Anales de Mecánica de la Fractura

TEXTO DE LAS COMUNICACIONES PRESENTADAS EN EL

XXVIII ENCUENTRO DEL GRUPO ESPAÑOL DE FRACTURA

Gijón

6, 7 y 8 de abril de 2011

© ANALES DE MECÁNICA DE LA FRACTURA
Editado por la Secretaría del Grupo Español de Fractura

Reservados todos los derechos para todos los países.
Ninguna parte de esta publicación, incluido el diseño de la cubierta puede ser reproducida, almacenada o transmitida de ninguna forma, ni por ningún medio, sea electrónico o cualquier otro, sin previa autorización escrita por parte de la Editorial.

Depósito Legal: AS-1444-2011
I.S.S.N: 0213-3725

Impreso en España. *Printed in Spain.*
Imprime: Eujoa Artes Gráficas

ÍNDICE

VOLUMEN I

CONFERENCIAS INVITADAS

FATIGUE STRENGTH AND FAILURE MECHANISMS IN THE VHCF-REGION
B. Pyttel, D. Schwerdt, I. Brunner, C. Berger 2

PERSPECTIVES AND PROBLEMS IN SHOT PEENING, A MECHANICAL TREATMENT TO IMPROVE THE FATIGUE BEHAVIOUR OF STRUCTURAL PARTS
M. Guagliano 9

FRACTURA POST-CEDENCIA DE POLÍMEROS
M.Ll. Maspoch, E. Franco-Urquiza, O.O. Santana, J. Gamez-Perez, M. Sánchez-Soto, J. I. Velasco, A.B. Martínez 21

FRACTURA DE MATERIALES BIOLÓGICOS Y BIOMATERIALES

DETERMINACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS CUERDAS TENDINOSAS DE VÁLVULAS MITRALES HUMANAS, FUNCIONALES Y CALCIFICADAS, MEDIANTE ENSAYOS DE TRACCIÓN
J. A. Casado, S. Diego, D. Ferreño, E. Ruiz, I. Carrascal, D. Méndez, J.M. Revuelta, A. Pontón and F. Gutiérrez-Solana 33

CRITERIOS DE FALLO DE LA MADERA BAJO CARGA MULTIAXIAL
C. Blanco, J.M. Cabrero, K.G. Gebremedhin, A. Martín-Meizoso 39

INFLUENCIA DE LA RADIACIÓN UV EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y EN EL COMPORTAMIENTO EN FRACTURA DE UN POLÍMERO ARTIFICIAL BIOINSPIRADO EN LA SEDA DE ARAÑA
G. B. Perea, G. V. Guinea, J. Pérez-Rigueiro, G. R. Plaza, C. Karatzas, M. Elices 45

RELATIONSHIP BETWEEN FIBRE ORIENTATION AND TENSILE STRENGTH OF NATURAL COLLAGEN MEMBRANES FOR HEART VALVE LEAFLETS
J-Y. Bourges, F. J. Rojo, G. V. Guinea 51

STRENGTH AND STIFFNESS OF REPAIRED TENDONS
A. M. Paleczny, F.J. Rojo, J.M. Atienza, J-Y. Bourges, G.V Guinea 57

CARACTERIZACIÓN DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE LA AORTA DESCENDENTE
A. Pezzani, C. García-Herrera 63

PROPIEDADES MECÁNICAS Y RESISTENCIA DE AORTAS ASCENDENTES PATOLÓGICAS
A. Tobaruela1, F.J. Rojo, G.V. Guinea, A. Forteza 69

FRACTURA DE MATERIALES CERÁMICOS Y PÉTREOS

CARACTERIZACIÓN DEL COMPORTAMIENTO EN FRACTURA DE PANELES SANDWICH DE PLACAS DE YESO LAMINADO Y LANA DE ROCA
J.A. Alonso, E. Reyes, J.C. Gálvez 77

FRACTURA POR CONTACTO EN RECUBRIMIENTOS FELDESPÁTICOS SOBRE CIRCONA DENTAL
A. Rueda, M. Anglada, E. Jiménez 83

FULLY-DEVELOPED FRACTURE PROCESS ZONE AS A MATERIAL CONSTANT
L. Saucedo, R. C. Yu, G. Ruiz 89

HYDROTHERMAL AGEING OF CRACKED 3Y-TZP
F. García Marro, A. Mestra, M. Anglada 95

DAÑO POR CONTACTO HERTZIANO EN UN NANOCOMPUESTO Ce-TZP/Al_2O_3
F. García Marro, A. Mestra, M. Anglada 101

FRACTURA POST-CEDENCIA DE POLÍMEROS

M.Ll. Maspoch[1], E. Franco-Urquiza[1], O.O. Santana[1], J. Gamez-Perez[2], M. Sánchez-Soto[1], J. I. Velasco[1], A.B. Martínez[1]

[1]Centre Català del Plàstic. Universitat Politècnica de Catalunya.
C/Colón 114, 08222 Terrassa, España
E-mail: maria.lluisa.maspoch@upc.edu

[2]Dept. d'Enginyeria de Sistemes Industrials i Disseny, Universitat Jaume I de Castelló
12071 Castelló, España

RESUMEN

La técnica del trabajo esencial de fractura (EWF) se ha utilizado en la caracterización a fractura de materiales que desarrollan una amplia ductilidad y donde ocurre una completa cedencia antes del inicio de la propagación de la grieta. De esta manera, la técnica EWF caracteriza la fractura post-cedencia determinando dos parámetros: el trabajo esencial específico de fractura (w_e), relacionado con la superficie donde ocurre el proceso real de fractura, y el trabajo no esencial específico de fractura (w_p), relacionado con el trabajo plástico realizado en la zona exterior de la zona de fractura. La técnica EWF ha sido utilizada satisfactoriamente, especialmente en polímeros, permitiendo el estudio de la influencia de distintas variables sobre el comportamiento a fractura. Su elevada sensibilidad así como su fácil aplicabilidad le confieren amplias ventajas sobre otras técnicas tales como la integral J. En este trabajo se analizan algunos aspectos metodológicos de la técnica y se recopilan ejemplos de su aplicación, haciendo hincapie en la relación procesado-estructura-propiedades.

ABSTRACT

The Essential Work of Fracture (EWF) technique has been used for the ductile materials characterization, where yielding phenomenon occurs before crack propagation. The EWF method characterizes the post-yielding fracture, determining two parameters: the specific essential work of fracture, w_e related with the real fracture process area, and the specific non-essential work of fracture, w_p that corresponds with the work done in the outer region of the crack tip. The EWF technique has been successfully employed especially with polymers, allowing the study of the influence of many variables on the fracture behaviour, unavailable using other techniques such as J_{IC} determination. In this work, some of the methodology aspects of the technique are analyzed and examples of its applicability are gathered, emphasizing the process-structure-properties relations.

PALABRAS CLAVE: Mecánica de la fractura post-cedencia (PYFM), trabajo esencial de fractura (EWF), fractura de polímeros, mezclas de polímeros y nanocompuestos

1. INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas se ha producido un incremento substancial en el uso de materiales plásticos en forma de films o láminas aplicados al mercado del envase y embalaje y a la agricultura. En la mayoría de estas aplicaciones se requiere un buen control de la morfología, de las propiedades mecánicas y de la tenacidad del material, a fin de garantizar su durabilidad y comportamiento en servicio. En la actualidad, la caracterización mecánica en general, y la fractura en particular, tiene un gran interés industrial como herramienta de control de calidad y mejora en el desarrollo de nuevos productos. Sin embargo, se ha podido constatar que los ensayos mecánicos que se utilizan para caracterizar las propiedades de resistencia a la fractura de estas láminas y films son fundamentalmente los ensayos de desgarro. Dichos ensayos se basan en consideraciones de tipo empírico y no permiten obtener ningún parámetro intrínseco del material que sea comparable entre distintos materiales y/o configuraciones de ensayo, y que tenga un sentido físico bien establecido. La Mecánica de la Fractura (MF) se presenta como una herramienta de estudio mucho más potente que el análisis tradicional ya que permite obtener, idealmente, parámetros de fractura intrínsecos del material .

La fractura de films y láminas de polímeros se produce, generalmente, en condiciones de baja triaxialidad debido a su reducido espesor y después del colapso plástico del material (post-cedencia). En este contexto,

el concepto del Trabajo Esencial de Fractura (EWF) se ha revelado como una herramienta que se adapta muy bien a las necesidades planteadas anteriormente. En los últimos años, distintos grupos de investigación han destacado el interés del concepto del Trabajo Esencial de Fractura aplicado a polímeros. Si bien se ha demostrado las grandes posibilidades de este concepto, también se ha observado que todavía existen ciertas incertidumbres sobre el procedimiento experimental. Además, se ha detectado que, en general, se ha profundizado poco en la relación estructura-propiedades, limitándose la mayoría de los trabajos a obtener unos parámetros de fractura de forma relativamente independiente de las características morfológicas del material.

Para los polímeros amorfos la relación entre tenacidad y parámetros estructurales está relativamente bien establecida, no obstante, en los sistemas basados en polímeros semicristalinos, dicha relación está aún lejos de entenderse. Esto se debe a la fuerte interrelación de la estructura cristalina que hace difícil estudiar el efecto de un parámetro estructural de forma independiente. En la figura 1 se resumen los factores que pueden afectar a la respuesta mecánica de los sistemas poliméricos.

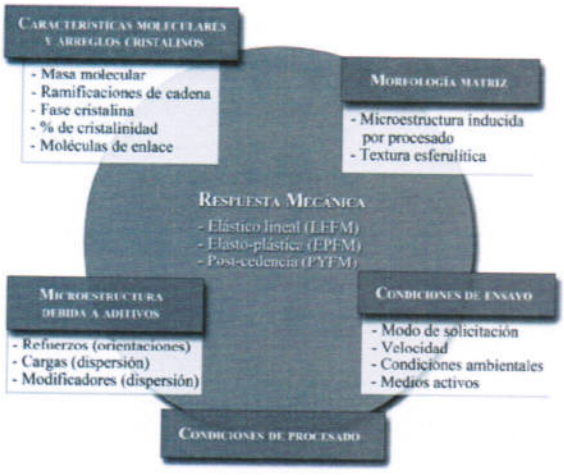


Figura 1. Factores que afectan la respuesta mecánica de los polímeros y de compuestos poliméricos.

Tal como se esquematiza en la figura 1, la respuesta mecánica de un polímero será de tipo elástico-lineal, elastoplástica o post-cedencia en función de la morfología y de la microestructura del material así como de las condiciones del ensayo. No obstante, hay que tener en cuenta que la morfología y la estructura del material no sólo serán función de características y arreglos moleculares, sino que estarán influenciadas por el proceso de transformación que podrá inducir determinadas microestructuras (fases cristalinas, texturas cristalinas, orientación molecular). Por otro lado, la incorporación de aditivos, cargas y/o refuerzos puede afectar la microestructura resultante en función de la dispersión alcanzada y de posibles orientaciones.

A lo largo de esta comunicación se presentarán algunos ejemplos que ilustran esta dependencia entre el proceso de fabricación, la estructura del material y sus propiedades de fractura. En los trabajos de revisión [1,2], publicados en 2009 y 2010, se puede encontrar información detallada sobre la aplicación de la técnica EWF a diferentes sistemas poliméricos, así como una amplia y actualizada relación de referencias bibliográficas.

2. CONCEPTO DE TRABAJO ESENCIAL DE FRACTURA

El concepto de Trabajo Esencial de Fractura (EWF) está basado en la idea de Broberg [3], que planteó el uso de un simple parámetro relacionado con la descripción del proceso de fractura durante el crecimiento estable de una grieta dentro de un entorno que ha alcanzado condiciones de colapso plástico. En polímeros, dicha situación se da una vez alcanzada la tensión a la cedencia, de ahí que suele ser englobada dentro de los postulados de la Mecánica de la Fractura Post-Cedencia (PYFM) [4]. Sin embargo, no fue hasta 1977 cuando Cotterel y Reddel [5] aplicaron la idea de Broberg en el desarrollo del concepto y metodología del *trabajo esencial de fractura* (EWF).

La idea fundamental de Broberg [3] consiste en separar la energía total de fractura (W_f), en estas condiciones, en dos términos energéticos: el de la zona interior del proceso de fractura (FPZ) y el de la zona plástica exterior de fractura (OPZ). En el caso de una probeta doblemente entallada y solicitada a tracción (DDENT), ambas zonas pueden ser fácilmente identificadas, tal y como se esquematiza en la Figura 2.

En la zona FPZ, ocurre el proceso real de fractura, dando lugar a la creación de dos nuevas superficies. La energía asociada a este proceso es el trabajo esencial de fractura (W_e), el cual es proporcional a la sección del ligamento l·t (Figura 2a).

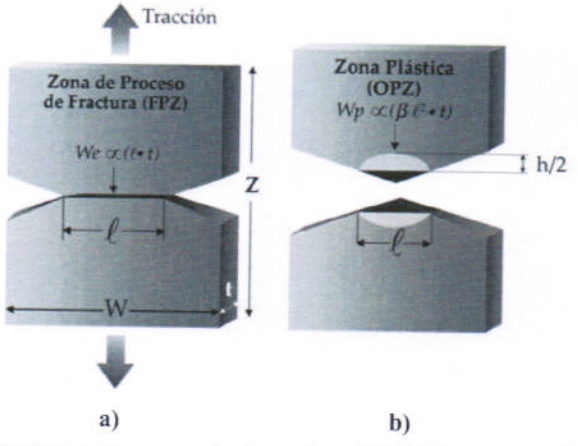


Figura 2. Esquema de la probeta DDENT: a) antes de ser ensayada a tracción y b) después de ser ensayada a tracción.

En la zona plástica exterior de fractura (OPZ) tienen lugar el resto de fenómenos asociados a la fractura dúctil, tales como la deformación plástica y otros procesos disipativos: cedencia por cizalladura, crazing o cavitación, entre otros. La energía involucrada en la OPZ, denominada trabajo no-esencial de fractura o trabajo plástico (W_p), es proporcional al volumen de la región deformada (Figura 2b). Esto queda resumido mediante la siguiente expresión:

$$W_f = W_e + W_p = w_e \cdot \ell t + \beta w_p \ell^2 \cdot t \qquad (1)$$

Donde w_e es el trabajo específico esencial de fractura, l es la longitud del ligamento, t es el espesor de la probeta, β es el factor de forma de la zona plástica y w_p es el trabajo no-esencial específico de fractura. Dividiendo ambos términos de la ecuación 1 por la sección de ligamento (l·t), se obtiene que el trabajo específico de fractura (w_f) es:

$$w_f = \frac{W_f}{\ell \cdot t} = w_e + \beta w_p \qquad (2)$$

El procedimiento experimental consiste en ensayar varias probetas DDENT con distinta longitud de ligamento, y a partir de las curvas fuerza vs. desplazamiento (Figura 3a) se determina la energía de fractura (W_f) como el área bajo la curva. De cumplirse la proporcionalidad expresada en la ecuación 2, es posible determinar w_e y βw_p representando los valores de w_f en función de l, y ajustándolos a la ecuación de una recta por regresión lineal, correspondiendo la ordenada en el origen a w_e y la pendiente a βw_p, tal y como se representa en la Figura 3b.

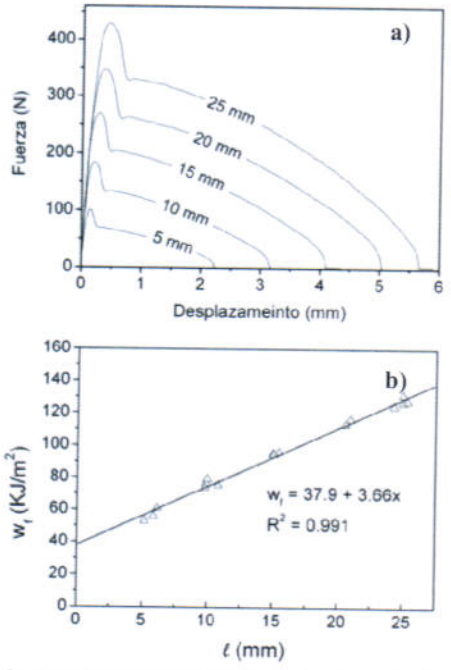


Figura 3. Determinación de los parámetros de fractura para un PLA [6]: a) curvas fuerza vs. desplazamiento y b) regresión lineal de la representación gráfica de w_f vs. l.

El parámetro w_e representa la energía para generar las dos nuevas superficies y está relacionado con la tenacidad del material. Por otra parte, βw_p está relacionado con la resistencia que ofrece el material a la propagación de la grieta.

3. CONSIDERACIONES EXPERIMENTALES PARA LA APLICACIÓN DE LA TÉCNICA EWF

3.1. Normalización

En 1993, Gray llevó a cabo el primer intento de normalizar el método EWF dentro del comité técnico número 4 de la European Structural Integrity Society (ESIS TC-4) [7], en donde se establecieron las siguientes recomendaciones:

a) La zona del ligamento debe estar completamente en cedencia antes de que la grieta inicie su propagación.
b) Para poder emplear la ecuación (2), las probetas deben estar realmente bajo un estado de tensión plana, lo cual se verifica al aplicar el criterio de Hill [8].
c) La forma de las curvas fuerza vs. desplazamiento (F-d) deben ser similares para todas las probetas ensayadas de diferente longitud de ligamento, ya que avala el desarrollo de una geometría de fractura común a todas las probetas (Figura 3a).
d) Las longitudes de ligamento deben encontrarse dentro del siguiente rango:

$$\max(3t - 5mm) < l < \min\left(\frac{W}{3}, 2r_p\right) \qquad (3)$$

Siendo W el ancho de la probeta y r_p el radio de la zona plástica, el cual se define como:

$$2r_p = \left(\frac{\pi}{8}\right)\left(\frac{Ew_e}{\sigma_y^2}\right) \qquad (4)$$

Siendo E y σ_y el módulo de elasticidad y la tensión de cedencia respectivamente. Ambos parámetros deberán ser obtenidos para un mismo material, mediante ensayos a tracción y bajo condiciones de ensayo similares (espesor, velocidad de deformación y temperatura).

También se recomendó medir la altura de la zona plástica (h en la Figura 2b) para poder determinar el factor de forma (β), proponiendo tres formas geométricas distintas: rombo, círculo o elipse. Este primer protocolo de norma se revisó en 1997 [9] y posteriormente en el 2001 [10], acordando que el criterio de Hill se podría complementar por la existencia de una uniformidad en el estado de tensiones. Lo anterior se verifica a través de un valor de tensión máxima (σ_{max}), el cual debe ser similar en todas las probetas ensayadas, independientemente de la longitud de ligamento.

A pesar de todas las revisiones y trabajos realizados por el comité de la ESIS TC-4 [11, 12] aún existen algunas

cuestiones que causan controversia. Simultáneamente a la realización de las series de ensayos interlaboratorios, se puso en marcha un proceso de normalización por parte de la ISO (ISO/CD 18874). Este borrador [13] incluye todos los detalles del método EWF, sin embargo, hay que destacar que actualmente se encuentra en revisión, sobre todo debido a la pobre reproducibilidad de los resultados alcanzados en los *round-robin*.

En la literatura, se pueden encontrar muchos trabajos que profundizan en aspectos experimentales y/o metodológicos de la técnica EWF, así como en la mejora del análisis de los datos o incluso en relacionar los parámetros EWF con otros parámetros intrínsecos del material [1, 2, 14, 15]. A continuación se comentan algunos de estos aspectos.

3.2. Dimensiones de la probeta DDENT [16]

De acuerdo con el concepto del trabajo esencial de fractura, el parámetro w_e representa la tenacidad del material, por lo que es independiente de la geometría de la probeta. Para verificar lo anterior, se han realizado estudios que analizan la dependencia de los parámetros EWF con distintas variables. En el caso que se presenta, un polipropileno isotáctico (iPP), las variables estudiadas fueron:

- Anchura de la probeta DDENT (W): 30-60 mm
- Distancia entre mordazas (Z): 20-150 mm
- Rango de longitud del ligamento (l) de la probeta DDENT
- Espesor de la probeta DDENT (t): 38-2500 μm

En este trabajo se concluyó que el ancho de la probeta (W en la Figura 2) no influye drásticamente en w_e ni en βw_p.

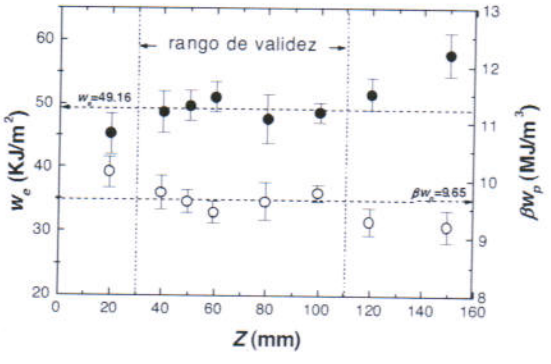


Figura 4. Variación de w_e y βw_p con la distancia entre mordazas (Z). Se señala el rango donde estos parámetros no muestran dependencia de Z.

La distancia entre mordazas (Z), al variar desde 40 hasta 100 mm, tampoco parece influir en los parámetros de fractura (figura 4).

Con respecto a la longitud del ligamento (l) se observó que la longitud mínima no parece estar supeditada al criterio $l > (3\text{-}5)\cdot t$, ya que se encontró que l era válida para valores comprendidos entre 5 y 6 mm, y que era independiente del espesor de la probeta. Finalmente, el espesor (t) de la probeta DDENT tuvo un efecto significativo en los parámetros de fractura del iPP estudiado, ya que un incremento de t produjo una clara disminución en los valores de w_e. Este resultado está relacionado con el estado de triaxialidad pero además puede depender de la morfología inducida durante el procesado. Estos cambios llevan asociados modificaciones de los mecanismos de deformación, tal como se pudo apreciar a través de microscopía electrónica de barrido, figura 5 [16].

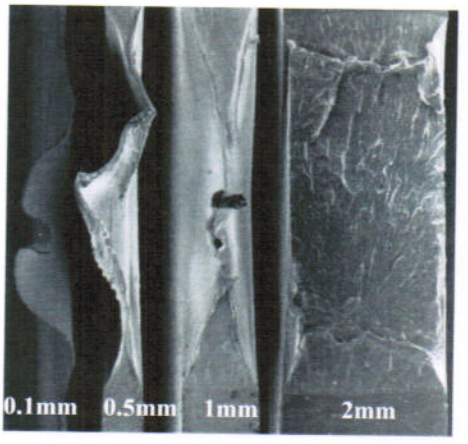


Figura 5. Micrografías de las superficies de fractura de probetas DDENT de iPP con diferentes espesores. Comportamiento dúctil (izquierda) y frágil (derecha).

3.3. Método de agudización de la entalla [17]

Tal como se ha comentado, la normalización de la técnica EWF supone aún un reto, siendo la calidad y la agudización de la entalla uno de los puntos clave para ello, tal como se ha podido constatar en diversas series de *Round Robin* de la ESIS TC-4 [11, 12].

En un trabajo reciente realizado con láminas extruídas de un copolímero en bloque propileno-etileno (EPBC) con un contenido de etileno del 8.5% en peso [17], se utilizó un nuevo procedimiento para la agudización de las entallas de las probetas DDENT, el cual se basó en la técnica de ablación térmica por pulsos de radiación láser en periodos de femtosegundos (femtoláser). Este procedimiento se comparó con el método convencional de agudización de la entalla mediante indentación con cuchilla de afeitar.

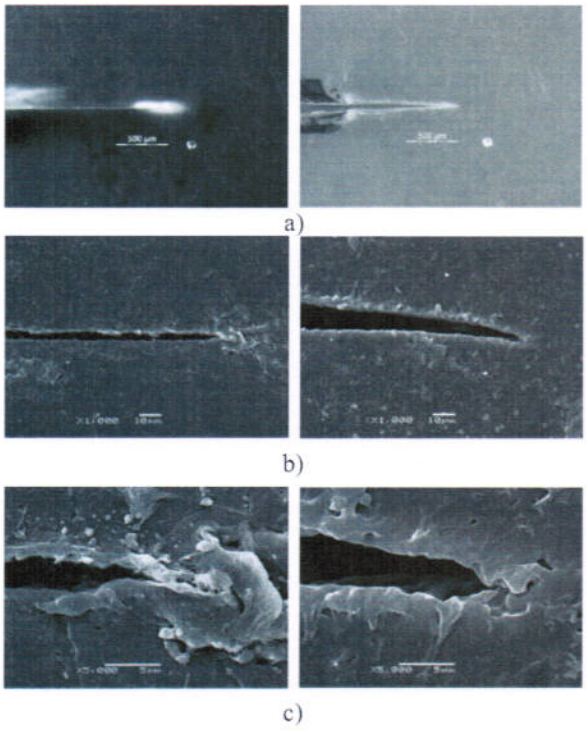


Figura 6. Micrografías de entallas realizadas con cuchilla de afeitar (izquierda) y con femtolaser (derecha). a) Imágenes obtenidas por microscopía óptica, b) y c) Imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido (MEB).

En la figura 6 se muestran las micrografías ópticas (figura 6 a) y electrónicas (figuras 6 b y c) de entallas agudizadas con cuchilla de afeitar (izquierda) y con radiación femtolaser. Se puede apreciar claros indicios de deformación plástica y acumulación de material en el fondo de la entalla cuando ésta se agudiza por el método convencional (cuchilla de afeitar), lo que no ocurre cuando la agudización se lleva a cabo mediante el nuevo procedimiento (femtolaser).

Los resultados de este trabajo [17] muestran que el radio del fondo de la entalla no parece ser crítico por debajo de 10 μm. La deformación plástica y la acumulación de material inducida durante el proceso de entallado, toma relevancia para espesores pequeños y cuando el material presenta una propagación estable de grieta. En esta situación, los valores de w_e quedan considerablemente afectados (tabla1).

Tabla 1. Parámetros de fractura de EPBC

Entallado	we (kJ/m^2)	βw_p (MJ/m^3)	R^2
Indentación cuchilla afeitar	176.6	20.9	0.99
Radiación femtolaser	135	19.5	0.98

3.4. Seguimiento de la deformación [18]

El concepto EWF indica que toda la energía involucrada durante la fractura es absorbida tanto en la zona de proceso de fractura (FPZ) como en la zona plástica (OPZ). Sin embargo, es posible argumentar que parte de la energía viscoelástica puede encontrarse almacenada fuera de la OPZ, siendo liberada tras la fractura de forma no instantánea. Esto puede ser una fuente de error en la medición de los parámetros EWF, tal como ha sido indicado por Fung et al. [19], debido a que esta energía viscoelástica no se encuentra incluida dentro de la energía total de fractura (W_f), al ser recuperable.

Por tal motivo, se propuso medir la deformación de las probetas con la ayuda de un videoextensómetro [18]. En este caso las dos marcas extensométricas fueron colocadas de forma equidistante al plano de propagación definido por el ligamento entre las dos entallas colineales en la probeta DDENT. Dichas marcas estaban separadas por una distancia igual a la longitud del ligamento (l) de cada probeta.

Después de comparar el procedimiento con y sin videoextensómetro, se concluyó que su uso no afectaba significativamente a los valores de w_e,. No obstante, el uso del extensómetro supuso una reducción significativa (aproximadamente 10 %) en los valores de βw_p, lo que indicaría que la energía viscoelástica almacenada fuera de las marcas extensométricas introduce un error sistemático en la determinación de βw_p.

Dicho estudio ha sido complementado mediante la determinación en tiempo real del campo de deformaciones generado durante el ensayo. Para ello se grabaron imágenes de los ensayos con un sistema de cámaras estereoscópicas y procesamiento de imágenes simultáneas, controlado por un paquete de software GOM-Aramis™, el cual permite la correlación digital de imágenes en una medida del campo de deformaciones tridimensional (Figura 7). Este dispositivo permitió el establecimiento y delimitación de forma precisa de la OPZ, así como la determinación exacta del inicio de propagación de la grieta [6].

3.5. Limitaciones en el uso de EWF [20, 21].

Algunos trabajos de investigación han presentado diferentes tipos de fractura al ensayar probetas inyectadas de polipropileno (PP) y copolímeros en bloque etileno-propileno (EPBC). Estos tipos de fractura van desde los que presentan una extensa ductilidad en la punta de la grieta hasta los que desarrollan una fractura totalmente frágil [1, 20-22].

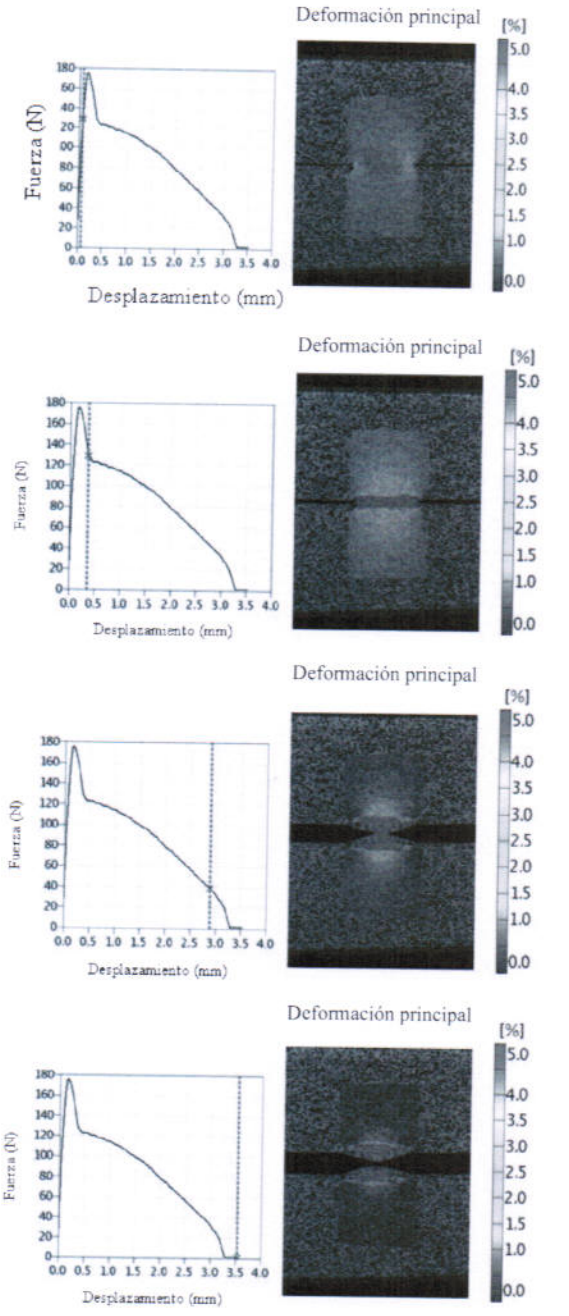


Figura 7. Cuvas F-d, de PLA, con fotografías digitales que muestran el desarrollo del campo de deformaciones durante la fractura de una probeta.

Las diferencias encontradas se revelaron en la forma de las curvas F-d en probetas DDENT, y su evaluación ha permitido clasificar los diferentes comportamientos a fractura (Tabla 2), al aplicar la técnica EWF, en:

a) Frágil: Rápida propagación de la grieta, sin apenas deformación plástica. Las superficies de fractura son lisas, y a contra luz se pueden apreciar pequeñas grietas identificadas como crazes.

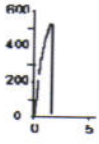
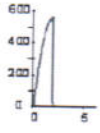
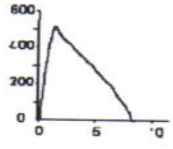
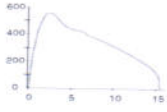
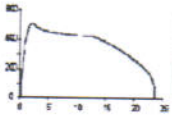
b) Inestabilidad dúctil: La probeta comienza a deformarse plásticamente. Mientras tanto, la energía acumulada de forma elástica se almacena en la punta de las entallas, donde se alcanza un valor crítico, ocasionando una propagación inestable de la grieta y una rotura repentina. Las probetas post-mortem muestran un enblanqueamiento en los extremos del ligamento, lo que indica el desarrollo de una deformación plástica.

c) Post-cedencia: Se presentan todas las condiciones establecidas para poder aplicar satisfactoriamente la técnica EWF.

d) Enromamiento: Caracterizada por una extensa deformación plástica en la punta de la entalla, la cual evita la propagación estable de la grieta.

e) Estricción: Las probetas DDENT no muestran propagación de la grieta durante la cedencia de la sección del ligamento, la cual continúa deformándose plásticamente, comportándose casi como una probeta sometida a tracción, desarrollando la formación de un cuello.

Tabla 2. Tipos de fractura, curvas F-d típicas y sus respectivos índices de ductilidad (D_L) [20, 21].

Tipo de fractura	Curva F-d	Probeta DDENT	Índice de ductilidad
Frágil			$D_L < 0.1$
Inestabilidad dúctil			$0.1 < D_L < 0.15$
Post-cedencia			$0.15 < D_L < 1$
Enromamiento			$1 < D_L < 1.5$
Estricción			$1.5 < D_L$

En un intento por relacionar los diferentes tipos de fractura observados, se definió un *"índice de ductilidad"*:

$$D_L = \frac{d_r}{\ell} \qquad (5)$$

Este *"índice de ductilidad"* (D_L) se determina como el cociente del desplazamiento a rotura (d_r) y de su respectiva longitud de ligamento (l).

La Tabla 2 muestra la correspondencia obtenida al comparar el D_L promedio con los diferentes tipos de fractura. Se puede decir que para poder cumplir satisfactoriamente con todas las condiciones establecidas para la aplicación de la técnica EWF, D_L deberá estar dentro del rango: $0.15 < D_L < 1$.

Las diferentes formas de fractura presentadas por estos sistemas y resumidas en la tabla 2, se relacionan con la morfología de tipo piel- núcleo inducida por el proceso de inyección [20, 21].

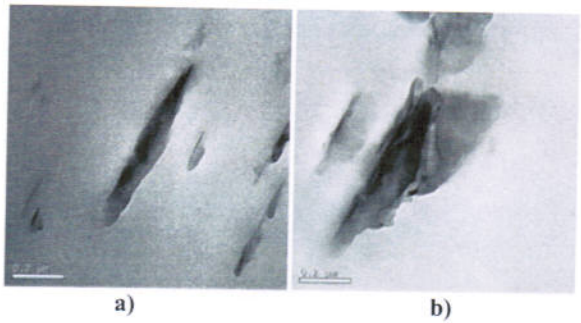
4. APLICACIONES DEL EWF A NANOCOMPUESTOS

Como se sabe, la mayoría de las arcillas (montmorillonita) utilizadas en la preparación de nanocompuestos poliméricos se encuentran modificadas orgánicamente (OMMT) [23]. Esta modificación favorece la difusión molecular siempre y cuando exista una afinidad entre el modificador orgánico y la matriz polimérica [24]. En un estudio reciente [25], realizado con láminas extruidas de copolímero etileno- alcohol vinílico (EVOH) modificado con OMMT, se demostró que la compatibilidad molecular puede influir drásticamente en la morfología de las láminas de arcilla y en su grado de exfoliación. En este caso se empleó montmorillonita (MMT) con dos modificadores orgánicos de tipo sal de amonio cuaternario, uno de ellos presentaba grupos hidroxi que facilitaba la compatibilidad con la matriz de EVOH.

Los nanocompuestos EVOH/OMMT compatibles desarrollaron una morfología laminar, marcada por el deslizamiento de las láminas durante el procesado (Figura 8a); mientras que en los nanocompuestos no compatibles se desarrolló una morfología con láminas dobladas y enrolladas (Figura 8b).

Por otra parte se observó que el grado de exfoliación disminuía a medida que aumentaba el contenido de arcilla, promoviendo el desarrollo de partículas aglomeradas.

El comportamiento a fractura, evaluado a través del concepto EWF, resultó ser muy sensible a la morfología presentada por los nanocompuestos. En ambos casos, w_e se vio influenciado tanto por el contenido de arcilla como por la cristalinidad de la matriz de EVOH.



a) b)

Figura 8. Micrografías MET de compuestos EVOH/OMMT: a) morfología laminar y b) morfología enrollada. Barra = 0.2 μm.

Por otra parte, en los sistemas compatibles se observaron valores superiores del factor de forma β (relacionado con el tamaño de la OPZ). Este hecho permite sugerir que la transmisión de tensiones entre la matriz y la arcilla es efectiva. En los sistemas no compatibles, las partículas de arcilla promueven la deformación plástica a bajos niveles de tensión, de acuerdo con los valores obtenidos del trabajo plástico específico (w_p) y las observaciones realizadas por MEB.

En las láminas preparadas con EVOH/OMMT compatible se observó, a través de microscopía electrónica de transmisión (MET), una marcada orientación de las láminas de arcilla [26]. El eje longitudinal de la arcilla se encontraba dispuesto paralelamente a la dirección del flujo. Para poder evaluar el efecto de la orientación de las partículas sobre el comportamiento a fractura, se prepararon probetas DDENT en la dirección del flujo de fundido (MD) y en la dirección transversal al flujo (TD) quedando la sección de ligamento perpendicular y paralela al flujo del fundido, respectivamente (Figura 9).

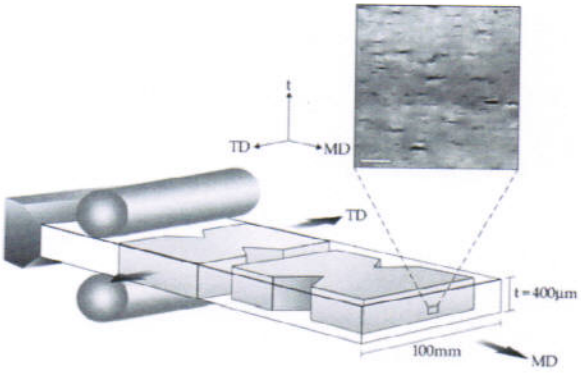


Figura 9. Esquema de la disposición de las probetas DDENT en un film extruido, en orientación MD y TD. En la parte superior se muestra una micrografía MET de un nanocompuesto EVOH/OMMT [26].

A través de observaciones por MEB de las superficies de fractura en dichas configuraciones (MD y TD), se pudo apreciar que ambas presentaban un alto nivel de fibrilación, siendo más evidente para las probetas ensayadas en MD que en TD, (Figura 10, derecha), lo cual se atribuyó a la disposición de las partículas de arcilla dentro de la matriz polimérica.

Al cuantificar la estricción relativa del ligamento se pudo observar que, para contenidos de arcilla similares, las probetas correspondientes a los nanocompuestos ensayados en la dirección MD, mostraron una estricción del ligamento menor que en los nanocompuestos ensayados en TD, (figura 10, izquierda), siendo ésta última muy similar al valor obtenido en el EVOH sin modificar [24].

Con respecto a los parámetros de fractura, los resultados mostraron que las partículas de arcilla actúan como refuerzo efectivo, ya que la tenacidad aumentó en ambas configuraciones, siendo mayor en la configuración TD. Esto puede ser atribuido a la disposición promedio de las laminillas respecto al plano de propagación, lo que hace que la superficie efectiva de refuerzo sea superior en este caso (TD).

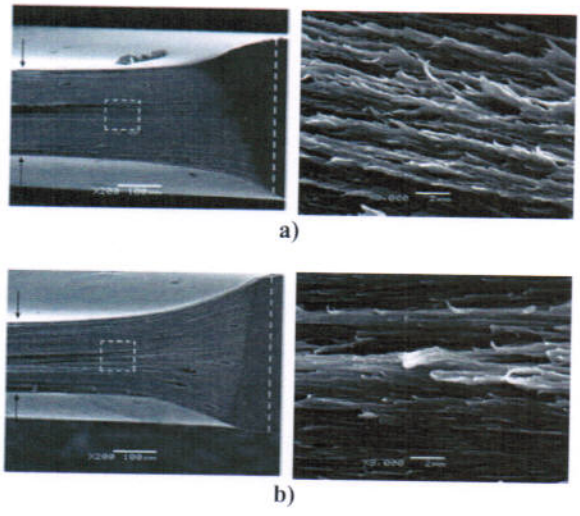


Figura 109. Micrografías MEB de las superficies de fractura de nanocompuestos de EVOH, a) MD y b) TD. La línea discontinua indica la zona de la entalla, mientras que las flechas señalan la estricción. El recuadro discontinuo marca la zona vista a altos aumentos (micrografías lado derecho).

No obstante, el término plástico (w_p) no mostró una tendencia clara, por lo que fue necesario determinar β para poder explicar los valores encontrados en ambas configuraciones. En los nanocompuestos ensayados en MD, β aumentó con el contenido de arcilla; mientras que en TD, β tendió a disminuir debido a que en esta configuración, el eje más largo de las partículas de arcilla se encontraba orientado paralelamente a la propagación de la grieta, lo que promovió una transferencia de esfuerzos menor que en la dirección MD. Por otra parte, w_p disminuyó para ambas configuraciones (MD y TD) debido a que las arcillas restringen el flujo plástico durante el proceso de fractura.

5. CONCLUSIONES Y REFLEXIONES FINALES

El método del Trabajo Esencial de Fractura (EWF) está bien establecido, a pesar de que se siguen llevando a cabo trabajos para poder mejorar la metodología del ensayo.

La técnica de EWF permite la caracterización a fractura de láminas delgadas y films de diferentes sistemas poliméricos (polímeros amorfos, polímeros semicristalinos, mezclas y compuestos) que presenten fractura post-cedencia.

Todavía se requieren esfuerzos para poder entender bien la relación entre tenacidad y parámetros estructurales en polímeros semicristalinos. En estos materiales, además, es necesario detectar y caracterizar los cambios o transformaciones cristalinas que se pueden producir durante los ensayos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer tanto al Ministerio de Educación y Ciencia como al Ministerio de Ciencia y Tecnología Españoles la financiación de los proyectos MAT -2000-1112, MAT-2003-08480-C03-02, MAT-2006-13354-C02-01, MAT-2007-62450, MAT-2009-14294-C02-02 y MAT-2010-19721-C02-01 .

REFERENCIAS

[1] Martinez, A.B., J. Gamez-Perez, M. Sanchez-Soto, J.I. Velasco, O.O. Santana, and M.L. Maspoch, "The Essential Work of Fracture (EWF) method - Analyzing the Post-Yielding Fracture Mechanics of polymers", *Engineering Failure Analysis* 16(8),(2009), 2604.

[2] Bárány, T., Czigány, T., Karger-Kocsis, J, "Application of the Essential Work of Fracture (EWF) concept for polymers, related blends and composites: a review", *Progress in Polymer Science*. 35(10), (2010), 1257.

[3] Broberg KB, "Crack-growth criteria and non-linear fracture mechanics", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 19(6),.(1971); 407.

[4] Broberg KB, "On stable crack growth", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 23, (1975); 215.

[5] Cotterell B, Reddel JK, "The essential work of plane stress ductile fracture", *International Journal of Fracture*; 13, (1977), 267-277.

[6] J. Gamez-Perez, J. Velasquez, E. Franco-Urquiza, P. Pages, F. Carrasco, O.O. Santana, M.Ll. Maspoch, "Fracture behavior of quenched poly(lactic acid)", *Express Polymer Letters*, 5, (2011), 82-91,

[7] Gray A, *Testing Protocol for Essential Work of Fracture*, ESIS, Editor. (1993), European Structural Integrity Society (ESIS) - TC4.

[8] Hill R, ". On discontinuous plastic states with special reference to localized necking in thin sheets", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*; 1, (1952), 19.

[9] Clutton E, *Testing Protocol for Essential Work of Fracture*, ESIS., Editor. (1997), European Structural Integrity Society (ESIS) - TC4.

[10] Clutton E, *"Essential Work of Fracture"*, in *Fracture Mechanics testing methods for polymers, adhesives and composites*, Moore DR, Pavan A, Williams JG, Editors. (2001), Elsevier Science, Ltd.: Oxford. 177-195.

[11] Clutton E, *"ESIS TC4 Experience with the Essential Work of Fracture Method"*, in *Fracture of polymers, composites and adhesives*, Williams JG, Pavan A, Editors. 2000, Elsevier Science, Ltd.: Oxford. 187-199.

[12] Williams JG, Rink M, "The standardisation of the EWF test", *Engineering Fracture Mechanics*; 74(7), (2007), 1009-1017.

[13] ISO/CD. 2004; Vol. ISO/CD 18874.

[14] O. Santana, C.Rodriguez, J. Belzunce, J. Gamez-Perez, F. Carrasco, M.Ll. Maspoch, "Fracture behaviour of de-aged poly(lactic acid) assessed by Essential Work of Fracture and J-Integral methods", *Polymer Testing*, 29, (2010) 984-990.

[15] A.B.Martinez, A. Segovia, J. Gamez-Perez, M. Ll Maspoch, "Essential work of fracture analysis of the tearing of a ductile polymer film" *Engineering Fracture Mechanics*., 77, (2010), 2654-2661.

[16] Maspoch ML, Ferrer D, Gordillo A, Santana OO, "Effect of the specimen dimensions and the test speed on the fracture toughness of iPP by the essential work of fracture (EWF) method", *Journal of Applied Polymer Science*; 73, (1999), 177-187.

[17] Martinez AB, Segovia A, Gamez-Perez J, Maspoch ML, "Influence of femtolaser notch sharpening technique in the determination of essential work of fracture (EWF) parameters", *Engineering Fracture Mechanics*; 76(9), (2009), 1247-1254.

[18] Gamez-Perez J, Santana O, Martinez AB, Maspoch ML, "Use of extensometers on essential work of fracture (EWF) tests" *Polymer Testing*; 27(4), (2008), 491-497.

[19] Fung KL, Zhao HX, Wang JT, Meng YZ, Tjong SC, Li RKY, "Essential work of fracture (EWF) analysis for compression molded alternating poly(propylene carbonate)" *Polymer Engineering and. Science*, 44(3), (2004): 580-587.

[20] Maspoch ML, Gamez-Perez J, Gordillo A, Sánchez-Soto M, Velasco JI, "Characterisation of injected EPBC plaques using the essential work of fracture (EWF) method", *Polymer*; 43, (2002), 4177-4183.

[21] Gamez-Perez J, Muñoz P, Santana OO, Gordillo A, Maspoch ML, "Influence of processing on ethylene propylene block copolymers (II): Fracture behaviour", *Journal of Applied Polymer Science*, 101, (2006), 2714–2724.

[22] Gamez-Perez J, Muñoz P, Velasco JI, Martínez AB, Maspoch ML, "Determination of essential work of fracture in EPBC sheets obtained by different transformation processes", *Journal of Materials Science* 40, (2005), 1967-1974.

[23] Franco-Urquiza E, Maspoch ML, "Estructura general de las arcillas utilizadas en la preparación de nanocompuestos poliméricos", *Ingenierías*; 12, (2009), 35-40.

[24] Vaia RA, Giannelis EP, "Lattice model of polymer melt intercalation in organically-modified layered silicates", *Macromolecules*; 30(25), (1997), 7990-7999.

[25] Franco-Urquiza E, Gamez-Perez J, Sanchez-Soto M, Santana O, Maspoch ML, "The effect of organo-modifier on the structure and properties of poly[ethylene–(vinyl alcohol)] /organo-modified montmorillonite composites", *Polymer International*, 59, (2010) , 778-786.

[26] Maspoch ML, Franco-Urquiza E, Gamez-Perez J, Santana OO, Sanchez-Soto M, "Fracture behaviour of poly[ethylene-(vinyl alcohol)] /organo-clay composites", *Polymer International*. 58(6), (2009); 648-655.