



Universidad
Zaragoza

Trabajo Fin de Máster

Título del trabajo:

Determinación del coeficiente de expansión térmica de materiales poliméricos utilizando técnicas alternativas

English tittle:

Determination of the coefficient of thermal expansion for polymeric materials through alternative techniques.

Autor/es

Javier González Torrijo

Directora

Noelia Alcalá Serrano

Ponente

Joaquín Ruiz Palacín

Titulación del autor

Máster en Ingeniería Química

Escuela de ingeniería y arquitectura

2023

Resumen:

Este trabajo consiste en determinar el coeficiente de expansión térmica (CTE) de materiales poliméricos mediante el empleo de técnicas alternativas a las técnicas más habituales para su determinación. Con este propósito, se han empleado equipos ya disponibles en el Instituto Tecnológico de Aragón (ITA), que permiten la determinación del CTE estableciendo las condiciones de ensayo apropiadas para su obtención. La viabilidad de las técnicas seleccionadas para la determinación del CTE depende en gran medida del conocimiento de la técnica, así como de un adecuado manejo de los equipos. De este modo, es posible aprovechar al máximo las funcionalidades de los diferentes equipos disponibles en las instalaciones del Instituto. El ITA es un centro tecnológico público dependiente del Gobierno de Aragón, cuya principal función es ofrecer soluciones tecnológicas a empresas, por lo que en su naturaleza está implícito disponer de equipamiento versátil que pueda ser utilizado por técnicos especialistas para diversos propósitos. Por esta razón, los equipos de los que dispone presentan una gran flexibilidad de uso para la caracterización de materiales. En el caso del presente trabajo, se han utilizado cuatro técnicas diferentes, una por contacto, y otras tres de video para la determinación del CTE.

En la primera, se utilizó un analizador dinámico mecánico (DMA). Este es un equipo que permite realizar una gran variedad de ensayos, entre los cuales se encuentran los ensayos de dilatometría. Para ello, se realiza una rampa de calentamiento de forma controlada mientras se registran los desplazamientos asociados al incremento de temperatura del material. En primer lugar, se realizan estos ensayos a un material cuyo CTE sea conocido, para así después poder determinar el CTE de los otros materiales.

Posteriormente se realizaron los ensayos de video. En estos ensayos, se utilizó una cámara de alta velocidad, y la técnica de correlación digital de imágenes (DIC, por sus siglas en inglés) para el registro de la expansión de los materiales analizados. El sistema DIC utiliza cámaras y un sistema de correlación de las imágenes para medir deformaciones en los materiales. Esta última técnica se aplicó en dos variantes, en dos dimensiones (2D) y en tres dimensiones (3D) utilizándose una cámara para la grabación en dos dimensiones, y dos cámaras para la grabación en tres dimensiones. La configuración empleada en las técnicas de video consiste en el uso de una o dos cámaras, según la tecnología empleada, un termopar, que se conecta a un sistema de adquisición para poder registrar la temperatura, y una placa calefactora, con la que se suministra el calor necesario para poder observar las dilataciones del material.

Se utilizaron muestras de tres tipologías diferentes (probetas de compresión de 12 mm de altura y 29 mm de diámetro nominales y prismas rectangulares de 36x10x4 mm³ para los ensayos de DMA y films con un espesor que varía entre 85 µm y 186 µm y 28 mm de diámetro para las técnicas de video) de tres materiales poliméricos (polipropileno, PP, poliamida, PA, caucho de etileno propileno dieno, EPDM), de los cuales, se conoce bien por medio de bibliografía, para el caso del PP y de la PA, o bien por la obtención del CTE del EPDM en un laboratorio externo, los rangos en los que se encuentra el CTE de estos materiales. Posteriormente, se compararon esos datos con los resultados obtenidos en los ensayos realizados a lo largo del presente trabajo.

Finalmente, una vez se terminaron los ensayos, se compararon los resultados obtenidos entre ellos, determinando que la configuración con el DIC 3D es el sistema que más se aproxima a los resultados reales en el caso del EPDM. Sin embargo, esta técnica no es adecuada con la configuración empleada en el presente trabajo en los films de termoplástico (PP y PA), debido a que al realizarse los ensayos en estos materiales las probetas se doblan impidiendo así una buena transferencia de calor en toda la probeta y una correcta visualización de los puntos, y, por tanto, impidiendo una buena correlación de las imágenes. En estos últimos casos, podría utilizarse el DMA para obtener una aproximación de la medida del CTE.

Índice

1	Introducción.....	1
1.1	¿Qué es el coeficiente de expansión térmica?.....	1
1.2	Técnicas de determinación del coeficiente de expansión térmica.....	2
1.3	Objetivo.....	3
2	Materiales.....	4
2.1	Tipología de probetas.....	4
2.1.1	Preparación de los films.....	5
3	Descripción de las técnicas utilizadas.....	10
3.1	Técnica de contacto (DMA)	10
3.2	Técnicas de video.....	13
3.2.1	Cámara de alta velocidad.....	15
3.2.2	DIC.....	18
4	Pruebas experimentales y resultados.....	21
4.1	Resultados del DMA.....	21
4.2	Resultados de la cámara de alta velocidad.....	22
4.3	Resultados DIC 2D.....	24
4.4	Resultados DIC 3D.....	26
5	Conclusiones.....	29
6	Bibliografía.....	31
7	ANEXOS.....	32
	Anexo I. Gráficas desplazamiento-temperatura de los diferentes materiales medidos con el DMA.....	32
	Anexo II. Tablas utilizadas para la realización de los cálculos de determinación del CTE utilizando la cámara de alta velocidad.....	36
	Anexo III. Gráficas $\Delta L/L_0$ -temperatura de los diferentes materiales medidos con el DIC 2D.....	46
	Anexo IV. Tabla resumen de los resultados CTE determinado con el DIC 2D.....	51

Anexo V. Gráficas $\Delta L/L_0$ -temperatura de los diferentes materiales medidos con el DIC 3D.....	52
Anexo VI. Representación de la forma de las muestras medidas con el DIC 3D al inicio y al final del ensayo.....	57
Anexo VII: Resumen de los resultados CTE determinado con el DIC 3D.	66

1 Introducción.

1.1 ¿Qué es el coeficiente de expansión térmica?



Ilustración 1. Vías de tren dobladas por la dilatación de los raíles.

Los cambios de temperatura hacen aumentar o disminuir la agitación térmica de las partículas, de forma que afectan a los materiales modificando ligeramente sus dimensiones (estos cambios se encuentran habitualmente entre 10^{-4} y $10^{-5} \frac{m}{m \cdot ^\circ C}$, aunque generalmente esta medida se expresa en $10^{-6} \frac{m}{m \cdot ^\circ C}$), es decir, por cada grado centígrado que aumenta o disminuye la temperatura de un material hace que se dilate o contraiga entre 10^{-4} y 10^{-5} metros por cada metro de material [1]. A este fenómeno se le conoce como del coeficiente de expansión térmica (CTE, de sus siglas en inglés).

Aunque en este trabajo no se va a estudiar este tipo de materiales, es importante saber que no en todos los casos la dilatación del material es positiva, es decir, que el fenómeno provoca un incremento de dimensión. En la mayoría de los materiales, conforme aumenta la temperatura estos se dilatan, ocurriendo el caso contrario al enfriarlos. Sin embargo, en algunos materiales como puede ser el hielo o algunas zeolitas, el CTE puede ser negativo, es decir, que su volumen puede disminuir conforme aumenta la temperatura, o aumentar en el caso de que se enfrie.

Estos pequeños cambios pueden ser fundamentales a la hora de realizar cualquier tipo de diseño, desde el diseño de una ventana, o el de estructuras como puentes, por lo que es de gran importancia conocer cómo se van a comportar los materiales empleados en el mismo ante los cambios de temperatura.

Un claro ejemplo de la importancia del conocimiento del CTE está en el diseño de las vías de tren, cuyos raíles están separados por unas juntas de dilatación que permiten que, en verano, cuando las temperaturas son más altas, estos raíles puedan expandirse sin llegar a estar en contacto unos con otros provocando la deformación de los raíles (Ilustración 1). Otro ejemplo de la relevancia del fenómeno de la dilatación térmica se observa en la torre Eiffel; para la que se calcula que puede experimentar diferencias de hasta 15 cm en su altura máxima entre un día muy caluroso y un día muy frío.

Por otro lado, el conocimiento del CTE puede utilizarse para aplicaciones tan cotidianas como la medición de la temperatura con un termómetro bimetálico. Este sistema consiste en dos placas soldadas de dos metales diferentes, cuyos CTE son también distintos, de forma que, al aumentar la temperatura, la diferente dilatación de ambos materiales produce una deformación que puede ser medida y obtener así la temperatura, logrando un termómetro sencillo y de bajo coste.

1.2 Técnicas de determinación del coeficiente de expansión térmica.

Habitualmente, cuando se quiere medir el CTE de un material en un rango superior a $5 \cdot 10^{-6} \frac{m}{m \cdot ^\circ C}$, se suele recurrir a un dilatómetro. Este es un instrumento que permite cuantificar los cambios dimensionales en materiales cuando estos son calentados o enfriados y es capaz de medir los cambios dimensionales utilizando un contacto mecánico de una varilla de empuje o utilizando sensores ópticos sin contacto. Cuando el material medido es sometido a un cambio de temperatura, se mide la expansión o contracción con un sistema de detección de desplazamiento de alta precisión [2].

Además de los dilatómetros, existen otros equipos que también son capaces de medir el CTE con gran precisión y exactitud, como es el caso de un TMA (analizador termomecánico), instrumento con el cual se caracterizó, en un laboratorio externo, el CTE del material EPDM utilizado en el presente Trabajo fin Máster.

Para casos en los que el CTE del material presenta valores inferiores a $5 \cdot 10^{-6} \frac{m}{m \cdot ^\circ C}$, debe emplearse equipos que proporcionan mayor precisión, como los interferómetros, los cuales son instrumentos ópticos que emplean la interferencia de las ondas de luz para medir con gran precisión longitudes de ondas de la misma luz. Con este tipo de equipos se puede determinar la posición inicial (L_0), el incremento de longitud (ΔL) y el incremento de temperatura, para poder calcular así el CTE (α) utilizando la Ecuación 1 [3].

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \alpha \cdot \Delta T \quad (\text{Ec. 1})$$

Sin embargo, debido a que actualmente no se dispone, en las instalaciones del ITA, de ningún equipo específico para medir las dilataciones de los materiales (dilatómetro, TMA...), se han empleado equipos disponibles en Laboratorio de Caracterización de Materiales del centro que pueden proporcionar datos de CTE aplicando condiciones de ensayo adecuadas. Para ello, se analizó la viabilidad de medir los coeficientes de dilatación de tres tipos de polímeros utilizando cuatro técnicas diferentes, mediante la adaptación de la geometría y dimensiones de las muestras a cada una de ellas.

Estas técnicas pueden dividirse en dos grupos, técnicas de contacto y técnicas de video. En las primeras, las probetas están en contacto con el instrumento de medida, mientras que, por otro lado, las técnicas de video consisten en la grabación de las probetas durante el calentamiento para posteriormente procesar el video y observar cómo se dilata el material. A modo de resumen, se indican a continuación las técnicas utilizadas y las diferentes configuraciones analizadas para cada una.

- Técnicas de contacto:
 - DMA (Dynamic Mecanic Analyzer).
- Técnicas de video:
 - Cámara de alta velocidad.
 - DIC (Digital Image Correlation).
 - DIC 2D.
 - DIC 3D.

1.3 Objetivo.

El objetivo de este trabajo fin de máster es analizar y determinar el CTE de materiales poliméricos mediante técnicas alternativas a las más habituales para ello, utilizando los equipos y técnicas disponibles en el Laboratorio de Caracterización de Materiales del ITA: DMA, cámara de alta velocidad y DIC tanto en dos dimensiones (DIC 2D) como en tres dimensiones (DIC 3D). A pesar de no ser equipos específicos para la determinación del CTE, sino que son equipos versátiles, dada la finalidad para la que el ITA está destinado, permiten la determinación del CTE de muchos materiales. Esto es posible con un buen manejo de los mismos, conocimiento de la técnica y estableciendo las condiciones de ensayo apropiadas para su obtención. Así, de esta manera, la funcionalidad de los equipos empleados en este estudio puede verse ampliada. Por lo tanto, a partir del análisis de resultados de este estudio, se pretende identificar limitaciones en función de la configuración de la probeta y/o del material de estudio y establecer la precisión proporcionada por cada una de las técnicas analizadas.

2 Materiales.

En este trabajo se han estudiado tres materiales poliméricos, PA, PP y EPDM. Los motivos para seleccionar estos materiales fueron los siguientes:

- PA. Este polímero es un termoplástico con gran afinidad al agua de forma que permitía estudiar su comportamiento y realizar una comparativa entre el material seco y húmedo.
- PP. Polímero termoplástico con mayor estabilidad a la temperatura que la PA.
- EPDM. Se seleccionó este material puesto que se encontraba tanto vulcanizado como sin vulcanizar, por lo que se podía vulcanizar con otras dimensiones y geometrías para adecuarlas a las técnicas seleccionadas.

En el caso de los materiales PA y PP, ambos se encontraban en forma de granza y probetas inyectadas de $80 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$, y, en el caso del material EPDM se disponía de unas probetas de compresión vulcanizadas en forma de cilindro con 12 mm de altura y 29 mm de diámetro nominales y una banda sin vulcanizar.

2.1 Tipología de probetas

Para la realización de estos ensayos, fueron tres los tipos de probetas utilizadas, tal y como se puede observar en la Ilustración 2. Por un lado, en las técnicas de video se utilizaron unas probetas que se extrajeron de unos films fabricados con los materiales del estudio, mientras que para el DMA se utilizaron dos tipos de probetas. En el caso del EPDM se apilaron tres probetas de compresión, para conseguir una altura similar a la recomendada por el fabricante del equipo para la realización de los ensayos. También se utilizaron, en el caso del PP y la PA, unas probetas en forma de prisma rectangular de altura similar a las probetas de compresión apiladas. Las muestras inyectadas de las que se disponía se cortaron y pulieron hasta alcanzar unas dimensiones aproximadas de $36 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$. Calandra. Asimismo, se empleó un patrón de aluminio de las mismas dimensiones, suministrado por el taller de mecanizado del ITA, necesario para la obtención de los CTE de los materiales en el equipo DMA.

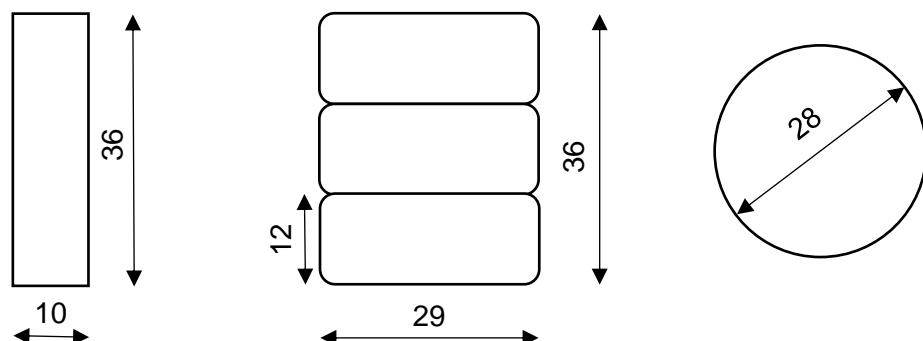


Ilustración 2. Representación gráfica de las probetas utilizadas. De izquierda a derecha se encuentran los prismas utilizados en DMA para PP, PA y Al, las 3 probetas de EPDM apiladas que se ensayaron en el DMA y finalmente los films.

2.1.1 Preparación de los films.

A la hora de realizar los ensayos con las técnicas de video, es muy importante tener una superficie lo suficientemente grande para poder medir las deformaciones, pero también tiene que haber una buena transferencia de calor por todo el material, de forma que la temperatura en la probeta sea lo más uniforme posible para que este se dilate de forma homogénea. Por este motivo se decidió preparar unos films ya que con estos se cumplían ambos objetivos [4].

En la Tabla 1 se pueden observar el estado de los materiales antes de comenzar. Para preparar los films se utilizaron dos técnicas diferentes en función de su estado de partida.

- Fusión y compresión en la prensa para los materiales en forma de granza.
- Reducción del espesor en la calandra y vulcanización en la prensa para el EPDM en forma de banda.

Tabla 1. Estado de los materiales a ensayar			
	EPDM	PP	PA
Inicio			

Tabla 2. Condiciones del prensado				
Material	Presión (bar)	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Espesor promedio (μm)
EPDM	240	180	5	186
PP	240	180	1	85
PA	240	230	1	116

En el caso del PP y la PA, ambos en forma de granza, se pesaron entre 2 y 3 gramos que posteriormente se procesaron en la prensa hidráulica (Ilustración 3). Esta se precalentó, y una vez alcanzada la temperatura adecuada (Tabla 2) se colocó la granza del material entre unos platos metálicos de la forma más uniforme posible.



Ilustración 3. Prensa hidráulica (A), calandra (B), muestras de film ya preparadas (C).

Se colocaron estos platos entre los platos de la prensa (Ilustración 4) e inmediatamente después se retiró el aire haciendo vacío para evitar que los materiales reaccionaran con el aire y se degradaran.

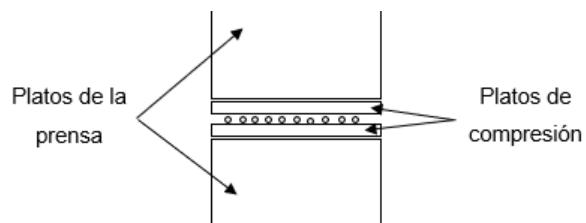


Ilustración 4. Representación gráfica de la prensa hidráulica con los platos de compresión y la granza entre los platos.

Se mantuvieron 3 minutos para el PP y 2,5 minutos para la PA, permitiendo así la fusión de los materiales. Una vez el material estuvo fundido, se aproximaron los platos de la prensa hidráulica hasta alcanzar la presión máxima de operación, que en este caso fue de 240 bares. Finalizado el tiempo de prensado, de 1 minuto para cada uno, se disminuyó la presión y se bajó la temperatura de los platos de la prensa, de la forma más rápida posible para evitar la degradación de los materiales, hasta los 40°C. Este enfriamiento se realizó haciendo pasar agua fría con el máximo caudal posible por los platos de la prensa.

Por otro lado, el procesado del EPDM en forma de film, disponible en forma de banda de varios milímetros de espesor, debido a sus características y a la forma en la que se encontraba, fue diferente.

En primer lugar, se cortó un segmento de la banda de unos 100 mm de longitud el cual se llevó a la calandra para minimizar su espesor. La calandra (Ilustración 3) es un equipo empleado para la realización de mezclas y/o reducción de espesores de elastómeros sin vulcanizar. Consta de dos rodillos calefactados que giran en direcciones opuestas y que pueden fijarse a distintas distancias entre ellos según la finalidad de su uso. En este caso, se colocaron los rodillos a 60°C para evitar la vulcanización no deseada del material durante su manipulación, ya que la cinética de vulcanización a bajas temperaturas es extremadamente lenta y puede considerarse despreciable (en la Ilustración 5 se representa el tiempo de vulcanización del EPDM necesarios a partir de 160°C). Una vez calentados los rodillos, éstos se dispusieron a una distancia por la que el material pudiera pasar sin grandes dificultades, la cual se redujo progresivamente hasta conseguir el mínimo espesor de film posible; en este caso, aproximadamente, 200 µm.

Posteriormente a la calandra, se repitió el proceso aplicado al PP y a la PA en la prensa de platos calefactados; es decir, se calentó la prensa hasta la temperatura deseada (Tabla 2) y se introdujo el film entre dos platos, que se colocaron entre los platos de la prensa. En este caso no se buscaba una fusión y después una compresión para tener un espesor reducido como se buscaba para el PP y la PA, sino de conseguir la vulcanización del elastómero. El motivo de vulcanizar el material era evitar que se produjera este proceso durante los ensayos pudiendo modificar así el resultado. El material utilizado fue una mezcla de EPDM con un reticulante de peróxidos lo que permitía que, al mantenerlo durante un tiempo determinado en unas condiciones de alta presión y temperatura, vulcanizara.

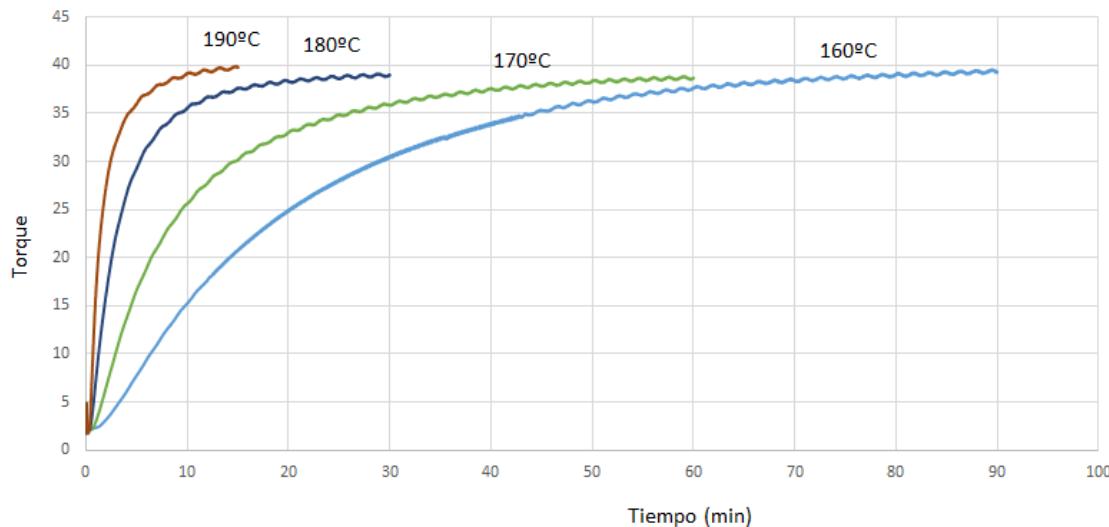


Ilustración 5. Curvas de curado del EPDM utilizado.

Puesto que se conocía de antemano la curva de curado del EPDM (Ilustración 5), que indica el tiempo necesario para alcanzar el curado óptimo a 180°C, este material se mantuvo a 180°C y 240 bar de presión durante 5 minutos (tiempo ligeramente inferior al tiempo al que se alcanza el 90 % del curado a 180 °C debido a que al ser un film se requiere reducir el tiempo para evitar la post-vulcanización). Transcurrido este tiempo se enfrió y se sacó de la prensa obteniendo así un EPDM vulcanizado y con un espesor ligeramente inferior al obtenido después de haber trabajado en la calandra, tal y como se indica en la Tabla 2.

Una vez realizados los films (Ilustración 3), con la ayuda de un troquel circular de 28 mm de diámetro se extrajeron las probetas que después se utilizaron para medir el CTE con las técnicas de video. Para evaluar la expansión térmica en estas probetas se realizaron unas marcas dentro de su superficie circular, que permitían su seguimiento durante el post-proceso del video para la cámara y de las fotos para el DIC tal y como se explica en el apartado 3.2.2.

Estas marcas se pintaron realizando un moteado aleatorio (*speckle*, en su término en inglés), en el que el tamaño de los puntos debe ser aproximadamente entre 3 y 8 veces el tamaño de un pixel y debe de ocupar aproximadamente un 50% de la superficie observable (Ilustración 6). Habitualmente, cuando se quiere realizar este tipo de moteado, se utiliza un aerógrafo, pero debido a que los ensayos que se van a realizar son a alta temperatura y no se conoce cuál es el comportamiento de la pintura utilizada en el aerógrafo con la temperatura, se decide recurrir a una pintura en spray, la cual es capaz de soportar hasta 500°C en el caso de la pintura blanca utilizada y hasta 800°C

para la pintura negra. Para realizar el *speckle* se coloca la probeta a unos 500 mm de distancia del spray y se pulveriza la pintura en pequeñas rachas sobre las probetas.

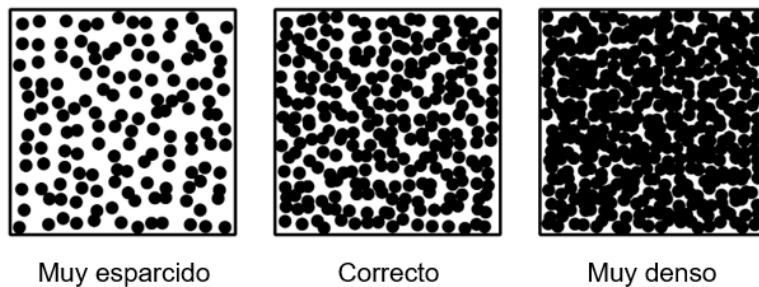


Ilustración 6. Representación de cómo debe ser un speckle correcto.

El color del *speckle* debe elegirse en función del color del material para favorecer el seguimiento de los puntos mediante ambas técnicas de video, de forma que en el caso del EPDM y la PA se utilizó pintura blanca, mientras que para el PP se utilizó pintura negra.

Se utilizó pintura blanca para el caso de la PA porque, al ser un material transparente, la placa inferior empleada en la configuración de ensayo se veía a través de las probetas, que era de un color oscuro, permitiendo, de esta manera, conseguir un contraste adecuado que facilitaba un mejor seguimiento de los puntos en el post-proceso de los ensayos.

3 Descripción de las técnicas utilizadas.

En este apartado se explica con mayor detalle las técnicas utilizadas para medir el CTE en los materiales seleccionados, así como el funcionamiento de cada una de ellas.

3.1 Técnica de contacto (DMA).

El DMA es un equipo de medida que se utiliza para determinar, generalmente, las características dinámicas de un material [5]. Este funciona con un agitador dinámico que puede generar tensiones y deformaciones sobre una muestra. El DMA disponible en el Laboratorio de Caracterización de Materiales del Instituto permite la realización de ensayos hasta 450 N, 3 mm de desplazamiento y consta de una cámara climática, la cual permite enfriar y calentar en un rango desde -150°C hasta +450°C. Este equipo permite realizar gran variedad de tipos de ensayo en diferentes modos de deformación, entre ellos, el ensayo de determinación del CTE, que puede realizarse tanto a tracción como a compresión.

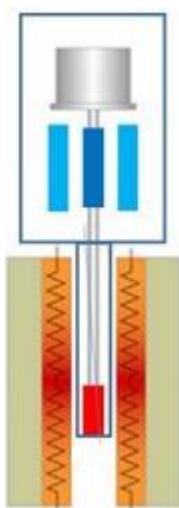


Ilustración 7.
Esquema de
funcionamiento
del DMA.

En la Ilustración 7 se puede observar el esquema de funcionamiento del DMA. En la parte superior se encuentra el motor, que es el encargado de generar una carga periódica. Esta carga se transmite hasta la probeta que se encuentra en la parte inferior, dibujada en color rojo, y el desplazamiento asociado a la carga impuesta es registrado por un sensor de desplazamiento de alta precisión.

Debido al tipo de probetas de las que se disponía para el estudio, los ensayos de dilatometría se realizaron a compresión, ya que esta configuración era la más adecuada para el caso del EPDM y era posible su uso en los otros dos materiales. Para ello, las probetas se pegaron entre unos platos de compresión (para imposibilitar movimientos indeseados) y se impuso una consigna en fuerza de 0 N a lo largo de todo el ensayo. De esta forma, conforme se dilata el material, los platos deben separarse para mantener la fuerza impuesta y el desplazamiento de los platos puede relacionarse con el aumento de la dimensión medida, producido por el aumento de temperatura. Este incremento de longitud se emplea después para calcular el CTE.

Las condiciones de ensayo fueron las siguientes:

- Fuerza = 0 N;
- Desplazamiento dinámico = $6 \cdot 10^{-7}$ m;
- Frecuencia = 80 Hz.

Para cuantificar la dilatación de los materiales de estudio, en primer lugar, se realizó el mismo ensayo para un material referencia, es decir, un material con CTE conocido [6]. De esta manera, se puede cuantificar la dilatación de los materiales de los que se compone el equipo y así descontarla de la dilatación debida sólo al material colocado entre los platos. En este caso se utilizó una probeta de aluminio (Ilustración 8), cuyo coeficiente de dilatación es de $23,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [7].



Ilustración 8.
Patrón de aluminio

Este patrón es un prisma de aluminio de dimensiones $36 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$, mecanizado en las instalaciones del ITA. Las dimensiones del patrón están condicionadas por la altura total de las probetas de EPDM apiladas, ya que, para la realización de estos ensayos, tanto el patrón como los materiales de ensayo deben tener alturas similares para obtener los mejores resultados posibles. La altura de las probetas de ensayo (patrón metálico y materiales poliméricos) quedó definida por la altura alcanzada en el apilamiento de los discos cilíndricos de EPDM (3 cilindros de 12 mm de altura nominal) que permitía conseguir la recomendación mínima de altura del fabricante del equipo (mayor o igual a 30 mm e inferior a 60 mm).

Los ensayos consistieron en medir el incremento de longitud de los materiales, calentando desde temperatura ambiente con una rampa de temperatura de $0,5^\circ\text{C}/\text{min}$ para el caso del EPDM (debido a su mayor tamaño) y de $2^\circ\text{C}/\text{min}$ para la PA, el PP, hasta una temperatura que depende del material, 110°C para el EPDM, 120°C para el aluminio y 90°C para la PA y el PP, según su temperatura máxima de uso en condiciones de servicio normales. El patrón se ensayó a ambas rampas de temperatura ($0,5^\circ\text{C}/\text{min}$ y $2^\circ\text{C}/\text{min}$), aunque a la hora del post-proceso para la obtención del CTE de los materiales poliméricos, se utilizó para todos los ensayos los resultados del patrón obtenidos a $0,5^\circ\text{C}/\text{min}$ puesto que no se observaron cambios en la dilatación asociados a la rampa de calentamiento.

Posteriormente, conociendo la dilatación del patrón, se calculó cual había sido la dilatación de los materiales del equipo, platos de compresión, columna del DMA, etc. (Ilustración 9), y de esta forma, al realizar los ensayos con el resto de los materiales, se pudo determinar, utilizando la Ecuación 8, la dilatación asociada a estos polímeros, tal y como se explica más adelante.

Se realizaron tres medidas para las muestras de EPDM, PP y PA. En el caso de estos dos últimos materiales, se llevaron a cabo unas pruebas para determinar si existía una diferencia en el CTE entre los materiales en estado seco y en estado húmedo. Para ello se realizaron los ensayos dos veces, un primero en la que las probetas se

acondicionaron a 23°C y 50% de humedad relativa, y después de haber realizado el primer ensayo, se mantuvo la probeta dentro del horno, y una vez alcanzada la temperatura ambiente se repitió el ensayo.

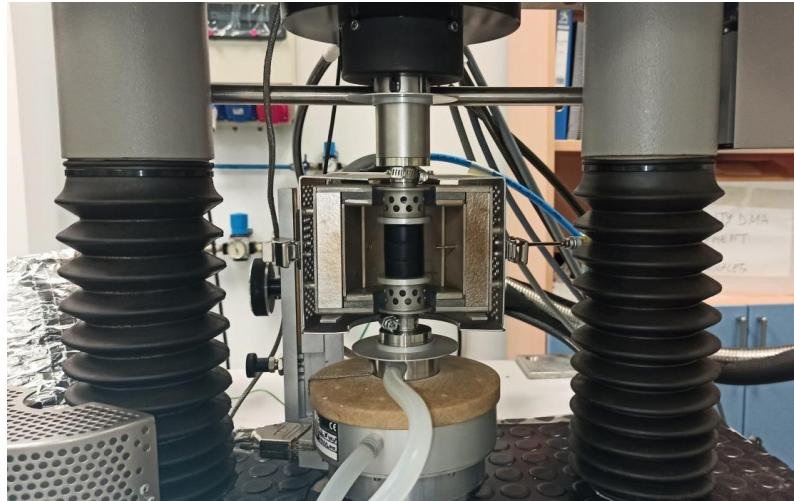


Ilustración 9. Ensayo de compresión de DMA con 3 probetas de EPDM apiladas y pegadas a los platos.

A continuación, se explica el método de cálculo del CTE de los materiales de estudio considerando la dilatación de la columna del DMA a partir de un patrón de referencia. Además, también se incluye una gráfica explicativa de la dilatación de los materiales en la Ilustración 10.

En las ecuaciones 1 a 6, se indica cómo el incremento de longitud medido en la muestra patrón o muestra de referencia incluye el aumento de longitud de la columna.

$$L = L_C + L_R \quad (\text{Ec. 2})$$

$$L_2 = L_{C0}[1 + \alpha_C(T_2 - T_0)] + L_{R0}[1 + \alpha_R(T_2 - T_0)] \quad (\text{Ec. 3})$$

$$L_1 = L_{C0}[1 + \alpha_C(T_1 - T_0)] + L_{R0}[1 + \alpha_R(T_1 - T_0)] \quad (\text{Ec. 4})$$

$$S_R = \frac{L_2 - L_1}{T_2 - T_1} \quad (\text{Ec. 5})$$

$$S_R = L_{C0}\alpha_C + L_{R0}\alpha_R \quad (\text{Ec. 6})$$

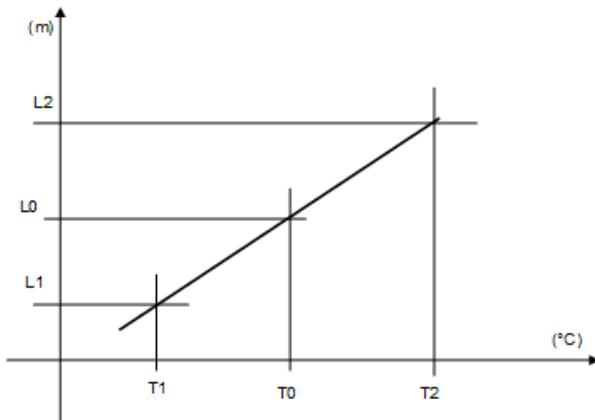


Ilustración 10. Pendiente de la curva longitud (m) frente a temperatura (°C).

- $L_c \rightarrow$ Longitud de la columna del DMA (m).
- $L_r \rightarrow$ Longitud de la referencia (m).
- $L_{c0} \rightarrow$ Longitud de la columna del DMA a temperatura ambiente(m).
- $L_{r0} \rightarrow$ Longitud de la referencia a temperatura ambiente (m).
- $\alpha_c \rightarrow$ CTE de la columna.
- $\alpha_r \rightarrow$ CTE de la referencia.
- $S_r \rightarrow$ Pendiente de la curva obtenida con la referencia (m/K)

Teniendo en cuenta la expresión de S_s (Ecuación 7), análoga a la indicada en la Ecuación 6, y de la combinación de ambas, se llega a la Ecuación 8 para el cálculo del CTE de las muestras, α_s :

$$S_s = L_{c0}\alpha_c + L_{s0}\alpha_s \quad (\text{Ec. 7})$$

$$\alpha_s = CTE = \frac{S_s - S_r + L_{r0} \cdot \alpha_r}{L_{s0}} \quad (\text{Ec. 8})$$

- $S_s \rightarrow$ Pendiente de la curva obtenida con la muestra (m/K)
- $L_{r0} \rightarrow$ Longitud de la referencia a temperatura ambiente (m)
- $L_{s0} \rightarrow$ Longitud de la muestra a temperatura ambiente (m)

3.2 Técnicas de video.

Estas técnicas consistieron en una grabación de video del calentamiento de una probeta sobre una placa calefactora. Para ello, se utilizaron tanto la cámara de alta velocidad como el DIC en 2D y 3D para realizar el registro de las imágenes y un termopar para el registro de la temperatura, que se incrementa desde temperatura ambiente hasta 110°C, para el EPDM y el PP, y 90°C, para la PA. Una vez finalizado el registro de las imágenes, y con la ayuda de un software, se determinó el desplazamiento de los puntos realizados

en las probetas. Conocido el desplazamiento y el incremento de la temperatura, con la Ecuación 1, se determinó el CTE.

La diferencia entre el DIC 2D y 3D radica en el número de cámaras que se utilizan. En la configuración de DIC 2D tan solo se utiliza una cámara, mientras que en la configuración DIC 3D se utilizan dos. Por esta razón, el DIC 2D solo es capaz de medir deformaciones en una superficie plana, mientras que el DIC 3D, como su propio nombre indica, es capaz de medir deformaciones en tres dimensiones. En estos ensayos es posible que durante el calentamiento se produzca una dilatación en el eje vertical, tanto de la placa calefactora como de la placa metálica que se coloca sobre esta, así como de la probeta que se está ensayando. Este desplazamiento puede observarse a lo largo de estos ensayos afectando a la calidad de las mediciones.

Una de las limitaciones encontradas en este tipo de pruebas, es que debido a que estas técnicas no están pensadas para trabajar con temperatura, el calor puede distorsionar las imágenes, tal y como ocurre cuando se circula por una carretera y hay una alta temperatura ambiente, pareciendo que existen charcos de agua sobre el asfalto (Ilustración 11).

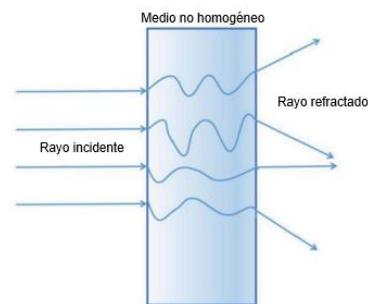


Ilustración 11. Reflejos de la luz debido a las altas temperaturas.

Este fenómeno óptico ocurre cuando existe una gran variación de la temperatura en las capas de aire, de forma que se crea una variación de la densidad que lo genera. Las ondas de luz atraviesan estas capas de aire que se encuentran a diferentes temperaturas, doblándose y generando un reflejo [8].

Para evitarlo, se planteó colocar un ventilador que fuera capaz de mover el aire y reducir, así, el gradiente de temperatura en el aire existente entre la placa y las cámaras. De esta forma se fomentaba que la luz no refractara, impidiendo el fenómeno descrito. Sin embargo, la corriente de aire provocaba que la probeta se moviera impidiendo la medida de la dilatación del material, por lo que, se descartó el empleo del ventilador. Aunque, en algunos de los ensayos que se realizaron, se observó este reflejo, debido a que la

correlación obtenida en el post-proceso de datos era correcta, se llegó a la conclusión de que los resultados no se veían afectados por este fenómeno.

3.2.1 Cámara de alta velocidad.

La cámara de alta velocidad es un equipo que está pensado para realizar grabaciones de muchas imágenes por segundo (hasta más de un millón) [9], pero en este caso se utilizó para realizar una grabación de una probeta en la que, tal y como se ha explicado anteriormente, tenía marcado un *speckle* que contrastaba con el color del material (Ilustración 12) y que permitía realizar el seguimiento de estos puntos para determinar la dilatación del material.

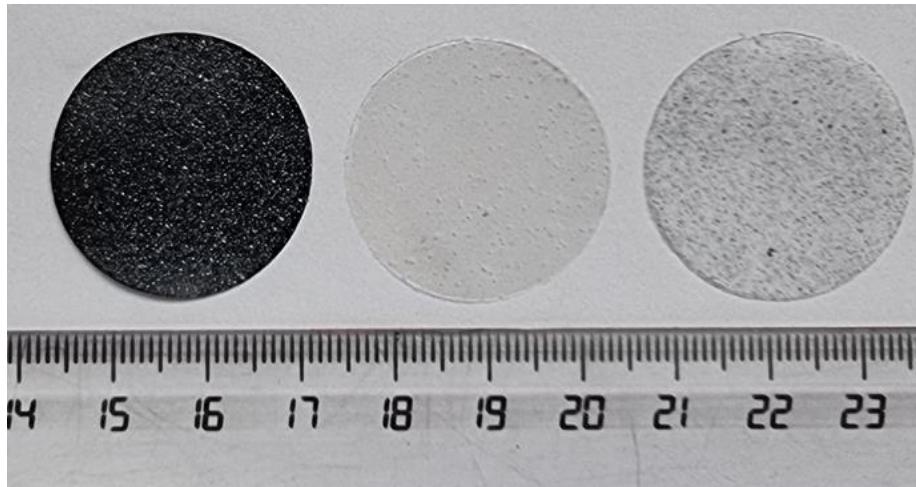


Ilustración 12. . Probetas utilizadas en los ensayos con la cámara de alta velocidad y sistema de DIC 2D y 3D. De izquierda a derecha, EPDM, PA y PP.

En las mediciones con la cámara de alta velocidad se utilizó una lente gran angular para que la probeta quedara encuadrada en la imagen. Junto a la cámara se conectaron dos focos que permitían conseguir la iluminación adecuada de la probeta. Ésta estaba sobre una placa lubricada con un aceite de silicona para minimizar la fricción que se pudiera encontrar la probeta durante la dilatación sobre la misma [10]. Junto a la probeta se colocó otra idéntica, y, sobre ella también un termopar conectado a un registrador para poder hacer así el seguimiento en tiempo real de la temperatura a la que se encontraba la probeta y registrarla. Esta configuración se muestra en la Ilustración 13.

Hay que tener en cuenta que la resolución de la cámara es de tan solo 1 Mpx y que los desplazamientos esperados eran muy pequeños, por lo que se requería que la imagen de la probeta fuera lo más grande posible para la grabación.

A la hora de seleccionar los parámetros de configuración de la cámara es muy importante que el video resultante no ocupe demasiada memoria, puesto que, aunque la memoria de la cámara sea de 70 Gb, lo ideal es que no supere los 6 Gb para poder

trabajar con facilidad. Para conseguir un tamaño de video manejable algunos de los parámetros más importantes a tener en cuenta son:

- Resolución de la cámara. Se debe de buscar un equilibrio en el tamaño de la imagen, puesto que una mayor resolución permite observar mejor el desplazamiento de los puntos señalados, pero también hace que el tamaño del video sea mayor, haciendo que sea más difícil trabajar con él. Para ello se ajustó la resolución a 704 x 704 pixeles, de forma que la probeta quedaba perfectamente encuadrada.
- Número de imágenes por segundo. Se trató de tener el mínimo número de imágenes posibles. El ensayo duraba varios minutos, entre 3 y 6, y el desplazamiento observado fue muy pequeño; la variación de la posición entre los puntos de las diferentes imágenes era mínima. A pesar de tratarse de una cámara de alta velocidad, se grabó a 24 imágenes por segundo, minimizando así el número de imágenes de forma para conseguir un tamaño de video adecuado.
- Tiempo de grabación. Para minimizar el tiempo de grabación, se utilizó la placa calefactora a máxima potencia, tal y como se ha explicado anteriormente. Esto fue posible al trabajar con films de espesores promedios entre 85 y 186 μm , ya que el calor se reparte mejor y se evita la creación perfiles de temperatura a lo largo del espesor del material.

Una ventaja adicional de utilizar films, además de la rapidez en el calentamiento de la muestra, es que permiten trabajar con tan sólo una cámara para determinar el CTE. Si el espesor de las probetas fuera mayor, sería necesario tener en cuenta también la dilatación en el mismo, lo que no sería posible con una única cámara. En nuestro caso, al tratarse de un espesor tan pequeño, la dilatación en el espesor puede considerarse despreciable (2-3 μm).

Como se ha adelantado, además de la cámara, se contó también con unos focos sincronizados con la esta, de forma que es la propia cámara la que indica cuando tienen que activarse y cuando no, consiguiendo así una luz pulsante, que maximiza la potencia en cada pulsación. Este modo de funcionamiento permite que la cámara capte más luz que si se mantuvieran los focos constantemente encendidos.



Ilustración 13. Configuración de la cámara de alta velocidad. Cámara de alta velocidad (1), focos (2), registrador (3), placa calefactora (4), probeta (5), termopar (6)

Una vez terminado el ensayo se procedió a realizar el post-proceso. Para ello se utilizó el software “ImageJ” [11] con el que se realizó el seguimiento de los puntos marcados en la probeta, para después, tal y como se indica más adelante, obtener los valores de deformación del material y calcular así el CTE.

Posteriormente se procedió a medir cual fue el desplazamiento entre los puntos que estaban enfrentados entre sí, tal y como se puede observar en la Ilustración 14. Para ello se toma un punto al inicio de la grabación (1-8) y el software nos determina la posición al final del ensayo; conociendo el desplazamiento en los ejes x e y se obtiene el desplazamiento total. Después, se mide la distancia que había inicialmente entre los puntos que se han considerado como puntos iniciales para determinar L_0 . A partir de aquí, se procede a hacer lo mismo con el resto de los puntos. Cuando ya se tiene todos los puntos, se mide cual ha sido el incremento de la longitud entre esos dos puntos y, conociendo la distancia que los separaba inicialmente, se puede utilizar la Ecuación 1 para determinar el CTE (α).

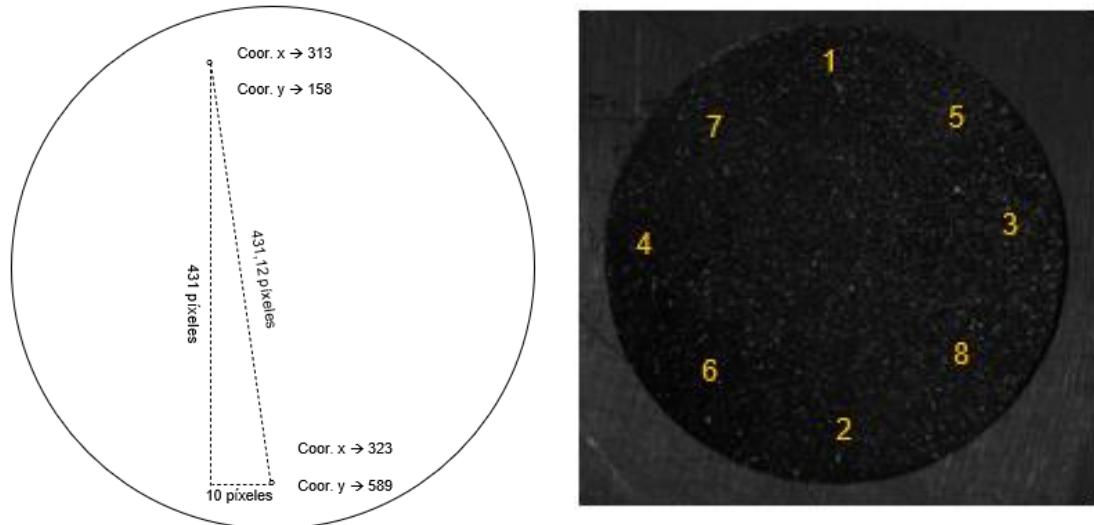


Ilustración 14. A la izquierda, medida de la longitud conociendo las coordenadas y utilizando el teorema de Pitágoras. A la derecha, localización de los puntos.

3.2.2 DIC.

El DIC es un sistema que permite visualizar las deformaciones y alargamientos sobre una superficie plana, DIC 2D (Ilustración 15) o sobre un espacio tridimensional, DIC 3D (Ilustración 17) [12]. Al igual que con la cámara de alta velocidad, éste se utilizó para registrar cómo los films de los diferentes materiales que se prepararon, se dilatan con la temperatura. El desplazamiento de los puntos del *speckle* (Ilustración 12) se detecta automáticamente con un software disponible en el equipo, que permite el cálculo de la dilatación del material estudiado.

La forma de realizar los ensayos con el DIC en dos dimensiones es muy similar a la forma en la que se realizaron la con cámara de alta velocidad.

En este caso se necesitó la cámara del DIC, la cual se colocó justo encima de una probeta. Esta probeta estaba en la misma posición que en los ensayos mencionados anteriormente, es decir, sobre una placa lubricada con aceite de silicona, que estaba situada sobre una placa calefactora. Justo al lado de la probeta, se colocó otra del mismo material y encima de ella se situó un termopar, que estaba conectado a un registrador para realizar el registro de la temperatura. De esta forma se conoce cuál es la temperatura a la que se encuentra la probeta que se quiere medir. En este caso, a diferencia de la cámara de alta velocidad, el DIC no tiene unos focos propios que vayan conectados a esta cámara, de forma que se utilizarán unos focos adicionales colocados en una posición de iluminación fija. Al igual que para las medidas con la cámara de alta velocidad, se colocaron dos focos para lograr una iluminación uniforme.

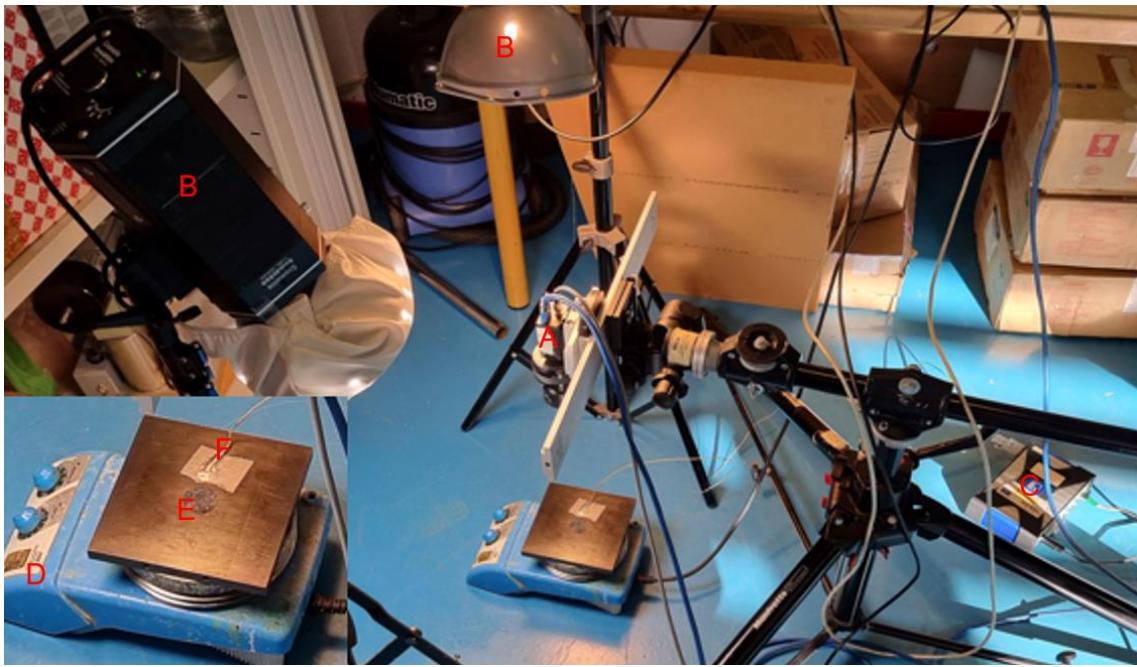


Ilustración 15. Configuración del DIC 2D. Cámara del DIC (A), focos (B), registrador (C), placa calefactora (D), probeta (E), termopar (F).

En este caso al tener la cámara una resolución mucho mayor (sensor de 5 Mpx) permite detectar los desplazamientos de los puntos dibujados en la probeta con mayor precisión que la cámara de alta velocidad. El procedimiento para la realización de los ensayos fue similar. Se enfocó la cámara, se comenzó a registrar tanto las imágenes de la cámara como la temperatura y se conectó la placa calefactora a máxima potencia. Una vez alcanzada la máxima temperatura se dejó de registrar y se apagó la placa. Posteriormente se post-procesaron los datos.

Para calibrar el sistema de 3 dimensiones, se utilizó una placa que debe de estar retroiluminada (Ilustración 16), sobre la que se realizaron fotos en diferentes posiciones, rotándola en las 3 dimensiones para conseguir imágenes en diferentes planos que posteriormente fueron utilizadas para calibrar este sistema.

Se requieren de unas 20 fotos de esta placa en diferentes posiciones de manera que se localizan la posición de estos puntos, y, mediante un algoritmo, se establece así una relación espacial entre las imágenes. Una vez calibrado, este sistema es capaz de observar deformaciones en cada uno de estos ejes.

Por otro lado, a diferencia de la cámara de alta velocidad que graba un video, este sistema realiza unas fotos que después se van comparando,

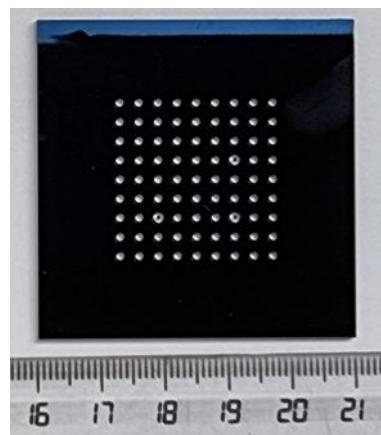


Ilustración 16. Placa para calibrar el sistema DIC 3D.

imagen a imagen, determinando los desplazamientos que se han dado durante el ensayo. En estos casos se realizaron fotos cada 2 segundos. La realización de estas mediciones fueron muy similares a las llevadas a cabo con el DIC 2D, con la salvedad de que en este caso se utilizaron dos cámaras en lugar de una, como ya se ha comentado. El resto de la configuración fue exactamente la misma.



Ilustración 17. Configuración del DIC 3D. Cámara 1 (A), cámara 2 (B), focos (C), registrador (D), sistema de sincronización, adquisición y disparo (E), placa calefactora (F), termopar y probetas (G).

4 Pruebas experimentales y resultados.

4.1 Resultados del DMA.

En la Ilustración 18 se muestra la evolución de la dilatación de la muestra patrón (aluminio) frente al incremento de temperatura. A continuación, en la Ilustración 19 se incluye la evolución del desplazamiento frente a la temperatura de las primeras probetas de cada material. En el Anexo I se pueden encontrar todas las gráficas de las mediciones realizadas con el DMA.

Desplazamiento vs temperatura para el patrón de aluminio

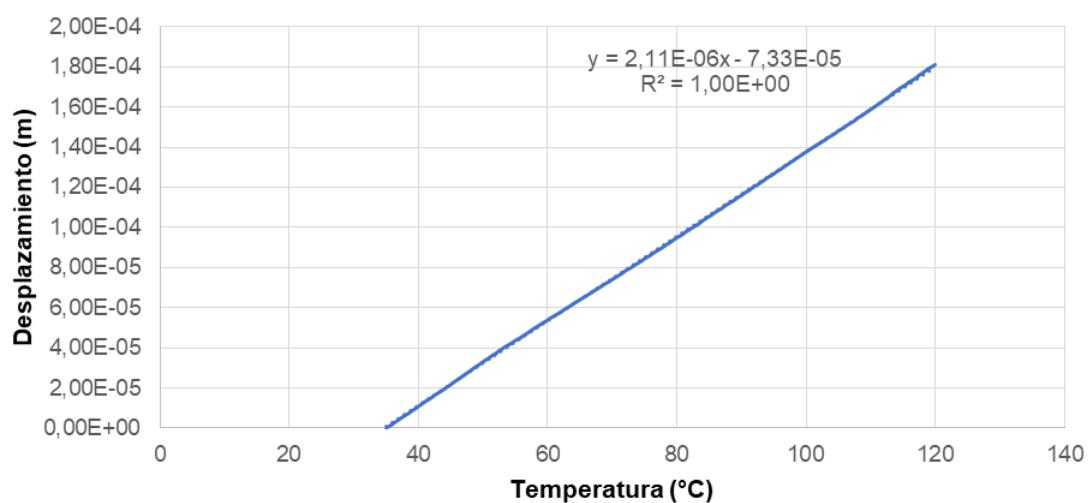


Ilustración 18. Evolución del desplazamiento medido con el DMA frente al incremento de temperatura de la probeta de referencia (aluminio).

Desplazamiento vs temperatura para las primeras muestras de cada material

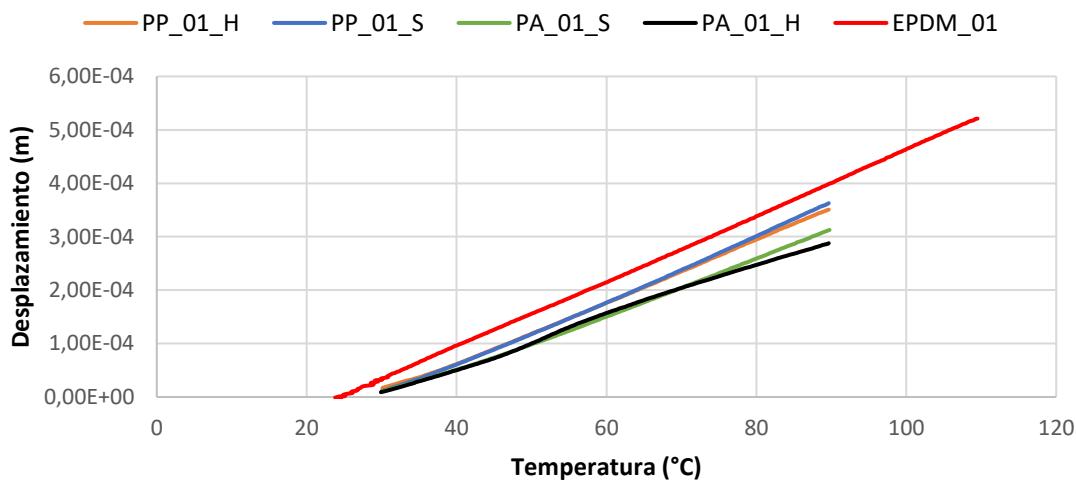


Ilustración 19. Evolución del desplazamiento medido con el DMA frente al incremento de temperatura de las primeras probetas ensayadas de cada material.

En la Tabla 3 se observan cuáles son los resultados de las mediciones con el DMA utilizando la Ecuación 8.

Tabla 3. Medidas del CTE determinadas con el DMA

Material	Medidas del CTE (m/(m·°C))					
	1	2	3	Promedio	S	CV
EPDM	$131 \cdot 10^{-6}$	$135 \cdot 10^{-6}$	$145 \cdot 10^{-6}$	$136,8 \cdot 10^{-6}$	$7,2 \cdot 10^{-6}$	5,2
PP (húmedo)	$122 \cdot 10^{-6}$	$148 \cdot 10^{-6}$	$130 \cdot 10^{-6}$	$133,4 \cdot 10^{-6}$	$13,3 \cdot 10^{-6}$	10,0
PP (seco)	$128 \cdot 10^{-6}$	$145 \cdot 10^{-6}$	$143 \cdot 10^{-6}$	$138,7 \cdot 10^{-6}$	$9,3 \cdot 10^{-6}$	6,7
PA (húmedo)	$99 \cdot 10^{-6}$	$137 \cdot 10^{-6}$	$124 \cdot 10^{-6}$	$119,9 \cdot 10^{-6}$	$19,3 \cdot 10^{-6}$	16,1
PA (seco)	$107 \cdot 10^{-6}$	$142 \cdot 10^{-6}$	$139 \cdot 10^{-6}$	$128,9 \cdot 10^{-6}$	$19,4 \cdot 10^{-6}$	15,0

4.2 Resultados de la cámara de alta velocidad.

La Tabla 4 muestra un ejemplo de cálculo correspondiente a la probeta 1 del material EPDM considerando las coordenadas de los puntos en posición de pixel de la imagen antes de iniciar el ensayo y al final del calentamiento. El resto de tablas para los diferentes materiales se encuentran en el Anexo II. Con estas coordenadas se mide el

desplazamiento de los puntos en los ejes x e y, para después calcular cual ha sido la deformación que se ha dado entre dos puntos enfrentados (ver Ilustración 14).

Tabla 4. Determinación del ΔL de cada uno de los puntos de la muestra 1 de EPDM									
Punto	Posición	Coord x	Coord y	Desp x	Desp y	Dif x (píxel)	Dif y (píxel)	ΔL (píxel)	
1	Inicial	313	158	-1	5	1	7	7,07	
	Final	314	153						
2	Inicial	323	589	-2	-2	7	0	7,00	
	Final	325	591						
3	Inicial	83	360	3	2	7	0	5,83	
	Final	80	358						
4	Inicial	559	366	-4	2	5	3	6,40	
	Final	563	364						
5	Inicial	121	233	2	3	5	3	5,83	
	Final	119	230						
6	Inicial	510	488	-3	0	-4	5	6,40	
	Final	513	488						
7	Inicial	433	158	-2	5	-4	5	6,40	
	Final	435	153						
8	Inicial	152	544	2	0	-4	5	6,40	
	Final	150	544						

En la Tabla 5 se determina la distancia inicial entre los pares de puntos, formando unas líneas que se utilizaran posteriormente en la Tabla 6 para poder determinar el CTE.

Tabla 5. Cálculo de la distancia inicial entre los puntos (L_0) de la muestra 1 de EPDM					
Punto	Coord. x	Coord. y	Distancia entre puntos en x (píxel)	Distancia entre puntos en y (píxel)	L_0 (píxel)
1	313	158	-10	-431	431,12
2	323	589			
3	83	360	-476	-6	476,04
4	559	366			
5	121	233	-389	-255	465,13
6	510	488			
7	433	158	281	-386	477,45
8	152	544			

Se forman cuatro líneas, utilizando los puntos 1 y 2 para hacer la primera línea, los puntos 3 y 4 para la segunda, y así sucesivamente, utilizando la longitud de estas líneas como L_0 . Conociendo L_0 , ΔL y ΔT ($111,1^\circ\text{C} - 27,79^\circ\text{C}$), puede calcularse el CTE

utilizando la Ecuación 1. Se siguió el mismo procedimiento para el resto de las probetas ensayadas. Esta información se encuentra en el Anexo II.

Tabla 6. Determinación del CTE de la muestra 1 de EPDM				
Línea	ΔL (píxel)	L ₀ (píxel)	CTE (m/m·°C)	CTE promedio (m/m·°C)
1	7,07	431,12	197 · 10 ⁻⁶	171,2 · 10 ⁻⁶
2	7,00	476,04	177 · 10 ⁻⁶	
3	5,83	465,13	150 · 10 ⁻⁶	
4	6,40	477,45	161 · 10 ⁻⁶	

A continuación, en la Tabla 7 se indican los resultados de CTE de cada uno de los materiales empleados. Para cada probeta se realizó la medida utilizando 4 líneas, tal y como se ha explicado anteriormente. El resultado que se refleja en esta tabla es el promedio de estas cuatro medidas. En el Anexo II se incluyen las tablas con todas las medidas realizadas.

Material	CTE (m/(m·°C))					
	1	2	3	Promedio	S	CV
EPDM	171 · 10 ⁻⁶	177 · 10 ⁻⁶	167 · 10 ⁻⁶	171,2 · 10 ⁻⁶	27,9 · 10 ⁻⁶	16,3
PP	109 · 10 ⁻⁶	98 · 10 ⁻⁶	95 · 10 ⁻⁶	100,4 · 10 ⁻⁶	14,9 · 10 ⁻⁶	14,8
PA*	44 · 10 ⁻⁶	34 · 10 ⁻⁶	22 · 10 ⁻⁶	33,1 · 10 ⁻⁶	26,4 · 10 ⁻⁶	79,8

*Las probetas de PA se doblaron de forma que los resultados que se obtuvieron no son válidos.

4.3 Resultados DIC 2D.

En este caso el análisis de datos se hace utilizando el software “VIC 2D” en el que se realiza una malla de la región que se quiere analizar y se miden todos los desplazamientos que han ocurrido a lo largo de la secuencia de imágenes (Ilustración 20). Finalmente, se utiliza la herramienta “extensómetro” integrada en el software de post-proceso del DIC y que mide el ΔL/L₀ que junto al ΔT es lo que se necesita conocer para determinar así el CTE, tal y como lo dice la Ecuación 1.

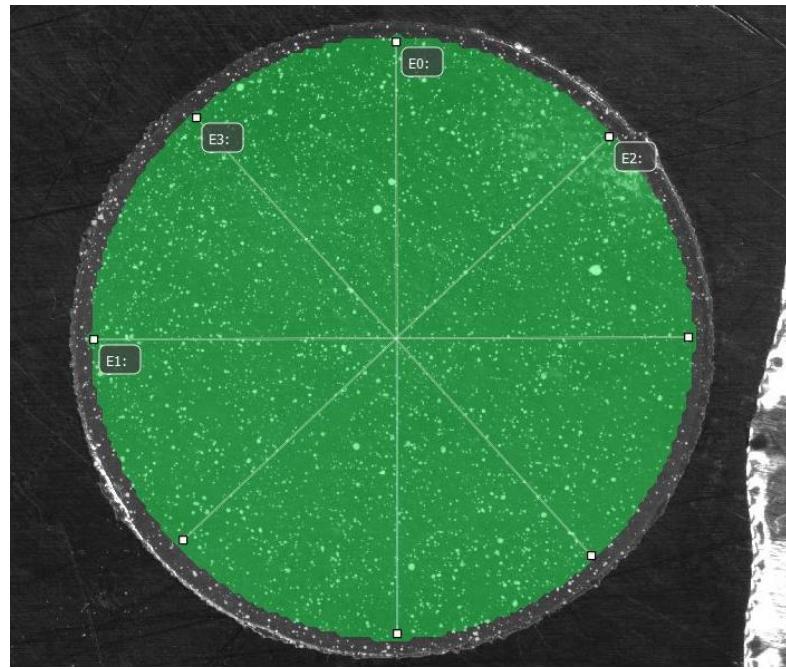


Ilustración 20. Medidas del $\Delta L/L_0$ utilizando la herramienta extensómetro en la probeta PA_01.

En la Ilustración 21 se observa cómo es la evolución del $\Delta L/L_0$ frente al ΔL para la primera muestra ensayada de PP. Los resultados gráficos del análisis 2D del resto de repeticiones y materiales se incluyen en el Anexo III.

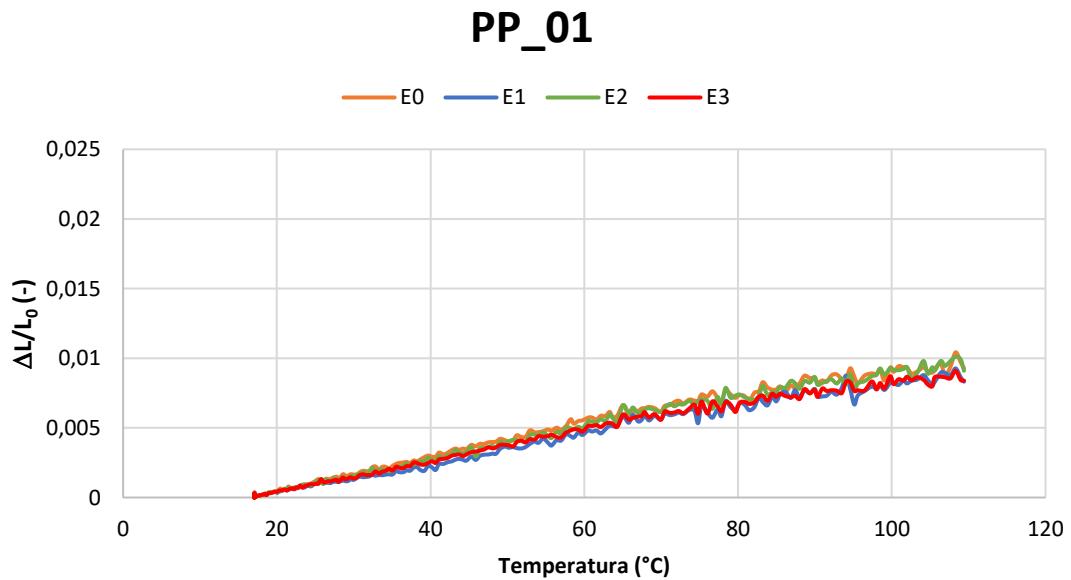


Ilustración 21. Evolución de $\Delta L/L_0$ frente al ΔL para la primera referencia de PP.

A continuación, en la Tabla 8, se muestran las medidas realizadas con el DIC. Las tablas con las medidas realizadas para el conjunto de probetas ensayadas se incluyen en el Anexo IV. Al igual que en el apartado anterior se realizaron cuatro mediciones para cada probeta, quedando aquí reflejado el promedio de estos valores.

Tabla 8. Medidas del CTE determinadas con el DIC 2D						
Material	CTE medido ($\text{m}/(\text{m} \cdot ^\circ\text{C})$)					
	1	2	3	Promedio	S	CV
EPDM	$156 \cdot 10^{-6}$	$179 \cdot 10^{-6}$	$176 \cdot 10^{-6}$	$170,0 \cdot 10^{-6}$	$33,5 \cdot 10^{-6}$	19,7
PP	$94 \cdot 10^{-6}$	$91 \cdot 10^{-6}$	$95 \cdot 10^{-6}$	$93,6 \cdot 10^{-6}$	$4,6 \cdot 10^{-6}$	4,9
PA*	$52 \cdot 10^{-6}$	$61 \cdot 10^{-6}$	$56 \cdot 10^{-6}$	$53,6 \cdot 10^{-6}$	$16,11 \cdot 10^{-6}$	30,1

*Las probetas de PA se doblaron de forma que los resultados que se obtuvieron no son válidos.

4.4 Resultados DIC 3D.

El procedimiento para llevar a cabo el post-proceso de los ensayos con el DIC 3D es el mismo que para el DIC 2D, salvo que, en este caso, se utilizó el software “VIC 3D” que permite observar las deformaciones en 3 dimensiones tal y como se puede observar en la Ilustración 22. En este caso también se utilizó la herramienta “extensómetro” con la que se determinó el $\Delta L/L_0$ necesario para calcular el CTE.

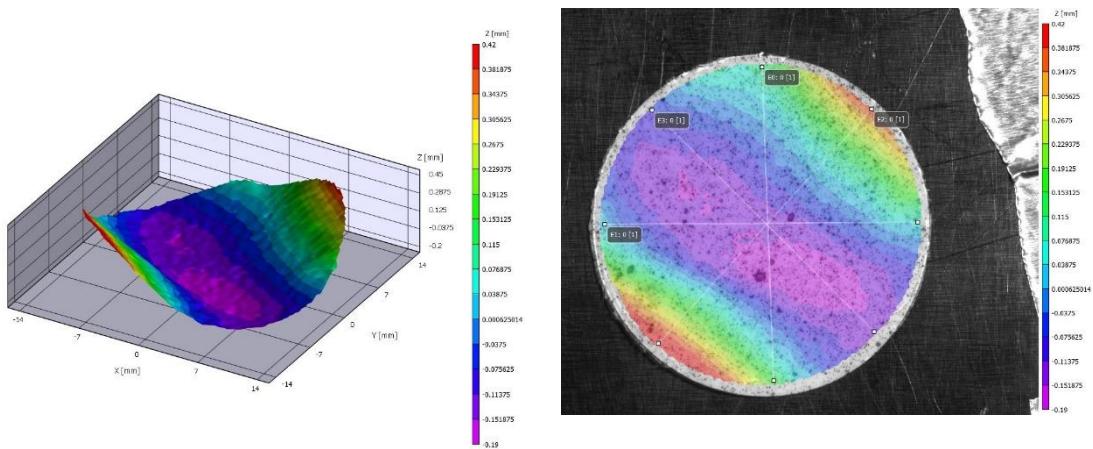


Ilustración 22. Post-proceso del DIC 3D. A la izquierda imagen de las deformaciones en 3 dimensiones, a la derecha en 2 dimensiones.

A continuación, en la Ilustración 23 se puede observar el incremento de longitud dividido por la longitud inicial, en 4 tramos de la primera probeta de PP. El resto de las gráficas

realizadas para todas las probetas de todos los materiales se encuentran en el Anexo V.

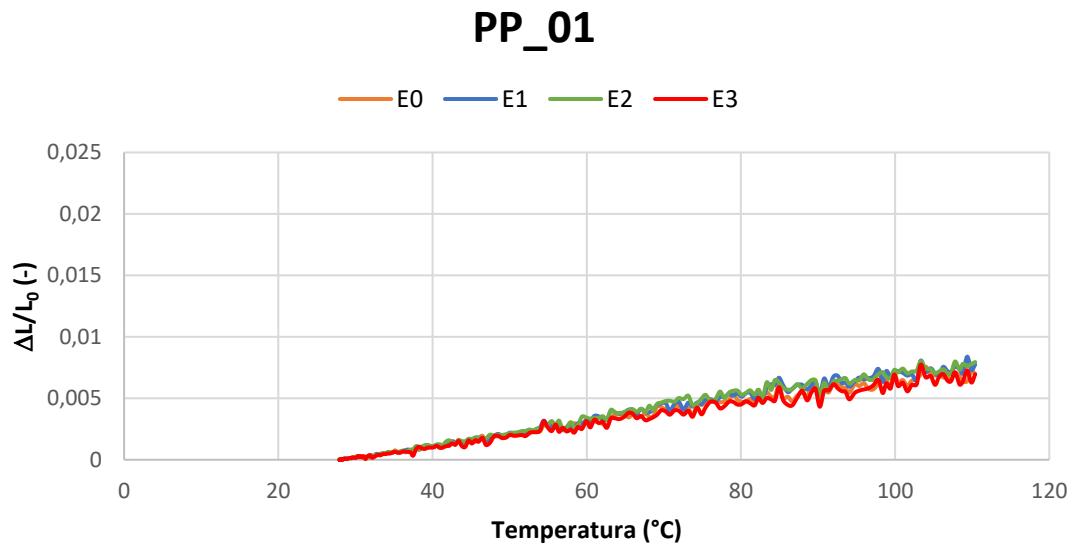


Ilustración 23. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente al tiempo en la primera probeta de PP.

En la Tabla 9 se encuentran los resultados medidos en las diferentes probetas utilizando esta técnica. Tal y como se ha explicado anteriormente se realizaron cuatro medidas para cada probeta, calculándose el promedio para cada una de ellas, para finalmente mostrar ese valor en esta tabla. Tanto las probetas de PA como las de PP se doblaron durante el calentamiento. En el Anexo VI se representa gráficamente la deformación registrada con el DIC 3D en el eje vertical para ambos materiales. En el Anexo VII se encuentra la tabla de los resultados de CTE obtenidos con este equipo.

Tabla 9. Medidas del CTE determinadas con el DIC 3D

Material	CTE medido ($m/(m \cdot {}^\circ C)$)					
	1	2	3	Promedio	S	CV
EPDM	$173 \cdot 10^{-6}$	$148 \cdot 10^{-6}$	$148 \cdot 10^{-6}$	$156,1 \cdot 10^{-6}$	$21,0 \cdot 10^{-6}$	13,5
PP*	$91 \cdot 10^{-6}$	$93 \cdot 10^{-6}$	$85 \cdot 10^{-6}$	$89,8 \cdot 10^{-6}$	$5,7 \cdot 10^{-6}$	6,4
PA*	$37 \cdot 10^{-6}$	$35 \cdot 10^{-6}$	$49 \cdot 10^{-6}$	$40,3 \cdot 10^{-6}$	$16,8 \cdot 10^{-6}$	41,6

*Las probetas de PA y PP se doblaron de forma que los resultados que se obtuvieron no son válidos.

De todos los materiales ensayados, fue la PA el material que se observó que se doblaba en mayor medida durante el calentamiento (ver Anexo VI). Este mismo fenómeno se observó en el PP, lo que confirma que los resultados de CTE en estos dos films de material no pueden considerarse como válidos. Sin embargo, en el material de EPDM

la deformación en el eje vertical (eje Z) es mínima e incluso se puede observar que en ocasiones el ensayo no parte de un estado plano y tras el ensayo la cota en Z es menor, por lo que tras el ensayo el film está plano. Por lo tanto, esto confirma la validez de los ensayos en el EPDM.

5 Conclusiones.

Para evaluar la validez de los datos obtenidos con cada una de las técnicas aplicadas, se comparan los datos de CTE obtenidos con los datos de referencia de cada material. En el caso del PP y de la PA, se han encontrado en bibliografía unos rangos de CTE entre los que pueden estar dichos materiales. Sin embargo, en el caso del EPDM empleado en el presente estudio se dispone de un valor de CTE determinado, ya que, este material fue caracterizado dentro del proyecto MOLDCAUCHO¹. Dicha caracterización se subcontrató a la empresa Moldex3D, que empleó un TMA para la determinación del CTE del EPDM, obteniendo el resultado que aparece en la Tabla 10. Debido a que los otros datos obtenidos en bibliografía no son tan exactos como éste, se considerará como mejor método, el que proporcione resultados de CTE que se ajuste en mayor medida a dicho resultado obtenido con TMA.

Tabla 10. Comparativa entre los valores de CTE (10^{-6}) obtenidos con las diferentes técnicas de medida.

Material	Tipo de dato	Técnica				
		DMA	Cámara de alta velocidad	DIC 2D	DIC 3D	Bibliografía
EPDM	Promedio	136,8	171,2	170,0	156,1	154,6
	CV (%)	5,2	16,3	19,7	13,5	
PP (SECO)	Promedio	138,7	100,4	93,6	89,8	70-170 [13]
	CV (%)	6,7	14,8	4,9	6,4	
PA (SECA)	Promedio	128,9	33,1	53,6	40,3	50-120 [13]
	CV (%)	15,0	79,8	30,1	41,6	

El DIC 3D proporciona resultados que pueden considerarse válidos, siempre y cuando la probeta mantenga la superficie de contacto con el material calefactado. Este proporciona el valor más cercano al obtenido por la caracterización externa del EPDM. Con los datos obtenidos, podría decirse que esta técnica es la más precisa para valores de este orden de magnitud (10^{-4}).

¹ <https://www.itainnova.es/blog/proyectos-financiacion-publica/moldcaucho>

El uso de DMA para la determinación del CTE puede considerarse una buena forma de aproximar el resultado cuando necesario conocer el CTE de un material que presente la limitación citada anteriormente para el DIC.

El DIC 2D proporciona unos datos similares a los obtenidos con la cámara de alta velocidad, con la diferencia de la facilidad que proporciona este sistema para trabajar con él. Los resultados de las mediciones de EPDM son superiores al dato de referencia del laboratorio externo. Por otro lado, la cámara de alta velocidad y su post-proceso, es la forma menos fiable (junto con el DIC 2D) de determinar un CTE y no se recomienda para tal uso, puesto que en el caso de producirse desplazamientos en el eje vertical de la probeta (en el eje del espesor) con estos sistemas no se pueden detectar estos desplazamientos.

Otro aspecto a tener en cuenta es la tipología de las probetas empleada en las técnicas de video. En este caso se realizaron ensayos en materiales poliméricos, a los cuales se les puede modificar su forma de manera relativamente fácil para adecuarla a las configuraciones de ensayo empleadas en las técnicas de video pero hay que tener en cuenta, que, si se utiliza otro tipo de materiales, podrían encontrarse dificultades a la hora de realizar alguno de estos tipos de probeta.

Llama la atención la diferencia de precisión, medida con el parámetro CV (coeficiente de variación), que existe en la determinación del CTE de los materiales entre las diferentes técnicas (ver Tabla 10). En las técnicas de video, se observa una gran dispersión en los resultados en la PA, mucho menor para el EPDM, y gran precisión para el PP. Esta variación se debe a la facilidad con la que las cámaras son capaces de leer el *speckle*. Tanto en la PA como en el EPDM, en ocasiones, aparecían reflejos provocados porque se doblaban las probetas o porque el material mostraba un color más brillante. El DMA, sin embargo, tiene mucho mayor precisión, salvo para la PA, donde se encuentra la mayor dispersión de datos para esta técnica.

En resumen, se puede concluir que el mejor método para determinar el CTE es el DIC 3D, siempre y cuando el material lo permita, debido a las limitaciones de la técnica. Por ejemplo, este sistema ha medido con gran precisión el CTE del EPDM, pero se han tenido bastantes problemas para trabajar con la PA y PP, debido a que estos se deformaban y el reparto de temperatura en la superficie del material no resultaba homogéneo. Por otro lado, en el caso de que solo se requiera de una aproximación del CTE o que el material a ensayar no se pueda fabricar en forma de film, pero si con alguna otra geometría que se pudiera asemejar a las otras tipologías de probetas, podría utilizarse el DMA.

6 Bibliografía.

- [1] R.E. Taylor, CINDAS Data Series on Materials Properties, *Thermal Expansion of Solids*, Vol 1–4, ASM International, 1998.
- [2] Dilatometry. 2022. *Push-rod and Optical. Obtenido de tainstruments* (<https://www.tainstruments.com/wp-content/uploads/BROCH-DIL.pdf>)
- [3] Norma ISO 11359-2:1999. *Thermomechanical analysis (TMA)*.
- [4] Kim, J., Lang, K., Ahn, K., Yoon, T., Lee, T., Kim, T., 2018, *Thermal expansion behavior of thin films expanding freely on water surface*.
- [5] Metravib, *Dynamic Mechanical Analyzers DMA⁺100, DMA⁺150, DMA⁺450. User manual*.
- [6] Yan, S., Deng, J., Bae, C., Xiao, X., 2018, *Thermal expansion/shrinkage measurement of battery separators using a dynamic mechanical analyzer*.
- [7] ANEXO A.1 NORMA UNE-EN 38337:2001. *Aluminio y aleaciones para forja*.
- [8] Wang, H., Ge, P., Wu, S., Wang, B., Wang, Y., Kong, X., Pang, Y. 2022. *Improvement method of high-temperature digital image correlation measurement accuracy based on image processing*.
- [9] Phantom Camera Control (PCC), 2021, *PCC 3.6 Software User Manual*.
- [10] Singer, G., Sinn, G., Lichtenegger, H., Veigel, S., Zecchini, M., Wan-Wendner, R., 2019, *Evaluation of in-situ shrinkage and expansion properties of polymer composite materials for adhesive anchor system by a novel approach based on digital image correlation*.
- [11] Rasband, W.S., *ImageJ*, U.S. National Institute of Health, Bethesda, Maryland, USA, <https://imagej.nih.gov/ij/>, 1997-2018.
- [12] Digital Image Correlation, 2009, *Overview of Principles and software*.
- [13] *Coefficient of Linear Thermal Expansion*, obtenido de [Coefficient of Linear Thermal Expansion \(CLTE\): Formula & Values \(specialchem.com\)](http://specialchem.com)

7 ANEXOS

Anexo I. Gráficas desplazamiento-temperatura de los diferentes materiales medidos con el DMA.

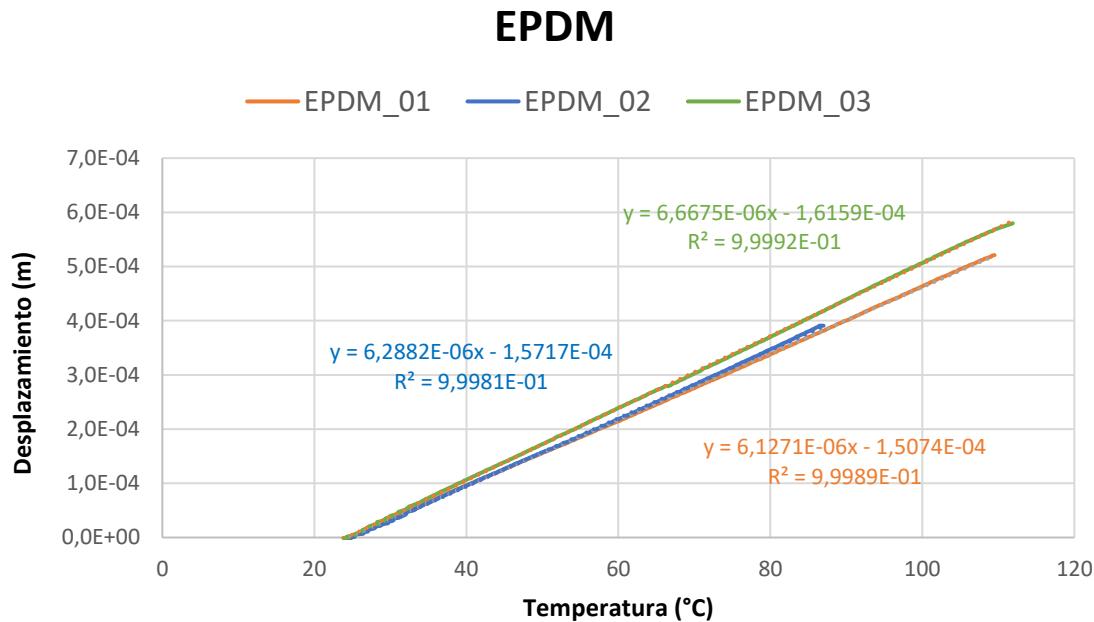


Ilustración 24. Evolución del desplazamiento frente a la temperatura para las muestras de EPDM determinado con el DMA.

PP_01

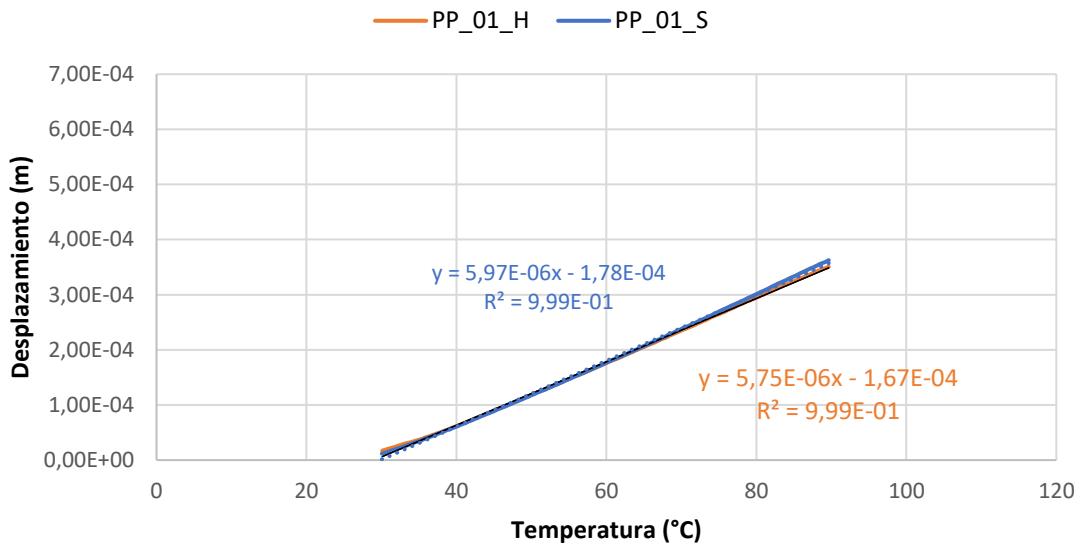


Ilustración 25. Evolución del desplazamiento frente a la temperatura, en condiciones húmedas (H) y secas (S) para la muestra PP_01 determinado con el DMA.

PP_02

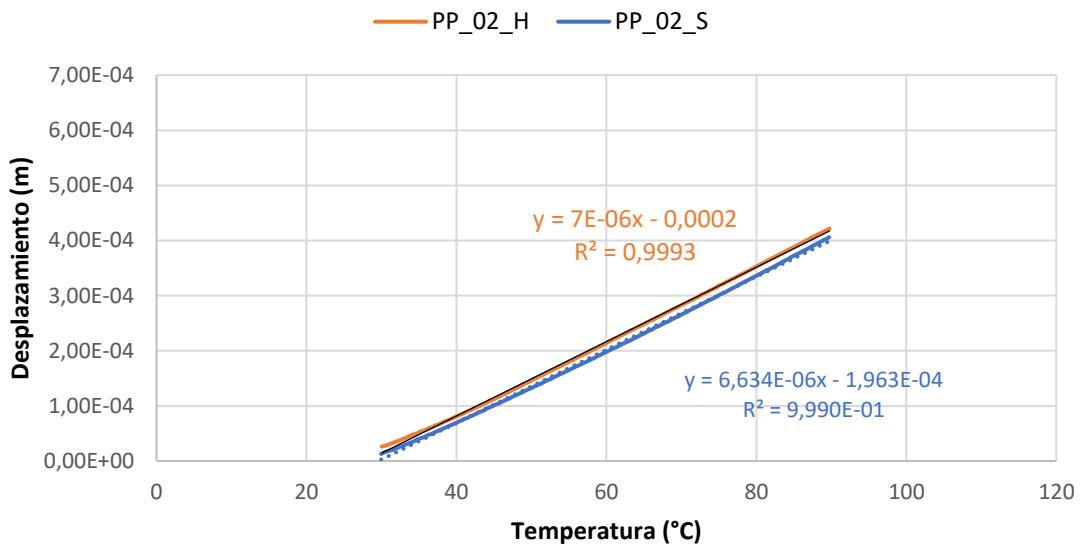


Ilustración 26. Evolución del desplazamiento frente a la temperatura, en condiciones húmedas (H) y secas (S) para la muestra PP_02 determinado con el DMA.

PP_03

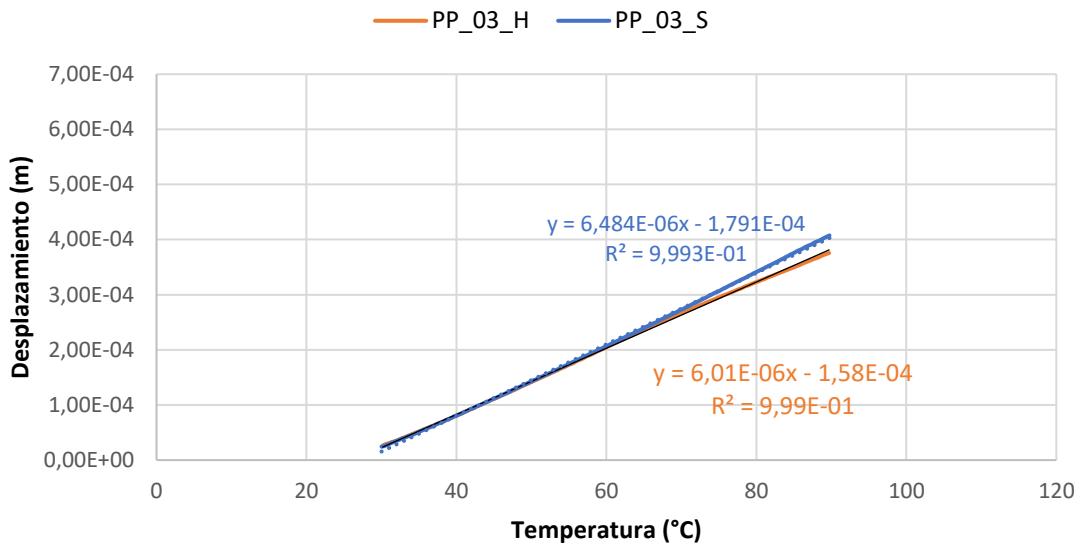


Ilustración 27. Evolución del desplazamiento frente a la temperatura, en condiciones húmedas (H) y secas (S) para la muestra PP_03 determinado con el DMA.

PA_01

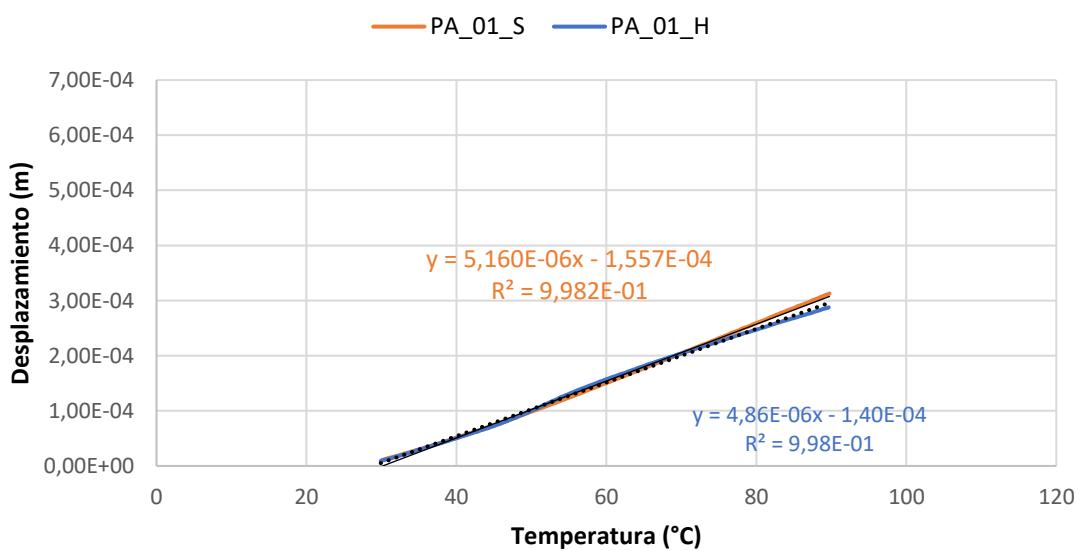


Ilustración 28. Evolución del desplazamiento frente a la temperatura, en condiciones húmedas (H) y secas (S) para la muestra PA_01 determinado con el DMA.

PA_02

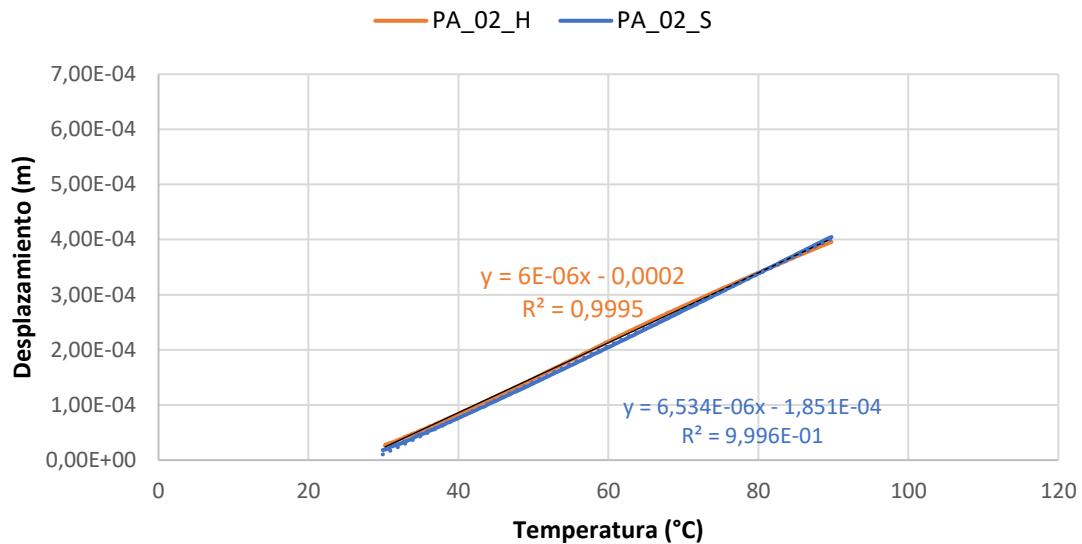


Ilustración 29. Evolución del desplazamiento frente a la temperatura, en condiciones húmedas (H) y secas (S) para la muestra PA_02 determinado con el DMA.

PA_03

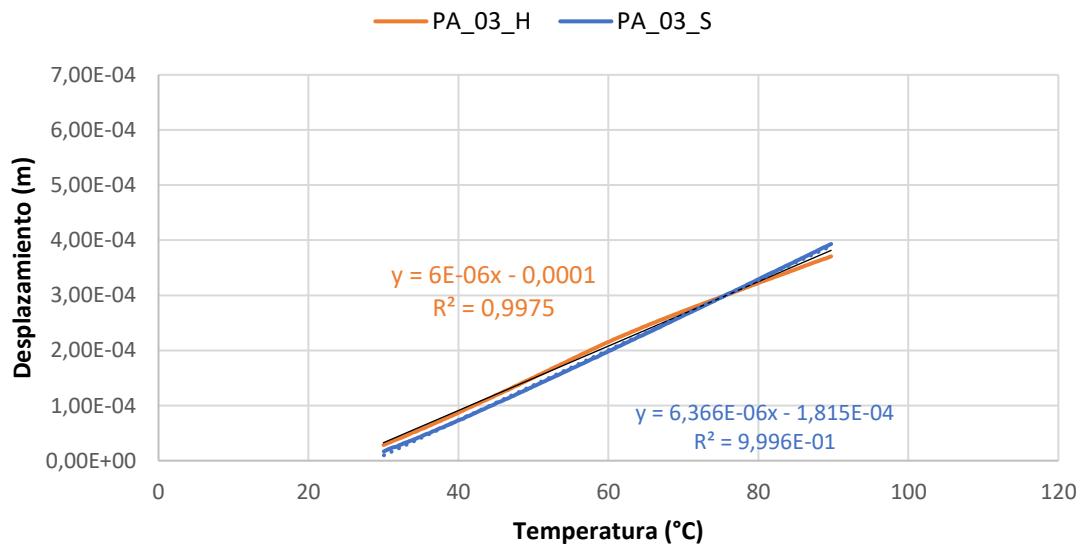


Ilustración 30. Evolución del desplazamiento frente a la temperatura, en condiciones húmedas (H) y secas (S) para la muestra PA_03 determinado con el DMA.

Anexo II. Tablas utilizadas para la realización de los cálculos de determinación del CTE utilizando la cámara de alta velocidad.

Tabla 11. Determinación del DL de cada uno de los puntos del EPDM_01								
Punto	Posición	Coord. X	Coord. Y	Desp x	desp y	Dif x (pixel)	Dif y (pixel)	DL (pixel)
1	Inicial	313	158	-1	5	1	7	7,07
	Final	314	153					
2	Inicial	323	589	-2	-2	7	0	7,00
	Final	325	591					
3	Inicial	83	360	3	2	7	0	7,00
	Final	80	358					
4	Inicial	559	366	-4	2	7	0	7,00
	Final	563	364					
5	Inicial	121	233	2	3	5	3	5,83
	Final	119	230					
6	Inicial	510	488	-3	0	5	3	5,83
	Final	513	488					
7	Inicial	433	158	-2	5	-4	5	6,40
	Final	435	153					
8	Inicial	152	544	2	0	-4	5	6,40
	Final	150	544					

Tabla 12. Cálculo de la distancia inicial entre los puntos EPDM_01					
Punto	Coord. X	Coord. Y	Distancia entre puntos en x	Distancia entre puntos en y	L_0
1	313	158	-10	-431	431,12
2	323	589	-476	-6	476,04
3	83	360			
4	559	366	-389	-255	465,13
5	121	233			
6	510	488	281	-386	477,45
7	433	158			
8	152	544			

Tabla 13. Cálculo del CTE del EPDM_01				
Línea	DL (pixel)	L_0	CTE	CTE promedio
1	7,07	431,12	196,88	171,21
2	7,00	476,04	176,51	
3	5,83	465,13	150,48	
4	6,40	477,45	160,98	

Tabla 14. Determinación del DL de cada uno de los puntos del EPDM_02

Punto	Posición	Coord. X	Coord. Y	Desp x	desp y	Dif x (pixel)	Dif y (pixel)	DL (pixel)
1	Inicial	313	158	-1	6	-1	8	8,06
	Final	314	153					
2	Inicial	323	589	0	-2	6	-1	6,08
	Final	325	591					
3	Inicial	83	360	2	2	6	-1	6,08
	Final	80	358					
4	Inicial	559	366	-4	3	-6	7	9,22
	Final	563	364					
5	Inicial	121	233	-3	6	-6	7	9,22
	Final	119	230					
6	Inicial	510	488	3	-1	6	5	7,81
	Final	513	488					
7	Inicial	433	158	2	5	6	5	7,81
	Final	435	153					
8	Inicial	152	544	-4	0	-4	0	7,81
	Final	150	544					

Tabla 15. Cálculo de la distancia inicial entre los puntos EPDM_02

Punto	Coord. X	Coord. Y	Distancia entre puntos en x	Distancia entre puntos en y	L_0
1	313	158	-21,00	-519,00	519,42
2	323	589			
3	83	360	-517,00	-5,00	517,02
4	559	366			
5	121	233	352,00	-400,00	532,83
6	510	488			
7	433	158	-418,00	-353,00	547,11
8	152	544			

Tabla 16. Cálculo del CTE del EPDM_02

Línea	DL (pixel)	L_0	CTE	CTE promedio
1	8,06	519,42	186,44	176,77
2	6,08	517,02	141,32	
3	9,22	532,83	207,84	
4	7,81	547,11	171,48	

Tabla 17. Determinación del DL de cada uno de los puntos del EPDM_03

Punto	Posición	Coord. X	Coord. Y	Desp x	desp y	Dif x (pixel)	Dif y (pixel)	DL (pixel)
1	Inicial	313	158	-3	1	-2	10	10,20
	Final	314	153					
2	Inicial	323	589	-1	-9	6	0	6,00
	Final	325	591					
3	Inicial	83	360	1	-4	-5	6	7,81
	Final	80	358					
4	Inicial	559	366	-5	-4	3	7	7,62
	Final	563	364					
5	Inicial	121	233	-4	-1	-5	6	7,81
	Final	119	230					
6	Inicial	510	488	1	-7	3	7	7,62
	Final	513	488					
7	Inicial	433	158	-1	-1	-419,00	-400,00	576,39
	Final	435	153					
8	Inicial	152	544	-4	-8	375,00	23,00	573,46
	Final	150	544					

Tabla 18. Cálculo de la distancia inicial entre los puntos EPDM_03

Punto	Coord. X	Coord. Y	Distancia entre puntos en x	Distancia entre puntos en y	L_0
1	313	158	14,00	-548,00	548,18
2	323	589			
3	83	360	-573,00	23,00	573,46
4	559	366			
5	121	233	375,00	-419,00	562,30
6	510	488			
7	433	158	-415,00	-400,00	576,39
8	152	544			

Tabla 19. Cálculo del CTE del EPDM_03

Línea	DL (pixel)	L_0	CTE	CTE promedio
1	10,20	548,18	219,33	165,55
2	6,00	573,46	123,35	
3	7,81	562,30	163,76	
4	7,62	576,39	155,78	

Tabla 20. Determinación del DL de cada uno de los puntos del PP_01								
Punto	Posición	Coord. X	Coord. Y	Desp x	desp y	Dif x (pixel)	Dif y (pixel)	DL (pixel)
1	Inicial	313	158	0	4	-1	4	4,12
	Final	314	153					
2	Inicial	323	589	1	0	4	2	4,47
	Final	325	591					
3	Inicial	83	360	3	3	4	2	4,47
	Final	80	358					
4	Inicial	559	366	-1	1	-4	-1	4,12
	Final	563	364					
5	Inicial	121	233	-1	2	2	4	4,47
	Final	119	230					
6	Inicial	510	488	3	3	-4	-1	4,12
	Final	513	488					
7	Inicial	433	158	1	4	2	4	4,47
	Final	435	153					
8	Inicial	152	544	-1	0	2	4	4,47
	Final	150	544					

Tabla 21. Cálculo de la distancia inicial entre los puntos PP_01					
Punto	Coord. X	Coord. Y	Distancia entre puntos en x	Distancia entre puntos en y	L_0
1	313	158	-74,00	-519,00	524,25
2	323	589	-482,00	-45,00	484,10
3	83	360	338,00	-256,00	424,00
4	559	366	-376,00	-316,00	491,15

Tabla 22. Cálculo del CTE del PP_01				
Línea	DL (pixel)	L_0	CTE	CTE promedio
1	4,12	524,25	95,45	
2	4,47	484,10	112,11	
3	4,12	424,00	118,01	
4	4,47	491,15	110,50	109,02

Tabla 23. Determinación del DL de cada uno de los puntos del PP_02								
Punto	Posición	Coord. X	Coord. Y	Desp x	desp y	Dif x (pixel)	Dif y (pixel)	DL (pixel)
1	Inicial	313	158	-1	5	1	5	5,10
	Final	314	153					
2	Inicial	323	589	-2	0	3	0	3,00
	Final	325	591					
3	Inicial	83	360	0	3	-3	3	4,24
	Final	80	358					
4	Inicial	559	366	-3	3	-3	4	5,66
	Final	563	364					
5	Inicial	121	233	-3	4	-3	3	5,10
	Final	119	230					
6	Inicial	510	488	0	1	-3	3	3,00
	Final	513	488					
7	Inicial	433	158	0	4	4	4	4,24
	Final	435	153					
8	Inicial	152	544	-4	0	-3	4	5,66
	Final	150	544					

Tabla 24. Cálculo de la distancia inicial entre los puntos PP_02					
Punto	Coord. X	Coord. Y	Distancia entre puntos en x	Distancia entre puntos en y	L_0
1	313	158	-21,00	-536,00	536,41
2	323	589			
3	83	360	-482,00	0,00	482,00
4	559	366			
5	121	233	299,00	-380,00	483,53
6	510	488			
7	433	158	-379,00	-342,00	510,49
8	152	544			

Tabla 25. Cálculo del CTE del PP_02				
Línea	DL (pixel)	L_0	CTE	CTE promedio
1	5,10	536,41	104,24	97,56
2	3,00	482,00	68,25	
3	4,24	483,53	96,22	
4	5,66	510,49	121,52	

Tabla 26. Determinación del DL de cada uno de los puntos del PP_03								
Punto	Posición	Coord. X	Coord. Y	Desp x	desp y	Dif x (pixel)	Dif y (pixel)	DL (pixel)
1	Inicial	313	158	2	1	0	5	5,00
	Final	314	153		-4			
2	Inicial	323	589	2	-4	4	1	4,12
	Final	325	591					
3	Inicial	83	360	4	-1	4	1	4,12
	Final	80	358		-2			
4	Inicial	559	366	0	-2	-3	3	4,24
	Final	563	364					
5	Inicial	121	233	0	0	3	4	5,00
	Final	119	230		-3			
6	Inicial	510	488	3	-3	3	4	5,00
	Final	513	488		-0			
7	Inicial	433	158	3	0	3	4	5,00
	Final	435	153		-1			
8	Inicial	152	544	0	-4	3	4	5,00
	Final	150	544		-1			

Tabla 27. Cálculo de la distancia inicial entre los puntos PP_03					
Punto	Coord. X	Coord. Y	Distancia entre puntos en x	Distancia entre puntos en y	L_0
1	313	158	-4,00	-549,00	549,01
2	323	589			
3	83	360	-531,00	15,00	531,21
4	559	366			
5	121	233	371,00	-405,00	549,24
6	510	488			
7	433	158	-333,00	-447,00	557,40
8	152	544			

Tabla 28. Cálculo del CTE del PP_03				
Línea	DL (pixel)	L_0	CTE	CTE promedio
1	5,00	549,01	102,86	94,77
2	4,12	531,21	87,66	
3	4,24	549,24	87,24	
4	5,00	557,40	101,31	

Tabla 29. Determinación del DL de cada uno de los puntos del PA_01								
Punto	Posición	Coord. X	Coord. Y	Desp x	desp y	Dif x (pixel)	Dif y (pixel)	DL (pixel)
1	Inicial	313	158	1	1	3	2	3,43
	Final	314	153					
2	Inicial	323	589	-2	-1	0	0	0,00
	Final	325	591					
3	Inicial	83	360	0	1	0	0	0,00
	Final	80	358					
4	Inicial	559	366	0	1	2	0	2,00
	Final	563	364					
5	Inicial	121	233	1	1	2	0	2,00
	Final	119	230					
6	Inicial	510	488	-1	1	0	1	1,00
	Final	513	488					
7	Inicial	433	158	0	1	0	1	1,00
	Final	435	153					
8	Inicial	152	544	0	0	0	1	1,00
	Final	150	544					

Tabla 30. Cálculo de la distancia inicial entre los puntos PA_01					
Punto	Coord. X	Coord. Y	Distancia entre puntos en x	Distancia entre puntos en y	L_0
1	313	158	-51,00	-521,00	523,49
2	323	589			
3	83	360	-546,00	76,00	551,26
4	559	366			
5	121	233	-469,00	-206,00	512,25
6	510	488			
7	433	158	328,00	-382,00	503,50
8	152	544			

Tabla 31. Cálculo del CTE del PA_01				
Línea	DL (pixel)	L_0	CTE	CTE promedio
1	3,43	523,49	92,08	43,70
2	0,00	551,26	0,00	
3	2,00	512,25	54,84	
4	1,00	503,50	27,89	

Tabla 32. Determinación del DL de cada uno de los puntos del PA_02								
Punto	Posición	Coord. X	Coord. Y	Desp x	desp y	Dif x (pixel)	Dif y (pixel)	DL (pixel)
1	Inicial	313	158	4	-2	0	1	1,00
	Final	314	153					
2	Inicial	323	589	4	-3	0	1	1,00
	Final	325	591					
3	Inicial	83	360	3	-2	0	1	1,00
	Final	80	358					
4	Inicial	559	366	3	-3	1	1	1,00
	Final	563	364					
5	Inicial	121	233	4	-2	1	1	1,41
	Final	119	230					
6	Inicial	510	488	3	-3	0	1	1,00
	Final	513	488					
7	Inicial	433	158	3	-2	0	1	1,00
	Final	435	153					
8	Inicial	152	544	3	-3	0	1	1,00
	Final	150	544					

Tabla 33. Cálculo de la distancia inicial entre los puntos PA_02					
Punto	Coord. X	Coord. Y	Distancia entre puntos en x	Distancia entre puntos en y	L_0
1	313	158	-15,00	-537,00	537,21
2	323	589			
3	83	360	-563,00	-10,00	563,09
4	559	366			
5	121	233	-301,00	-392,00	494,23
6	510	488			
7	433	158	352,00	-340,00	489,39
8	152	544			

Tabla 34. Cálculo del CTE del PA_02				
Línea	DL (pixel)	L_0	CTE	CTE promedio
1	1,00	537,21	29,54	33,89
2	1,00	563,09	28,18	
3	1,41	494,23	45,41	
4	1,00	489,39	32,42	

Tabla 35. Determinación del DL de cada uno de los puntos del PA_03								
Punto	Posición	Coord. X	Coord. Y	Desp x	desp y	Dif x (pixel)	Dif y (pixel)	DL (pixel)
1	Inicial	313	158	-1	2	0	2	2,00
	Final	314	153					
2	Inicial	323	589	-1	0	0	0	0,00
	Final	325	591					
3	Inicial	83	360	-1	1	0	0	0,00
	Final	80	358					
4	Inicial	559	366	-1	1	0	0	0,00
	Final	563	364					
5	Inicial	121	233	-1	2	0	2	2,00
	Final	119	230					
6	Inicial	510	488	-1	0	0	2	2,00
	Final	513	488					
7	Inicial	433	158	-1	1	0	0	0,00
	Final	435	153					
8	Inicial	152	544	-1	1	0	0	0,00
	Final	150	544					

Tabla 36. Cálculo de la distancia inicial entre los puntos PA_03					
Punto	Coord. X	Coord. Y	Distancia entre puntos en x	Distancia entre puntos en y	L_0
1	313	158	-15,00	-512,00	512,22
2	323	589			
3	83	360	-572,00	-10,00	572,09
4	559	366			
5	121	233	-381,00	-330,00	504,04
6	510	488			
7	433	158	417,00	-378,00	562,83
8	152	544			

Tabla 37. Cálculo del CTE del PA_03				
Línea	DL (pixel)	L_0	CTE	CTE promedio
1	2,00	512,22	42,91	21,63
2	0,00	572,09	0,00	
3	2,00	504,04	43,61	
4	0,00	562,83	0,00	

Tabla 38. Resumen CTE determinado con la cámara de alta velocidad.

Material	Probeta	Línea	CTE	Promedio	S	CV (%)
EPDM	EPDM_01	1	1,97E-04	1,71E-04	2,79E-05	1,63E+01
		2	1,77E-04			
		3	1,50E-04			
		4	1,61E-04			
	EPDM_02	1	1,86E-04			
		2	1,41E-04			
		3	2,08E-04			
		4	1,71E-04			
	EPDM_03	1	2,19E-04			
		2	1,23E-04			
		3	1,64E-04			
		4	1,56E-04			
PP	PP_01	1	9,54E-05	1,00E-04	1,49E-05	1,48E+01
		2	1,12E-04			
		3	1,18E-04			
		4	1,11E-04			
	PP_02	1	1,04E-04			
		2	6,83E-05			
		3	9,62E-05			
		4	1,22E-04			
	PP_03	1	1,03E-04			
		2	8,77E-05			
		3	8,72E-05			
		4	1,01E-04			
PA	PA_01	1	9,21E-05	3,31E-05	2,64E-05	7,98E+01
		2	0,00E+00			
		3	5,48E-05			
		4	2,79E-05			
	PA_02	1	2,95E-05			
		2	2,82E-05			
		3	4,54E-05			
		4	3,24E-05			
	PA_03	1	4,29E-05			
		2	0,00E+00			
		3	4,36E-05			
		4	0,00E+00			

*Anexo III. Gráficas $\Delta L/L_0$ -temperatura de los diferentes materiales
medidos con el DIC 2D.*

EPDM_01

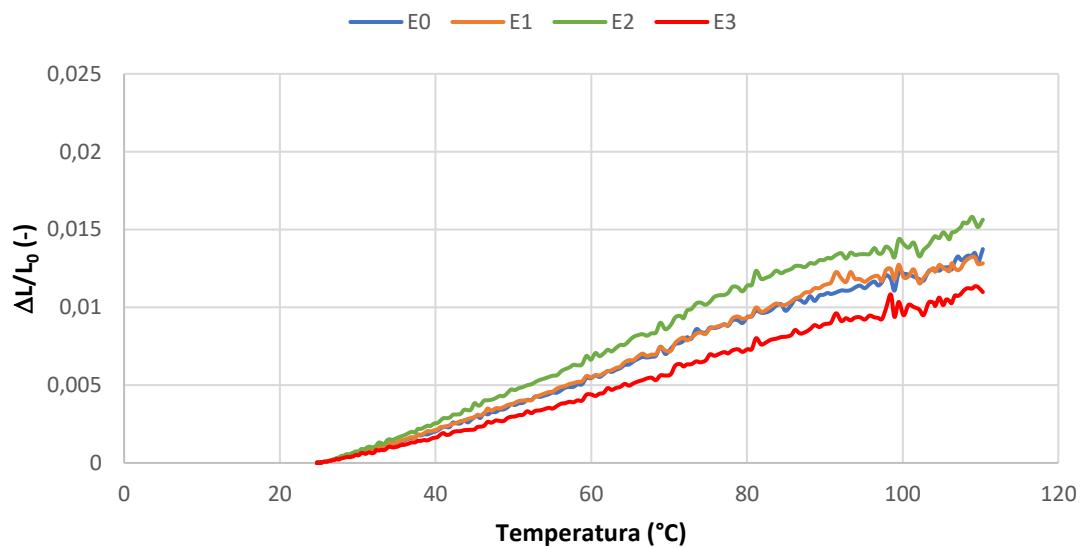


Ilustración 31. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para la muestra EPDM_01 determinado con el DIC 2D.

EPDM_02

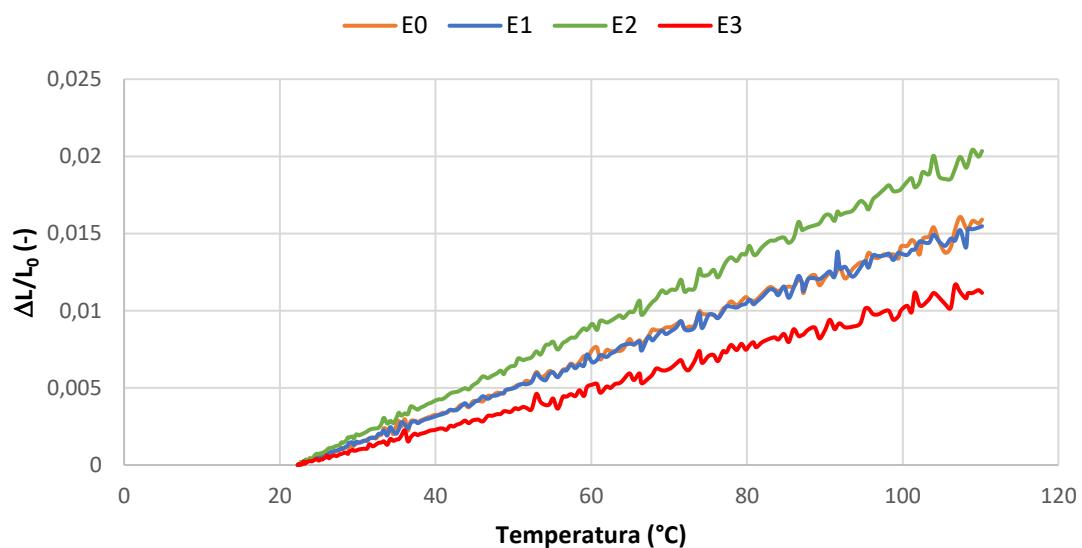


Ilustración 32. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para la muestra EPDM_02 determinado con el DIC 2D.

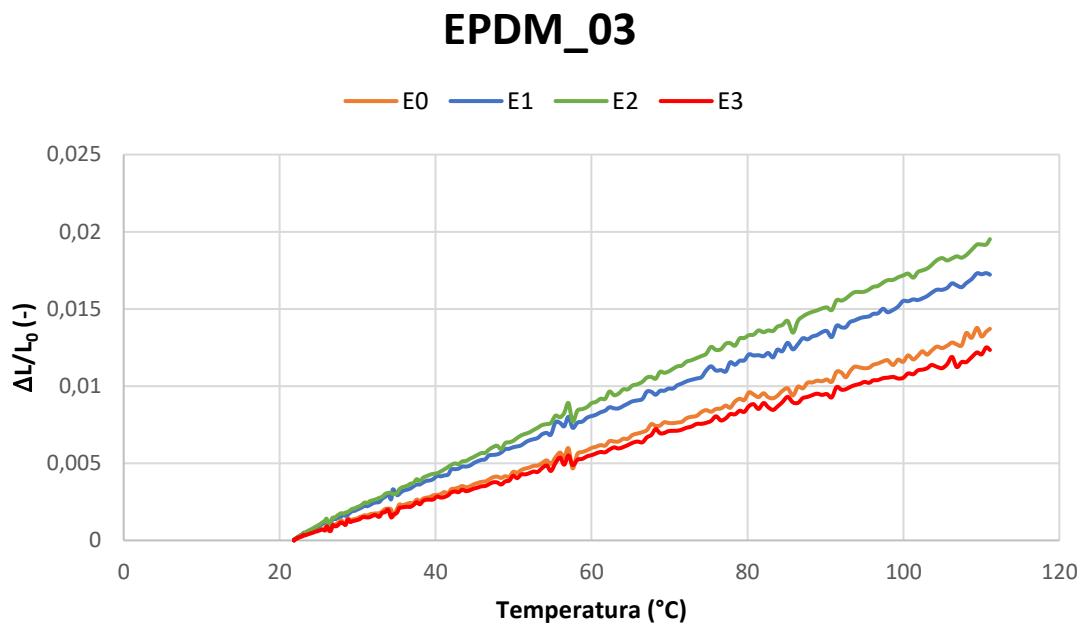


Ilustración 33. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para la muestra EPDM_03 determinado con el DIC 2D.

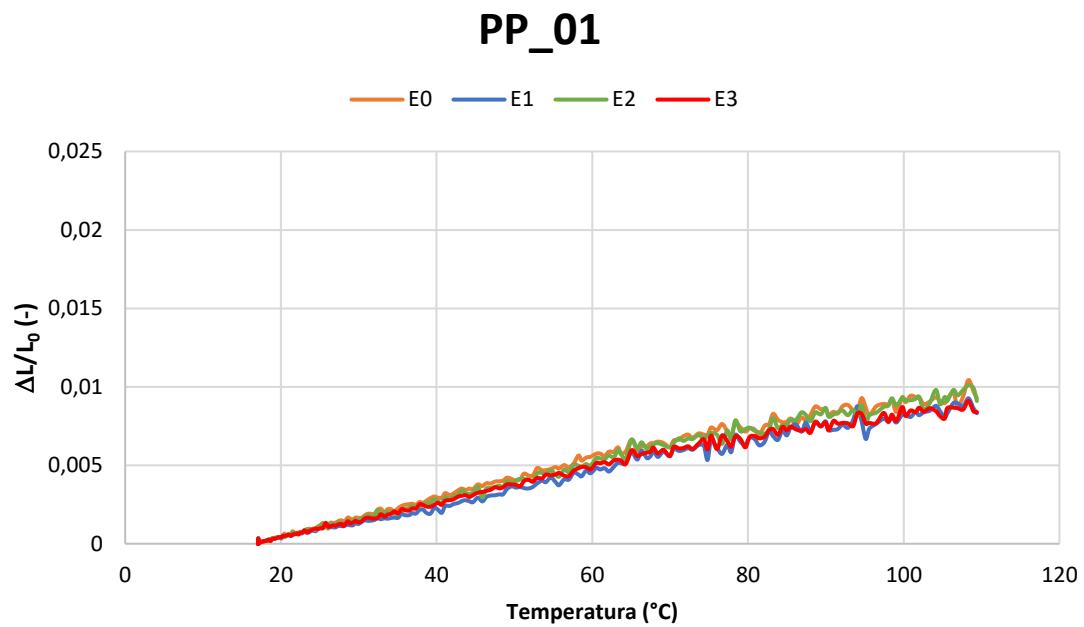


Ilustración 34. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para la muestra PP_01 determinado con el DIC 2D.

PP_02

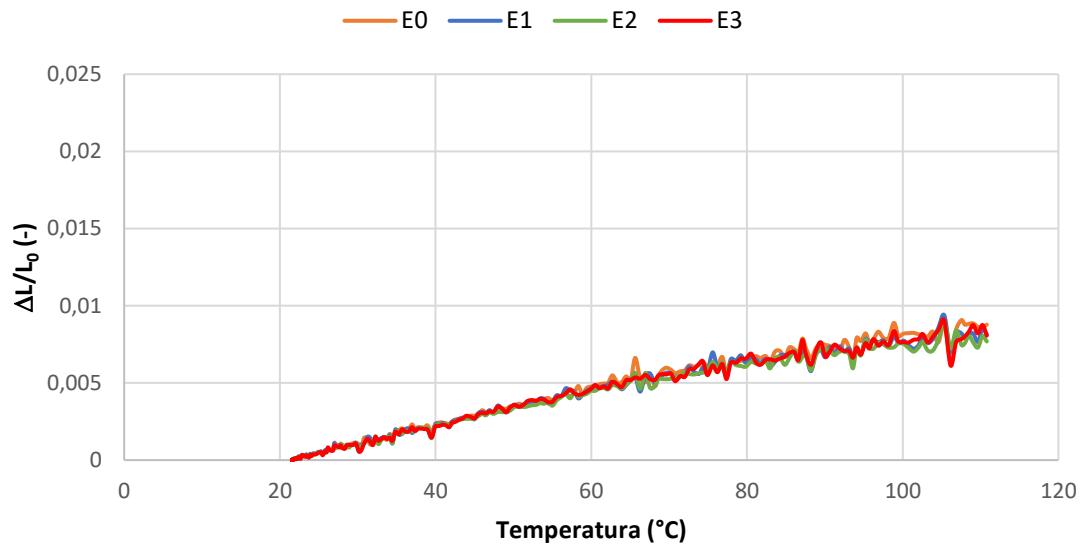


Ilustración 35. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para la muestra PP_02 determinado con el DIC 2D.

PP_03

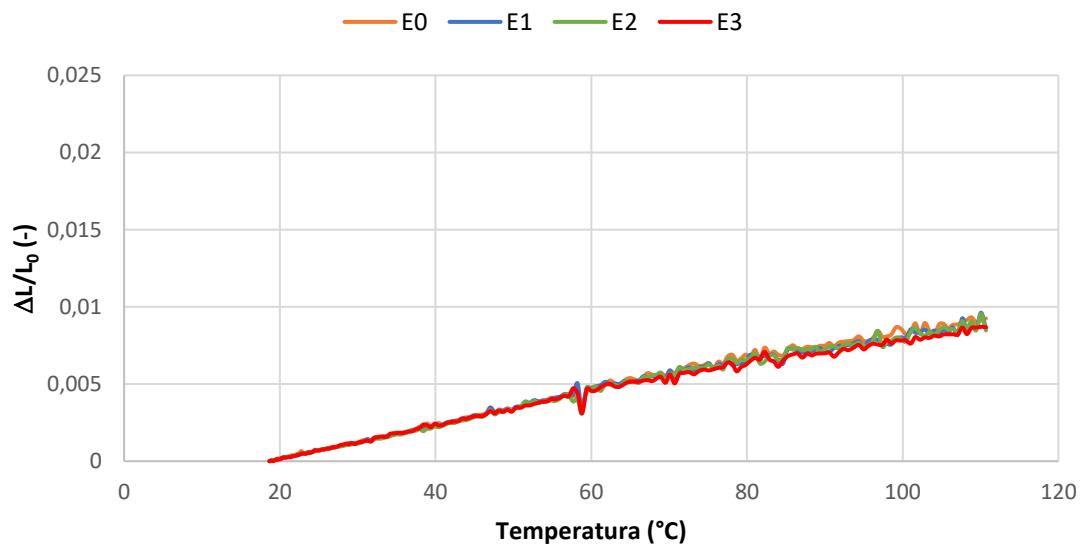


Ilustración 36. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para la muestra PP_03 determinado con el DIC 2D.

PA_01

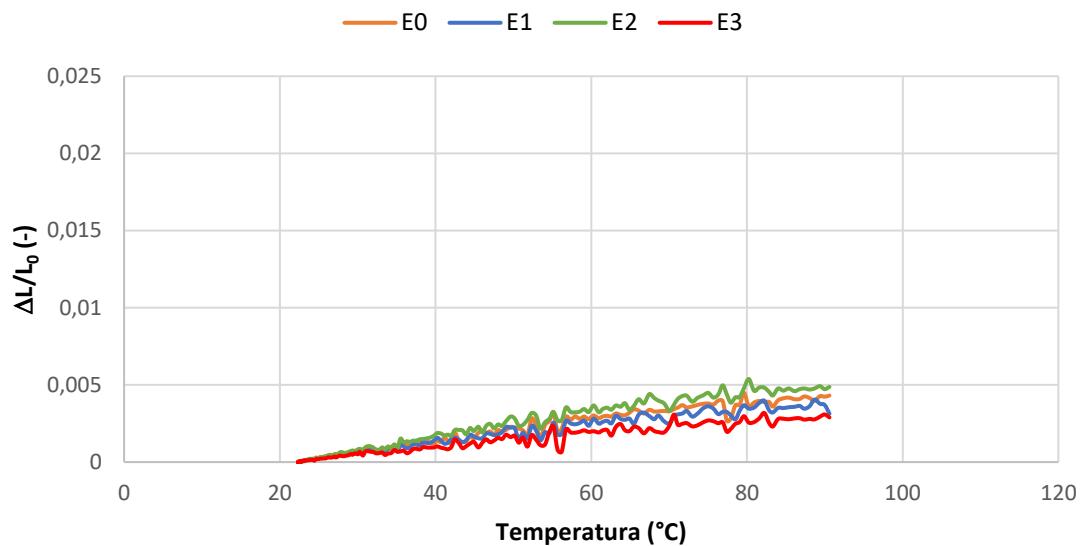


Ilustración 37. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para la muestra PA_01 determinado con el DIC 2D.

PA_02

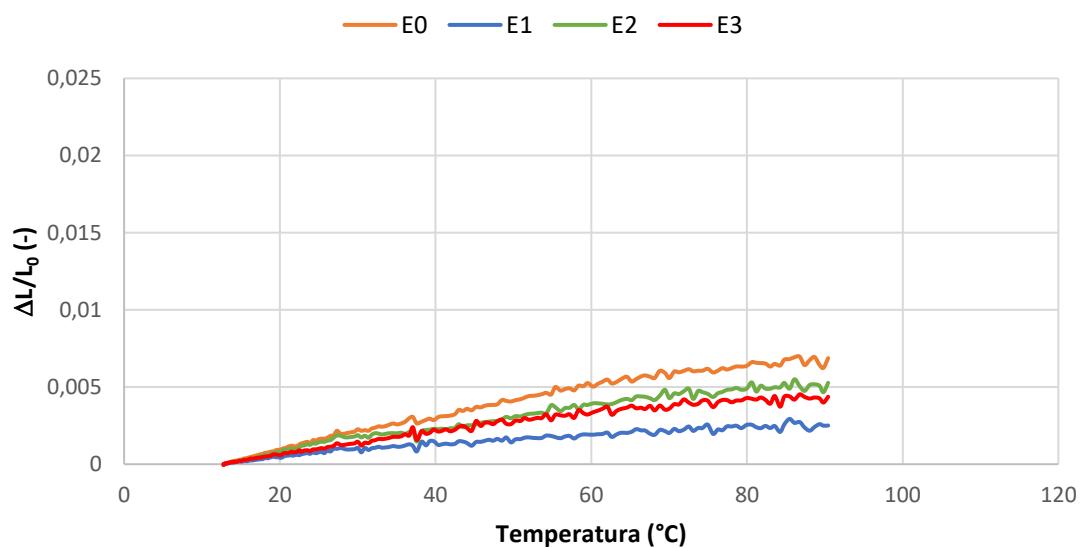


Ilustración 38. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para la muestra PA_02 determinado con el DIC 2D.

PA_03

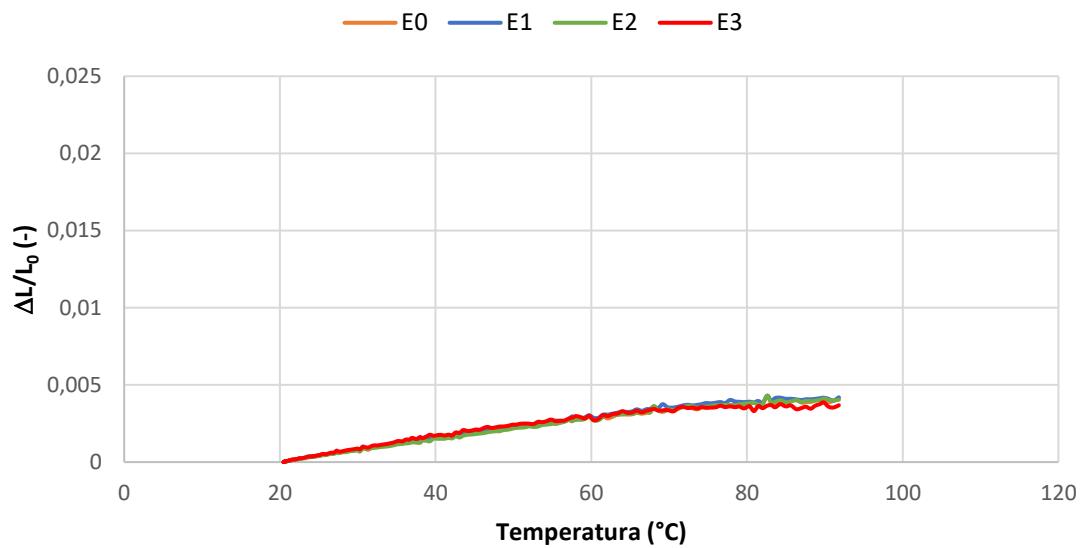


Ilustración 39. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para la muestra PA_03 determinado con el DIC 2D.

*Anexo IV. Tabla resumen de los resultados CTE determinado con el
DIC 2D.*

Tabla 39. Resumen del CTE determinado con el DIC 2D.						
Material	Probeta	Extensómetro	CTE	Promedio	S	CV (%)
EPDM	EPDM_01	1	160,72	$169,97 \cdot 10^{-6}$	$33,46 \cdot 10^{-6}$	19,68
		2	150,02			
		3	182,84			
		4	128,41			
	EPDM_02	1	180,79			
		2	175,91			
		3	231,28			
		4	126,79			
	EPDM_03	1	153,50			
		2	192,77			
		3	218,52			
		4	138,15			
PP	PP_01	1	99,83	$93,63 \cdot 10^{-6}$	$4,56 \cdot 10^{-6}$	4,88
		2	89,48			
		3	97,87			
		4	90,27			
	PP_02	1	98,25			
		2	91,32			
		3	86,07			
		4	90,34			
	PP_03	1	100,45			
		2	93,28			
		3	92,03			
		4	94,31			
PA	PA_01	1	63,12	$53,59 \cdot 10^{-6}$	$16,11 \cdot 10^{-6}$	30,07
		2	45,96			
		3	71,40			
		4	42,43			
	PA_02	1	88,32			
		2	32,21			
		3	67,79			
		4	56,19			
	PA_03	1	45,17			
		2	45,96			
		3	44,22			
		4	40,30			

*Anexo V. Gráficas $\Delta L/L_0$ -temperatura de los diferentes materiales
medidos con el DIC 3D.*

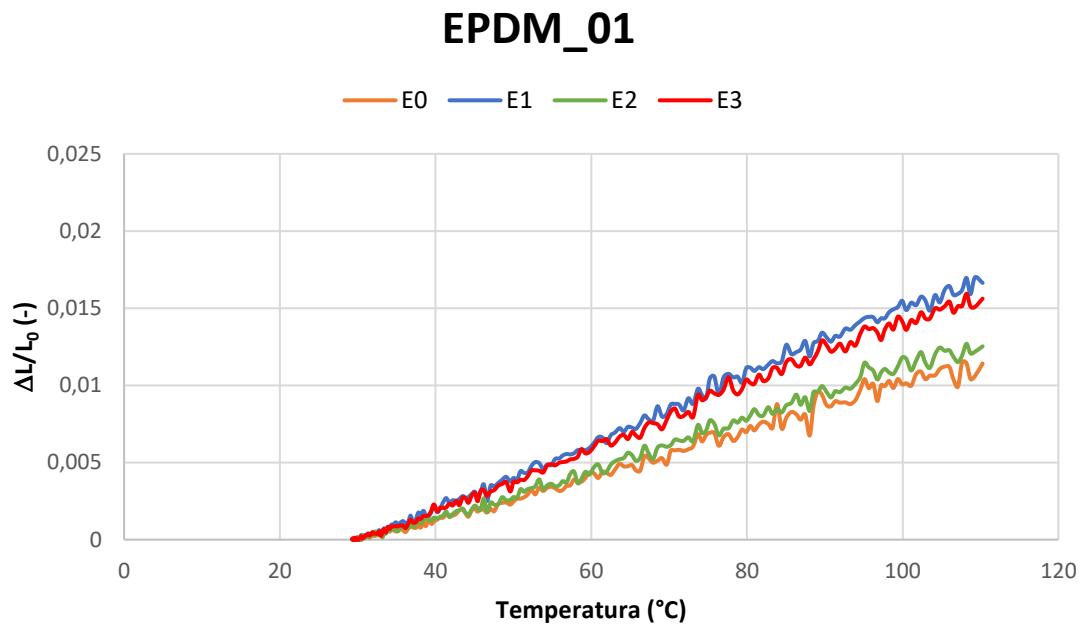


Ilustración 40. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para el EPDM_01 determinado con el DIC 3D.

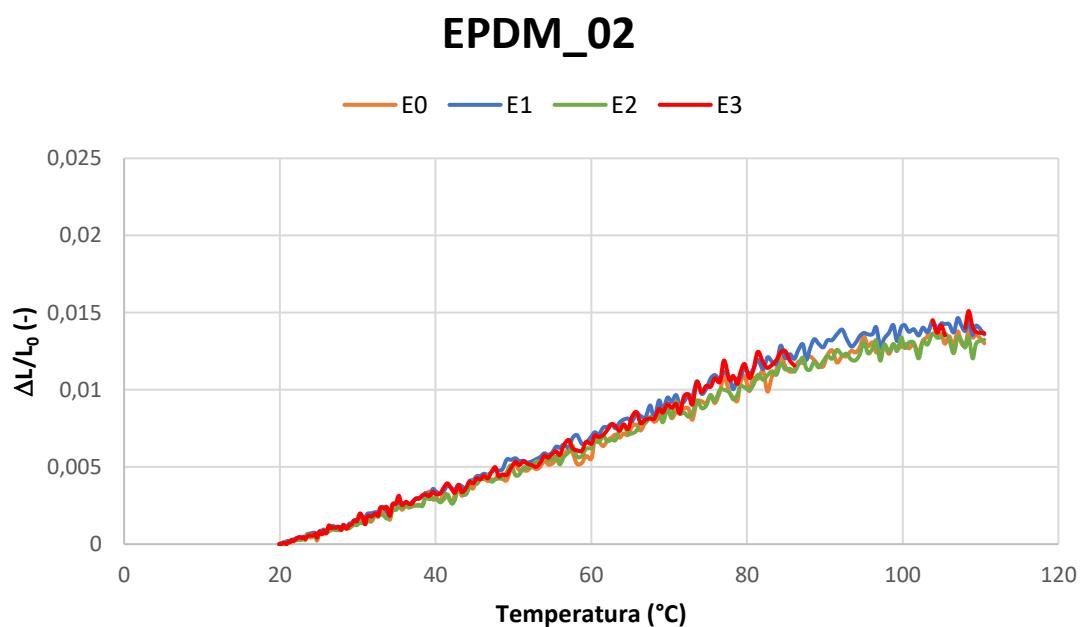


Ilustración 41. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para el EPDM_02 determinado con el DIC 3D.

EPDM_03

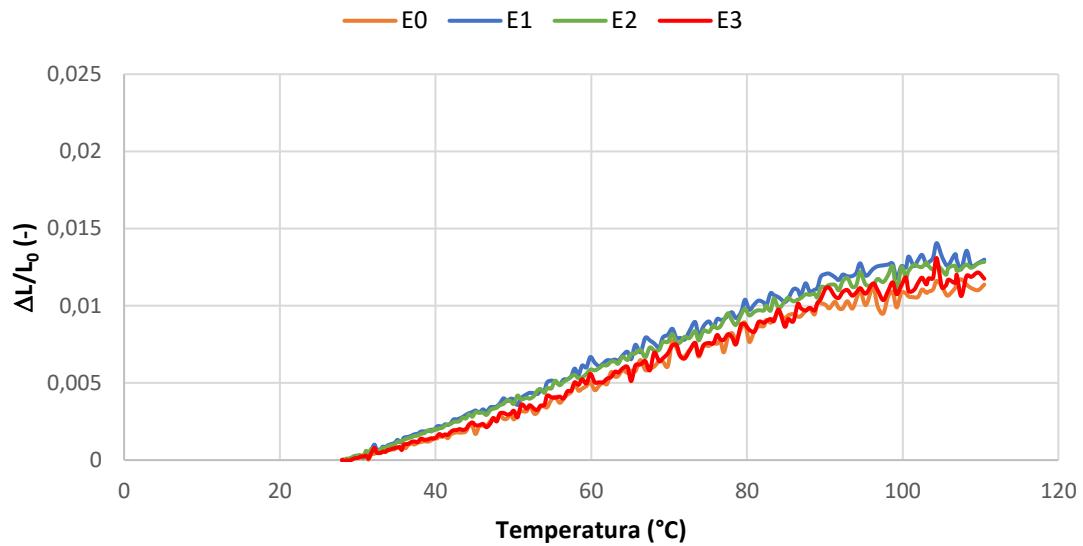


Ilustración 42. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para el EPDM_03 determinado con el DIC 3D.

PP_01

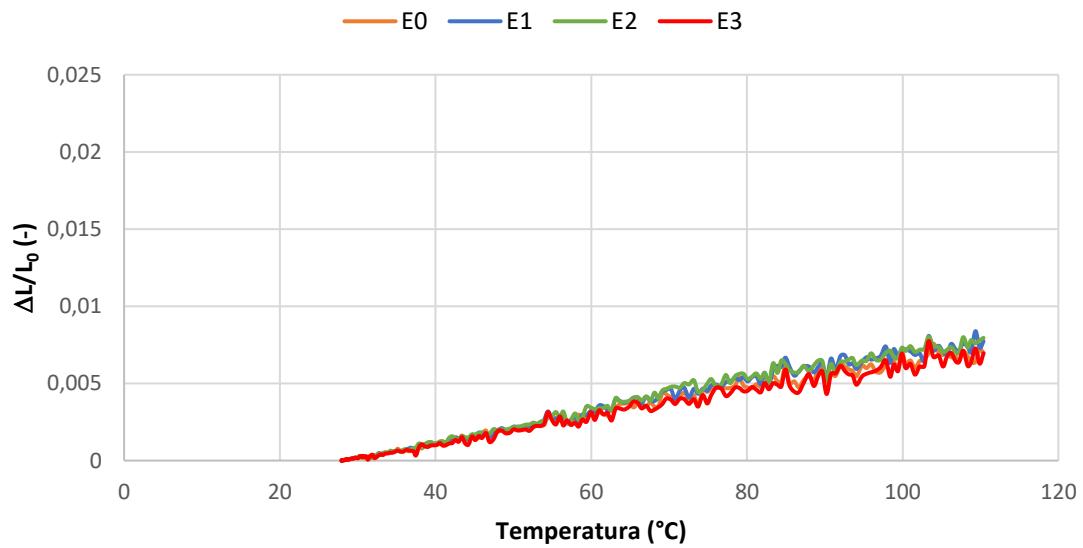


Ilustración 43. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para el PP_01 determinado con el DIC 3D.

PP_02

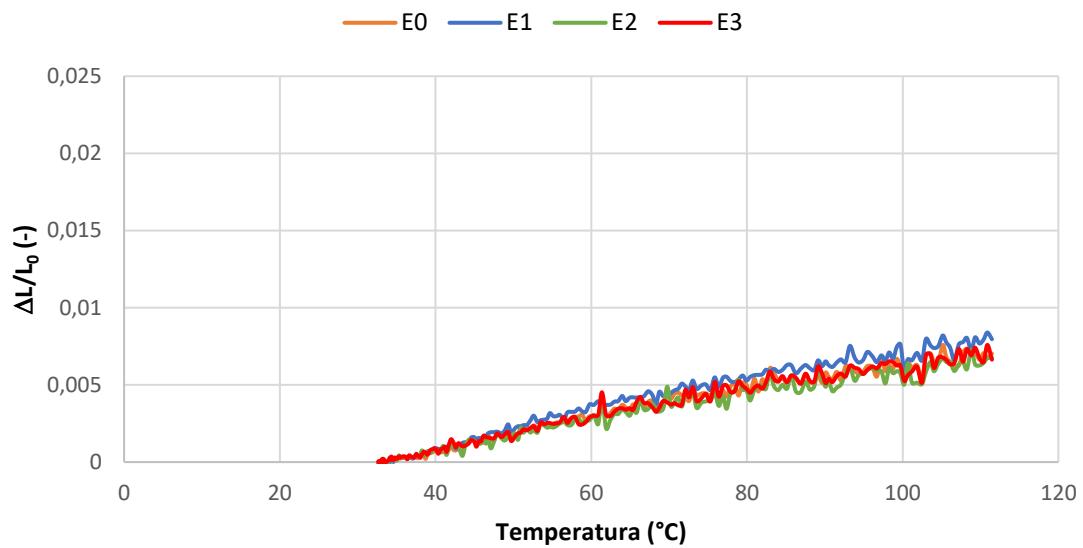


Ilustración 44. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para el PP_02 determinado con el DIC 3D.

PP_03

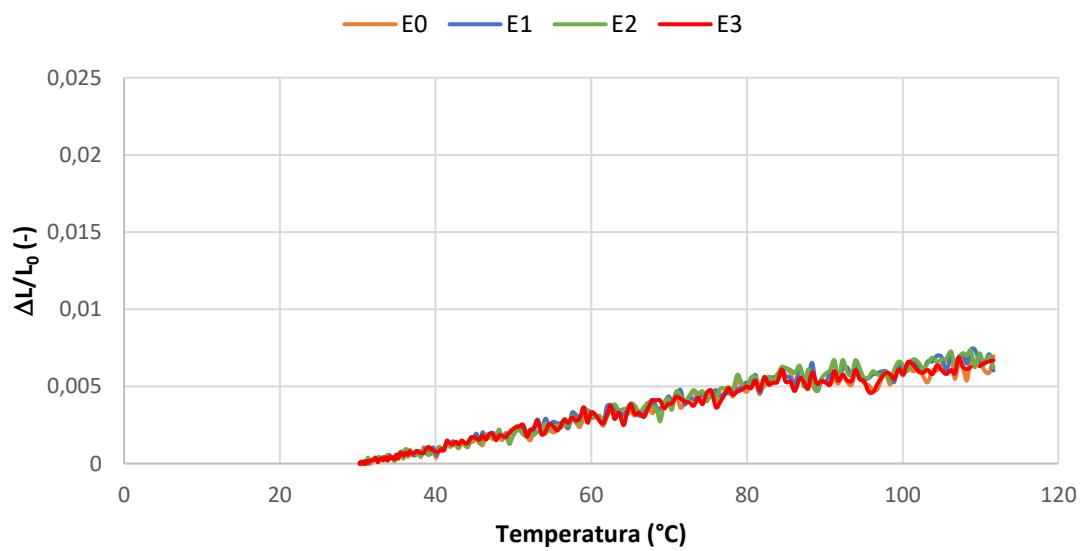


Ilustración 45. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para el PP_03 determinado con el DIC 3D.

PA_01

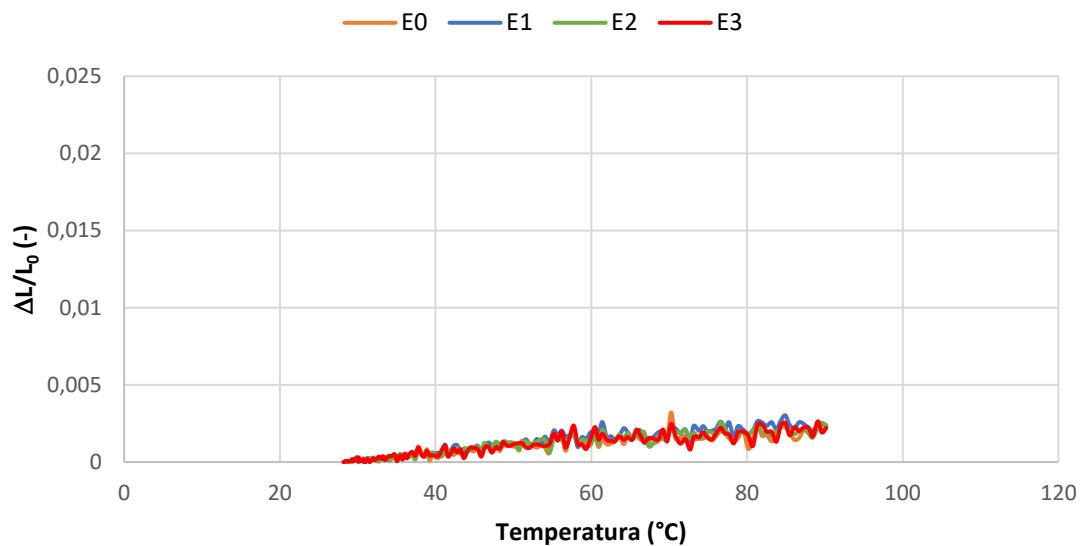


Ilustración 46. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para el PA_01 determinado con el DIC 3D.

PA_02

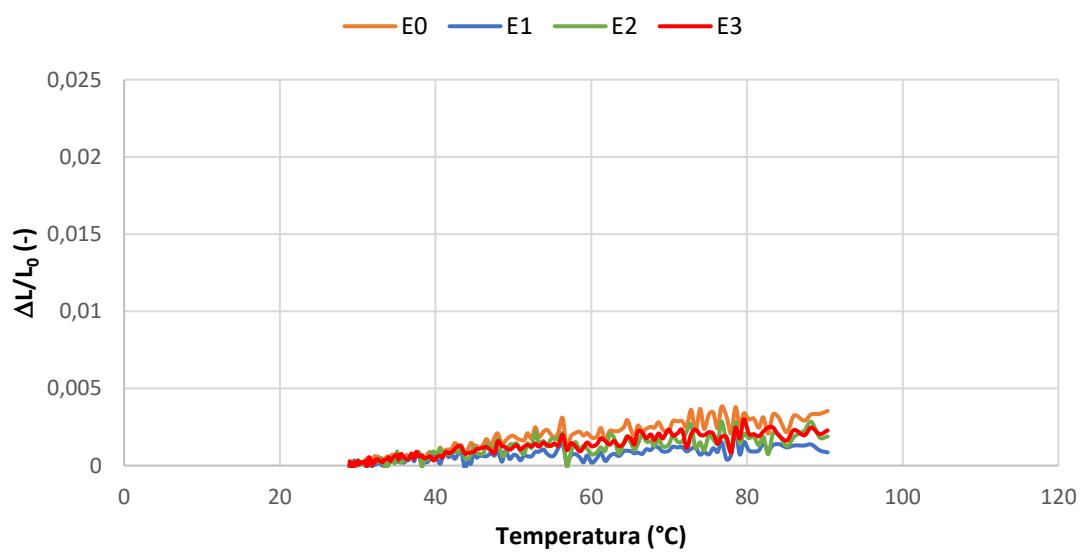


Ilustración 47. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para el PA_02 determinado con el DIC 3D.

PA_03

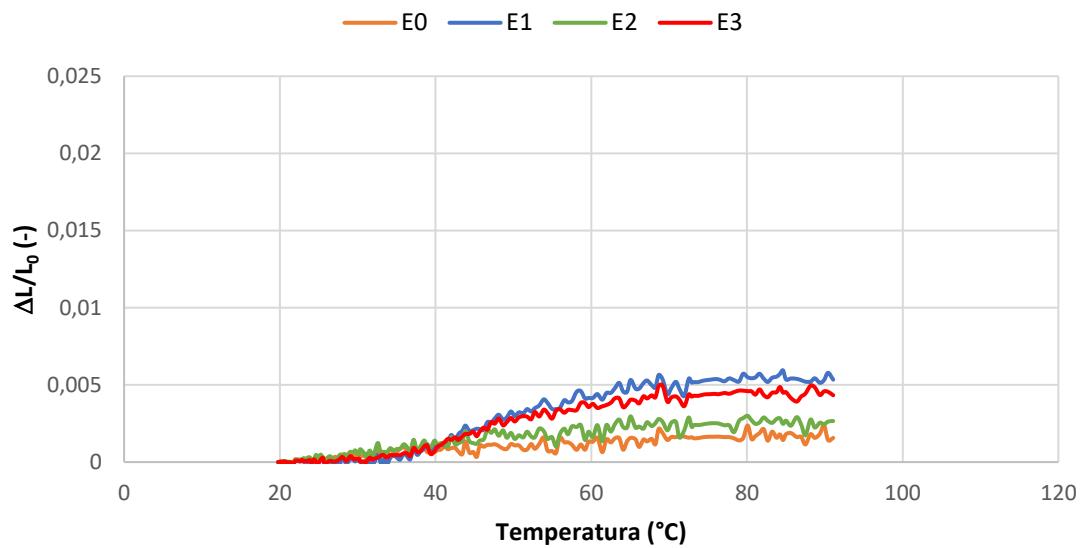


Ilustración 48. Evolución del $\Delta L/L_0$ frente a la temperatura para el PA_03 determinado con el DIC 3D.

Anexo VI. Representación de la forma de las muestras medidas con el DIC 3D al inicio y al final del ensayo.

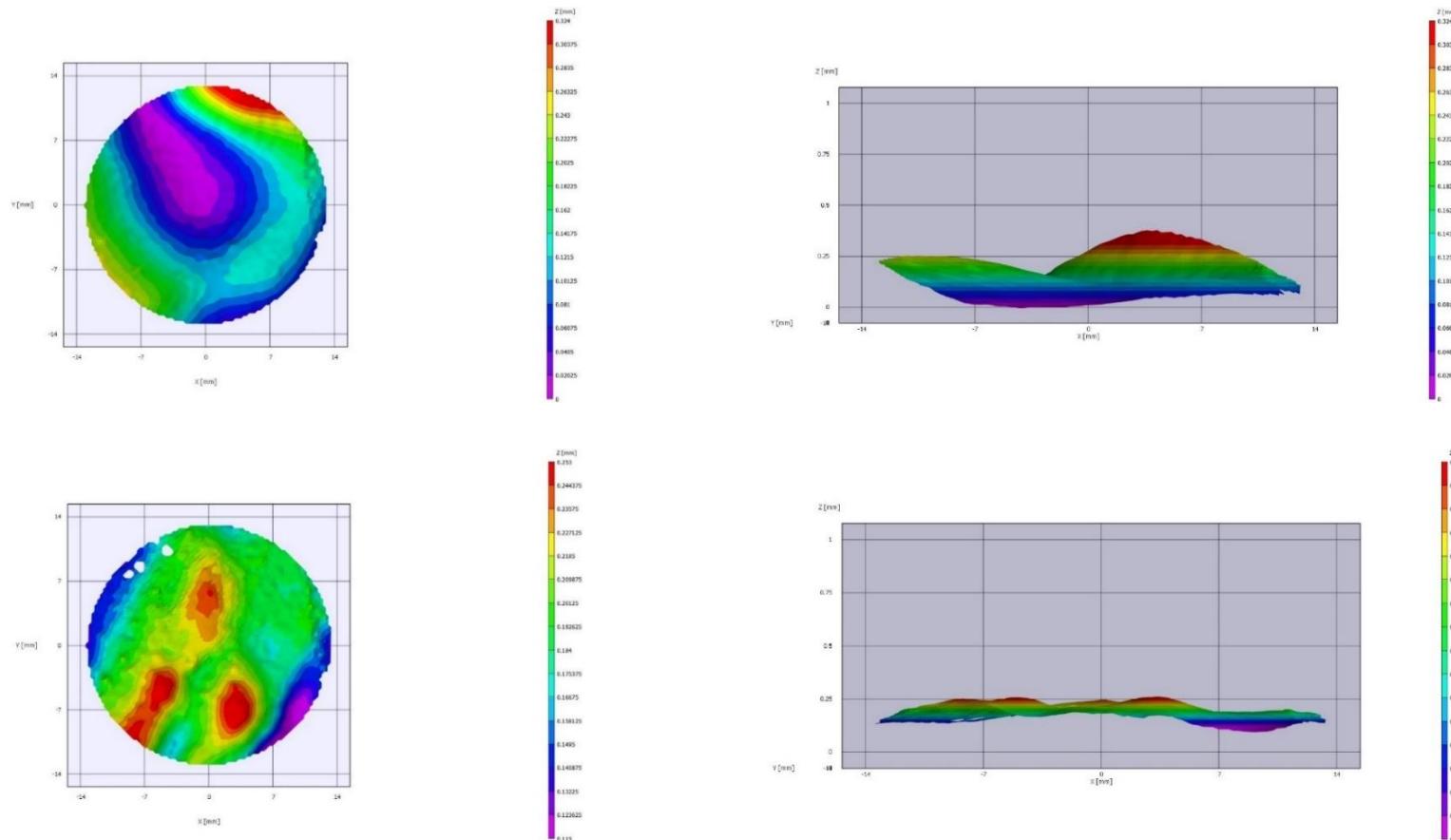


Ilustración 49. Representación de la muestra EPDM_01 en el inicio (arriba) y al final (abajo).

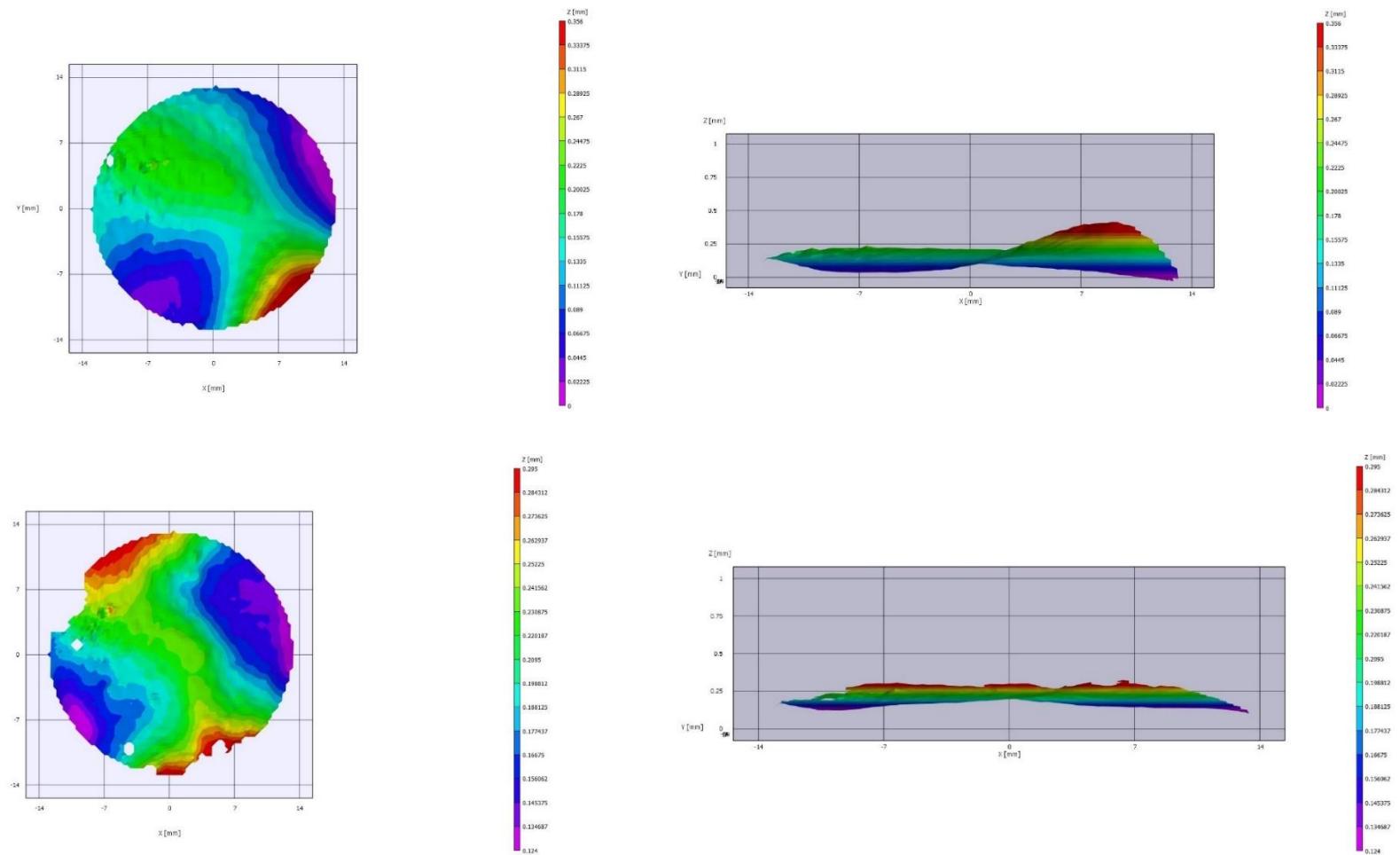


Ilustración 50. Representación de la muestra EPDM_02 en el inicio (arriba) y al final (abajo).

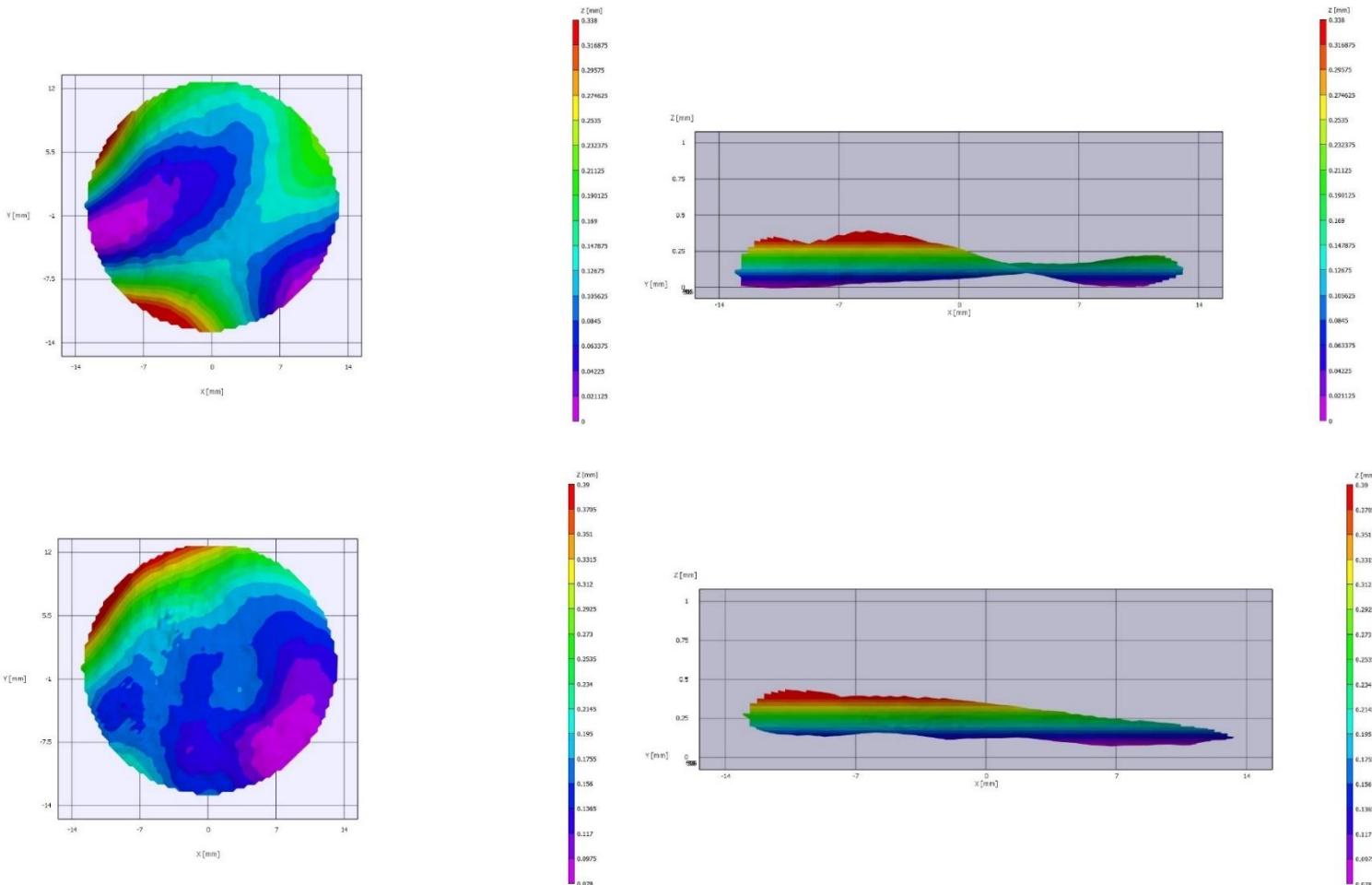


Ilustración 51. Representación de la muestra EPDM_03 en el inicio (arriba) y al final (abajo).

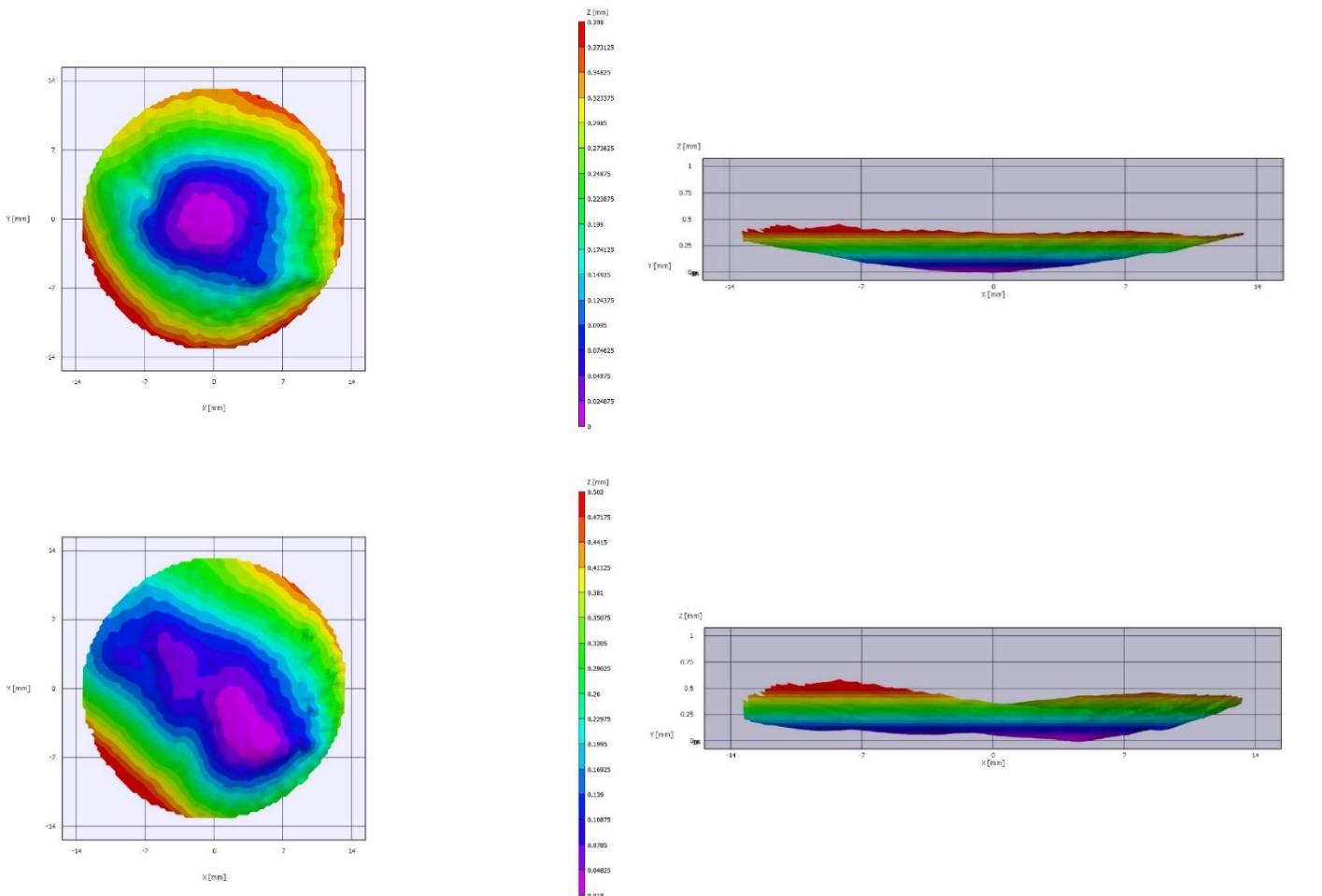


Ilustración 52. Representación de la muestra PA_01 en el inicio (arriba) y al final (abajo).

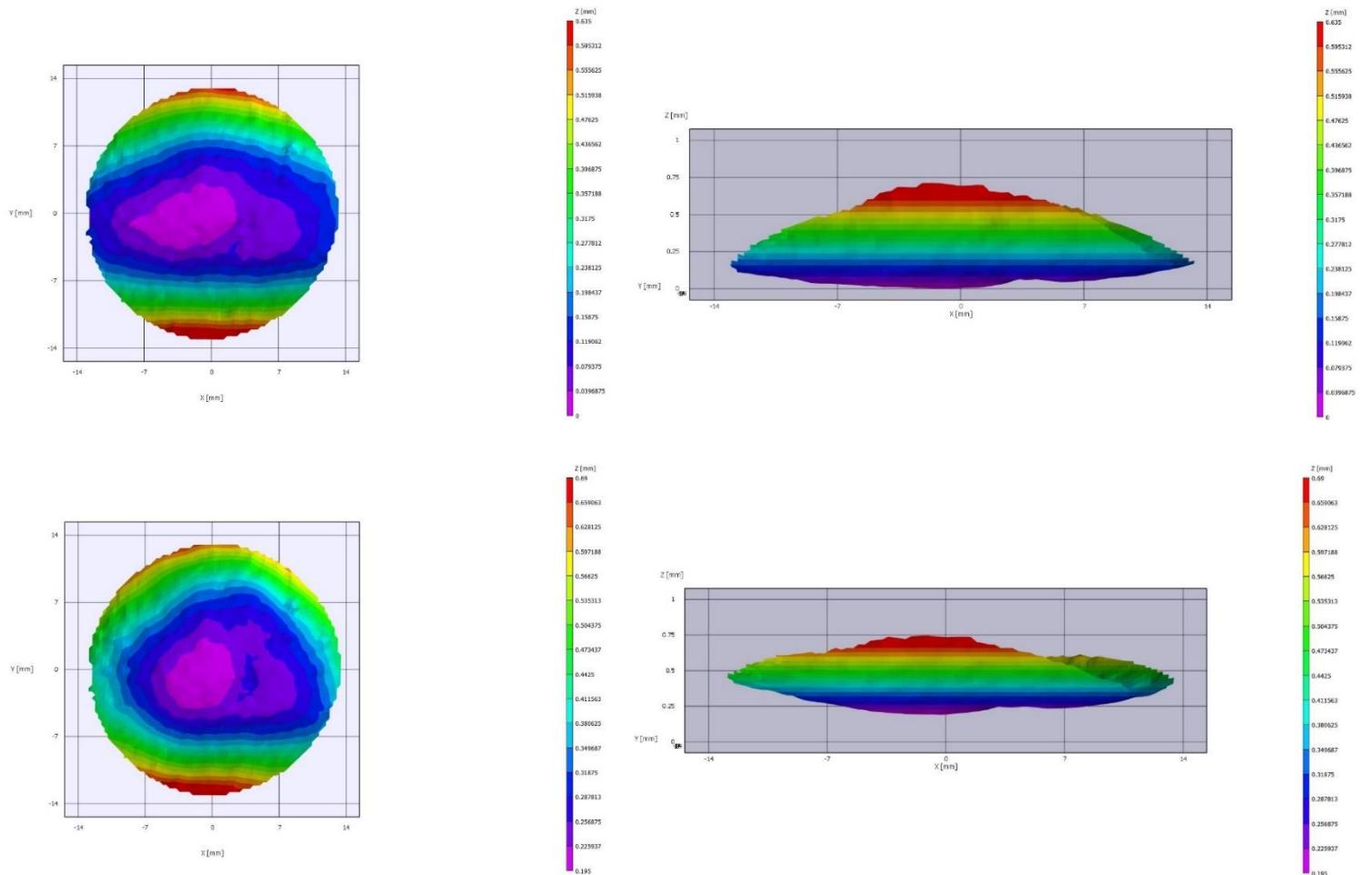


Ilustración 53. Representación de la muestra PA_02 en el inicio (arriba) y al final (abajo).

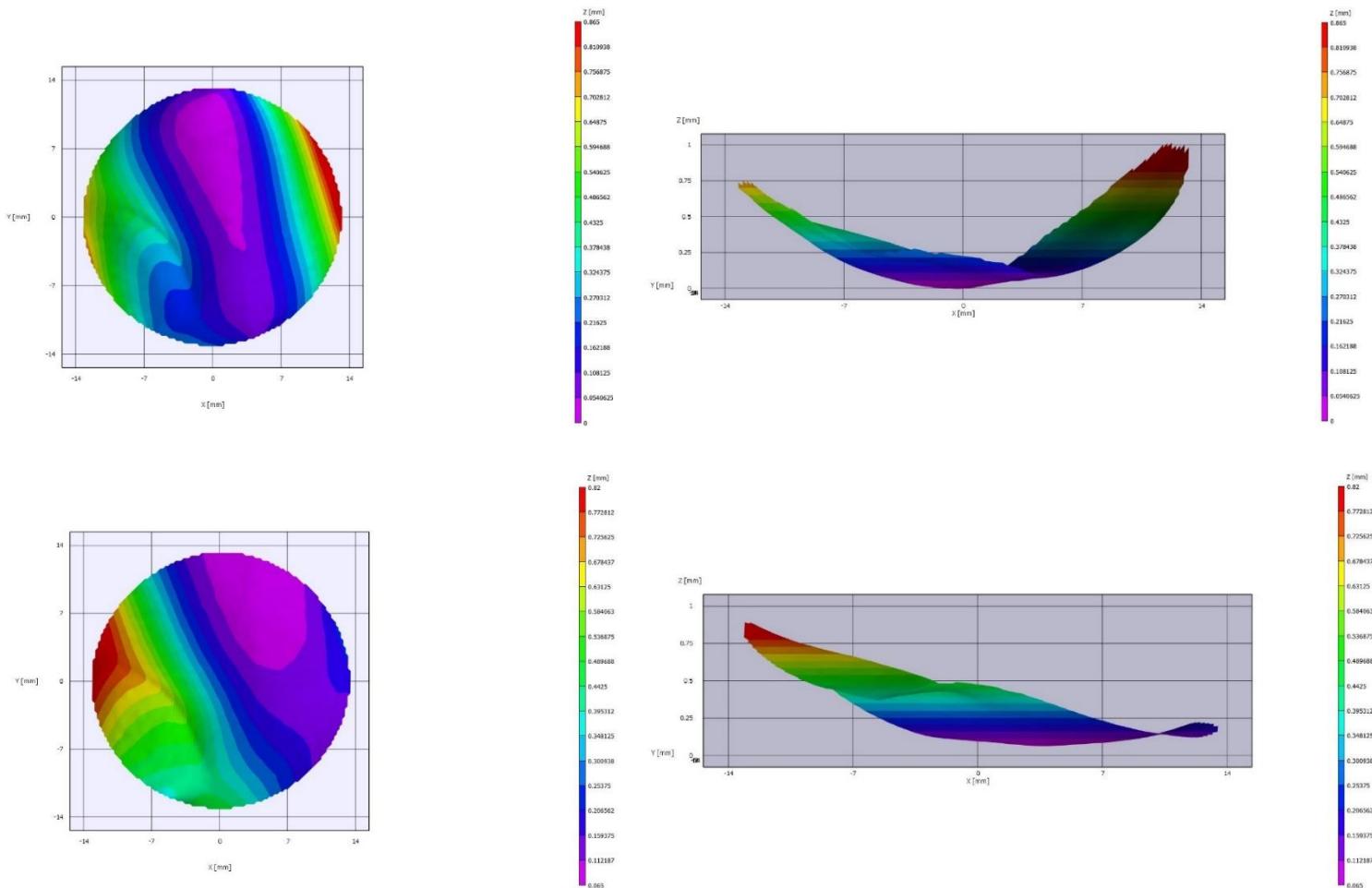


Ilustración 54. Representación de la muestra PA_03 en el inicio (arriba) y al final (abajo).

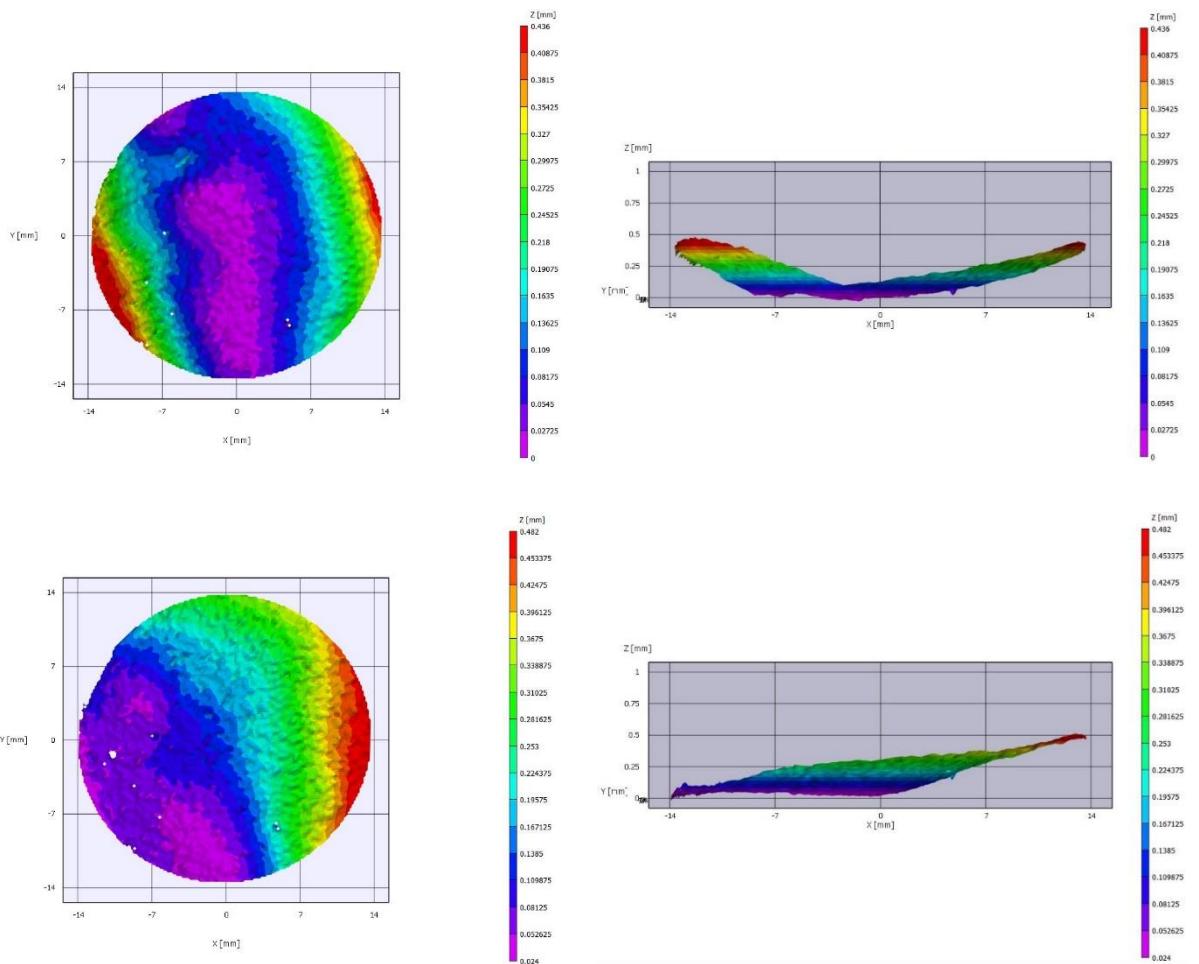


Ilustración 55. Representación de la muestra PP_01 en el inicio (arriba) y al final (abajo).

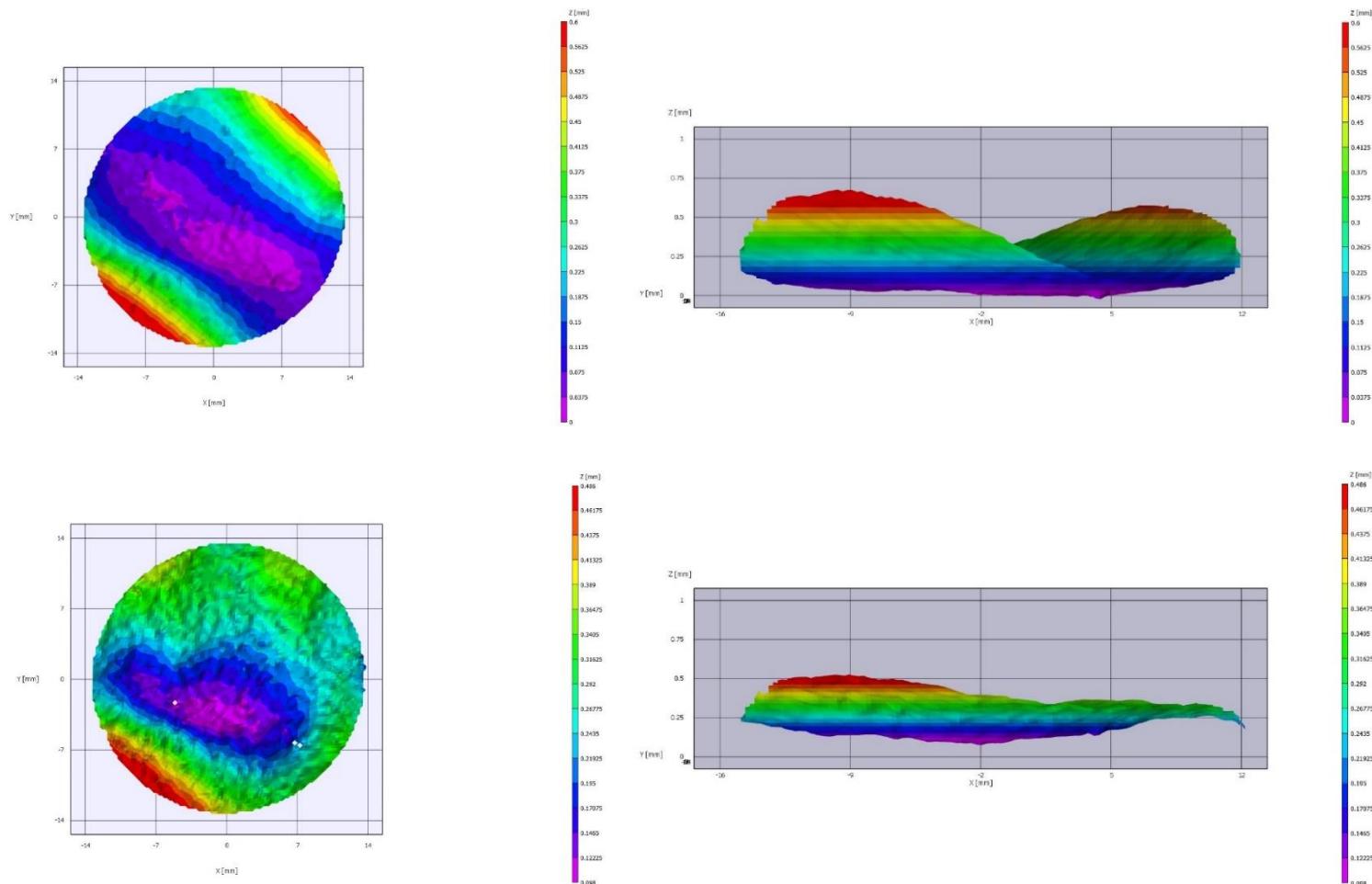


Ilustración 56. Representación de la muestra PP_02 en el inicio (arriba) y al final (abajo).

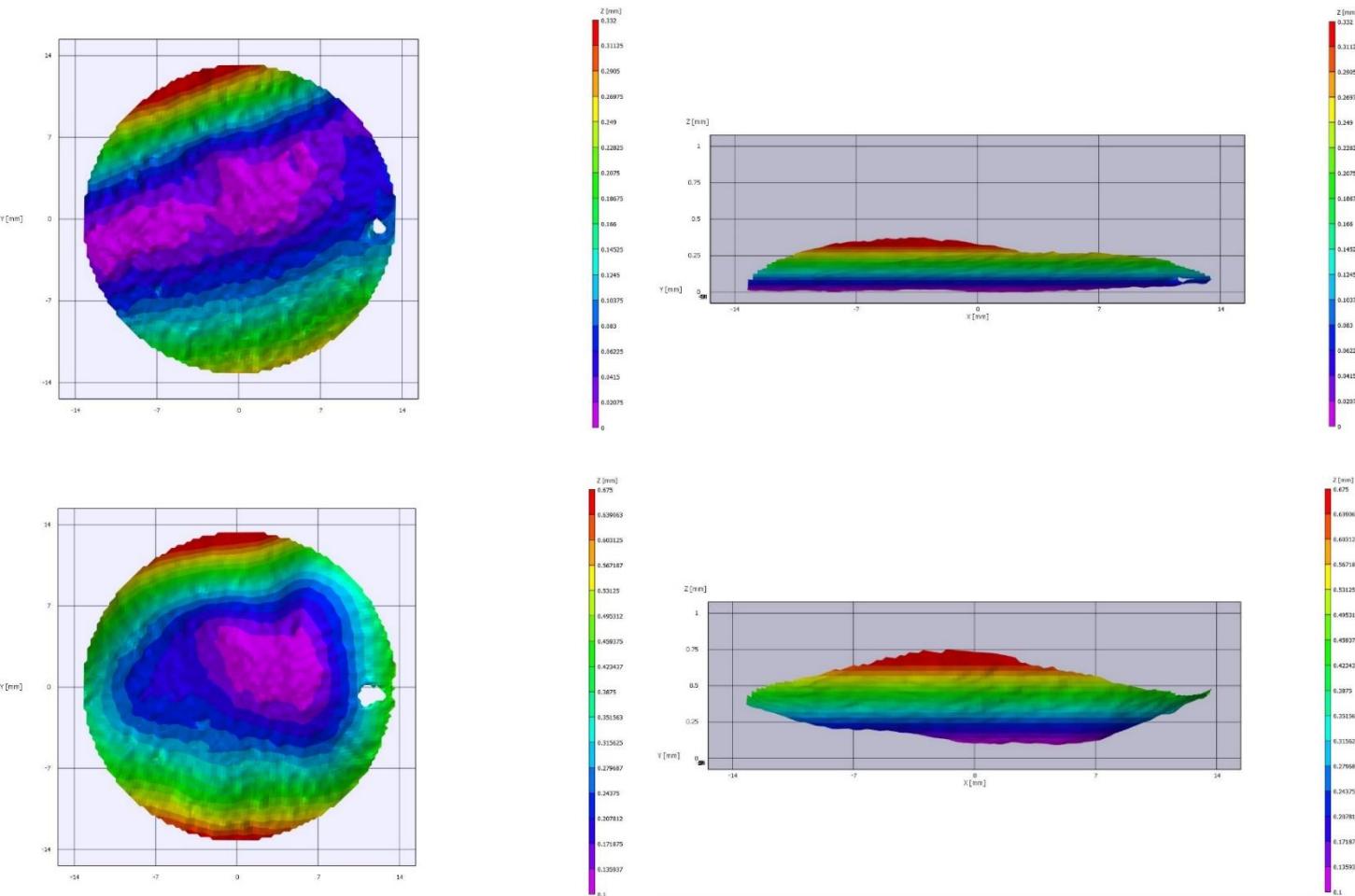


Ilustración 57. Representación de la muestra PP_03 en el inicio (arriba) y al final (abajo).

Anexo VII: Resumen de los resultados CTE determinado con el DIC

3D.

Tabla 40. Resumen del CTE determinado con el DIC 3D.

Material	Probeta	Extensómetro	CTE	Promedio	S	CV (%)
EPDM	EPDM_01	1	140,7	$156,1 \cdot 10^{-6}$	$21,0 \cdot 10^{-6}$	13,5
		2	205,1			
		3	154,4			
		4	192,5			
	EPDM_02	1	143,6			
		2	149,9			
		3	146,1			
		4	150,8			
	EPDM_03	1	137,1			
		2	156,6			
		3	154,8			
		4	141,6			
PP	PP_01	1	87,2	$89,8 \cdot 10^{-6}$	$5,7 \cdot 10^{-6}$	6,4
		2	93,7			
		3	96,3			
		4	88,1			
	PP_02	1	89,2			
		2	101,0			
		3	85,5			
		4	96,3			
	PP_03	1	85,4			
		2	86,9			
		3	85,4			
		4	82,1			
PA	PA_01	1	38,5	$40,3 \cdot 10^{-6}$	$16,8 \cdot 10^{-6}$	41,6
		2	37,4			
		3	38,3			
		4	35,5			
	PA_02	1	57,6			
		2	13,9			
		3	30,5			
		4	37,1			
	PA_03	1	22,0			
		2	74,8			
		3	37,3			
		4	60,7			

