metodología multimuestra y $S_{pb}$ a 1 m/s . . . . .	47
---	----

# Índice de cuadros

1.1. Resistividades de las pinturas conductoras comerciales . . . . .	9
1.2. Resultados de velocidades de propagación de fisura para diferentes velocidades de impacto . . . . .	22
2.1. Detalle de fuerzas aplicadas en cada ensayo y su $p_{int}$ equivalente . . . . .	31
2.2. Descripción de los patrones pintados en las distintas probetas para el monitoreo completo . . . . .	32
2.3. Velocidades de propagación de fisura inducidas en las muestras de PA12 . .	33
2.4. Valores de tenacidad a la fractura determinados mediante ambos métodos .	46

# Resumen

En las últimas décadas, el uso de polímeros en aplicaciones críticas ha crecido significativamente debido a sus numerosas ventajas frente a otros materiales. Esto hace imprescindible una caracterización rigurosa de sus propiedades mecánicas antes de su implementación. En este contexto, resulta fundamental evaluar la resistencia a la fractura de los polímeros y desarrollar métodos que permitan el monitoreo en tiempo real de la propagación de fisuras.

El objetivo de este trabajo fue diseñar e instrumentar un método resistivo para el monitoreo de la propagación de fisuras en polímeros, enfocado en ofrecer una solución económica, con capacidad de adquisición de datos a alta velocidad y alta resolución. Para ello, se adaptaron métodos previamente empleados en metales a las características de los polímeros. En particular, se implementaron dos métodos, destacando el método umbral de canales múltiples por cumplir con los requisitos planteados.

La técnica desarrollada se aplicó a diversas caracterizaciones de fractura en polímeros. Se estudió la influencia del estado tensional en la velocidad de propagación de fisuras en poliamida 12 (PA12) y poliestireno de alto impacto (HIPS), induciendo distintas tensiones mediante el uso de un equipo prototipo desarrollado en el marco de un trabajo cooperativo con la Montanuniversität Leoben (Austria). También se construyó una curva de resistencia  $J-R$  para el acrilonitrilo butadieno estireno (ABS) mediante un método multimuestra adaptado para condiciones de impacto, que fue comparada con la curva obtenida mediante el método  $S_{pb}$ .

Los resultados mostraron incrementos en las velocidades de propagación bajo solicitaciones controladas, verificando la influencia del estado tensional sobre la resistencia a la fractura del material. Además, se validó la precisión y aplicabilidad del método umbral de canales múltiples para obtener curvas de resistencia  $J-R$  en ensayos de impacto.

En conclusión, este trabajo logró adaptar e instrumentar un método resistivo de monitoreo de fisuras en polímeros, validando su eficacia en condiciones de alta velocidad de ensayo, lo que representa un avance en la caracterización de materiales poliméricos en aplicaciones críticas.

# Introducción

## El auge de los polímeros en aplicaciones estructurales

El uso de materiales poliméricos en la construcción y en la ingeniería civil ha experimentado un notable crecimiento en las últimas décadas, impulsado por las ventajas que ofrecen en comparación con los materiales tradicionales. Entre estas ventajas se incluyen la reducción de costos, la disminución del peso de las estructuras, la resistencia a la corrosión, la estabilidad química y térmica, así como una amplia gama de propiedades y una alta procesabilidad [1–3].

En la industria automotriz, los polímeros tienen un rol destacado en la fabricación de componentes estructurales, interiores y piezas funcionales. Entre los más utilizados figuran el polietileno (PE), el polipropileno (PP), el policloruro de vinilo (PVC), el policarbonato (PC), el acrilonitrilo butadieno estireno (ABS) y el polimetilmetacrilato (PMMA). Todos ellos, al presentar la ventaja de ser livianos, contribuyen a la reducción del consumo de combustible.

En la construcción, los polímeros también cumplen un papel fundamental, ya que son utilizados en revestimientos, recubrimientos, aislantes, carpintería, tuberías, cañerías y vidrios de seguridad, entre otras aplicaciones. Los más frecuentes en esta industria son las poliamidas (PA), el polietileno (PE), el policarbonato (PC), el polipropileno (PP), el PVC, el poliestireno (PS) y el poliuretano (PU).

En la industria del petróleo y gas, los polímeros han adquirido una relevancia especial desde la década de 1970, cuando comenzó una transición significativa desde el uso de tuberías de acero hacia la adopción de tuberías plásticas en las instalaciones de distribución de gas [4]. Entre los polímeros termoplásticos más utilizados en este sector se encuentran el polietileno de alta densidad (PEAD), las poliamidas (PA11, PA12) y el fluoruro de polivinilideno (PVDF), debido a sus propiedades técnicas que satisfacen los requisitos de resistencia, ductilidad, tenacidad a la fractura, resistencia al impacto, rigidez y durabilidad, entre otros [3, 5]. Sin embargo, a pesar de estas ventajas, es crucial considerar ciertas

características inherentes a estos materiales durante el diseño de componentes para evitar fallas potenciales, tales como la dependencia de sus propiedades con el tiempo y con la temperatura, la sensibilidad a la radiación ultravioleta y a los agentes químicos, y el envejecimiento [5].

Dado el uso extendido de los polímeros en componentes estructurales diseñados para resistir impactos —desde ventanillas de autobús y lentes hasta aplicaciones críticas como cascos, chalecos antibalas y piezas en la industria aeronáutica—, la confiabilidad de estos materiales resulta fundamental [6]. Una falla en servicio podría tener consecuencias graves, comprometiendo la seguridad de las personas y el funcionamiento de los sistemas. Por este motivo, es crucial realizar una caracterización rigurosa de las propiedades de estos polímeros antes de su implementación y establecer métodos de monitoreo continuo que permitan evaluar su integridad estructural en servicio. Estas prácticas son esenciales para anticipar y mitigar posibles fallas, garantizando así que los materiales empleados cumplan con los estándares de seguridad y desempeño exigidos en aplicaciones de alta responsabilidad estructural.

## Fractura en polímeros

El comportamiento a la fractura de los materiales poliméricos ha cobrado gran relevancia debido a su creciente uso en aplicaciones estructurales críticas. Mientras que en muchos productos de plástico, como juguetes, bolsas de basura o muebles de jardín, una fractura puede resultar en una molestia menor sin mayores implicaciones de seguridad, en aplicaciones como tuberías de gas natural o alas de aviones, la fractura puede tener consecuencias catastróficas [7].

Una manera de evaluar la resistencia de un material frente a este tipo de fallas es mediante su tenacidad a la fractura, que cuantifica la energía necesaria para deformar el material y propagar una fisura. A mayor tenacidad a la fractura, mayor será la resistencia del material al crecimiento de fisuras, lo que implica un mejor desempeño estructural [8]. A partir de ensayos de laboratorio, es posible predecir el comportamiento de componentes estructurales utilizando los principios de la mecánica de fractura, que permite relacionar la tensión, el tamaño del defecto y la tenacidad.

Dado el comportamiento viscoelástico-viscoplástico de los polímeros, su respuesta mecánica suele ser no lineal, lo que implica la necesidad de recurrir a teorías no lineales para determinar su tenacidad a la fractura. Entre los diferentes métodos disponibles [9–12], el criterio más utilizado para caracterizar la tenacidad a la fractura de materiales no lineales es el de la Integral J [8, 13–17], el cual expresa la energía por unidad de área necesaria

para crear nuevas superficies de fractura en un material sometido a carga y que contiene una fisura. A partir de este, se construye la curva  $J$ - $R$  de resistencia del material.

La tenacidad de los polímeros depende fuertemente de la velocidad de deformación, la temperatura y la estructura molecular [7]. Como consecuencia de esta dependencia de las propiedades mecánicas del material con la velocidad de deformación, surge la necesidad de evaluar y caracterizar a los polímeros a diferentes velocidades de ensayo, desde condiciones cuasi-estáticas hasta condiciones de impacto (velocidades superiores a 1  $m/s$ ).

## Antecedentes, motivaciones y objetivos del trabajo

En materiales metálicos, se utiliza un método de medición en tiempo real de la propagación de fisuras conocido como *Potential Drop Method* [18]. Esta técnica se basa en la relación entre la reducción del área efectiva de la probeta, producida por el avance de la fisura, y el incremento correspondiente en la resistencia eléctrica. Una variante de esta metodología es el uso de sensores en forma de estampillas resistivas calibradas [19].

Esta metodología permite el monitoreo de la propagación de fisuras en un rango muy amplio de velocidades. Mediante una instrumentación adecuada, se pueden registrar propagaciones en condiciones de impacto a un costo mucho menor que metodologías más tradicionales, como el uso de cámaras ultra-rápidas. Esto resulta especialmente interesante en polímeros, debido a la alta dependencia de sus micromecanismos de deformación con la velocidad de sollicitación.

Sin embargo, este enfoque utilizado en metales no es directamente aplicable a polímeros debido a su naturaleza dieléctrica o aislante. Por lo tanto, surge la necesidad de desarrollar una técnica que permita medir la propagación de fisuras y su velocidad, en polímeros destinados a aplicaciones estructurales bajo condiciones de impacto.

Un trabajo previo [20] propone la metalización superficial de la probeta, permitiendo así adaptar el método de *Direct Current Potential Drop* utilizado en metales a materiales plásticos, aunque su aplicabilidad fue evaluada únicamente en ensayos de fatiga.

Otra alternativa interesante es el monitoreo del avance de fisuras mediante adquisición de imágenes a una velocidad constante [21]. Aunque es una técnica relativamente simple, su implementación se vuelve costosa al requerir equipos de adquisición de alta velocidad.

El objetivo general de este proyecto consiste en desarrollar una metodología económica para monitorear la propagación de fisuras bajo condiciones de impacto, y aplicarla a distintos casos de caracterización de fractura en polímeros.

En el Capítulo 1 se diseñará, instrumentará e implementará un método resistivo para el monitoreo de propagación de fisuras en polímeros. Se hará especial énfasis en que la adaptación e instrumentación admitan la adquisición a alta velocidad, que permita medir propagaciones de fisuras en condiciones de impacto.

En el Capítulo 2, se presentarán dos casos concretos de aplicación del método desarrollado en el Capítulo 1. En el primer caso, se utilizará para medir el efecto de diferentes estados tensionales sobre la velocidad de propagación de fisuras inducida en muestras de poliestireno de alto impacto (HIPS) y poliamida 12 (PA12) en condiciones de impacto. Las tensiones serán inducidas con un equipo prototipo desarrollado en el marco de un trabajo cooperativo con la Montanuniversität Leoben (Austria). En el segundo caso de aplicación, se construirá una curva  $J$ - $R$  para muestras de acrilonitrilo butadieno estireno (ABS) en condiciones de impacto. Para esto, se utilizará una adaptación de la técnica multimuestra -típicamente utilizada en condiciones cuasi-estáticas- a partir de las lecturas de propagación obtenidas del método resistivo. Estos resultados, se verificarán con los obtenidos a partir del método  $S_{pb}$ , ya utilizado en trabajos anteriores [22] para realizar curvas  $J$ - $R$  en condiciones de impacto.

# Capítulo 1

## Diseño e implementación de métodos resistivos para la medición de propagación de fisuras en plásticos

### 1.1. Introducción

Como se mencionó en la sección de antecedentes, para el caso de los materiales metálicos existen diferentes técnicas para monitorear la propagación de una fisura, entre las que se destaca el *Current Potential Drop Method*, que consiste en introducir una corriente eléctrica a la muestra y medir la caída de potencial en puntos definidos [18]. Se basa en que la resistencia óhmica del material se incrementa a medida que se reduce el área transversal de la muestra como consecuencia del avance de la fisura y la creación de nueva superficie, siguiendo la Ecuación (1.1) donde  $\rho$  es la resistividad del material,  $L$  la longitud y  $A$  el área transversal. Así, con una curva de calibración, se puede determinar la longitud de la fisura asociada a un cambio de potencial a corriente constante considerando la Ley de Ohm (1.2), donde  $V$  es el potencial,  $I$  es la corriente aplicada y  $R$  es la resistencia eléctrica del material.

$$R = \rho * L/A \tag{1.1}$$

$$V = I * R \tag{1.2}$$

Este principio es el mismo que se aplica en el caso de los sensores de propagación de fisuras, que consisten en un determinado número de filamentos de resistencia conocida, conectados en paralelo, que se adhieren a la superficie de interés. A medida que una fisura superficial propaga a través del patrón, se produce la apertura sucesiva de los hilos aumentando la resistencia total del sistema [19], siguiendo la Ecuación (1.3) donde  $R_p$  es la resistencia total del arreglo en paralelo,  $R_i$  es la resistencia de cada filamento y  $N$  es el número de filamentos, con un arreglo como el de la Figura 1.1.

$$R_p = \left( \sum_{i=1}^N \frac{1}{R_i} \right)^{-1} \quad (1.3)$$

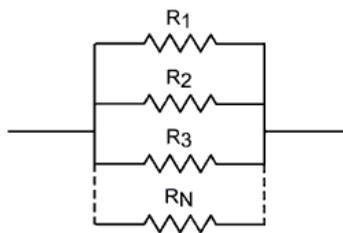


FIGURA 1.1: Esquema de un arreglo de N resistencias en paralelo

Si bien existen sensores con diferentes patrones, todos permiten obtener un registro de resistencia en función del grado de avance de la fisura. Idealmente, el aumento de resistencia por corte de filamentos debería ser escalonado para obtener una lectura objetiva. En la Figura 1.2 se observa uno de los patrones comerciales con su respectiva curva de avance asociada.

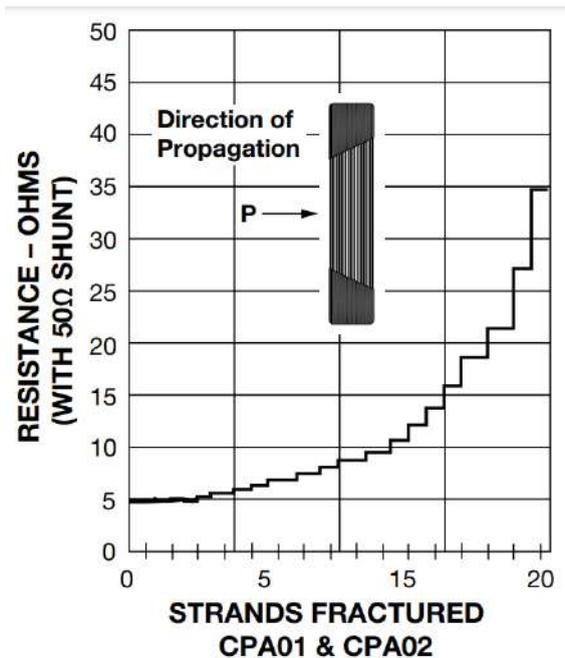


FIGURA 1.2: Sensor tipo CPA01 & CPA02 y curva de respuesta asociada

Para que este principio funcione correctamente, la estampilla debe deformarse de manera coherente con la superficie de la probeta sin afectar su comportamiento a fractura. Para esto se requiere no sólo una buena adhesión entre superficies, sino también un comportamiento mecánico que no interfiera en la lectura del material a ensayar. Las estampillas comerciales están fabricadas sobre un soporte de matriz epoxi reforzada con fibras de vidrio y deben adherirse con un adhesivo diluido con disolvente, cuya temperatura de curado supere los 150 °C [19]. En consecuencia, además de ser muy costosas, están diseñadas para ser utilizadas en metales y no en polímeros.

A su vez, es evidente que el *Potential Drop Method* por sí mismo tampoco puede ser utilizado en plásticos por su naturaleza dieléctrica o aislante. Así, ha surgido el interés en adaptar la metodología para ser aplicada en este tipo de materiales.

En un trabajo previo, B. Bauer y col. [20] proponen aplicar una capa conductora sobre la superficie del polímero, lo que permite medir la propagación de fisuras utilizando el *Direct Current Potential Drop Method* en ensayos de fatiga. Si bien los resultados fueron exitosos y se logró transferir el método empleado en metales a materiales plásticos, no se realizaron pruebas a velocidades de impacto.

Otra alternativa consiste en monitorear el avance de fisuras a través de la adquisición de imágenes a una velocidad conocida [21]. La resolución debe ser suficiente en cantidad de píxeles para tener una lectura precisa del grado de avance; y en tiempo o *frame-rate*, para tener una cantidad suficiente de imágenes. Este método es relativamente sencillo y muy versátil en términos de su aplicabilidad en diferentes materiales. Sin embargo, se vuelve muy costoso al aumentar la velocidad de adquisición. En el caso de un ensayo de fractura en impacto, se requieren cámaras ultra-rápidas con buena resolución en píxeles, cuyo costo oscila los 40.000 U\$S.

En este capítulo se desarrollará el proceso de diseño y puesta a punto de un método resistivo para el monitoreo de propagación de fisuras en polímeros, partiendo de los antecedentes mencionados en este capítulo para metales.

La motivación de este trabajo se basa en la necesidad de medir propagaciones y velocidades de propagación en polímeros para uso estructural en condiciones de impacto, sin la necesidad de utilizar cámaras ultra-rápidas. Se hará especial énfasis en que la metodología admita la adquisición a alta velocidad y permita estimar el grado de avance de la fisura con una resolución suficiente como para aplicar criterios de mecánica de fractura, como Integral J.

## 1.2. Materiales

### 1.2.1. Poliestireno de alto impacto

Para esta etapa del trabajo se utilizó como material de prueba poliestireno de alto impacto (HIPS) de grado comercial. El conformado se realizó a partir de *pellets* en una prensa hidráulica CLO132S equipada con un molde rectangular (Figura 1.3). Se obtuvieron placas de 200 mm x 150 mm y 10 mm de espesor. La presión aplicada durante el proceso fue de 50 kg/cm<sup>2</sup> a una temperatura de 180 °C durante 40 minutos. Posteriormente, el sistema fue enfriado mediante refrigeración con agua hasta alcanzar una temperatura cercana a los 100 °C en las paredes del molde, completando el enfriamiento al aire hasta temperatura ambiente, con el fin de minimizar las tensiones residuales en el material.



FIGURA 1.3: Prensa hidráulica CLO132S

A partir de las placas, se mecanizaron probetas de geometría SE(B), con entalla aguda (Figura 1.4) y entalla roma (Figura 1.5). Para las entallas agudas, se utilizó una sierra caladora de banco para el 80 % de la profundidad, completando el 20 % restante mediante una entalladora manual con cuchilla de cúter. En el caso de las entallas con vértice romo, se utilizó la sierra caladora de banco junto con una perforadora de banco equipada con una mecha de 4 mm de diámetro.

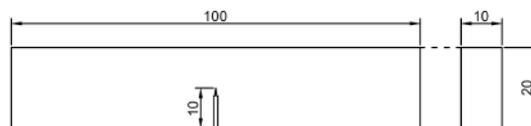


FIGURA 1.4: Probeta SE(B) con entalla aguda

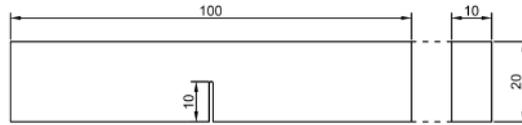


FIGURA 1.5: Probeta SE(B) con entalla roma

### 1.2.2. Pinturas conductoras

Se utilizaron dos pinturas conductoras comerciales, una de base de grafito y otra de base de plata. La primera consistía en una dispersión de grafito micronizado de estructura molecular plana y hexagonal [23], mientras que la segunda se trataba de una dispersión de plata en escamas de grado 750 [24]. En ambos casos se encontraban asentadas en un sustrato sintético adhesivo de gran flexibilidad, con un solvente de rápida evaporación como vehículo para su aplicación. En la Tabla 1.1 se encuentran las resistividades de ambas tintas.

Pintura	Resistividad
Base de grafito	$<20 \text{ Ohms/cm}$ (pista de 10 mm de ancho)
Base de plata	$<0,03 \text{ Ohms/cm}$ (pista de 5 mm de ancho)

CUADRO 1.1: Resistividades de las pinturas conductoras comerciales

## 1.3. Métodos

En esta sección, se describe el trabajo de adaptación y puesta a punto de las dos técnicas propuestas para la medición de propagación de fisuras en plásticos. En la subsección 1.3.1, se abordan diseños de líneas conductoras basados en las estampillas de propagación [19]. Mientras que en la subsección 1.3.2, se analiza el diseño de un método tipo *Potential Drop* en metales, partiendo de adaptaciones para polímeros en trabajos anteriores [20].

### 1.3.1. Métodos de líneas conductoras

#### 1.3.1.1. Método de incremento parcial de resistencia

Siguiendo el principio de funcionamiento de las estampillas de propagación empleadas en metales, se diseñó un patrón de líneas hechas con pintura conductora sobre las probetas plásticas. Se utilizó tanto la tinta de base de grafito (Figura 1.6), como la de base de plata (Figura 1.7).

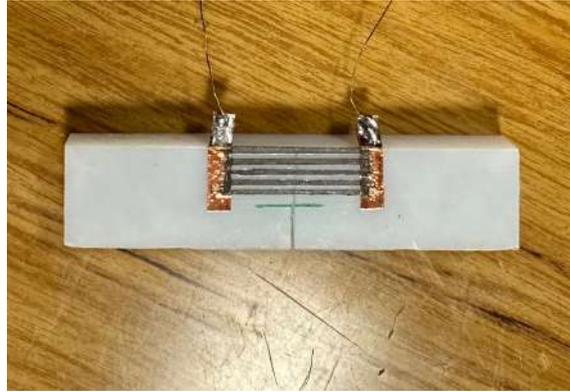


FIGURA 1.6: Patrón de líneas de pintura conductora de grafito sobre probeta de HIPS con entalla aguda

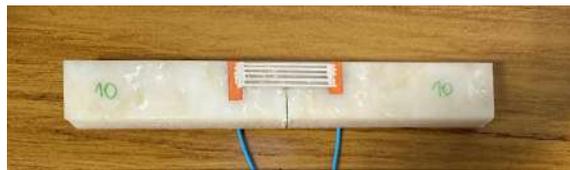


FIGURA 1.7: Patrón de líneas de pintura conductora de plata sobre probeta de HIPS con entalla aguda

El diseño se basó en la hipótesis de que, al aplicar un potencial eléctrico, cada línea actuaría como una resistencia de un arreglo en paralelo. De esta manera, al encontrarse en sentido perpendicular a la entalla, la generación de nueva superficie por la propagación resultaría en un incremento en la resistencia eléctrica del circuito, según la Ecuación (1.3). Sin embargo, esta resistencia puede considerarse afectada por dos efectos simultáneos: la generación de nueva superficie, y la deformación que sufre el patrón como consecuencia de la deformación de la muestra durante el ensayo. De este modo, con la intención de discriminar el segundo efecto y obtener valores que únicamente contemplaran los incrementos de resistencia por el avance de la fisura, se utilizaron también probetas con entalla roma (*non-growing*) (Figura 1.8).

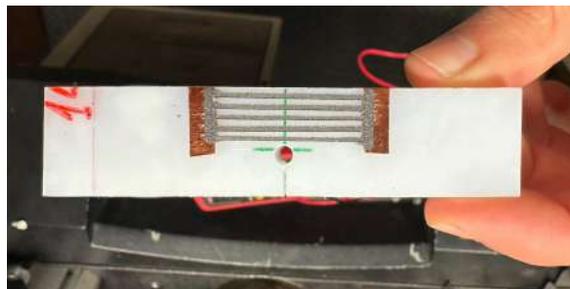


FIGURA 1.8: Patrón de líneas de pintura conductora de grafito sobre probeta de HIPS con entalla roma (*non-growing*)

Se colocaron dos cintas adhesivas de cobre en sentido paralelo a la entalla, que actuaban como una especie de soporte del patrón y permitían cerrar el circuito. Para realizar la

impresión del patrón conductor sobre el plástico de manera rápida y repetitiva, se probó la utilización de un sello de goma. Sin embargo, la pintura presentaba mayor adherencia a la goma que al plástico, por lo que no se lograba estampar el diseño en la muestra de forma apropiada. En consecuencia, se decidió que el patrón se pintaría a mano en cada una de las probetas. Para esto se utilizó cinta adhesiva de papel en la que se calaron las líneas a modo de *stencil* mediante el uso de un bisturí. A continuación, se pinceló la tinta por encima y, luego de dejarlo secar unos minutos, se retiró la cinta adhesiva dejando las líneas perfectamente adheridas a la superficie.

Debido a ser un método un tanto artesanal, las dimensiones de las líneas y sus espaciados no pudieron ser replicados con exactitud en todas las probetas. Sin embargo, se intentó que las líneas tuviesen un espesor aproximado de 1 *mm* y una separación de la misma medida. A cada cinta de cobre se soldó con estaño un cable de cobre que permitía conectar el sistema a un multímetro digital UT139 Series (Figura 1.9) que actuaba como fuente interna de potencial por un lado, y como instrumento de lectura de resistencia eléctrica por el otro.



FIGURA 1.9: Multímetro digital UT139 Series

Para la puesta a prueba del método, se ensayaron las muestras en flexión en tres puntos en una máquina universal de ensayos INSTRON 4467 (Figura 1.10). Los ensayos se realizaron a una velocidad de 2 *mm/min*, utilizando una celda de carga de 30 *kN*. Para registrar los valores de resistencia eléctrica durante el ensayo, se filmó el multímetro durante todo el procedimiento (Figura 1.11). Luego, a partir del video obtenido se registraron manualmente los valores de resistencia  $R$  cada 1 segundo. De esta manera se obtuvo una serie de valores de  $R$  en función del tiempo  $t$ , que fueron graficados. A su vez, a partir del video se determinaron visualmente los tiempos en que la fisura avanzaba a través de cada línea del patrón, y se marcaron los intervalos temporales en el gráfico  $R-t$ .



FIGURA 1.10: Máquina universal de ensayos INSTRON 4467

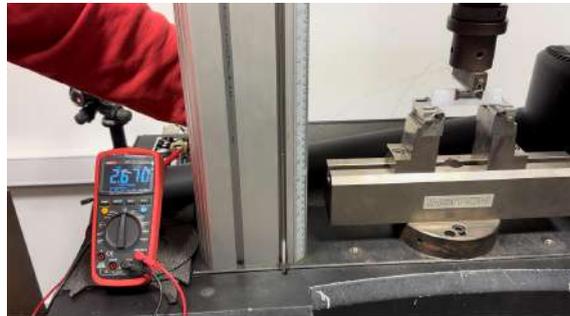
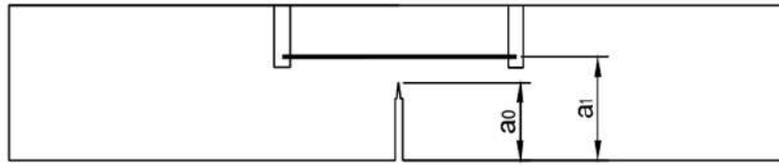


FIGURA 1.11: Montaje del sistema para los ensayos de flexión

### 1.3.1.2. Método umbral de canales múltiples

Este método se basó en determinar el avance de la fisura a partir del registro de caídas de potencial de líneas de tinta conductora pintadas sobre las probetas. Para esto, se introdujo un voltaje a cada línea y se detectó el momento en que la fisura alcanzaba la posición de cada una, como una caída a cero del potencial eléctrico medido en ese canal. En la Figura 1.12 se presenta esquemáticamente el diseño sobre la probeta, con una entalla de longitud inicial  $a_0$ , y la lógica de funcionamiento para una única línea de referencia, donde  $a$  corresponde a la longitud instantánea de la fisura.

Este método, permite obtener un registro del avance de la fisura por cada línea del patrón. Sin embargo, a diferencia del método de la sección 1.3.1.1, en este caso cada línea demanda un canal independiente. Por lo tanto, la cantidad de registros está limitada por la cantidad de canales disponibles en el instrumento de medición.



$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Si } V_1 \neq 0 \Rightarrow a < a_1 \\ \text{Si } V_1 = 0 \Rightarrow a \geq a_1 \end{array} \right.$$

FIGURA 1.12: Esquema del método umbral para un único canal

El diseño inicial contó con dos líneas de pintura conductora de base de plata, en contacto eléctrico con cintas adhesivas de cobre en sus extremos. A estas cintas, que se extendieron hasta el dorso de la probeta, se le soldaron cables de cobre que permitieron, por un lado introducir el voltaje y, por el otro, tomar registro del potencial. La técnica empleada para pintar las líneas fue la misma que se detalló en la sección 1.3.1.1. En la Figura 1.15 se presenta el frente y el dorso de una muestra con este primer diseño.

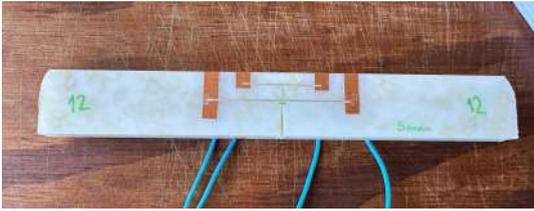


FIGURA 1.13: Frente de la probeta

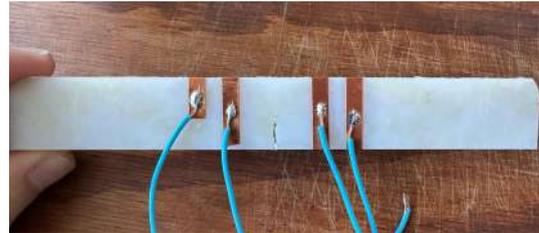


FIGURA 1.14: Dorso de la probeta

FIGURA 1.15: Probeta de HIPS con el diseño inicial de dos líneas

La primera modificación que se realizó al diseño fue soldar los cables en el frente de la probeta para facilitar su manipulación (Figura 1.16).

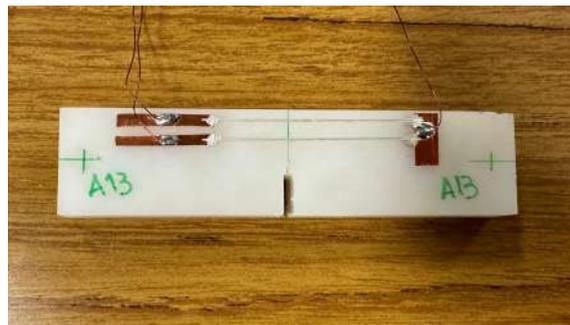


FIGURA 1.16: Probeta de HIPS con el diseño inicial de dos líneas y soldaduras en el frente

Para la instrumentación del método se utilizó una fuente de laboratorio regulable UNI-T UTP3315TFL-II (Figura 1.17) para introducir un voltaje constante de aproximadamente

10 V al sistema, y un osciloscopio PicoScope 2205A (Figura 1.18) de dos canales para registrar el voltaje en función del tiempo.

La elección del osciloscopio se basó en la adquisición necesaria para ensayos de impacto. Para esto se calculó que, si el tiempo aproximado del evento era de 4 ms y se requerían unos 1000 puntos para lograr una buena resolución, entonces se necesitaba un mínimo de 250.000 puntos por segundo (S/s). Este requisito era cumplido con el modelo elegido por contar con una velocidad de adquisición máxima de 200 MS/s. Además, al contar con dos canales de entrada de datos se lograba el registro del voltaje de ambas líneas pertenecientes al diseño. En la Figura 1.19 se esquematiza el circuito empleado.



FIGURA 1.17: Fuente de laboratorio regulable UNI-T UTP3315TFL-II



FIGURA 1.18: Osciloscopio PicoScope 2205A

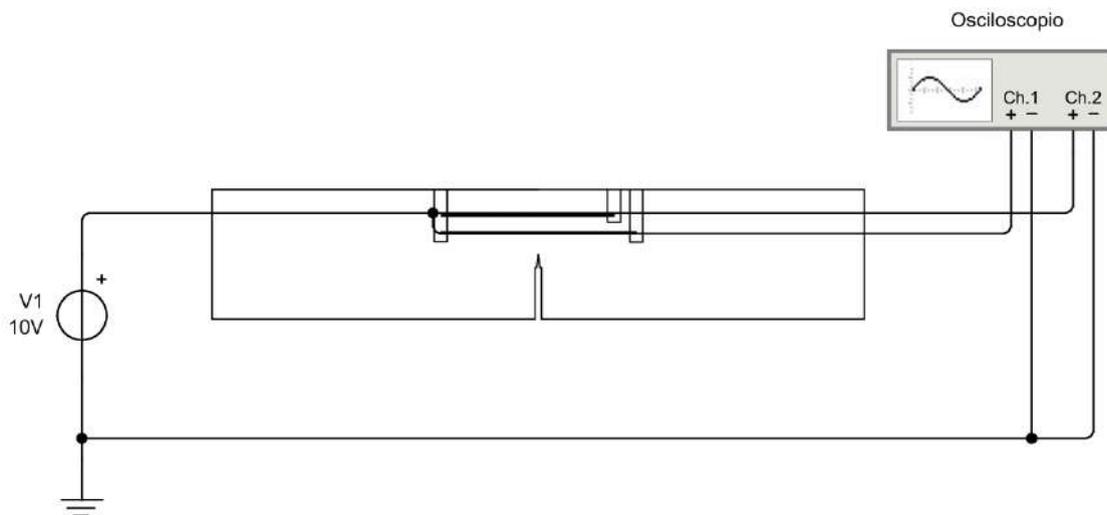


FIGURA 1.19: Esquema del circuito eléctrico empleado en el diseño de dos líneas

La puesta a prueba del método se realizó, en primera instancia, en ensayos cuasi-estáticos de flexión en tres puntos en una máquina universal de ensayos INSTRON 4467 (Figura 1.10) a una velocidad de  $250 \text{ mm}/\text{min}$ . Para verificar el correcto funcionamiento del sistema diseñado, se tomó registro fotográfico del evento en simultáneo con una cámara DIC, a una velocidad de  $20 \text{ frames}/\text{s}$ . De esta manera, se hizo una verificación visual de la respuesta del osciloscopio. Es decir, se observó si existía una correspondencia entre el momento en que el potencial caía a cero en cada canal, y el avance real de la fisura.

A partir del método, si la instrumentación cuenta con dos canales o más, puede inferirse la velocidad de propagación de fisura media entre dos líneas mediante la Ecuación:

$$v = \Delta x / \Delta t \quad (1.4)$$

donde  $\Delta x$  es la distancia entre  $a_1$  y  $a_2$ , y  $\Delta t$  la diferencia de los tiempos.

Para evaluar la sensibilidad del método umbral de canales múltiples a altas velocidades, se ensayaron muestras de dos líneas en condiciones de impacto en una máquina instrumentada tipo *falling weight* FRACTOVIS CEAST MOD (Figura 1.20). Las velocidades de ensayo fueron de 1, 2 y 4  $\text{m}/\text{s}$ .



FIGURA 1.20: Máquina instrumentada tipo *falling weight* FRACTOVIS CEAST MOD

### 1.3.1.3. Método umbral de canales múltiples con divisor de tensiones

Se evaluó la posibilidad de aumentar la cantidad de puntos  $a-t$  por probeta manteniendo la misma cantidad de canales. La estrategia, consistió en estampar cuatro líneas de pintura conductora de base de plata utilizando los mismos dos canales del osciloscopio (Figura

1.21). A partir de un divisor de tensiones, se conectaron dos de las líneas a 10 V y las otras dos a 5 V, para obtener caídas parciales de potencial durante la propagación. En la Figura 1.22 se esquematiza el circuito empleado.

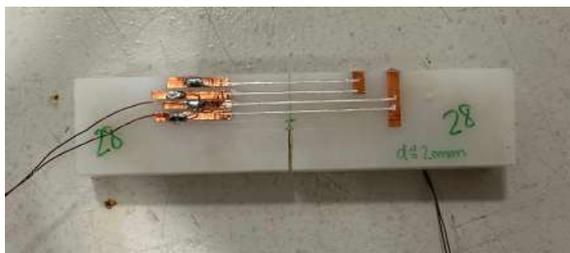


FIGURA 1.21: Probeta de HIPS con el diseño de cuatro líneas

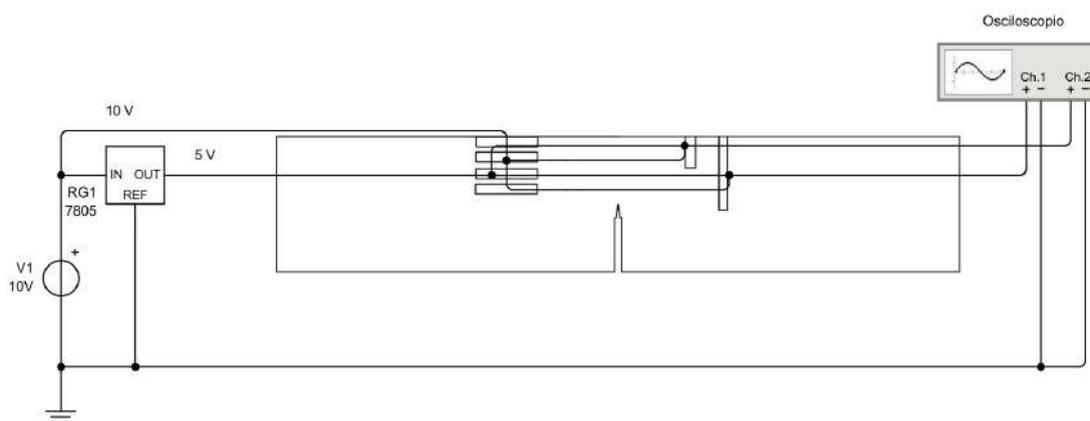


FIGURA 1.22: Esquema del circuito eléctrico empleado en el diseño de cuatro líneas

Se ensayaron en condiciones de impacto en una máquina instrumentada tipo *falling weight* FRACTOVIS CEAST MOD. Las velocidades fueron 1, 2 y 4 m/s.

### 1.3.2. Método de metalización de la superficie

Con la intención de replicar la metodología estudiada por B. Bauer y col. [20], se llevó a cabo una metalización de la superficie de las muestras entalladas, como se observa en la Figura 1.23. Para ello se las sometió a tres ciclos consecutivos de 120 s en un metalizador por *sputtering* y evaporador Quorum Q150T ES Plus (Figura 1.24). De esta manera, se logró una capa de cromo de un espesor aproximado de 10 nm. Luego, mediante el uso de un potencióstato Gamry Interface 1010E (Figura 1.25) se aplicó una corriente constante con la intención de detectar cambios en el potencial eléctrico al propagarse la fisura. Para esto, tanto el electrodo de referencia *REF* como el auxiliar *AUX* se conectaron del mismo lado de la muestra, mientras que el electrodo de trabajo *WE* se encontraba conectado al otro lado de la entalla, como se observa en el esquema de la Figura 1.26.



FIGURA 1.23: Probeta de HIPS con superficie metalizada con cromo



FIGURA 1.24: Metalizador por *sputtering* y evaporador Quorum Q150T ES Plus



FIGURA 1.25: Potenciostato Gamry Interface 1010E

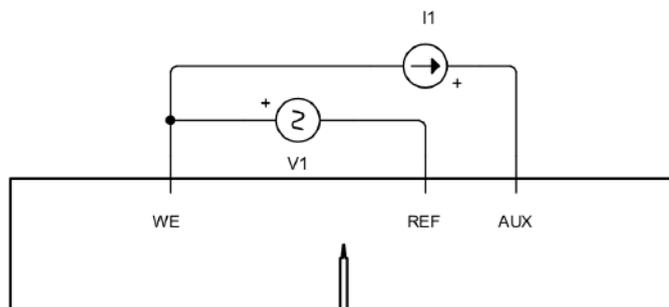


FIGURA 1.26: Esquema de la conexión de la probeta al potenciostato

## 1.4. Resultados

### 1.4.1. Métodos de líneas conductoras

#### 1.4.1.1. Método de incremento parcial de resistencia

En la Figura 1.27 se observan las curvas de carga  $P$  y resistencia  $R$  en función del tiempo de la probeta con entalla aguda con el patrón de pintura de base de grafito de la Figura

1.6. Las líneas verticales de color rojo delimitan los intervalos de tiempo en que se registró visualmente que la fisura avanzó sobre cada una de las primeras cuatro líneas del patrón.

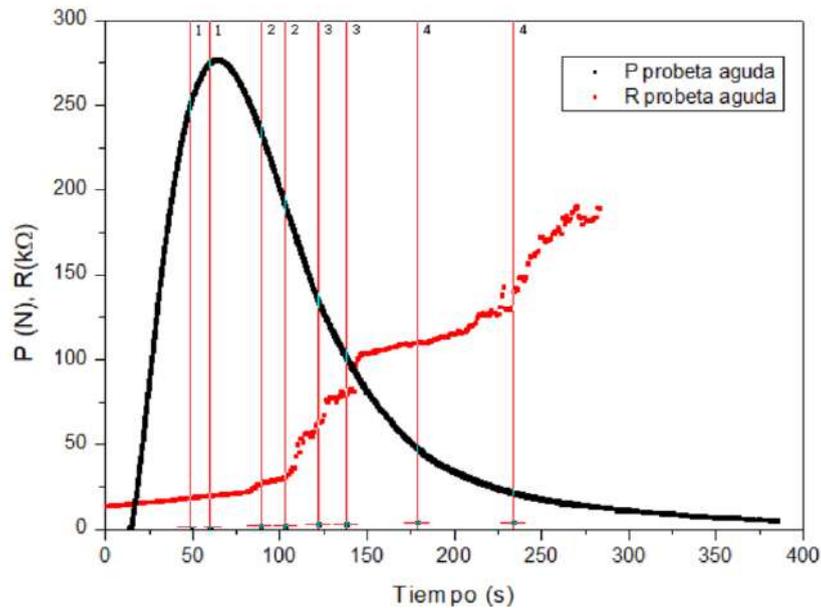


FIGURA 1.27: Curvas de  $P$  y  $R$  en función del tiempo de la probeta con entalla aguda con el patrón de grafito

A partir de estos resultados, no se logró una relación objetiva y directa entre los cambios en la resistencia eléctrica y el avance de la fisura mediante aumentos escalonados, sino que se observaron incrementos continuos en los valores. Este comportamiento se atribuyó al efecto de la deformación del diseño durante el evento, por lo que se consideró que sería útil ensayar una probeta *non-growing*, de entalla roma, para evaluar la magnitud de esta contribución y poder discriminarla del total.

La Figura 1.28 muestra las curvas de  $P$  y  $R$  en función del tiempo de la probeta con entalla roma con el patrón de pintura de base de grafito de la Figura 1.8, con sus respectivos intervalos temporales de rotura de las líneas.

Del gráfico 1.28 fue evidente la gran relevancia de la deformación de la tinta en los valores de resistencia eléctrica. Por este motivo se normalizaron los valores de  $R$  tanto de la probeta de entalla aguda como de la de entalla roma, dividiéndolos por su valor inicial, para calcular la diferencia entre ellas, obteniéndose el gráfico de la Figura 1.29.

Si bien se pretendía que la diferencia entre ambas probetas permitiera discriminar los valores correspondientes únicamente a la generación de nueva superficie, esto no fue posible. Como lo indica la curva de color azul (Figura 1.29), la diferencia resultó incluso negativa en ocasiones, perdiendo sentido la hipótesis de que podrían diferenciarse las contribuciones. Esto radica en que, debido a la manera artesanal en que se pintaron los patrones, no se

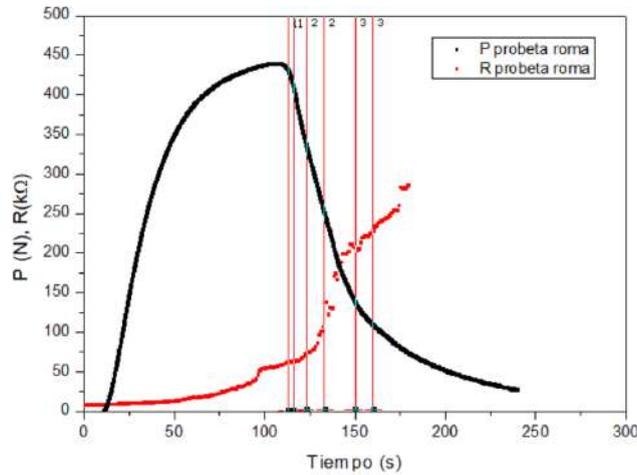


FIGURA 1.28: Curvas de  $P$  y  $R$  en función del tiempo de la probeta con entalla roma con el patrón resistivo de grafito, con intervalos temporales marcados

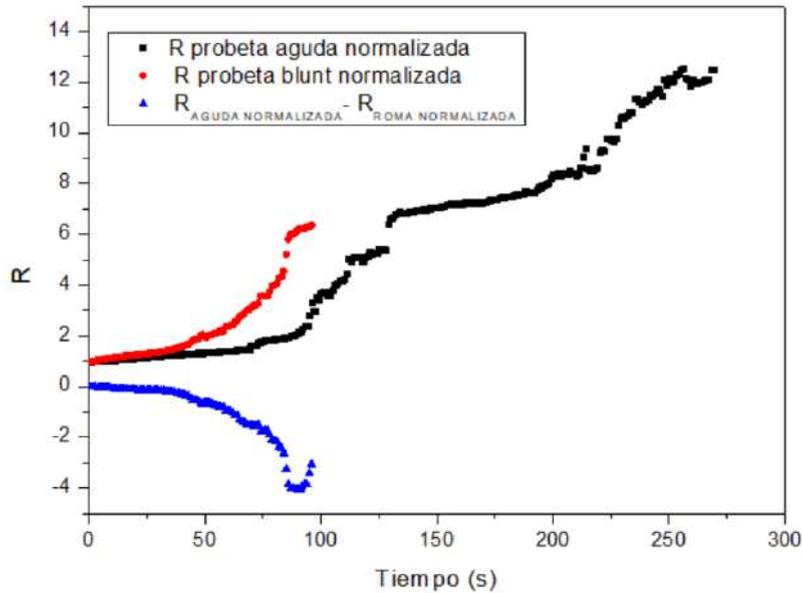


FIGURA 1.29: Curvas de  $R_{normalizada}$  en función del tiempo para la probeta aguda y la roma

logró repetitividad en los diseños estampados en ambas probetas. De esta manera, el efecto que tuvo la deformación en un caso y en otro, no fue de igual magnitud.

A raíz de los resultados obtenidos, se consideró que debía utilizarse una tinta cuya resistividad fuese menor, de forma tal que las alteraciones debidas a la mera deformación del patrón, no tuviesen una influencia tan alta en los resultados. Así, se optó por reemplazar la pintura conductora de base de grafito por la de base de plata. La curva de  $R$  en función del tiempo de la probeta con entalla aguda y patrón de tinta de base de plata se presenta en la Figura 1.30.

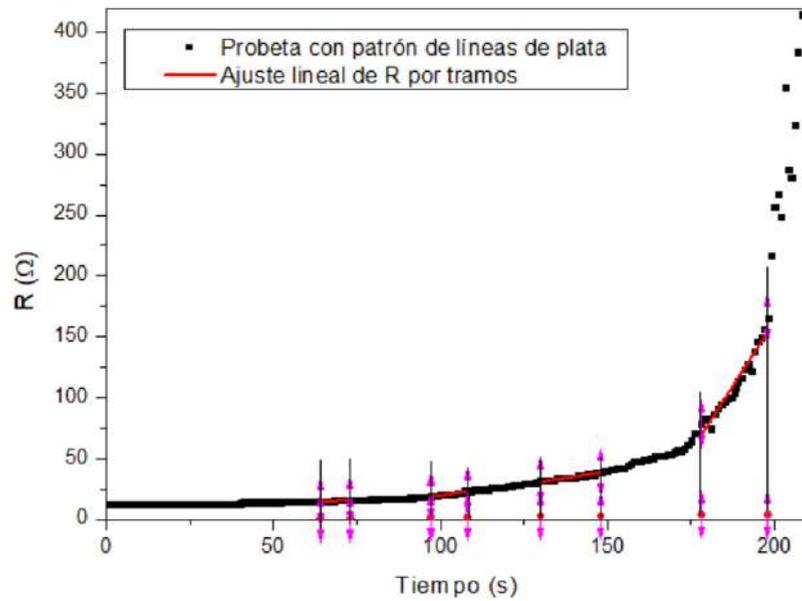


FIGURA 1.30: Curvas de  $P$  y  $R$  en función del tiempo de la probeta con entalla aguda y patrón de plata, con intervalos temporales

Nuevamente, con líneas verticales se marcaron los intervalos temporales correspondientes al avance de la fisura por cada una de las líneas del patrón. En esta ocasión, en lugar de saltos, se observaron cambios en la pendiente de los ajustes lineales de la curva de  $R$  asociados a los intervalos de interés. Si bien la tasa de incremento de la resistencia eléctrica respecto del tiempo iba en aumento a medida que la fisura avanzaba, este comportamiento resultó un tanto arbitrario si no se contaba con la información extra de los intervalos temporales determinados visualmente.

En consecuencia, este método no brindó información objetiva que permitiera realizar un monitoreo del avance de la fisura en el material. Por ende, se optó por diseñar otro sistema de medición que funcionara a partir de valores umbrales de potencial.

#### 1.4.1.2. Método umbral de canales múltiples

En la Figura 1.31 se presentan las curvas obtenidas por los dos canales del osciloscopio para una probeta con un par de líneas separadas 3 mm, ensayada en flexión en tres puntos a 250 mm/min.

A partir de la comparación con las imágenes del DIC en simultáneo con el ensayo, se verificó que cuando la fisura se encontraba al comienzo de la línea pintada, el potencial empezaba a decaer, alcanzando el valor cero cuando la fisura atravesaba completamente el espesor de la línea. Se pudo medir también la velocidad a la que se propagó la fisura

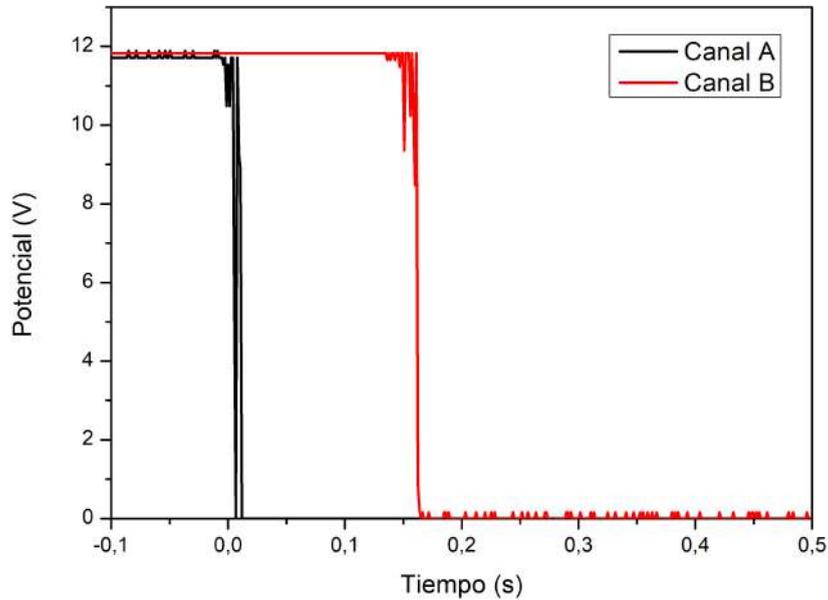


FIGURA 1.31: Curva de potencial en función del tiempo registrada por el osciloscopio para una probeta con dos líneas

por la región comprendida entre ambas líneas mediante la Ecuación (1.4), resultando en un valor aproximado de  $19,7 \text{ mm/s}$ .

Posteriormente, a partir de ensayos de impacto realizados a  $1$ ,  $2$  y  $4 \text{ m/s}$ , se obtuvieron las curvas de la Figura 1.35. Cada muestra contó con dos líneas espaciadas por  $4 \text{ mm}$ . Las rectas verticales discontinuas delimitan los intervalos temporales que se consideraron para realizar el cálculo de la velocidad de propagación de la fisura en cada caso, utilizando la Ecuación 1.4. Como criterio para la determinación de los tiempos de interés, se tuvo en cuenta lo observado en la comparación realizada con el DIC en cuasi-estático. Además, considerando que las curvas de ambos canales presentaban un comportamiento similar desplazado en el tiempo, el intervalo podría ser aproximadamente igual tomándolo en cualquier región entre ambas curvas.

Se observó que la manera en que ocurrió la descarga de la línea no mostró una caída abrupta en forma de escalón, sino que presentó un comportamiento del tipo capacitivo. Esto radica en que la pista no fue cortada instantáneamente, sino que la fisura debió atravesar un espesor del orden de las décimas de milímetros, generando una descarga progresiva detectada en el canal.

Por último, conociendo la distancia entre las pistas de plata de  $4 \text{ mm}$ , fue posible realizar el cálculo de velocidad de propagación de fisura en cada una de las muestras ensayadas (Tabla 1.2).

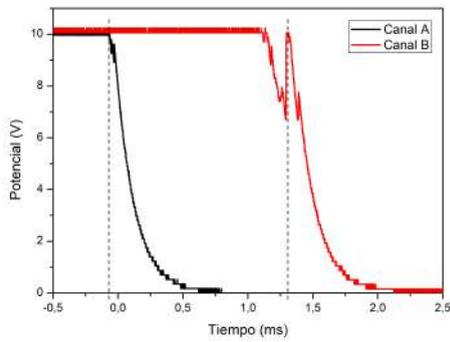


FIGURA 1.32: Curvas a velocidad de ensayo de 1 m/s

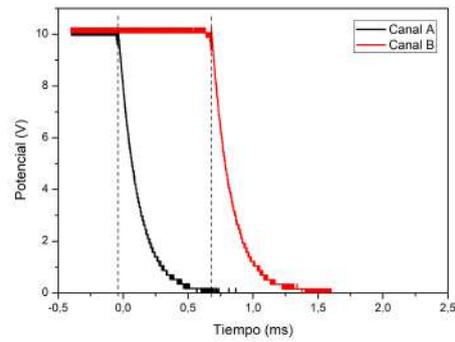


FIGURA 1.33: Curvas a velocidad de ensayo de 2 m/s

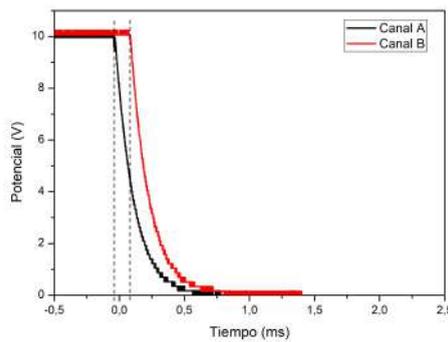


FIGURA 1.34: Curvas a velocidad de ensayo de 4 m/s

FIGURA 1.35: Curvas obtenidas por el osciloscopio para probetas con patrón de dos líneas de plata a diferentes velocidades de impacto

Velocidad de impacto (m/s)	Velocidad de propagación de fisura (m/s)
1,0	2,9
2,0	6,2
4,0	34,5

CUADRO 1.2: Resultados de velocidades de propagación de fisura para diferentes velocidades de impacto

De los valores anteriores se verificó que la velocidad de propagación de la grieta se incrementó a medida que aumentó la velocidad de impacto. Esto permitió determinar que las mediciones eran coherentes y confiables, por lo que el método y su instrumentación fueron considerados válidos.

#### 1.4.1.3. Método umbral de canales múltiples con divisor de tensiones

Al modificar el diseño por un patrón de cuatro líneas, en cambio, los resultados que se obtuvieron no permitieron un monitoreo objetivo del avance de la fisura, como se muestra

en la Figura 1.39.

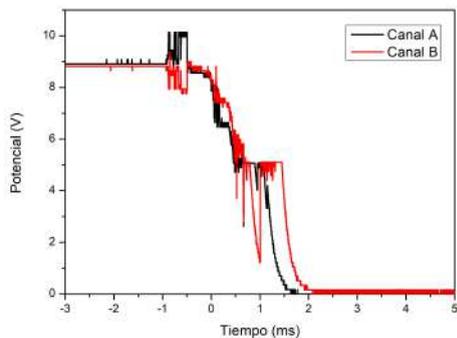


FIGURA 1.36: Curvas a velocidad de ensayo de 1  $m/s$

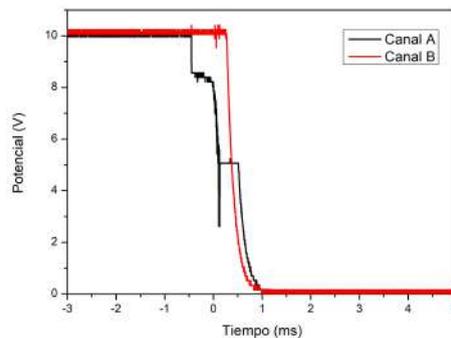


FIGURA 1.37: Curvas a velocidad de ensayo de 2  $m/s$

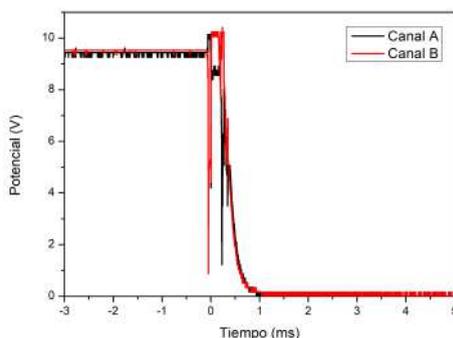


FIGURA 1.38: Curvas a velocidad de ensayo de 4  $m/s$

FIGURA 1.39: Curvas obtenidas por el osciloscopio para probetas con patrón de cuatro líneas de plata a diferentes velocidades de impacto

En esta oportunidad, los datos adquiridos presentaron ruido y mala definición. Esto pudo ser consecuencia del uso del divisor de tensiones para lograr más cantidad de entradas al instrumento, además de la corta distancia, de tan solo 2 mm entre cada pista, que fue recorrida en intervalos temporales del orden de los milisegundos. Una posible solución a estos inconvenientes sería utilizar un instrumento de medición que cuente con tantos canales de entrada de datos como pistas en el patrón haya. Así, la pérdida de continuidad de cada una sería adquirida individualmente y, de esta manera, se lograría obtener toda la información esperada.

#### 1.4.2. Método de metalización de la superficie

Al introducir una corriente en la muestra metalizada no fue posible lograr una estabilización en la lectura del potencial, obteniendo curvas del estilo de la Figura 1.40. Se

introdujeron diferentes corrientes para analizar si se lograba alguna mejora, pero en todos los casos se observó una amplia oscilación en los valores de potenciales leídos. Como posibles causas a este comportamiento se propuso, en principio, que la conductividad de la muestra era demasiado baja y que al no contar con un espesor perfectamente controlado y constante, el ruido en la lectura de datos era muy elevado.

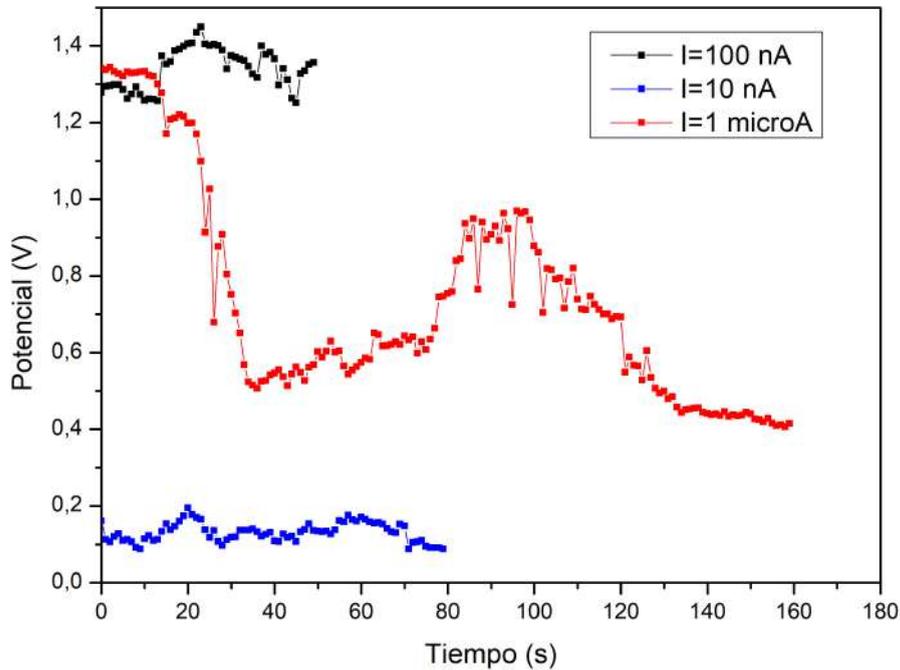


FIGURA 1.40: Curva obtenida por el potenciostato para el método de metalización de la superficie

Para lograr un mejor funcionamiento del método debería lograrse una metalización de espesor más controlado y utilizarse con un instrumento que cuente con una alta resolución para bajas corrientes. De todas maneras, debería tenerse en cuenta que la capa metálica colocada no debe interferir en el comportamiento a fractura del plástico, por lo que se llegaría a un espesor crítico que permita una estabilización del potencial y aún así logre imitar el comportamiento mecánico del material base.

## 1.5. Conclusiones

En este capítulo se detallaron los procedimientos implementados para adaptar y optimizar un método resistivo que permita el monitoreo del avance de una fisura en un material polimérico bajo condiciones de impacto.

De las técnicas evaluadas, se determinó, tras su implementación y análisis de resultados, que el método de umbral de canales múltiples es el más eficaz. Esto se debe a la robustez del método y a la facilidad para la adquisición de datos, que permite una medida instantánea del avance de la fisura en puntos definidos.

Sin embargo, el método de incremento parcial de resistencia podría ser una opción eficiente en trabajos futuros si se lograra desarrollar una pintura con propiedades eléctricas más adecuadas para su aplicación. Esto requeriría diseñar una mezcla óptima de dispersión metálica, sustrato y solvente que mantenga una resistencia eléctrica relativamente constante ante la deformación, variando significativamente solo ante la creación de nueva superficie. Asimismo, mejorar la técnica de estampado incrementaría la repetitividad del patrón entre diferentes probetas, optimizando este método.

Respecto al método de metalización de la superficie, otro posible enfoque futuro sería perfeccionar la técnica para lograr una capa metálica de espesor uniforme, controlado y eléctricamente estable sin alterar el comportamiento a la fractura del material base.

En conclusión, se ha logrado implementar una técnica que cumple con los requisitos planteados inicialmente, aunque quedan abiertas oportunidades de mejora y desarrollo de los métodos que no alcanzaron los resultados esperados en este trabajo.

## Capítulo 2

# Casos de aplicación del método umbral de canales múltiples

### 2.1. Introducción

Como se explicó al comienzo del trabajo, la caracterización mecánica de los materiales empleados en componentes estructurales es esencial para garantizar su confiabilidad y seguridad. A su vez, el monitoreo de la integridad de estos componentes en servicio resulta crítico para anticipar y mitigar posibles fallas, garantizando el cumplimiento de los estándares de seguridad y desempeño exigidos en aplicaciones de alta responsabilidad estructural.

En base a estas motivaciones, en el Capítulo 1 de este trabajo se diseñó y optimizó un método que permite la medición del avance de fisuras en polímeros, incorporando los principios de funcionamiento de los métodos empleados en metales.

En esta sección se pondrá a prueba el método umbral de canales múltiples (sección 1.3.1.2) en los dos casos que se describen a continuación: i) la evaluación de la influencia del estado tensional sobre la velocidad de propagación de fisuras y ii) la construcción de una curva  $J$ - $R$  mediante el método multimuestra adaptado a condiciones de impacto.

### 2.2. Caso 1: Estudio de la influencia del estado tensional del material en la propagación de fisuras

La resistencia a la fractura de un componente plástico depende tanto de sus propiedades intrínsecas como del estado tensional al que se somete [7, 25]. Por ello, con la intención

de prevenir la fractura en componentes estructurales, que podrían acarrear consecuencias graves, es necesario estudiar la respuesta mecánica del material en condiciones que simulen el servicio.

Un caso relevante es el de las tuberías plásticas de gas, donde el fenómeno de Propagación Rápida de Fisuras (RCP, por sus siglas en inglés) puede ocasionar fallas catastróficas. Este fenómeno ocurre bajo condiciones específicas de presión y temperatura, propagándose la fisura a velocidades cercanas a las sónicas (100-300  $m/s$ ) y suele desencadenarse por daños externos o a partir de un defecto preexistente debido al crecimiento lento de fisuras (SCG). Para asegurar la resistencia de estos sistemas al RCP, actualmente existen pruebas estándar desarrolladas por la Organización Internacional de Normalización (ISO), que incluyen un costoso ensayo a escala completa (FST) y un ensayo a escala laboratorio (S4), este último diseñado inicialmente con fines de investigación. Sin embargo, ambos métodos son demandantes en términos de tiempo y costos, lo cual limita su aplicación a ciertos contextos.

A raíz de esto, han surgido propuestas de metodologías más económicas y rápidas [26–28], conocidas como *small-scale accelerated reliable tests* (SMART), que permiten clasificar materiales según su resistencia al RCP.

En este contexto, en 2019, el grupo de Ciencia e Ingeniería de Polímeros (CEIP) del instituto INTEMA, en colaboración con el instituto PCCL y la empresa Evonik, desarrolló un accesorio prototipo denominado *Hoop-Stress*, diseñado para inducir tensiones en probetas de polímeros de manera controlada, simulando condiciones de servicio sin requerir secciones completas de tubería. Este accesorio se utiliza en una máquina instrumentada tipo *falling weight* FRACTOVIS CEAST MOD, como se muestra en la Figura 2.1.



FIGURA 2.1: Dispositivo *Hoop-Stress* instalado en la máquina instrumentada tipo *falling weight*

La muestra es sujeta en ambos extremos por un sistema de fijación que permite su movimiento en sentido vertical. La articulación izquierda se conecta a un sistema de engranajes, finalizando en una barra metálica en la que se añade el peso necesario para generar la tensión deseada en la probeta.

A partir de las ecuaciones de Barlow (Ecuaciones (2.1)-(2.2)) [29], pueden determinarse las tensiones principales que actúan en una tubería en servicio sometida a una presión interna  $p_{int}$ . Considerando una tubería (Figura 2.2 de [21]) de longitud  $L$ , diámetro externo  $D_{out}$  y espesor  $t$ , las tensiones presentes son: una tangencial o *hoop-stress*  $\sigma_{hoop}$  (en color rojo), una axial  $\sigma_{ax}$  (en color azul) y una radial  $\sigma_r$  (en color verde).

$$\sigma_{hoop} = p_{int} \frac{(D_{out} - t)}{2t} \quad (2.1)$$

$$\sigma_{ax} = p_{int} \frac{(D_{out} - t)}{4t} \quad (2.2)$$

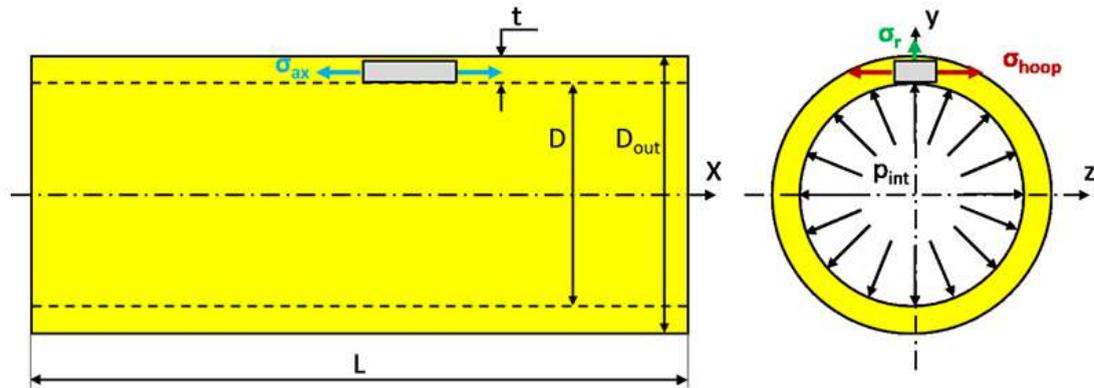


FIGURA 2.2: Estado tensional de una tubería de longitud  $L$ , diámetro externo  $D_{out}$  y espesor  $t$ , sometido a una presión interna  $p_{int}$

Dado que  $\sigma_r = -p_{int}$  en la pared interior del tubo, y  $\sigma_r \approx 0$  (superficie sin carga) en la pared exterior,  $\sigma_r$  resulta despreciable en comparación con  $\sigma_{ax}$ , que a su vez es la mitad de  $\sigma_{hoop}$ . La hipótesis detrás de este accesorio, es que a través de la imposición de una tensión longitudinal en probetas SE(B), se puede emular el efecto de las tensiones de arco generadas por la presión interna en una tubería (Figura 2.3 de [21]).

Mediante el dispositivo, entonces, es posible estudiar el efecto del estado tensional sobre el comportamiento mecánico del material. En este capítulo se medirá, mediante el método umbral de canales múltiples, la velocidad de propagación de fisuras en muestras de PA12 bajo diferentes cargas. Además, se evaluarán muestras de HIPS con y sin el uso del dispositivo *Hoop-Stress* para comparar las curvas completas de avance de fisura.



FIGURA 2.3: Idea detrás del ensayo con uso del dispositivo *Hoop-Stress*

## 2.2.1. Materiales

### 2.2.1.1. Poliamida 12

Se emplearon probetas de poliamida 12 (PA12) modificada con pigmento orgánico amarillo y modificadores de impacto, proporcionadas por Evonik Operations GmbH, Essen (GER). Todas las probetas fueron entalladas manualmente utilizando una cuchilla en V 2.4. Fueron perforadas en los extremos con una mecha de 4 mm de diámetro para permitir su sujeción en el dispositivo de *Hoop-Stress*.

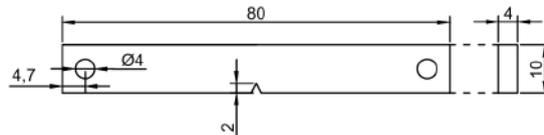


FIGURA 2.4: Probeta de PA12 de fractura con entalla aguda agujereada

### 2.2.1.2. Poliestireno de alto impacto

Nuevamente se utilizaron muestras de HIPS obtenidas mediante el procedimiento descrito en la sección 1.2.1. En esta ocasión, algunas probetas fueron perforadas en los extremos utilizando una perforadora de banco con una mecha de 4 mm de diámetro (Figura 2.5), permitiendo su sujeción en el dispositivo de *Hoop-Stress*.

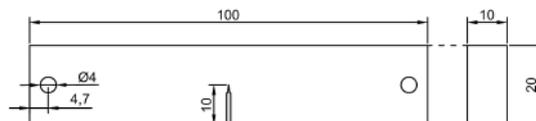


FIGURA 2.5: Probeta de fractura con entalla aguda agujereada.

## 2.2.2. Métodos

### 2.2.2.1. Medición de velocidad de propagación de fisuras en probetas de PA12 sometidas a tensión con dispositivo *Hoop-Stress*

Para evaluar la influencia del estado tensional del material en la velocidad de propagación de fisuras, se ensayaron tres muestras de PA12 sometidas cada una de ellas a una carga diferente a partir del uso del dispositivo *Hoop-Stress* incorporando diferentes pesos. Se ensayaron a temperatura ambiente en condiciones de impacto a una velocidad de 1  $m/s$  en la máquina instrumentada tipo *falling weight* FRACTOVIS CEAST MOD, y se registró la velocidad de propagación de la fisura en cada caso mediante el uso del método umbral de canales múltiples.

Para lograr consistencia en las mediciones que permitan establecer comparaciones, se pintaron las dos líneas de tinta de plata de cada muestra aproximadamente en la misma región respecto al vértice de la entalla (Figura 2.6).

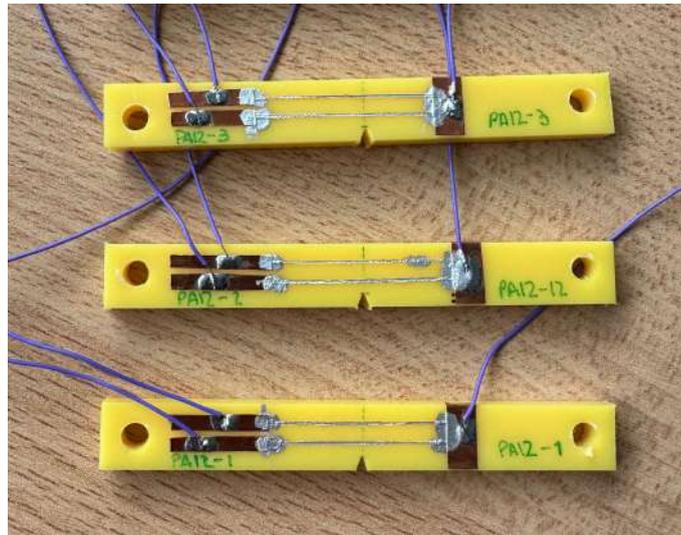


FIGURA 2.6: Probetas de PA12 preparadas para ensayar en impacto sometidas a diferentes estados tensionales

Con respecto a la carga introducida, considerando la hipótesis planteada por C. Waly en su trabajo de tesis [21] de que el dispositivo permite imitar la tensión tangencial inducida en una tubería sometida a presión interna  $p_{int}$ , puede estimarse matemáticamente una equivalencia entre el peso incorporado al sistema y la  $p_{int}$ . La fuerza  $F_{hoop}$  ejercida por el accesorio sobre la muestra se calcula como:

$$F_{hoop} = (12 * P + 17,4kg) * g \quad (2.3)$$

donde  $P$  es el peso adicionado y  $g$  la gravedad. La tensión tangencial inducida se obtiene como:

$$\sigma_{hoop} = \frac{F_{hoop}}{A_n} \quad (2.4)$$

donde  $A_n$  corresponde al área transversal del ligamento remanente. Finalmente, para calcular la  $p_{int}$  equivalente bajo el peso aplicado, se utiliza la Ecuación:

$$p_{int} = \sigma_{hoop} \frac{2t}{D_{out} - t} \quad (2.5)$$

donde  $t$  es el espesor de la tubería y  $D_{out}$  el diámetro externo de la tubería. Cabe aclarar que la verificación experimental del cumplimiento de estas relaciones excede el alcance del presente trabajo, por lo que únicamente se presenta a modo de aproximación. En la Tabla 2.1 se detalla la fuerza  $F_{hoop}$  aplicada en cada muestra y la  $p_{int}$  equivalente estimada considerando un espesor de pared  $t = 10 \text{ mm}$  y un diámetro externo de tubería de  $D_{out} = 110 \text{ mm}$  [21].

Muestra	$F_{hoop}$ (N)	$p_{int}$ (MPa)
PA12-1	0 (sin <i>Hoop-Stress</i> )	-
PA12-2	340	2,1
PA12-3	520	3,3

CUADRO 2.1: Detalle de fuerzas aplicadas en cada ensayo y su  $p_{int}$  equivalente

### 2.2.2.2. Registro del avance completo de fisura en probetas de HIPS en dos condiciones de carga

En su trabajo de tesis, C. Waly [21] obtuvo curvas de propagación en función del tiempo para poliamida 12 (PA12) en condiciones de impacto, como la que se ve en la Figura 2.7, utilizando una cámara ultra-rápida. La resolución que obtuvo con este método, fue suficiente para evaluar la variación de velocidad de propagación a lo largo de todo el ligamento remanente, y analizar la influencia de la aplicación de cargas en las muestras utilizando el dispositivo *Hoop-Stress*.

Para reproducir estos resultados y extender la cantidad de puntos disponibles en la instrumentación de dos canales del método umbral, se realizó un diseño de ensayo de muestras múltiples de HIPS. Cada una de las muestras, se instrumentó con un arreglo de dos líneas en diferentes posiciones. Se plantearon cinco posiciones de las líneas ( $a_1, a_2, a_3, a_4$  y  $a_5$ ) a una distancia de  $3 \text{ mm}$  entre ellas, comenzado con  $a_1 = 6,5 \text{ mm}$ . En la Figura 2.8 se

muestra un esquema del diseño completo. Estas cinco posiciones, se combinaron para obtener cinco arreglos de dos líneas diferentes y una repetición por cada una. Las muestras, se prepararon de acuerdo a lo detallado en la Tabla 2.2.

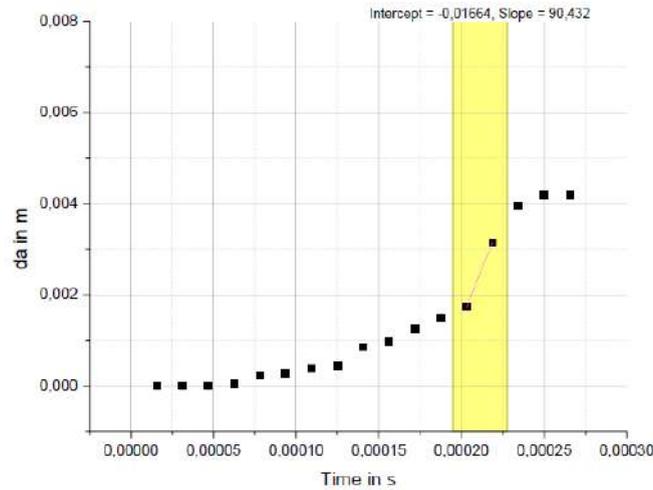


FIGURA 2.7: Curva de avance de fisura  $da-t$  en muestra de PA12 del trabajo de tesis de C. Waly

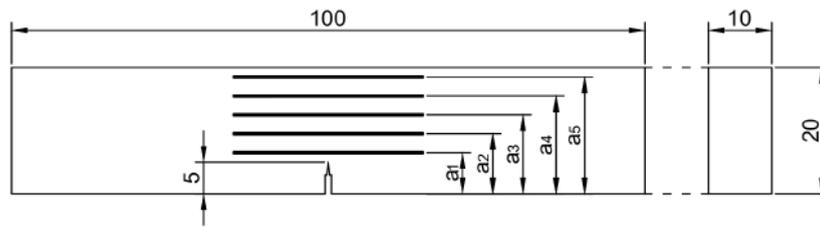


FIGURA 2.8: Esquema de las posiciones de las líneas que conforman el diseño completo

Nombre de muestras	Posiciones de las líneas
1 - 2	$a_1$ y $a_2$
3 - 4	$a_2$ y $a_3$
5 - 6	$a_3$ y $a_4$
7 - 8	$a_4$ y $a_5$
9 - 10	$a_1$ y $a_5$

CUADRO 2.2: Descripción de los patrones pintados en las distintas probetas para el monitoreo completo

Se ensayaron las muestras en flexión en tres puntos en condiciones cuasi-estáticas a una velocidad de  $250 \text{ mm/min}$ , y se registró el avance en cada una mediante el método umbral de canales múltiples. Se construyó una curva  $a-t$  completa a partir de la superposición de los registros de cada muestra. La curva obtenida con el osciloscopio se verificó con una cámara DIC de  $20 \text{ frames/s}$ . Para ello, se midió el avance de la fisura cada  $0,05 \text{ s}$  mediante el *software ImageJ* en cada muestra, y se graficaron los valores de  $a-t$ .

Una vez verificada la validez de la metodología multimuestra para construir la curva de avance de fisura mediante el método umbral de canales múltiples en condiciones cuasi-estáticas, se trasladó a condiciones de impacto.

En este caso, se prepararon dos grupos de diez muestras de HIPS, siguiendo la Tabla 2.2. Al Grupo A se lo ensayó sometido al dispositivo *Hoop-Stress*, mientras que las probetas del Grupo B, fueron ensayadas libres de tensión. En ambos casos los ensayos se llevaron a cabo en la máquina de impacto instrumentada tipo *falling weight* FRACTOVIS CEAST MOD a una velocidad de ensayo de 4 m/s.

En el caso del Grupo A, el peso adicionado al dispositivo *Hoop-Stress* fue de 430 g que, siguiendo el procedimiento de cálculo detallado en la sección 2.2.2.1 se estima que corresponde a una  $F_{hoop}$  de 221 N.

Una vez ensayadas las 20 muestras, se procesaron los datos para obtener dos curvas correspondientes al avance de la fisura  $a$  en función del tiempo  $t$ , una para el caso sometido a tensión (Grupo A) y una para las muestras libres de tensión (Grupo B).

### 2.2.3. Resultados

#### 2.2.3.1. Medición de velocidad de propagación de fisuras en probetas de PA12 sometidas a tensión y análisis de la superficie de fractura

En las Figuras 2.9, 2.10 y 2.11 se observan las curvas de potencial en función del tiempo para las probetas de PA12 sometidas a distintos estados tensionales. A su vez, en la Tabla 2.3 se detallan las velocidades de propagación inducidas en cada una de las muestras ensayadas.

Muestra	$F_{hoop}$ (N)	Velocidad de propagación (m/s)
PA12-1	0 (sin <i>Hoop-Stress</i> )	0,9
PA12-2	340	2,0
PA12-3	520	3,1

CUADRO 2.3: Velocidades de propagación de fisura inducidas en las muestras de PA12

Se observó que al introducir tensiones en el material, la velocidad de propagación de fisura inducida se incrementó. Sin embargo, la fuerza neta ejercida por el dispositivo *Hoop-Stress* no fue suficiente para inducir el fenómeno de RCP en las probetas en las condiciones de ensayo, dado que para ello deberían haberse alcanzado velocidades de propagación del orden de los 100-300 m/s. De todas maneras, se verificó la aplicabilidad del método umbral de canales múltiples para este tipo de caracterización.

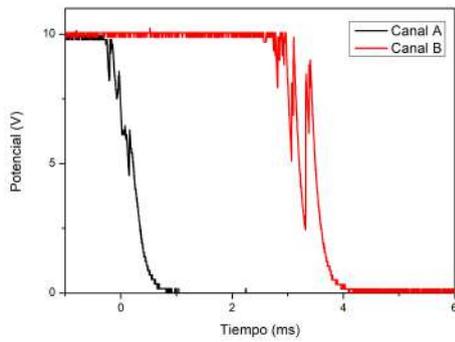


FIGURA 2.9: Curvas de PA12-1 sin *Hoop-Stress*

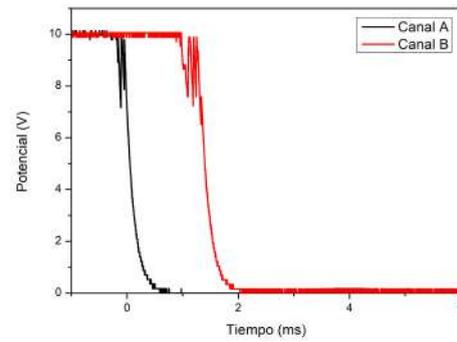


FIGURA 2.10: Curvas de PA12-2 con  $F_{hoop} = 340N$

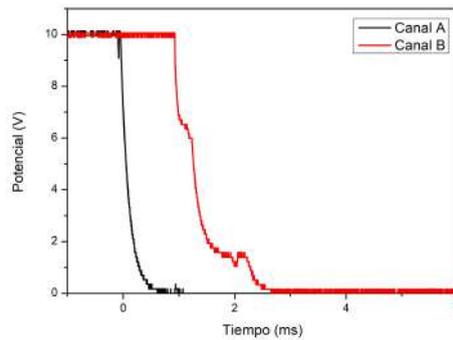


FIGURA 2.11: Curvas de PA12-3 con  $F_{hoop} = 520N$

Las superficies de fractura de las muestras se presentan en la Figura 2.12. Se observaron diferentes grados de deformación plástica en las superficies, evidenciados por el emblanquecido del material. Este efecto se produce cuando se lo somete a tensiones superiores a su límite elástico, dando lugar a microhuecos que le confieren al material un color blanquecino al dispersar la luz transmitida [30]. En el caso de la muestra PA12-1, se observaron deformaciones plásticas en prácticamente toda su superficie. Al introducir carga a la probeta, la deformación plástica en la zona de propagación de la fisura (superior) de la superficie se redujo, manteniéndose presente en la zona de iniciación (inferior).

En la Figura 2.13 se muestran microfografías del centro y del borde de las superficies de fractura de las muestras ensayadas. En el centro de las muestras se observan regiones con *river lines* [31]. Estas marcas han sido asociadas, por J.A. Jansen [32] y por M. Messiha y col. [31], a velocidades relativamente altas de propagación de fisuras. A su vez, puede que se presenten cuando el material se encuentra sometido a modos mixtos de carga [30], y tanto su densidad como espesor dependen de la velocidad de deformación [33]. En los bordes, en cambio, en todos los casos se aprecian estrías y mayores deformaciones plásticas que en el centro de la probeta. Esto se debe a que en los bordes se induce un estado



FIGURA 2.12: Superficies de fractura de las muestras de PA12. Los dos fragmentos de la izquierda corresponden a la PA12-1, las del centro a la PA12-2 y las de la derecha a la PA12-3.

plano de tensiones que favorece la deformación plástica del material. Además, tanto entre las *river lines* del centro como entre las estrías de los bordes, se aprecian *shear bands*, que también son modificadas según el estado tensional local [34]. Comparando entre las muestras, se aprecia que a medida que se incrementa la carga inducida, la deformación plástica disminuye dando lugar a una superficie de fractura más lisa, tanto en el centro como en el borde, indicando una fractura de carácter más frágil.

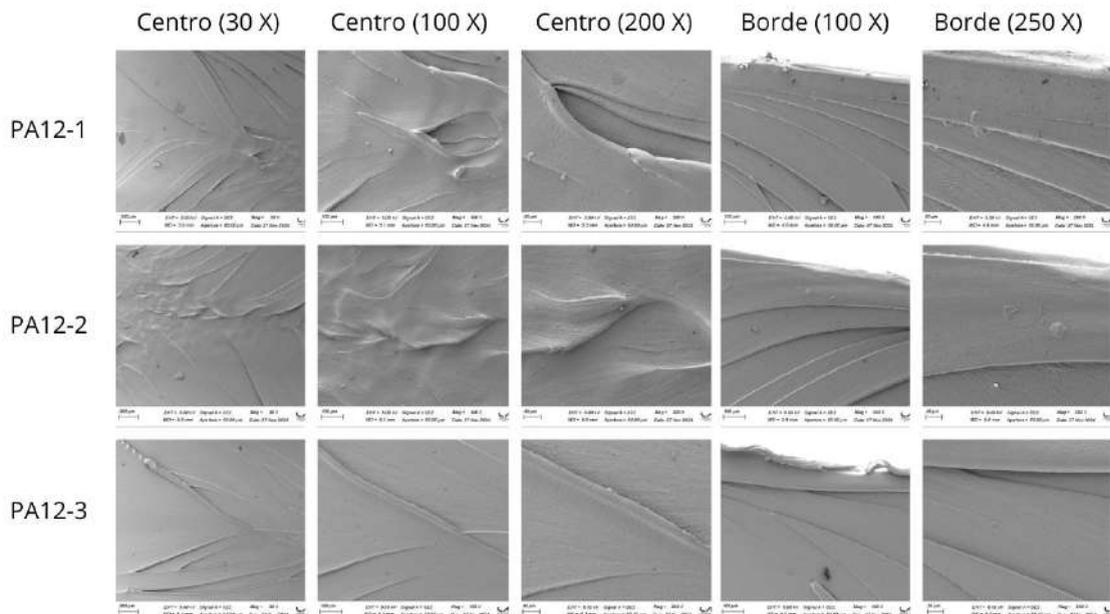


FIGURA 2.13: Micrografías de las superficies de fractura de las muestras PA12-1, PA12-2 y PA12-3

### 2.2.3.2. Registro del avance completo de fisura en probetas de HIPS en dos condiciones de carga

Para las probetas ensayadas en condiciones cuasi-estáticas, se obtuvo el gráfico 2.14. Las curvas de trazo continuo corresponden a los avances de fisura medidos a partir del análisis

del registro fotográfico de cada muestra. La curva de trazo discontinuo, en cambio, fue construida mediante la superposición de los registros de avance adquiridos a partir del método umbral de canales múltiples (osciloscopio).

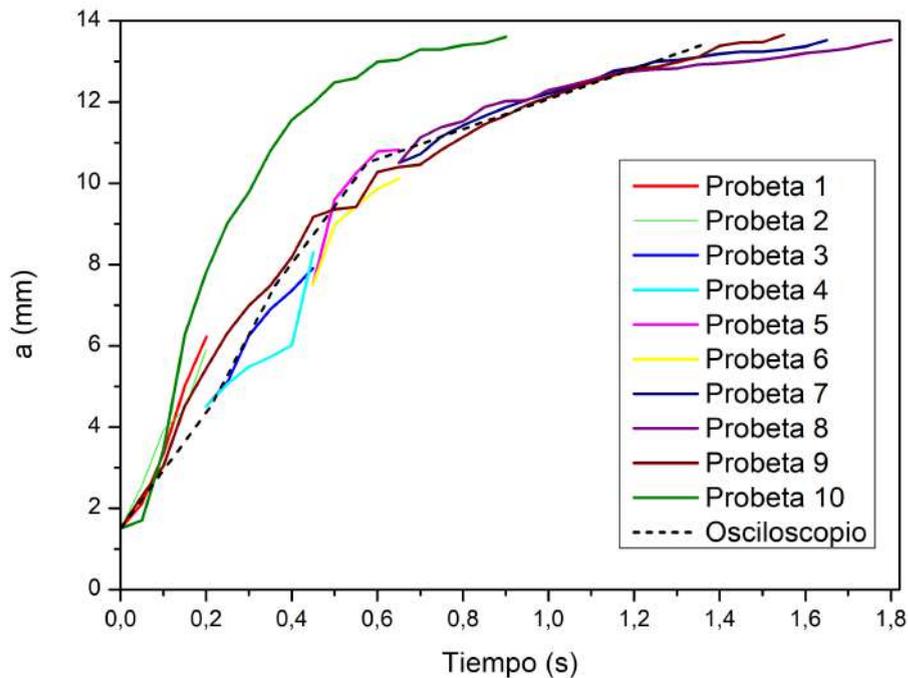


FIGURA 2.14: Curvas de avance de la fisura construidas mediante el método umbral de dos canales y el DIC

Se observó que el monitoreo logrado mediante el método resistivo se superpuso con el monitoreo visual del avance de la fisura en el material. De esta manera, se verificó el método para estudiar el avance de fisura en todo el ligamento utilizando múltiples muestras con sólo dos canales.

A continuación, en la Figura 2.15 se observan las curvas de avance completo de fisura construidas para las probetas del Grupo A y Grupo B.

Se observó que al solicitar las muestras mediante el dispositivo *Hoop-Stress* se aceleró la propagación de la fisura en todo su recorrido. Para el caso de las muestras del Grupo A sometidas a tensión, la velocidad media de propagación fue de  $61 \text{ m/s}$ , mientras que en las muestras sin carga del Grupo B, fue de  $40 \text{ m/s}$ . De esta manera, introduciendo una carga de aproximadamente  $221 \text{ N}$  se produjo un incremento del 52% en la velocidad media de propagación de la fisura en las condiciones de ensayo.

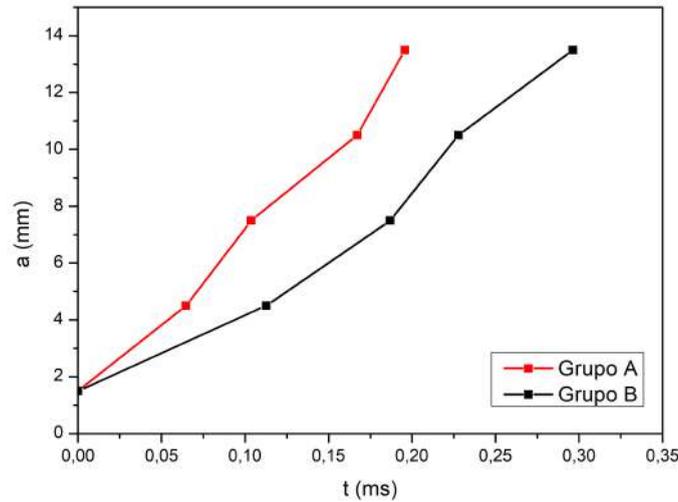


FIGURA 2.15: Curvas de  $a-t$  para probetas sometidas a tensión (Grupo A) y libres de tensión (Grupo B)

### 2.3. Caso 2: Construcción de curva de resistencia $J-R$ en impacto para ABS

La caracterización de la tenacidad a la fractura en materiales poliméricos frecuentemente se lleva a cabo mediante el cálculo de la Integral  $J$ , un método basado en la mecánica de fractura elástica no lineal que permite analizar el crecimiento estable de una fisura en condiciones donde se desarrolla una zona significativa de deformación plástica en su vértice [35, 36]. A partir de esta metodología se construye la curva de resistencia  $J-R$ , que muestra la variación de la energía de fractura  $J$  en función del crecimiento de la fisura, representado como  $\Delta a$ .

En condiciones cuasi-estáticas, el método multimuestra desarrollado por Begley y Landes se emplea comúnmente para construir la curva  $J-R$  [37]. Este método consiste en cargar en las mismas condiciones una serie de probetas idénticas, deteniendo cada ensayo en diferentes etapas del crecimiento de la fisura. Posteriormente, se mide la longitud de la fisura en la superficie de fractura de las probetas, y se calcula el valor de  $J$  considerando la energía correspondiente a cada propagación, a partir de los registros de carga desplazamiento  $P-\nu$  de cada muestra, y se obtiene una curva  $J-R$  completa [13, 37]. No obstante, implementar este método en condiciones de alta velocidad de deformación es complicado, ya que resulta difícil detener el crecimiento de la fisura de manera abrupta durante el ensayo en los intervalos de desplazamiento requeridos [22].

Una alternativa que ha sido aplicada tanto en ensayos cuasi-estáticos [38] como de impacto [22] es el método  $S_{pb}$ , que permite inferir la longitud de la fisura comparando los registros

de carga-desplazamiento ( $P - \nu$ ) de una probeta con entalla aguda (*pre-cracked* o *sharp notched*) y otra con entalla roma (*blunt notched*). Este método se basa en la propiedad de separabilidad de la carga.

En este contexto, se aplicará el método umbral de canales múltiples desarrollado en este trabajo para inferir el avance de la fisura en tiempo real durante el ensayo de impacto de acrilonitrilo butadieno estireno (ABS), sin necesidad de interrumpir su propagación. Esto permitirá construir la curva  $J-R$  mediante una metodología multimuestra adaptada a condiciones de alta velocidad. Los resultados obtenidos serán posteriormente contrastados con aquellos derivados mediante el método  $S_{pb}$ , con el fin de validar la precisión y eficiencia de esta nueva metodología.

### 2.3.1. Materiales

#### 2.3.1.1. Acrilonitrilo butadieno estireno

Las probetas de acrilonitrilo butadieno estireno (ABS) de grado comercial se obtuvieron a partir de placas conformadas mediante moldeo por compresión. Previo al conformado, se realizaron ensayos de calorimetría diferencial de barrido (DSC) para analizar la posible presencia de humedad en los *pellets*, con el objetivo de evitar una disminución en las propiedades mecánicas, derivada de la humedad residual. Los ensayos se llevaron a cabo en un equipo PERKIN ELMER DSC-Pyris 1, siguiendo las condiciones propuestas por la norma ASTM D-3417. Se utilizó una velocidad de calentamiento de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  bajo atmósfera inerte de nitrógeno.

En el termograma obtenido (Figura 2.16) se observó un pico endotérmico cercano a los  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , correspondiente a la evaporación del agua retenida en la estructura del polímero, y un cambio en la capacidad calorífica alrededor de los  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ , correspondiente a la transición vítrea del material. Debido a esto, se decidió secar el material en una estufa de vacío a  $65\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 120 minutos. En la curva obtenida posteriormente se constató la ausencia del pico endotérmico, confirmando el correcto secado del material.

Para el conformado, se utilizó el mismo equipamiento que en el caso del HIPS, aplicando una presión de  $75\text{ kg}/\text{cm}^2$  a una temperatura de  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 40 minutos. Posteriormente, se enfrió el sistema de la misma manera, refrigerando hasta  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  y finalmente al aire hasta alcanzar temperatura ambiente.

Se mecanizaron probetas de geometría SE(B), con entalla aguda (Figura 2.17) y entalla roma (Figura 2.18), con un diámetro de  $2\text{ mm}$  en su vértice. Además, con una copiadora adecuada para materiales termoplásticos, se cortaron probetas tipo *huesito* para ensayos de tracción, cuya geometría se muestra en la Figura 2.19.

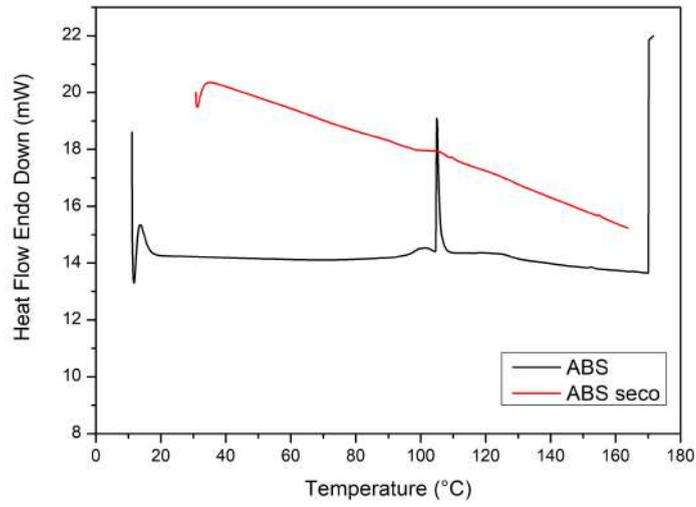


FIGURA 2.16: Termogramas obtenidos por DSC para el ABS antes y después del secado

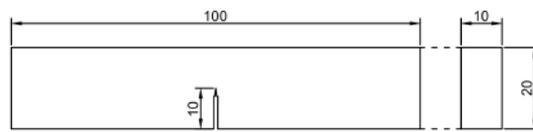


FIGURA 2.17: Probeta SE(B) con entalla aguda

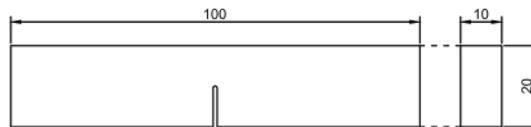


FIGURA 2.18: Probeta SE(B) con entalla roma

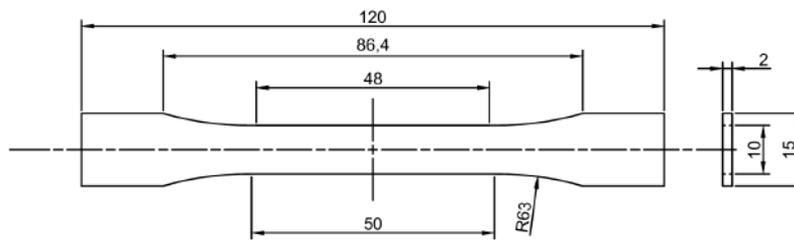


FIGURA 2.19: Probeta tipo *huesito*

### 2.3.2. Métodos

#### 2.3.2.1. Construcción de curva $J-R$ en impacto de ABS con metodología multitemuestra

Ante la dificultad de detener el crecimiento de la fisura en condiciones de impacto, se utilizó el método umbral de canales múltiples para identificar el avance de la fisura en las muestras de geometría SE(B) (Figura 2.17). Si bien el método permite conocer el tiempo que demora la fisura en avanzar entre puntos definidos, se requirió idear una manera de correlacionar el tiempo de avance de la fisura hasta un  $\Delta a$  conocido, con el desplazamiento correspondiente a ese crecimiento en la curva  $P-\nu$ , obtenida durante el ensayo de impacto. Para ello, se diseñó un *trigger* externo que permitió determinar el instante en que la punta de impacto y la probeta hacen contacto, de forma tal que tanto el osciloscopio como el sistema de adquisición de datos de la máquina de impacto, tienen el mismo tiempo de inicio.

Para incorporar el *trigger* se utilizó una cinta adhesiva de cobre en el canto superior de la probeta (Figura 2.20). A cada lado de esta cinta se soldó un cable que permitió ingresar un potencial eléctrico por un extremo utilizando la fuente, y medirlo por el otro mediante el canal A del osciloscopio. Al ser una pista discontinua, la lectura por parte del osciloscopio es nula a menos que se cierre el circuito eléctrico. De esta manera, al ponerse en contacto la punta de impacto (también recubierta por la misma cinta) y la probeta, se cierra el circuito y se detecta un salto ascendente de 10 V en el voltaje de ese canal, indicando el inicio de adquisición.

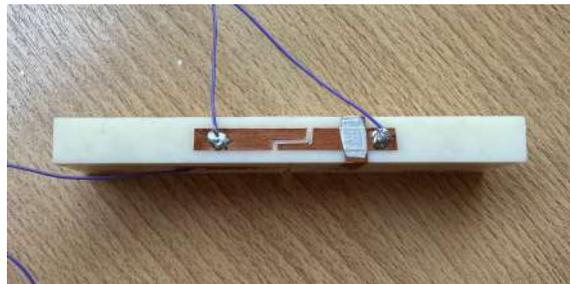


FIGURA 2.20: *Trigger* de cinta adhesiva de cobre en el canto de la probeta de ABS

Así, se utilizaron los dos canales del osciloscopio, el canal A como *trigger* y el canal B para registrar el avance de la fisura. Para esto se pintó una pista de tinta conductora de base de plata a una distancia del vértice de la fisura  $\Delta a$  menor a 2 mm 2.21. Por un extremo se conectó a la fuente, y por el otro al canal B del osciloscopio. De esta forma, el tiempo entre el salto ascendente de potencial en el canal A y la caída en el canal B, determinan el tiempo involucrado en el avance de la fisura en ese  $\Delta a$ . De esta manera, conociendo el tiempo y la velocidad del impacto, es posible determinar hasta qué desplazamiento de la

punta debe considerarse la curva  $P-\nu$  para calcular la energía potencial involucrada en la propagación de cada muestra.

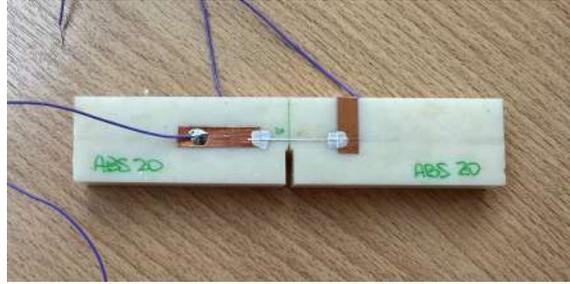


FIGURA 2.21: Probeta de ABS preparada con una línea de registro de avance de fisura

Para verificar el funcionamiento del *trigger* y la precisión en el registro de avance de la fisura mediante el osciloscopio, se prepararon algunas muestras y se las ensayó en flexión en tres puntos en condiciones cuasi-estáticas a una velocidad de  $2 \text{ mm}/\text{min}$ . En simultáneo se observó el avance de la fisura mediante una cámara DIC. Así, se determinó que el salto ascendente del potencial del canal A efectivamente implica el contacto entre la punta y la probeta, y que la caída a cero en el potencial del canal B del osciloscopio, corresponde a un avance de la fisura hasta el final del espesor de la línea pintada, siempre y cuando la pintura tenga un tiempo de secado inferior a  $60 \text{ min}$ .

Una vez diseñado y verificado el método en condiciones cuasi-estáticas, se prepararon nueve probetas con líneas en diferentes ubicaciones, lo más cercanas posibles al vértice de la entalla, y se midieron sus posiciones exactas con un microscopio USB. Se ensayaron en una máquina instrumentada tipo *falling weight* FRACTOVIS CEAST MOD, a una velocidad de  $1 \text{ m}/\text{s}$  con una masa de  $28,775 \text{ kg}$ . Las curvas  $P-\nu$  fueron alisadas aplicando un filtrado numérico del tipo *Savitzky-Golay*, para quitar los efectos de inercia y resonancia del sistema.

El valor de  $J$  para cada muestra se calculó a partir de la energía de fractura involucrada y el área corregida de crecimiento de fisura, que para geometría SE(B) está dado por:

$$J_0 = \eta \frac{U}{B(W - a_0)} \quad (2.6)$$

$$J = J_0 \left[ 1 - \frac{0,5\Delta a}{W - a_0} \right] \quad (2.7)$$

donde  $U$  es la energía potencial de la probeta dada por área bajo la curva  $P-\nu$  hasta el  $\nu$  correspondiente,  $B$  el espesor de la probeta,  $W$  el ancho de la probeta,  $a_0$  la longitud inicial de la entalla,  $\Delta a = a - a_0$  el crecimiento de la fisura dado por la distancia entre el

vértice de la entalla y el fin de la línea de plata, y  $\eta$  un factor geométrico de calibración que, para la geometría SE(B) adoptada ( $a/W = 0,5$  y  $W = 2B$ )  $\eta_{elastico} = \eta_{plastico} = 2$ .

Una vez construida la curva  $J$ - $R$  por este método, se ajustaron los puntos mediante una recta y una función del tipo ley de la potencia ( $J = C\Delta a^n$ ). La primera línea, denominada *blunting line*, representa el crecimiento por arromamiento del vértice de la fisura y sigue la expresión analítica:

$$J = k\sigma_y\Delta a \quad (2.8)$$

donde  $\sigma_y$  es la tensión de fluencia del material a la velocidad de deformación inducida por el ensayo y  $k$  es un coeficiente geométrico. En este caso, suponiendo que la punta de la fisura es semicircular, su crecimiento aparente debido al arromamiento  $\Delta a$  es la mitad del desplazamiento de apertura de la fisura  $\delta$ , y por lo tanto,  $k = 2$  [8].

Para conocer la tensión de fluencia del ABS en las condiciones de alta velocidad de deformación inducidas por el ensayo de impacto, se realizó una extrapolación a partir de la correlación propuesta por Eyring, que predice una relación lineal entre  $\frac{\sigma_y}{T}$  y  $\log \dot{\epsilon}_y$ :

$$\frac{\sigma_y}{T} = \frac{2}{V^*} \left[ \frac{\Delta H}{T} + 2,303R \log \left( \frac{\dot{\epsilon}_y}{\dot{\epsilon}_0} \right) \right] \quad (2.9)$$

donde  $\dot{\epsilon}_y$  es la velocidad de deformación,  $T$  la temperatura absoluta,  $R$  la constante universal de los gases,  $\Delta H$  la energía de activación,  $V^*$  el volumen de activación y  $\dot{\epsilon}_0$  la constante característica del material. Para esto, se ensayaron en tracción una serie de probetas de geometría *huesito* (Figura 2.19) a velocidades de desplazamiento de travesa de 0,1, 1, 5, 10, 50, 100 y 250 *mm/min*. A partir de la velocidad de impacto de 1 *m/s* se estimó la velocidad de deformación  $\dot{\epsilon}_y$  inducida en el material mediante el uso del DIC. El procedimiento consistió en ajustar linealmente las velocidades de desplazamiento de travesa con las velocidades de deformación calculadas por el DIC para cada ensayo, y extrapolar  $\dot{\epsilon}_y$  para 1 *m/s*.

### 2.3.2.2. Construcción de curva $J$ - $R$ en impacto de ABS con metodología $S_{pb}$

Para la construcción de la curva  $J$ - $R$  mediante el método  $S_{pb}$  se utilizaron dos probetas de geometría SE(B), una con entalla aguda (2.17) y otra con entalla roma (2.18) con un vértice de 2 *mm* de diámetro y una profundidad que cumplía la relación  $0,6 < a/W < 0,7$ . Se ensayaron ambas en una máquina instrumentada tipo *falling weight* FRACTOVIS CEAST MOD, a una velocidad de 1 *m/s* con una masa de 28,775 *kg*.

Este método se basa en la suposición de que la carga puede ser representada como el producto de una función relacionada con la geometría  $G(b/W)$  y otra relacionada con las propiedades de deformación del material  $H(b/W)$  [8]:

$$P = G\left(\frac{b}{W}\right) H\left(\frac{\nu}{W}\right) \quad (2.10)$$

$$b = W - a \quad (2.11)$$

donde  $W$  es la longitud característica de la muestra,  $\nu$  es el desplazamiento,  $a$  es la longitud de la fisura y  $b$  es la longitud del ligamento remanente. El parámetro  $S_{pb}$  se define como el cociente a igual desplazamiento entre la carga registrada de una probeta con entalla aguda  $P_p$  que propaga de manera estable y otra de entalla roma  $P_b$  que no propaga:

$$S_{pb} = \frac{P_p(b_p, \nu)}{P_b(b_b, \nu)} \Big|_{\nu} = \frac{G_p\left(\frac{b_p}{W}\right) \cdot H\left(\frac{\nu}{W}\right)}{G_b\left(\frac{b_b}{W}\right) \cdot H\left(\frac{\nu}{W}\right)} \Big|_{\nu} \quad (2.12)$$

donde  $b_p$  y  $b_b$  son las longitudes de los ligamentos remanentes de las probetas de entalla aguda y roma respectivamente. A igual desplazamiento, para dos probetas del mismo material e igual geometría, las funciones de deformación  $H(b/W)$  son exactamente iguales, por lo que pueden simplificarse y el parámetro  $S_{pb}$  depende únicamente de las funciones de geometría:

$$S_{pb} = \frac{G_p\left(\frac{b_p}{W}\right)}{G_b\left(\frac{b_b}{W}\right)} \Big|_{\nu} \quad (2.13)$$

Asumiendo que la función geométrica tiene la forma de ley de la potencia [8]:

$$G\left(\frac{b}{W}\right) = C \left(\frac{b}{W}\right)^m \quad (2.14)$$

se puede derivar en otra expresión para el parámetro  $S_{pb}$  introduciendo la Ecuación (2.14) en la Ecuación (2.13):

$$S_{pb} = \frac{\left(\frac{b_p}{W}\right)^m}{\left(\frac{b_b}{W}\right)^m} = \left(\frac{b_p}{b_b}\right)^m \Big|_{\nu} \quad (2.15)$$

Despejando  $b_p$  de la Ecuación (2.15) se obtiene una expresión para el ligamento remanente de la probeta con entalla aguda  $b_p$ :

$$b_p = b_b(S_{pb}|_v)^{1/m} \quad (2.16)$$

a su vez, de la Ecuación (2.11), se obtiene que la longitud de la fisura  $a_p$  es:

$$a_p = W - b_b(S_{pb}|_v)^{1/m} \quad (2.17)$$

Para ajustar el valor de  $m$  se realizó una regresión lineal aplicando logaritmo a ambos miembros de (2.16), con dos puntos  $(b_p, S_{pb})$ :

1.  $(b_{p0}, S_{pb0})$ : corresponde a la iniciación del desgarro dúctil y se determina a partir de la primera parte de la curva  $S_{pb}-\nu$ , siendo  $b_{p0}$  el ligamento remanente considerando el arromamiento del vértice de la fisura:

$$b_{p0} = W - \left( a_{p0} + \frac{J_0}{k\sigma_y} \right) \quad (2.18)$$

donde  $\sigma_y$  es la tensión de fluencia del material para la velocidad de deformación inducida por el ensayo y  $J_0$  se calcula a partir de la Ecuación (2.6).

2.  $(b_b, 1)$ : se trata de un punto teórico que considera que, si el ensayo se extendiera hasta que la fisura propague y alcance la longitud de la entalla roma, entonces el valor de  $S_{pb}$  sería igual a 1 y  $b_p = b_b$

Conociendo el parámetro  $m$  y sabiendo que:

$$\Delta a = a_0 - a_p = W - b_b(S_{pb}|_v)^{1/m} \quad (2.19)$$

se obtuvo la curva  $J-\Delta a$  completa. Se graficó junto a la curva  $J-R$  obtenida mediante el método multimuestra, y nuevamente se ajustaron los puntos a partir de una función del tipo ley de la potencia ( $J = C\Delta a^n$ ) y una recta (*blunting line*).

### 2.3.3. Resultados

A partir de los ensayos de las dos muestras correspondientes al método  $S_{pb}$  se obtuvieron las curvas de  $P-\nu$  de la Figura 2.22, permitiendo la construcción de la curva  $S_{pb}-\nu$  (Figura 2.23) y la determinación de  $m = 2,17$ .

Por otro lado, para la construcción de la *blunting line* se estimó una tensión de fluencia del material de 43 MPa a la velocidad de deformación inducida por el ensayo a 1 m/s. Esto surgió a partir de la extrapolación de la correlación de Eyring de los valores experimentales, como se ve en la Figura 2.24.

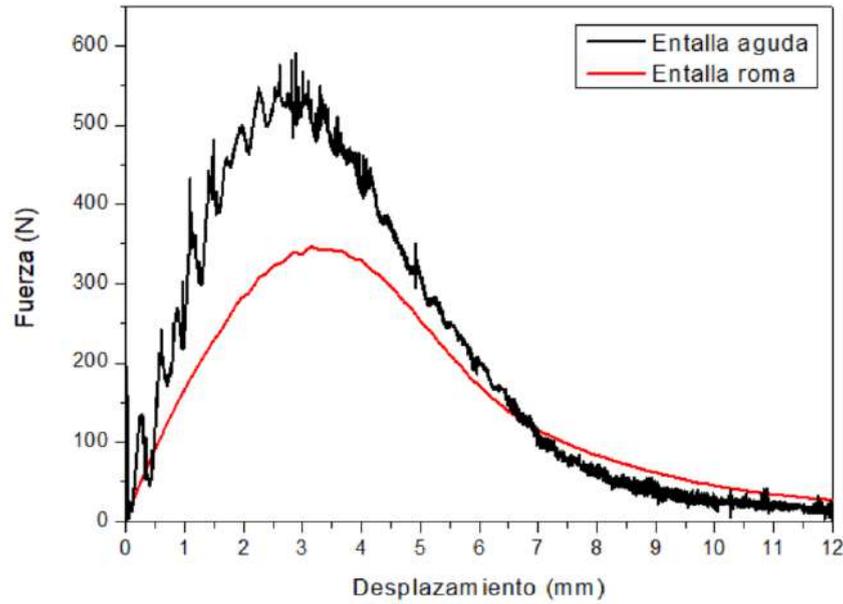


FIGURA 2.22: Curvas  $P-\nu$  de las probetas de entalla aguda y roma para el método  $S_{pb}$  a 1 m/s

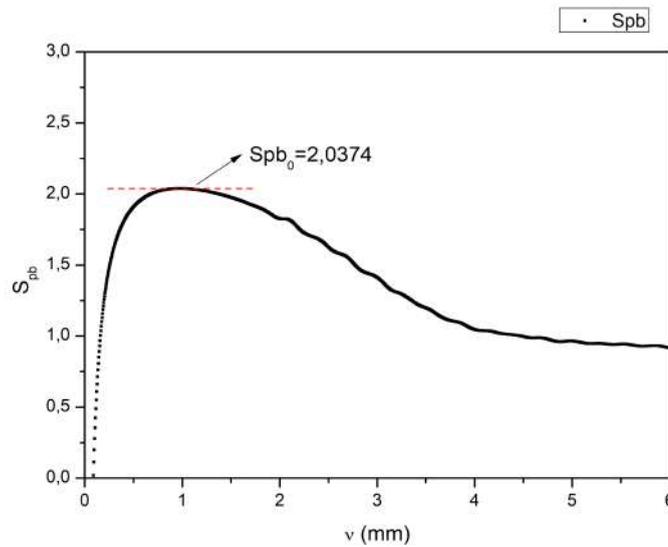


FIGURA 2.23: Curva  $S_{pb}$  en función del desplazamiento a 1 m/s

Las curvas  $J-R$  construidas por ambos métodos se encuentran en la Figura 2.25. A partir de estas curvas se determinaron los valores de tenacidad a la fractura  $J_{0,2}$ , que se reportan en la Tabla 2.4

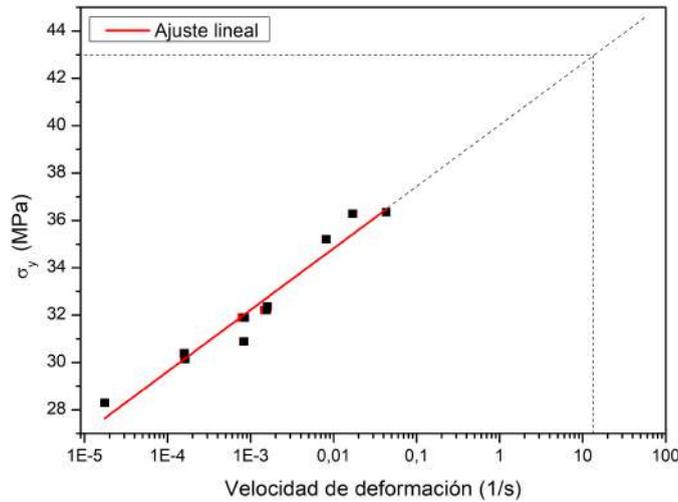


FIGURA 2.24: Extrapolación de la correlación de Eyring para la velocidad de deformación inducida en el material por el ensayo

Método	$J_{0,2}$ (N/mm)
Multimuestra	8,5
$S_{pb}$	7,6

CUADRO 2.4: Valores de tenacidad a la fractura determinados mediante ambos métodos

Se observó consistencia en los resultados obtenidos mediante ambas metodologías, por lo que se validó la aplicabilidad del método umbral de canales múltiples en la caracterización de la tenacidad a la fractura del ABS.

## 2.4. Conclusiones

En este capítulo se puso a prueba el método umbral de canales múltiples en dos casos concretos. En cada uno de ellos se verificó la aplicabilidad de la metodología permitiendo obtener resultados con buena resolución en condiciones de impacto.

Con respecto a la evaluación de la influencia del estado tensional sobre la velocidad de propagación de fisuras, se observó que al introducir cargas a las muestras se logró una aceleración en la velocidad de crecimiento de fisura. Sin embargo, no fue posible inducir el fenómeno de RCP en las muestras de PA12, posiblemente debido a que los ensayos no fueron realizados a una temperatura crítica para la tensión aplicada con el accesorio *Hoop-Stress*.

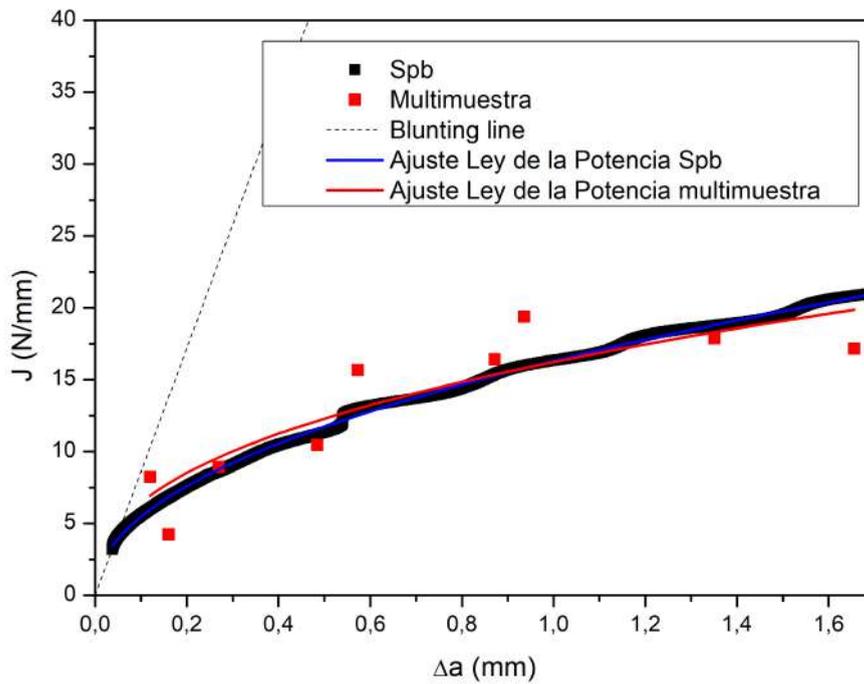


FIGURA 2.25: Curvas de resistencia  $J-R$  construidas mediante metodología multimuestra y  $S_{pb}$  a 1 m/s

Para el caso de la construcción de una curva  $J-R$  en condiciones de impacto, se verificó que el método umbral de canales múltiples permite adaptar el método multimuestra ampliamente utilizado en condiciones cuasi-estáticas, a condiciones de alta velocidad de ensayo. A su vez, los resultados obtenidos fueron consistentes con los correspondientes al método  $S_{pb}$ , por lo que se pudo validar la precisión del método resistivo para monitorear avance de fisuras en condiciones de impacto.

En conclusión, se ha podido aplicar el método umbral de canales múltiples para caracterizar la fractura de tres polímeros diferentes, obteniendo resultados de gran valor.

# Conclusiones generales

A lo largo del proyecto se trabajó en la adaptación y optimización de un método resistivo para monitorear en tiempo real el avance de fisuras en polímeros. Como resultado, se diseñó e implementó el método umbral de canales múltiples, que permite registrar el avance de fisuras de manera económica y con alta velocidad de adquisición, haciéndolo adecuado para condiciones de impacto y proporcionando resultados de gran resolución.

El método fue aplicado y validado en dos casos específicos de caracterización de la fractura en polímeros: i) la evaluación de la influencia del estado tensional sobre la velocidad de propagación de fisuras y ii) la construcción de una curva  $J-R$  mediante el método multimuestra adaptado a condiciones de impacto.

En el primer caso, se verificó que un incremento en la tensión aplicada al material acelera la propagación de fisuras durante todo su recorrido, evidenciando la influencia directa de la velocidad de deformación en la resistencia a la fractura y los mecanismos de daño inducidos. El método permitió medir de manera eficiente las velocidades de propagación bajo distintas condiciones de ensayo.

En el segundo caso, la construcción de una curva  $J-R$  en condiciones de impacto validó el método umbral de canales múltiples como una técnica efectiva para monitorear el avance de fisuras sin necesidad de detener los ensayos. Aunque la metodología requiere una mayor cantidad de probetas y tiempo, sus resultados fueron consistentes con los obtenidos mediante el método  $S_{pb}$ , actualmente utilizado en estas caracterizaciones.

En conclusión, se cumplió con el objetivo de desarrollar una metodología económica y precisa para monitorear la propagación de fisuras en polímeros bajo condiciones de impacto. Este método no solo permite una caracterización rigurosa de los materiales, sino que también abre nuevas posibilidades para su aplicación en sectores industriales que demandan alta confiabilidad estructural, como la aviación, la industria del gas natural y la manufactura de equipos de seguridad.

# Bibliografía

- [1] A.S. Adriano Veloz, M.R. Cisneros Montero, D.M. Valdez Muñoz, and L.M. Moyón Moyón. Estado del arte sobre la utilización de materiales poliméricos para las construcciones. *AlfaPublicaciones*, 5(3):205–228, Agosto 2023. URL <https://doi.org/10.33262/ap.v5i3.399>.
- [2] Khlefa A. Esaklul and Jim Mason. 27 - nonmetallics applications in oil and gas production (pipes, liners, rehabilitations). *Trends in Oil and Gas Corrosion Research and Technologies*, pages 627–660, 2017. URL <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-101105-8.00027-9>.
- [3] H.U. Khalid, M.C. Ismail, and N. Nosbi. Permeation damage of polymer liner in oil and gas pipelines: A review. *Polymers*, 12(10), 2020. doi: <https://doi.org/10.3390/polym12102307>.
- [4] S. Tymkowicz. Gas distribution infrastructure: Pipeline replacement and upgrades - cost recovery issues and approaches. *The American Gas Foundation*, Julio 2012.
- [5] M. Farshad. *Plastic Pipe Systems: Failure Investigation and Diagnosis*. Elsevier Science, 2006.
- [6] A.D. Mulliken and M.C. Boyce. Mechanics of the rate-dependent elastic–plastic deformation of glassy polymers from low to high strain rates. *International Journal of Solids and Structures*, 43(5):1331–1356, 2006. ISSN 0020-7683. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2005.04.016>. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020768305002313>.
- [7] T.L. Anderson. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. CRC Press, 2005.
- [8] P.M. Frontini et al. Non linear fracture mechanics of polymers: Load separation and normalization methods. *Engineering Fracture Mechanics*, 2011. doi: [10.1016/j.engfracmech.2011.11.020](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2011.11.020).

- 
- [9] T. Barany, T. Czigan, and J. Karger-Kocsis. Application of the essential work of fracture (EWF) concept for polymers, related blends and composites: a review. *Prog Polym Sci* 35:1257–87, 2010.
- [10] ASTM International. ASTM E1290-08E1: standard test method for crack-tip opening displacement (ctod) fracture toughness measurement, .
- [11] Y. Patel, B.R.K. Blackman, and J.G. Williams. Determining fracture toughness from cutting tests on polymers. *Engng Fract Mech* 76:2711–30, 2009.
- [12] C. Vipulanandan and N. Dharmarajan. Critical crack tip opening displacement for polymer composites. *Engng Fract Mech* 33:409–19, 1989.
- [13] G.E. Hale and F. Ramsteiner. A testing protocol for conducting J-crack growth resistance curve tests on plastics. In C. R. Moore, A. Pavan, and J. G. Williams, editors, *Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives and Composites*, volume ESIS Publication 28, pages 138–157. Elsevier Science Ltd., Oxford (UK), 2001.
- [14] ASTM International. ASTM D6068-10: standard test method for determining J–R curves of plastic materials, .
- [15] ASTM International. ASTM E1820-09E1: standard test method for measurement of fracture toughness, .
- [16] Y.W. Mai, S.C. Wong, and X.H. Chen. Application of fracture mechanics for characterization of toughness of polymer blends. In D. R. Paul and C. B. Bucknall, editors, *Polymer Blends. Performance*, volume 2, pages 17–58. Wiley-Interscience, New York, 2000.
- [17] J.G. Williams. Fracture mechanics. In R. N. Haward and R. J. Young, editors, *The Physics of Glassy Polymers*, pages 343–362. Chapman & Hall, London (UK), 1997.
- [18] H.A. Richard and M. Sander. *Fatigue Crack Growth: Detect-Assess-Avoid*, chapter Experimental determination of fracture-mechanical material parameters, pages 168–171. Springer International Publishing, 2016.
- [19] Micro measurements. Crack propagation patterns, 2015. URL <https://foilresistors.com/docs/11521/crack-propagation.pdf>. Consultado el 27/10/2024.
- [20] B. Bauer, W. Reschetnik, G. Kullmer, and H.A. Richard. Crack-size measurement of additive manufactured plastics based on the DCPD method. *Materials Performance and Characterization*, 7(1):217–223, 2018. doi: 10.1520/MPC20170148.

- 
- [21] C. Waly. Investigating novel concepts to characterize the resistance against rapid crack propagation of polyamide 12 pipe grades. Master's thesis, Institute of Materials Science and Testing of Polymers, 2021.
- [22] J. Wainstein, L. A. Fasce, A. Cassanelli, and P. M. Frontini. High rate toughness of ductile polymers. *Engineering Fracture Mechanics*, 74:2070–2078, 2007.
- [23] Electroquímica Delta. Pintura de grafito, . URL <https://www.edelta.com.ar/index.php/catalogo-de-productos-delta/productos-miscelaneos/pintura-de-grafito-detail>. Consultado el 27/10/2024.
- [24] Electroquímica Delta. Pintura de plata, . URL <https://www.edelta.com.ar/index.php/catalogo-de-productos-delta/productos-miscelaneos/pintura-de-plata-detail>. Consultado el 27/10/2024.
- [25] R.W. Hertzberg. *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*. John Wiley and Sons, Inc., 1996.
- [26] R.A. Deblieck, D.J.M. van Beek, M. McCarthy, P. Mindermann, K. Remerie, B. Langer, and W. Grellmann. A simple intrinsic measure for rapid crack propagation in bimodal polyethylene pipe grades validated by elastic–plastic fracture mechanics analysis of data from instrumented charpy impact test. *Polymer Engineering Science*, 57(1):13–21, 2017.
- [27] P.S. Leever, P.Yayla, and M.A. Wheel. Charpy and dynamic fracture testing for rapid crack propagation in polyethylene pipe. *Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications*, 17(4):247–253, 1992.
- [28] G. Pinter, Z. Major, M.J. Haager, and R. Lang. Ranking of PE pipe grades by their failure behavior under impact loads. In *ANTEC*, pages 3551–3555, 2005.
- [29] Viktor Läßle. *Einführung in die Festigkeitslehre: Behälter unter Innen- und Außen-druck*. Springer Vieweg, Wiesbaden, 2016.
- [30] M.D. Hayes, D.B. Edwards, and A.R. Shah. *Fractography in Failure Analysis of Polymers*. Elsevier, 2015.
- [31] M. Messiha, A. Frank, J. Heimink, F. Arbeiter, and G. Pinter. Structure-property relationships of polyamide 12 grades exposed to rapid crack extension. *Materials*, 2021.
- [32] The Madison Group. Fractography: A key component of a failure analysis, n.d. URL <https://madisongroup.com/fractography-a-key-component-of-a-failure-analysis/>. Accessed: 2024-12-03.

- 
- [33] F. Chen, H. Ou, S. Gatea, and H. Long. Hot tensile fracture characteristics and constitutive modelling of polyether-ether-ketone (PEEK). *Polymer Testing*, 63:168–179, 2017. ISSN 0142-9418. doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2017.07.032>. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142941817308103>.
- [34] F. Speroni, E. Castoldi, F. Piero, and C. Tranquillo. Mechanisms of energy dissipation during impact in toughened polyamides: a sem analysis. *Journal of materials science*, 24:2165–2176, 1989.
- [35] H. Ernst. *Techniques of analysis of load-displacement records by J-integral methods*. PhD thesis, Ph.D. thesis, 1980.
- [36] J.G. Williams. Introduction to elastic-plastic fracture mechanics. In D.R. Moore, A. Pavan, and J.G. Williams, editors, *Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives and Composites*, volume 28 of *European Structural Integrity Society*, pages 119–122. Elsevier, 2001. doi: [https://doi.org/10.1016/S1566-1369\(01\)80030-3](https://doi.org/10.1016/S1566-1369(01)80030-3). URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1566136901800303>.
- [37] J.R. Begley and J.D. Landes. Fracture toughness. In *ASTM STP 514*, page 1. American Society for Testing and Materials, 1972.
- [38] J. Wainstein, P.M. Frontini, and A.N. Cassanelli. J-R curve determination using the load separation parameter  $s_{pb}$  method for ductile polymers. *Polymer Testing*, 23: 591–598, 2004.