Universidad Rey Juan Carlos

# TESIS DOCTORAL

## *Fractura a altas velocidades de deformación de probetas entalladas de poliamida 12 fabricadas por sinterizado láser selectivo*


Autor:

Marcos Crespo Hermida

Directores:

Dr. Jesús Rodríguez Pérez

Dra. María Teresa Gómez del Río


**Programa de Doctorado en Tecnologías Industriales: Química, Ambiental, Energética, Electrónica, Mecánica, y de los Materiales**

**Escuela Internacional de Doctorado**

Año 2019

*A María, Celia y Iago*

# Agradecimientos

En primer lugar a mis directores el Dr. Jesús Rodríguez Pérez y la Dra. María Teresa Gómez del Río por su aportación para que esta tesis sea una realidad. Además agradecer a Jesús por darme la oportunidad de conocer el mundo de la investigación trabajando con él, en un proyecto de investigación y posteriormente darme la oportunidad de poder realizar esta tesis doctoral.

A los miembros del DIMME (grupo de Durabilidad e Integridad Mecánica de Materiales Estructurales), por permitirme formar parte del grupo y compartir tantos ratos juntos. En especial a Álvaro, por ayudarme a iniciar esta etapa como investigador.

A los doctorandos con los que he compartido la experiencia de realizar esta tesis, con sus buenos y malos momentos. Sobre todo, en esos ratos de descanso compartidos, donde, pase los que pase, el buen humor no se pierde.

A mi mujer y mis hijos a los que sólo puedo decirles gracias y que estoy de vuelta y preparado.

# Resumen

En esta tesis doctoral se ha utilizado la metodología propia de la Teoría de las Distancias Críticas, TDC, para estudiar la rotura a altas velocidades de carga de probetas entalladas de poliamida 12 fabricadas por Sinterizado Selectivo por Láser, SLS. La principal motivación de este trabajo ha sido desarrollar criterios que tengan en cuenta la influencia de la rapidez del ensayo en los parámetros de la TDC, distancia crítica y tensión característica. Con el material objeto de estudio se han fabricado y ensayado probetas de tracción, probetas entalladas con diferentes radios de entalla y probetas fisuradas que han proporcionado datos sobre la curva tensión-deformación y la tenacidad de fractura a diferentes velocidades de deformación.

La memoria está dividida en cinco capítulos. En el primer capítulo se describen el origen y la motivación de los criterios de diseño frente a rotura de piezas entalladas de material polimérico, aplicándolos al caso de las probetas procesadas mediante técnicas de fabricación aditiva, especialmente a altas velocidades de deformación. Asimismo, se realiza un resumen del estado del arte relativo a los materiales empleados, a las técnicas de fabricación aditiva, a los modelos de determinación de la tenacidad de fractura a partir de probetas entalladas y, por último, a las principales técnicas de ensayo a altas velocidades de deformación.

En el segundo capítulo se describen los objetivos que se han planteado en esta tesis doctoral.

El tercer capítulo presenta en detalle la metodología utilizada en este trabajo. Se describen el material y el modo de fabricación de las probetas, así como, las geometrías utilizadas; las técnicas experimentales empleadas en la caracterización térmica y microestructural de las muestras analizadas; y la descripción de los detalles experimentales de la caracterización mecánica y en fractura. Con el objeto de determinar el estado tensional en las muestras, en cada instante de tiempo, también se realizaron simulaciones por elementos finitos, empleando software de cálculo, tanto implícito como explícito, y en este capítulo se recoge su descripción.

El cuarto capítulo presenta los principales resultados obtenidos en la experimentación y caracterización realizada en este trabajo y los cálculos efectuados empleando el método de la TDC, así como los resultados de las simulaciones numéricas que se utilizan para determinar los valores de tenacidad de fractura de la poliamida 12, a partir de ensayos sobre probetas entalladas.

Por último, el trabajo termina con un capítulo donde se exponen las conclusiones más relevantes y las posibles líneas futuras de investigación.

# Abstract

In this doctoral thesis the methodology of the Theory of Critical Distances, TDC, was used to study the failure at high loading rates of polyamide 12 specimens manufactured by Selective Laser Sintering, SLS. The main motivation of this work has been to develop criteria that take into account the influence of the loading rate on the parameters of the TDC, in particular, in the critical distance and in the characteristic stress. With the material under study, tensile specimens, notched specimens and cracked specimens have been prepared and tested, which have provided data about the stress-strain curve and the fracture toughness at different deformation rates.

The document is divided into five chapters. In the first one, the origin and the motivation of the failure criteria applicable to notched samples of polymeric material are described, applying them to the case of the specimens processed by additive manufacturing techniques, especially at high deformation rates. Besides, a summary of the state of the art is made regarding the materials used, the additive manufacturing techniques, the methods of determination of the fracture toughness from notched specimens and, finally, the main testing techniques at high strain rates.

In the second chapter the objectives of this doctoral thesis have been stated.

The third chapter presents in detail the methodology used in this work: the material and the manufacturing process, including the specimens' geometries; the experimental techniques used in the thermal and microstructural characterization of the samples analyzed; and the description of the experimental details of the mechanical and fracture tests. In order to determine the stress states in the specimens, at each testing step, finite element simulations were also carried out, using commercial software, both implicit and explicit. This chapter includes its description.

The fourth chapter presents the research results from experimentation and characterization carried out in this work. This chapter also includes calculations made using the TDC method, as well as the simulations that serve as a starting point to

determine the stress state used to determine the fracture toughness of polyamide 12, from notched specimens.

Finally, the work ends with a chapter where the most relevant conclusions and possible future lines of research are exposed.

# Contenido

Resumen ..... I

Abstract ..... III

Contenido ..... V

Lista de Figuras ..... IX

Lista de Tablas ..... XVII

**1 Capítulo 1: Introducción** ..... 3

1.1 Criterios de rotura para sólidos entallados ..... 3

1.2 Teoría de las distancias críticas, TDC ..... 7

1.3 Análisis probabilístico de los criterios de rotura ..... 11

1.4 Influencia de la velocidad de deformación ..... 13

1.5 Modelos de comportamiento ..... 15

1.5.1 Técnicas de ensayo ..... 18

1.6 La poliamida 12 fabricada con técnicas de fabricación aditiva ..... 24

1.6.1 La poliamida 12, PA12 ..... 24

1.6.2 Técnicas de fabricación aditiva: Sinterizado Selectivo por Láser, SLS. ..... 30

1.6.3 Ventajas de la poliamida 12 como material de SLS ..... 33

**2 Capítulo 2: Objetivos** ..... 39

**3 Capítulo 3: Metodología** ..... 43

3.1 Materiales ..... 43

3.2 Caracterización térmica ..... 45

3.3 Caracterización microestructural ..... 48

3.4 Caracterización mecánica ..... 49

3.4.1 Ensayos a baja velocidad de deformación ..... 49

3.4.2 Ensayos a alta velocidad de deformación ..... 61

3.5 Simulación numérica ..... 75
3.5.1 Caso estático ..... 76
3.5.2 Caso dinámico ..... 81
**4 Capítulo 4: Resultados y discusión** ..... 87
4.1 Propiedades físicas ..... 87
4.1.1 Densidad ..... 87
4.1.2 Propiedades térmicas ..... 88
4.2 Microestructura ..... 92
4.3 Propiedades mecánicas a diferentes velocidades de deformación ..... 97
4.3.1 Ensayos cuasiestáticos ..... 97
4.3.2 Ensayos dinámicos ..... 99
4.4 Resultados en probetas entalladas y fisuradas ..... 105
4.4.1 Probetas entalladas ..... 105
4.4.2 Ensayos de fractura sobre probetas fisuradas ..... 116
4.5 Resultados de la simulación por elementos finitos ..... 119
4.5.1 Caso estático ..... 119
4.5.2 Caso dinámico ..... 123
4.6 Aplicación de la Teoría de las Distancias Críticas ..... 133
4.6.1 Determinación de la tenacidad empleando los parámetros de la TDC y la distribución de tensiones de Creager-Paris ..... 135
4.7 Análisis probabilístico ..... 136
**5 Capítulo 5: Conclusiones y Líneas de Trabajo Futuro** ..... 143
Referencias ..... 149
Anexos ..... 157

# Lista de Figuras

*Figura 1.1. Ejemplo de curva tensión-distancia al fondo de entalla utilizada en el cálculo de los parámetros de la TDC* ..... *10*

*Figura 1.2. Definición de los sistemas locales de coordenadas para el cálculo de la tensión efectiva mediante el método del punto, de la línea y del área [26]* ..... *11*

*Figura 1.3. Esquema de torre de caída* ..... *20*

*Figura 1.4. Esquema de una barra Hopkinson de compresión* ..... *22*

*Figura 1.5.Esquema de una barra Hopkinson de tracción* ..... *22*

*Figura 1.6. Ventana de sinterizado de PA12 obtenida mediante DSC* ..... *27*

*Figura 1.7. Variación del módulo elástico en los polímeros en función de la temperatura y el grado de cristalinidad [53]* ..... *28*

*Figura 1.8. Imágenes SEM de diferentes geometrías de partícula: a) esféricas, b) elípticas y c),d) irregulares [54]* ..... *29*

*Figura 1.9. Etapas en el Sinterizado Láser Selectivo* ..... *31*

*Figura 1.10. Polímeros termoplásticos (en rojo= material usado en SLS) [60]* ..... *33*

*Figura 3.1. Esquema de la geometría de las probetas y la orientación de las láminas de fabricación por SLS: a) orientación 90° y b) orientación 0° con respecto a la dirección de aplicación de la carga de tracción de los ensayos realizados* ..... *44*

*Figura 3.2. Balanza de precisión Mettler Toledo AX205 DeltaRange® y kit de densidades* ..... *44*

*Figura 3.3. DSC Mettler Toledo 822e* ..... *46*

*Figura 3.4. Ensayo de DSC en probeta con orientación 0°. 1) Entalpía de recristalización; 2) Entalpía de fusión y 3) Pico correspondiente a la Tg* ..... *47*

*Figura 3.5. DMA Q800 de TA Instruments* ..... *47*

*Figura 3.6. Registros originales de un ensayo de DMTA en una muestra de PA12 fabricada mediante SLS con orientación 0°* ..... *48*

*Figura 3.7. Máquina de ensayos MTS RF-100* ..... *50*

*Figura 3.8. Dimensiones nominales de la probeta sin entalla* ..... *51*

*Figura 3.9. Ejemplo de curva fuerza desplazamiento de probeta sin entalla con orientación a 90˚* ..... *52*

*Figura 3.10.Figura ejemplo de las dimensiones de una probeta entallada con radio de fondo de entalla de 1 mm. .....53*
*Figura 3.11. Geometrías de las probetas entalladas .....54*
*Figura 3.12. Gráfica $K_t$ frente al radio de fondo de entalla.....56*
*Figura 3.13. Equipo de generación de fisuras mediante la técnica de sliding. .....57*
*Figura 3.14. Imagen del radio del filo de la cuchilla.....58*
*Figura 3.15. Lupa Motic SMZ-168-TL .....59*
*Figura 3.16. Curva fuerza-desplazamiento de un ensayo de probeta fisurada .....60*
*Figura 3.17. Campo de desplazamientos previo a la rotura de una probeta fisurada obtenido con el software Vic2D.....60*
*Figura 3.18. Gráfica descriptiva de la metodología de obtención de $P_q$. .....61*
*Figura 3.19. Esquema general de la barra Hopkinson de tracción .....62*
*Figura 3.20. Imagen de la barra Hopkinson utilizada en los ensayos experimentales .63*
*Figura 3.21. Puentes de Wheatstone. Izquierda: disposición en barra. Derecha: esquema del circuito eléctrico.....65*
*Figura 3.22. Imagen equipos de adquisición de señal.....66*
*Figura 3.23. Sistema de adquisición de imágenes y detalle del sistema de iluminación67*
*Figura 3.24. Detalle del patrón de puntos para el análisis por videoextensometía de una probeta entallada.....68*
*Figura 3.25. Detalle de la instrumentación de la probeta en ensayos de validación del desplazamiento. .....68*
*Figura 3.26. Ejemplo de probeta entallada mallada con ANSYS. ρ=1.....77*
*Figura 3.27. Representación de los nodos de probeta entallada mallada con ANSYS. ρ=1 .....78*
*Figura 3.28. Detalle de la malla generada con ANSYS en la proximidad de la entalla .78*
*Figura 3.29. Distribución de tensiones en la probeta obtenida con ANSYS y detalle del fondo de entalla (1mm).....79*
*Figura 3.30. Gráficas tensión- distancia al fondo de entalla de probetas entalladas con orientación 0˚ .....80*
*Figura 3.31. Grafica de cálculo de los parámetros σ y L de la TDC en probetasentalladas con orientación 0˚ (izquierda) y 90° (derecha).....80*

*Figura 3.32. Imagen de la geometría analizada mediante LS-DYNA..... 81*
*Figura 3.33. Imagen de la malla empleada en LS-DYNA ..... 82*
*Figura 4.1. Ensayo de DMA en probetas con orientación 0° a 1 Hz ..... 89*
*Figura 4.2. Ensayo de DMA en probetas con orientación 90° a 1 Hz ..... 90*
*Figura 4.3. Ensayo de DSC en probetas con orientación 0°(izquierda) y orientación 90°(derecha). Regiones: 1)Entalpía de recristalización; 2)Entalpía de fusión y 3)Pico correspondiente a la Tg ..... 91*
*Figura 4.4. Imagen SEM de la sección transversal de una probeta con orientación 0° 93*
*Figura 4.5. Imagen SEM del perfil de la sección transversal de una probeta con orientación 0°..... 93*
*Figura 4.6. Imagen SEM de detalle de la superficie sin partículas visibles de la sección transversal de una probeta con orientación 0. ..... 94*
*Figura 4.7. Imagen SEM de superficie transversal de una probeta con orientación 90°95*
*Figura 4.8. Imagen SEM del perfil de la superficie transversal de una probeta con orientación 90°..... 95*
*Figura 4.9. Imagen SEM con detalle de partículas en la superficie sin fundir de una probeta con orientación 90° ..... 96*
*Figura 4.10. Imagen SEM de detalle de la superficie sin partículas visibles de la sección transversal de una probeta con orientación 90° ..... 96*
*Figura 4.11. Curvas tensión-deformación ingenieriles para ensayos de tracción cuasiestáticos de PA12 fabricadas con orientación 0º. ..... 98*
*Figura 4.12. Curvas tensión-deformación ingenieriles para ensayos de tracción cuasiestáticos de PA12 fabricadas con orientción 90º. ..... 98*
*Figura 4.13. Señales, en valores de deformación, obtenidas a partir del ensayo experimental de tracción dinámico de una probeta de PA12 fabricada con orientación 0°..... 100*
*Figura 4.14. Curva tensión-deformación ingenieril de un ensayo de tracción dinámico de PA12, probeta con orientación 0°. ..... 100*
*Figura 4.15. Curva de la velocidad de deformación frente al tiempo de un ensayo de tracción dinámico de PA12 fabricada con orientación 0°..... 101*

*Figura 4.16. Señales, en valores de deformación, obtenidas a partir del ensayo experimental de tracción dinámico de una probeta de PA12 fabricada con orientación 90° ..... 102*
*Figura 4.17. Curva tensión-deformación ingenieril de un ensayo de tracción dinámico de PA12 fabricada con orientación 90°..... 102*
*Figura 4.18. Curva de velocidad de deformación frente al tiempo de un ensayo de tracción dinámico de PA12 fabricada con orientación 90°..... 103*
*Figura 4.19. Curva deformación-tiempo en probeta con orientación 0°, con banda extensométrica..... 103*
*Figura 4.20. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 0,2 mm (orientación 0°) ..... 106*
*Figura 4.21. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 0,5 mm (orientación 0°). ..... 107*
*Figura 4.22. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 0,8 mm (orientación 0°). ..... 107*
*Figura 4.23.Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 1 mm (orientación 0°)..... 108*
*Figura 4.24. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 0,2 mm (orientación 90°). ..... 108*
*Figura 4.25. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 0,5 mm (orientación 90°). ..... 109*
*Figura 4.26. Curvas fuerza- desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 0,8 mm (orientación 90°). ..... 109*
*Figura 4.27.Curvas fuerza- desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 1 mm (orientación 90°)..... 110*
*Figura 4.28. Curvas fuerza- desplazamiento de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radio 0,2 mm (orientación 0°). ..... 110*
*Figura 4.29. Curvas fuerza- desplazamiento de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radio 0,5mm (orientación 0°). ..... 111*
*Figura 4.30. Curvas fuerza- desplazamiento de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radio 0,8 mm (orientación 0°). ..... 111*

*Figura 4.31. Curvas fuerza- desplazamiento de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radio 1 mm (orientación 0°).* ..... *112*
*Figura 4.32. Curvas fuerza- desplazamiento de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radio 0,2mm (orientación 90°).* ..... *112*
*Figura 4.33. Curvas fuerza- desplazamiento de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radios 0,5mm (orientación 90°).* ..... *113*
*Figura 4.34. Curvas fuerza- desplazamiento de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radios 0,8 mm (orientación 90°).* ..... *113*
*Figura 4.35. Curvas fuerza- desplazamiento de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radio 1 mm (orientación 90°).* ..... *114*
*Figura 4.36. Fuerzas de rotura en función del radio de entalla* ..... *115*
*Figura 4.37. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas fisuradas (Orientación 0°).* ..... *116*
*Figura 4.38. Curvas fuerza- desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas fisuradas (Orientación 90°)* ..... *117*
*Figura 4.39. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos dinámicos sobre probetas fisuradas (Orientación 0°).* ..... *117*
*Figura 4.40. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos dinámicos sobre probetas fisuradas (Orientación 90°).* ..... *118*
*Figura 4.41. Simulación de la distribución estática de tensiones en una probeta con orientación 90˚, con radio de fondo de entalla 1 mm.* ..... *120*
*Figura 4.42. Simulación de la distribución estática de tensiones en una probeta con orientación 0°, con radio de fondo de entalla 1 mm.* ..... *120*
*Figura 4.43. Imagen del perfil de tensiones equivalentes de von Misses en el fondo de entalla seleccionado para la aplicación de la TDC según la dirección de carga, en una probeta de radio de fondo de entalla 1 mm y módulo de elasticidad 1,6 GPa* ..... *121*
*Figura 4.44. Distribución de la tensión de von Misses en los instantes de rotura para probetas con radio de entalla 1mm, con orientación 0º (a) y con orientación 90˚ (b).* *122*
*Figura 4.45. Distribución de tensiones en dirección de aplicación de la carga, $\sigma_x$ en los instantes de rotura para probetas con radio de entalla 0,2mm, con orientación 0º (a) y conorientación 90º (b)* ..... *122*

*Figura 4.46. Imagen de la geometría y malla de la cuarta parte de una probeta con entalla de radio 0,5 mm. ..... 123*
*Figura 4.47. Ejemplo de curvas fuerza-tiempo en los extremos (cara 1 y cara 2) y en la sección central, de una probeta de orientación 0° con radio de entalla 0,2 mm. ..... 124*
*Figura 4.48. Ejemplo de curva fuerza tiempo en la sección central de una probeta de radio de entalla 1 mm ..... 125*
*Figura 4.49. Ejemplo de curva fuerza tiempo en la sección central de una probeta de radio de entalla 0,2 mm ..... 125*
*Figura 4.50. Imágenes de videoextensometría de alta velocidad para el control del avance de grieta tomadas cada 12 µs desde el inicio de la aplicación de la carga ... 126*
*Figura 4.51. Variación del factor de concentración de tensiones. Izquierda: con el tiempo. Derecha: con el radio. ..... 128*
*Figura 4.52. Tenacidad aparente de probetas con orientación 0º con diferentes radios de entalla a alta velocidad de deformación. ..... 128*
*Figura 4.53. Tenacidad aparente de probetas con orientación 90º con diferentes radios de entalla a alta velocidad de deformación. ..... 129*
*Figura 4.54. Tenacidad aparente de probetas con orientación 0 º con diferentes radios de entalla a baja velocidad de deformación. ..... 129*
*Figura 4.55 Tenacidad aparente de probetas con orientación 90º con diferentes radios de entalla a baja velocidad de deformación. ..... 130*
*Figura 4.56. Distribución de tensiones en una probeta paralela en el instante de rotura, con entalla de radio 1 mm..... 131*
*Figura 4.57. Distribución de tensiones a lo largo de la línea de fondo de entalla, probeta con entalla de radio 1 mm..... 131*
*Figura 4.58. Distribución de tensiones en una probeta paralela en el instante de rotura, con entalla de radio 0,2 mm..... 132*
*Figura 4.59. Distribución de tensiones a lo largo de la línea de fondo de entalla, probeta con entalla de radio 0,2 mm..... 132*
*Figura 4.60. Gráficas de tensión-distancia al fondo de entalla de probetas con orientación 0º (izquierda) y con orientación 90º (derecha) con diferente radio de entalla, para una velocidad de 2 mm/min. Los puntos de corte de la distribución de*

*tensiones entre probetas con entallas de diferente radio proporciona los parámetros $\sigma_0$ y L/2 de la TDC. ..... 133*

*Figura 4.61. Gráficas de tensión-distancia al fondo de entalla de probetas con orientación 0º (izquierda) y con orientación 90 º (derecha) con diferente radio de entalla para una velocidad de 500000 mm/min. Los puntos de corte de la distribución de tensiones entre probetas con entallas de diferente radio proporciona los parámetros $\sigma_0$ y L/2 de la TDC. ..... 134*

*Figura 4.62. Valores de tenacidad de fractura de probetas con orientación 0º a la izquierda y con orientación 90º a la derecha procedentes de ensayos a baja velocidad de deformación ..... 135*

*Figura 4.63. Valores de tenacidad de fractura de probetas con orientación 0º a la izquierda y con orientación 90º a la derecha procedentes de ensayos a alta velocidad de deformación. ..... 136*

*Figura 4.64. Ajustes de Weibull para cada dirección de fabricación y velocidad de deformación ..... 138*

# Lista de Tablas

*Tabla 1.1. Propiedades mecánicas de la PA12 [49]* ..... *26*

*Tabla 1.2. Propiedades mecánicas de las piezas fabricadas con PA12 mediante SLS [50]* ..... *32*

*Tabla 1.3. Propiedades de los materiales utilizados en Sinterizado Láser [62]* ..... *34*

*Tabla 4.1. Resultados de densidad en probetas fabricadas mediante SLS* ..... *88*

*Tabla 4.2. Valores de las propiedades térmicas en función de la orientación de las probetas.* ..... *92*

*Tabla 4.3. Propiedades a baja y alta velocidad de deformación del material sinterizado* ..... *104*

*Tabla 4.4. Valores de los parámetros de la TDC en función de la dirección de carga y la velocidad de deformación* ..... *134*

*Tabla 4.6. Parámetros de la distribución de Weibull obtenidos a partir de los ensayos en probetas entalladas.* ..... *137*

*Tabla 4.7. Valores medios de tenacidad de fractura obtenidos mediante el parámetro de Weibull ($K_{I0}$) para probetas entalladas y fisuradas en ensayos estáticos* ..... *138*

*Tabla 4.8. Valores medios de tenacidad de fractura obtenidos mediante el parámetro de Weibull ($K_0$) para probetas entalladas y fisuradas en ensayos dinámicos* ..... *139*

# **Capítulo 1:**

# Introducción

# 1 Introducción

## *1.1 Criterios de rotura para sólidos entallados*

El diseño de cualquier componente estructural necesita apoyarse en criterios de rotura que permitan determinar diagramas de fallo donde se delimiten las regiones de integridad y rotura del componente, en función de las condiciones de servicio. Es un hecho bien conocido que la fractura frágil se favorece en presencia de concentradores de tensión, algo inevitable en los elementos estructurales, donde detalles como orificios, ranuras o esquinas son habituales. La asociación entre triaxialidad y fragilidad es bien conocida en el mundo de la ingeniería estructural. Algunos tipos de solicitación también introducen gradientes de tensión, como sucede en los casos de flexión o torsión, aunque en un grado más limitado. Siempre que en el estado tensional aumente el grado de triaxialidad y disminuya la homogeneidad, la aplicación de criterios de rotura es más complejo.

Una entalla es una manera simple de introducir un gradiente de tensiones en una probeta de laboratorio y así, intentar reproducir lo que sucede en detalles estructurales con geometrías más complejas. Una de las principales ventajas de la utilización de probetas entalladas es la sencillez de fabricación que, además, se complementa con el hecho de que el método de ensayo no se ve alterado por la presencia de la entalla, lo que facilita su aplicación. Una probeta entallada puede ser cargada en una máquina de ensayos con cargas de tracción uniaxial o cargas de flexión que, sin embargo, dan lugar a estados tensionales complejos en el entorno de la entalla.

Una probeta entallada es un caso intermedio entre una probeta lisa, sin concentración de tensiones, y una grieta natural. La Resistencia de Materiales básica aborda el estudio de los concentradores de tensión mediante el uso de los llamados factores de concentración de tensiones, que se han recogido para numerosos casos prácticos en prontuarios de uso habitual entre los ingenieros estructurales. El factor de concentración de tensiones es simplemente un factor amplificador de la tensión que, en

muchas ocasiones no proporciona resultados correctos a la hora de predecir el fallo de un componente. Su uso está muy extendido, especialmente en aquellos casos donde puede aceptarse un comportamiento principalmente elástico lineal. Por otra parte, en el extremo contrario, el uso simple de la Mecánica de la Fractura considerando la entalla como una grieta de longitud igual a la profundidad de entalla, tampoco proporciona una buena predicción de las cargas de rotura [1, 2].

La distribución de tensiones en el plano de simetría de una entalla en U puede aproximarse mediante la expresión de Creager y Paris [3]:

$$\sigma(x,0) = \frac{2K^U}{\sqrt{\pi}} \frac{x+R}{(2x+R)^{3/2}} \qquad 1.1$$

donde $x$, $K^U$ y $R$ son la distancia a la punta de la entalla, el factor de intensidad de tensiones generalizado y el radio de la entalla, respectivamente. Lazzarin y colaboradores [4, 5] han proporcionado expresiones más generales que describen el campo tensional en el entorno de entallas en V redondeadas. En este trabajo, debido al bajo ángulo de las entallas que van a considerarse, la *Ecuación 1.1* es suficientemente precisa. El factor de intensidad de tensiones generalizado puede escribirse en términos de la tensión principal máxima en la punta de la grieta, $\sigma_{TIP}$:

$$K^U = \sigma_{tip}\sqrt{\pi\frac{R}{4}} = k_t\sigma_N\sqrt{\pi\frac{R}{4}} \qquad 1.2$$

siendo $k_t$ el factor de concentración de tensiones y $\sigma_N$ la tensión nominal aplicada. La introducción de la idea del factor de intensidad de tensiones generalizado, $K^U$, ha permitido aplicar a la rotura de probetas entalladas un razonamiento análogo al aplicado en el caso de las probetas agrietadas, estableciendo un criterio de rotura para materiales frágiles basado en el valor crítico del factor de intensidad de tensiones generalizado:

$$K^U(carga, geometría) = K_C^U(material, T, \dot{\varepsilon}) \qquad 1.3$$

$K^U$ es una función de las cargas y de la geometría, mientras que su valor crítico $K_C^U$ depende del material, de la temperatura *T* y de la velocidad de deformación $\dot{\varepsilon}$. Gómez y colaboradores [6], propusieron la utilización de una formulación adimensional del criterio de rotura haciendo uso de la longitud característica, $l_{ch}$, definida como:

$$l_{ch} = \left(\frac{K_{IC}}{f_t}\right)^2 \qquad 1.4$$

donde $f_t$ y $K_{IC}$ son la resistencia a tracción y la tenacidad de fractura del material, respectivamente. El factor de intensidad de tensiones generalizado, $K^U$, se normaliza dividiéndolo por la tenacidad de fractura, $K_{IC}$, y el radio de la entalla, *R,* por la longitud característica, $l_{ch}$. La formulación adimensional del criterio de rotura quedaría del siguiente modo:

$$K^{U^+} = \frac{K^U}{K_{IC}} \quad ; \quad R^+ = \frac{R}{l_{ch}}$$

$$K^{U^+} = F(R^+) \qquad 1.5$$

La función *F* que define el criterio de rotura de la *Ecuación 1.5* puede determinarse mediante la realización de experimentos o mediante modelos teóricos. En el trabajo de Gómez y colaboradores [6] se evaluó, con este planteamiento, la capacidad predictiva de una amplia serie de criterios de rotura para sólidos frágiles con entallas en U, bajo solicitación en modo I. En la comparación se consideraron criterios de tres grupos diferentes: criterios basados en alcanzar un valor crítico a una distancia característica,

criterios basados en la existencia de una longitud intrínseca del material y criterios basados en el modelo de zona cohesiva, no contemplado en este trabajo. Gómez y colaboradores [6], concluyeron que la formulación adimensional del criterio de la tensión media propuesto por Neuber [7] y Novoshilov [8], reproducía con suficiente precisión las cargas de rotura obtenidas experimentalmente en materiales frágiles, con entallas en U y cargados en modo I. La forma adimensional del criterio de rotura de la tensión media puede escribirse del siguiente modo:

$$K^{U^+} = \left(1 + \frac{\pi}{4} R^+\right)^{1/2} \qquad 1.6$$

Esta expresión aparentemente simple es una aproximación más que suficiente en numerosos casos e incluye, en esta formulación adimensional, varios de los criterios de rotura utilizados en la bibliografía. Para obtener las conclusiones anteriores se analizaron 18 cerámicas y un polímero, PMMA ensayado en condiciones especiales, a -60 °C. En la bibliografía se encuentran muchos menos resultados sobre polímeros. Kinloch y Williams [9], en un estudio sobre el efecto del enromamiento en la medida de la tenacidad de fractura en resinas epoxi aplicaron un planteamiento de distancias críticas para predecir las cargas de rotura de probetas entalladas con distintos radios. Tsuji [10], estudió la rotura de probetas entalladas de policarbonato y más recientemente, en una serie de trabajos Salazar y colaboradores [11-16] Martínez y colaboradores [17-19], han analizado la influencia del método de agudización de la entalla en la medida de la tenacidad de fractura de materiales poliméricos.

Entre los criterios que pueden aproximarse por la *Ecuación 1.6*, pueden incluirse los de la Teoría de las Distancias Críticas, TDC. La conclusión que puede extraerse de la bibliografía es que la aplicación de la TDC a la rotura de sólidos entallados presenta algunas dificultades en materiales poliméricos, principalmente por la dificultad de que

un único criterio sea capaz de predecir cargas de rotura en los casos extremos de una probeta lisa y una probeta agrietada.

## *1.2 Teoría de las distancias críticas, TDC*

Es bien sabido que las entallas tienen un efecto perjudicial sobre la resistencia de los elementos estructurales. En consecuencia, deben utilizarse métodos de cálculo y diseño estructural apropiados para tener en cuenta la presencia de concentradores de tensión. En este contexto, se puede decir que la llamada Teoría de las Distancias Críticas, TDC, es una herramienta efectiva que puede ser utilizada por los ingenieros estructurales para tener en cuenta el debilitamiento causado por la presencia de entallas o, en general, por concentradores de tensión.

La idea fundamental sobre la que se basa la TDC se propuso por primera vez a mediados del siglo XX, para estimar la resistencia a la fatiga de alto número de ciclos de componentes metálicos entallados. Concretamente, fue Neuber [7] quien sugirió realizar la evaluación de la vida en fatiga a alto número de ciclos en componentes metálicos entallados a través de una tensión efectiva, calculada promediando la tensión obtenida mediante un cálculo elástico lineal a lo largo de una línea recta que parte del fondo de la entalla.

Unos años más tarde, Peterson [20], observó que el problema podía simplificarse en gran medida utilizando directamente, como tensión efectiva, el valor de la tensión a una distancia determinada del fondo de entalla, proporcionada por un cálculo elástico lineal. Tanto en el enfoque de Neuber como en el de Peterson, este parámetro de escala, la longitud característica, $L$, fue tratado como una propiedad del material. A finales de la década de 1960, Novozhilov [8, 21] demostró, que el método de Neuber también podría derivarse utilizando un argumento energético. La longitud crítica del material, fundamental para realizar estos cálculos, está relacionada con la tenacidad a la fractura y con la resistencia a la tracción.

$$L = \frac{1}{\pi}\left(\frac{K_{IC}}{\sigma_0}\right)^2 \qquad 1.7$$

Hacia finales del siglo pasado, Tanaka [22] y Taylor [23], demostraron que la TDC podía ser empleada para estimar los límites de fatiga de sólidos entallados a partir de resultados en probetas lisas. Debido a su sencillez y a la relativa precisión de sus predicciones, la TDC ha ganado bastante popularidad y está siendo utilizada para abordar una gran variedad de problemas de integridad estructural [1].

Independientemente de la aplicación donde se use, la característica más importante de la TDC es que teoría es capaz de aproximar cualquier tipo de comportamiento del material a un caso elástico lineal, lo que supone un notable ahorro de tiempo y coste en el cálculo y diseño estructural. Otro aspecto importante que vale la pena mencionar, es que los parámetros de la TDC pueden determinarse a partir de resultados experimentales concretos, obtenidos en laboratorios convencionales de caracterización mecánica de materiales. Es evidente que esta simplificación que facilita los cálculos ha de pagar el precio de la precisión. El balance entre coste y beneficio ha de hacerse en cada situación, y en esta tesis doctoral se va a abordar, además, el caso de la rotura a alta velocidad de deformación, desde la filosofía de esta teoría.

La TDC ha sido formulada de distintas maneras a través de los métodos del punto, de la línea, del área o del volumen, que se detallarán más adelante. Para el caso de sólidos entallados cargados en modo I, los distintos métodos se formulan a través de la definición de una tensión efectiva, $\sigma_{eff}$, y la comparación con una tensión característica del material, $\sigma_0$, que se determina experimentalmente para cada sistema. Por lo tanto, se supone que el componente entallado es capaz de soportar la carga impuesta siempre que se verifique la siguiente condición:

$$\sigma_{eff} \leq \sigma_0 \qquad 1.8$$

Como se ha comentado, una de las características más interesantes de la TCD es que la tensión efectiva, $\sigma_{eff}$, se puede estimar adoptando un simple modelo constitutivo elástico lineal, independientemente del nivel de ductilidad que caracterice al material estudiado [24, 25]. Esto resulta en una gran simplificación del problema de diseño mecánico, permitiendo a los ingenieros estructurales realizar el cálculo tensional requerido a través de modelos elástico lineales simples, implementados en un código comercial de elementos finitos, algo de fácil disponibilidad hoy en día.

De acuerdo con la ecuación anterior, para usar correctamente la TDC en situaciones de interés práctico, es necesario disponer de un método de cálculo de la tensión efectiva, $\sigma_{eff}$, y conocer el valor de la tensión característica del material, $\sigma_0$ . Esta resistencia característica del material solo coincide con la resistencia a tracción en casos muy particulares. Por ejemplo, cuando la rotura es precedida por una cierta cantidad de deformación plástica, la tensión $\sigma_0$ toma valores claramente mayores a la resistencia a tracción del material. Esta situación afecta a distintas familias de materiales, como los metales, mientras que en materiales donde la rotura puede considerarse frágil, como las cerámicas, la tensión de rotura es un buen punto de partida para el valor de la tensión $\sigma_0$. En el caso de los materiales poliméricos, tengan un comportamiento dúctil o frágil, la tensión característica necesaria para que la TDC haga predicciones razonables, suele ser mucho mayor que la resistencia a tracción del material [1].

A la vista de esta variabilidad en el valor de la tensión $\sigma_0$, parece razonable utilizar un método experimental para su determinación, antes de aplicar la TDC a situaciones en las que no se conoce a priori lo que puede suceder. El procedimiento habitualmente aceptado consiste en representar las curvas tensión-distancia al fondo de entalla de dos entallas de distinto radio. Estas curvas se determinan, como se ha dicho anteriormente, a partir de los resultados de un cálculo elástico lineal y el punto de corte de ambas curvas proporciona los valores de la distancia crítica, $L$, y de la tensión característica, $\sigma_0$. Este procedimiento queda reflejado en la *Figura 1.1* para probetas con orientación 90˚, los valores que se obtienen de la gráfica se analizarán más adelante en este trabajo.

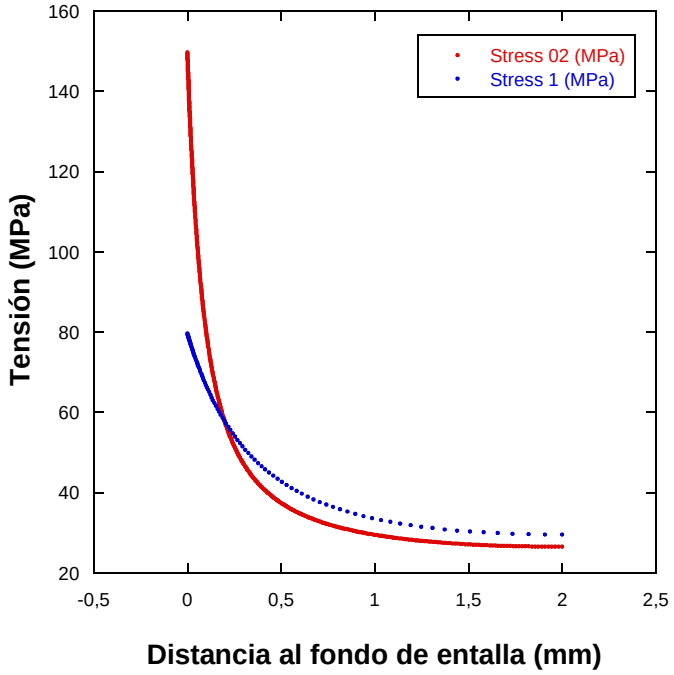


*Figura 1.1. Ejemplo de curva tensión-distancia al fondo de entalla utilizada en el cálculo de los parámetros de la TDC*

Una vez conocidos los valores de $\sigma_0$ y de $L$, puede hacerse una estimación de la tenacidad de fractura del material a través de la *Ecuación 1.7*.

Aunque el método del punto es el más utilizado, en ocasiones se han considerado otros métodos para predecir el fallo. Estos métodos que nos permitirían determinar la tensión efectiva, $\sigma_{eff}$, a lo largo de una línea de longitud $2L$ o en una determinada área de radio $L$, son el método de la línea y el método del área. Las ecuaciones necesarias para determinar la tensión efectiva, $\sigma_{eff}$, se presentan a continuación, siempre partiendo de la distribución de tensiones en el entorno de la entalla, proporcionada por un cálculo elástico lineal:

- Método del punto $\sigma_{eff} = \sigma_1\left(\theta = 0; r = \frac{L}{2}\right)$ 1.9
- Método de la línea $\sigma_{eff} = \frac{1}{2L}\int_0^{2L} \sigma_1(\theta = 0, r)dr$ 1.10
- Método del área $\sigma_{eff} = \frac{2}{\pi L^2}\int_{-\frac{\pi}{2}}^{\frac{\pi}{2}}\int_0^L \sigma_1(\theta, r)\, r dr d\theta$ 1.11

En la *Figura 1.2* se definen las magnitudes empleadas en las fórmulas anteriores y se esquematizan los métodos del punto, la línea y el área

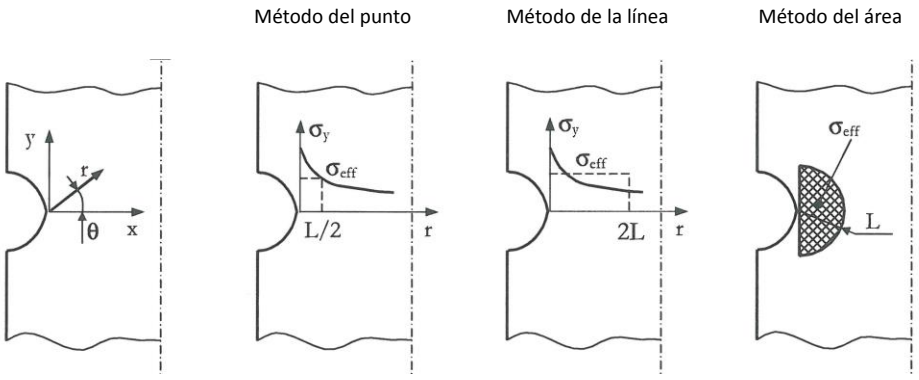


*Figura 1.2. Definición de los sistemas locales de coordenadas para el cálculo de la tensión efectiva mediante el método del punto, de la línea y del área* [26]

## *1.3 Análisis probabilístico de los criterios de rotura*

El diseño ingenieril convencional suele utilizar una aproximación determinista, que no tiene en cuenta la variabilidad natural de las propiedades de un sistema y de los estímulos que actúan sobre él. Las incertidumbres asociadas al desconocimiento de las fuentes de variabilidad se agrupan en los factores de seguridad. En los nuevos métodos de diseño se ha optado por una aproximación probabilística, introduciendo los conceptos de probabilidad de fallo y fiabilidad.

En relación a los problemas de fractura, las fuentes de variabilidad provienen principalmente de las cargas aplicadas, de la geometría de los componentes y, en gran medida, de las propiedades de los materiales involucrados. La idea de que la resistencia de una muestra de material no tiene un valor único, sino que es variable, está asociada a las heterogeneidades microestructurales. Además, debe tenerse en cuenta la existencia de defectos de fabricación, grietas y otras imperfecciones, dispersas por todo el material [1].

La primera mención al efecto del tamaño en la resistencia de componentes estructurales se debe a Leonardo da Vinci [27, 28] que, ya en el siglo XVI, realizó una serie de experimentos sometiendo a tracción uniaxial a una serie de cables metálicos con la misma sección pero distintas longitudes. Sistemáticamente, los cables de mayores longitudes fallaban a cargas menores, aunque estaban sometidos a la misma tensión.

Aunque la distribución de defectos en un material puede ser descrita por una distribución normal o Gaussiana, que es simétrica por naturaleza, la resistencia a la fractura de un componente está asociada con el defecto más grande. No todos los defectos condicionan la resistencia, sino sólo aquellos que pueden ser críticos bajo unas determinadas condiciones. Puesto que los defectos de pequeño tamaño no condicionan el fallo del componente, no es importante conocer cómo son estos pequeños defectos ni cómo están distribuidos sus tamaños. Por otra parte, la distribución de defectos grandes es una distribución de valores extremos, que no es esperable que sea simétrica, como tampoco, en consecuencia, debe esperarse que lo sea la distribución de resistencia a la fractura.

La distribución de valores extremos más empleada en ingeniería es la distribución debida al ingeniero sueco Waloddi Weibull [29] basada en la teoría del eslabón más débil. En su aplicación al caso del análisis de la resistencia a la fractura, la probabilidad de fallo, $P_f$, aumenta con la tensión aplicada de acuerdo con la siguiente expresión:

$$P_f = 1 - exp\left[-\left(\frac{\sigma-\sigma_u}{\sigma_0}\right)^m\right] \qquad 1.12$$

Ésta es la conocida distribución de Weibull de tres parámetros, donde $\sigma_u$ representa un valor mínimo de tensión por debajo del cual no se producirá la fractura, $\sigma_0$ es un parámetro de escala y $m$ es el módulo de Weibull. En ocasiones, se asume que el valor umbral es cero y por tanto, la distribución depende exclusivamente de dos parámetros. La distribución de Weibull se utiliza habitualmente en diversos ámbitos, en particular en el fallo por fractura frágil de materiales estructurales.

La dificultad más común es el problema de predecir los niveles más bajos de probabilidad de fallo, para componentes críticos donde los márgenes de seguridad aplicados son muy conservadores. Esto implica un mejor conocimiento sobre lo que ocurre con los datos situados en los extremos de la distribución.

## *1.4 Influencia de la velocidad de deformación*

En situaciones de interés práctico, donde los componentes estructurales están sometidos a cargas aplicadas a alta velocidad, es necesario modificar las teorías de deformación y rotura para tener en consideración la velocidad de deformación como una de las variables críticas en el análisis. Este es el caso de la evaluación de la integridad estructural de vehículos militares, aeronaves, vehículos espaciales, estructuras sometidas a cargas dinámicas y materiales procesados por técnicas de conformado donde la velocidad de deformación puede ser elevada.

Muchos de los fallos en estas situaciones se originan en lugares donde existen concentradores de tensión. La Mecánica de la Fractura es una herramienta ampliamente utilizada para la evaluación de la integridad estructural en esos casos. La iniciación y propagación de grietas, a partir de defectos preexistentes, puede dar lugar a roturas catastróficas, especialmente a alta velocidad de deformación, donde los procesos de rotura suelen ser mayoritariamente inestables. La tenacidad de fractura es la propiedad que caracteriza la resistencia a la fractura y conocer el efecto que sobre ella tiene la velocidad de deformación, es esencial en los fenómenos de impacto descritos. En este trabajo, va a analizarse el efecto de la velocidad de deformación en la rotura de sólidos entallados, utilizando la TDC como base del análisis. Para ello será necesario evaluar la influencia de la velocidad de deformación en los parámetros característicos de la TDC.

La investigación sobre el comportamiento mecánico de materiales a altas velocidades de deformación es uno de los campos más activos en las áreas de Ciencia de Materiales y Mecánica de Medios Continuos y ha dado lugar al desarrollo de nuevas teorías de

deformación y rotura y a nuevas técnicas experimentales de caracterización mecánica. Los estudios sobre el efecto de la velocidad de deformación en el comportamiento mecánico comenzaron a principios del siglo XX, como en tantos otros casos, con los materiales metálicos como objeto de estudio. Los avances realizados fueron aplicados con posterioridad al campo de los materiales poliméricos.

En 1914, Hopkinson [30] diseñó el dispositivo que lleva su nombre y que permitía determinar experimentalmente la tensión generada como consecuencia de un impacto balístico o de una detonación. Treinta años más tarde, Davies [22] desarrolló las bases teóricas de la propagación de ondas en barras, análisis requerido para entender los resultados experimentales. En 1949, Kolsky [32] desarrolló la configuración de la barra Hopkinson en compresión con la que se sigue trabajando hoy en día y que también ha sido empleada en esta tesis doctoral, con ligeras variaciones, como la utilización de la videoextensometría de alta velocidad.

En cuanto a los modelos de deformación y rotura, la influencia de la velocidad de deformación se ha incorporado a través de una serie de ecuaciones basadas en mecanismos físicos, normalmente activados térmicamente. Cada familia de materiales tiene sus peculiaridades, pero puede afirmarse que, en general, el límite elástico de los materiales aumenta con la velocidad de deformación [33].

En los próximos apartados se resumen los principales modelos fenomenológicos asociados con el comportamiento mecánico de polímeros a alta velocidad de deformación y las principales técnicas de caracterización de materiales en esas condiciones.

## 1.5 Modelos de comportamiento

El uso de la barra Hopkinson permite obtener resultados a velocidades de deformación por encima de los $10^3$ $s^{-1}$, donde la respuesta del material es muy diferente a la obtenida en ensayos más lentos con máquinas convencionales electromecánicas o hidráulicas.

Muchas teorías han ido apareciendo basándose en procesos moleculares en el seno del material, con el fin de predecir el límite elástico en polímeros amorfos y semicristalinos. Estos modelos consideran el comportamiento elástico como un proceso de activación térmica afectado por la velocidad de deformación y la temperatura. El primer modelo conocido es la teoría de Eyring [34], inicialmente desarrollada para describir el comportamiento de fluidos viscosos, pero trasladada con éxito para describir la deformación de polímeros sólidos amorfos. La deformación se supone producida por procesos básicos donde porciones macromoleculares saltan de una posición de equilibrio a otra a través de una barrera de energía potencial. El límite elástico viene dado por la siguiente expresión:

$$\frac{\sigma_y}{T} = \frac{k}{V} sinh^{-1}\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0 exp\left(-\frac{\Delta H}{kT}\right)}\right) \qquad 1.13$$

donde $\sigma_y$ es el límite elástico, *T* la temperatura absoluta, *k* la constante de Boltzmann, *V* el volumen de activación, $\Delta H$ la energía de activación, $\dot{\varepsilon}$ la velocidad de deformación y $\dot{\varepsilon}_0$ una constante característica del material.

Bauwens-Crowet y colaboradores [35, 36], propusieron la existencia de dos procesos activados simultáneamente. Por lo tanto, en su modelo aparecen dos volúmenes de activación y dos energías de activación. La ecuación resultante sería:

$$\frac{\sigma_y}{T} = \frac{k}{V_1}\left[ln\left(\frac{2\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_{01}}\right) + \left(\frac{\Delta H_1}{kT}\right)\right] + \frac{k}{V_2}\left[sinh^{-1}\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_{02} exp\left(-\frac{\Delta H}{kT}\right)}\right)\right] \qquad 1.14$$

donde $\dot{\varepsilon}_{01}$ y $\dot{\varepsilon}_{02}$ son constantes obtenidas por ajuste de datos experimentales. El modelo fue utilizado con éxito en el caso de termoplásticos amorfos.

Posteriormente, Fotheringham y Cherry [37], introdujeron la idea de que el proceso de deformación necesita el movimiento cooperativo de muchos elementos. Modificaron la ecuación original de Eyring elevando la función seno hiperbólico a la n-ésima potencia, indicando que n segmentos participan en el proceso e incluyendo una tensión interna como nuevo parámetro estructural. En un desarrollo más reciente Richeton y colaboradores [38] extendieron el modelo de movimiento cooperativo a un amplio rango de velocidades de deformación y temperaturas, por debajo y por encima de la temperatura de transición vítrea. Las expresiones extendidas obtenidas por el modelo cooperativo son:

$$\frac{\sigma_y}{T} = \frac{\sigma_i(0) - mT}{T} + \frac{2k}{V} sinh^{-1}\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0 exp\left(-\frac{\Delta H_\beta}{kT}\right)}\right)^{1/n} \quad T \leq T_g$$

1.15

$$\frac{\sigma_y}{T} = \frac{2k}{V} sinh^{-1}\left[\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0 exp\left(-\frac{\Delta H_\beta}{kT_g}\right) exp\left(\frac{\ln 10 \times c_1^g (T - T_g)}{c_2^g + T - T_g}\right)}\right]^{1/n} \quad T > T_g$$

donde $\Delta H_\beta$ es la energía de activación de la transición β; $c_1^g$ y $c_2^g$ son los parámetros de Williams-Landel-Ferry a la temperatura de transición vítrea, $T_g$, $\sigma_i(0)$ es la tensión interna a 0 K y *m* es un parámetro del material aproximadamente igual a $\frac{\sigma_i(0)}{T_g}$ en el caso

de polímeros amorfos, y $\frac{\sigma_i(0)}{T_{\alpha c}}$ para polímeros semicristalinos (donde $T_{\alpha c}$ es la temperatura de transición a la que las cadenas del polímero empiezan a moverse en la fase cristalina).

Gueguen et al. [39], extendieron los modelos anteriores a polímeros semicristalinos que, a diferencia de los amorfos, son menos sensibles a las variaciones de rigidez por encima de la temperatura de transición vítrea y por debajo de la temperatura de fusión. Como consecuencia, utilizan la forma clásica del modelo cooperativo con la ley de Arrhenius (*Ecuación 1.15*), para temperaturas por encima de la transición vítrea. También mantienen la dependencia lineal de la tensión interna para temperaturas por encima de $T_g$.

$$\frac{\sigma_y}{T} = \frac{\sigma_i(0) - mT}{T} + \frac{2k}{V_{eff}} sinh^{-1}\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0 exp\left(-\frac{\Delta H_{eff}}{kT}\right)}\right)^{1/n} \quad T > T_g \qquad 1.16$$

donde $\Delta H_{eff}$ y $V_{eff}$ son la energía de activación y volumen de activación efectivos, respectivamente. Estos parámetros se obtienen de los parámetros de activación de la fase amorfa, $\Delta H_a$ y $V_a$, y de la de la fase cristalina, $\Delta H_c$ y $V_c$, siguiento el modelo de Takayanagi [40] derivado de la teoría de mezclas de Voigt and Reuss.

La utilización del modelo cooperativo a polímeros semicristalinos ofrece resultados razonables a altas velocidades de deformación y por encima de la temperatura de transición vítrea [33].

En todas las ecuaciones anteriores el límite elástico del material aumenta con la velocidad de deformación. El modelo inicial de Eyring predice un aumento moderado que no recoge el hecho experimental de que la influencia de la velocidad de deformación es mucho mayor a altas velocidades. Este incremento de la sensibilidad a la velocidad de deformación a medida que esta aumenta, queda mejor reflejado con las

ecuaciones de Bauwens-Crowet y, especialmente, con las distintas versiones de las ecuaciones del modelo cooperativo [33].

### 1.5.1 *Técnicas de ensayo*

Existen diferentes técnicas de ensayo en función del tipo de carga aplicada al material y de la velocidad a la que se va a obligar al material a deformarse. Atendiendo a la velocidad de deformación las técnicas de ensayo se clasifican tradicionalmente en cuatro grupos:

- Ensayos a baja velocidad: comprenden los ensayos más habituales para obtener propiedades del material en régimen estático o cuasiestático. Estos ensayos se realizan a velocidades de deformación inferiores a $10^{-1}$ $s^{-1}$ en máquinas de ensayos electromecánicas.
- Ensayos a velocidad media: se realizan a velocidades de deformación comprendidas entre $10^{-1}$ $s^{-1}$ y $10^{2}$ $s^{-1}$. Como ejemplo de una técnica experimental que se sitúa en este grupo puede citarse la torre de caída de peso.
- Ensayos a alta velocidad: velocidades de deformación comprendidas entre $10^{2}$ $s^{-1}$ y $10^{4}$ $s^{-1}$. Sin duda, los ensayos en Barra Hopkinson son los más característicos de este grupo.
- Ensayos a muy alta velocidad: velocidades de deformación superiores a $10^{4}$ $s^{-1}$. Las técnicas expermentales son ya muy complejas y costosas. El ejemplo más conocido dentro de este grupo es el impacto de placas.

Los ensayos estáticos se utilizan con mucha asiduidad y suelen estar normalizados en su mayoría. Los estados tensionales son sencillos y, en muchos casos, se trata de ensayos uniaxiales. Sin embargo, los ensayos dinámicos son mucho más complejos, debido a la aparición de fuerzas de inercia y a la necesidad de analizar la propagación de ondas de tensión, tanto en el material objeto de estudio como en los dispositivos de carga. En muchas ocasiones, el análisis de un ensayo dinámico requiere postular una ecuación

constitutiva del material, cuya determinación suele ser el objetivo del ensayo. Por ello, se recurre a procesos iterativos o a combinaciones de resultados experimentales y métodos numéricos. La Barra Hopkinson es, en este sentido, un caso especial en el que, a pesar de tratarse de un ensayo claramente dinámico, la configuración geométrica del ensayo favorece la aparición de un estado de equilibrio similar al que se produce en un ensayo cuasiestático. A continuación se resumen algunas de las características de las principales técnicas de ensayo utilizadas para determinar la influencia de la velocidad de deformación en el comportamiento mecánico de materiales [41].

*Ensayos a baja velocidad de deformación ($10^{-4}$ – $10^{-1}$ $s^{-1}$)*

En este grupo se sitúan los ensayos realizados en máquinas electromecánicas. Las fuerzas aplicadas se determinan mediante células de carga y las deformaciones mediante extensómetros de contacto o videoextensómetros con el software necesario para procesar la información mediante correlación digital de imágenes. A partir de los valores de fuerza y alargamiento de los ensayos, se construyen las curvas tensión-deformación correspondientes al material ensayado. Son ensayos muy comunes, generalmente uniaxiales y se aplican a cualquier tipo de material con ligeras modificaciones en la instrumentación. Es difícil superar velocidades de deformación de 0.1 $s^{-1}$ con estas técnicas [41].

*Ensayos a velocidades medias de deformación ($10^{-1}$ – $10^{2}$ $s^{-1}$)*

Aunque en la actualidad existen algunas máquinas servohidráulicas capaces de aplicar movimientos del cabezal de varios metros por segundo, las técnicas normalmente incluidas en este grupo se corresponden con dispositivos que generan las cargas mediante impactos a baja velocidad, usando la gravedad como fuerza impulsora. El ejemplo más característico de este grupo es la torre de caída de peso, una técnica de los años 70 [42] donde una masa se deja caer deslizando por un marco vertical hasta

impactar con la muestra, situada sobre una célula de carga. El equipo tiene un cabezal móvil que desliza por unas columnas cilíndricas y dispone de una base de gran masa que baja el centro de gravedad del equipo aportando una mayor estabilidad y rigidez al conjunto. Para evitar posibles segundos impactos tras el impacto inicial del cabezal de carga deslizante, el equipo dispone de bloques de parada, evitando así deformaciones posteriores de la probeta tras el ensayo. La carga aplicada es función de la energía del impacto, que dependerá de la masa del cabezal de carga y de la altura desde la que es liberado. En la *Figura 1.3* se puede ver un esquema de este dispositivo.

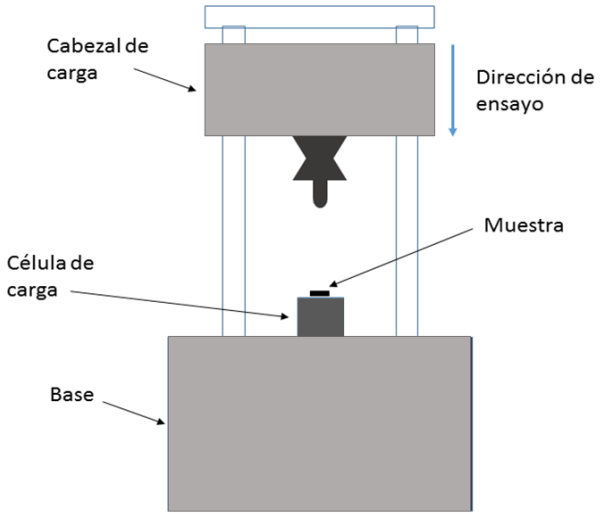


*Figura 1.3. Esquema de torre de caída*

*Ensayos a velocidades altas de deformación ($10^2$ – $10^4$) $s^{-1}$*

La Barra Hopkinson es la técnica más utilizada en ensayos a altas velocidades de deformación, por su relativa sencillez y porque a pesar de tratarse de un ensayo dinámico, el análisis de los resultados puede abordarse desde las hipótesis del equilibrio cuasiestático. La técnica se basa en la propagación de ondas elásticas unidimensionales en barras cilíndricas alargadas. Uno de los primeros investigadores capaces de captar el fenómeno de transmisión de ondas de tensión fue John Hopkinson [43]. Para ello realizó ensayos de rotura de cables de acero mediante el impacto por caída de un peso. Observó que la rotura del hilo de acero, se localizó en zonas diferentes en función de la velocidad

del impacto y era independiente de la masa del impactador. No pudo ser comprobado por imposibilidad técnica en la época [44].

En 1914 Bertram Hopkinson desarrolló un equipo que le permitía medir el impulso generado por explosivos o por impactos de proyectiles a alta velocidad, utilizando péndulos provistos de registradores para captar los movimientos de los cilindros que componían el sistema. De esta forma era posible calcular el momento del cilindro impactado por la detonación de nitrocelulosa o de una pequeña barra unida al extremo del cilindro de forma magnética. Una de las observaciones más interesantes indicaba que la duración del pulso generado por el impacto de una barra se correspondía con el tiempo que la onda de tensión necesitaba para recorrer la barra ida y vuelta [30]. Con este ensayo se podía construir una curva presión-tiempo producida por la detonación de un explosivo o por el impacto de un proyectil [44].

La técnica fue variando durante los siguientes años hasta los trabajos de Kolsky [32], que fue el primero en medir la respuesta tensión-deformación de materiales bajo condiciones de carga de impacto, aplicando la técnica de la barra Hopkinson. La configuración utilizada por Kolsky [32] empleaba dos barras y la muestra se posicionaba a modo de sándwich entre ellas. Con esta disposición del ensayo consiguió obtener respuestas tensión-deformación dinámicas de muchos materiales incluyendo polietileno, gomas naturales y sintéticas, PMMA, cobre y plomo.

La hipótesis de propagación de ondas elásticas unidimensionales requería que el espesor de la probeta fuera suficientemente pequeño para que no se produjeran efectos de inercia axial. Además, la probeta debía ser colocada entre las dos barras minimizando la fricción en las intercaras, evitando la distorsión que se pudiera producir en las ondas de deformación. Como instrumentos de medida de las ondas se utilizaban micrófonos de condensación y para disparar el proyectil, el sistema de impulsión era mediante explosivos, lo que complicaba, a efectos prácticos, el sistema de ensayo.

En la actualidad los equipos de medida han cambiado, siendo principalmente la extensometría la técnica utilizada en la mayoría de los dispositivos. Los sistemas de impulsión suelen ser cañones de gas o aire comprimido y es posible realizar, en la barra Hopkinson, una considerable variedad de ensayos: compresión, tracción, torsión,

cortante y también fractura dinámica. Todos ellos precisan de pequeñas modificaciones a partir del diseño original que se realizó para los ensayos de compresión. Aunque se detallarán más adelante las características del dispositivo usado en este trabajo, la *Figura 1.4* muestra un esquema general de un equipo de barra Hopkinson de compresión.

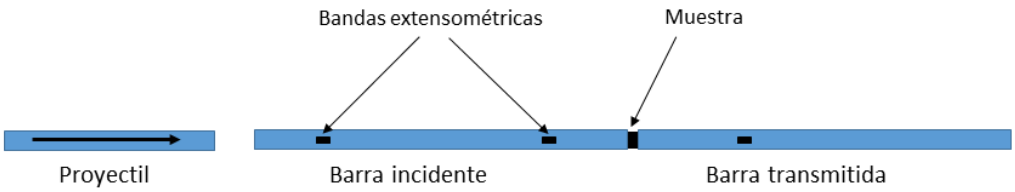


*Figura 1.4. Esquema de una barra Hopkinson de compresión*

En el caso de los demás tipos de ensayos se producen ciertas variaciones geométricas para conseguir generar ondas de tracción, torsión o cortante.

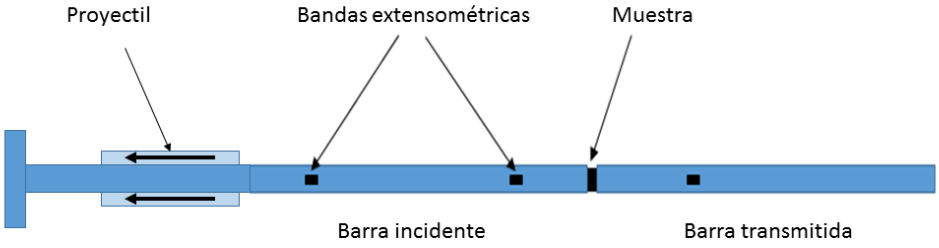


*Figura 1.5.Esquema de una barra Hopkinson de tracción*

*Ensayos a muy altas velocidades de deformación ($\dot{\varepsilon} > 10^{-4}\ s^{-1}$)*

Ensayar a muy altas velocidades de deformación aumenta sustancialmente la complejidad de los dispositivos experimentales por lo que se reduce en gran medida su disponibilidad. El método de ensayo más conocido es el impacto de placas, que, a diferencia de la Barra Hopkinson, no es un ensayo donde el material se somete a un estado de tensión uniaxial, sino de deformación uniaxial.

En el ensayo de impacto de placas se utilizan probetas planas y la deformación producida durante el ensayo puede considerarse unidimensional. Esto se consigue haciendo impactar dos placas planas paralelas entre sí, posicionándose una de ellas a modo de blanco. La deformación producida por el impacto es distinta de cero únicamente en la dirección de la carga, trabajando en un estado de deformación plana. Este estado se produce en un intervalo corto de tiempo, mientras que la probeta que impacta no sufre la acción de las ondas reflejadas por la superficie libre de la placa estática [41].

En el ensayo de impacto de placas se generan dos tipos de ondas: una onda elástica y una onda de choque. A partir de la amplitud de la onda elástica puede obtenerse el límite elástico de Hugoniot,$\sigma_{HEL}$, correspondiente a un estado de deformación uniaxial y que puede relacionarse con el límite elástico convencional , $\sigma_y$, mediante la siguiente expresión:

$$\sigma_{HEL} = \frac{K+4G/3}{2G}\ \sigma_y \qquad 1.17$$

siendo *G* el módulo de elasticidad transversal del material y *K* el módulo de elasticidad volumétrica.

La onda de choque generada durante el impacto se utiliza para obtener la relación entre la presión aplicada y el cambio de volumen. El objetivo final de un ensayo de impacto de placas es determinar la ecuación de estado del material. A tan altas velocidades de impacto, el material se comporta más como un fluido que como un sólido y lo relevante es la ecuación de estado, más que las propiedades resistentes, que controlan la respuesta a menores velocidades [45]. Existen numerosas referencias bibliográficas donde se describe la aplicación de este ensayo a la caracterización de materiales ingenieriles [46].

## *1.6 La poliamida 12 fabricada con técnicas de fabricación aditiva*

### 1.6.1 *La poliamida 12, PA12*

Las poliamidas son polímeros termoplásticos semicristalinos, catalogados como polímeros ingenieriles para la fabricación de componentes especializados. Su cuota de mercado es de alrededor del 0,75 % [47]. Existen varios tipos de poliamidas, también conocidos con el nombre comercial de nylons. Entre ellos, los más extendidos son la poliamida 6 y sus variantes, la poliamida 11 y la poliamida 12. En su mayoría se utilizan en forma de fibras, siendo la más utilizada la poliamida 6.

Las poliamidas 11 y 12 son interesantes por su mayor resistencia al impacto, mejor comportamiento frente al desgaste y una menor tendencia a la absorción de agua. Estas propiedades justifican su uso en aplicaciones ingenieriles, como por ejemplo el embalaje.

Las poliamidas permiten la adición de aditivos como pueden ser fibras de vidrio y carbono para aumentar su resistencia y rigidez, estabilizadores que mejoran su resistencia al calor y a la hidrólisis, grafito que le confiere propiedades autolubricantes o agentes antiestáticos que reducen la posibilidad de generar cargas estáticas, a las que son muy propensas [48].

La poliamida 12, PA12, al ser un polímero termoplástico semicristalino (grado de cristalinidad en torno a 34 %), posee una fracción de su estructura en fase amorfa, donde las cadenas están enmarañadas, no estructuradas, lo que le confiere una mayor capacidad de deformación. Su fórmula química simplificada es [49]:

$$(NH\text{-}(CH)_{11}\text{-}CO)_n$$

La PA12 es un polímero muy versátil [48, 50] con una alta resistencia a tracción y tenacidad, buen comportamiento frente al impacto, elevada resistencia a las

condiciones ambientales y agentes químicos no polares, buenas características tribológicas, baja absorción de agua en comparación con las demás poliamidas, comportamiento estable a lo largo de la vida útil y facilidad para conseguir un buen acabado superficial.

Su comportamiento mecánico es similar al de otros polímeros termoplásticos. En la curva tensión deformación obtenida en ensayos de tracción uniaxial se pueden observar varias regiones: una zona inicial de deformación elástica donde la parte amorfa del material se orienta en función de la dirección de la carga, hasta implicar también a las zonas cristalinas. A medida que aumenta la tensión se llega a un punto donde se inicia la rotura de los enlaces secundarios (enlaces de Van der Waals), dando lugar al estiramiento de las cadenas plegadas. Al alcanzar un valor determinado de tensión se entra en la zona que podría denominarse "plástica" (si bien se debe ser consciente de las grandes diferencias de comportamiento entre estos materiales y un metal). La deformación aumenta rápidamente mientras que la tensión varía en menor medida. En ocasiones se produce el fenómeno de la estricción, una deformación localizada que poco a poco se va extendiendo por toda la probeta. En la última fase las cadenas poliméricas ya orientadas son estiradas al aumentar la carga aplicada, produciéndose un fenómeno similar al endurecimiento de los metales. Por último, se alcanza la rotura del material cuando los enlaces covalentes que constituyen la estructura principal de la cadena no soportan las cargas aplicadas.

Esta descripción simplificada puede alterarse por la presencia de distintos factores, como por ejemplo, una alta velocidad de deformación, cambios en la temperatura o muestras fabricadas por técnicas de procesado que introduzcan texturas especiales y que reduzcan o incluso hagan desaparecer algunas de las regiones descritas [51].

En la Tabla 1.1 se recogen las principales propiedades mecánicas de la poliamida 12 inyectada

| Propiedad | Valor máximo | Valor mínimo |
|---|---|---|
| Módulo de Tracción (GPa) | 1,08 | 1,35 |
| Alargamiento a rotura (%) | 41 | 59 |
| Límite elástico (MPa) | 34,8 | 43,4 |
| Resistencia a tracción (MPa) | 45 | 55 |
| Resistencia a compresión (MPa) | 57 | 63 |
| Coeficiente de Poisson | 0,406 | 0,422 |

*Tabla 1.1. Propiedades mecánicas de la PA12 [49]*

Las poliamidas, como el resto de los polímeros, muestran variaciones muy importantes de su comportamiento en función de la temperatura. Los materiales poliméricos semicristalinos presentan cuatro temperaturas características que marcan regiones de comportamiento mecánico y de integridad del material mismo: temperatura de transición vítrea, $T_g$, temperatura de cristalización, $T_c$, temperatura de fusión, $T_f$ y temperatura de degradación, $T_d$.

La $T_g$ marca el punto a partir del cual el polímero pasa de estar en un estado vítreo a un estado elastomérico, iniciándose un proceso de movimiento cooperativo de cadenas poliméricas. Por debajo de la $T_g$, los polímeros son vítreos y frágiles y se comportan como un sólido elástico lineal. Los termoplásticos en general presentan $T_g$ bajas y sus temperaturas en servicio suelen ser superiores. En el caso de las PA12 la $T_g$ ronda los 55 ˚C, valor que puede variar en función del contenido de humedad, descendiendo incluso hasta los 0 ˚C [48].

Cuando se alcanzan los 180 ˚C, la PA12 pierde su consistencia y se convierte en un fluido cada vez menos viscoso. Este valor es la temperatura de fusión, $T_f$, del material. A esta temperatura aparece un pico de fusión muy agudizado en el análisis por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC con las siglas en inglés).

Si una vez superada la $T_f$ se somete al material a una rampa de enfriamiento, se alcanzará una temperatura a partir de la cual empezarán a formar regiones cristalinas

que confieren al material una mayor consistencia, dejando de fluir con facilidad y aumentando su viscosidad. Esta temperatura se conoce como temperatura de cristalización, $T_c$.

Si la temperatura de la PA12 alcanza los 300 ˚C, se produce su degradación térmica. Es la temperatura máxima a la que podemos someter al polímero para que pueda ser de nuevo conformado sin inutilizarlo y se conoce como temperatura de degradación, $T_d$. A partir de esta temperatura se inicia un proceso irreversible, en el que se producen las roturas de los enlaces covalentes que unen los átomos de carbono que conforman la estructura química principal de las cadenas de PA12.

En el rango de temperaturas entre la $T_c$ y la $T_f$, el polímero se encuentra en una zona metaestable donde convive una parte fundida con una parte ya solidificada (*Figura 1.6*). A este intervalo de temperaturas se le denomina ventana térmica o de procesado.

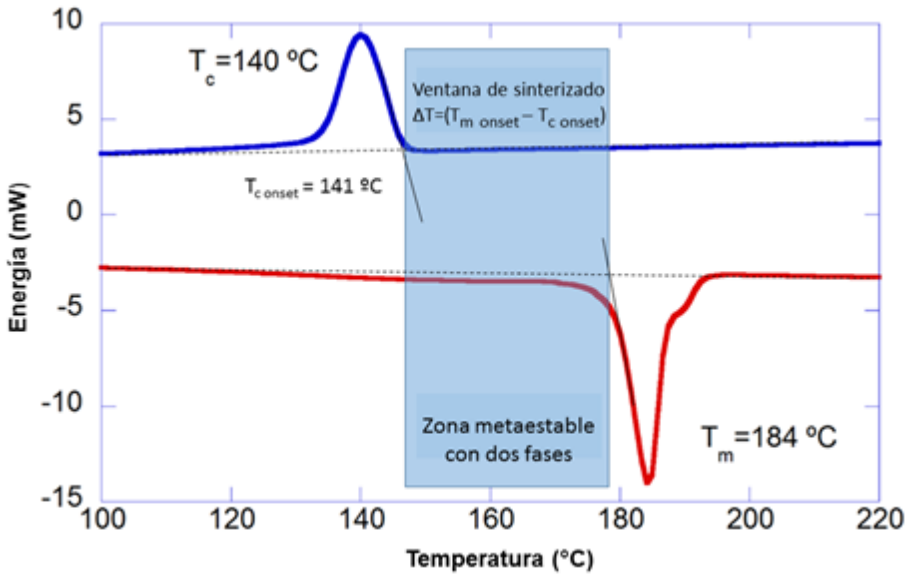


*Figura 1.6. Ventana de sinterizado de PA12 obtenida mediante DSC*

Una temperatura de fusión, $T_f$, próxima a la de cristalización, $T_c$, producirá contracciones y deformaciones en la probeta por cristalización prematura, debido al rápido enfriamiento que no permite que este se produzca de forma homogénea en toda la

pieza. Si por el contrario, la $T_f$ es próxima a $T_m$, aparecerán distorsiones en la geometría de la pieza final reduciendo la precisión dimensional de la probeta por mantener una capacidad alta de la PA12 de fluir [52].

De forma general puede afirmarse que, en los termoplásticos, un aumento de la temperatura reduce tanto la resistencia como el módulo de elasticidad (*Figura 1.7*), mientras que por otra parte suele aumentar la tenacidad [53].

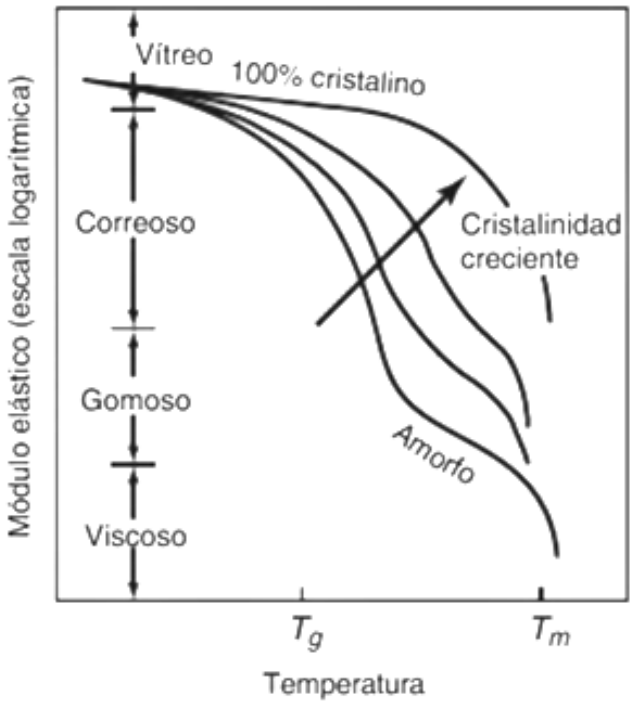


*Figura 1.7. Variación del módulo elástico en los polímeros en función de la temperatura y el grado de cristalinidad [53]*

En el conformado de piezas de PA12 pueden emplearse diferentes técnicas, tanto en frío como en caliente. En el mercado se pueden encontrar bloques de diferentes tamaños procedentes de procesos de extrusión, que se utilizan para la realización de piezas finales mediante procesos de mecanizado. También se puede encontrar la PA12 en forma de granza y polvo, para procesos de conformado en caliente, como extrusión, inyección, centrifugado en molde y soplado en molde. El polvo también es el punto de partida para otras técnicas más modernas como puede ser el sinterizado láser selectivo, SLS.

En las técnicas de conformado en caliente es importante la absorción de calor por parte del material, por lo que una mayor superficie específica favorecerá el intercambio de energía. Si es necesario mantener en el material muy controlada la temperatura durante todo el proceso, lo más lógico es decantarse por una granulometría lo más pequeña posible, es decir en forma de polvo. Debe prestarse especial atención al tamaño medio de partículas y a la geometría de las mismas. Cuanto menor sea la dispersión en la granulometría más fácil será conseguir un proceso homogéneo de fusión, porque todas las partículas necesitarán similares tiempos de aplicación de la fuente de energía.

El polvo de PA12 se puede encontrar con tres geometrías diferentes (*Figura 1.8*): partículas esféricas, procedentes de procesos de co-extrusión con mezclas de material soluble-no soluble; partículas con forma elíptica (bajo grado de esfericidad) que son el tipo de polvo más suministrado comercialmente, y que se producen por procesos de precipitación en diferentes líquidos, en general alcoholes; y partículas irregulares con formas angulosas y de laminillas, que proceden de molido criogénico y suelen presentar una baja fluidez dando lugar a materiales débiles y piezas menos compactas [52, 54].

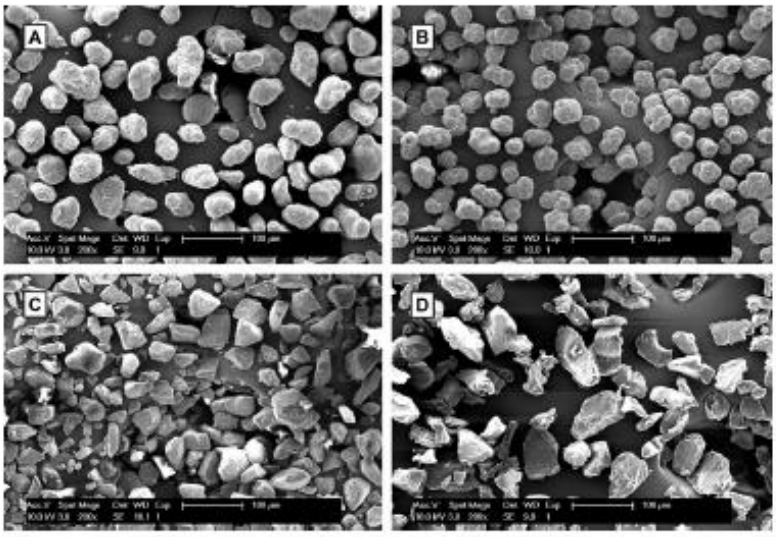


*Figura 1.8. Imágenes SEM de diferentes geometrías de partícula: a) esféricas, b) elípticas y c),d) irregulares [54].*

Las diferentes granulometrías dan lugar a un amplio abanico de productos basados en la poliamida.

### 1.6.2 *Técnicas de fabricación aditiva: Sinterizado Selectivo por Láser, SLS.*

La fuerza impulsora del desarrollo de las tecnologías de fabricación aditiva ha sido la necesidad de generar piezas con geometrías cada vez más complicadas, que no se podían mecanizar a costes bajos por medio de las tecnologías existentes, especialmente para series cortas.

La reducción de costes permite, en primer lugar, la realización de prototipos de forma más rápida y con diseños muy complejos. Esta técnica recibe el nombre de prototipado rápido, que es el precursor de las técnicas de fabricación aditiva como el SLS, donde la fabricación no sólo se limita a prototipos y pequeñas tiradas, sino que se utiliza como herramienta a mayor escala, para la obtención de productos finales. En la fabricación de piezas mediante estas técnicas, el ahorro de tiempo no se produce en el conformado de la pieza sino en el mecanizado posterior que estas necesitan y en la reingeniería, la realización de pequeñas modificaciones para la mejora de las mismas [55].

Las técnicas existentes de fabricación aditiva se pueden dividir en función de las características del conformado [56]: fotopolimerización (estereolitografía, procesado digital con luz, polimerización multifotónica); procesos de fusión con cama de polvo SLS; inyección de material o aglutinantes (impresión térmica por inyección de tinta, litografía por inyección, impresión con materiales poliméricos para inyección de tinta, inyección de aerosoles, aglutinado de polvo 3D; laminado de capas y fabricación de objetos laminados; extrusión de material (modelado por deposición de material mediante boquilla extrusora, depositado 3D).

El proceso de sinterizado láser selectivo, SLS, es una tecnología de fabricación aditiva donde capa a capa se va conformado una pieza tridimensional de cualquier forma a partir de un archivo CAD que contiene el diseño de la pieza final. En la actualidad, se muestra como la más impulsada tecnológicamente por la industria por su flexibilidad en

cuanto al tipo de material empleado (metales, polímeros, mezclas), y el acabado final de las piezas.

El proceso de SLS se basa en la fabricación de piezas 3D a partir una cama de polvo y se divide en tres pasos [57]:

- Etapa de recubrimiento con polvo: una cuchilla o rodillo distribuye una nueva capa de polvo en la plataforma de construcción.
- Etapa de exposición: la superficie correspondiente a la sección transversal es fundida mediante un láser.
- Etapa de consolidación: el polvo depositado se consolida.

Estas tres etapas se repiten hasta el conformado de la pieza final (*Figura 1.9*).

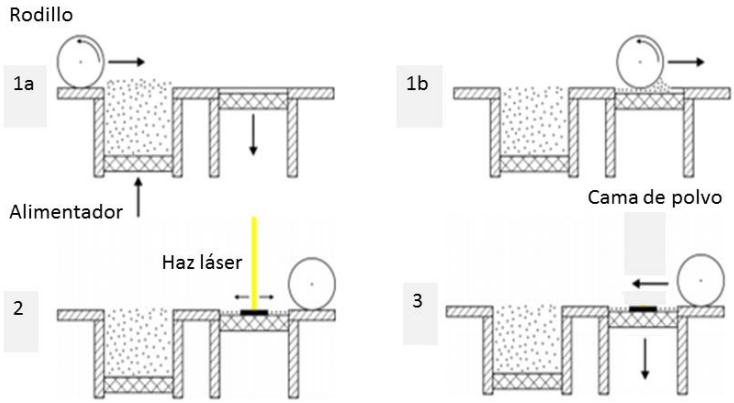


*Figura 1.9. Etapas en el Sinterizado Láser Selectivo*

Las propiedades físicas de la pieza y la unión entre capas están afectadas por la temperatura, el espesor de las capas aplicadas y las propiedades del material como la viscosidad, la tensión superficial o la capacidad de absorción de la radiación láser. Las piezas fabricadas mediante SLS tienen una porosidad superior a aquellas fabricadas por inyección en molde, por ser un proceso no presurizado. También se puede observar una mayor rugosidad superficial que presenta direccionalidad. Esta rugosidad se asocia al espesor de deposición de las capas o partículas no fundidas o semi-fundidas que se

adhieren, por estar en las proximidades de la pieza terminada en la etapa de conformado [57].

Las propiedades mecánicas de las piezas fabricadas mediante SLS presentan anisotropía debido a posibles defectos que aparecen durante el conformado y dependiendo de la orientación de aplicación de las capas [58]. La *Tabla 1.2* recoge algunas propiedades mecánicas de la PA12 fabricada por SLS.

| Propiedad | Valor medio | Unidades |
|---|---|---|
| Módulo de tracción | 1700 ± 150 | MPa |
| Alargamiento de rotura | 20 ±5 | % |
| Resistencia a la tracción | 45 ± 3 | MPa |
| Resistencia al impacto Charpy | 53 ± 3,8 | kJ/m² |
| Resistencia al impacto Izod | 32,8 ± 3,4 | kJ/m² |

*Tabla 1.2. Propiedades mecánicas de las piezas fabricadas con PA12 mediante SLS [50]*

La técnica de SLS se utiliza tanto en polímeros como en metales. De entre los polvos poliméricos el más utilizado es la PA12. La distribución de tamaños idónea de las partículas de PA12 , se sitúa entre las 20 µm y las 80 µm. Se consideran polvos idóneos aquellos cuyo diámetro ronda las 60 µm de media, por ser los que presentan buena fluidez. Si existen en el polvo un alto contenido en finos (tamaños inferiores a 10 µm) se reduciría la fluidez de los polvos y la pieza final presentaría un mayor contenido en imperfecciones [59].

También se utilizan otros polvos poliméricos, aunque en menor medida debido a la falta de optimización de la técnica o la disponibilidad y precio del material. Las principales alternativas se recogen en la *Figura 1.10*. En la actualidad la presencia de otros materiales como materia prima para la fabricación SLS es mucho menor que la de las poliamidas y sus mezclas. Se espera que en el futuro el abanico de posibilidades en

cuanto al número de materiales disponibles aumente considerablemente con la evolución tecnológica.

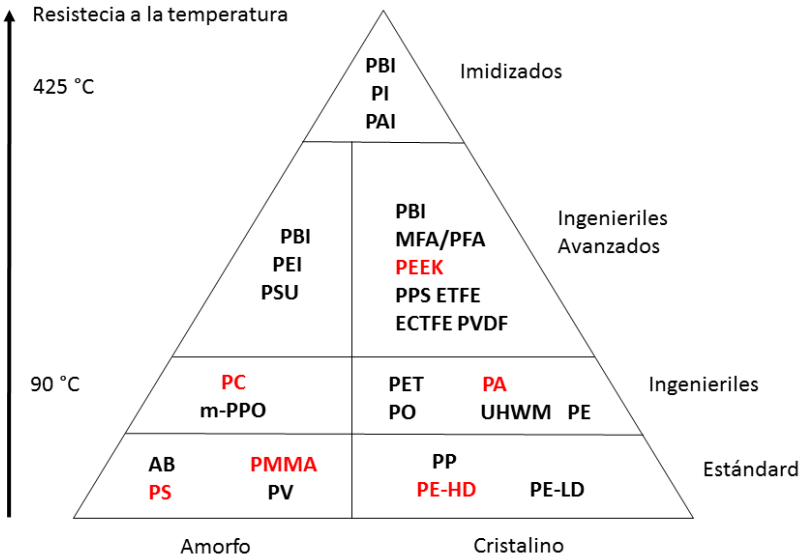


*Figura 1.10. Polímeros termoplásticos (en rojo = material usado en SLS) [60]*

### 1.6.3 *Ventajas de la poliamida 12 como material de SLS*

El proceso de SLS dispone, en la actualidad, de una variedad todavía reducida de polímeros en el mercado, incluyendo mezclas y refuerzos. La mayoría de los materiales poliméricos que pueden procesarse por SLS son predominantemente termoplásticos basados en poliamidas (PA11 y PA12), en algunos casos polipropileno (PP), poliéteréterketona (PEEK), polietileno (PE), polipropileno (PP) y, más recientemente, elastómeros termoplásticos. De todos ellos la PA12 es el más utilizado con una cuota de mercado del 95% en fabricación SLS como material puro o formando mezclas, por lo que su disponibilidad es alta para su uso [52, 61]. Esto se debe a su idoneidad para ser utilizado para el proceso por la ventana de sinterizado, la densidad del polvo de sinterizado, la fluidez del polvo y sus propiedades mecánicas frente al impacto.

Los valores de las propiedades de algunos de los polímeros probados en SLS se recogen en la *Tabla 1.3*. En ella se puede comprobar como la PA12 es el material con mayor

ventana de procesado, posee una de las mayores densidades del polvo de sinterizado y la mayor fluidez de los polvos, medida mediante el índice de Hausner. La PA6 tiene un valor similar tanto de ventana de procesado como densidad de polvo, pero en su contra están la fluidez del polvo que es menor que la de la PA12 y una menor retención de agua que empeora sus propiedades mecánicas. En el lado opuesto en cuanto a la ventana de procesado se encuentra el PE, que en caso de ser utilizado en un proceso de SLS, se precisaría de un mayor control de la temperatura en todo el material. En relación a las densidades del polvo, puede comprobarse que las más elevadas son las de la PA6 y el PP, lo que confiere a estos materiales, la capacidad a priori de procesar piezas finales más compactas. En todo caso su valor no difiere mucho del de la PA12. Por último, en cuanto a la fluidez del polvo, parámetro asociado a una mejor deposición del mismo en la cama de sinterizado y a un mejor acabado de la pieza final, la mayor fluidez la presentan la PA12, el PE y el PP, considerándose valores buenos todos aquellos con índices de Hausner inferiores a 1.25 [62].

| Materiales | Venta de procesado (Tm-Tc) (K) | Densidad del polvo (%) | Hausner-ratio (fluidez del polvo) |
|---|---|---|---|
| **PA2200 (PA12)** | 34.9 | 44.1 | 1.15 |
| **Rolaserit PEGR (PE)** | 11.2 | 41.3 | 1.18 |
| **POM (polioximetileno)** | 20 | 38.8 | 1.30 |
| **PA6** | 32.9 | 46.9 | 1.21 |
| **PBT (polibutilen tereftalato)** | 26.9 | 34.2 | 1.33 |
| **Rolaserit PP (polipropileno)** | 27.3 | 46.4 | 1.17 |

*Tabla 1.3. Propiedades de los materiales utilizados en Sinterizado Láser [62]*

En resumen, puede concluirse que el material más adecuado para este tipo de fabricación es la poliamida y más específicamente la PA12, que presenta la mayor ventana de procesado (34.9 ˚C), uno de los valores más altos de densidad de polvo (44.1%) y un índice de Hausner de 1.15. La ventana de procesado da lugar a procesos menos costosos y más flexibles, mientras que la fluidez y densidad del polvo asociados a la PA12 permiten disponer mejores camas de polvo en el proceso de sinterizado y como consecuencia obtener un mejor acabado y mayor densidad en las piezas finales [62].

# Capítulo 2:

Objetivos

# 2 Objetivos

El objetivo fundamental de esta tesis doctoral consiste en estudiar el efecto de la velocidad de deformación en la rotura de sólidos entallados de poliamida 12, fabricados mediante sinterizado selectivo por láser.

Para realizar este estudio se aplicará la Teoría de las Distancias Críticas, TDC, para predecir la rotura a diferentes velocidades de deformación de probetas entalladas de poliamida 12. Aunque la TDC ha sido empleada extensamente en materiales metálicos y en polímeros a bajas velocidades de deformación, no existen estudios a altas velocidades de deformación de la rotura de sólidos poliméricos entallados, lo que constituye la mayor aportación de esta tesis doctoral.

Para la consecución de este objetivo fundamental se han establecido una serie de objetivos parciales:

- Diseñar los dispositivos y procedimientos de ensayo necesarios para la obtención de las propiedades mecánicas en tracción y fractura de estos materiales, a diferentes velocidades de deformación. Dado que no existe una normativa para los ensayos a altas velocidades de deformación, ha sido necesario establecer una metodología de ensayo, incluyendo el diseño de la geometría de probeta que cumpla lo mejor posible los requisitos de amarre y equilibrio.
- Determinar las propiedades mecánicas de los materiales fabricados, en dos orientaciones, 0˚ y 90˚, con respecto a la dirección de aplicación de la carga. Esta caracterización debe hacerse a diferentes velocidades de deformación, tanto en máquina universal de ensayos como en barra Hopkinson.
- Ensayar hasta rotura probetas entalladas con diferentes radios de entalla y a diferentes velocidades de deformación con diferentes orientaciones.
- Realizar una simulación por elementos finitos de los diferentes ensayos para conocer el estado tensional en toda la probeta y en todo instante de tiempo, tanto en los ensayos cuasiestáticos como en los dinámicos.

- Realizar ensayos de fractura de los diferentes materiales fabricados para utilizarlos como referencia y comparación con los resultados obtenidos mediante la aplicación de la TDC.

# Capítulo 3:

# Metodología

# 3 Metodología

## *3.1 Materiales*

El material estudiado en este trabajo es una poliamida 12 de nombre comercial PA2200, que es uno de los materiales más empleados en la técnica de SLS, principalmente por su su facilidad de conformado, por poseer una amplia ventana térmica de procesado, y a su bajo precio en comparación con otros materiales utilizados con esta técnica [61].

El material original se presenta en forma de partículas esféricas de radio inferior a 58 µm y con una densidad en bruto superior a 0,430 g/cm$^3$. A partir de este material base, se fabricaron probetas lisas sin entallar y probetas entalladas con diferentes radios de entalla, mediante la técnica de fabricación aditiva Sinterización Selectiva por Láser (SLS). La máquina empleada para la fabricación ha sido el modelo EOS Formiga P100. En la empresa FUNDACIÓN PRODINTEC, se han fabricado las probetas y se han optimizado los parámetros de fabricación.

La técnica de fabricación SLS es susceptible de generar piezas con propiedades anisótropas debido al posible cambio de propiedades en la dirección perpendicular al depósito de las partículas. Por ese motivo, se prepararon dos lotes de probetas para los ensayos programados, que se diferencian entre sí por la orientación en la disposición de las capas de material durante la fabricación. La orientación de las capas fue a 0º y 90º con respecto a la dirección del eje de la probeta de tracción para los futuros ensayos. En la *Figura 3.1* puede verse una representación de esta disposición de capas.

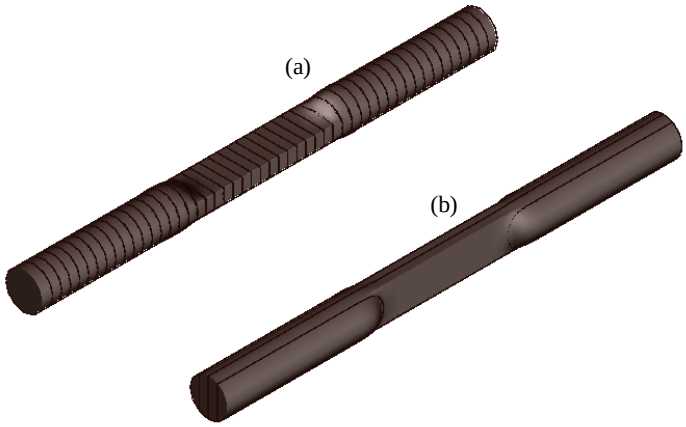


*Figura 3.1. Esquema de la geometría de las probetas y la orientación de las láminas de fabricación por SLS: a) orientación 90° y b) orientación 0° con respecto a la dirección de aplicación de la carga de tracción de los ensayos realizados*

La densidad del material se ha medido mediante la utilización de una balanza de precisión Mettler Toledo AX205 DeltaRange® con un kit de medida de densidades, que se basa en el principio de Arquímedes. La balanza tiene una resolución de ± 0.00001 g (*Figura 3.2*)

*Figura 3.2. Balanza de precisión Mettler Toledo AX205 DeltaRange® y kit de densidades*

En primer lugar, se pesa la muestra al aire, para sumergirla posteriormente en agua destilada a una temperatura conocida. La densidad de la muestra puede obtenerse a partir de la diferencia de pesos de la siguiente manera:

$$\rho = \frac{A}{A-B}(\rho_0 - \rho_L) + \rho_L \qquad 3.1$$

donde $\rho$ es la densidad, $A$ y $B$ son el peso de la muestra en el aire y sumergida en el agua destilada respectivamente, $\rho_0$ es la densidad del agua destilada y $\rho_L$ la densidad del aire.

## *3.2 Caracterización térmica*

Las técnicas empleadas en la caracterización térmica de la poliamida 12 han sido: calorimetría diferencial de barrido (DSC) y análisis dinamo-mecánico (DMA).

El equipo empleado para las medidas de DSC (*Figura 3.3*) ha sido el modelo 822e de la marca Mettler Toledo. Las probetas tenían una masa de $12.0 \pm 0.5$ mg, y eran calentadas desde temperatura ambiente (25ºC) hasta 250ºC, con rampa de calentamiento de 10 $^{o}$C/min, seguido de un enfriamiento a la misma velocidad, desde los 250ºC alcanzados hasta 25ºC. Cada muestra era sometida a dos rampas de calentamiento/enfriamiento consecutivamente. La *Figura 3.4* muestra un ejemplo de los registros mediante DSC.

*Figura 3.3. DSC Mettler Toledo 822e*

A partir de los termogramas de los ensayos, se pueden calcular las temperaturas de fusión, $T_f$ y cristalización, $T_c$, así como la entalpía de fusión del material, $\Delta H_f$, y la entalpía de recristalización, $\Delta H_c$. Relacionando estas últimas con la correspondiente al material cristalino 100% recogida en bibliografía, $\Delta H_0$, se puede obtener el grado de cristalinidad, $X_C$, con la siguiente relación:

$$X_C = \frac{|\Delta H|}{\Delta H_0} 100 \qquad 3.2$$

El valor de $\Delta H_0$ para una poliamida 12 obtenido de la bibliografía es de 209.3 J/g [63].

Los ensayos de caracterización dinamomecánica (DMA) se han realizado con un equipo DMA Q800 de TA Instruments (*Figura 3.5*) en la configuración de viga en voladizo (*single cantilever*), con un empotramiento simple en un extremo y aplicando un desplazamiento sinusoidal en el extremo opuesto, de amplitud 15 μm y frecuencia 1 Hz. Las probetas tenían dimensiones nominales 4x1x13 $mm^3$. El ensayo comienza a una temperatura de -100 ºC, con una rampa de calentamiento de 3 ºC/min, hasta alcanzar los 150 ºC.

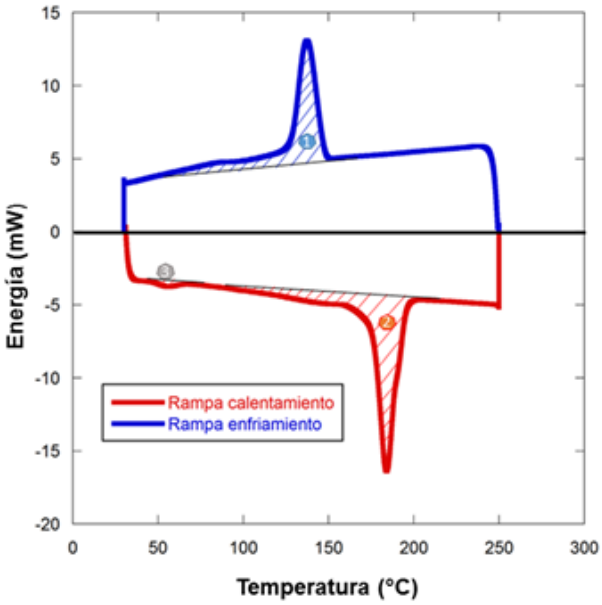


*Figura 3.4. Ensayo de DSC en probeta con orientación 0°. 1) Entalpía de recristalización; 2) Entalpía de fusión y 3) Pico correspondiente a la Tg*

Los resultados obtenidos con estos ensayos son el módulo de almacenamiento, *E´*, módulo de pérdidas, *E´´*, y la tangente de pérdidas, *tan δ*, en función de la temperatura. En la *Figura 3.6* puede observarse, como ejemplo, uno de los registros típicos de un ensayo de DMTA.

*Figura 3.5. DMA Q800 de TA Instruments*

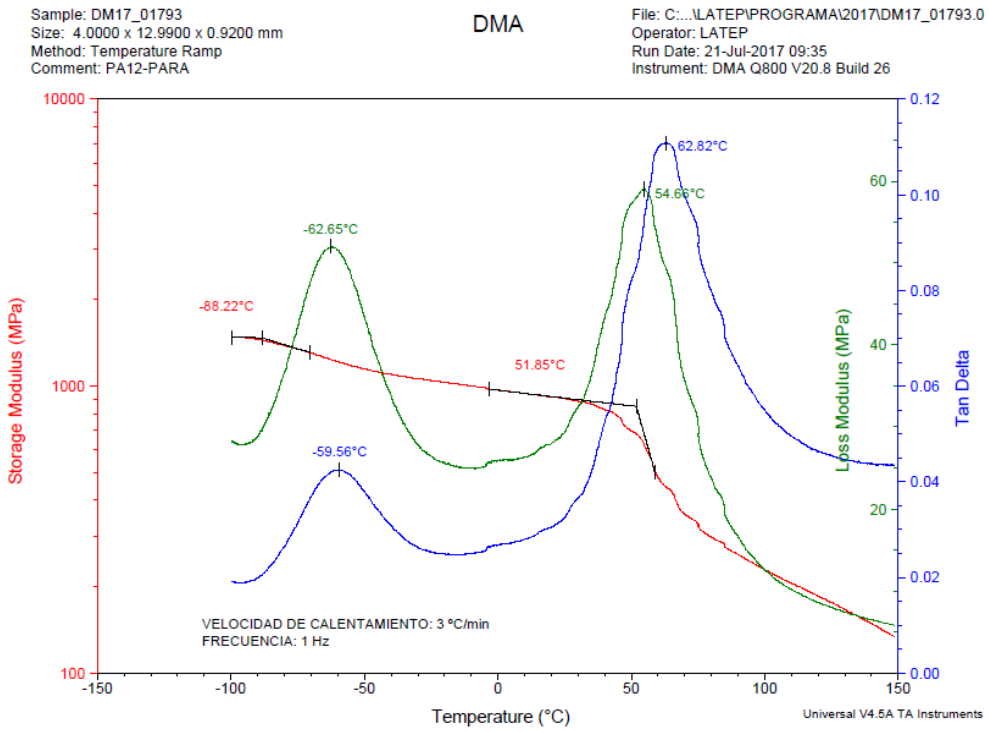


*Figura 3.6. Registros originales de un ensayo de DMTA en una muestra de PA12 fabricada mediante SLS con orientación 0°*

## 3.3 Caracterización microestructural

Según se ha comentado en el apartado 3.1, las probetas se han fabricado mediante la técnica de fabricación aditiva SLS, que consiste en el apilado de unas capas sobre otras siguiendo un plano diseñado en un programa de CAD. Se han fabricado dos tipos de probetas que se diferencian entre sí por la dirección de disposición de las capas: paralelas y perpendiculares al eje de la probeta diseñada para los ensayos de tracción.

Esta superposición de las capas se esperaba que se observara a simple vista en el material final. Sin embargo, no se observa ningún tipo de laminación superficial, así que se emplearon técnicas de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido para observar la microestructura de las probetas. Un paso previo a su observación por microscopía, fue introducir las probetas en nitrógeno líquido durante 15 minutos. A continuación, se rompían empleando una máquina universal de ensayos MTS RF/100 en modo de velocidad del puente controlada de 2mm/min. El comportamiento obtenido

de este modo era muy frágil y, por tanto, la microestructura original de las probetas podía deducirse de las superficies de rotura de estas probetas. El objetivo de la observación de estas muestras era la evaluación de la influencia de la estructura de láminas característica de los materiales fabricados por SLS.

Para el estudio por microscopía óptica se empleó una lupa MOTIC modelo SMZ con aumentos totales entre 7,5 y 50; y un microscopio también de la marca MOTIC, modelo BA 310 Met-T con aumentos desde 50 hasta 500, ambos equipos estaban dotados con cámaras digitales para la adquisición de imágenes.

El microscopio electrónico utilizado era de la marca HITACHI modelo S-3400N, que permitía la observación de muestras en condiciones de presión variable o régimen de alta vacío. Está dotado de detectores de electrones retrodispersados y secundarios, además de una sonda de EDX para microanálisis. Todas las imágenes se realizaron en alto vacío con potenciales de aceleración entre 5 y 20 kV y distancias de trabajo de 35 a 5 mm. Debido al carácter aislante de la poliamida 12 en estudio y la sensibilidad que presentan al calentamiento por la incidencia del haz de electrones, todas las muestras se recubrieron con una capa de Au-Pd del orden de los 10 nm de espesor mediante *sputtering*.

## *3.4 Caracterización mecánica*

### 3.4.1 *Ensayos a baja velocidad de deformación*

#### 3.4.1.1 *Ensayos de tracción.*

Los ensayos a bajas velocidades de deformación se han llevado a cabo en una máquina de ensayos universal electromecánica, marca MTS y modelo RF-100 equipada con una célula de carga de $\pm$ 5 kN, y con el apoyo de la videoextensometría, cámara digital Limess y software de análisis VIC-2D. En la *Figura 3.7* se puede apreciar el aspecto general de la máquina de ensayos.

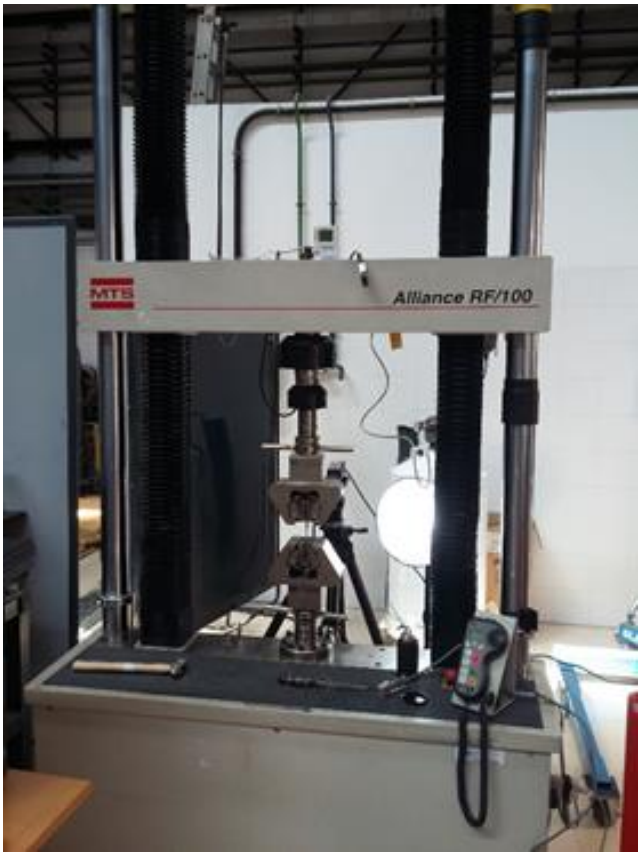


*Figura 3.7. Máquina de ensayos MTS RF-100*

Los ensayos de tracción se han realizado sobre probetas con la geometría que se muestra en la *Figura 3.8*. Estos ensayos se realizaron para determinar las propiedades mecánicas del material en ambas direcciones de fabricación. Se ensayaron dos lotes de 15 probetas, cada uno de ellos correspondientes con una dirección de apilamiento de las capas. Estos ensayos permiten analizar la influencia de la dirección de fabricación en las propiedades del material. En definitiva, se trata de evaluar si las probetas presentan algún tipo de anisotropía debido a la orientación de las capas durante la fabricación.

Las muestras fabricadas para estos ensayos de tracción no siguen las recomendaciones de la normativa habitual de ensayos de tracción en materiales poliméricos, sino que poseen una geometría especial, condicionada por las características que han de tener las probetas para los ensayos de alta velocidad. Las características geométricas principales son: zonas de amarre cilíndricas y roscadas, y una zona central de sección rectangular, para la generación de las entallas posteriores. Por este motivo, se pasa de

una sección circular en la zona extrema a una sección plana en la zona central, y una zona de transición calculada para la parte intermedia de las probetas.

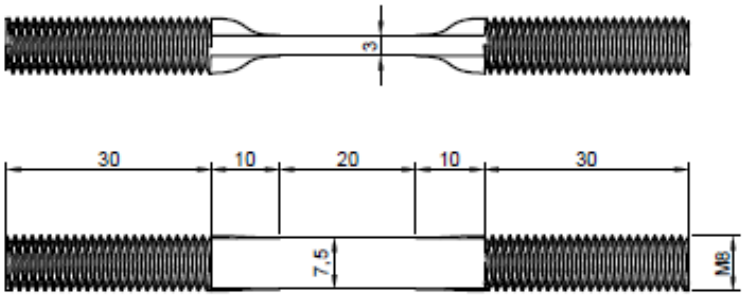


*Figura 3.8. Dimensiones nominales de la probeta sin entalla*

Las zonas cilíndricas están roscadas para permitir la unión de la probeta a las barras incidente y transmisora. Si las probetas fueran planas en su totalidad sería necesario emplear sistemas de agarre a presión, mediante pasadores o uniones adhesivas. Estos sistemas de amarre no siempre han mostrado buenos resultados y añaden dificultades experimentales, con roturas indeseadas en las zonas de agarre, en ocasiones.

En el roscado de las probetas se han aplicado dos procedimientos. Las probetas a 90º el roscado se diseña mediante CAD y realiza en el proceso de fabricación mediante SLS directamente. En el caso de las probetas a 0º, las probetas se fabrican sin rosca y se someten a un mecanizado posterior. No se realiza una fabricación directa de la rosca ya que el grado de precisión del SLS en esta dirección de fabricación no era suficientemente bueno, generando irregularidades no deseadas en los flancos de las alas de la rosca. Para estos casos, el mecanizado de la rosca se hace de la forma tradicional, mediante una terraja de métrica M8, correspondiente con la existente en las barras. Durante este mecanizado se ha prestado especial atención a no generar ningún tipo de daño en la zona de ensayo, es decir, en la zona central de sección rectangular.

Los ensayos se realizan en control de desplazamiento, fijando un valor de 2 mm/min de velocidad del puente y la velocidad de adquisición de datos es de 10 Hz.

Un ejemplo del registro fuerza-desplazamiento obtenida a partir de uno de los ensayos de tracción estáticos, se muestra en la *Figura 3.9*

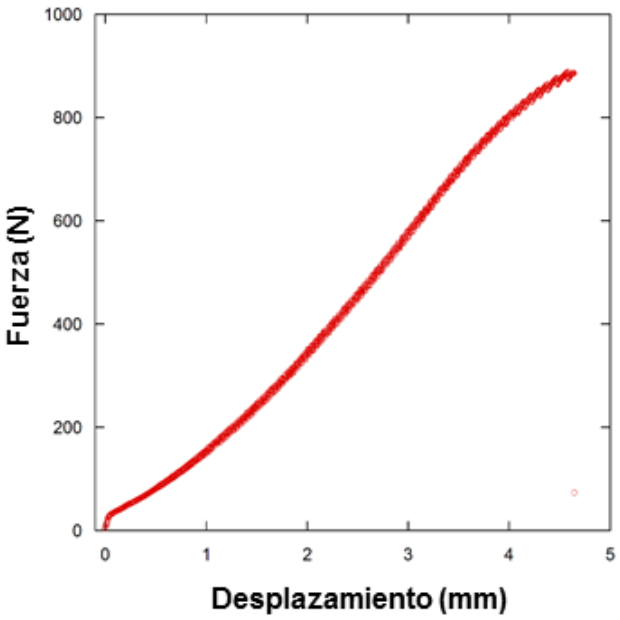


*Figura 3.9. Ejemplo de curva fuerza desplazamiento de probeta sin entalla con orientación a 90˚*

Las propiedades mecánicas que se obtienen a partir de estos ensayos son: el módulo de elasticidad o módulo de Young, *E*, y la resistencia a tracción. El valor de fuerza de rotura, necesatio para el cálculo anterior, se obtiene como el valor máximo de fuerza registrado antes del fallo del material. A partir del registro de cómo evoluciona la fuerza con el tiempo se obtiene el valor de tensión ingenieril $\sigma$, a lo largo de la sección rectangular de la probeta durante el ensayo utilizando la siguiente expresión:

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \qquad 3.3$$

donde *F* es la fuerza soportada por la probeta y $A_0$ la sección inicial.

Mientras que los valores de deformación, $\varepsilon$, se obtienen mediante los desplazamientos registrados por videoextensometría, en una región determinada, fijada por el ususario en la zona central de la probeta.

#### 3.4.1.2 *Ensayos de probetas entalladas*

Las probetas utilizadas en estos ensayos eran semejantes a las empleadas en los ensayos de tracción, salvo que en la zona recta se generarán, en la propia fabricación mediante SLS, dos entallas simétricas en el centro. Su geometría es en forma de U, con unos radios de fondo de entalla de 1; 0,8; 0,5 y 0,2 mm (*Figuras 3.10* y *3.11*).

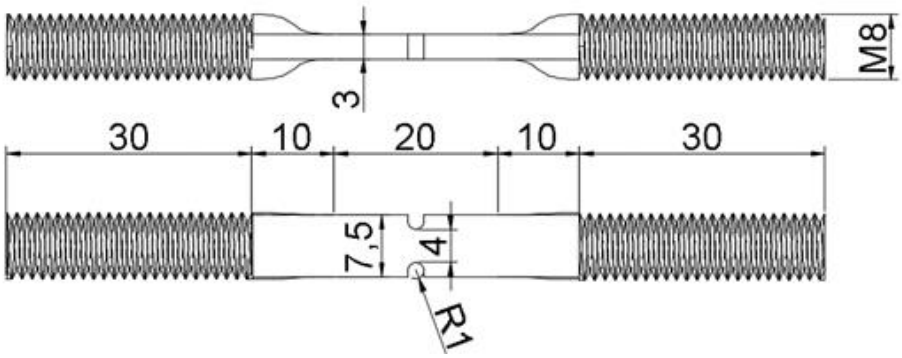


*Figura 3.10.Figura ejemplo de las dimensiones de una probeta entallada con radio de fondo de entalla de 1 mm.*

El diseño de la probeta mediante SLS incluía la realización de la entalla, con la finalidad de evitar mecanizados posteriores que pudieran generar daños que afectasen a los resultados de los ensayos.

Al igual que en el caso de probetas rectas de tracción, para el caso de las probetas entalladas también se realizaron lotes de 15 ensayos con cada geometría de entalla y para cada una de las direcciones de fabricación, completando así un total de 120 ensayos. Se consideran ensayos válidos aquellos en los que se obtiene una curva fuerza-desplazamiento del material sin que se produzca una rotura excesivamente prematura. La máquina de ensayos universal y el modo de ensayo utilizado coinciden con el de las probetas sin entallar.

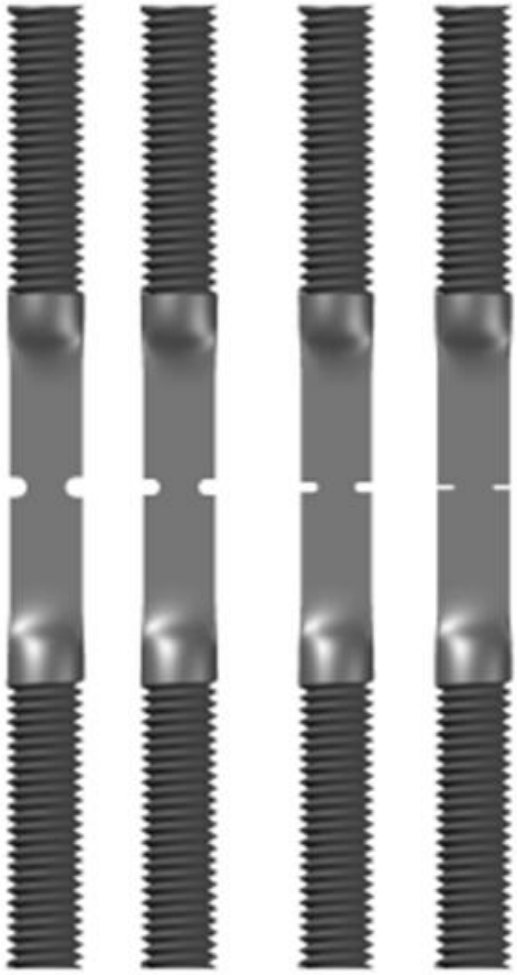

*Figura 3.11. Geometrías de las probetas entalladas*

Mediante el empleo de probetas entalladas se obtiene un valor de fuerza de rotura que permite el cálculo de un valor de tenacidad aparente $K_c^N$ utilizando la expresión de Glinka [64]:

$$K_C^N = \frac{\sigma_{tip}}{2}\sqrt{\pi\rho} \qquad 3.4$$

donde $\rho$ es el radio en el fondo de entalla, y $\sigma_{tip}$ es la tensión en el fondo de la entalla en el momento de la rotura. Para conocer estos valores de tensión máxima se hizo uso de las simulaciones mediante elementos finitos que se describen más adelante. Conocida la fuerza de rotura del ensayo, la sección inicial de la probeta, $A_0$, y utilizando valores del

factor de concentración de tensiones $k_t$ (calculado para cada radio real en el fondo de entalla mediante simulaciones por elementos finitos), se obtiene el valor de $\sigma_{tip}$, lo cual permite calcular el valor de la tenacidad de aparente $K_C^N$. Este $K_C^N$ es el valor crítico del factor de intensidad de tensiones generalizado, que se deterimna a partir de las cargas de rotura de las diferentes probetas ensayadas

Se realizó un cálculo por elementos finitos para cada radio nominal de entalla, sin embargo, se ha calculado un valor de tenacidad de cada probeta ensayada. Para ello, se emplea el valor real del radio en el fondo de entalla de cada probeta y la tensión en el fondo de fisura $\sigma_{tip}$ correspondiente a ese radio real en las *Ecuacion 3.5* y en la posterior de Glinka y de la TDC, para el cálculo de la tenacidad. El radio exacto de cada probeta fue medido empleando un proyector de perfiles, y la tensión en el fondo de la entalla se calculó como:

$$\sigma_{tip} = k_t \frac{F}{A_0} \qquad 3.5$$

donde $k_t$ es el factor de concentración de tensiones, $F$ la fuerza aplicada y $A_0$ la sección de la probeta en la zona central. Este factor de concentración se calculó mediante un ajuste de los valores obtenidos en las simulaciones realizadas para los diferentes radios nominales. En la *Figura 3.12* se muestra la representación del valor de $k_t$, en función del radio de entalla. Se han representado los puntos correspondientes a los radios 1; 0,8; 0,5 y 0,2 mm frente a la relación entre la tensión remota y $\sigma_{tip}$ obtenida en las simulaciones, y se ha ajustado una curva potencial (*Figura 3.12*), pudiendo así obtener un valor del factor de concentración de tensiones para cada probeta.

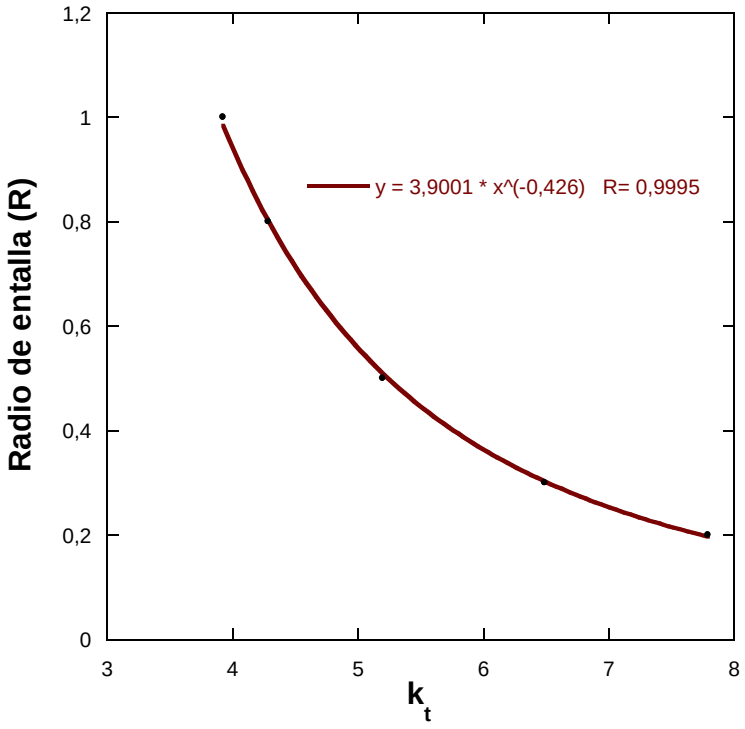


*Figura 3.12. Gráfica $k_t$ frente al radio de fondo de entalla*

Una vez obtenida la $K_C^N$, pueden aplicarse las expresiones de la Teoría de las Distancias Críticas (TDC) para obtener la tenacidad de fractura del material, $K_{IC}$. Empleando el método del punto, y considerando un estado tensional cerca del fondo de entalla que obedece la ecuación de Creager-Paris [3], se obtiene la siguiente expresión para el cálculo de la tenacidad de fractura del material [1]:

$$K_{IC} = K_C^N \frac{1+\frac{2\rho}{L}}{\left(1+\frac{\rho}{L}\right)^{3/2}} \qquad 3.6$$

Para la aplicación de la *Ecuación 3.6* es necesario conocer uno de los parámetros de la TDC, la distancia crítica *L*. Para el cálculo de este parámetro se utilizaron, de nuevo, las simulaciones por elementos finitos que se describirán en la *Sección 3.5*.

#### 3.4.1.3 *Ensayos de fractura*

Para preparar probetas para los ensayos de fractura se emplearon probetas sin entalla de igual geometría que en los ensayos estáticos de tracción, sobre las que se generará una fisura de forma manual, mediante la técnica de deslizamiento (*sliding*), haciendo pasar una cuchilla a lo largo del canto de la probeta en uno sólo de los lados. El equipo utilizado para la aplicación de la cuchilla sobre la probeta se muestra en la *Figura 3.13*.

La cuchilla empleada para realizar las fisuras, era una cuchilla de microtomo cuyo diámetro de la curvatura del filo era de 5.3 µm (Figura 3.14). El valor del radio de la cuchilla se midió con la ayuda del microscopio electrónico de barrido, tras romper por flexión la cuchilla una vez fragilizada por inmersión en nitrógeno líquido.

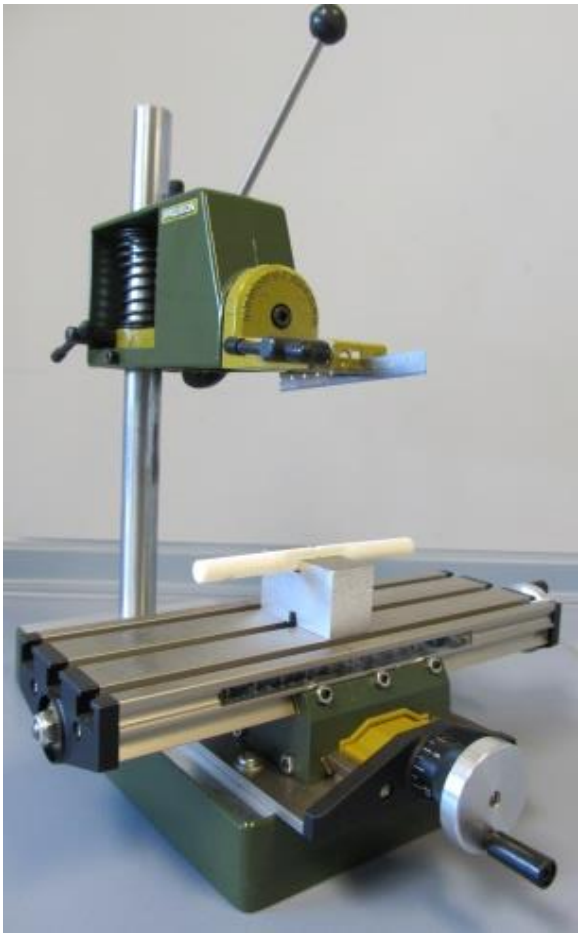

*Figura 3.13. Equipo de generación de fisuras mediante la técnica de sliding.*

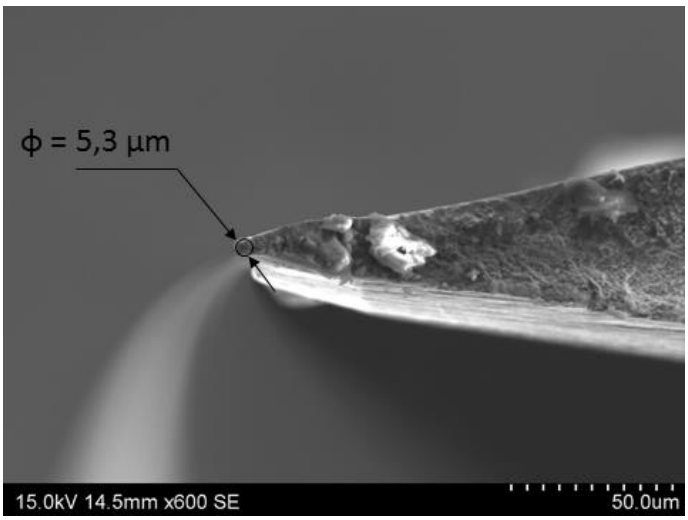


*Figura 3.14. Imagen del radio del filo de la cuchilla.*

Se seleccionó esta cuchilla para asegurar que se tenía un radio de fondo de entalla de menos de 10 µm, valor límite aplicado para poder considerar el corte mecanizado como una grieta natural y poder utilizar la teoría de la Mecánica de la Fractura Elástico Lineal en el cálculo del factor de intensidad de tensiones, $K_I$, y a partir de éste, el valor de la tenacidad de fractura, $K_{IC}$.

$$K_I = F(a/b)\sigma_{tip}\sqrt{\pi a} \qquad 3.7$$

Donde $F(a/b)$ es el factor de forma que está tabulado en función de los parámetros geométricos *a* y *b* de la probeta (*a* es la profundidad de la entalla y b el ancho de la probeta) y de la posición de la fisura en la probeta. Para las probetas de esta tesis, el factor *F* viene dado por la expresión:

$$F\left(a/b\right) = 1{,}122 - 0{,}231\left(a/b\right) + 10{,}550\left(a/b\right)^2 - 21{,}710\left(a/b\right)^3 + 30{,}382\left(a/b\right)^4 \qquad 3.8$$

que es aplicable para relaciones de $a/b \leqslant 0.6$ con un margen de error del 0.5% [65].

Las fisuras se trataron de realizar con una longitud de 3 mm, siempre sin llegar al valor de 4.5 mm que sería el límite para poder aplicar el factor de forma *F* de la *Ecuación 3.7* dado que el ancho de la probeta era de 7.5 mm. Los valores exactos de longitud inicial de grieta se midieron tras los ensayos con la lupa Motic SMZ-168-TL (*Figura 3.15*).

*Figura 3.15. Lupa Motic SMZ-168-TL*

Para hallar el instante de la rotura de las probetas, se representaron las gráficas de fuerza-desplazamiento determinadas en los ensayos mediante la máquina de ensayos y la videoextensometría, respectivamente (*Figura 3.17*).

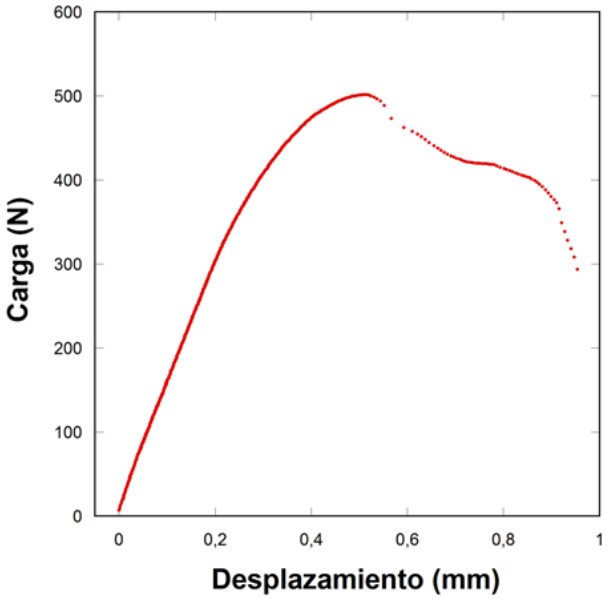


*Figura 3.16.* Curva fuerza-desplazamiento de un ensayo de probeta fisurada

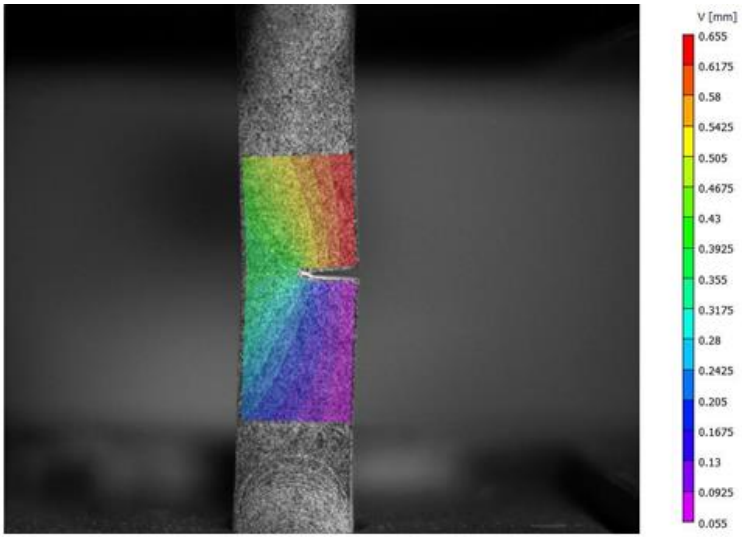


*Figura 3.17. Campo de desplazamientos previo a la rotura de una probeta fisurada obtenido con el software Vic2D*

El valor de la fuerza que se utiliza en el cálculo de la tenacidad de fractura, $P_q$, se obtiene como intersección de una recta cuya pendiente es el 95% de la pendiente del tramo recto inicial de la curva fuerza-desplazamiento. El punto de intersección entre esta recta y la curva experimental es el valor $P_q$ (*Figura 3.18*).

Para poder considerar aplicable la Mecánica de Fractura Elástico Lineal $P_q$ ha de ser menor que 1,1 $P_{max}$, la máxima carga registrada en el ensayo.

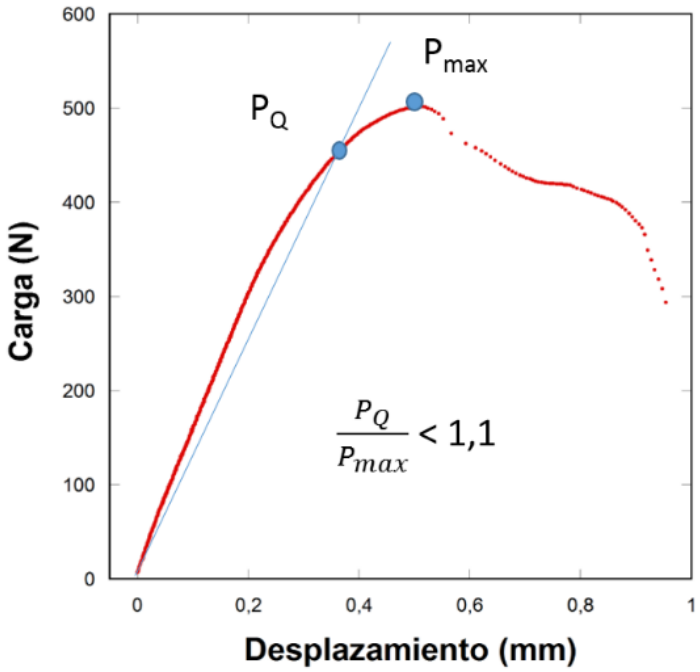


*Figura 3.18. Gráfica descriptiva de la metodología de obtención de $P_q$.*

### 3.4.2 *Ensayos a alta velocidad de deformación*

Los ensayos de tracción con probetas lisas y con probetas entalladas y los ensayos de fractura se realizaron también a altas velocidades de deformación. Se ha explicado en la descripción de la geometría de las probetas, como su forma incluía una zona de transición entre sección circular y sección rectangular debido a la necesidad de roscar las probetas al equipo de ensayos a altas velocidades de deformación, y querer usar el mismo tipo de probetas para las diferentes condiciones de ensayo.

El equipo empleado en esta tesis doctoral ha sido una barra Hopkinson de tracción diseñada y construida en su totalidad por profesores y personal del taller mecánico de la Universidad Rey Juan Carlos.

#### 3.4.2.1 *Descripción del equipo de barra Hopkinson*

El esquema del dispositivo de Barra Hopkinson utilizado en este trabajo para la realización de los ensayos de tracción se representa en la *Figura 3.19*. La probeta que se desea ensayar se encuentra unida a dos barras alineadas, incidente y transmisora, instrumentadas con bandas extensométricas, de manera que registren los pulsos de deformación generados durante el ensayo.

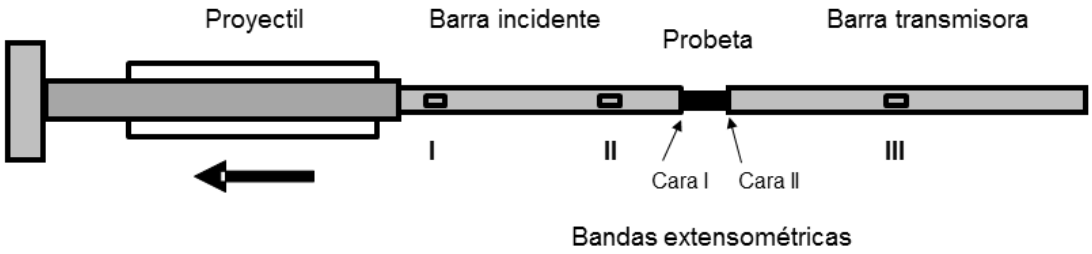


*Figura 3.19. Esquema general de la barra Hopkinson de tracción*

La carga impulsiva se origina mediante el impacto de un proyectil con forma de tubo que, una vez acelerado en un cañón de aire comprimido, choca contra el extremo de la barra incidente. Como consecuencia del impacto se produce un pulso de tracción aproximadamente trapezoidal que se propaga por la barra, alcanzando la probeta y generando en ella el estado de tensión deseado. Las ondas incidente, transmitida a la segunda barra y reflejada de vuelta en la barra incidente, son captadas posteriormente por los puentes de bandas extensométricas y transformadas en deformaciones y tensiones en las barras incidente y transmisora.

El dispositivo de Barra Hopkinson de tracción del que dispone el Departamento de Tecnología Química, Energética y Mecánica de la Universidad Rey Juan Carlos (*Figura 3.20*) consta de una bancada de ensayos, dos barras (incidente y transmisora), un

proyectil con su correspondiente sistema de disparo, un dispositivo de alineamiento, tres puentes de bandas extensométricas para registrar las deformaciones generadas y el correspondiente sistema de adquisición de datos; además, el equipo se complementa con una cámara de video de alta velocidad y un sistema de iluminación que permite grabar secuencias de los ensayos a 770.000 imágenes/segundo. A continuación, se describen los elementos del dispositivo experimental utilizado, cuyas características son propias de cada laboratorio, dado que no existe un diseño normalizado.

Las diferentes partes que componen la barra Hopkinson utilizada en la realización de esta tesis son:

- *Bancada de ensayos*. Es una estructura rígida de acero, formada principalmente por una viga continua HEB 200 de 7 metros de longitud, apoyada sobre el mediante un sistema de patas metálicas nivelables. A ella se unen los soportes de las barras incidente y transmisora, el sistema de disparo del proyectil y, eventualmente, el sistema de iluminación para poder tomar imágenes de videoextensometría de alta velocidad de los ensayos dinámicos.

*Figura 3.20. Imagen de la barra Hopkinson utilizada en los ensayos experimentales*

- *Barras*. El método de ensayo descrito implica la utilización de dos barras, incidente y transmisora, instrumentadas con bandas extensométricas montadas en forma de puentes de Wheatstone, que constituyen la base de medida de las deformaciones y tensiones producidas. Las barras tienen una longitud de 2 m cada una, son de sección circular de radio exterior 6 mm, siendo de sección maciza la barra incidente y tubular de radio interior 3 mm, la transmisora. La geometría de las barras a utilizar y el material en el que se fabriquen debe elegirse atendiendo principalmente a las propiedades del material de las probetas a ensayar. Dado el bajo módulo de elasticidad y densidad de los materiales poliméricos, se buscó un material metálico ligero con una impedancia lo más cercana posible a la de los polímeros, y al mismo tiempo, que no presente dispersión ni atenuación en la propagación de ondas elásticas. Finalmente se escogió una aleación de aluminio 6060, con tratamiento térmico T6.

- *Cañón de aire comprimido y proyectil*. La onda de tracción se genera mediante el impacto de un proyectil cilíndrico hueco de 1 m de longitud, fabricado en el mismo material de las barras, contra el extremo de una barra unida mecánicamente mediante una unión roscada a la barra incidente, tal y como se muestra en el esquema de la barra Hopkinson empleada (*Figura 3.19*). Para acelerar el proyectil se dispone de una línea de aire comprimido que permite impulsar con hasta 8 bares de presión, aunque en los ensayos realizados en esta tesis se empleó una presión máxima de 3 bares. El cañón tiene una longitud de 3 m para que el proyectil pueda acelerarse antes de impactar con el extremo de la barra incidente y está fabricado en acero. El proyectil recorre el cañón apoyado en unos casquillos de teflón para disminuir la pérdida de energía por rozamiento y conseguir, por tanto, la máxima velocidad de impacto.

- *Sistema de alineamiento*. Para garantizar en la mayor medida posible la hipótesis de propagación unidimensional de ondas elásticas, en la que se basa la teoría aplicable al ensayo de la barra Hopkinson, es fundamental asegurar un buen alineamiento de

proyectil, barras y probeta. Para ello, las barras se apoyan en unos casquillos de teflón colocados en unos soportes móviles que, a su vez, se colocan sobre unos patines preparados para deslizar sin holguras sobre una guía de acero que, colocada sobre la bancada, garantiza el alineamiento de las barras.

- *Puentes de bandas extensométricas*. Para medir las deformaciones en las barras producidas por el paso de la onda de tensión elástica, se utilizan tres puentes de Wheatstone con cuatro ramas activas de bandas extensométricas. Las bandas utilizadas son de la marca VISHAY, tipo N2A-13-T004K-350 y se han instalado a una distancia de 30 cm de cada extremo en la barra incidente, y a 30 cm del extremo en contacto con la probeta, en la barra transmisora. El motivo de colocar dos puentes de bandas en la barra incidente, es poder trabajar con ondas lo más largas posibles, ya que entre ambas señales se pueden separar la onda incidente y reflejada aunque estén solapadas temporalmente, en una misma sección de la barra. Las cuatro bandas del puente de Wheatstone (*Figura 3.21*) se colocan de forma que se compensen las deformaciones térmicas debidas a cambios de temperatura, y las deformaciones de flexión en la barra, consecuencia de una posible excentricidad de la fuerza aplicada.

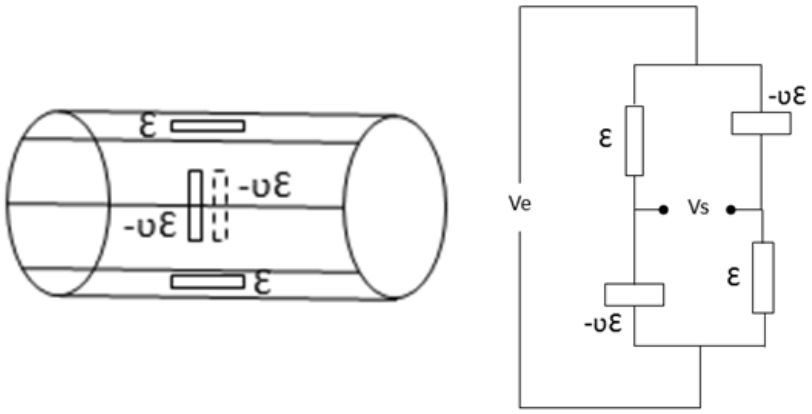


*Figura 3.21. Puentes de Wheatstone. Izquierda: disposición en barra. Derecha: esquema del circuito eléctrico*

- *Sistema de adquisición de datos*. El sistema de adquisición de datos consta de dos elementos, como se puede observar en la *Figura 3.22*: el acondicionador de

señal *VISHAY 2200*, y el osciloscopio marca *TEKTRONIX* modelo *TDS 2024*. El acondicionador de señal alimenta los puentes de bandas extensométricas con un voltaje de entrada, $V_0$, y amplifica la señal que proviene de ellos con un valor de ganancia, *G*. La señal analógica es enviada a un osciloscopio donde se digitaliza para ser transmitida a un ordenador, donde se recogen los datos mediante un software para su posterior tratamiento.

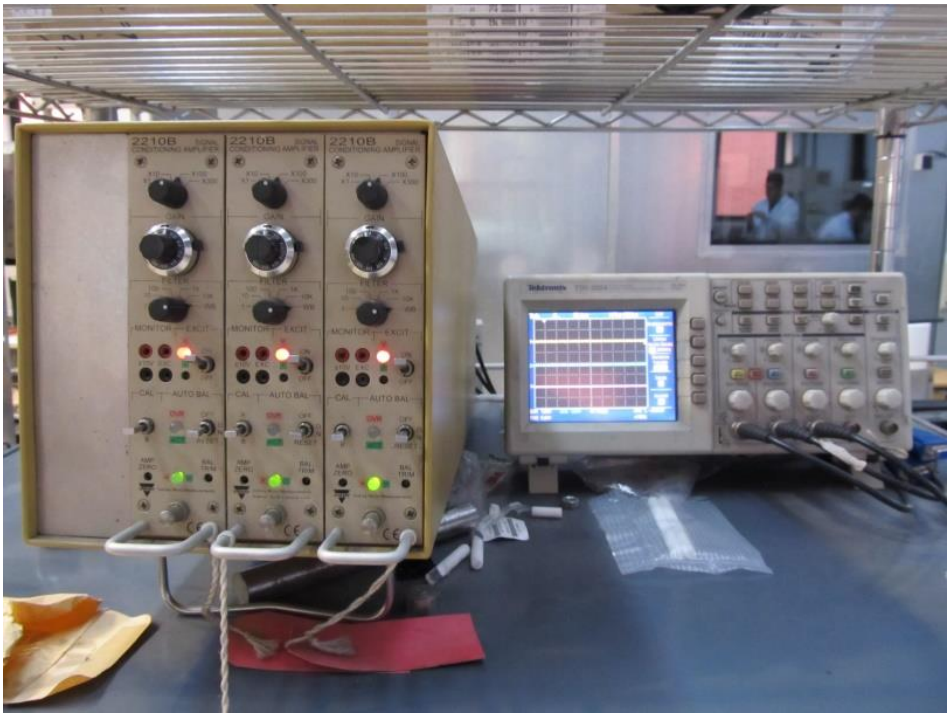


*Figura 3.22. Imagen equipos de adquisición de señal*

La señal de salida de las bandas extensométricas, *Vs*, se convierte directamente en deformación con la fórmula siguiente:

$$\varepsilon = \frac{V_s}{V_e}\frac{2}{K(1+\upsilon)G} \qquad 3.9$$

donde *K* es el factor de banda de las bandas extensométricas empleadas (2.1 valor nominal dado por el proveedor) y $\upsilon$ es el coeficiente de Poisson del material de las barras donde van adheridas las bandas.

- *Videoextensometría de alta velocidad*: se ha empleado una cámara de alta velocidad de grabación modelo PHOTRON SA-5, con la finalidad de determinar el momento en el que se produce la rotura de la probeta e intentar obtener la curva deformación-tiempo de la misma. La cámara tiene capacidad para grabar desde 50 a 770.000 fps con una velocidad de obturación de hasta $10^6$ secuencias/s y una resolución entre 1024x1024 a 128x24 píxeles, en función de la velocidad de adquisición, a mayor velocidad más limitada es la resolución.

La grabación de imágenes, en los ensayos en barra Hopkinson realizados en esta tesis, se ha realizado a 300.000 imágenes/s en un plano cenital de la probeta, con una velocidad de obturación de 1/300.000 y una definición de 128x64 píxeles. La velocidad de obturación coincide con el tiempo entre la adquisición de una imagen y la siguiente.

Debido a la velocidad de grabación existe una gran necesidad de aporte lumínico en la probeta durante el ensayo, que se ha conseguido mediante dos lámparas de 650 W situadas en la distancia focal de dos deflectores plano-parabólicos (*Figura 3.23*).

*Figura 3.23. Sistema de adquisición de imágenes y detalle del sistema de iluminación*

El software utilizado fue Vic 2D. Para su uso es necesario crear un patrón aleatorio en la superficie de la probeta a medir. Este patrón está formado por puntos colocados de forma aleatoria mediante tinta permanente de forma manual (*Figura 3.24*).

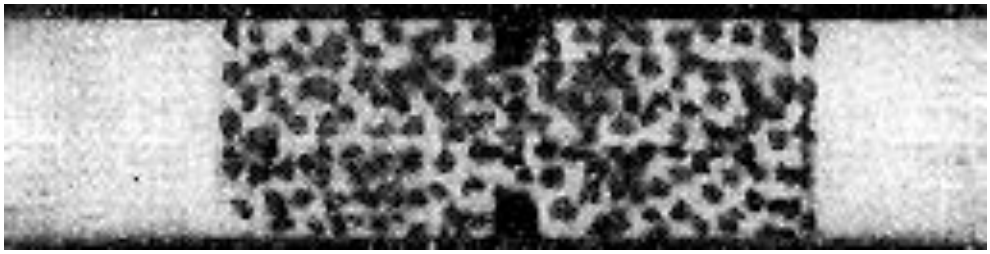

*Figura 3.24. Detalle del patrón de puntos para el análisis por videoextensometía de una probeta entallada*

La videoextensometría ha resultado útil a la hora de determinar el tiempo que transcurre desde que se inicia la carga hasta que se produce su rotura, con una precisión de ± 1 imagen.

Los datos de desplazamientos y deformaciones obtenidos mediante videoextensometría se intentaron validar mediante dos metodologías diferentes. En primer lugar se obtienen los datos a través de las expresiones correspondientes al análisis de la barra Hopkinson (*Ecuaciones 3.10 a 3.15, que se explicarán posteriormente*). En segundo lugar, se realizan medidas mediante una banda extensométrica pegada en la propia probeta. Las bandas utilizadas para este fin son de la marca Vishay modelo C2A-06-250LW-350 (*Figura 3.25*).

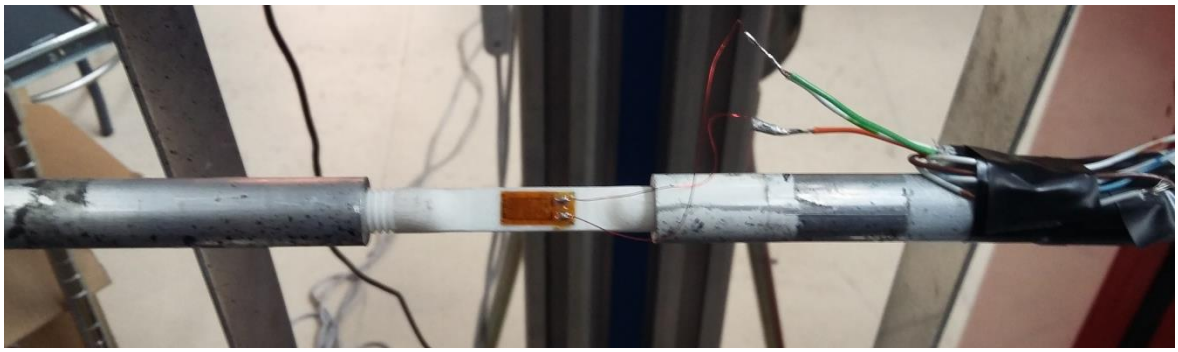

*Figura 3.25. Detalle de la instrumentación de la probeta en ensayos de validación del desplazamiento.*

La onda recogida en los puentes de Wheatstone se utiliza para la sincronización del sistema de videoextensometría. La señal enviada al acondicionador una vez amplificada, se usa para activar el disparador de la cámara. Esta señal está limitada a un valor de 10 voltios superiormente e inferiormente por un valor de 5 voltios, por las especificaciones de la cámara.

Estas necesidades en las características de la señal fijan el rango de amplificación posible para mantenerse dentro de esos límites. De esta manera cuando la señal supere el valor de 5 V la cámara empezará la grabación de imágenes.

Para evitar la pérdida de información en la adquisición de las imágenes, se fijan las condiciones para el disparador de la cámara, configurándose la realización de grabación continua y un inicio de adquisición con la entrada de la señal centrado. Esto nos permite disponer de imágenes antes y después de que la onda inicie su recorrido a través de la barra Hopkinson, no perdiendo ninguna información del ensayo de tracción al que se ve sometida la probeta.

El control de la iluminación es manual, procediéndose al encendido y posterior desconexión a la finalización del ensayo mediante un sistema simple de interruptores. Se ha comprobado que el calor generado por el sistema de iluminación no da lugar a aumentos de temperatura relevantes en las probetas durante los ensayos, el control de la temperatura en la probeta se ha realizado mediante la colocación de termopares en contacto con la probeta.

#### 3.4.2.2 *Descripción de ensayos*

Las probetas utilizadas en estos ensayos son las mismas que las utilizadas en los ensayos estáticos, con la geometría mostrada en las *Figuras 3.10 y 3.11*. Estas probetas, por las necesidades geométricas del equipo de barra Hopkinson, tienen una serie de peculiaridades que se resumen en a continuación.

Las probetas tienen sección circular en las zonas de agarre, lo que permite su roscado para poder sujetarlas a las barras y aplicar la carga de tracción. Por otro lado, el

mecanizado de las entallas y fisuras se realizaron sobre sección rectangular central, para facilitar su ejecución. En el caso de los ensayos de fractura, si la sección no fuera rectangular, y se mantuviera la sección cilíndrica de las zonas de sujeción, sería necesario introducir una fisura circunferencial con la misma profundidad y geometría a lo largo de todo su perímetro, complicando mucho el mecanizado. Al mismo tiempo la geometría plana facilita la toma de imágenes para videoextensometría a alta velocidad de deformación. En el caso de las probetas de sección rectangular, aparece un único plano de reflexión de la luz y una única distancia focal es suficiente para tener una imagen nítida de la probeta. En el caso de probetas cilíndricas no existe un único plano de reflexión de la luz, apareciendo zonas más iluminadas y otras menos. Como consecuencia de la distancia cambiante entre la cámara y la probeta, sería necesario ampliar la profundidad de campo para evitar zonas desenfocadas, lo que reduciría el detalle de la imagen y dificultaría la correlación digital de imágenes posterior, perdiendo información y precisión en la medida de la deformación durante el ensayo.

Por estos motivos, se optó por las probetas de sección central rectangular y zona de amarre cilíndrica. La transición entre la zona cilíndrica y la zona de sección rectangular se ha diseñado limitando al máximo la posible concentración de tensiones. En el inicio y final de la zona de transición de la probeta, el plano tangente a la geometría es perpendicular a la sección transversal y la pendiente del plano tangente a lo largo de la sección varía de la forma más suave posible, teniendo en cuenta la reducción de las dimensiones necesaria para llegar a la sección rectangular. Esta transición está también condicionada por las dimensiones de la probeta.

El proceso de determinación de las propiedades del material en un ensayo en barra Hopkinson parte de las señales registradas en los puentes de bandas extensométricas de las barras y se basa en la teoría de propagación unidimensional de ondas elásticas en barras de geometría cilíndrica. Además de estas señales fue necesario, en algunos ensayos, emplear bandas extensométricas sobre la propia probeta, con la intención de obtener directamente una medida de la deformación en la zona central. Para este fin se eligieron bandas extensométricas marca VISHAY, modelo N2A-13-T004K-350 en las barras incidente y transmitida y del modelo C2A-06-250LW-350 para las utilizadas en

medidas directas de deformación en la probeta. El montaje sobre la probeta fue de 1/4 de puente, es decir, con una única rama activa, y con configuración de tres hilos para anular el efecto debido a la resistencia del cable de conexión.

La ecuación que permite obtener la deformación medida por el puente de Wheatstone para cuatro ramas activas de las bandas de las barras, a partir de la señal registrada en el osciloscopio es:

$$\varepsilon = \frac{V_S}{V_e}\frac{2}{K(1+\nu)G} \qquad 3.10$$

donde $V_e$ es el voltaje de alimentación del puente de bandas, $V_s$ es el voltaje de salida del osciloscopio ya amplificado mediante el acondicionador de señal con la ganancia $G$, $K$ es el factor de banda de las galgas extensométricas que forman el puente de Wheatstone y $\nu$ es el coeficiente de Poisson del material de las barras.

En el caso de la banda montada en 1/4 de puente sobre la probeta, la deformación puede calcularse a partir de la señal registrada en el osciloscopio mediante la expresión:

$$\varepsilon = \frac{V_S}{V_e}\frac{4}{KG} \qquad 3.11$$

A partir de las ondas registradas en las bandas se pretende calcular las fuerzas transmitidas por las barras en los extremos de la probeta, $F_1(t)$ y $F_2(t)$, para las barras incidente y transmisora, respectivamente, y los desplazamientos de los extremos de las barras (en contacto directo con la probeta), $u_1(t)$ y $u_2(t)$. Para calcular estas magnitudes es necesario recordar que en la barra incidente del equipo de la URJC lleva dos puentes de Wheatstone, que recogerán las señales I y II, mediante las cuales se registran el pulso incidente (señal I) a una distancia de 3,30 m del punto de impacto; y la señal superposición del pulso incidente más el reflejado (señal II) a 30 cm del extremo en contacto con la probeta de la barra. Ambas señales están desfasadas entre si un tiempo

equivalente al que la onda tarde en recorrer, ida y vuelta, la distancia entre la banda dos y el extremo de la barra (*Figura 3.19*).

Mediante estas dos señales pueden obtenerse el pulso incidente, $\varepsilon_i(t)$, y el reflejado, $\varepsilon_r(t)$, de una duración superior al tiempo necesario para que la onda recorra la mitad de la barra incidente, es decir, se puede emplear proyectiles más largos que generan pulsos más prolongados y, por tanto, mayor deformación en la probeta. En la barra transmisora sólo hay un puente de Wheatstone que recoge directamente el pulso transmitido, $\varepsilon_t(t)$.

Conocidos los pulsos incidente, reflejado y transmitido, las fuerzas y desplazamientos en los extremos de la probeta se pueden calcular según las siguientes expresiones:

$$F_1(t) = EA_i(\varepsilon_i(t) + \varepsilon_r(t)) \quad 3.12$$

$$F_2(t) = EA_t\varepsilon_t(t) \quad 3.13$$

$$u_1(t) = -c_0 \int_0^t \big(\varepsilon_i(\tau) - \varepsilon_r(\tau)\big)d\tau \quad 3.14$$

$$u_2(t) = -c_0 \int_0^t \varepsilon_t(\tau)d\tau \quad 3.15$$

donde $c_0$ es la velocidad de propagación de las ondas elásticas unidimensionales en el material de las barras, $E$ es el módulo de elasticidad del material de las barras, $A_i$ y $A_t$ son las secciones de las barras incidente y transmisora, respectivamente; $\varepsilon_i$ y $\varepsilon_r$ son las deformaciones causadas por las ondas incidente y reflejada en la barra incidente y $\varepsilon_t$ es la deformación causada por la onda transmitida en la barra transmisora. La velocidad, $c_0$, a la que la onda elástica recorre la barra se puede calcular aproximadamente mediante la *Ecuación 3.16*, que depende del módulo de elasticidad, $E$, y de la densidad del material, $\rho$:

$$c_0 = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \qquad 3.16$$

Uno de los primeros pasos en el análisis de los resultados experimentales consiste en comprobar la situación de equilibrio en la probeta durante el ensayo. Con los registros de deformación recogidos en los puentes de bandas extensométricas, y utilizando las *Ecuaciones 3.12* y *3.13*, pueda hacerse esta comprobación comparando la fuerza en la cara de la probeta en contacto con la barra incidente y la fuerza en la cara de la probeta en contacto con la barra transmisora. A partir de ahí, se calculan los valores de tensiones y desplazamientos en ambas caras de la probeta (*Ecuaciones 3.14* y *3.15*) y a partir de estos valores, la velocidad de deformación y la deformación que ha sufrido la probeta durante el ensayo (*Ecuaciones 3.17* y *3.18*).

La deformación media en la probeta puede calcularse a partir de los desplazamientos en las caras 1 y 2 (*Figura 3.19*):

$$\varepsilon(t) = \frac{u_1(t) - u_2(t)}{L} = -\frac{c_0}{L}\int_0^t (\varepsilon_i(\tau) - \varepsilon_r(\tau) - \varepsilon_t(\tau))d\tau \qquad 3.17$$

donde *L* es la longitud de la probeta entre las barras. La velocidad de deformación en la probeta puede calcularse

$$\dot{\varepsilon}(t) = -\frac{c_0}{L}\left(\varepsilon_i(t) - \varepsilon_r(t) - \varepsilon_t(t)\right) \qquad 3.18$$

La tensión en la probeta se podría calcular a partir de las fuerzas en cualquiera de las dos caras, $F_1$ o $F_2$. De estas dos opciones, ha parecido más apropiado escoger $F_2$ ya que es la contribución de una única onda, $\varepsilon_t$:

$$\sigma(t) = E\frac{A_t}{A_p}\varepsilon_t \qquad 3.19$$

En definitiva, tensión, deformación y velocidad de deformación en la probeta quedan expresadas en función de las deformaciones en las barras medidas en los puentes de Wheatstone. Admitiendo, de acuerdo con la teoría de ondas elásticas unidimensionales, que no se produce distorsión ni dispersión en los pulsos de deformación durante su propagación en las barras, los cálculos anteriores se realizan trasladando a un origen de tiempos común las ondas incidente, reflejada y transmitida. Este proceso equivale a tomar un sistema de referencia que se traslade a lo largo de las barras a la velocidad de propagación de las ondas elásticas unidimensionales. En cada posición el origen de tiempos se corresponde con el instante en el que la onda elástica alcanza esa posición.

En este estudio, la velocidad de propagación de las ondas se considera constante para todos los armónicos y, por tanto, no se produce dispersión de la onda, propagándose la señal sin cambios a lo largo de las barras del equipo.

#### 3.4.2.3 *Tratamiento de datos de probetas entalladas.*

En el caso de las probetas entalladas (*Figura 3.10*), el ensayo en barra Hopkinson se complementó con un videoextensómetro de alta velocidad que permite capturar una secuencia de imágenes y detectar el instante de la rotura. La señal de disparo se toma directamente de la señal procedente del primer puente de bandas extensométricas en la barra incidente, pulso incidente inicial, activándose las cámaras en ese instante y proporcionando un video de la evolución de la probeta durante el ensayo, la velocidad de captura de imágenes fue de 1 imagen cada 3 microsegundos.

Gracias a la simulación numérica que se describe en el próximo apartado, ha sido posible determinar el estado tensiional en la probeta en el instante de rotura y, usando la *Ecuación 3.4*, determinar el factor de intensidad de tensiones generalizado en ese instante. Este valor puede considerarse la tenacidad de fractura aparente $K_C^N$.

Una vez obtenida la $K_C^N$, pueden aplicarse las expresiones de la TDC para obtener la tenacidad de fractura del material. De los diferentes métodos de la TDC, el método empleado ha sido el del punto, según el cual la tenacidad de fractura real del material se puede determinar a partir de la tenacidad aparente de probetas entalladas usando la siguiente ecuación:

$$K_{IC} = K_C^N \frac{1+\frac{2\rho}{L}}{\left(1+\frac{\rho}{L}\right)^{3/2}} \qquad 3.20$$

Para la aplicación de la *Ecuación 3.20* es necesario conocer el valor del radio del fondo de entalla, $\rho$, y la distancia crítica, $L$

## *3.5 Simulación numérica*

Como se indicó en la sección 3.4, se han realizado ensayos de tracción sobre probetas entalladas con distintos radios en el fondo de entalla: 1; 0,8; 0,5 y 0,2 mm, y ensayos de fractura sobre probetas fisuradas. Estos ensayos se han realizado en condiciones cuasiestáticas, empleando una máquina universal de ensayos, y en condiciones dinámicas, usando una barra Hopkinson. Los resultados de estos ensayos son las cargas de rotura y las imágenes de videoextensometría, tal y como se ha explicado en los apartados anteriores del documento. Estos datos se han empleado para determinar el estado tensional en la probeta, utilizando una herramienta de simulación numérica, basada en el método de los elementos finitos. Una vez localizado el instante de rotura, gracias a la información proporcionada por el videoextensómetro, se toma el valor de fuerza que se aplica a la probeta en ese instante y se determina la distribución tensional, realizando con estos valores la curva de tensión-distancia al fondo de entalla en el instante de la rotura. Con esos datos se puede emplear la TDC, con el método del punto, para conocer dos magnitudes propias del material: una tensión característica, $\sigma_0$, y una longitud característica, L.

El uso conjunto de estas dos magnitudes permite estimar la tenacidad de fractura del material, a partir de resultados obtenidos en probetas entalladas. Esta estimación se ha comparado con los resultados obtenidos en ensayos de fractura con probetas fisuradas.

### 3.5.1 *Caso estático*

Para poder aplicar la TDC en el cálculo de la tenacidad de fractura del material en condiciones estáticas, se han realizado simulaciones por elementos finitos empleando el código comercial ANSYS, en su versión 17.2. Se han realizado simulaciones de las probetas con diferentes radios de entalla (1; 0,8; 0,5 y 0,2 mm). Aunque cada uno de los radios de fondo de entalla se han medido de forma experimental para cada probeta ensayada, en la simulación numérica se han considerado los radios nominales, es decir, se ha hecho una simulación por cada serie de ensayos de cada tamaño de radio de entalla. La carga considerada como carga de rotura para estudiar el estado tensional en la probeta, ha sido la media de todas las cargas de rotura registradas en los ensayos válidos de cada serie. En primer lugar, y asumiendo estado de equilibrio durante el ensayo, se simplificó la simulación modelizando únicamente la zona central de sección rectangular de la probeta y, debido a las condiciones de simetría del ensayo, fue necesario estudiar únicamente la mitad de la *Figura 3.26 y 3.27*. La simulación se realizó considerando un material elástico y lineal hasta rotura, con un módulo de elasticidad medido en los ensayos de 1.6 GPa, a pesar de los posibles efectos de plastificación reales, atendiendo a las indicaciones de la TDC. Se realizaron simulaciones en 3D empleando elementos hexaédricos lineales de 8 nodos, SOLID 185, y en 2D en condiciones de tensión plana y deformación plana para comprobar qué estado tensional real existía en la probeta dado que el espesor de 3 mm era pequeño. En estas simulaciones el elemento empleado fue un PLANE 182, cuadriláteros también lineales, de cuatro nudos. Estos elementos eran de mayor tamaño en aquellas zonas donde el gradiente de tensiones es menor y de un tamaño reducido, cerca de la entalla donde existe la concentración de tensiones (*Figura 3.29* ). En el caso de entallas con diferente valor de radio se hace necesario variar el tamaño de elemento, en busca de una mayor

regularidad entre la longitud de sus lados. Finalmente, la malla incluía 100 divisiones en la línea central de la probeta perpendicular a la dirección de la carga, teniendo los elementos concentrados cerca del fondo de entalla una dimensión mínima de 0,2 micras. Las condiciones de contorno empleadas fueron las siguientes: aplicación de desplazamiento en el extremo libre, sujeción en la dirección del desplazamiento en el extremo opuesto, y simetría en la cara inferior (*Figura* 3.27). Para cada valor de desplazamiento impuesto se puede obtener un valor de fuerza de reacción. Cuando este valor coincide con el de carga de rotura se analiza el estado tensional en la probeta y se extrae la curva tensión-distancia al fondo de entalla.

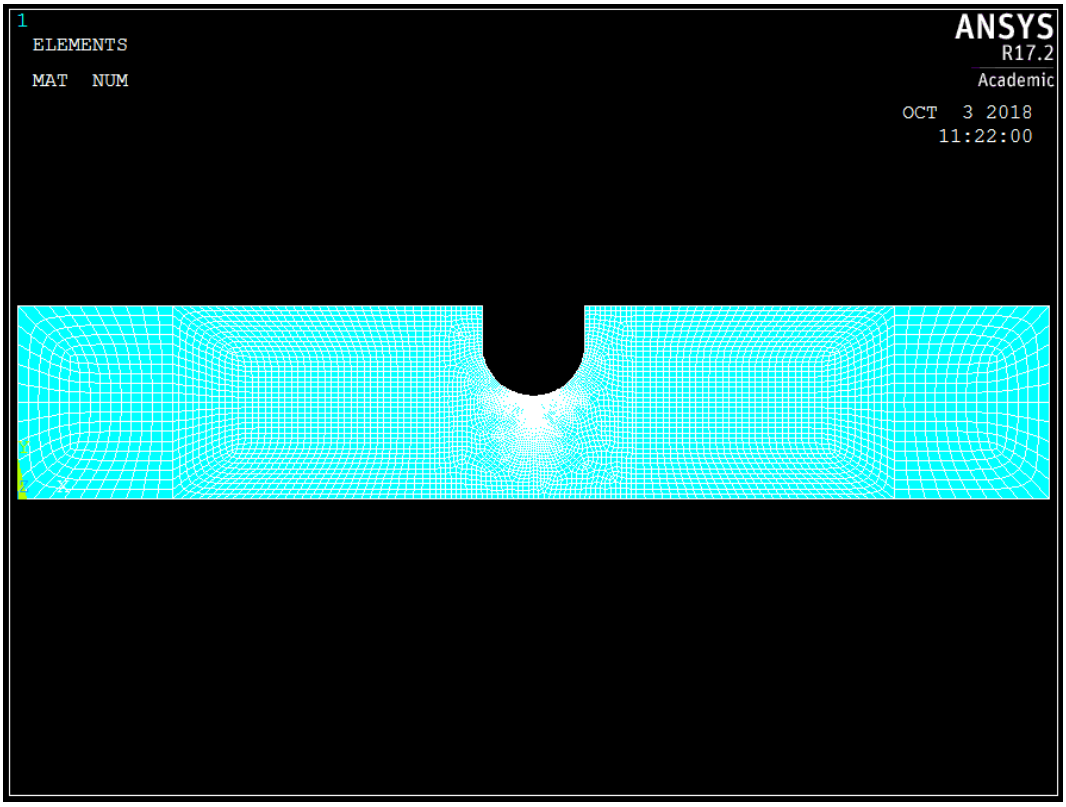


*Figura 3.26. Ejemplo de probeta entallada mallada con ANSYS (R = 1 mm)*

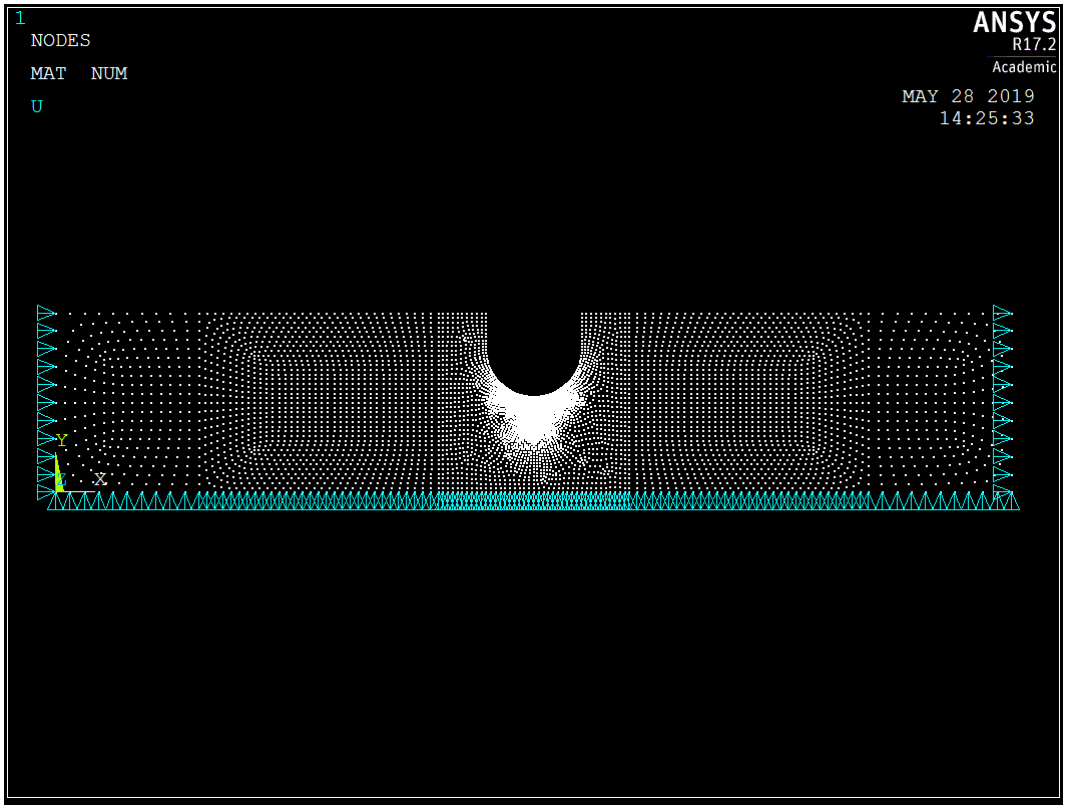


*Figura 3.27. Representación de los nodos* de probeta entallada mallada con ANSYS. *R = 1 mm*

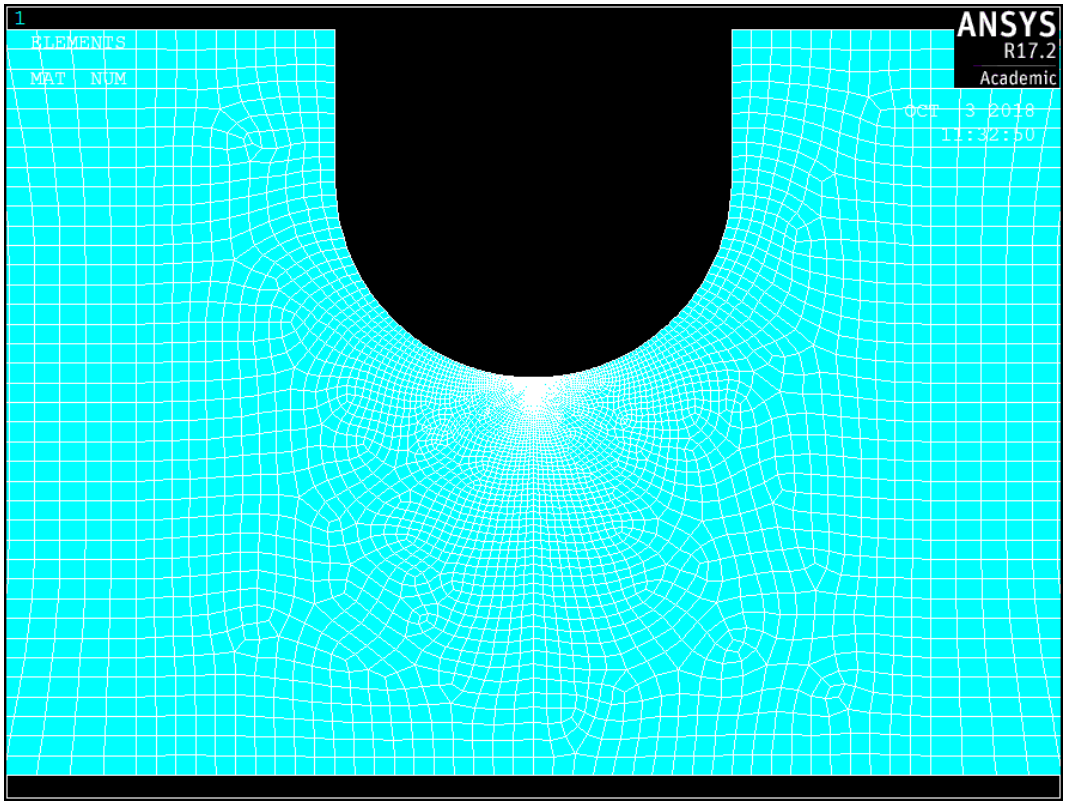


*Figura 3.28. Detalle de la malla generada con ANSYS en la proximidad de la entalla*

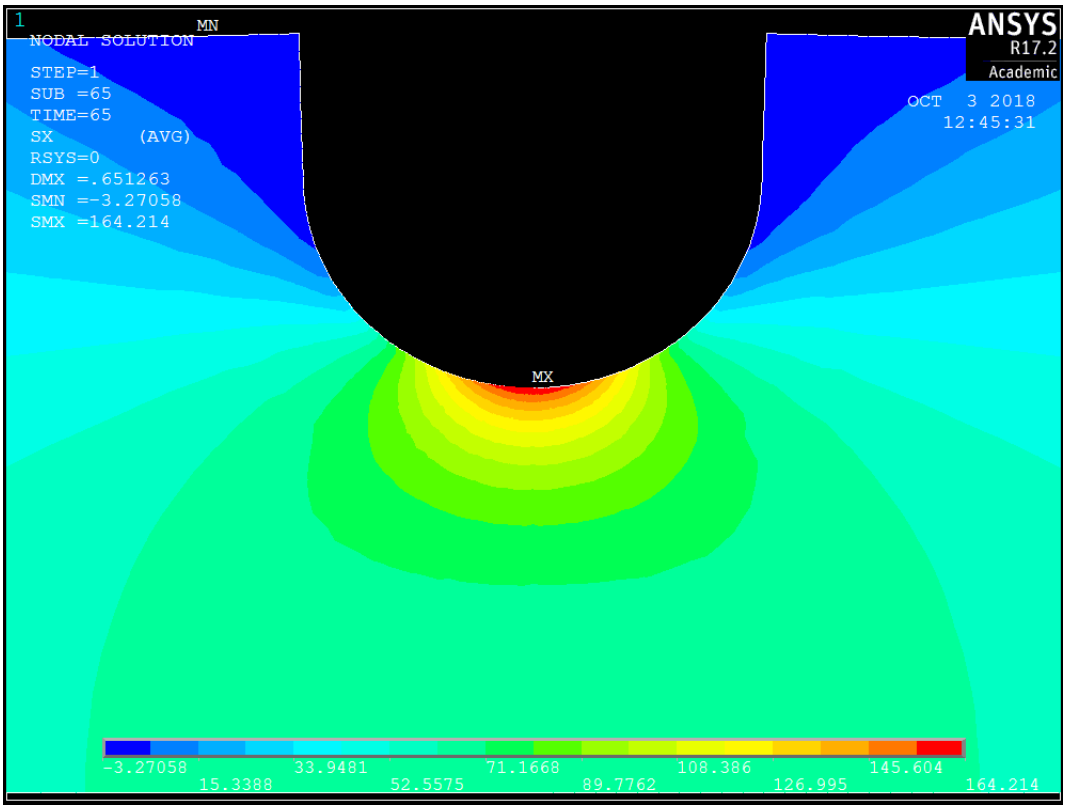


*Figura 3.29. Distribución de tensiones en la probeta obtenida con ANSYS y detalle del fondo de entalla (R = 1mm)*

Conocida la variación de la tensión a lo largo del eje de simetría de la entalla se puede representar una gráfica de tensión frente a distancia con respecto al fondo de entalla. Esto se realiza para cada uno de los valores de radio de fondo de entalla. De acuerdo a la TDC, estas curvas se deberían cortar en un único punto, pero experimentalmente no ocurre así, aunque los puntos de corte sí están muy próximos entre sí (*Figura 3.30*). Para simplificar el cálculo se ha tomado como punto de corte el de las curvas para la entalla de mayor y menor radio, en este caso, 1 mm y 0,2 mm, respectivamente (*Figura 3.31*). Este punto de corte proporciona los parámetros $\sigma_0$ y $L$ de la TDC.

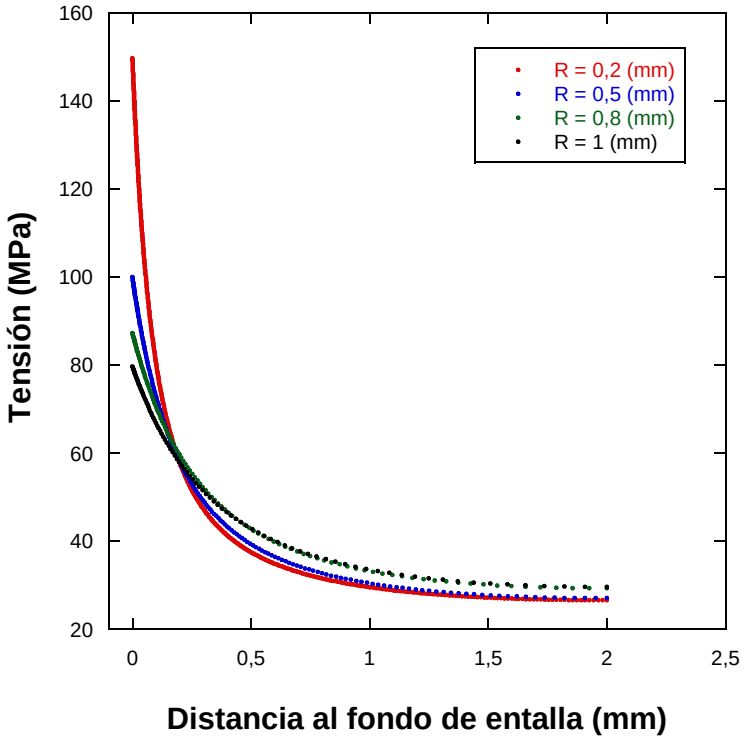


*Figura 3.30. Gráficas tensión- distancia al fondo de entalla de probetas entalladas con orientación 0˚*

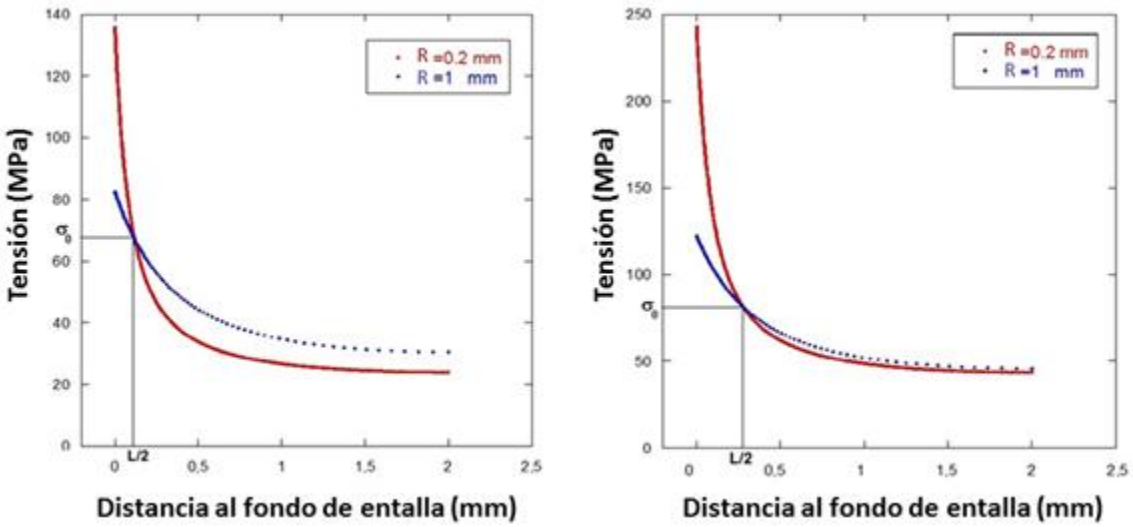


*Figura 3.31. Grafica de cálculo de los parámetros σ y L de la TDC en probetasentalladas con orientación 0˚ (izquierda) y 90° (derecha)*

Este cálculo ha sido necesario realizarlo tanto para las probetas fabricadas con orientación 0°, como para las probetas con orientación 90°.

Los resultados de las curvas tensión-distancia al fondo de entalla pueden verse en la *Figura 3.31*. Con el valor de *L*, e introduciendo los valores de $K_C^N$ en la *Ecuación 3.4* se procede al cálculo de $K_{IC}$.

### 3.5.2 *Caso dinámico*

Las simulaciones numéricas dinámicas se han realizado con el código explícito no lineal LS-DYNA. La geometría de las probetas simulada coincide con la indicada en la *Figura 3.32*.

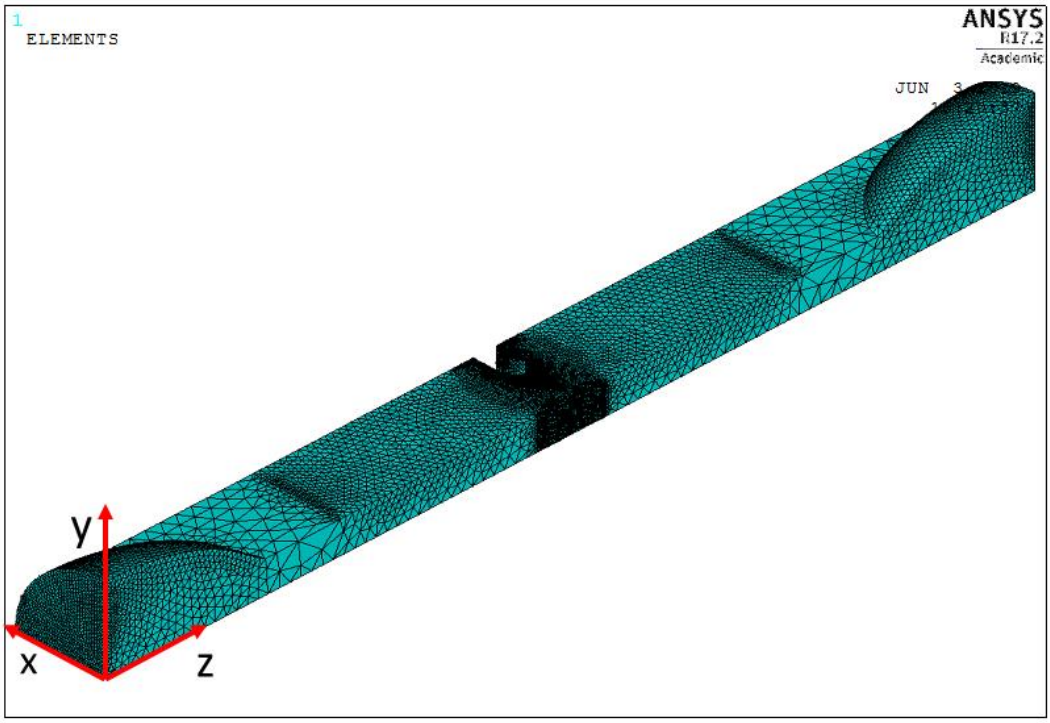


*Figura 3.32. Imagen de la geometría analizada mediante LS-DYNA*

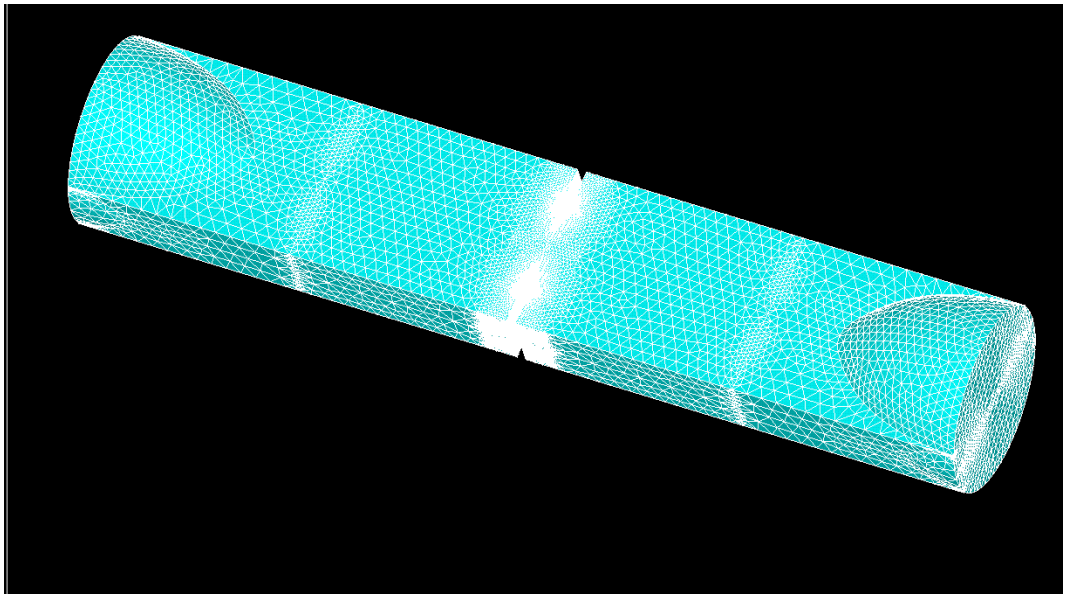

*Figura 3.33. Imagen de la malla empleada en LS-DYNA*

La simulación se ha realizado en 3D con elementos tetraédricos de 10 nodos (4 puntos de integración), debido a la complejidad de la geometría de la probeta en la zona de transición entre la sección circular de la unión roscada y la sección central plana. Aprovechando la simetría del problema sólo se ha trabajado con una cuarta parte de la probeta, empleando como planos de simetría los planos XZ y YZ, siendo Z el eje de la probeta y la dirección de aplicación de la carga con la barra Hopkinson. Se ha intentado tener un mallado de elemento adecuado, manteniendo la relación de dimensiones 1:2:1, considerada como óptima en eventos dinámicos [66], con dimensión mínima de tamaños cerca de la entalla de 20 µm y hasta 60 µm en la zona central y en las zonas de cambio de geometría. La zona cercana a la entalla requería una malla más fina por la concentración de tensiones y para obtener suficientes puntos en las curvas de tensión-distancia al fondo de fisura empleadas en la Teoría de Distancias Críticas. Se ha utilizado un modelo de material elástico lineal con módulo de elasticidad de 4 GPa y coeficiente de Possion de 0.4. En la *Figura 3.33* se muestra una imagen de la malla completa utilizada. Se han aplicado como condiciones de contorno la historia de las velocidades medidas experimentalmente en las barras incidente y transmisora en cada extremo de la probeta. Una vez impuesta la historia de velocidades en cada extremo de la probeta,

se ha analizado la distribución de tensiones en el plano de la entalla en el instante temporal coincidente con la rotura de la probeta.

Este tiempo de rotura se ha determinado con las imágenes grabadas con la cámara de alta velocidad.

# Capítulo 4:

# Resultados y discusión

# 4 Resultados y discusión

En este capítulo se presentan los resultados de los ensayos experimentales realizados en este trabajo. Se incluyen los resultados obtenidos sobre probetas lisas, entalladas y fisuradas. Los ensayos sobre probetas lisas se realizaron para determinar el comportamiento mecánico general del material en las dos direcciones principales de fabricación. Las probetas entalladas constituyen el núcleo principal del trabajo con la intención de disponer de datos experimentales sobre los que se puedan aplicar los criterios de rotura. En este caso, se va a utilizar una metodología basada en la *Teoría de las Distancias Críticas*. Por último, se realizaron ensayos de fractura sobre probetas fisuradas para usarlos como referencia en la comparación con los resultados obtenidos con la TDC en las probetas entalladas. En todos los casos, los ensayos se han realizado con probetas fabricadas en dos direcciones: 0° y 90° con respecto al eje de la probeta y al eje de aplicación de la carga de tracción. Para estudiar el efecto de la velocidad de deformación en el comportamiento de la PA12 fabricada por SLS, se han realizado ensayos en condiciones estáticas y dinámicas. Más adelante se detallarán los valores concretos de velocidad de carga utilizados

## *4.1 Propiedades físicas*

### 4.1.1 *Densidad*

Los valores de densidad obtenidos en función de la dirección de fabricación se recogen en la *Tabla 4.1*. Los resultados muestran que no existe diferencia apreciable en función de la dirección de fabricación, ya que los valores medios correspondientes a las orientaciones de 0° y 90° están dentro de los intervalos de incertidumbre, siendo por tanto indistinguibles en términos estadísticos.

| | Densidad (g/cm$^3$) | |
|---|---|---|
| | **Paralelas (0°)** | **Perpendiculares (90°)** |
| 1 | 0,9841 | 0,9907 |
| 2 | 0,9751 | 0,9859 |
| 3 | 0,9816 | 0,9837 |
| 4 | 0,9863 | 0,9785 |
| **media** | **0,982 ±0,005** | **0,985±0,005** |

*Tabla 4.1. Resultados de densidad en probetas fabricadas mediante SLS*

El valor de referencia de la densidad de la poliamida sin porosidad, que es de 1,02 g/cm$^3$ [49], permite estimar el grado de porosidad de las probetas fabricadas, que ha resultado ser de 3,7% y 3,4%, para las probetas fabricadas con las orientaciones de 0° y 90°, respectivamente. Por otro lado, los resultados obtenidos pueden compararse con los valores del polvo de origen, facilitados por el fabricante. Se observa una variación del 113 %, desde un valor de 0,46 g/cm$^3$, hasta valores en torno a 0,98 g/cm$^3$ tras el proceso de fabricación por la técnica aditiva de SLS.

### 4.1.2 *Propiedades térmicas*

Los ensayos de DMA y DSC, proporcionan valores de la $T_g$ y del grado de cristalinidad de las probetas fabricadas en las dos orientaciones estudiadas en este trabajo. En la *Figura 4.1* se muestran los resultados de un ensayo de DMA sobre probeta fabricada en la orientación 0°, donde pueden verse los valores del módulo de almacenamiento, del módulo de pérdidas y de la tangente de pérdidas, *tan* $\delta$.

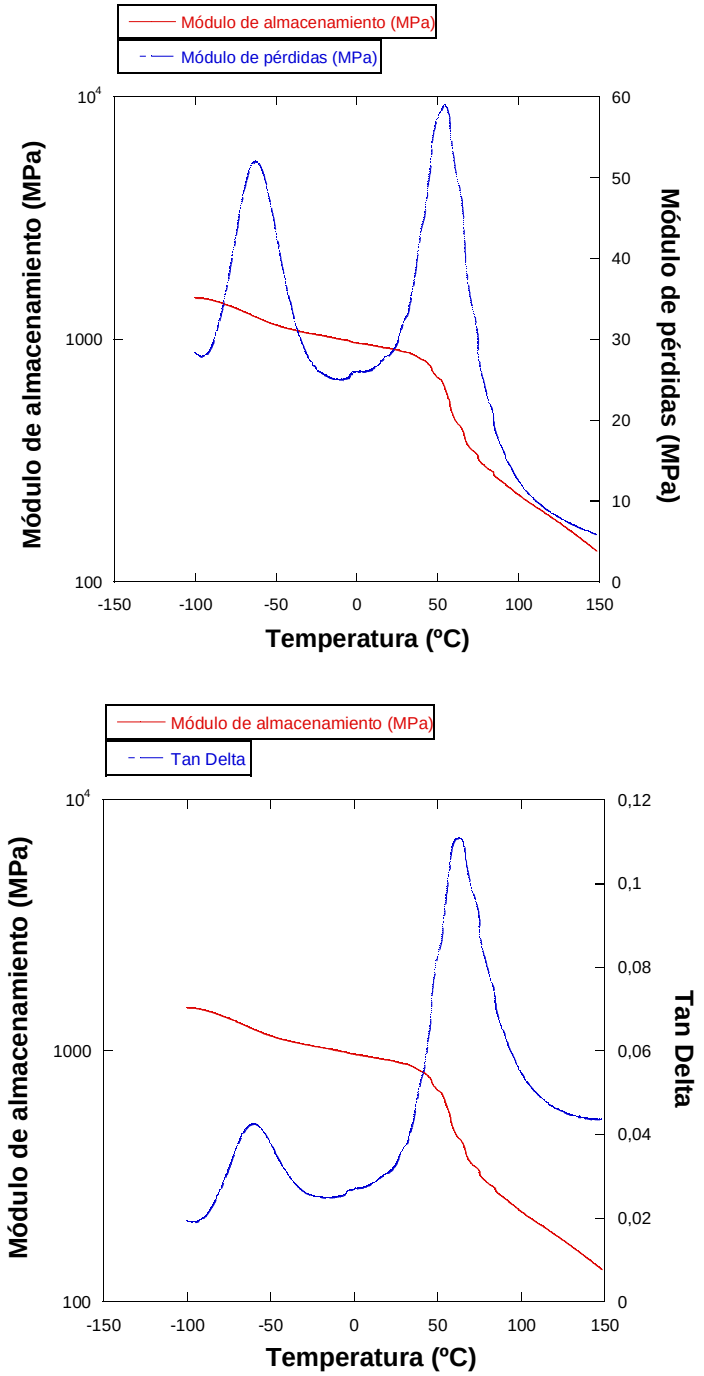


*Figura 4.1. Ensayo de DMA en probetas con orientación 0° a 1 Hz*

En la *Figura 4.2* se incluye la misma información para una probeta fabricada con orientación 90°.

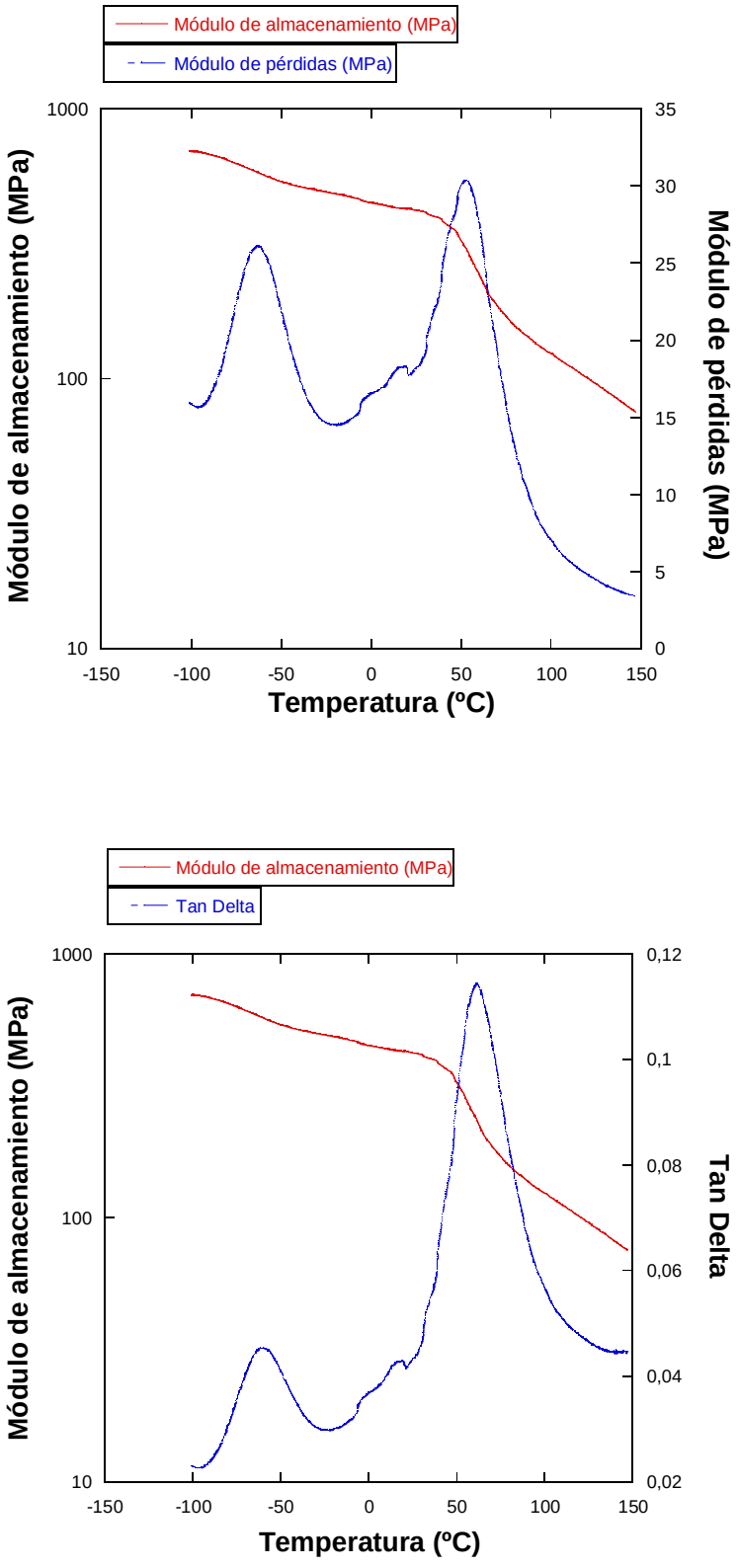


*Figura 4.2. Ensayo de DMA en probetas con orientación 90° a 1 Hz*

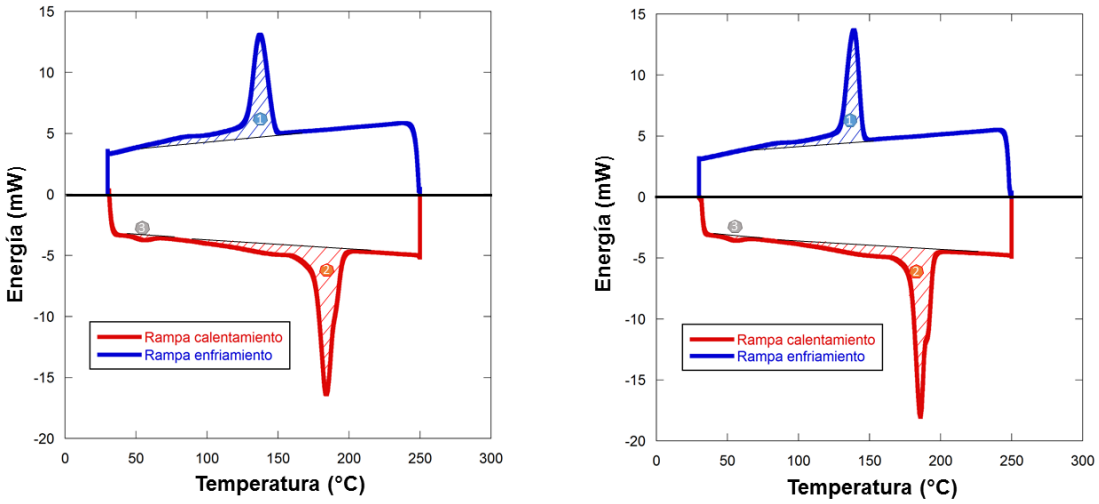


*Figura 4.3. Ensayo de DSC en probetas con orientación 0°(izquierda) y orientación 90°(derecha). Regiones: 1)Entalpía de recristalización; 2)Entalpía de fusión y 3)Pico correspondiente a la Tg*

A la vista de las figuras anteriores, se observa que los valores de las temperaturas de transición (transición vítrea y transición β) son aproximadamente iguales para los dos tipos de probeta, independientemente de si se escoge el cambio de pendiente en el módulo de almacenamiento, el pico del módulo de pérdidas o el pico de la *tan* $\delta$, para el cálculo de las temperaturas de transición, es decir, la dirección de fabricación no afecta a las propiedades térmicas de la PA12 fabricada por SLS.

En la *Tabla 4.2*, se resumen los valores obtenidos a partir de los ensayos de DMA y DSC. En los ensayos de DSC (*Figura 4.3*), se ha determinado la temperatura de transición vítrea, $T_g$, la temperatura de cristalización, $T_c$, la temperatura de fusión, $T_f$, el grado de cristalinidad obtenido a partir de la entalpía de cristalización, $\chi_c$, y el grado de cristalinidad obtenido a partir de la entalpía de fusión, $\chi_m$. Por otra parte, en los ensayos de DMA se han determinado las temperaturas de transición, $T_g$ y $T_\beta$.

Los valores obtenidos a partir de los ensayos de DSC, indican que las temperaturas de fusión y cristalización y el grado de cristalinidad del material en estudio, no están influenciados por la dirección de fabricación.

| | DSC | | | | | DMA | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | $T_g$ (°C) | $T_c$ (°C) | $T_m$ (°C) | $\chi_C$ (%) | $\chi_m$ (%) | $T_g$ (°C) | $T_\beta$ (°C) |
| **PA12-Orientación 0º** | 55,4 | 147,8 | 183,1 | 34,4 | 35,5 | 51,9 | -59, 6 |
| **PA12-Orientación 90º** | 54,6 | 140,2 | 184,0 | 34,9 | 37,8 | 46,1 | -61,0 |

*Tabla 4.2. Valores de las propiedades térmicas en función de la orientación de las probetas.*

Los ensayos de DMA muestran valores de la $T_g$ de 51,85°C y 46,14°C, claramente superiores a la temperatura de ensayo, por lo que puede concluirse que los ensayos mecánicos se han realizado a temperaturas suficientemente alejadas de la $T_g$, para no tener en cuenta posibles cambios de comportamiento mecánico por transiciones internas del polímero. Aun así, se puede ver que el comportamiento de la poliamida 12 en los ensayos estáticos no es completamente rígido, existe cierto grado de deformación plástica a temperatura ambiente. Esto se ha explicado por la existencia de $T_\beta$, que es una temperatura de transición que aparece a valores de -60°C aproximadamente y que se ve reflejado en las gráficas de DMA *Figuras 4.1* y *4.2.*

## *4.2 Microestructura*

Un análisis inicial de la superficie exterior de las probetas, por diferentes técnicas de microscopía, no muestra ninguna diferencia aparente entre las distintas orientaciones, ni tampoco la secuencia de apilación de las diferentes capas generadas durante el proceso de SLS. Para analizar la microestructura ha sido necesario seguir el procedimiento descrito en el *Capítulo 3*.

En las *Figuras 4.4* ,*4.5* y *4.6*, se muestran imágenes obtenidas mediante SEM sobre la sección transversal de una probeta con orientación 0º. La *Figura 4.4* muestra la sección transversal completa, y se observa que la superficie es homogénea en la mayoría de la sección, salvo las características generadas durante el proceso de rotura, mediante el

que se preparan estas muestras. En particular se aprecia un surco muy marcado sin transcendencia desde el punto de vista del estudio microestructural. En la imagen del perfil de esta probeta (*Figura 4.5*), se observa también este escalón que se corresponde con un fallo en las intercaras entre capas contiguas y la posterior rotura del material. En la *Figura 4.6* se muestra una zona homogénea de la sección transversal a más aumentos con una microestructura donde no se aprecian las diferentes capas generadas durante la fabricación. Esto indica un proceso de fusión bastante completa, algo que se corrobora con la ausencia sobre la superficie de partículas del polvo original sin fundir.

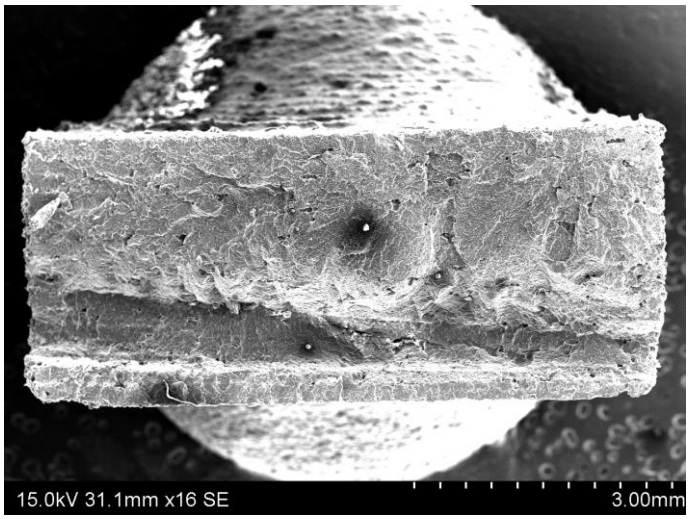


*Figura 4.4. Imagen SEM de la sección transversal de una probeta con orientación 0°*

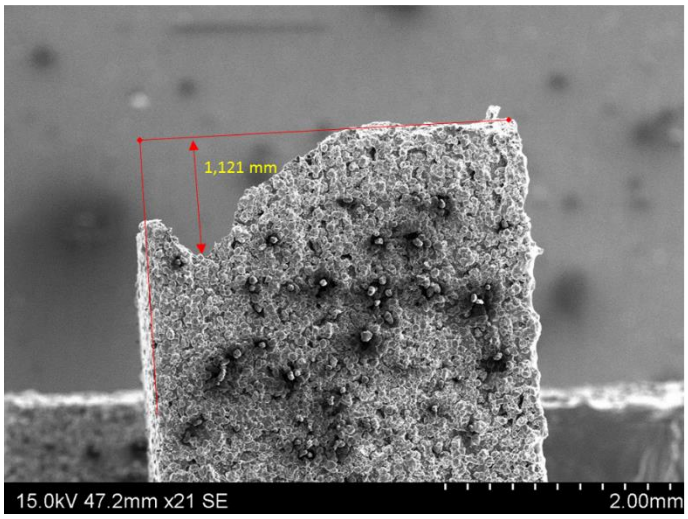


*Figura 4.5. Imagen SEM del perfil de la sección transversal de una probeta con orientación 0°*

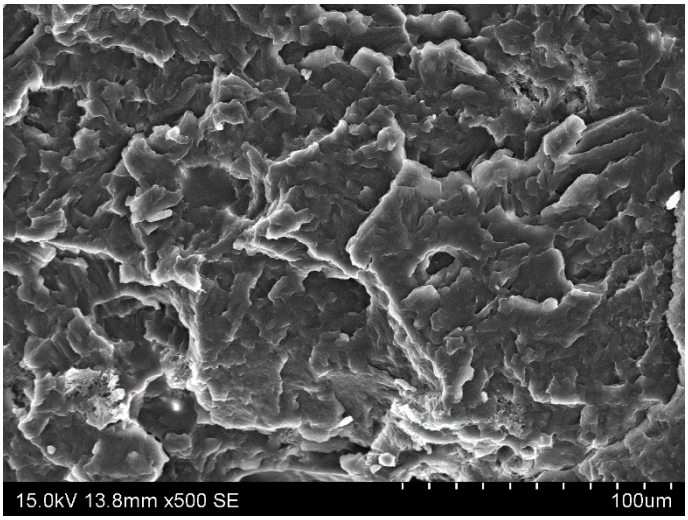


*Figura 4.6. Imagen SEM de detalle de la superficie sin partículas visibles de la sección transversal de una probeta con orientación 0.*

Una vez realizado el análisis de la microestructura de las probetas fabricadas *con orientación 0°*, se estudiaron también las probetas con orientación 90º. En las micrografías realizadas sobre la sección transversal de las probetas con esta orientación (*Figuras 4.7, 4.8, 4.9 y 4.10*), se pueden observar zonas con diferente nivel de rugosidad superficial. Una de esas zonas más rugosas puede verse en detalle en la *Figura 4.9*, donde se aprecian pequeñas esferas en la superficie que son partículas del polvo de PA12 original sin fundir, o parcialmente fundidas, dando lugar a zonas donde aparecerán defectos de adhesión entre las capas.

En las probetas con orientación 90º preparadas para la observación de la microestructura, se observan superficies de fractura planas, provocadas por fallos interlaminares, que se muestran como pequeños saltos que van entre dos planos de fractura. Estos pequeños saltos tienen una altura media de 246 µm, que se corresponde con el espesor aproximado de cada capa aplicada mediante SLS (*Figura 4.8*).

En la *Figura 4.9* se observa la presencia de zonas con falta de adhesión, lo que provocará un descenso en la resistencia mecánica de las probetas con orientación a 90°. A pesar de estas diferencias en la adhesión entre capas en función de la dirección de fabricación,

las zonas bien fundidas y adheridas, en ambos tipos de probetas, presentan unas características semejantes al observarlas mediante SEM (*Figura 4.6 y 4.10*).

Otro aspecto común a ambas orientaciones, es la reducida presencia de poros, dispuestos aleatoriamente, sin presentar a priori ninguna direccionalidad ni características asociadas a la dirección de fabricación.

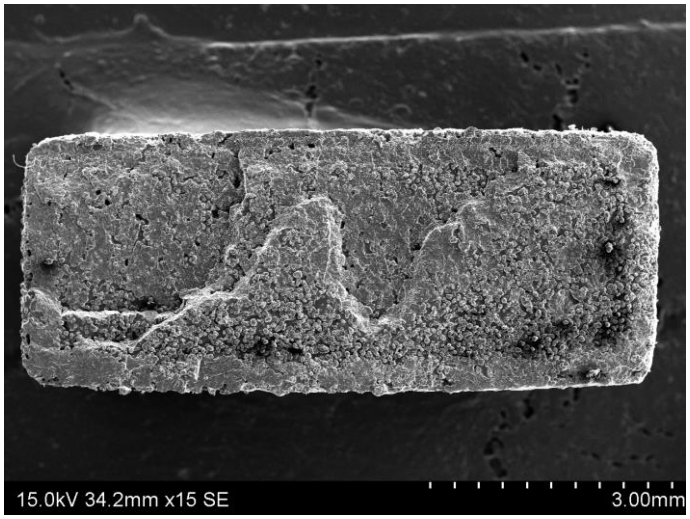


*Figura 4.7. Imagen SEM de superficie transversal de una probeta con orientación 90°*

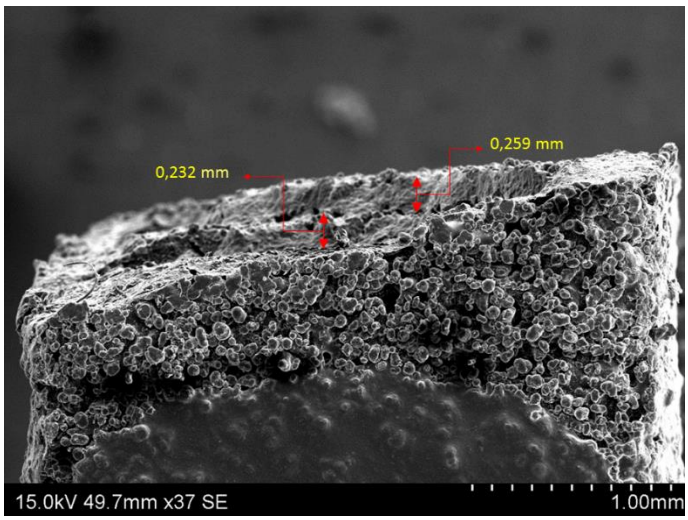


*Figura 4.8. Imagen SEM del perfil de la superficie transversal de una probeta con orientación 90°*

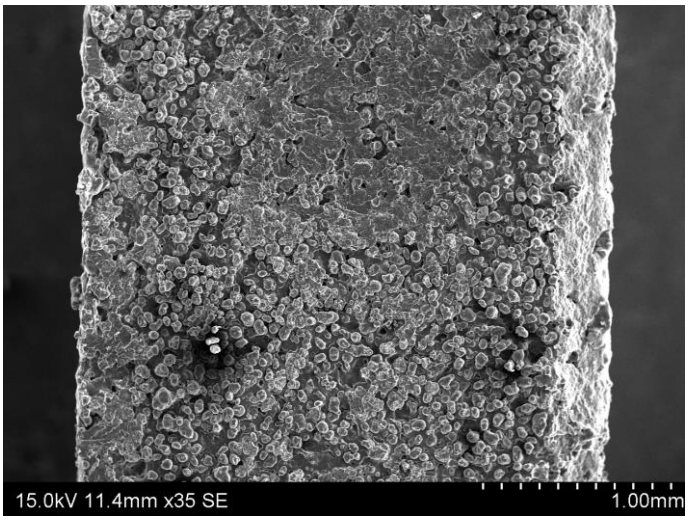


*Figura 4.9. Imagen SEM con detalle de partículas en la superficie sin fundir de una probeta con orientación 90°*

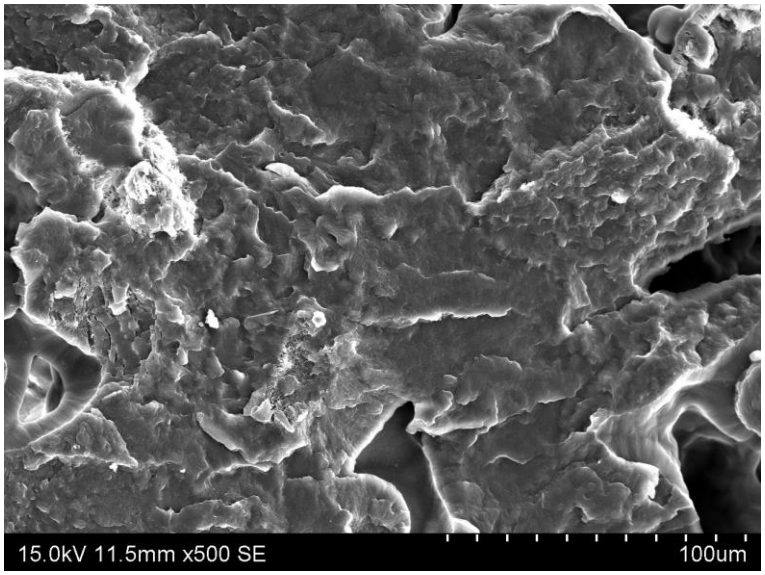


*Figura 4.10. Imagen SEM de detalle de la superficie sin partículas visibles de la sección transversal de una probeta con orientación 90°*

Resumiendo, la caracterización microestructural realizada para las probetas fabricadas en ambas orientaciones, muestra variaciones en función de la dirección de fabricación,

en la fusión de las partículas del polvo y en la adhesión entre capas. Las imágenes de las probetas fabricadas con orientación de 90º han mostrado una mayor presencia de partículas sin fundir y, por tanto, un mayor número de problemas de adhesión. Estos defectos condicionarán la respuesta mecánica de las probetas con esta orientación de 90º, dando lugar previsiblemente a una menor resistencia mecánica, así como a una mayor dispersión en los resultados. Por último, el análisis microestructural ha permitido estimar el espesor de las capas a partir de la superficie de rotura, que estaba en torno a las 200 micras, coincidiendo con los valores indicados por el fabricante.

## *4.3 Propiedades mecánicas a diferentes velocidades de deformación*

En este apartado se presentan los resultados de los ensayos de tracción realizados a diferentes velocidades de deformación en probetas de PA12 fabricadas por SLS con distintas orientaciones (0° y 90°).

### 4.3.1 *Ensayos cuasiestáticos*

La caracterización mecánica de la PA12 se ha llevado a cabo a bajas velocidades de deformación, mediante ensayos de tracción de probetas lisas con la geometría descrita en el *Capítulo 3*. Para la realización de estos ensayos se ha utilizado una máquina convencional de ensayos en la que se ha impuesto una velocidad del puente de 2mm/min. En las *Figuras 4.11 y 4.12* pueden verse las 14 curvas de tensión–deformación ingenieriles obtenidas con probetas con orientación 0° y las 10 curvas obtenidas con probetas con orientación a 90°, respectivamente.

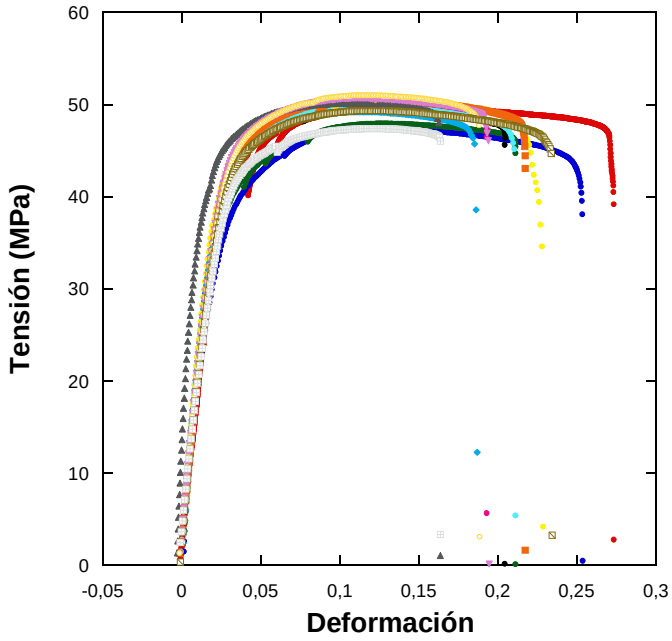


*Figura 4.11. Curvas tensión-deformación ingenieriles para ensayos de tracción cuasiestáticos de PA12 fabricadas con orientación 0º.*

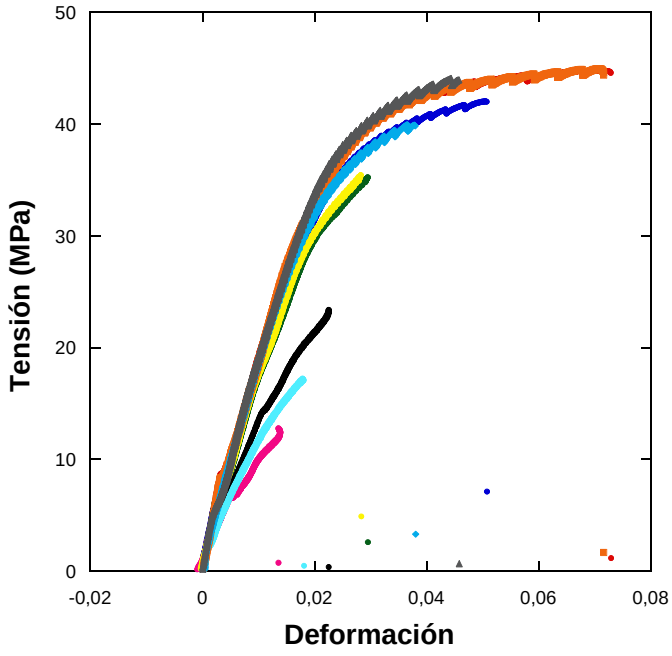


*Figura 4.12. Curvas tensión-deformación ingenieriles para ensayos de tracción cuasiestáticos de PA12 fabricadas con orientción 90º.*

A la vista de las gráficas de las *Figuras 4.11 y 4.12* se puede comprobar, en primer lugar, la existencia de una mayor dispersión en los resultados obtenidos con las probetas con orientación 90º. También puede observarse un valor de tensión máxima más elevado en las probetas con orientación 0º, debido posiblemente a una mejor unión entre las láminas y a una menor incidencia de los defectos de adhesión entre las distintas capas, como se observó en el análisis microestructural. Por último, y también relacionado con la diferencia de carga de rotura, las probetas orientadas a 0º presentan una mayor capacidad de deformación, llegando a valores de la deformación de rotura que se sitúan entre el 15 y el 28% frente a valores de la deformación de rotura mucho menores, entre el 1 y el 8%, en las probetas con orientación 90º. La velocidad de deformación en estos ensayos cuasiestáticos se sitúa alrededor de $10^{-3}$ $s^{-1}$.

### 4.3.2 *Ensayos dinámicos*

Para analizar el efecto de la velocidad de deformación en el comportamiento mecánico de las probetas de PA12, se realizaron también ensayos de tracción sobre probetas planas en una barra Hopkinson modificada, diseñada y fabricada en la URJC. En la *Figura 4.13* se muestran los registros originales de las ondas de tensión (incidente, reflejada y transmitida) correspondientes a un ensayo en barra Hopkinson con un probeta con orientación 0°. En la *Figura 4.14* se incluye, la correspondiente curva tensión-deformación ingenieril para este ensayo dinámico realizado en una probeta de PA12 fabricada con orientación de 0°, respecto a la dirección de aplicación de la carga de tracción. En la *Figura 4.15* se puede observar la velocidad de deformación que, como se aprecia, no se mantienen constante durante el ensayo alcanzando un valor máximo de 600 $s^{-1}$.

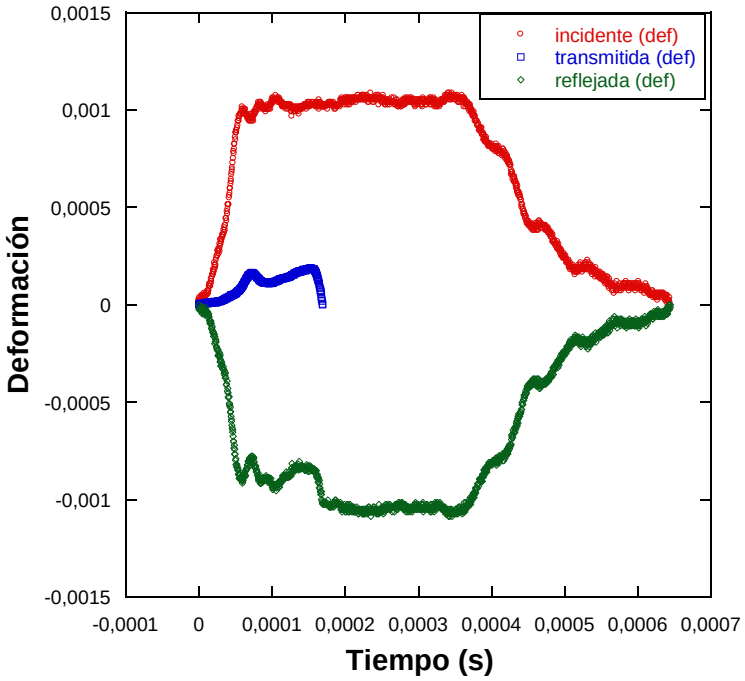


*Figura 4.13. Señales, en valores de deformación, obtenidas a partir del ensayo experimental de tracción dinámico de una probeta de PA12 fabricada con orientación 0°*

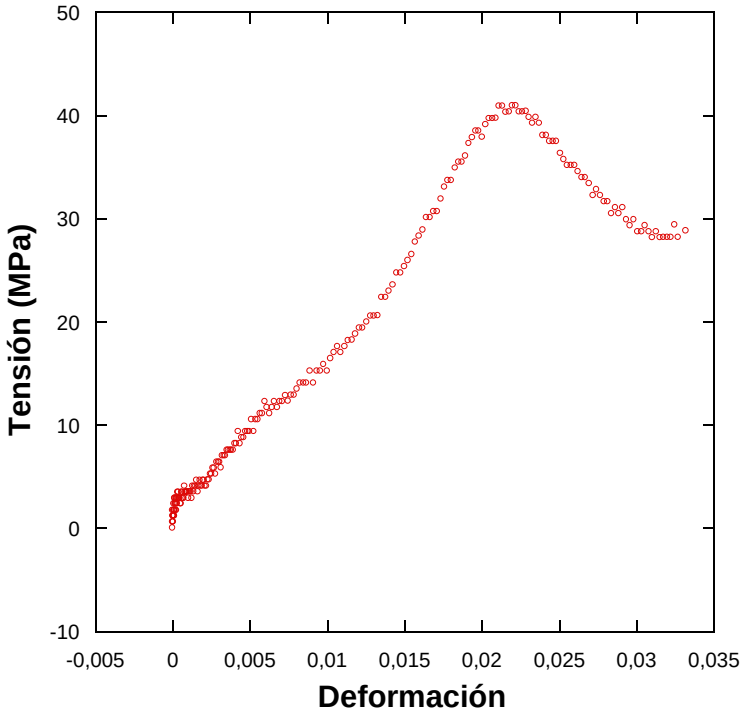


*Figura 4.14. Curva tensión-deformación ingenieril de un ensayo de tracción dinámico de PA12, probeta con orientación 0°.*

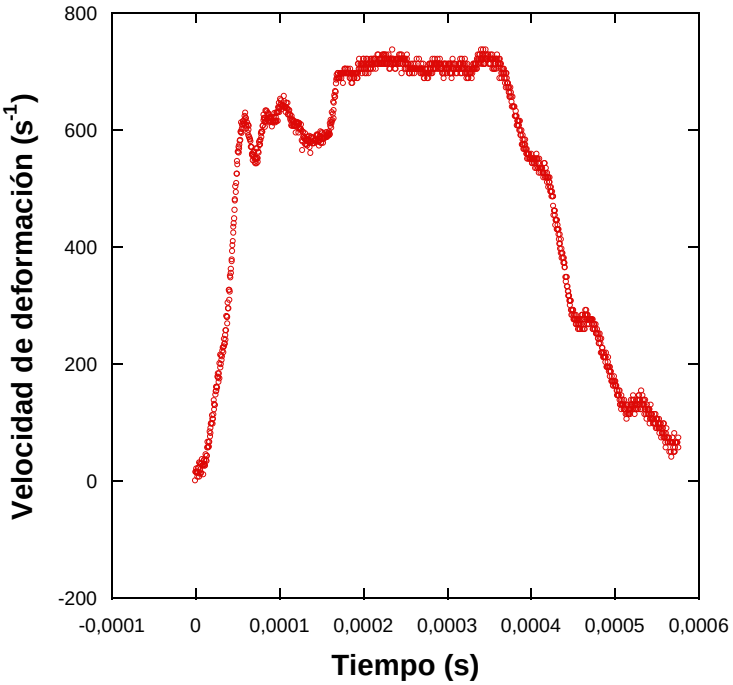


*Figura 4.15. Curva de la velocidad de deformación frente al tiempo de un ensayo de tracción dinámico de PA12 fabricada con orientación 0°*

En la *Figura 4.16* se muestran los registros originales de las ondas de tensión (incidente, reflejada y transmitida) correspondientes a un ensayo en barra Hopkinson con un probeta con orientación 90°. En la *Figura 4.17* se incluye la correspondiente curva tensión-deformación ingenieril para este ensayo dinámico realizado en una probeta de PA12 fabricada con orientación de 90°, respecto a la dirección de aplicación de la carga de tracción. En la *Figura 4.18* se puede observar la velocidad de deformación que, como se aprecia, no se mantienen constante durante el ensayo alcanzando un valor máximo aproximado de 500 $s^{-1}$.

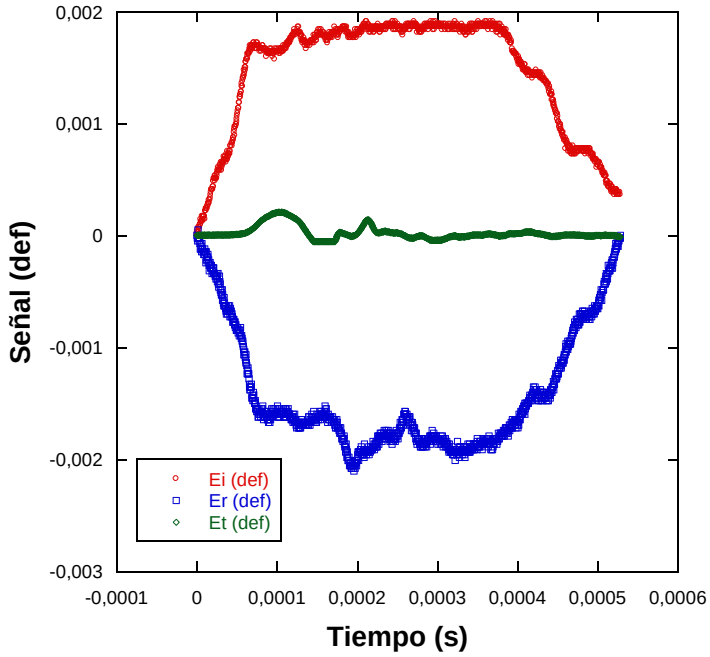


*Figura 4.16. Señales, en valores de deformación, obtenidas a partir del ensayo experimental de tracción dinámico de una probeta de PA12 fabricada con orientación 90°*

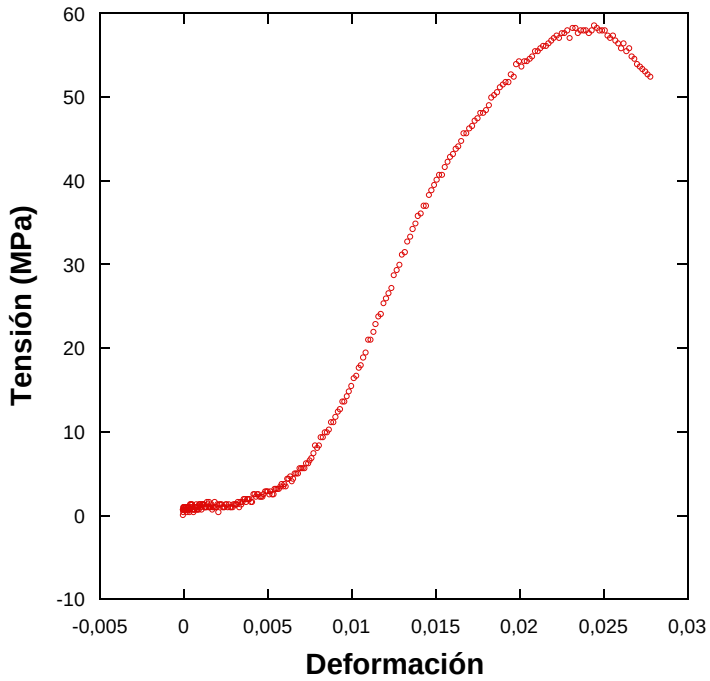


*Figura 4.17. Curva tensión-deformación ingenieril de un ensayo de tracción dinámico de PA12 fabricada con orientación 90°*

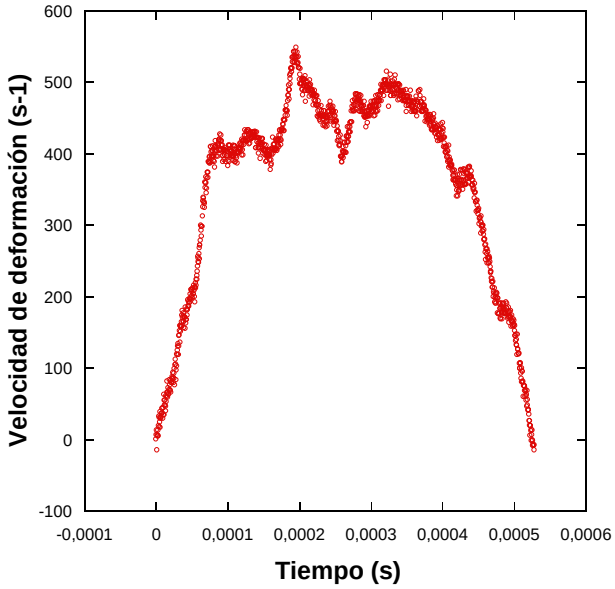


*Figura 4.18. Curva de velocidad de deformación frente al tiempo de un ensayo de tracción dinámico de PA12 fabricada con orientación 90°*

Para determinar con mayor precisión el valor del módulo de elasticidad a alta velocidad de deformación se realizaron ensayos con probetas instrumentadas con bandas extensométricas, como se describió en el apartado de metodología. Un ejemplo de la información obtenida se incluye en la *Figura 4.19*, donde se puede observar la curva tensión-deformación medida con la banda extensométrica en un ensayo con una probeta con orientación 0°.

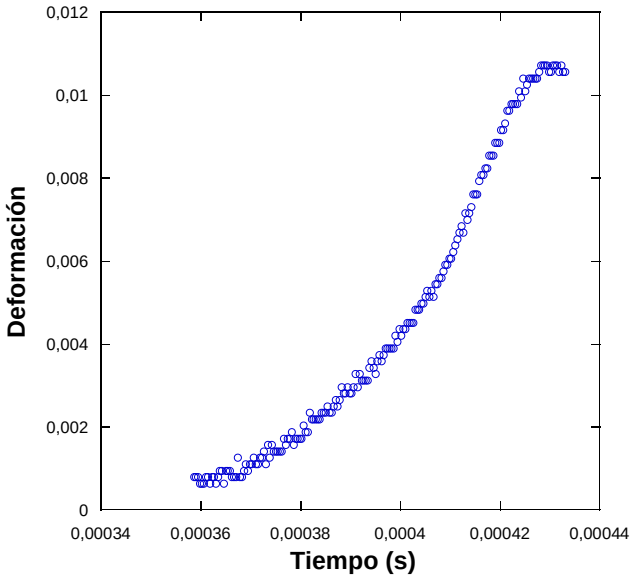


*Figura 4.19. Curva deformación-tiempo en probeta con orientación 0°, con banda extensométrica*

Estas curvas también se utilizaron como método para determinar una longitud equivalente que permitiera obtener una buena medida de deformación con las expresiones habituales de análisis del ensayo de barra Hopkinson. Se han comparado los valores de deformación frente al tiempo obtenidos mediante la *Ecuación 3.11* y con la medida directa con banda extensométrica.

El resumen de los resultados obtenidos de resistencia a tracción y módulo de elasticidad se recogen en la *Tabla 4.3*. Los valores obtenidos son similares a los ofrecidos por el fabricante del material para piezas sinterizadas mediante SLS de PA12 para baja velocidad de deformación.

| | **Propiedad** | **Orientación 0°** | **Orientación 90°** |
|---|---|---|---|
| **Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$)** | Resistencia a tracción (MPa) | 49 ± 2 | 34 ± 12 |
| | Módulo de elasticidad (MPa) | 1700 ± 150 | 1600 ± 150 |
| **Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$)** | Resistencia a tracción (MPa) | 72 ± 4 | 43 ± 11 |
| | Módulo de elasticidad (MPa) | 4200 ± 200 | 4000 ± 100 |

*Tabla 4.3. Propiedades a baja y alta velocidad de deformación del material sinterizado*

En relación con la influencia de la velocidad de deformación, la tensión de rotura obtenida en los ensayos dinámicos es claramente mayor que su valor en condiciones estáticas, situándose el aumento entre el 47% de las probetas orientadas a 0° y el 26% para las probetas con una orientación de 90°. A pesar de lo relevante del efecto, no es tan elevado como podría esperarse, ya que es típico de los materiales poliméricos termoplásticos presentar aumentos en la resistencia a tracción mucho mayores a estas velocidades de deformación [33]. Este efecto se observa para ambas direcciones de

fabricación. En condiciones estáticas, la resistencia a tracción de las probetas orientadas a 0° es aproximadamente un 44% mayor que la resistencia de las probetas con orientación 90°. Sin embargo, esta diferencia en la resistencia a tracción aumenta hasta el 67% en condiciones dinámicas. En consecuencia, tanto en condiciones estáticas como dinámicas, los defectos de adhesión y la diferencia en la microestructura de las probetas fabricadas en direcciones diferentes son muy pronunciados en los valores de resistencia.

Los resultados de la *Tabla 4.3*, también permiten afirmar que, al pasar de bajas a altas velocidades de deformación, existe un aumento importantísimo del módulo de elasticidad, del orden del 150% para ambas orientaciones. Estos valores elevados del módulo de elasticidad tienen mucha trascendencia en el análisis de los ensayos dinámicos, por la influencia directa de esta magnitud en la velocidad de propagación de las ondas de tensión.

## *4.4 Resultados en probetas entalladas y fisuradas*

### 4.4.1 *Probetas entalladas*

Se realizaron ensayos de tracción sobre probetas a las que se les había practicado una doble entalla en su zona central, como indica la *Figura 3.10*. Las entallas tenían radios nominales de 0,2, 0,5, 0,8 y 1 mm, como se indicó en el capítulo de metodología. Durante los ensayos se recogieron los datos de fuerza y desplazamiento, tanto en condiciones estáticas como dinámicas. En los ensayos estáticos la medida de la fuerza se obtuvo mediante una célula de carga, mientras que el desplazamiento se corresponde con el movimiento del puente de la máquina. En el caso de los ensayos dinámicos, tanto fuerza como desplazamiento se determinaron a partir del análisis de las ondas de tensión que se propagan por el sistema de barra Hopkinson.

De la *Figura 4.20 a la Figura 4.27* se recogen las curvas fuerza-desplazamiento de las probetas entalladas para las dos orientaciones estudiadas y ensayadas en condiciones estáticas (velocidad de desplazamiento del puente de la máquina de 2 mm/min).

Para estudiar el efecto de la velocidad de carga, también se realizaron ensayos con probetas entalladas en barra Hopkinson, a una velocidad impuesta aproximada de 500.000 mm/min, 5 órdenes de magnitud por encima de los ensayos cuasiestáticos. A través de las ondas registradas en las bandas extensométricas de las barras del dispositivo, siguiendo las *Ecuaciones 3.10 a 3.19* desarrolladas en el *Capítulo 3* de esta tesis, se calculó la fuerza ejercida sobre la probeta en cada ensayo y el desplazamiento impuesto en sus extremos. Durante los ensayos también se colocó una cámara de video de alta velocidad para determinar el instante de la rotura de la probeta. Los vídeos realizados tomaban imágenes cada 3 microsegundos.

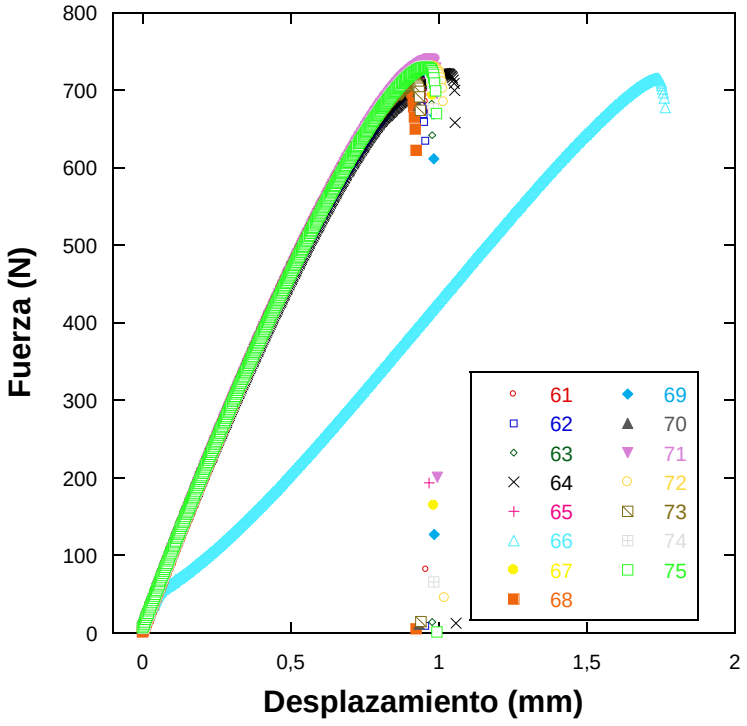


*Figura 4.20. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 0,2 mm (orientación 0°)*

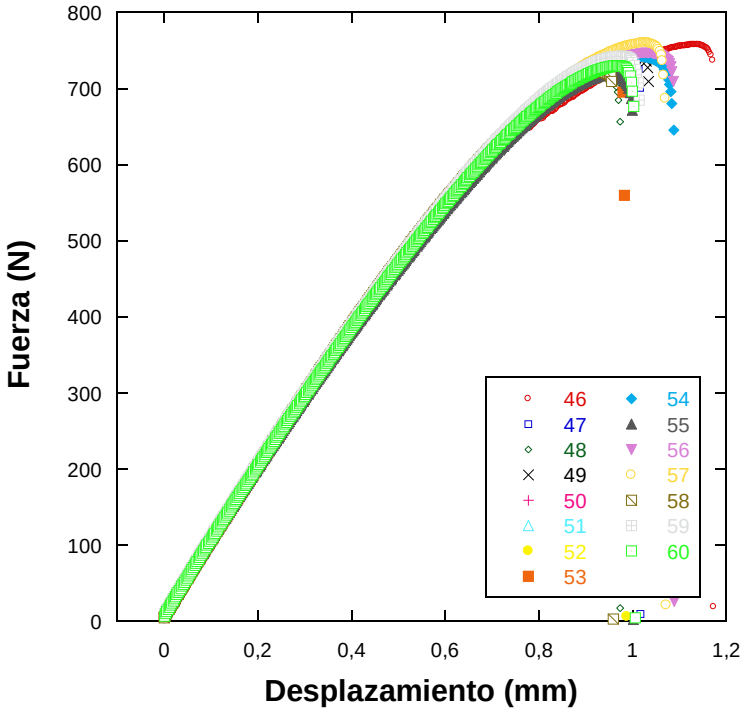


*Figura 4.21. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 0,5 mm (orientación 0°).*

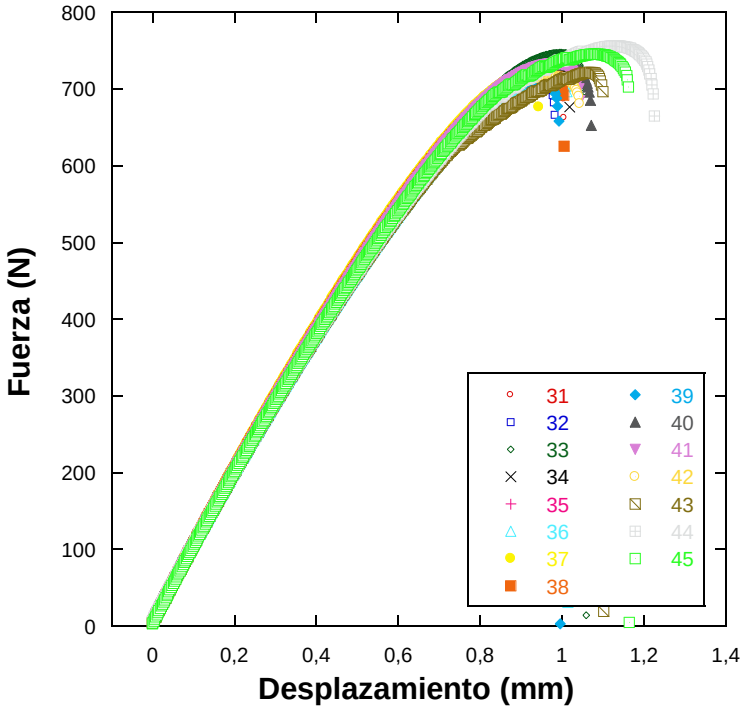


*Figura 4.22. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 0,8 mm (orientación 0°).*

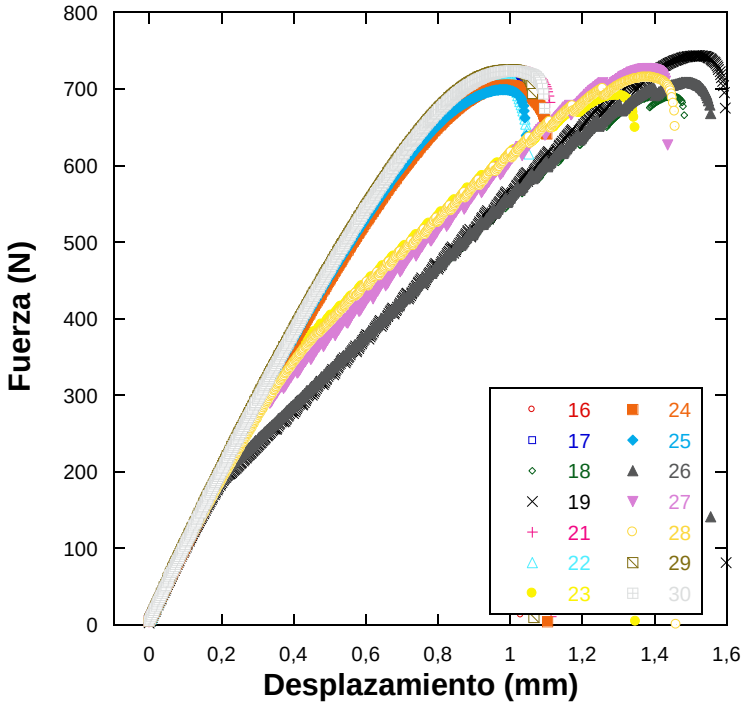


*Figura 4.23.Curvas fuerza*-desplazamiento *de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 1 mm* (orientación 0°).

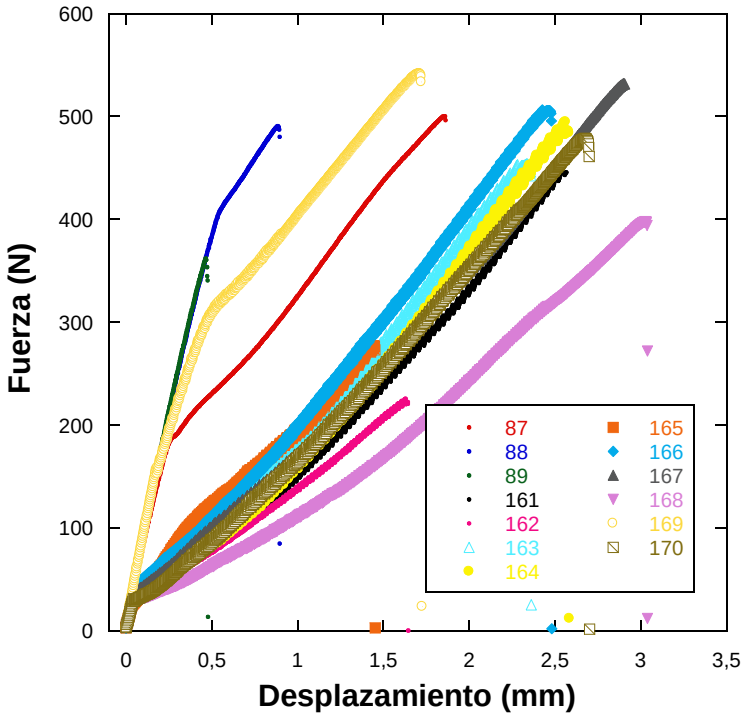


*Figura 4.24. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 0,2 mm* (orientación 90°).

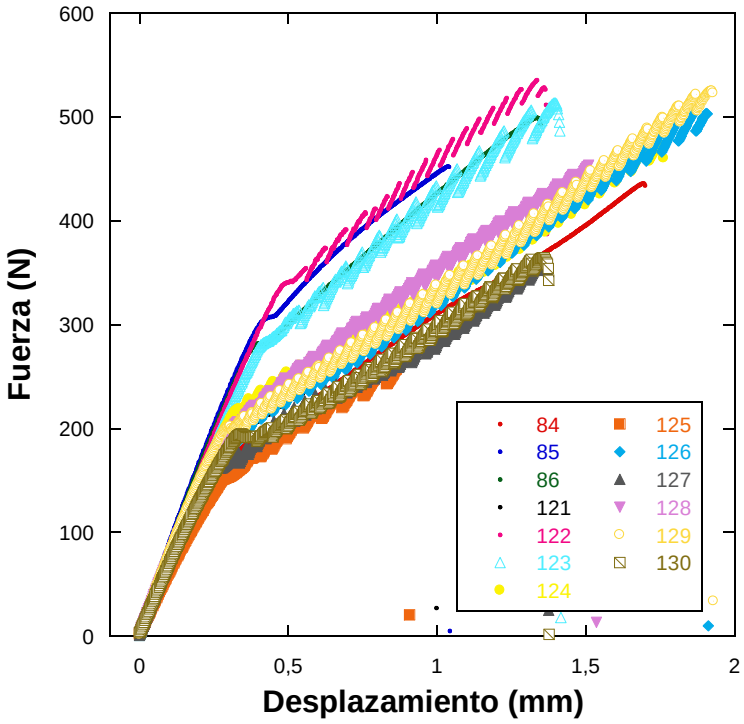


*Figura 4.25. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 0,5 mm (orientación 90°).*

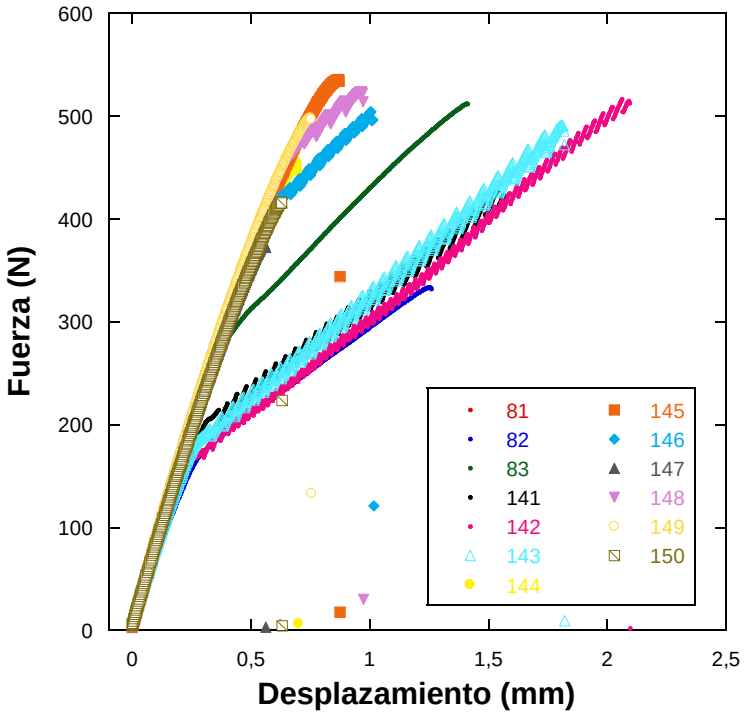


*Figura 4.26. Curvas fuerza- desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 0,8 mm (orientación 90°).*

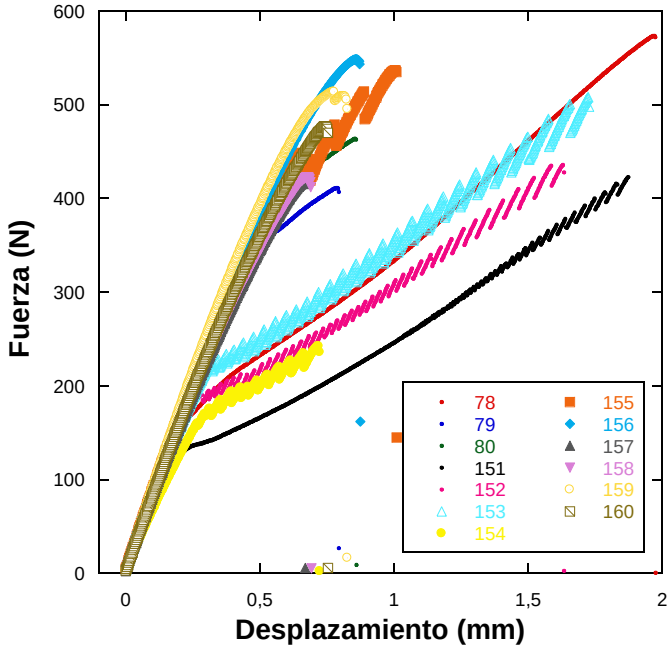


*Figura 4.27.Curvas fuerza-* desplazamiento *de los ensayos estáticos sobre probetas entalladas de radio 1 mm* (orientación 90°).

De la *Figura 4.28* a la *Figura 4.35* se recogen las curvas fuerza-desplazamiento de las probetas entalladas para las dos orientaciones estudiadas y en condiciones dinámicas (500.000 mm/min).

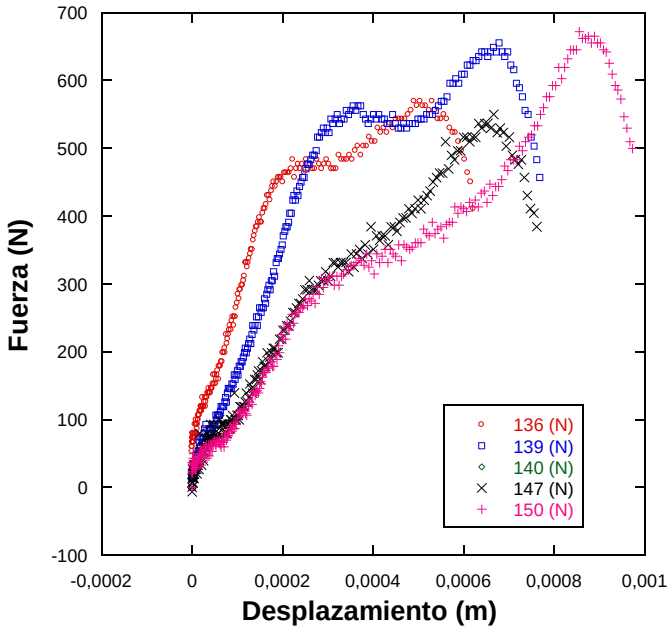


*Figura 4.28. Curvas fuerza-* desplazamiento *de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radio 0,2 mm* (orientación 0°).

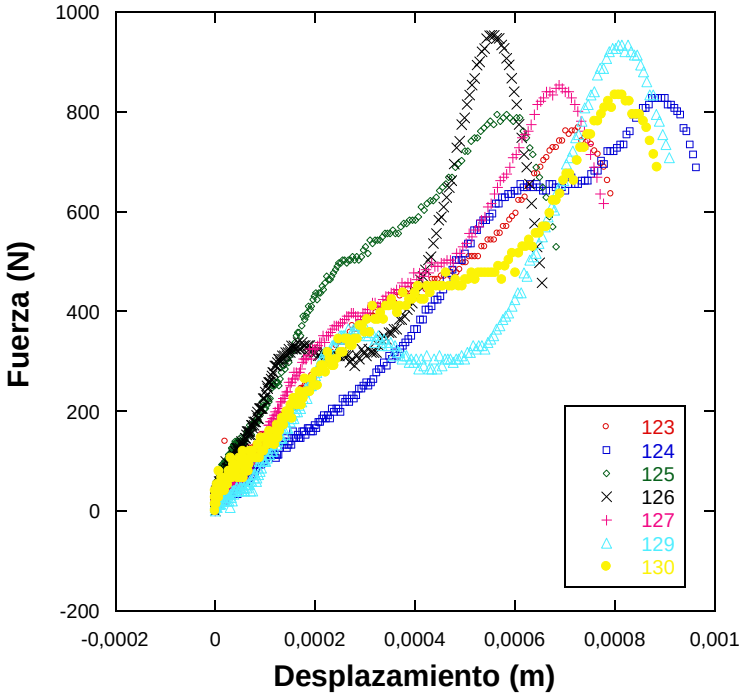


*Figura 4.29. Curvas fuerza-* desplazamiento *de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radio 0,5mm* (orientación 0°).

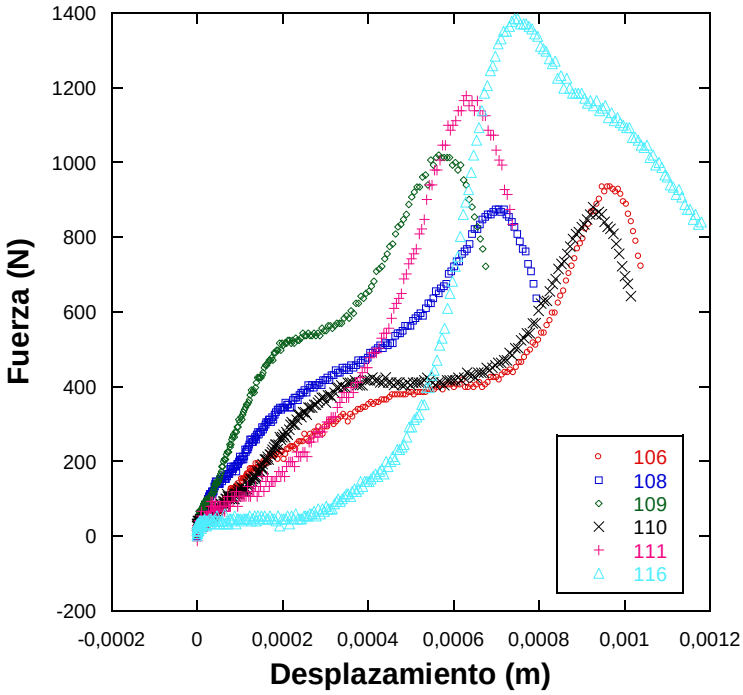


*Figura 4.30. Curvas fuerza-* desplazamiento *de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radio 0,8 mm* (orientación 0°).

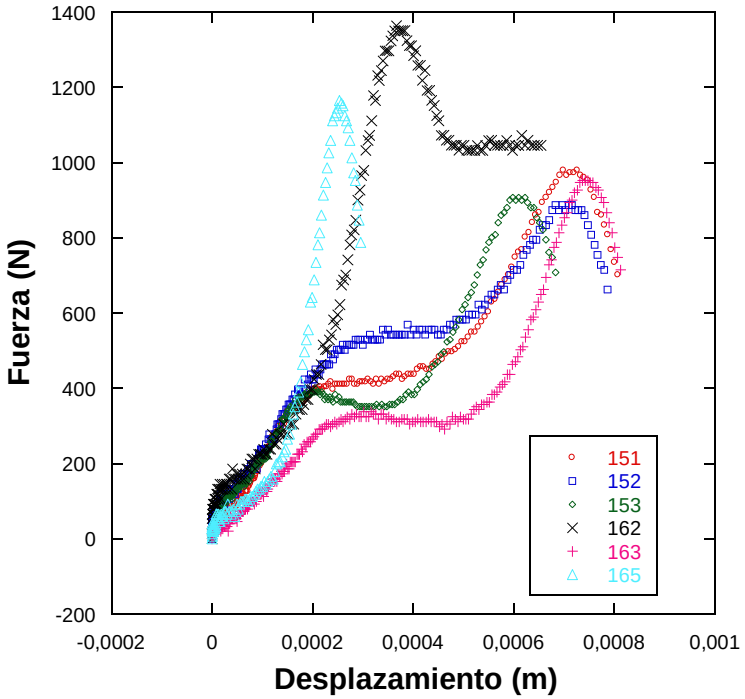


*Figura 4.31. Curvas fuerza-* desplazamiento *de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radio 1 mm* (orientación 0°).

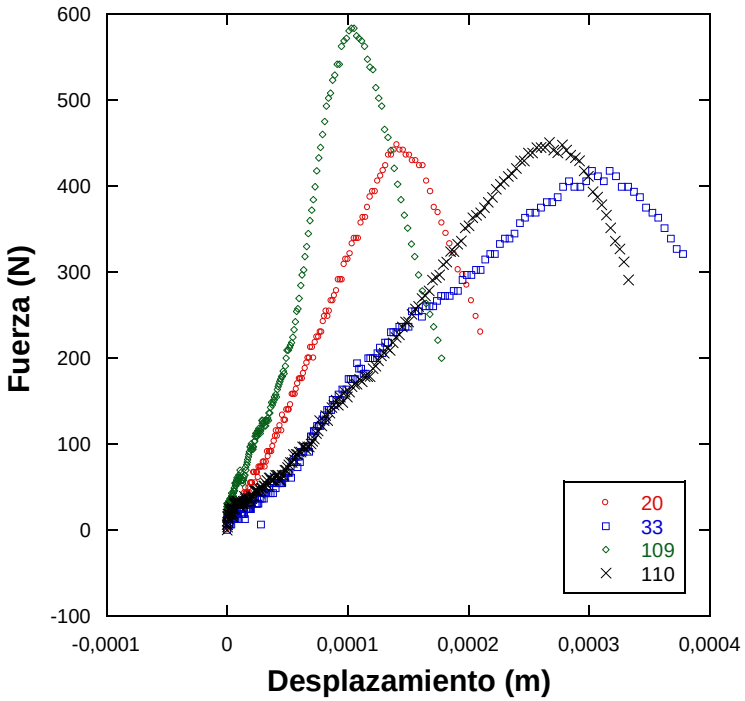


*Figura 4.32. Curvas fuerza-* desplazamiento *de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radio 0,2mm* (orientación 90°).

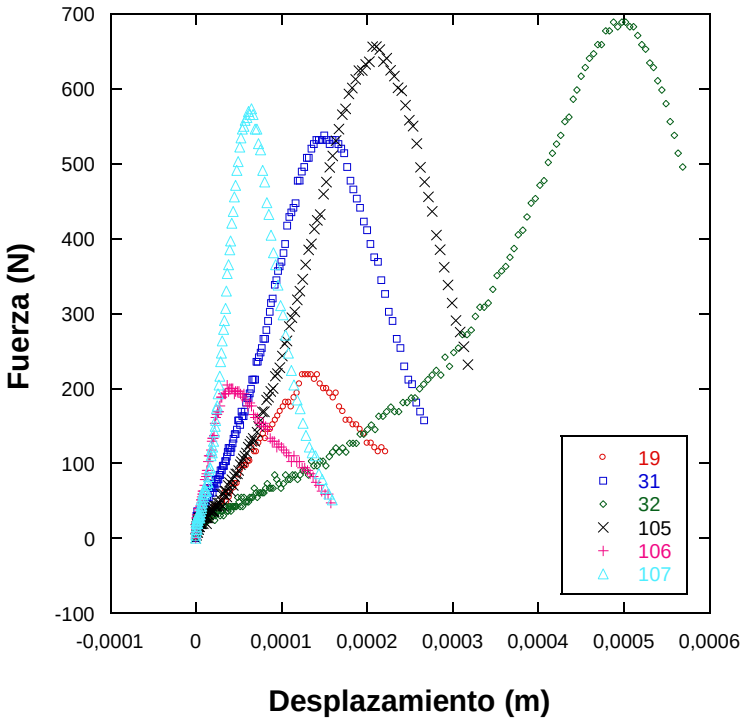


*Figura 4.33. Curvas fuerza-* desplazamiento *de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radios 0,5mm* (orientación 90°).

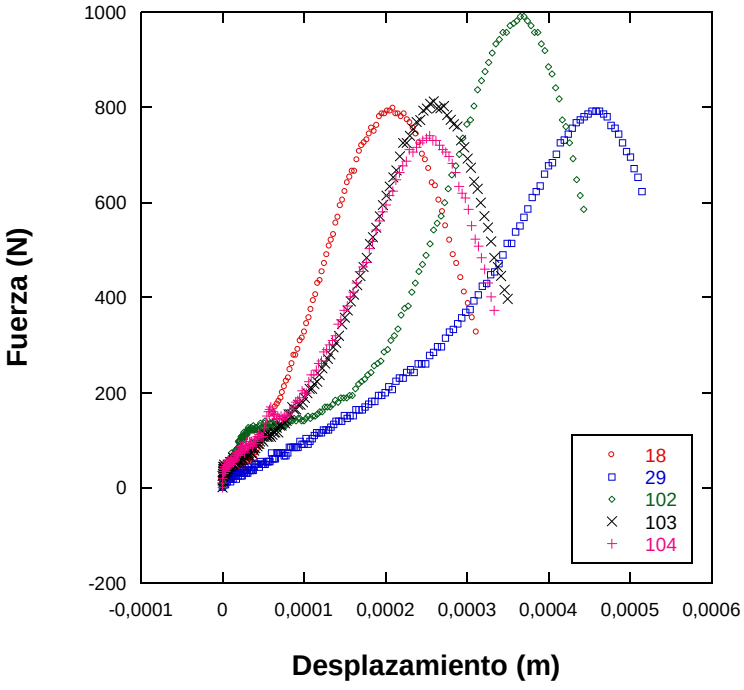


*Figura 4.34. Curvas fuerza-* desplazamiento *de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radios 0,8 mm* (orientación 90°).

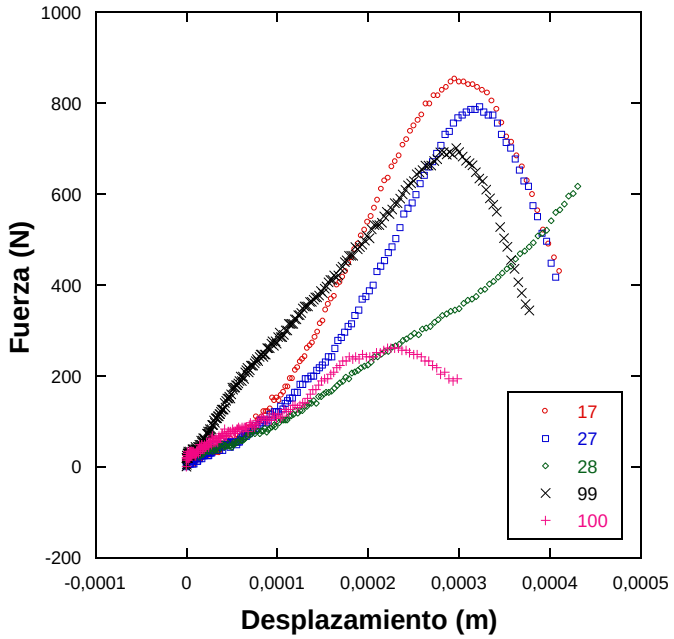


*Figura 4.35. Curvas fuerza-* desplazamiento *de los ensayos dinámicos sobre probetas entalladas de radio 1 mm* (orientación 90°).

En las *Figura 4.28* a *Figura 4.35* se puede observar que hay una gran variabilidad en la forma de las curvas fuerza-desplazamiento. Puede decirse que, en gran medida, esto es una consecuencia, de la poca precisión con la que se mide el desplazamiento. En los ensayos estáticos, el desplazamiento se mide directamente con el sensor de posición del puente de la máquina. Como se observa en las figuras hay dos tipos de curvas experimentales, unas prácticamente lineales de principio a fin, y otras con una pérdida clara de linealidad en la zona previa a la rotura. En los ensayos dinámicos, prácticamente ninguna de las curvas podría considerarse lineal hasta rotura, pero no deben sacarse demasiadas conclusiones al respecto, ya que la medida de desplazamientos con las ecuaciones de propagación de ondas que describen los ensayos de barra Hopkinson, suelen estar afectadas por un grado considerable de incertidumbre. En cualquier caso, la TDC que va a utilizarse en este trabajo para explicar los resultados, se basa en los valores de fuerza máxima y no hace ningún uso de la medida de desplazamiento. Debe recordarse que una de las ventajas de la TDC es que permite obtener resultados y hacer predicciones sobre la rotura de componentes entallados, a partir de cálculos puramente elástico lineales, independientemente del verdadero comportamiento del material.

Los resultados experimentales incluidos en las anteriores figuras, también ponen de manifiesto que el material fabricado con orientación 90° presenta un mayor grado de dispersión experimental, al igual que ocurría en los ensayos de caracterización mecánica sobre probetas lisas.

A modo de resumen de los datos de carga máxima de rotura de todas las probetas, en la *Figura 4.36* se representa el valor de la carga de rotura frente al radio real de cada probeta.

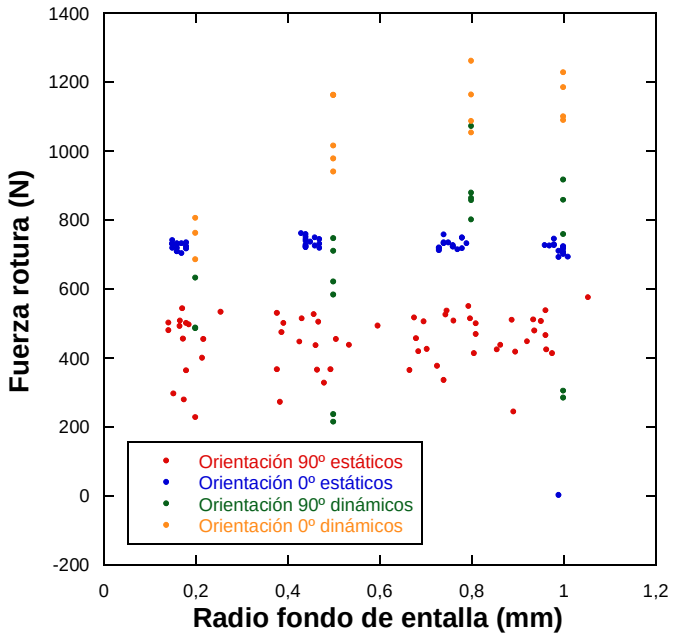


*Figura 4.36. Fuerzas de rotura en función del radio de entalla*

Los resultados concretos de cada ensayo se pueden consultar en el *Anexo*. De acuerdo con la *Figura 4.36*, la fuerza de rotura presenta una gran dispersión en estos materiales, aunque hay una serie de tendencias esperadas, confirmadas en gran medida por los resultados experimentales: aumento de la fuerza de rotura con el radio de la entalla, mayor resistencia en la orientación 0° que en la orientación 90°, y, finalmente, resistencias mayores en condiciones dinámicas.

### 4.4.2 *Ensayos de fractura sobre probetas fisuradas*

Con el fin de servir de referencia para los cálculos con probetas entalladas, se realizaron también ensayos de fractura sobre probetas fisuradas. A partir de una serie de probetas lisas, similares a las empleadas en los ensayos de tracción, se prepararon probetas de fractura introduciendo una fisura perpendicular al eje de la probeta, con origen en el borde de una de sus caras. La fisura se introdujo de forma manual haciendo deslizar una cuchilla de 5 micras de diámetro en el filo *Figura 3.14*. Los ensayos de fractura estáticos fueron llevados a cabo en una máquina universal de ensayos a una velocidad de 2mm/min del puente. Las medidas del desplazamiento y de la carga aplicada se obtuvieron directamente de la máquina

En las *Figuras 4.37* y *4.38* se muestran las gráficas de fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos correspondientes a probetas con las dos orientaciones (0° y 90°). A partir de estas curvas, se ha determinado la tenacidad de fractura empleando el valor de carga máxima y las ecuaciones 3.5 y 3.6 del capítulo 3 basadas en la *Mecánica de la Fractura Elástico Lineal*.

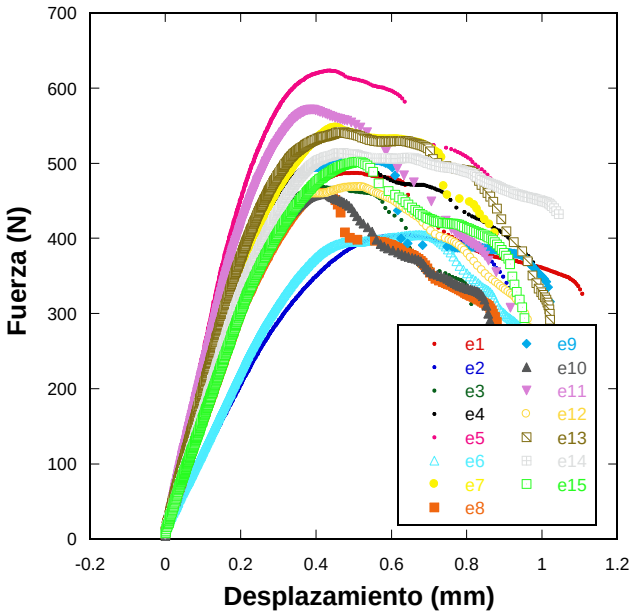


*Figura 4.37. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas fisuradas (Orientación 0°).*

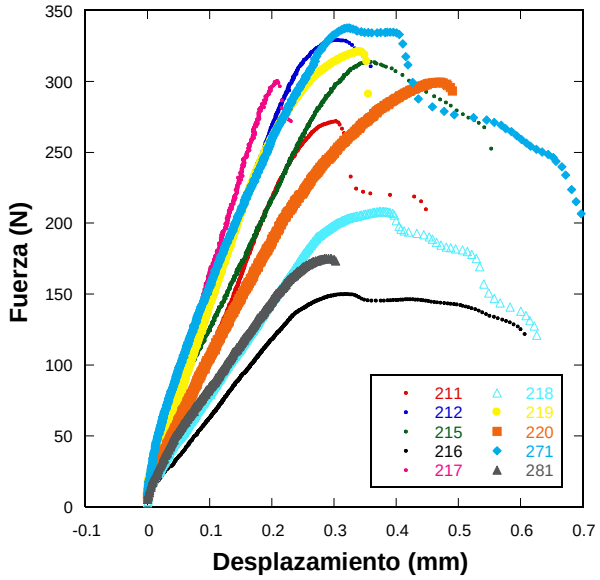


*Figura 4.38. Curvas fuerza- desplazamiento de los ensayos estáticos sobre probetas fisuradas (Orientación 90°)*

Los ensayos dinámicos se realizaron empleando la misma barra Hopkinson que en el caso de las probetas entalladas y la configuración de la fisura fue la misma que en los ensayos estáticos.

En las *Figuras 4.39* y *4.40* se representan las curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos dinámicos sobre probetas fisuradas con ambas orientaciones (0° y 90°).

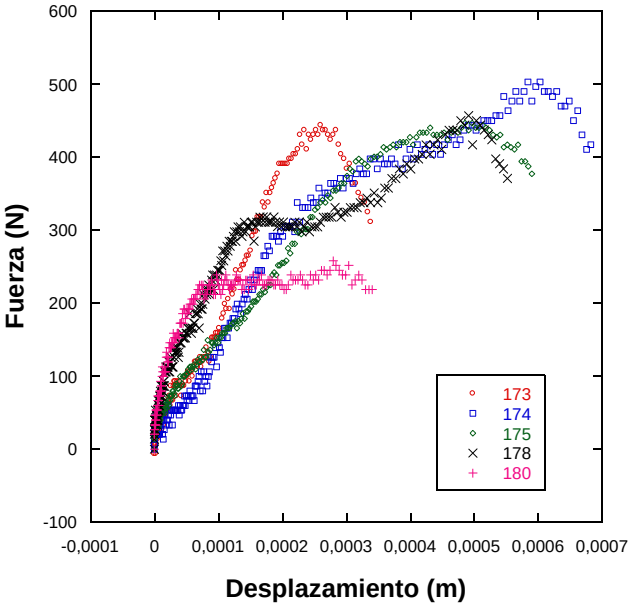


*Figura 4.39. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos dinámicos sobre probetas fisuradas (Orientación 0°).*

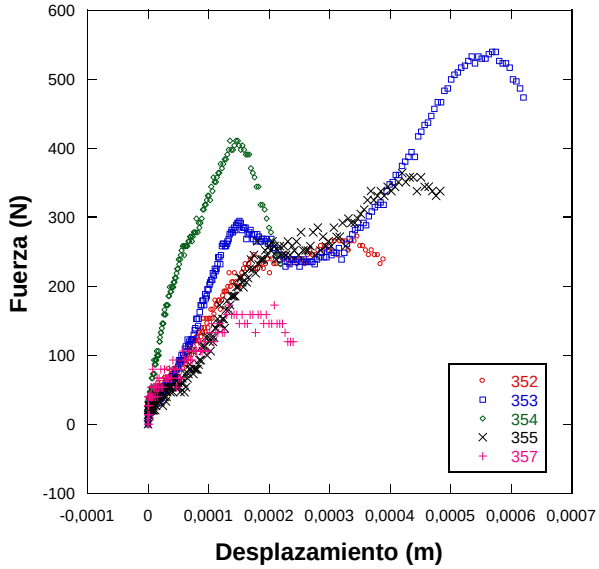


*Figura 4.40. Curvas fuerza-desplazamiento de los ensayos dinámicos sobre probetas fisuradas (Orientación 90°).*

En el *Anexo*, se recogen los valores de carga máxima, registradas en cada ensayo. Al observar los vídeos realizados en estos ensayos, se comprobó que la probeta rompía antes de que la onda registrada en la barra transmisora llegara al valor máximo de la fuerza. Este hecho indicaba que el valor de carga que debía emplearse en el cálculo de la tenacidad de fractura dinámica aparente de estas probetas era la carga en ese instante de rotura, y no la carga máxima de la curva fuerza-desplazamiento obtenida de las bandas extensométricas, con las que estaba instrumentado el sistema.

Para analizar los resultados en el comienzo de la propagación de la grieta, se realizaron cálculos a través de la simulación con LS-DYNA. Los detalles concretos de la simulación, se exponen en el *Apartado 4.5* de simulación numérica.

En el *Anexo,* se pueden ver los valores de fuerza empleados para el cálculo de la tenacidad de fractura para probetas con orientación 0° y con orientación 90°, en condiciones estáticas y dinámicas. Puede observarse cómo la carga que es capaz de soportar el material en condiciones dinámicas es mayor que la asociada a bajas velocidades de deformación, como ya se había observado en otros materiales

poliméricos tanto termoplásticos, como el PP o el PE, como termoestables como la epoxi [33].

## *4.5 Resultados de la simulación por elementos finitos*

El empleo de la *Teoría de las Distancias Críticas* para evaluar la integridad de un componente entallado, implica el conocimiento del campo tensional elástico en todo el sólido que se está estudiando. Para conseguirlo la simulación por elementos finitos es una buena alternativa.

En esta tesis doctoral se realizaron simulaciones en condiciones estáticas y dinámicas. En el caso estático se utilizó el programa ANSYS, mientras que en el caso dinámico se empleó LS-DYNA, con las peculiaridades de los casos dinámicos, donde los efectos de propagación de ondas han de tenerse en cuenta al aplicar las condiciones de contorno o al considerar las simetrías del problema.

### 4.5.1 *Caso estático*

Para realizar la simulación de los ensayos de tracción con las probetas entalladas con los radios nominales de 0,2; 0,5; 0,8 y 1 mm, se utilizó el programa comercial ANSYS Versión 17.2. Un ejemplo de los resultados que proporciona el análisis numérico se muestra en las *Figuras 4.41 y 4.42,* donde se han representado los contornos de tensión equivalente correspondientes al estado tensional de dos probetas con entalla de un 1 mm de radio, una con orientación 90° y otra con orientación 0°. Los contornos se corresponden justo con el instante de rotura, cuando el desplazamiento aplicado en el extremo libre alcanzaba el valor de 0,32 mm para la probeta con orientación 90˚ y 0,48 mm para la probeta con orientación 0°.

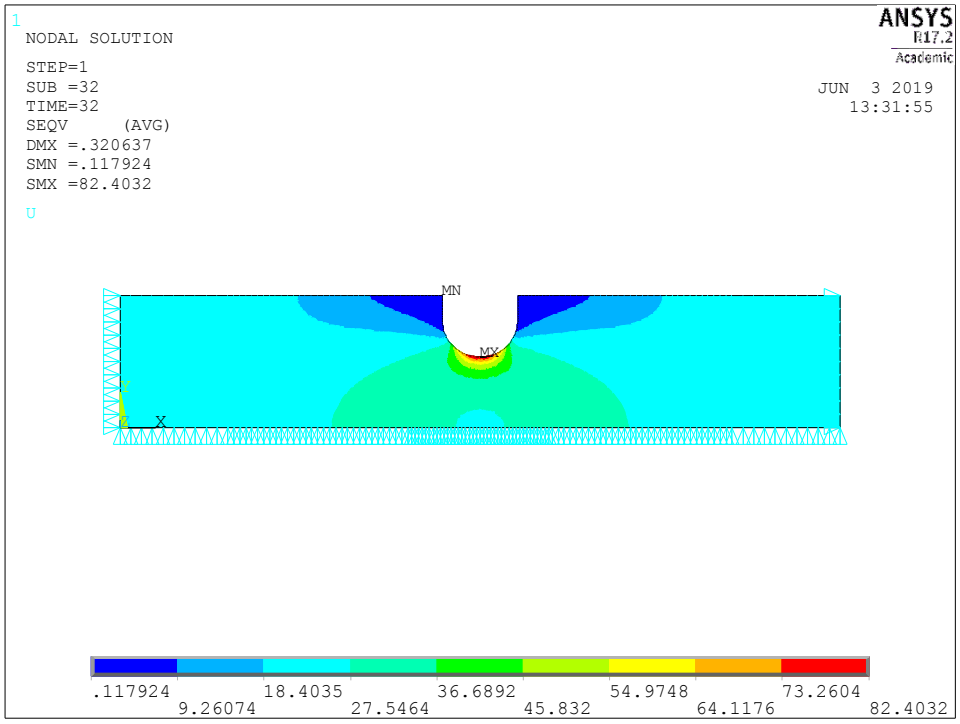


*Figura 4.41. Simulación de la distribución estática de tensiones en una probeta con orientación 90˚, con radio de fondo de entalla 1 mm.*

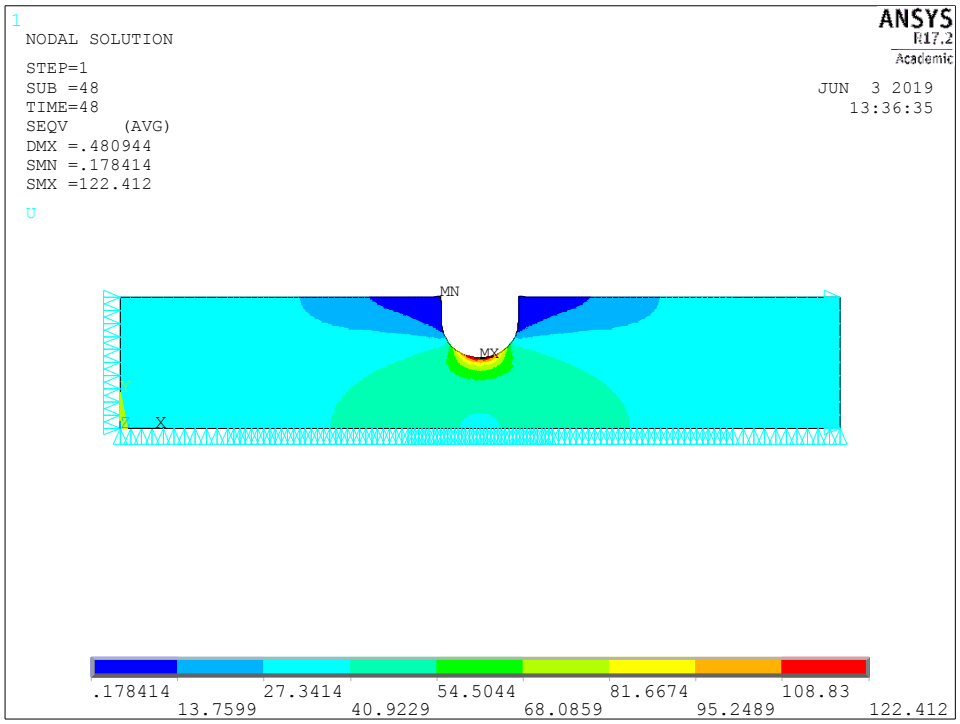


*Figura 4.42. Simulación de la distribución estática de tensiones en una probeta con orientación 0°, con radio de fondo de entalla 1 mm.*

El primer paso en la aplicación de la Teoría de las Distancias Críticas es la determinación de los parámetros *L* y $\sigma_0$, longitud característica y tensión crítica, respectivamente. Para ello, se necesitan los perfiles de tensiones equivalentes de von Mises en el instante de la rotura en la zona cercana al fondo de entalla *Figura 4.43*, para al menos dos geometrías diferentes. En este estudio se escogieron las de radios 0,2 y 1 mm por ser las más alejadas (*Figura 4.44* y *Figura 4.45*), tal y como se explicó en el capítulo de metodología de esta tesis doctoral.

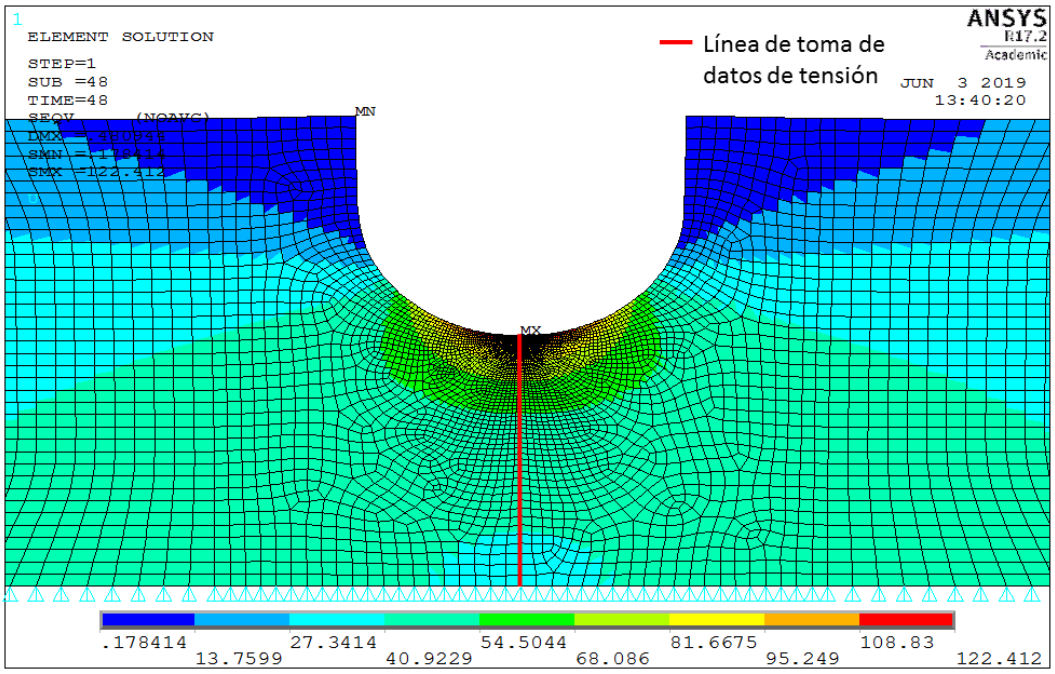


*Figura 4.43. Imagen del perfil de tensiones equivalentes de von Misses en el fondo de entalla seleccionado para la aplicación de la TDC según la dirección de carga, en una probeta de radio de fondo de entalla 1 mm y módulo de elasticidad 1,6 GPa*

El comportamiento mecánico de las probetas fabricadas en direcciones paralelas y perpendiculares se ha comprobado que es diferente. Por este motivo, fue necesario simular dos casos distintos para cada radio nominal de entalla. Por lo tanto, los instantes de rotura, es decir, la deformación máxima y la carga máxima de rotura de las probetas paralelas y perpendiculares no fueron las mismas. En la *Figura 4.44* se muestran la distribución de tensiones de von Mises para las dos direcciones de fabricación para probetas de radio de entalla 1 mm, según la dirección longitudinal de la probeta.

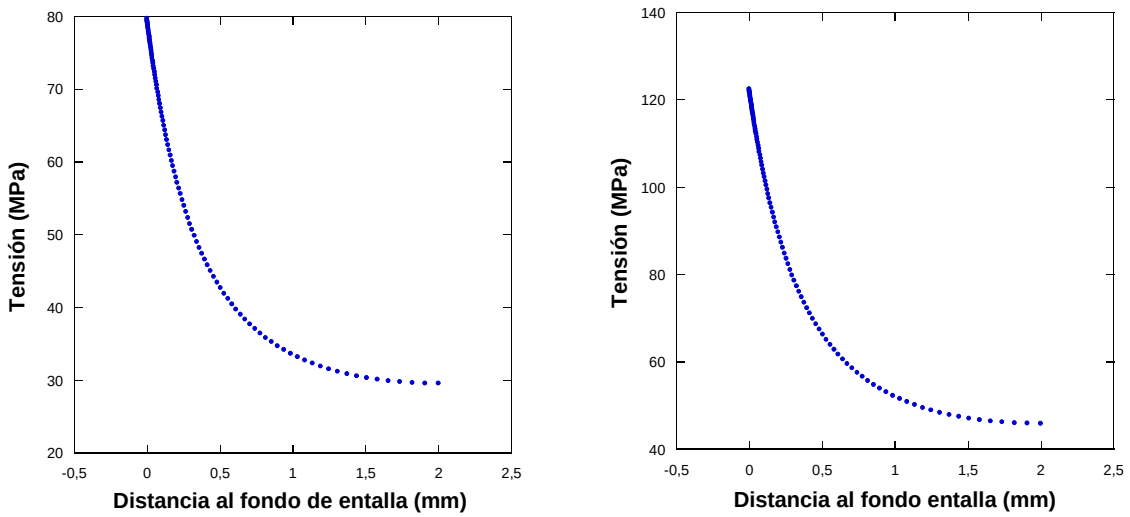


*Figura 4.44. Distribución de la tensión de von Mises en los instantes de rotura para probetas con radio de entalla 1mm, con orientación 0˚ (derecha) y con orientación 90˚ (izquierda).*

También fue necesario el análisis de la distribución de tensiones para las dos direcciones de fabricación para las probetas con radio de entalla 0,2 mm. Los resultados de la simulación, siguiendo el mismo camino que en los casos anteriores (*Figura 4.44*), se muestran en la *Figura 4.45*.

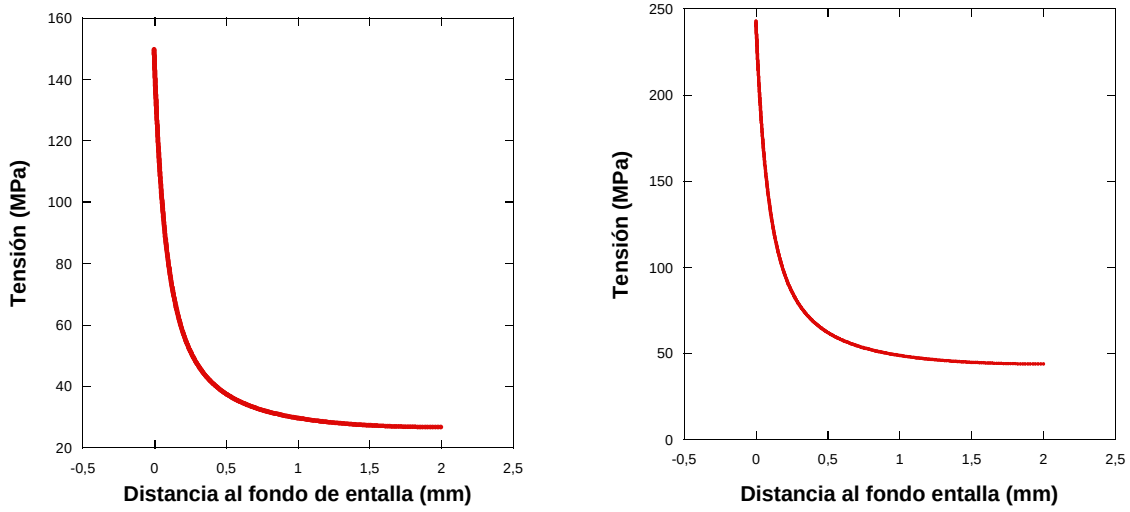


*Figura 4.45. Distribución de tensiones en dirección de aplicación de la carga, $\sigma_x$ en los instantes de rotura para probetas con radio de entalla 0,2mm, con orientación 0˚ (derecha) y con orientación 90˚ (izquierda)*

### 4.5.2 *Caso dinámico*

El estudio del estado tensional en los ensayos a altas velocidades de deformación, se realizó con el programa LS-DYNA, en su versión 4.2 y con el módulo LS-DYNA en el paquete de software de ANSYS 17.4. Ante la duda de que en este caso dinámico el equilibrio estuviera asegurado durante el ensayo, se decidió simular toda la probeta entre las dos barras del dispositivo de barra Hopkinson y se aplicaron, como condiciones de contorno, los desplazamientos calculados a partir de las señales registradas en las bandas extensométricas del dispositivo. Por este motivo, fue necesario realizar la simulación en 3D, para tener en cuenta el cambio de sección en la probeta: de sección circular roscada en las cabezas de las probetas a sección rectangular en la zona central, donde se encontraban las dos entallas perpendiculares a la dirección de aplicación de la carga (*Figura 4.46*). A pesar de tener esta dificultad, el problema a simular sigue permitiendo considerar alguna simplificación: existen simetrías de geometría, condiciones de contorno y carga con respecto a dos planos, el XZ y el YZ (*Figura 4.46*), por lo que sólo fue necesario generar un cuarto de la geometría de la probeta tridimensional y aplicar las condiciones de simetría en esos dos planos, respectivamente.

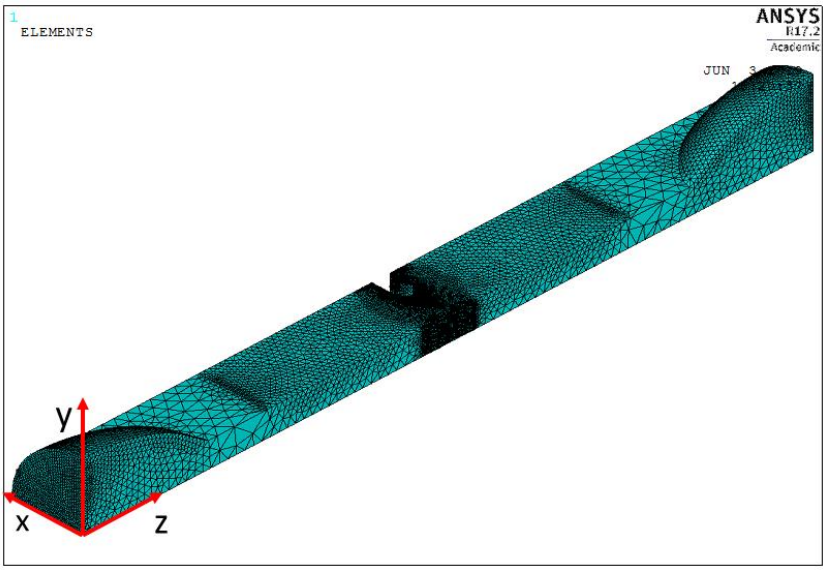


*Figura 4.46. Imagen de la geometría y malla de la cuarta parte de una probeta con entalla de radio 0,5 mm.*

Como resultados de la simulación, se obtuvieron las curvas de fuerza-tiempo en tres secciones de la probeta: en los extremos de la probeta, en contacto con las barras incidente y transmisora, y en la sección central (sección de la entalla) (*Figura 4.47*). Observando estas gráficas se comprueba que las fuerzas a uno y otro lado de la probeta no son exactamente iguales, aunque sí muy próximas. En consecuencia, aunque se puede concluir que se está cerca del equilibrio, es preferible utilizar el estado tensional en la misma sección de la entalla a través de la simulación, y no a partir de las señales recogidas en las bandas extensométricas del equipo de barra Hopkinson. El instante de la rotura se determinó a partir de las imágenes de la videoextensometría de alta velocidad, considerando como instante de rotura el correspondiente a la imagen donde se mostraba el inicio del crecimiento de grieta (*Figura 4.50*).

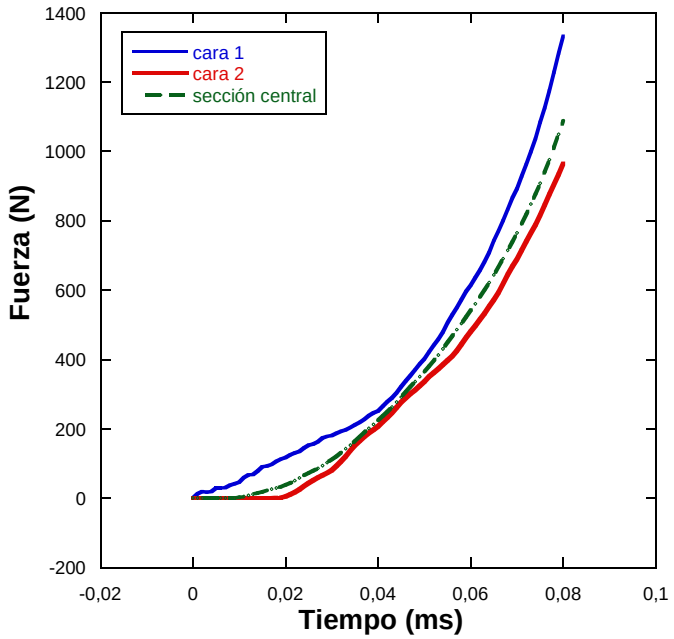


*Figura 4.47. Ejemplo de curvas fuerza-tiempo en los extremos (cara 1 y cara 2) y en la sección central, de una probeta de orientación 0° con radio de entalla 0,2 mm.*

Por otro lado, las curvas de fuerza-tiempo obtenidas en la sección central de la probeta se recogen en las *Figura 4.48* y *4.49*

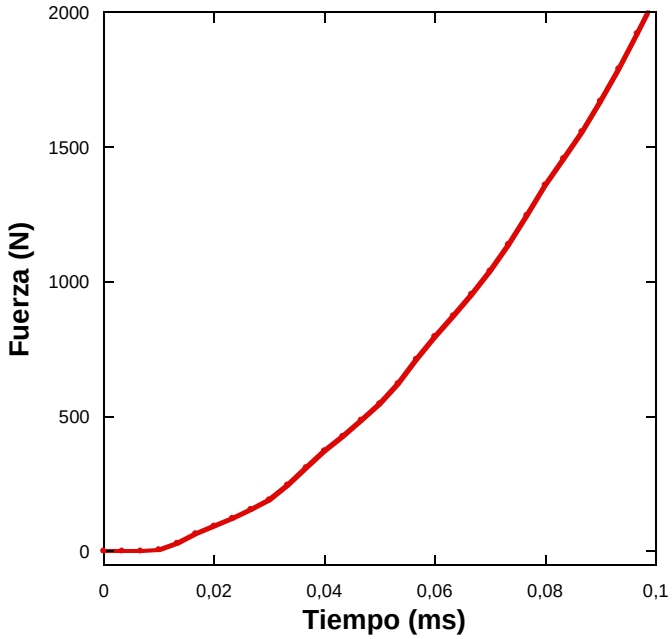


*Figura 4.48. Ejemplo de curva fuerza tiempo en la sección central de una probeta de radio de entalla 1 mm*

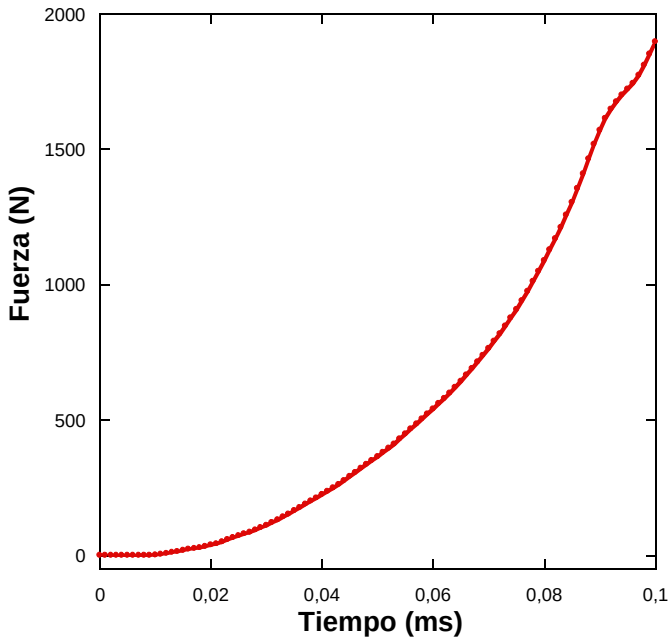


*Figura 4.49. Ejemplo de curva fuerza tiempo en la sección central de una probeta de radio de entalla 0,2 mm*

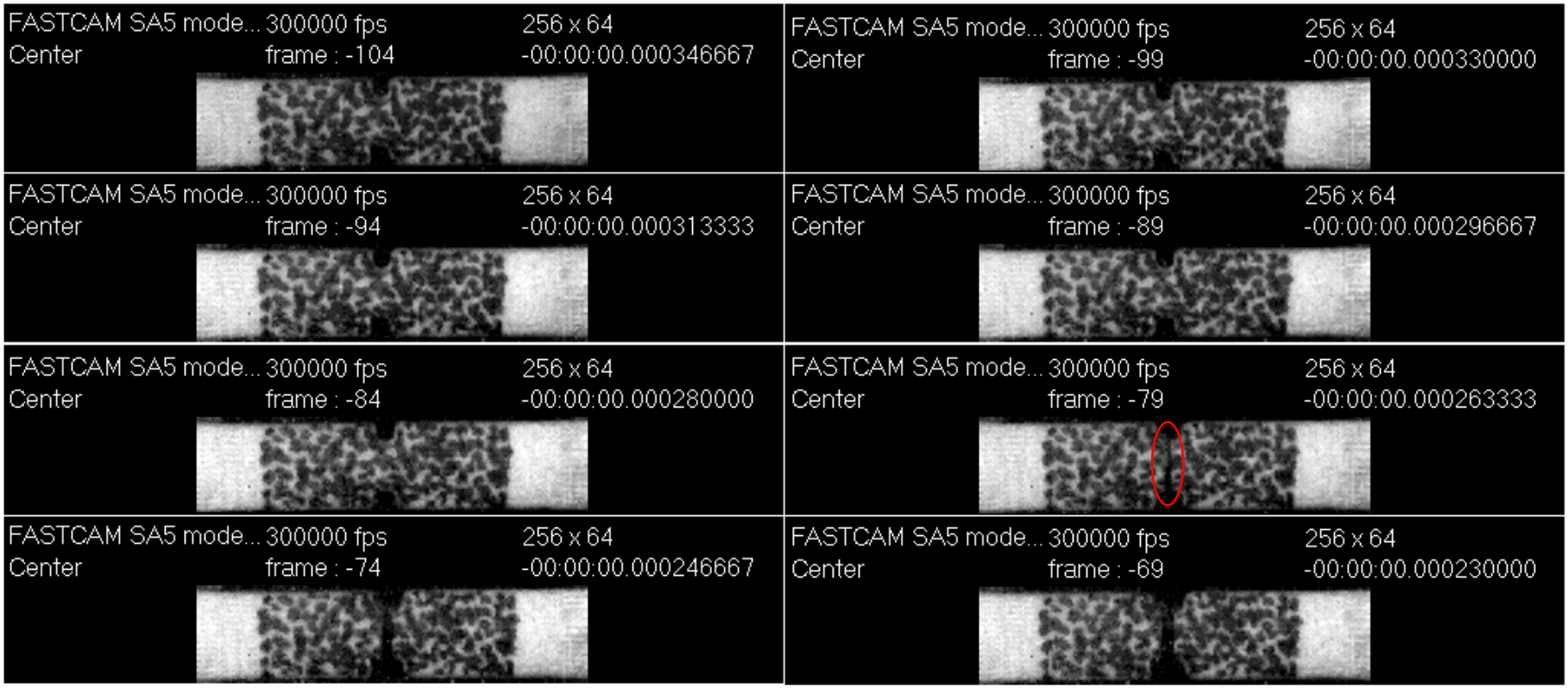


*Figura 4.50. Imágenes de videoextensometría de alta velocidad para el control del avance de grieta desde el inicio de la aplicación de la carga*

Las simulaciones numéricas se realizaron sólo con los radios de entalla nominales: 0,2; 0,5; 0,8 y 1 mm. Para poder aplicar los resultados a cada una de las probetas individuales con radios reales de fondo de entalla diferentes del nominal, ha sido necesario estimar un factor de concentración de tensiones, que permita obtener los datos necesarios para las probetas con radios reales a partir de las simulaciones con radios nominales. La magnitud que se ha utilizado como primer paso de cálculo es la tenacidad aparente o valor crítico del factor de intensidad de tensiones de entalla, determinado con la *Ecuación 4.1*. Como se puede observar, la ecuación requiere el valor de $F_{max}$, determinado experimentalmente como la fuerza de rotura de cada ensayo; $R$, radio real medido experimentalmente en cada ensayo; y, finalmente, $k_t$, el factor de concentración de tensiones calculado como la relación entre la tensión máxima (en el fondo de entalla) y la tensión en el punto más alejado del fondo de la entalla, pero en su misma sección. Este valor de $k_t$ se ha calculado para cada radio real utilizando una función de ajuste de los valores de $k_t$ de las simulaciones realizadas frente al radio de entalla.

$$K_C^N = k_t \frac{F_{max}/_2}{A_0} \sqrt{\pi R} \qquad 4.1$$

Sin embargo, en los ensayos dinámicos la situación es más compleja, ya que el valor de $k_t$ varía con el tiempo debido al paso de las ondas por la probeta y, en consecuencia, es necesario emplear el valor correspondiente al instante de rotura de cada ensayo experimental. De manera que se ajustó el factor de concentración de tensiones para diferentes instantes de tiempo (*Figura 4.51*).

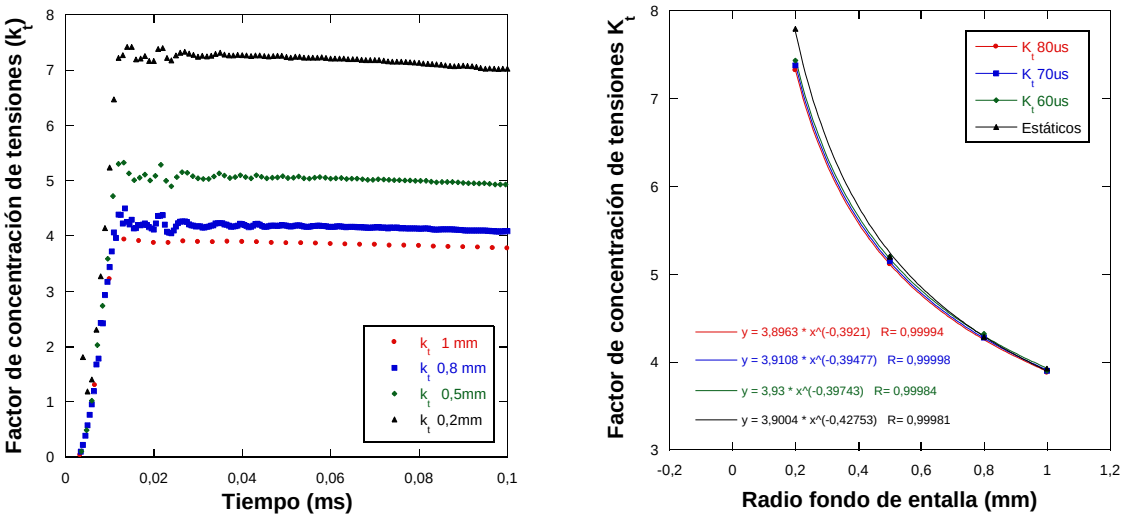


*Figura 4.51. Variación del factor de concentración de tensiones. Izquierda: con el tiempo. Derecha: con el radio*

Con estos datos, es posible determinar las tenacidades de fractura aparentes o valores críticos del factor de intensidad de tensiones de entalla para los ensayos realizados en probetas entalladas, tanto estáticos como dinámicos.

En las *Figura 4.52* a *4.55* se muestran los valores de tenacidades aparentes calculadas para todas las probetas entalladas, indicando a qué familia de radios en el fondo de entalla corresponden. Puede observarse cómo la tenacidad aparente aumenta con el radio de entalla, lo que indica, como es razonable, que las entallas se comportan de modo más cercano a una fisura a medida que el radio es menor.

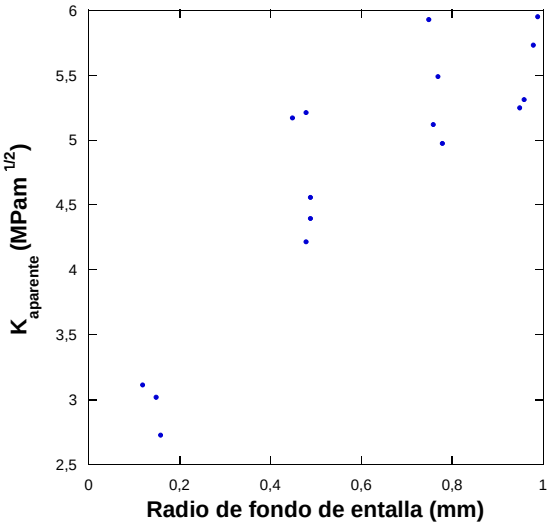


*Figura 4.52. Tenacidad aparente de probetas con orientación 0˚ con diferentes radios de entalla a alta velocidad de deformación.*

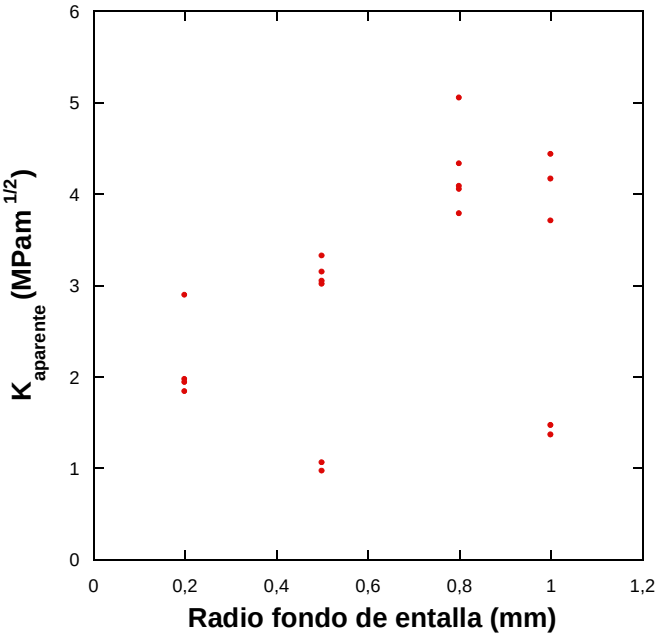


*Figura 4.53. Tenacidad aparente de probetas con orientación 90˚ con diferentes radios de entalla a alta velocidad de deformación.*

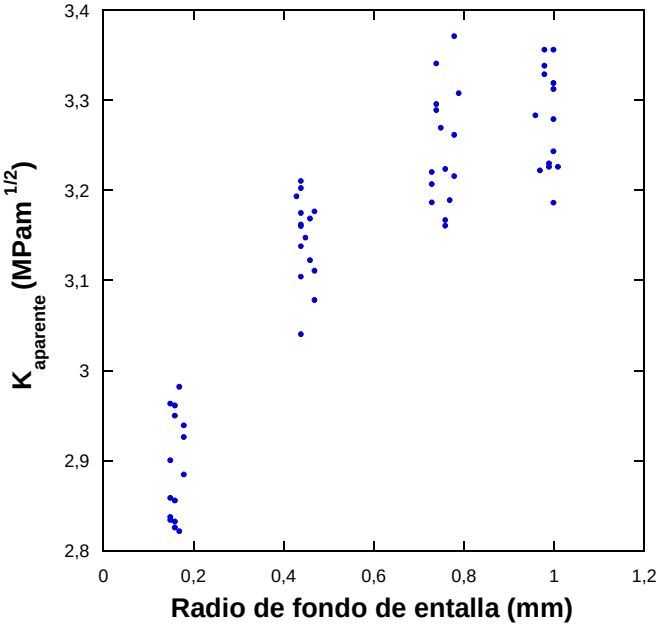


*Figura 4.54. Tenacidad aparente de probetas con orientación 0 º con diferentes radios de entalla a baja velocidad de deformación.*

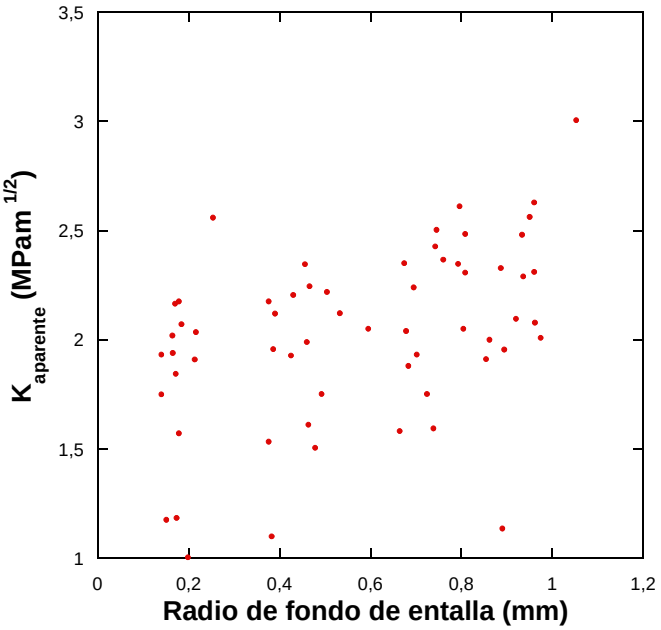


*Figura 4.55 Tenacidad aparente de probetas con orientación 90º con diferentes radios de entalla a baja velocidad de deformación.*

A la vista de estos resultados, se concluye que el valor de tenacidad aparente no es válido para conocer la tenacidad de fractura real del material, ya que depende significativamente del radio de entalla, como era de esperar.

Es deseable encontrar una metodología que permita obtener el valor de tenacidad de fractura del material a partir de estos valores de tenacidad aparente dependientes del valor de radio de entalla, y unifique estos valores. En esta tesis doctoral se ha tomado la *Teoría de las Distancias Críticas* como herramienta que permita convertir estos valores de tenacidad aparente en valores de tenacidad de fractura. El próximo apartado describe los resultados obtenidos con esta metodología.

En las *Figura 4.56* y *4.58* se muestra la distribución de tensiones en el instante del fallo de una probeta con orientación 0º con entalla de radio 1 mm. Se puede ver como la distribución de tensiones no es del todo homogénea a lo largo del espesor y, por tanto, el camino para representar la distribución de tensiones fueron los nodos situados sobre el eje Y desde el centro del arco de la entalla y en el centro del espesor.

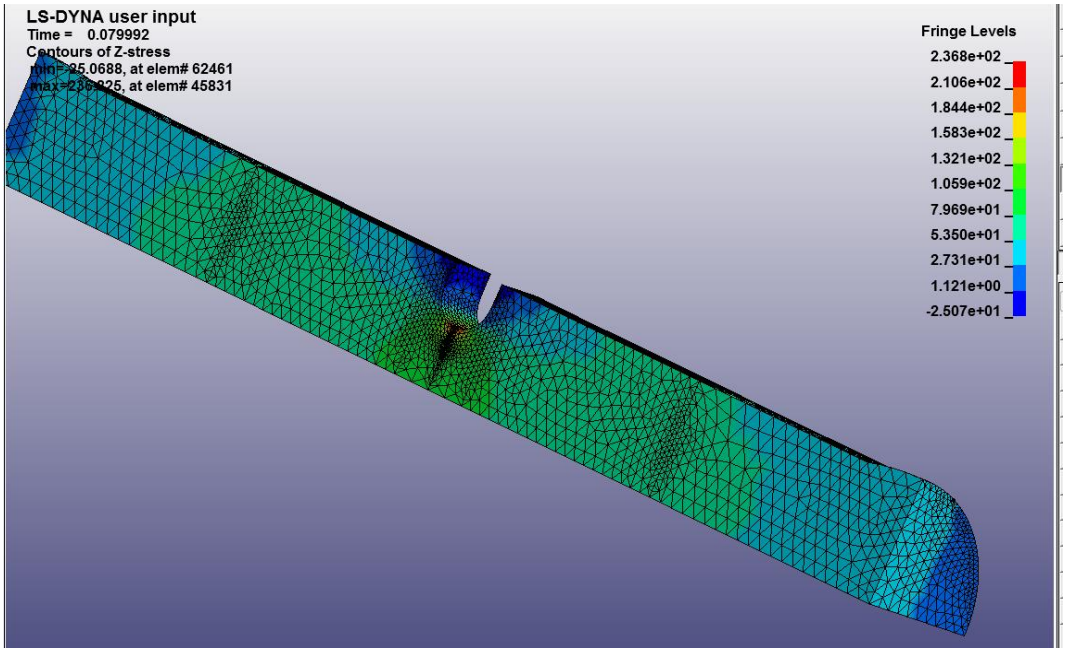


*Figura 4.56. Distribución de tensiones en una probeta paralela en el instante de rotura, con entalla de radio 1 mm*

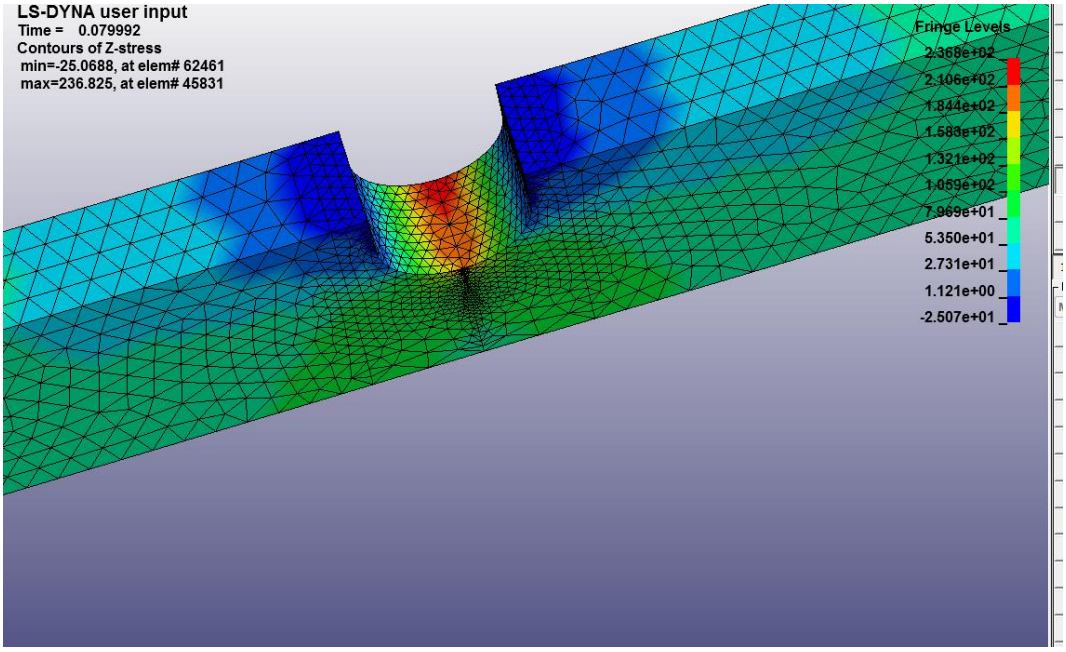


*Figura 4.57. Distribución de tensiones a lo largo de la línea de fondo de entalla, probeta con entalla de radio 1 mm*

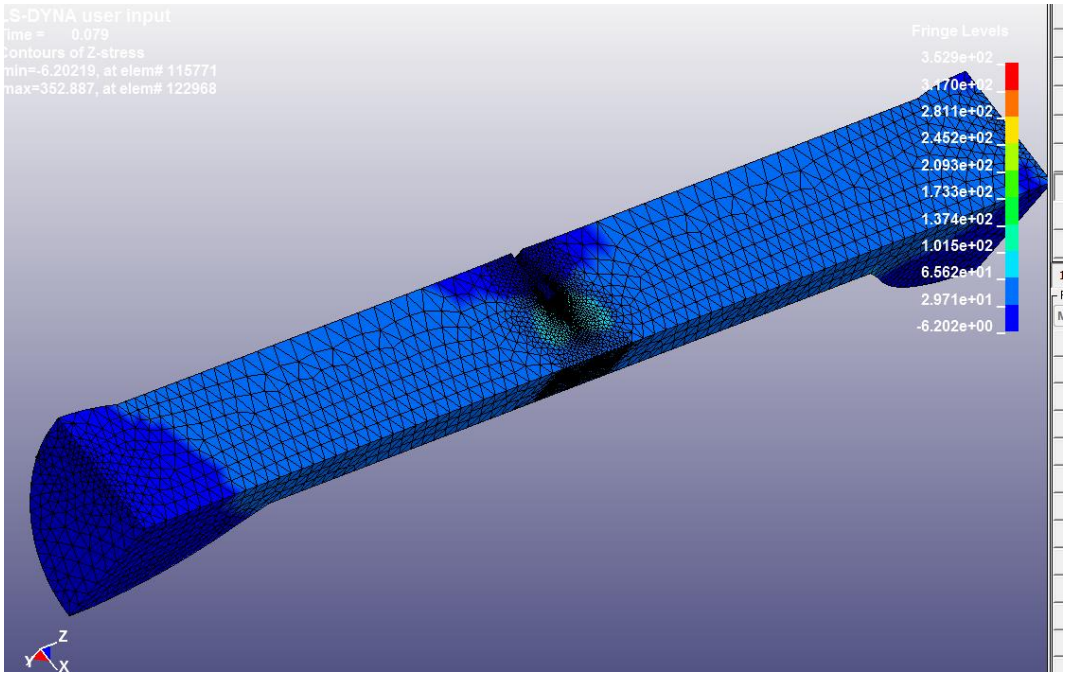


*Figura 4.58. Distribución de tensiones en una probeta paralela en el instante de rotura, con entalla de radio 0,2 mm*

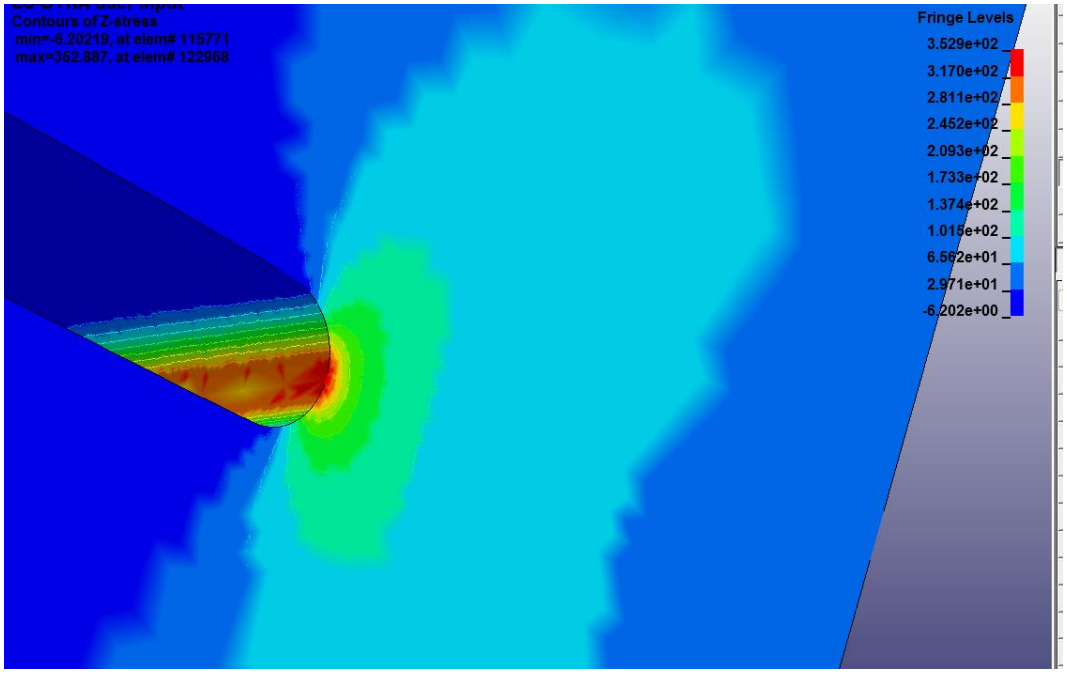


*Figura 4.59. Distribución de tensiones a lo largo de la línea de fondo de entalla, probeta con entalla de radio 0,2 mm*

Las distribuciones de tensiones correspondientes a una probeta de 0,2 mm pueden verse en la *Figura 4.59*.

## 4.6 Aplicación de la Teoría de las Distancias Críticas

Para la aplicación de la *Teoría de las Distancias Críticas* en su formulación más sencilla del Método del Punto, es necesario representar en una misma gráfica las curvas tensión-distancia al fondo de entalla para diferentes radios de entalla, o incluso con probetas lisas. El lugar de corte de todas esas curvas debería ser único y corresponder con el punto para el cual se alcanza la tensión crítica $\sigma_0$ a una distancia *L/2* del fondo de la entalla, siendo *L* el parámetro conocido como longitud característica. Sin embargo, en la realidad, estas curvas no suelen cortarse todas en un mismo punto. Las diferentes opciones encontradas en bibliografía indican que es posible tomar un valor medio de entre esos puntos, o escoger el punto de corte entre los casos de las entallas con radios más extremos [1]. En esta tesis doctoral se ha considerado más apropiada esta última opción utilizando las probetas con radios de entalla de 0,2 y 1 mm (*Figura 4.60* y *Figura 4.61*).

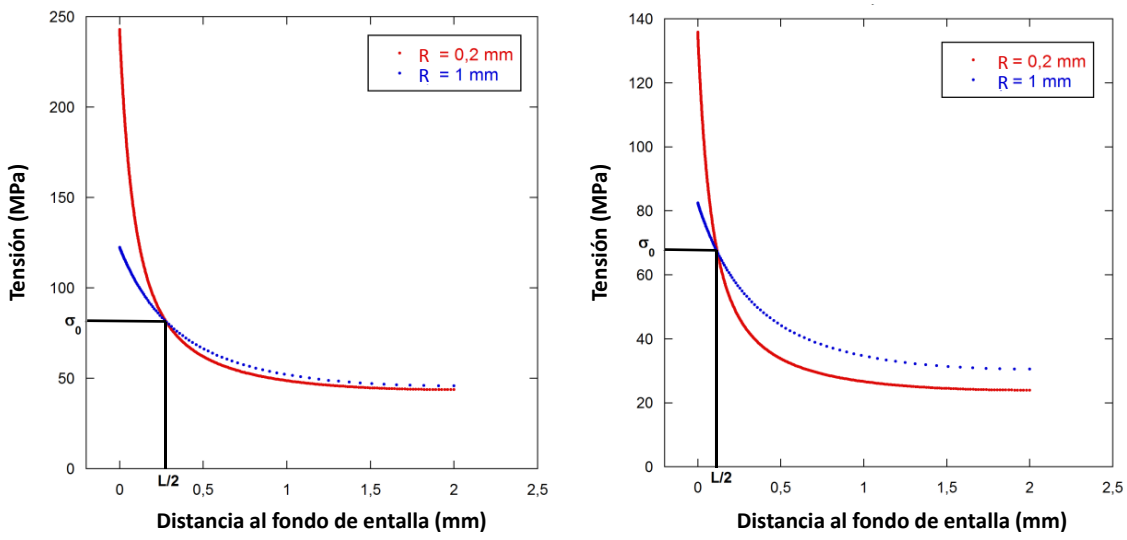


*Figura 4.60. Gráficas de tensión-distancia al fondo de entalla de probetas con orientación 0˚ (izquierda) y con orientación 90˚ (derecha) con diferente radio de entalla, para una velocidad de 2 mm/min. Los puntos de corte de la distribución de tensiones entre probetas con entallas de diferente radio proporciona los parámetros $\sigma_0$ y L/2 de la TDC.*

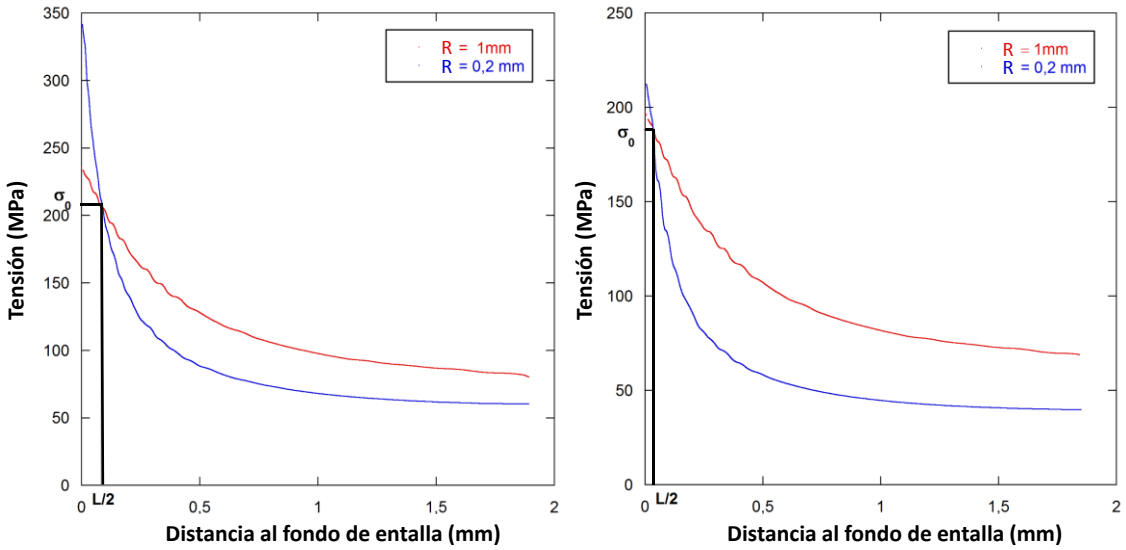


*Figura 4.61. Gráficas de tensión-distancia al fondo de entalla de probetas con orientación 0˚ (izquierda) y con orientación 90˚ (derecha) con diferente radio de entalla para una velocidad de 500000 mm/min. Los puntos de corte de la distribución de tensiones entre probetas con entallas de diferente radio proporciona los parámetros $\sigma_0$ y L/2 de la TDC*

En la *Tabla 4.4* se recogen los valores de los parámetros de la TDC para los casos estudiados:

| | **Orientación 0˚** | | | **Orientación 90˚** | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | ***$\sigma_0$ (MPa)*** | ***L(μm)*** | **$\sigma_0\sqrt{(\pi L)}$ (MPam$^{1/2}$)** | ***$\sigma_0$ (MPa)*** | ***L(μm)*** | **$\sigma_0\sqrt{(\pi L)}$ (MPam$^{1/2}$)** |
| **Velocidad baja ($10^{-3}$ s$^{-1}$)** | *81* | *560* | *3,4* | *67* | *236* | *1,8* |
| **Velocidad alta (500-600 s$^{-1}$)** | *205* | *180* | *4,9* | *180* | *80* | *2,9* |

*Tabla 4.4. Valores de los parámetros de la TDC en función de la dirección de carga y la velocidad de deformación*

Como se aprecia en los valores anteriores, la tensión característica $\sigma_0$ es muy superior a la resistencia a tracción del material, algo ya muy conocido en los materiales poliméricos [67]. Estas diferencias se acrecientan con la velocidad de deformación. Los datos de la

*Tabla 4.4* son utilizados para hacer una primera estimación de la tenacidad de fractura del material, en cada orientación a las diferentes velocidades de solicitación. Los valores obtenidos en esta estimación están recogidos en la *Tabla 4.4*.

### 4.6.1 *Determinación de la tenacidad empleando los parámetros de la TDC y la distribución de tensiones de Creager-Paris*

Una vez determinados los campos de tensión elastodinámicos en los instantes de rotura, es posible emplear la TDC para obtener una tenacidad de fractura a partir de los resultados obtenidos en probetas entalladas.

La combinación de la tenacidad aparente calculada anteriormente con el método del punto de la TDC, permite obtener la tenacidad de fractura, $K_{IC}$, en función de la tenacidad de fractura aparente, $K_C{}^N$, del radio, *R*, de entalla de cada probeta y de la longitud característica, *L*:

$$K_{IC} = K_C^N \frac{\left(1+\frac{R}{L}\right)^{3/2}}{1+\frac{2R}{L}} \qquad 4.2$$

En la *Figura 4.63.* y *4.63* se muestra los valores obtenidos de tenacidad de fractura, así calculada, para todas las probetas entalladas y fisuradas.

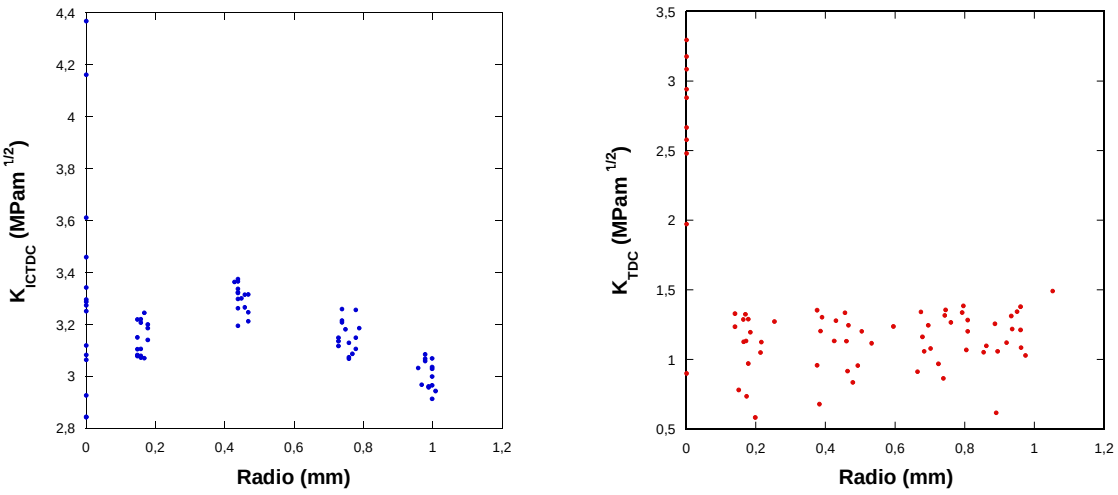


*Figura 4.62. Valores de tenacidad de fractura de probetas con orientación 0˚ a la izquierda y con orientación 90˚ a la derecha procedentes de ensayos a baja velocidad de deformación*

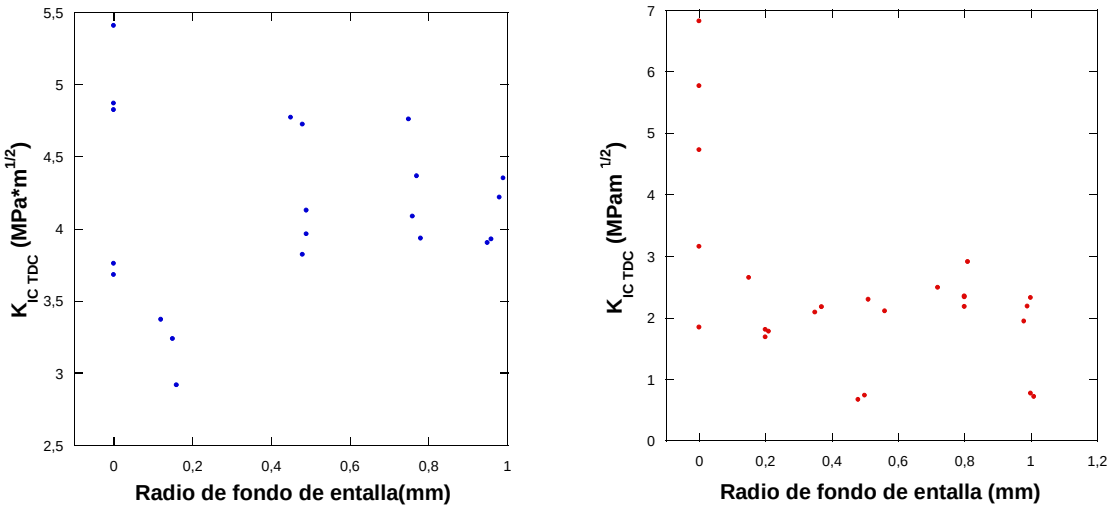


*Figura 4.63. Valores de tenacidad de fractura de probetas con orientación 0˚ a la izquierda y con orientación 90˚ a la derecha procedentes de ensayos a alta velocidad de deformación.*

Según se aprecia en los resultados obtenidos, existe una gran dispersión debido al comportamiento frágil del material sumado a la presencia de defectos en las probetas procesadas por técnicas de fabricación aditiva, especialmente en las probetas con orientación a 90˚, donde los defectos de fusión eran importantes. Por este motivo, se ha realizado un análisis probabilístico de los resultados.

## *4.7 Análisis probabilístico*

Como se explicó en el *capítulo 1*, la función de distribución de Weibull de tres parámetros (3P-W) proporciona la probabilidad de rotura *F* de una probeta cuando se aplica un valor del factor de intensidad de tensiones $K_I$ mediante la siguiente expresión:

$$F(K_I) = 1 - exp\left[-\left(\frac{K_I - K_{I0}}{C - K_{I0}}\right)^m\right] \qquad 4.3$$

donde $F(K_I)$ es la probabilidad de fallo y $K_I$ es el valor del factor de intensidad de tensiones de la probeta calculado a partir de la TDC para cada ensayo. *C* es un parámetro de escala que corresponde a una probabilidad acumulada del 63.2%, $K_{I0}$ es el valor umbral por debajo del cual no se producirá el fallo y *m* es el módulo de Weibull [68].

Para ajustar la curva de distribución (*Figura 4.64*) a los puntos experimentales, los parámetros de Weibull (*C*, $K_{I0}$ y *m*) fueron calculados siguiendo el siguiente procedimiento:

- Los valores de tenacidad fueron ordenados de menor a mayor y se les asignó un número de orden a cada valor, *i*.
- La probabilidad acumulada fue calculada según el estimador:

$$F(K_I) = P_i = \frac{i-0,5}{N} \qquad 4.4$$

donde *i* es el i-ésimo valor de $K_I$ y *N* es el número total de datos.

- La función de probabilidad se ajusta a una línea recta tomando dos veces logaritmos:

$$ln\left[ln\left(\frac{1}{1-P_i}\right)\right] = m \cdot ln(K_I - K_{I0}) - m \cdot ln(C - K_{I0}) \qquad 4.5$$

El parámetro de Weibull, *m*, es la pendiente de la recta y *C* puede calcularse a partir de la ordenada en el origen. $K_{I0}$ se obtuvo como el valor que proporcionaba un mejor coeficiente de regresión en el ajuste de la recta de los puntos experimentales. Esta iteración se implementó en el programa MATLAB. Los valores de parámetros de Weibull se muestran en la *Tabla 4.5*. Estos valores se han obtenido a partir de las funciones de ajuste representadas en la *Figura 4.64*.

| | | **Entalladas** | | | **Fisuradas** | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | **$K_{Io}$** | **C** | **m** | **$K_{Io}$** | **C** | **m** |
| **Estático** | 0˚ | 2,90 | 3,31 | 3,35 | 2,77 | 3,39 | 1,33 |
| | 90˚ | 0 | 2,10 | 6,23 | 0 | 2,96 | 7,59 |
| **Dinámico** | 0˚ | 0,2 | 4,26 | 8,37 | 0 | 4,83 | 6,45 |
| | 90˚ | 1,47 | 2,31 | 2,42 | 0,3 | 5,09 | 2,03 |

*Tabla 4.5. Parámetros de la distribución de Weibull obtenidos a partir de los ensayos en probetas entalladas.*

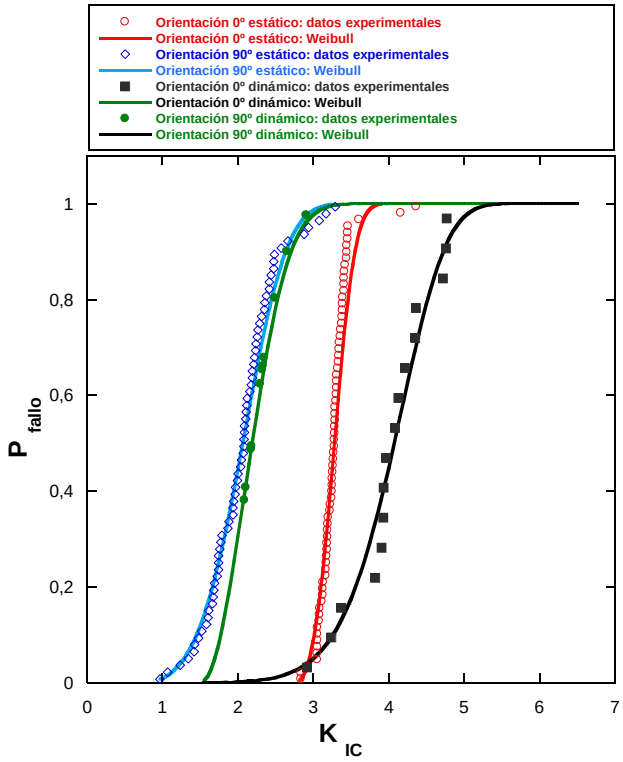


*Figura 4.64. Ajustes de Weibull para cada dirección de fabricación y velocidad de deformación*

Los valores de tenacidad de fractura, $K_{IC}$, determinados a partir del parámetro C a diferentes velocidades se recogen en las *Tabla 4.6* y *Tabla* 4.7.

| Tipo de muestra | Radio de fondo de entalla (mm) | $K_{IC}$ 0˚ (MPam$^{1/2}$) | $K_{IC}$ 90˚ (MPam$^{1/2}$) |
|---|---|---|---|
| Entalladas | 0,2 | 3,13 | 2,24 |
| | 0,5 | 3,41 | 2,14 |
| | 0,8 | 3,35 | 2,01 |
| | 1 | 3,25 | 2,00 |
| | Todos los radios | 3,31 | 2,10 |
| **Fisuradas** | | 3,39 | 2,96 |
| **Todas las muestras** | | 3,35 | 2,22 |

*Tabla 4.6. Valores medios de tenacidad de fractura obtenidos mediante el parámetro de Weibull ($K_{I0}$) para probetas entalladas y fisuradas en ensayos estáticos*

| Tipo de muestra | $K_{IC}$ 0˚ (MPam$^{1/2}$) | $K_{IC}$ 90˚(MPam$^{1/2}$) |
|---|---|---|
| **Entalladas** | 4,256 | 2,305 |
| **Fisuradas** | 4,834 | 5,094 |

*Tabla 4.7. Valores medios de tenacidad de fractura obtenidos mediante el parámetro de Weibull ($K_0$) para probetas entalladas y fisuradas en ensayos dinámicos*

Se realizaron ajustes de Weibull para cada familia de ensayos correspondiente a un radio nominal de entalla y para todos los datos en conjunto, en función de la dirección de fabricación.

Las *Tabla 4.6* y *Tabla 4.7* son, en realidad, el resultado principal de esta tesis doctoral. Como se aprecia en las distribuciones incluidas en la *Figura 4.64* y la comparación del parámetro C de la *Tabla 4.6* y *Tabla 4.7*, la TDC proporciona una buena aproximación de la tenacidad de fractura en el caso de las probetas con orientación a 0°. En realidad, si el objetivo fuera exclusivamente determinar la tenacidad de fractura, bastaría con calcular los valores de los parámetros $\sigma_0$ y *L* siguiendo el método del punto de la TDC, y utilizar la aproximación de la *Tabla 4.6* para obtener un valor razonable de la tenacidad de fractura. No obstante, el procedimiento indicado en este apartado, permite evaluar la integridad de probetas entalladas.

Los resultados obtenidos en la orientación 90˚ no son tan satisfactorios. Hay diferencias importantes, tanto en los ensayos estáticos como en los dinámicos, entre las predicciones de la TDC y los resultados obtenidos con probetas fisuradas. La causa de estas diferencias requeriría el análisis de los mecanismos de rotura propios de estas probetas, una tarea que aún no ha sido completada.

No parece que los efectos dinámicos de propagación de ondas de tensión sean, realmente, muy relevantes en la determinación del estado tensional en la configuración utilizada en estos ensayos, si bien esto no significa que los parámetros característicos no tomen valores significativamente diferentes a altas velocidades de deformación. La *Tabla 4.4* muestra las variaciones de los parámetros $\sigma_0$ y *L* con la velocidad. La tenacidad

de fractura determinada en las probetas con orientación 0º ha aumentado casi un 30 % al pasar de ensayos cuasiestáticos a ensayos dinámicos en barra Hopkinson. Es difícil cuantificar la velocidad de deformación o la velocidad de carga puesto que los estados tensionales o deformacionales no son homogéneos como consecuencia de la presencia de la entalla. A efectos de cuantificación puede usarse la velocidad de desplazamiento impuesta que pasa de 2 mm/min a aproximadamente 500.000 mm/min, más de 5 órdenes de magnitud.

# Capítulo 5:

# Conclusiones y Líneas de Trabajo Futuro

# 5 Conclusiones y Líneas de Trabajo Futuro

## Conclusiones

Los resultados experimentales y numéricos obtenidos en esta tesis doctoral permiten enunciar las siguientes conclusiones, todas ellas relativas a la caracterización de poliamida 12 fabricada por SLS:

- Se han realizado ensayos estáticos y dinámicos que han permitido determinar la influencia de la velocidad de deformación en las propiedades mecánicas de los materiales estudiados. El módulo de elasticidad está muy afectado por la velocidad de deformación, aumentando alrededor de un 150% (de 1,6 a 4 GPa) al pasar de una velocidad de deformación de $10^{-3}$ a 500 $s^{-1}$, aproximadamente. No se han apreciado diferencias relevantes en los valores de módulo de elasticidad con la dirección de fabricación.
- En relación con la resistencia a tracción del material, los ensayos mecánicos realizados permiten concluir que existe una significativa influencia de la velocidad de deformación en esta propiedad, aumentando desde 49 a 72 MPa en las probetas con orientación 0º y desde 34 a 43 MPa en las probetas con orientación 90º, al aumentar la velocidad de deformación en 5 órdenes de magnitud. En condiciones estáticas, la resistencia a tracción de las probetas orientadas a 0º es aproximadamente un 44% mayor que la resistencia de las probetas orientadas a 90º. Sin embargo, esta diferencia aumenta hasta un 67% en condiciones dinámicas. La menor resistencia a tracción de las probetas orientadas a 90º se debe a los defectos por falta de adhesión generados durante la fabricación.
- Se ha desarrollado una metodología de trabajo que combina la Teoría de las Distancias Críticas, una aproximación probabilística basada en la distribución de Weibull y técnicas experimentales como la barra Hopkinson y la

videoextensometría, para estudiar el efecto de la velocidad de deformación en la rotura de sólidos entallados de poliamida 12 fabricados por SLS.

- Los ensayos sobre probetas entalladas han permitido determinar los parámetros característicos de la Teoría de las Distancias Críticas, $\sigma_0$ y $L$ y determinar la influencia en ellos de la velocidad de carga.
- Los valores de tenacidad de fractura obtenidos a partir de los ensayos de probetas entalladas empleando la TDC, se han comparado con la tenacidad de fractura obtenida en ensayos con probetas fisuradas. Los resultados han sido muy semejantes en el caso de la orientación a 0º, mientras que las diferencias han sido importantes en el caso de la orientación a 90º. El papel jugado por los defectos de fabricación parece ser de nuevo el causante de estas diferencias.
- Se ha observado un aumento de la tenacidad de fractura desde 3,3 $MPam^{1/2}$ a baja velocidad de carga, 2 mm/min, hasta 4.3 $MPam^{1/2}$ a 500.000 mm/min. Este aumento de aproximadamente el 30% para las probetas fabricadas con orientación a 0º es bastante más reducido para las probetas a 90º, si bien en este último caso los resultados no han sido totalmente satisfactorios.
- La anisotropía intrínseca al modo de fabricación se observa en los valores de tenacidad de fractura, siendo menores los valores medidos en las probetas con orientación 90º, especialmente en condiciones dinámicas.

## Líneas de trabajo futuro

Durante el desarrollo de esta Tesis Doctoral han ido surgiendo algunas cuestiones que han quedado sin estudiar por falta de tiempo y se plantean como líneas de trabajo futuro. Las más relevantes se indican a continuación:

- Desarrollo de una metodología propia para la determinación de la tenacidad de fractura a alta velocidad, basada en el cálculo del factor de intensidad de tensiones dinámico, a partir de un análisis que tenga en cuenta la propagación de ondas elásticas en la probeta.
- Aplicación de la metodología del material equivalente como alternativa para considerar el comportamiento no lineal de la poliamida 12, dentro del marco de la TDC.
- Desarrollo de métodos experimentales y numéricos que incorporen un modelo de comportamiento más real de los materiales estudiados, haciendo uso de una ecuación constitutiva que considere la influencia de la velocidad de deformación.

# Referencias

# Referencias

[1] D. Taylor, The Theory of Critical Distances. A new perspective in fracture mechanics, Oxford: Elsevier Ltd., 2007.

[2] F. Berto y P. Lazzarin, «Recent develpments in brittle and quasi-brittle failure assessment of engineering materials by means of local approaches,» *Materials Science and Engineering: R: Reports,* vol. 75, pp. 1- 48, 2014.

[3] M. Creager y P. Paris, «Elastic field ecuations for blunt cracks with reference to stress corrosion cracking,» *International Journal of Fracture Mechanics,* vol. 3, pp. 247-252, 1967.

[4] P. Lazzarin y R. Tovo, «A unified approach to the evaluation of linear elastic stress fields in the neighbourhood of cracks and notches,» *International Journal of Fracture,* vol. 78, pp. 3-19, 1996.

[5] S. Filippi, P. Lazzarin y R. Tovo, «Developments of some explicit formulas useful to describe elastic stress fields ahead of notches in plates,» *International Journal of Solids and Structures,* vol. 39, pp. 4543-4565, 2002.

[6] F. Gómez, G. Guinea y M. Elices, «Failure criteria for linear elastic materials with U-notches,» *International Journal of Fracture,* vol. 141, pp. 99-113, 2006.

[7] H. Neuber, «Theorie der technischen Formzahl,» *Forschung auf dem Gebiet des Ingenieurwesens A,* vol. 7, pp. 271-274, 1936.

[8] V. Novozhilov, «On a necessary and sufficient criterion for brittle strength: PMM,» *Journal of Applied Mathematics and Mechanics,* vol. 33, pp. 212-222, 1969.

[9] A. Kinloch y J. Williams, «Crack blunting mechanism in polymers,» *Journal of Materials Science,* vol. 15, pp. 987-996, 1980.

[10] K. Tsuji, K. Iwase y K. Ando, «An investigation into the location of crack initiation sites in alumina, polycarbonate and mild steel,» *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures,* vol. 22, pp. 509-517, 1999.

[11] A. Salazar, A. Segovia, A. Martínez y J. Rodríguez, «The role of notching damage on the fracture parameters of ethylene-propylene block copolymers,» *Polymer Testing,* pp. 824-831, 2010.

[12] A. Salazar, J. Rodríguez, A. Segovia y A. Martínez, «Relevance of the femtolaser notch sharpening to the fracture of ethylene-propylene block copolymers,» *European Polymer Journal,* vol. 46, pp. 1896-1907, 2010.

[13] A. Salazar, J. Rodríguez, A. Segovia y A. Martínez, «Influence of the notch sharpening technique on the fracture toughness of bulk ethylene-propylene block copolymers,» *Polymer Testing,* vol. 29, pp. 49-59, 2010.

[14] A. Salazar, J. Rodríguez, F. Arbeiter, G. Pinter y A. Martínez, «Fracture toughness of high density polyethylene: Fatigue pre-cracking versus femtolaser, razor sharpening and broaching,» *Engineering Fracture Mechanics,* vol. 149, pp. 199-213, 2015.

[15] A. Salazar, J. Rodríguez y A. Martínez, «The role of notch sharpening on the J-fracture toughness of thermoplastic polymers,» *Engineering Fracture Mechanics,* vol. 101, pp. 10-22, 2013.

[16] A. Salazar, Y. Patel y J. Williams, «Influence of crack sharpness on the fracture toughness of epoxy resins,» *13th International Conference on Fracture 2013, ICF 2013,* 2013.

[17] A. Martínez, D. Arencón, A. Salazar y J. Rodríguez, «Influence of the notch sharpening on the impact fracture toughness of ethylene-propylene block copolymers,» *Polymer Testing,* vol. 36, pp. 74-81, 2014.

[18] A. Martínez, N. León, D. Arencón y J. S. A. Rodríguez, «On the effect of the different notching techniques on the fracture toughness of PETG,» *Polymer Testing,* vol. 32, pp. 1244-1252, 2013.

[19] A. Martínez, A. Salazar, N. León, S. Illescas y J. Rodríguez, «Influence of the notch-sharpening technique on styrene-acrylonitrile fracture behavior,» *Journal of Applied Polymer Science,* vol. 133, p. 43775, 2016.

[20] R. E. Peterson, «Notch sensitivity,» *Metal fatigue,* pp. 293-306, 1959.

[21] V. Novozhilov, «On the foundations of a theory of equilibrium cracks in elastic solids: PMM,» *Journal of Applied Mathematics and Mechanics,* vol. 33, pp. 777-790, 1969.

[22] K. Tanaka, «Engineering formulae for fatigue strength reduction due to crack-like notches,» *International Journal of Fracture,* vol. 22, pp. R39-R46, 1983.

[23] D. Taylor, «Geometrical effects in fatigue: a unifying theoretical model,» *International Journal of Fatigue,* vol. 21, pp. 413-420, 1999.

[24] L. Susmel y D. Taylor, «On the use of the Theory of Critical Distances to predict static failures in ductilemetallic materials containing different geometrical features,» *International Journal of Fatigue,* vol. 75, pp. 4410-4421, 2008.

[25] L. Susmel y D. Taylor, «The Theory of Critical Distances to estimate the static strength of notched samples of Al6082 loaded in combined tension and torsión. Part II: Multiaxial static assessment,» *Engineering Fracture Mechanics,* vol. 77, pp. 470-478, 2010.

[26] T. Yin, A. Tyas, O. Plekhov, A. Terekhina y L. Susmel, «A novel reformulation of the Theory of Critical Distances to design notched metals against dynamic loading,» *Materials and Design,* vol. 69, pp. 197-212, 2015.

[27] E. McCurdy, The Notebooks of Leonardo da Vinci, London, 1945.

[28] L. t. p. R.-M. C. da Vinci, Les Manuscripts de Léonard de Vinci, Vol. 3: Institut de France, 1881-1891.

[29] W. Weibull, «A statistical theory of the strength of materials,» *Proccedings of the Royal Swedish Academy of Engineering and Sciences,* nº 151, pp. 1-45, 1939.

[30] B. Hopkinson, «A method of measuring the pressure produced in the detonation of high explosives or by the impact of bullets,» *Philosophical Transactions of the Royal Society,* pp. 437-456, 1914.

[31] R. Davies, «A critical study of the Hopkinson pressure bar,» *Proccedings of the Royal Society,* pp. 375-457, 1948.

[32] H. Kolsky, «An investigation of the mechanical properties of materials at very high rates of loading,» *Proceedings of the Physical Society. Section B,* vol. 62, nº 11, pp. 676-700, 1949.

[33] T. Gómez-del Río y J. Rodríguez, «Compression yielding of epoxy: Strain rate and temperature effect,» *Materials and Design,* nº 35, pp. 369-373, 2012.

[34] H. Eyring, «The activated complex in chemical reactions,» *The Journal of Chemical Physics,* vol. 3, pp. 63-71, 1935.

[35] C. Bauwens-Crowet, J. Bauwens y G. Homès, «Tensile yield-stress behavior of glassy polymers,» *Journal of Polymer Science,* vol. 7, pp. 735-742, 1969.

[36] C. Bauwens-Crowet, J. Bauwens y G. Homès, «Tensile yield-stress behavior of poly(vinyl chloride) and polycarbonate in the gass transition region,» *Jounal of Polymer Science,* vol. 7, pp. 1745-1754, 1969.

[37] D. Fotheringham y B. Cherry, «The role of recovery forces in the deformation of linear polyethylene,» *Journal of Materials Science,* vol. 13, pp. 951-964, 1978.

[38] J. Richeton, S. Azhi, L. Daridon y Y. Rémond, «A formulation of the cooperative model for the yield stress of amorphous polymers for a wide range of strain rates and temperatures,» *Polymer,* nº 46, pp. 6035-6043, 2005.

[39] O. Gueguen, J. Richeton, S. Azhi y A. Makradi, «Micromechanically based formulation of the cooperative model for the yield behavior of semicrystalline polymers.,» *Acta Materialia,* nº 56, pp. 1650-1655, 2008.

[40] Y. Ishida, K. Yamafuji, H. Ito y M. Takayanagi, «Effects of degree of crystallinity upon dielectric behaviors in some aromatic Polyesters,» *Colloid and Polymer Science,* vol. 184, pp. 97-108, 1962.

[41] J. Rodríguez Pérez, Análisis y desarrollo de metodologías para la obtención de propiedades mecánicas de materiales a altas velocidades de deformación y a alta temperatura, Madrid: Tesis doctoral- Universidad Complutense de Madrid, 1991.

[42] B. Lengyel y M. Mohitpour, « Dynamic stress/strain data to large strains.,» *Journal of the Institut of Metals,* vol. 100, pp. 1-5, 1972.

[43] J. Hopkinson, «Further experiments on the rupture of iron wire (1972),» *Scientific Papers,* vol. II, nº 29, 1901.

[44] W. Chen y B. Song, Split Hopkinson (Kolsky) Bar. Design, Testing and Applications, New York: Springer Science+Business Media, 2011.

[45] C. Hoggatt y R. Recht, «Stress-strain data obtained at high rates using an expanding ring - Investigation indicates that dynamic symmetrical free expansion of thin rings offers a valid means for obtaining uniaxial tensile stress-strain relationships at high strain rates,» *Experimental Mechanics,* vol. 9, nº 10, pp. 441-448, 1969.

[46] G. Fowles, «Shock Wave Physics,» de *Metallurgical Effects at High Strain Rates*, New York, Plenum Press, 1973.

[47] M. Schmid y K. Wegener, «Additive Manufacturing: Polymers applicable for Laser Sintering,» de *International Conference on Manufacturing Engineering and Materials, ICMEM 2016*, Nový Smokovec, Slovakia, 6-10 June 2016.

[48] C. Harper, Handbook of plastics elastomers and composites, Cuarta ed., McGraw-hill Professional, 2002, pp. 22-25.

[49] CES EduPack, Granta Design.

[50] Eos GmbH, «www.materialdatacenter.com,» 11 22 2018. [En línea]. [Último acceso: 01 01 2019].

[51] J. Suárez Vermejo, «Tecnologías de la adhesión:comportamiento en servicio de las uniones adhesivas,» de *Técnologías de adhesión*, Madrid, p. Capítulo 8.

[52] M. Schmid, A. Armado y K. Wegener, «Polymer powders for selective laser sintering (SLS),» AIP Conference Proccedings 1664, 2015, pp. 160009,1-5.

[53] S. Kalpakjian y S. R. Schmidt, «Manufactura, ingeniería y tecnología: Ingeniería y tecnología de materiales, Vol. I,» 7 ed., Pearson, 2015.

[54] L. Verbelen, S. Dadbakhsh, M. Van den Eynde, J. Kruth, B. Goderis y P. Van Puyvelde, «Characterization of polyamide powders for determination of laser sinterin processability,» *European Polymer Journal,* nº 75, pp. 163-174, 2016.

[55] A. Noorani, Rapid Prototyping: Principles and Aplications, Wiley, 2005.

[56] S. Clark Ligon, R. Liska, J. Stampfl, M. Gurr y R. Mülhaupt, «Plymers for 3D Printing and Customized Additive Manufacturing,» *Chemical Reviews,* nº 117, pp. 10212-10290, 2017.

[57] A. Wörz y D. Drummer, «Tribological anisotropy of selective laser sintered PA12 parts,» *Polymer Testing,* nº 70, pp. 117-126, 2018.

[58] M. Schmid, Laser Sintering with Plastics. Technology, Processes, and Materials, Munich: Carl Hanser, 2018.

[59] D. Drummer, R. D. y F. Kuhnlein, «Development of characterization approach for the sintering behavior of new thermoplastics for selective laser sintering,» *Physics Procedia,* vol. 5, pp. 533-542, 2010.

[60] J. Kruth, G. Levy, F. Klocke and T. Childs, "Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing," *CIRP Annals - Manufacturing Technology,* vol. 56, no. 2, pp. 730-759, 2007.

[61] R. Goodridge, C. Tuck and R. Hague, "Laser sintering of polyamides and other polymers," *Progress in Materials Science,* vol. 57, no. 2, pp. 229-267, 2012.

[62] A. Wegner, «New polymer materials for the laser sintering process: polypropylene and others,» *Physics Procedia,* nº 83, pp. 1003-1012, 2016.

[63] S. Gogolwski, K. Czerntawska y M. Gastorek, «Effect of annealing on thermal properties and crystalline structure of polyamides,» *Colloid and Polymer Science,* vol. 258, nº 10, pp. 1130-1136, 1980.

[64] K. Molski y G. Glinka, «A method of elastic-plastic stress and strain calculation at a notch root,» *Materials Science and Engineering,* vol. 50, pp. 93-100, 1981.

[65] H. Tada, P. Paris y G. Irwin, The Stress Analysis of Cracks Handbook, Ney York: The American Society of Mechanical Engineers (ASME-Press), 2000.

[66] J. Zukas y S. D.R., «Practical aspects of numerical simulations of dynamic events: effects of meshing.,» *International Journal of Impact Engineering,* nº 24, pp. 925-945, 2000.

[67] J. Rodríguez, A. Salazar, F. Gómez, Y. Patel y J. Williams, «Fracture of notched samples in epoxy resin experiments and cohesive model,» *Engineering Fracture MEchanics,* vol. 149, pp. 402-411, 2015.

[68] W. Weibull, «A Statistical Distribution Function of Weibull,» *ASME Journal of Applied Mechanics,* pp. 293-297, 1951.

# Anexo

# Anexos

Listado de medidas de radios en las probetas y resultados de fuerzas y tenacidades de fractura de los ensayos experimentales

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad ($MPam^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 14 | 90° | no | 1110 | – | X | – |
| 17 | 90° | 1,00 | 914 | – | X | 2,33 |
| 18 | 90° | 0,80 | 862 | – | X | 2,35 |
| 19 | 90° | 0,50 | 235 | – | X | 0,73 |
| 20 | 90° | 0,20 | 483 | – | X | 1,81 |
| 22 | 90° | no | 1240 | – | X | – |
| 27 | 90° | 0,99 | 855 | – | X | 2,18 |
| 28 | 90° | 0,80 | 796 | – | X | 2,33 |
| 31 | 90° | 0,35 | 581 | – | X | 2,09 |
| 32 | 90° | 0,51 | 744 | – | X | 2,30 |
| 33 | 90° | 0,20 | 450 | – | X | 1,68 |
| 35 | 90° | no | 535 | – | X | – |
| 90 | 90° | no | 1103 | – | X | – |
| 91 | 90° | no | 1025 | – | X | – |

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad ($MPam^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 92 | 90° | no | 1077 | – | X | – |
| 99 | 90° | 0,98 | 757 | – | X | 1,94 |
| 100 | 90° | 1,01 | 282 | – | X | 0,72 |
| 101 | 90° | 1,00 | 303 | – | X | 0,77 |
| 102 | 90° | 0,81 | 1071 | – | X | 2,91 |
| 103 | 90° | 0,72 | 877 | – | X | 2,49 |
| 104 | 90° | 0,80 | 799 | – | X | 2,18 |
| 105 | 90° | 0,56 | 709 | – | X | 2,11 |
| 106 | 90° | 0,48 | 212 | – | X | 0,67 |
| 107 | 90° | 0,37 | 620 | – | X | 2,18 |
| 109 | 90° | 0,15 | 641 | – | X | 2,65 |
| 110 | 90° | 0,21 | 486 | – | X | 1,78 |
| 352 | 90° | <0,000005 | 287 | – | X | 4,72 |
| 353 | 90° | <0,000005 | 318 | – | X | 3,15 |
| 354 | 90° | <0,000005 | 443 | – | X | 6,82 |
| 355 | 90° | <0,000005 | 388 | – | X | 5,77 |

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad ($MPam^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 357 | 90° | <0,000005 | 172 | – | X | 1,84 |
| 179 | 0° | no | 1586 | – | X | – |
| 177 | 0° | no | 1738 | – | X | – |
| 176 | 0° | no | 1562 | – | X | – |
| 106 | 0° | 0,77 | 1162 | – | X | 4,36 |
| 108 | 0° | 0,78 | 1051 | – | X | 3,93 |
| 109 | 0° | 0,75 | 1259 | – | X | 4,76 |
| 110 | 0° | 0,76 | 1085 | – | X | 4,09 |
| 123 | 0° | 0,48 | 938 | – | X | 3,82 |
| 124 | 0° | 0,49 | 1014 | – | X | 4,13 |
| 125 | 0° | 0,49 | 976 | – | X | 3,96 |
| 126 | 0° | 0,48 | 1160 | – | X | 4,72 |
| 127 | 0° | 0,45 | 1160 | – | X | 4,77 |
| 136 | 0° | 0,16 | 683 | – | X | 2,92 |
| 139 | 0° | 0,12 | 803 | – | X | 3,37 |

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad ($MPam^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 140 | 0° | 0,15 | 760 | – | X | 3,24 |
| 151 | 0° | 0,99 | 1196 | – | X | 4,35 |
| 152 | 0° | 0,95 | 1087 | – | X | 3,90 |
| 153 | 0° | 0,96 | 1098 | – | X | 3,93 |
| 165 | 0° | 0,98 | 1084 | – | X | 4,22 |
| 173 | 0° | <0,000005 | 474 | – | X | 4,82 |
| 174 | 0° | <0,000005 | 546 | – | X | 4,87 |
| 175 | 0° | <0,000005 | 483 | – | X | 5,41 |
| 178 | 0° | <0,000005 | 486 | – | X | 3,76 |
| 180 | 0° | <0,000005 | 271 | – | X | 3,68 |
| 7 | 90° | 0,92 | 446 | X | – | 1,12 |
| 50 | 90° | 0,95 | 504 | X | – | 1,34 |
| 78 | 90° | 1,05 | 573 | X | – | 1,49 |
| 79 | 90° | 0,98 | 411 | X | – | 1,03 |
| 80 | 90° | 0,96 | 463 | X | – | 1,21 |

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad (MPam$^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 151 | 90° | 0,96 | 423 | X | – | 1,08 |
| 152 | 90° | 0,86 | 436 | X | – | 1,09 |
| 153 | 90° | 0,89 | 508 | X | – | 1,25 |
| 154 | 90° | 0,89 | 242 | X | – | 0,61 |
| 155 | 90° | 0,96 | 536 | X | – | 1,38 |
| 156 | 90° | 0,79 | 548 | X | – | 1,33 |
| 157 | 90° | 0,9 | 416 | X | – | 1,05 |
| 158 | 90° | 0,86 | 422 | X | – | 1,05 |
| 159 | 90° | 0,94 | 509 | X | – | 1,31 |
| 160 | 90° | 0,94 | 477 | X | – | 1,22 |
| 6 | 90° | 0,67 | 363 | X | – | 0,91 |
| 48 | 90° | 0,76 | 506 | X | – | 1,26 |
| 62 | 90° | 0,81 | 466 | X | – | 1,20 |
| 81 | 90° | 0,81 | 411 | X | – | 1,06 |
| 82 | 90° | 0,74 | 333 | X | – | 0,86 |

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad ($MPam^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 83 | 90° | 0,80 | 512 | X | – | 1,38 |
| 141 | 90° | 0,70 | 423 | X | – | 1,07 |
| 142 | 90° | 0,68 | 515 | X | – | 1,34 |
| 143 | 90° | 0,6 | 491 | X | – | 1,23 |
| 144 | 90° | 0,68 | 455 | X | – | 1,16 |
| 145 | 90° | 0,75 | 535 | X | – | 1,35 |
| 146 | 90° | 0,70 | 504 | X | – | 1,24 |
| 147 | 90° | 0,73 | 375 | X | – | 0,96 |
| 148 | 90° | 0,74 | 523 | X | – | 1,31 |
| 149 | 90° | 0,81 | 498 | X | – | 1,28 |
| 150 | 90° | 0,69 | 416 | X | – | 1,05 |
| 8 | 90° | 0,47 | 364 | X | – | 0,91 |
| 46 | 90° | 0,46 | 435 | X | – | 1,13 |
| 84 | 90° | 0,53 | 436 | X | – | 1,11 |
| 85 | 90° | 0,51 | 452 | X | – | 1,20 |

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad ($MPam^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 86 | 90° | 0,39 | 499 | X | – | 1,30 |
| 121 | 90° | 0,48 | 326 | X | – | 0,83 |
| 122 | 90° | 0,38 | 528 | X | – | 1,35 |
| 123 | 90° | 0,43 | 513 | X | – | 1,28 |
| 124 | 90° | 0,39 | 473 | X | – | 1,20 |
| 125 | 90° | 0,38 | 271 | X | – | 0,68 |
| 126 | 90° | 0,47 | 503 | X | – | 1,24 |
| 127 | 90° | 0,49 | 365 | X | – | 0,95 |
| 128 | 90° | 0,43 | 445 | X | – | 1,13 |
| 129 | 90° | 0,46 | 525 | X | – | 1,33 |
| 130 | 90° | 0,39 | 364 | X | – | 0,95 |
| 9 | 90° | 0,15 | 295 | X | – | 0,78 |
| 44 | 90° | 0,18 | 500 | X | – | 1,29 |
| 87 | 90° | 0,14 | 500 | X | – | 1,32 |
| 89 | 90° | 0,18 | 362 | X | – | 0,97 |

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad ($MPam^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 161 | 90° | 0,22 | 452 | X | – | 1,12 |
| 162 | 90° | 0,20 | 226 | X | – | 0,58 |
| 163 | 90° | 0,17 | 454 | X | – | 1,13 |
| 164 | 90° | 0,17 | 495 | X | – | 1,19 |
| 165 | 90° | 0,18 | 278 | X | – | 0,73 |
| 166 | 90° | 0,17 | 506 | X | – | 1,12 |
| 167 | 90° | 0,26 | 532 | X | – | 1,26 |
| 168 | 90° | 0,22 | 398 | X | – | 1,05 |
| 169 | 90° | 0,17 | 541 | X | – | 1,32 |
| 170 | 90° | 0,14 | 478 | X | – | 1,23 |
| 63 | 90° | no | 435 | X | – | – |
| 69 | 90° | no | 945 | X | – | – |
| 70 | 90° | no | 584 | X | – | – |
| 71 | 90° | no | 989 | X | – | – |
| 203 | 90° | no | 1001 | X | – | – |

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad ($MPam^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 204 | 90° | no | 938 | X | – | – |
| 205 | 90° | no | 771 | X | – | – |
| 206 | 90° | no | 484 | X | – | – |
| 207 | 90° | no | 278 | X | – | – |
| 208 | 90° | no | 368 | X | – | – |
| 209 | 90° | no | 752 | X | – | – |
| 210 | 90° | no | 1022 | X | – | – |
| 213 | 90° | no | 887 | X | – | – |
| 214 | 90° | no | 967 | X | – | – |
| 3 | 90° | no | 939 | X | – | – |
| 1 | 0° | no | 1142 | X | – | – |
| 2 | 0° | no | 1098 | X | – | – |
| 3 | 0° | no | 1144 | X | – | – |
| 4 | 0° | no | 1117 | X | – | – |
| 5 | 0° | no | 1171 | X | – | – |

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad ($MPam^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 6 | 0° | no | 1175 | X | – | – |
| 7 | 0° | no | 1201 | X | – | – |
| 8 | 0° | no | 1177 | X | – | – |
| 9 | 0° | no | 1198 | X | – | – |
| 10 | 0° | no | 1189 | X | – | – |
| 11 | 0° | no | 1172 | X | – | – |
| 12 | 0° | no | 1192 | X | – | – |
| 13 | 0° | no | 1173 | X | – | – |
| 14 | 0° | no | 1212 | X | – | – |
| 15 | 0° | no | 1105 | X | – | – |
| 16 | 0° | 1,00 | 704 | X | – | 3,03 |
| 17 | 0° | 1,00 | 721 | X | – | 3,03 |
| 18 | 0° | 0,99 | 690 | X | – | 2,96 |
| 19 | 0° | 0,98 | 744 | X | – | 3,08 |
| 21 | 0° | 0,98 | 724 | X | – | 3,06 |

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad ($MPam^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 22 | 0° | 1,00 | 719 | X | – | 3,07 |
| 23 | 0° | 1,01 | 692 | X | – | 2,94 |
| 24 | 0° | 1,00 | 705 | X | – | 2,96 |
| 25 | 0° | 1,00 | 699 | X | – | 2,91 |
| 26 | 0° | 0,99 | 709 | X | – | 2,96 |
| 27 | 0° | 0,98 | 726 | X | – | 3,07 |
| 28 | 0° | 1,00 | 715 | X | – | 3,00 |
| 29 | 0° | 0,96 | 725 | X | – | 3,03 |
| 30 | 0° | 0,97 | 724 | X | – | 2,97 |
| 31 | 0° | 0,74 | 730 | X | – | 3,21 |
| 32 | 0° | 0,73 | 718 | X | – | 3,15 |
| 33 | 0° | 0,78 | 747 | X | – | 3,25 |
| 34 | 0° | 0,79 | 730 | X | – | 3,18 |
| 35 | 0° | 0,77 | 712 | X | – | 3,09 |
| 36 | 0° | 0,78 | 716 | X | – | 3,10 |

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad ($MPam^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 37 | 0° | 0,76 | 720 | X | – | 3,07 |
| 38 | 0° | 0,76 | 724 | X | – | 3,13 |
| 39 | 0° | 0,73 | 710 | X | – | 3,13 |
| 40 | 0° | 0,74 | 732 | X | – | 3,26 |
| 41 | 0° | 0,75 | 733 | X | – | 3,18 |
| 42 | 0° | 0,73 | 716 | X | – | 3,11 |
| 43 | 0° | 0,76 | 721 | X | – | 3,07 |
| 44 | 0° | 0,74 | 756 | X | – | 3,21 |
| 45 | 0° | 0,78 | 745 | X | – | 3,15 |
| 46 | 0° | 0,44 | 757 | X | – | 3,36 |
| 47 | 0° | 0,44 | 737 | X | – | 3,33 |
| 48 | 0° | 0,44 | 719 | X | – | 3,30 |
| 49 | 0° | 0,44 | 749 | X | – | 3,32 |
| 50 | 0° | 0,45 | 735 | X | – | 3,30 |
| 51 | 0° | 0,46 | 723 | X | – | 3,26 |

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad ($MPam^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 52 | 0° | 0,47 | 717 | X | – | 3,21 |
| 53 | 0° | 0,44 | 726 | X | – | 3,32 |
| 54 | 0° | 0,44 | 742 | X | – | 3,37 |
| 55 | 0° | 0,44 | 718 | X | – | 3,19 |
| 56 | 0° | 0,46 | 747 | X | – | 3,31 |
| 57 | 0° | 0,43 | 760 | X | – | 3,36 |
| 58 | 0° | 0,44 | 722 | X | – | 3,26 |
| 59 | 0° | 0,47 | 742 | X | – | 3,31 |
| 60 | 0° | 0,47 | 730 | X | – | 3,24 |
| 61 | 0° | 0,16 | 717 | X | – | 3,10 |
| 62 | 0° | 0,17 | 701 | X | – | 3,07 |
| 63 | 0° | 0,18 | 732 | X | – | 3,18 |
| 64 | 0° | 0,18 | 721 | X | – | 3,14 |
| 65 | 0° | 0,15 | 728 | X | – | 3,22 |
| 66 | 0° | 0,18 | 715 | X | – | 3,20 |

| Número de ensayo | Orientación | Radio de entalla (mm) | Fuerza de rotura (N) | Baja velocidad de deformación ($10^{-3}$ $s^{-1}$) | Alta velocidad de deformación (500-600 $s^{-1}$) | Tenacidad ($MPam^{1/2}$) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 67 | 0° | 0,17 | 730 | X | – | 3,24 |
| 68 | 0° | 0,16 | 707 | X | – | 3,07 |
| 69 | 0° | 0,16 | 726 | X | – | 3,22 |
| 70 | 0° | 0,15 | 717 | X | – | 3,08 |
| 71 | 0° | 0,15 | 740 | X | – | 3,08 |
| 72 | 0° | 0,16 | 731 | X | – | 3,21 |
| 73 | 0° | 0,16 | 707 | X | – | 3,08 |
| 74 | 0° | 0,15 | 731 | X | – | 3,15 |
| 75 | 0° | 0,15 | 728 | X | – | 3,10 |