



Escuela de
Ingeniería y Arquitectura
Universidad Zaragoza



PRODUCCIÓN Y CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE HOMOCOMPUESTOS DE POLIETILENO DE ULTRA ALTO PESO MOLECULAR

Proyecto Fin de Carrera

Ingeniería Técnica Industrial Mecánica

Convocatoria de Junio

- **REALIZADO POR:** Eduardo Budiós Lanau
- **DIRECTOR:** Francisco Javier Medel Rezusta
- **DEPARTAMENTO:** Ingeniería Mecánica
- **ESCUELA DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA**

ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN AL POLIETILENO DE ULTRA ALTO PESO MOLECULAR (PEUAPM) Y SU USO COMO BIOMATERIAL.....	3
1.1. ANTECEDENTES	7
1.2. CONFORMACIÓN DEL PEUAPM	9
2. OBJETIVOS DEL PROYECTO	13
3. MATERIALES Y MÉTODOS	16
4. ENSAYOS DE TRACCIÓN UNIAXIAL.....	28
5. ENSAYOS DE COMPRESIÓN UNIAXIAL	36
6. ENSAYOS DMTA.....	43
7. ENSAYOS DE IMPACTO.....	50
8. CONCLUSIONES.....	52
9. REFERENCIAS	53
10. AGRADECIMIENTOS	54

1. INTRODUCCIÓN AL POLIETILENO DE ULTRA ALTO PESO MOLECULAR (PEUAPM) Y SU USO COMO BIOMATERIAL:

El polietileno de ultra alto peso molecular (PEUAPM) es un polímero semicristalino, y como tal, consta de una región cristalina (en torno al 50%) y otra amorfa. La región cristalina la forman moléculas que se ordenan en estructuras lamelares muy definidas, mientras que la región amorfa está compuesta por moléculas dispuestas aleatoriamente produciendo una alta densidad de ovillamiento. Las moléculas lazo actúan como conectores entre ambas regiones y contribuyen a las excelentes propiedades mecánicas de este polímero.

El grado y la orientación de las regiones cristalinas dentro del polietileno dependen de algunos factores como su peso molecular o las condiciones de procesamiento (temperatura, presión, etc.). Las lamelas cristalinas son microscópicas y por tanto invisibles para el ojo humano. Éstas difractan la luz visible, dando al PEUAPM una apariencia blanca, opaca a temperatura ambiente. A temperaturas superiores a la temperatura de fusión del material, en torno a 137 °C, esta apariencia cambia a translúcida a [1].

La larguísima cadena molecular del PEUAPM se puede comprender como un gran ovillo de lana. Las cadenas moleculares adquieren mayor o menor movilidad en función de la temperatura a la que sean sometidas. Cuando se enfría por debajo de la temperatura de fusión, la cadena molecular del polietileno tiene tendencia a doblarse por los enlaces C=C y crear pliegues, hasta quedar completamente ordenadas todas las lamelas cristalinas. Estas características morfológicas del PEUAPM se muestran esquemáticamente en la *Figura 1*.

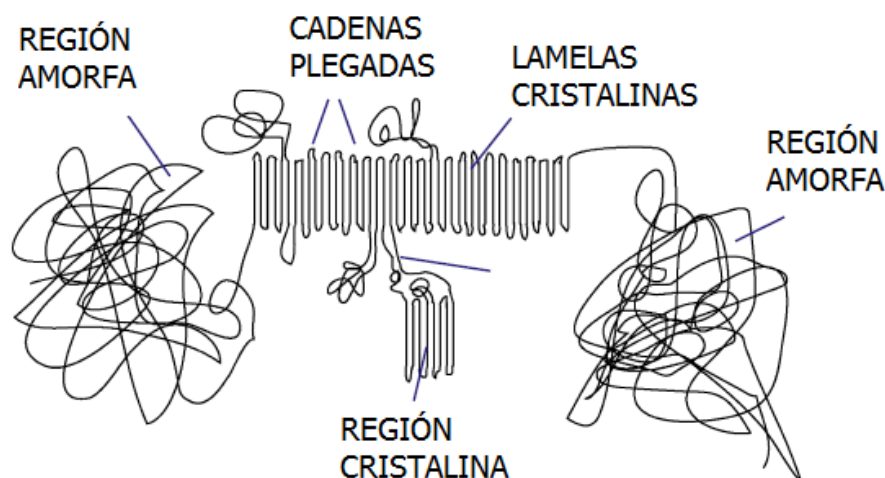


Figura 1. Esquema gráfico de la estructura del PEUAPM [1].

Estas características microestructurales son las responsables de las excelentes propiedades físicas y mecánicas del polietileno de ultra alto peso molecular. Dichas propiedades son: alta resistencia química, propiedades de autolubricación, elevada deformación a rotura, alto límite elástico, bajo coeficiente de fricción, alta resistencia a la fatiga, resistencia al desgaste, resistencia al impacto, tenacidad y, especialmente, su biocompatibilidad.

Estas características han sido explotadas desde la década de los 50 en una amplia gama de aplicaciones industriales, como en revestimiento de canaletas de carbón, corredores de líneas de embotellado de producción, parachoques y revestimientos para los buques y puertos, etc.

En los últimos 45 años, el PEUAPM también ha tenido gran relevancia en el campo de la ortopedia, como material destinado a desempeñar la función de cojinete en articulaciones artificiales. Cada año, se llevan a cabo en el mundo alrededor de 2 millones de intervenciones de reemplazo de articulaciones, y la mayoría de ellas precisan del PEUAPM. Las más comunes son las de cadera y rodilla, y la configuración más aceptada se basa en el par de fricción metal (acero inoxidable, aleaciones Cobalto-Cromo-Molibdeno) – PEUAPM o cerámica (alúmina) – PEUAPM.



Figura 2. Artroplastia de rodilla.

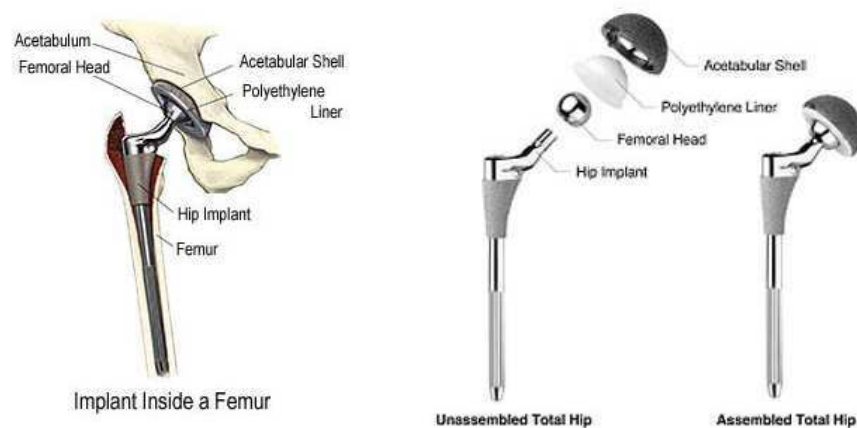


Figura 3. Reemplazo total de cadera.

A pesar del éxito de estos procedimientos, los implantes tienen una vida limitada. Su supervivencia está establecida en torno al 80 % a los 15 años, de acuerdo a los registros de países nórdicos (Suecia, Noruega, Finlandia, etc.) que contabilizan y controlan el rendimiento clínico de la totalidad de las articulaciones artificiales implantadas. El desgaste y los daños que sufren los componentes del PEUAPM han sido históricamente factores limitantes de la longevidad del implante. Este fallo puede tener un origen aséptico, asociado al desgaste y formación de particulado que genera una reacción a cuerpo extraño en el receptor y que, a su vez, conduce a la destrucción de masa ósea. El problema del desgaste ha sido objeto de intensa investigación, y en los últimos años se han introducido modificaciones del PEUAPM con reducciones significativas en la cantidad de partículas generadas por desgaste.

El material que destaca como protagonista principal del desgaste en las prótesis es el PEUAPM. La liberación de un alto número de partículas de polietileno en tamaños de máxima reactividad biológica (submicrónicos) se debe a su inevitable desgaste y se ha asociado a osteólisis y aflojamiento aséptico del implante. En este modo de fallo, generalmente a largo plazo, la generación de partículas ocurre no sólo en las superficies articulares del par de fricción, sino en cualquier interfaz modular (por ejemplo, en la superficie inferior del inserto de PEUAPM en contacto con la bandeja tibial metálica de las prótesis de rodilla).

Para mejorar la resistencia al desgaste, el método de variación microestructural que mejor ha admitido la comunidad ortopédica es la irradiación con rayos gamma. Además de esterilizar el material de una manera más rápida, segura y completa que otros métodos convencionales (óxido de etileno), introduce una cierta reticulación (o entrecruzamiento de cadenas) que es beneficiosa desde el punto de vista de la resistencia al desgaste. Sin embargo, los procesos radiativos generan radicales libres que, en presencia de oxígeno,

participan en el proceso de oxidación del polímero, produciendo a largo plazo reducciones dramáticas en las propiedades mecánicas.

La respuesta de la comunidad ortopédica científica e industrial al anterior problema se ha orientado en tres direcciones:

- La esterilización por irradiación gamma (dosis 25-40 kGy) en atmósferas inertes o en vacío para disminuir el proceso oxidativo.

- Los polietilenos irradiados a altas dosis (~100 kGy) para generar una alta densidad de reticulación que es responsable de una altísima resistencia al desgaste. La inevitable generación de radicales por radiación se ha intentado mitigar mediante procesos de estabilización térmica tanto a temperaturas superiores a la de fusión como a temperaturas por debajo de esta transición.

- La adición de vitamina E (α -tocoferol) al PEUAPM, bien antes o bien después de la irradiación, es el método de mayor aceptación en la actualidad frente al uso de tratamientos térmicos. La vitamina E es un producto natural, eficiente como estabilizador contra la radiación y con productos de descomposición biocompatibles. Este antioxidante se ha utilizado extensamente para mejorar la bio-estabilidad y bio-compatibilidad de diferentes materiales como algunas poliolefinas. Por otra parte, el carácter lipofílico de la Vitamina E y su cola de naturaleza hidrofóbica favorecen las interacciones con PEUAPM. Como consecuencia, la comunidad científica ha introducido una nueva generación de polietilenos altamente reticulados cuya estabilización se basa en la incorporación de Vitamina E que reaccione con los radicales formados durante la irradiación, atenuando así el proceso oxidativo.

Entre las modificaciones del PEUAPM que no tuvieron éxito en su momento figura el aumento de la cristalinidad por consolidación del polímero a altas presiones, que implica una importante mejora de las propiedades mecánicas. Estos PEUAPM de alta cristalinidad llegaron a tener uso clínico (HylamerTM), pero fracasaron debido a una mayor susceptibilidad a la generación de radicales bajo la esterilización por radiación en aire, y por tanto a la oxidación. Otro de los intentos de mejora consistió en la adición de fibras reforzantes al PEUAPM. Esta modificación será tratada en detalle en la siguiente sección.

1.1. ANTECEDENTES

En la búsqueda de estrategias para el refuerzo del polietileno, se pensó que podría funcionar un compuesto de PEUAPM reforzado con fibras de carbono. Este compuesto fue desarrollado comercialmente (Poly II™) y utilizado clínicamente en los años 70 y 80 [2].

El PEUAPM fue reforzado con fibras de carbono cortas y orientadas al azar dentro de la matriz polimérica (*Figura 4*). El método de conformación fue moldeo por compresión directa. Inicialmente, a este refuerzo con fibras de carbono se le atribuyó una mejora en propiedades mecánicas y en el comportamiento a desgaste con respecto al PE sin reforzar. Así, Ainsworth encontró unos parámetros de conformado para este compuesto en los que se registraba una mayor deformación elástica a compresión [2]. También se mejoraba tanto la resistencia a flexión, como el módulo de elasticidad, además de presentar una tasa de desgaste inferior y una mayor rigidez. Por otro lado, Rostoker y Galante observaron que el refuerzo de fibra de carbono era responsable de una disminución significativa en la deformación por fluencia del compuesto [2]. En un estudio realizado por Wright, se concluyó que el refuerzo de fibra de carbono proporcionaba un 88% más de rigidez que un PE virgen y un 17% más de carga máxima a compresión [2]. Los estudios de biocompatibilidad de este compuesto se llevaron a cabo en la década de los 70, y éstos determinaron una respuesta satisfactoria.



Figura 4. Fibras de carbono dispersas en matriz de PEUAPM

Sin embargo, estudios adicionales revelaron que estas mejoras se producían a costa de disminuir la resistencia frente a propagación grietas debido a una baja adhesión matriz-fibra, de manera que el PE reforzado tenía hasta 8 veces mayor tasa de crecimiento de grietas por fatiga que un PE virgen. Pruebas posteriores de desgaste también mostraron una insuficiente adhesión entre la superficie de la fibra y la matriz, y un evidente desgaste abrasivo en las

zonas de contacto metálico. Otros problemas adicionales fueron documentados por Sclipa y Piekarski que observaron malos resultados del compuesto a tensión. Esto era debido al daño sufrido por la fibra durante el moldeo por inyección. Otros investigadores informaron de problemas con el moldeo de polímeros y la incompleta fusión de las partículas [2].

Además se produjeron dificultades en la fabricación del material, ya que la consolidación del polvo y las fibras resultó incompleta en los primeros implantes. Debido al rendimiento catastrófico de las primeras series clínicas que incluyeron implantes mal consolidados, así como a las evidentes deficiencias en propiedades de fractura de este compuesto, el material fue puesto en cuestión. El uso clínico de este componente persistió en la década de los 80, hasta que fue abandonado, y hay pocos estudios que hayan documentado su rendimiento a largo plazo. Sorprendentemente, en un reciente estudio de implantes tibiales Poly II™ retirados tras un promedio de 11 años se comprobó que algunos de estos componentes lograron sobrevivir más de dos décadas en los pacientes [2].

En conclusión, los ensayos y análisis disponibles en el momento del desarrollo de dicho compuesto, no fueron capaces de realizar una simulación aceptable de los modos de fallo del material. Y, sobre todo, las primeras series de implantes de PEUAPM reforzado con fibras de carbono acusaron una incorrecta consolidación que les llevó a cosechar un pobre rendimiento clínico. No obstante, estudios recientes de implantes retirados han documentado unos resultados clínicos comparables a los obtenidos por implantes de PEUAPM no reforzado.

1.2. CONFORMACIÓN DEL PEUAPM

El PEUAPM proviene de una familia de polímeros con una composición química aparentemente simple, que consiste sólo en hidrógeno y carbono. A nivel molecular, el carbono (columna vertebral del polietileno) puede estar libre u ordenado en regiones cristalinas. A nivel supramolecular, el PEUAPM toma forma de polvo o granza y debe ser consolidado a temperaturas y presiones elevadas para formar un material consistente. Adicionalmente, como ya se ha mencionado, podemos introducir técnicas que producen cambios químicos en el PEUAPM, como la esterilización por radiación.

La resina del PEUAPM

El primer paso que debe ejecutarse para la obtención del PEUAPM es la polimerización del gas etileno. A la granza de PEUAPM se le exigen diversos requisitos tanto de fabricación como de propiedades, que vienen regulados por las normas ASTM F648 e ISO 5834-I. Estas normas exigen a la resina de polietileno (*Figura 5*) unos valores o condiciones mínimas en diversas pruebas: tensión elongacional, viscosidad, análisis de trazas y determinación del contenido de cenizas y partículas. Básicamente, con estas pruebas se comprueban los mínimos de peso molecular y pureza que deben caracterizar a la resina [3].

Métodos de consolidación

Posteriormente a la polimerización del PEUAPM, y ya en forma de polvo, tiene que ser consolidado en forma de lámina (*Figura 6*), varilla, disco (nuestro caso), o en la forma casi definitiva del implante. Finalmente, en la mayoría de los casos, el implante de PEUAPM necesita ser mecanizado en su forma final (*Figura 7, Figura 8*). Un pequeño subgrupo de implantes se consolidan en su forma final directamente, en un proceso conocido como el **moldeo directo por compresión**, sin necesidad de mecanizado posterior.



Figura 5. Polvo de PEUAPM [3].

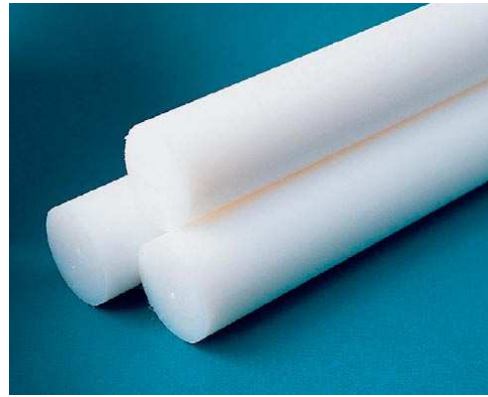


Figura 6. PEUAPM en forma de barras [3].



Figura 7. Mecanizado del PEUAPM [3].



Figura 8. Forma final del implante. [3].

El PEUAPM debe ser consolidado bajo elevadas temperaturas y presiones debido a su elevada viscosidad en estado fundido. Este polímero no fluye como el polietileno de baja densidad una vez que llega a la temperatura de fusión. Por esta razón, la mayoría de las técnicas de procesamiento de termoplásticos, como el moldeo por inyección o extrusión convencional, no son útiles para este polímero [3]. Los métodos de consolidación deben operar bajo condiciones específicas de temperatura, presión y tiempo para un correcto procesamiento del polietileno en estado fundido.

Industrialmente la consolidación se logra por medio de tres técnicas diferentes, alguna citada anteriormente:

- Moldeo por compresión
- Moldeo por compresión directo
- Extrusión “ram”

Moldeo por compresión

El moldeo por compresión logra la consolidación del material como resultado directo de una combinación específica de calor, presión y temperatura que también depende de las dimensiones de las prensas hidráulicas y de los moldes. Con este método se pueden conseguir planchas de polietileno moldeado por compresión de diferentes espesores, que en este proyecto han sido de 40 mm para las probetas de tracción, y de 80 mm para las de impacto.

Moldeo por compresión directo

Los principios del moldeo por compresión directa son similares a los del moldeo por compresión. Este método permite producir directamente los implantes ortopédicos, mediante moldes metálicos con la forma del componente. De esta manera, la rugosidad de la superficie moldeada es muy baja, ventaja que no poseen los productos convencionales puesto que obtienen su forma final por mecanizado a partir de barras o placas. La fase final de la consolidación implica una etapa de recirculación de aire bajo condiciones controladas para lograr que todo el volumen del material se enfríe simultáneamente. Este proceso reduce las tensiones residuales que introducen los procesos de consolidación.

Extrusión “ram”

La extrusión “ram” o extrusión por pistón, provee un proceso muy efectivo para materiales como la resina PEUAPM, los cuales no pueden ser extruidos mediante extrusoras típicas de tornillo.

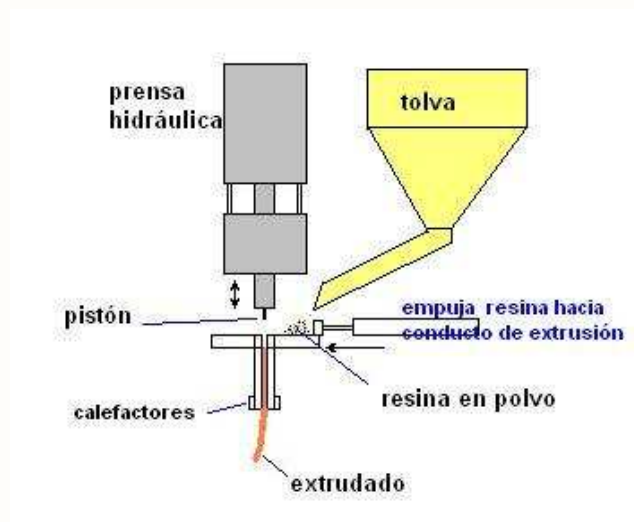


Figura 9. Esquema básico del funcionamiento del proceso de extrusión “ram”.

El material en forma de polvo es puesto por gravedad en un conducto. Una prensa hidráulica es usada para empujar este polvo mediante un pistón por el conducto hacia el dado. El dado actúa dando la forma deseada al material. Éste posee resistencias para calentar la resina obligándola a tomar su forma. La alimentación de resina es continua y es empujada por las idas del pistón de la prensa hidráulica para fluir por el dado. Cabe destacar que no se trata de un proceso totalmente continuo puesto que durante el retroceso del pistón, no existe flujo de resina por el dado. Cuando el material finalmente sale del dado, es recogido y convenientemente cortado. Tras completarse el ciclo de extrusión, el producto final se recoge y se enfría en un ambiente limpio. Este método de consolidación se caracteriza por ritmos de unos pocos mm/min, y permite conseguir PEUAPM extruido en forma de barras con diámetros de hasta 350 mm. Sin embargo, el polietileno de uso médico se comercializa en barras con diámetros máximos de 115 mm.

Una vez consolidado, el PEUAPM se somete a un extenso control de calidad que incluye diferentes pruebas físicas, químicas y mecánicas. En particular, la calidad de la consolidación se examina mediante la búsqueda de defectos de consolidación bajo el microscopio óptico, ultrasonidos o camino óptico. El material consolidado debe superar unos valores mínimos en diferentes propiedades mecánicas como la elongación a rotura, el límite de fluencia, la carga a rotura o la tenacidad a impacto. De otro modo, el producto se considera defectuoso y es rechazado para uso médico.

Las fibras de PEUAPM

Las fibras de polietileno se producen mediante la técnica de hilatura en gel, mediante la cual una solución de PEUAPM se extruye a través un troquel en forma de cono. La orientación molecular uniaxial a la que se ve sometida la fibra al pasar por el troquel, le aporta un alto módulo elástico y una buena resistencia a tracción. Algunos de los valores más importantes de las propiedades mecánicas de las fibras de PEUAPM, vienen facilitadas en la siguiente tabla de la empresa suministradora:

PROPIEDAD	VALOR TÍPICO	UNIDADES
Resistencia a tracción axial	3,6	GPa
Módulo de tracción axial	116	GPa
Resistencia a compresión axial	0,1	GPa
Módulo de compresión axial	116	GPa
Resistencia a tracción transversal	0,03	GPa
Módulo transversal	3	GPa
Resistencia a la compresión transversal	0,1	GPa
Elongación a rotura	3 - 4 %	
Trabajo de rotura	45 - 70	MJ/m3
Fluencia a 30°C, 300 MPa (Dyneema® SK75)	0,02	% / día
Fluencia a 30°C, 300 MPa (Dyneema® SK78)	0,006	% / día

Tabla 1.1. Propiedades mecánicas de las fibras de PEUAPM.

El uso de las fibras de PEUAPM como reforzantes del propio polímero PEUAPM introduce una extensa familia de materiales homocompuestos. Dentro de los homocompuestos, pueden generarse estructuras complejas, tejiéndose las fibras en dos o tres dimensiones. Un ejemplo de un compuesto tridimensional fabricado a partir de fibras es el material de los guantes anticorte de polietileno, o ciertas partes de los chalecos antibalas.

La tecnología de producción de fibras de PEUAPM fue desarrollada originalmente por la empresa DSM en los Países Bajos durante los años 80. Hoy en día, las fibras de PEUAPM se producen por otra empresa más, llamada Honeywell, pero su producto sólo está destinado a uso industrial. Por el contrario, DSM ha llevado a cabo innumerables estudios de biocompatibilidad y ensayos de citotoxicidad de sus fibras de PEUAPM para cubrir aplicaciones de tipo médico. A fecha de hoy, las fibras de PEUAPM de grado médico se han utilizado principalmente en suturas y pueden ser adecuadas para reparación de ligamentos y tendones.

En los últimos 30 años, un amplio cuerpo de investigación trabaja en el desarrollo de compuestos de PEUAPM para aplicaciones biomédicas. Debido a su tamaño en polvo y viscosidad en estado fundido, este material plantea varios retos importantes en el procesado. Estas propiedades pudieron haber sido las responsables de los fracasos clínicos observados con el Poly II durante la década de los 80. A pesar de las connotaciones negativas obtenidas con los materiales compuestos de la experiencia de Poly II, los investigadores han continuado desarrollando estrategias innovadoras con fibras reforzantes, entre ellas fibras de PEUAPM, y otros aditivos, como por ejemplo antioxidantes, antibióticos o compuestos bioactivos.

La introducción en la medicina de fibras de PEUAPM es otro acontecimiento reciente, que abre un amplio abanico de posibilidades en el desarrollo de materiales compuestos destinados a implantes. Aunque el dominio público no está muy al tanto de estas

investigaciones, el surgimiento de estas fibras y sus propiedades biocompatibles, pueden ser la plataforma de expansión atractiva para innumerables cirujanos e ingenieros biomédicos en la próxima década **[4]**.

2. OBJETIVOS DEL PROYECTO:

El objetivo global de este proyecto ha sido la producción, consolidación y caracterización de compuestos de polietilenos de grado médico reforzados con fibras de PEUAPM.

Un aspecto importante de este proyecto fue la búsqueda de una proporción matriz-fibra adecuada para obtener un refuerzo significativo en el material. También fue primordial la búsqueda de condiciones de conformado (temperatura y tiempo) que garantizaran la consolidación óptima de los compuestos.

La caracterización se ha llevado a cabo utilizando diferentes ensayos mecánicos y térmicos: ensayos de tracción uniaxial, compresión uniaxial, tenacidad a impacto y análisis térmico mecánico-dinámico (DMTA). Los plásticos con los que vamos a trabajar están destinados a formar parte de prótesis articulares, de ahí el interés por sus propiedades mecánicas. En el caso de los ensayos DMTA, la elección de los materiales a ensayar se ha hecho en base a los resultados de tracción. Establecimos la hipótesis de considerar que un material tiene buena adhesión matriz-fibra, si sus resultados de tensión-deformación a rotura son altos.

3. MATERIALES Y MÉTODOS:

Para conseguir determinar conclusiones sobre los objetivos anteriormente expuestos, hemos hecho uso de diferentes materiales, métodos y máquinas que vamos a especificar en esta sección.

Las resinas de polietileno utilizadas en este estudio fueron MG003 (polietileno de ultra alto peso molecular) con la adición de un 0.1% de vitamina E, y EASY-XL (polietileno de peso molecular más bajo). Las dos en forma de polvo, y suministradas por la empresa DSM Biomedical (Holanda). Algunos de los valores característicos de los productos facilitados por la empresa se muestran en las siguientes tablas:

PROPIEDAD	VALOR TÍPICO	UNIDADES	MÉTODO/NORMA
Tensión de elongación	0,44	MPa	ISO 11542-2
Viscosidad	3500	ml/g	ISO 1628-3
Peso molecular	8E+06	-	Cálculo*
Tamaño medio de la partícula	150	micras	Difracción láser
Span (D90□D10)/D50	0,8	-	Difracción láser
Densidad relativa	0,5	g/cm3	ISO 60
Contenido de cenizas	< 100	mg/kg	ISO 3451-1
Titanio	< 15	mg/kg	ICP/AES
Calcio	< 1	mg/kg	ICP/AES
Aluminio	< 20	mg/kg	ICP/AES
Cloro	< 30	mg/kg	XRF
Materia extraña	≤ 1	número	ISO 5834/ASTM F648

*Calculado utilizando la ecuación Margolies: $M_w = 5.37 \cdot 10^4 \cdot [\eta]^{1.49}$, siendo $[\eta]$ la viscosidad intrínseca en dl / g.

Tabla 3.1. Propiedades físicas y químicas de la resina MG003.

PROPIEDAD	VALOR TÍPICO	UNIDADES	MÉTODO/NORMA
Densidad	938	kg/m3	ISO 1183
Tensión de fluencia	25	MPa	ISO 527
Tensión de rotura	50	MPa	ISO 527
Elongación a rotura a 23 °C	300	%	ISO 527
Resistencia Charpy	60	kJ/m2	ISO 11542-2

Tabla 3.2. Propiedades mecánicas de la resina MG003 ya conformada.

PROPIEDAD	VALOR TÍPICO	UNIDADES	MÉTODO/NORMA
Peso molecular medio	5E+05	g/mol	Sec-MALS (GPC)
MFI 190/21.6	0,25	g/10 min	ISO 1133
Viscosidad	460	ml/g	ISO 1628-3
Tamaño de las partículas	117	micrometer	Malvern

Tabla 3.3. Propiedades mecánicas del tipo de resina EASY-XL en forma de polvo.

PROPIEDAD	VALOR TÍPICO	UNIDADES	MÉTODO/NORMA
Densidad	> 950	kg/m3	ISO 1183
Cristalinidad	69	%	DSC
Tensión de fluencia	28	MPa	ISO 527 (type 5b)
Tensión de rotura	> 40	MPa	ISO 527 (type 5b)
Elongación a rotura	> 400	%	ISO 527 (type 5b)
Módulo elástico	1200	MPa	ISO 527 (type 5b)
Resistencia Charpy (23 °C)	80	kJ/m2	ISO 11542-2
Dureza	40	n/mm2	ISO 2039-1

Tabla 3.4. Propiedades mecánicas de la resina EASY-XL ya conformada.

Para reforzar estas resinas, se les ha añadido distintas concentraciones de fibras de PEUAPM cortadas (menores de 3 mm), que también ha proporcionado la empresa DSM Biomedical (Holanda). Dado que los polietilenos de que hemos dispuesto están en forma de granza, hemos tenido que llevar a cabo un proceso de conformado del material para poder ensayarlo en un estado más robusto. Así, buena parte de este proyecto ha consistido en la optimización de los parámetros de conformación del material final.

Esta materia prima, antes de ser conformada, ha de ser pesada correctamente y mezclada homogéneamente. Para pesar el material y guardar una relación precisa entre las cantidades de resina y fibras, se utilizó una balanza (Mettler Toledo, Suiza) con una resolución de 0,0001 g. Posteriormente se mezcló el material con una batidora comercial Balay para alimentos, llenándola siempre con 60 gramos de mezcla y siendo el tiempo de mezclado 18 minutos.

El tipo de conformado que hemos elegido para el proyecto ha sido el de **moldeo por compresión**. El proceso de termoconformado del material se llevó a cabo mediante la utilización de una prensa hidráulica (Perkin Elmer), equipada con placas calefactoras y un

controlador de temperatura [7]. Las características del equipo en cuanto a presión y temperatura son:

Presión: Máxima para trabajo continuado 10MPa.

Temperatura: 0 – 300° C

En la *Figura 10* se muestra el equipo y el molde utilizado.



Figura 10. Prensa hidráulica utilizada para realizar el termoconformado.

Dado el carácter confidencial de este estudio y la potencialidad en cuanto a generación de patentes de los resultados que se van a presentar, no se van a poder expresar de una manera explícita ni el porcentaje de fibras de cada material, ni la temperatura y el tiempo de conformado. Para los porcentajes utilizaremos los caracteres C1, C2, C3... (en orden creciente) que se referirán siempre a un mismo porcentaje de fibras. Para las temperaturas de consolidación, usaremos una T_{base} de referencia sobre la que indicaremos los grados de diferencia que existen. Y, por último, para el tiempo de conformado utilizaremos T, 2T y 4T (orden creciente con relación).

El primer paso del proceso de conformado fue rellenar el molde con la mezcla. Según el espesor final deseado para el disco, se introdujo una cantidad variable de mezcla. Fueron 24

gramos para discos de espesor de 4mm (utilizados para obtener las probetas de tracción), y 48 gramos para los de espesor 8mm (utilizados para obtener las probetas de impacto). Una vez preparada y pesada la mezcla, ésta se introducía en la prensa y se programaba la temperatura a la que posteriormente se realizaba el conformado. Una vez que el molde alcanzaba la temperatura programada, se ajustó la presión a $P=10 \text{ Tn}$ (todos los conformados se realizaron a esta presión) y se mantuvo durante el tiempo elegido para cada consolidación. Una vez finalizado el tiempo, se dejó enfriar el molde sin disminuir la presión aplicada hasta que se alcanza la temperatura de 40° C . A continuación, se procedió al desmoldeado de los discos consolidados.

A continuación, vamos a describir los distintos ensayos mecánicos utilizados en este proyecto, así como las máquinas empleadas para realizar los ensayos.

TRACCIÓN:

Los ensayos se llevaron a cabo usando una máquina universal de ensayos Instron 5565 (Figura 11).



Figura 11. Máquina Instron 5565, utilizada para ensayos de tracción y compresión.

Estos ensayos se realizaron siguiendo las directrices marcadas por la norma ASTM D638. Las probetas ensayadas son del tipo 3, como propone la citada norma. Las probetas, de sección rectangular, presentan las siguientes dimensiones para la zona ensayada: $20 \times 4 \times 2 \text{ mm}$. Fueron mecanizadas con la ayuda de una máquina fresadora a partir de los discos

obtenidos mediante el moldeo por compresión. La temperatura y el ritmo de deformación utilizados fueron 24 ± 1 °C y 10 mm/min, respectivamente. Se ensayaron al menos tres probetas por material.

La información proporcionada por este ensayo es muy amplia, pero se pueden destacar varias propiedades: módulo de Young, límite de fluencia, tensión y deformación a rotura, y trabajo de deformación hasta la fractura.

Se han graficado para cada ensayo dos tipos de curvas, la curva **ingenieril o nominal** y la curva **real**. La diferencia entre ambas es que la curva real tiene en cuenta la reducción de la sección de la probeta que tiene lugar una vez superado el régimen elástico de deformación en el ensayo de tracción. Si durante el ensayo no hay cambios significativos en el volumen de la probeta, es posible establecer relaciones matemáticas entre los parámetros ingenieriles y los reales [5]. Estas fórmulas son las siguientes:

$$\varepsilon_N = \frac{l - l_0}{l_0}, \quad \sigma_N = \frac{P}{A_0},$$
$$\varepsilon = \ln(1 + \varepsilon_N), \quad \sigma = \sigma_N(1 + \varepsilon_N),$$

Donde:

ε_N es la deformación nominal o ingenieril

l es la longitud final de la probeta

l_0 es la longitud inicial de la probeta

ε es la deformación real

P es la carga aplicada sobre la probeta (en N)

A_0 es el área inicial sobre la que se aplica la carga (en mm²)

σ_N es la tensión nominal o ingenieril

σ es la tensión real

Para un material conformado con resina MG003 y a $T_{\text{base}}+20\text{ }^{\circ}\text{C}$, la apariencia de las curvas es así:

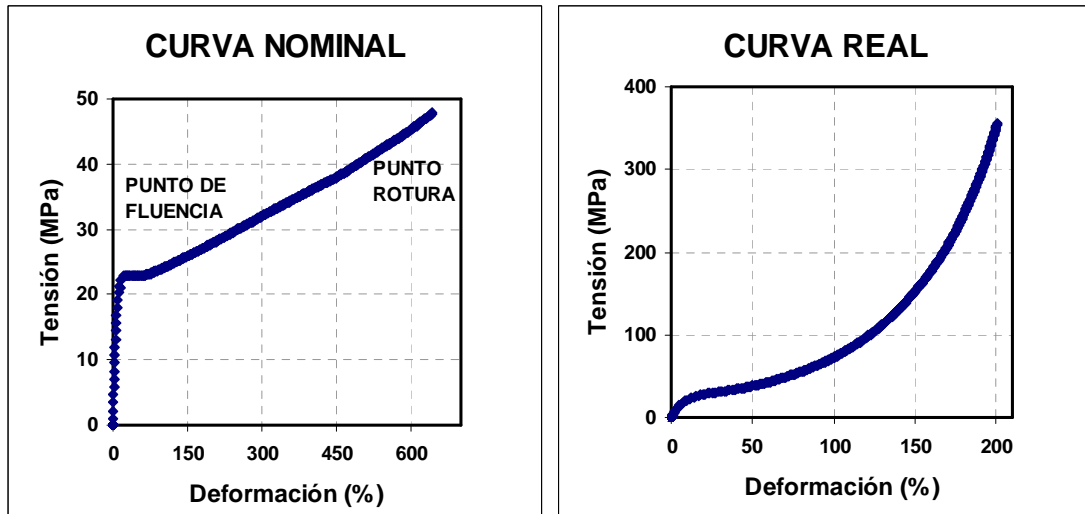


Diagrama 3.1. Curvas tensión- deformación, nominal y real, obtenidas de ensayos de tracción.

Un aspecto interesante de estas curvas es la zona de comportamiento elástico, entonces haremos zoom en ella:

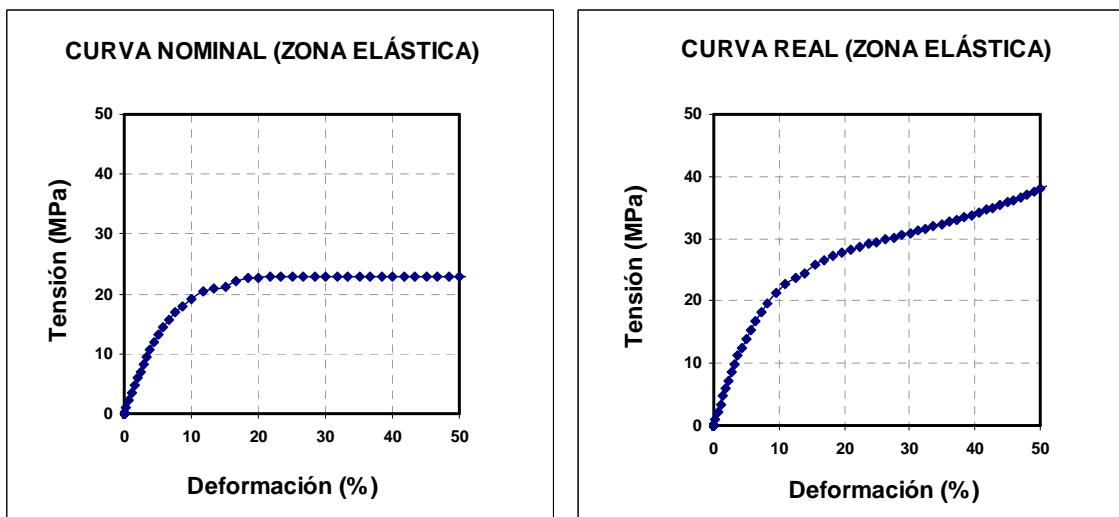


Diagrama 3.2. Zona de comportamiento elástico en curvas tensión- deformación.

Para obtener la conclusiones necesarias, el camino que hemos tomado es la comparación de materiales, variando parámetros como T^a de consolidación, % de fibras, tiempo de conformado, T^a de refundido, tiempo de refundido, etc.

COMPRESIÓN:

Para los ensayos de compresión se obtuvieron probetas cilíndricas mediante sacabocados de 9 mm de diámetro y una prensa hidráulica. Se utilizaron dos tipos de probetas en cuanto a la relación L/D, que son 0.44 y 0.88. Las dimensiones de estas probetas no se ajustan a las normas estándar de ensayos de compresión ya que al no poseer una relación L/D igual a 1.5 no se realizan ensayos de compresión homogénea. No obstante, hemos podido determinar que los datos obtenidos pueden ser válidos para realizar estudios comparativos. Previo a ser ensayadas, las probetas han sido refinadas con una lija P800. Los ensayos de compresión se llevaron a cabo usando una máquina universal de ensayos Instron 5565. La temperatura de ensayo fue 24 ± 1 °C. El ritmo de deformación utilizado fue 5 mm/min. Siempre se ensayaron tres probetas por material.

Estos ensayos pueden permitirnos ver cómo reacciona el material ante esfuerzos compresivos de carga y descarga. Se han realizado para cada probeta 10 ciclos de carga (hasta 3800N) y descarga. Confeccionando la gráfica tensión-deformación también podemos analizar el valor del área comprendida entre las curvas de carga y descarga, que nos dará una idea sobre la tenacidad del material.

Tras la realización del ensayo y la adquisición de datos se representaron la curva **ingenieril** y la curva **real**, exactamente igual a como se hizo con los ensayos de tracción y en base a las mismas ecuaciones. El aspecto de dichas curvas de carga y descarga (para un material conformado a $T_{base}+11^{\circ}\text{C}$, y con C6 % de fibras) es el siguiente:

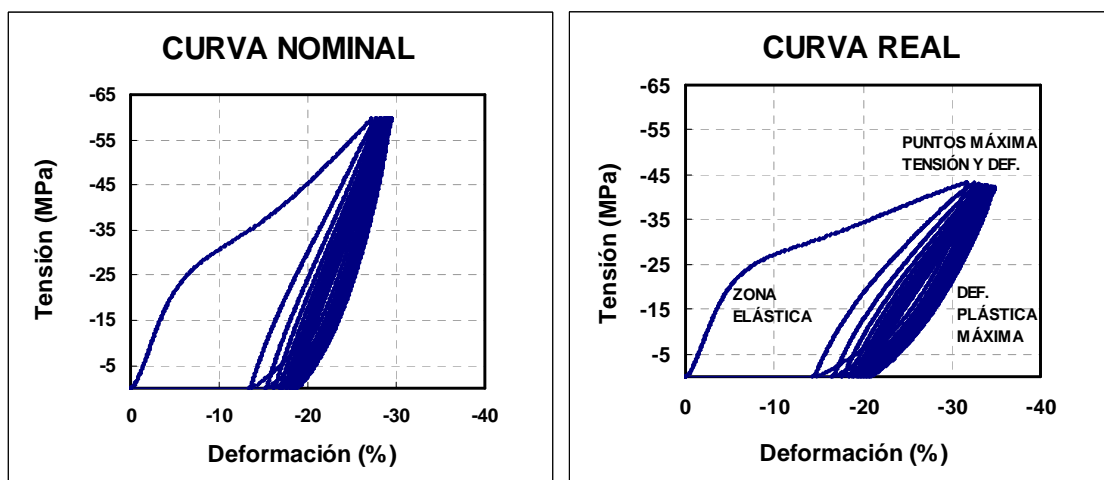


Diagrama 3.3. Curvas tensión- deformación, nominal y real, obtenidas de ensayos de compresión.

DMTA:

El análisis mecánico dinámico térmico permite el estudio de la viscoelasticidad que presentan algunos polímeros. Durante el ensayo, se aplica una fuerza sinusoidal (tensión, σ) al polímero y se mide el desplazamiento producido (deformación) en función del tiempo y la temperatura.

Para el caso de los sólidos perfectamente elásticos, la tensión y la deformación se encuentran en fase, es decir, el material se deforma instantáneamente en el momento en que se aplica la tensión. Un sólido elástico ideal sigue la Ley de Hooke. Sin embargo, para los materiales viscoelásticos, existe un desfase entre el momento en el que se aplica la tensión y la deformación del material. Las expresiones que explican este comportamiento son las siguientes:

$$\textbf{Tensión: } \sigma = \sigma_0 \sin (t\omega + \delta)$$

$$\textbf{Deformación: } \varepsilon = \varepsilon_0 \sin (t\omega)$$

Donde:

ω es la frecuencia angular. $\omega = 2 \pi f$ (f es la frecuencia a la cual se realiza el ensayo)

t es el tiempo

δ es el desfase entre la tensión aplicada y la deformación producida. Es una medida de la respuesta viscosa del material ante una deformación dinámica.

Para describir el comportamiento viscoelástico en modo anelástico se utiliza el módulo complejo (E^*) y la tangente de pérdidas definidos como:

$$\textbf{Módulo complejo: } E^* (\omega, T) = E' (\omega, T) + i E'' (\omega, T)$$

Donde:

E' es el módulo de almacenaje. Mide la energía elástica almacenada en el material y, por lo tanto es recuperable.

E'' es el módulo de pérdidas, aumenta cuando se produce un movimiento de las moléculas del polímero, ya que es la energía absorbida por las moléculas para dicho movimiento. Refleja la respuesta viscoelástica del polímero.

$$\textbf{Módulo de almacenaje: } E' = \sigma_0 / \varepsilon_0 \cos \delta$$

$$\textbf{Módulo de pérdidas: } E'' = \sigma_0 / \varepsilon_0 \sin \delta$$

Como se ha comentado anteriormente, el retraso entre la tensión aplicada y la deformación, queda reflejado en el valor del ángulo δ , siendo la tangente de este ángulo muy utilizada en este tipo de ensayos. Dicho valor se denomina tangente de pérdidas ($\tan \delta$) y viene dada por la siguiente expresión:

$$\textbf{Tangente de pérdidas: } \tan \delta = E''/E'$$

$\tan \delta$ representa el cociente entre la energía absorbida por el material y la energía elástica almacenada en el material durante un ciclo de oscilación.

La instrumentación consiste en un control de desplazamiento que mide la deformación de la muestra en función de la tensión aplicada. Además de la tensión, hay otras variables que pueden ser modificadas durante el ensayo, como por el ejemplo la frecuencia (ω) o la temperatura.

El estudio del movimiento axial generalmente es utilizado para materiales sólidos o semisólidos, y es el que se utilizó en este estudio. La información cuantitativa que se deriva de las medidas está relacionada con los cambios en los módulos durante las transiciones termodinámicas que tienen lugar. Entre estas transiciones se encuentran las debidas a movimientos de cadenas moleculares, segmentos cortos de cadenas, grupos laterales, etc. Estas transiciones corresponden a relajaciones de las cadenas moleculares de los polímeros, y son de suma importancia para caracterizar la dinámica de los movimientos moleculares del material [6]. En el caso de los polímeros semicristalinos, las relajaciones pueden ocurrir tanto en la región cristalina como en la amorfa.

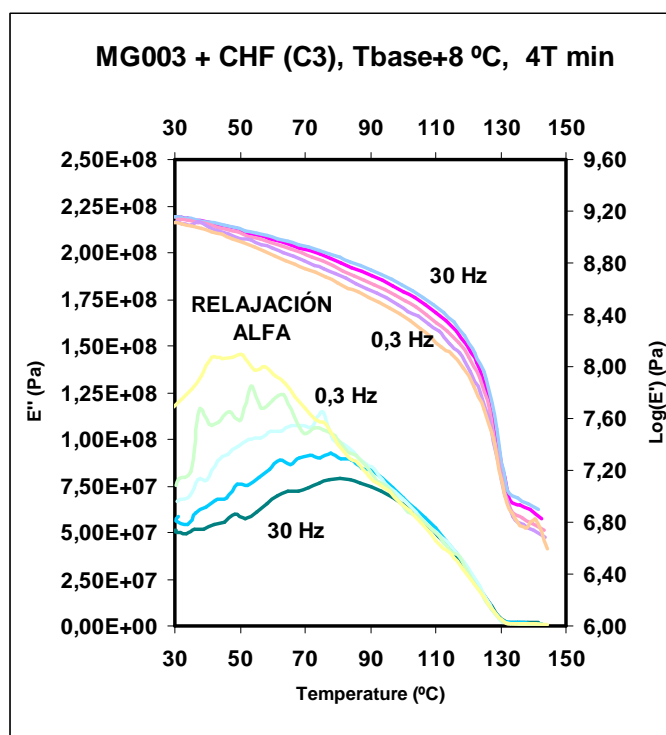


Figura 12. Relajación alfa observada en un experimento DMTA típico.

Como se puede observar en la *Figura 12*, la aparición de la relajación α , relacionada con la fase cristalina del polímero, aparece con un gran descenso de E' y un máximo en E'' cerca de los 50-80° C.

Hay dos tipos de relajaciones más (β , γ), pero en este estudio no se van a ver debido a que aparecen a temperaturas muy bajas.

La relajación γ se manifiesta con una pequeña disminución en el valor de E'' y aparece alrededor de los -125° C. Esta relajación está asociada con la región amorfa del polímero y se debe a movimientos moleculares de cadenas confinadas en la región amorfa del polímero.

La relajación denominada β , aparece alrededor de los -10°C. En general, esta relajación está relacionada con los movimientos de las cadenas en la región interfacial entre la región cristalina y amorfa, las denominadas moléculas lazo, además, está también relacionada con movimientos de rotación de las moléculas loop (rizos).

El equipo utilizado en el ensayo térmico dinámico mecánico (DMTA) es el que aparece en la *Figura 13*. Se trata de un analizador Rheometric Scientific Mk II modelo Q800 DMA. Consta de un programador de temperatura, un controlador y una celda donde se coloca la muestra. Todos los experimentos se llevaron a cabo a modo tensión. La velocidad de calentamiento se fijó en 1°C/min y el rango de temperatura estudiado estuvo comprendido desde 30°C hasta

145°C. Por último, las frecuencias utilizadas durante los ensayos fueron las siguientes: 0.3Hz, 1 Hz, 3Hz, 10 Hz y 30 Hz.



Figura 13. Equipo utilizado para el ensayo DMTA.

La *Figura 14* muestra el portamuestras de un analizador. La muestra, en forma de lámina, se coloca entre las mordazas (grips).

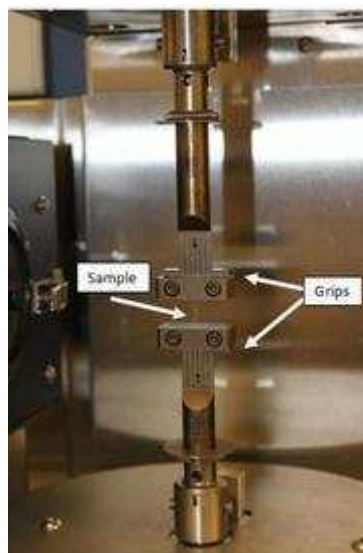


Figura 14. Portaherramientas del ensayo DMTA.

Las muestras analizadas son láminas de dimensiones 10 x 4 x 0.45 mm. Fueron sacadas con la ayuda de un micrótopo Leica SM2000R.

IMPACTO:

Los ensayos de impacto realizados fueron de tipo Izod y se llevaron a cabo siguiendo las directrices marcadas por la norma ASTM F648. Se confeccionaron una serie de discos de 8 mm para posteriormente mecanizar de ellos las probetas de impacto. La doble entalla de las probetas se hicieron con la ayuda de la máquina Instron y de un utillaje destinado a este fin. Estas probetas son paralelepípedos de dimensiones 63.5 x 12.7 x 6.35 mm.

El ensayo se llevó a cabo a temperatura ambiente, 24 ± 1 °C, usando un péndulo específico para materiales plásticos (*Figura 15*).



Figura 15. Péndulo para ensayos Izod.

En la variedad de materiales, cambian propiedades como temperatura y tiempo de conformado, tipo de resina (dos diferentes), y % de fibras existente. Otras características que hemos estudiado para este ensayo es la irradiación de algunos discos, la adición de diferentes antioxidantes o el sometimiento del material a diferentes atmósferas.

El proceso del ensayo se encomendó a una empresa de Pamplona que posteriormente envió los resultados. La resistencia al impacto se expresa en kJ/m².

4. ENSAYOS DE TRACCIÓN UNIAXIAL:

En primer lugar se compararon las propiedades mecánicas de materiales de resina MG003 no reforzados y consolidados a distintas temperaturas. El tiempo de consolidación fue el mismo para los 3 materiales y aparece sombreado de azul en la parte superior izquierda de la *Tabla 4.1*.

MG003 (no reforzado) T _{min}	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	TENSIÓN FLUENCIA ING. (MPa)	DEF. FLUENCIA ING. %	TENSIÓN ROTURA ING. (MPa)	DEF. ROTURA ING. %	TENSIÓN ROTURA REAL (MPa)	DEF. ROTURA REAL %	ÁREA CURVA REAL (MPa)
T _a consolidación								
T _{base}	233 ± 5	23 ± 1	25 ± 1	34 ± 2	333 ± 41	150 ± 22	146 ± 10	93 ± 14
T _{base} +15 °C	214 ± 6	23 ± 1	26 ± 2	48 ± 3	635 ± 51	351 ± 4	199 ± 7	210 ± 24
T _{base} +20 °C	207 ± 3	23 ± 1	26 ± 1	49 ± 2	655 ± 36	367 ± 32	202 ± 5	220 ± 17

Tabla 4.1. Variación de las propiedades mecánicas del PEUAPM con la temperatura de consolidación.

A la vista de los datos se constata que la temperatura de consolidación influye notablemente en los parámetros mecánicos del polímero. A medida que la temperatura de consolidación aumenta se registra un descenso del módulo de Young, pero un aumento significativo en la tensión y deformación a rotura, y, lógicamente, en el trabajo a fractura. Sin embargo, el límite de fluencia no varió.

Queda claro que para optimizar el comportamiento mecánico del PEUAPM no reforzado hay que llegar a un equilibrio entre los valores del módulo elástico, punto de fluencia y punto de rotura, ya que son igual de importantes. En este caso, para el MG003 sin reforzar, la temperatura óptima de conformación estaría comprendida entre T_{base}+15 °C y T_{base}+20 °C.

Veamos ahora cómo varían los parámetros mecánicos obtenidos en los ensayos de tracción uniaxial para PEUAPM reforzado con diferentes concentraciones de fibras y conformado a T_{base} :

MG003 + CHF T_{base} , T_{min}	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	TENSIÓN FLUENCIA ING. (MPa)	DEF. FLUENCIA ING. %	TENSIÓN ROTURA ING. (MPa)	DEF. ROTURA ING. %	TENSIÓN ROTURA REAL (MPa)	DEF. ROTURA REAL %	ÁREA CURVA REAL (MPa)
% fibras								
-	233 ± 5	23 ± 1	26 ± 1	34 ± 2	333 ± 41	150 ± 22	146 ± 10	93 ± 14
C1	205 ± 4	24 ± 1	26 ± 2	30 ± 1	220 ± 11	96 ± 4	116 ± 3	57 ± 3
C3	212 ± 6	25 ± 1	26 ± 1	28 ± 1	60 ± 2	45 ± 1	47 ± 1	14 ± 1
C5	217 ± 9	-	-	28 ± 1	22 ± 2	34 ± 2	20 ± 2	5 ± 1

Tabla 4.2. Efecto del refuerzo con fibras de PEUAPM en las propiedades mecánicas de homocompuestos consolidados a T_{base} .

A medida que aumentamos el porcentaje de fibra, vemos que el punto de fluencia aumenta ligeramente, excepto en el caso de la concentración más alta. También se observaron valores de tensión y deformación a rotura, y por tanto de tenacidad, gradualmente decrecientes para contenidos de fibra crecientes. Esto se debe muy probablemente a una deficiente adhesión entre la matriz y las fibras a esta temperatura de consolidación, que hace que el material reforzado presente un comportamiento frágil. Este problema se puede mejorar previsiblemente aumentando ligeramente la T^a de consolidación.

Por tanto, podemos afirmar que la adición gradual de fibras mejora el comportamiento elástico del material pero, debido probablemente a una mala consolidación de las fibras con la matriz, se disminuye la resistencia y deformación a rotura. Como hemos comentado antes, habrá que buscar la temperatura de consolidación óptima y establecer un equilibrio entre las citadas propiedades.

En las curvas ingenieriles tensión-deformación de los materiales reforzados y consolidados a T_{base} se manifiesta la transición dúctil-frágil a medida que se incorpora mayor cantidad de fibra de PEUAPM (Figura 16). Así, el material reforzado con la mayor concentración de fibras rompe sin apenas salir del régimen elástico de deformación.

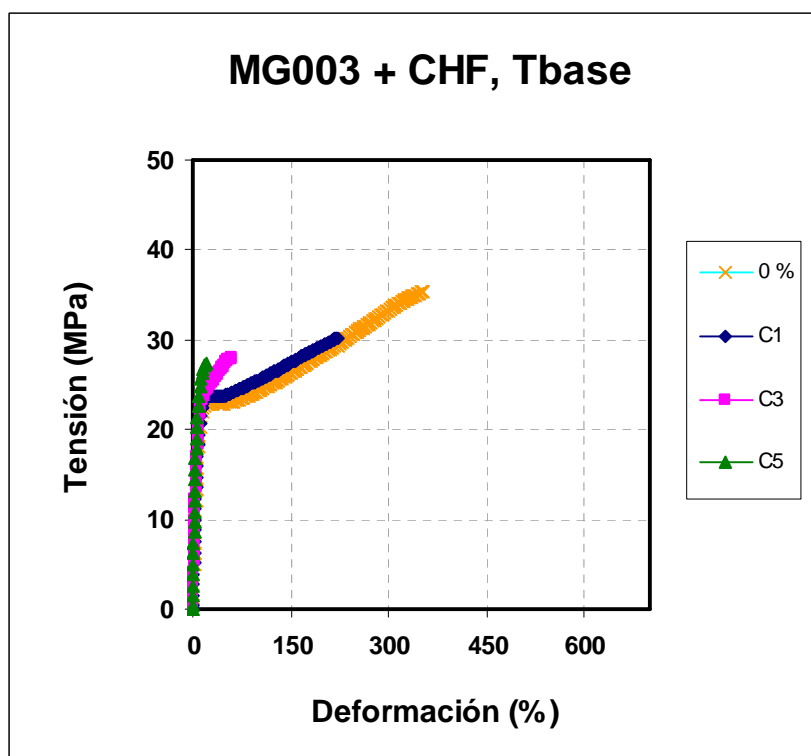


Figura 16. Curvas ingenieriles tensión-deformación para materiales reforzados con diferentes contenidos de fibra y consolidados a T_{base} .

Intentando mejorar las muestras anteriores en cuanto a las propiedades rotura, se aumentó la T^a de conformado hasta $T_{base}+15\text{ }^{\circ}\text{C}$.

MG003 + CHF $T_{base}+15\text{ }^{\circ}\text{C}$ T_{min}	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	TENSIÓN FLUENCIA ING. (MPa)	DEF. FLUENCIA ING. %	TENSIÓN ROTURA ING. (MPa)	DEF. ROTURA ING. %	TENSIÓN ROTURA REAL (MPa)	DEF. ROTURA REAL %	ÁREA CURVA REAL (MPa)
% fibras								
-	214 ± 6	23 ± 1	26 ± 2	48 ± 3	635 ± 45	351 ± 44	199 ± 7	210 ± 24
C1	140 ± 5	23 ± 1	28 ± 1	47 ± 1	572 ± 24	319 ± 21	191 ± 4	193 ± 12
C2	146 ± 9	24 ± 1	31 ± 1	44 ± 1	530 ± 46	283 ± 34	184 ± 7	175 ± 20
C3	153 ± 3	24 ± 1	30 ± 1	41 ± 1	466 ± 32	235 ± 21	173 ± 6	148 ± 14
C4	139 ± 7	24 ± 1	30 ± 1	39 ± 1	402 ± 16	197 ± 9	161 ± 3	125 ± 7

Tabla 4.3. Efecto del refuerzo con fibras de PEUAPM en las propiedades mecánicas de homocompuestos consolidados a $T_{base}+15\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Se observó una fuerte disminución (~50%) del módulo de Young en los materiales reforzados, así como un ligero aumento en la tensión de fluencia al incrementar la cantidad de fibras. La pérdida de módulo elástico nos induce a pensar que a esta temperatura se haya llegado a fundir parte de las fibras. Al igual que en el caso anterior, también se registró una disminución gradual en la tensión y la deformación a rotura. No obstante, se debe notar que los valores de rotura son bastantes más altos que para la consolidación a T_{base} , posiblemente porque aún habiendo fundido parte de las fibras se ha logrado una cierta interacción matriz-fibra.

Las curvas ingenieriles típicas para los materiales reforzados y consolidados a $T_{base}+15^{\circ}\text{C}$ (Figura 17) confirman el comportamiento dúctil que sugerían los valores resumidos en la Tabla 4.3.

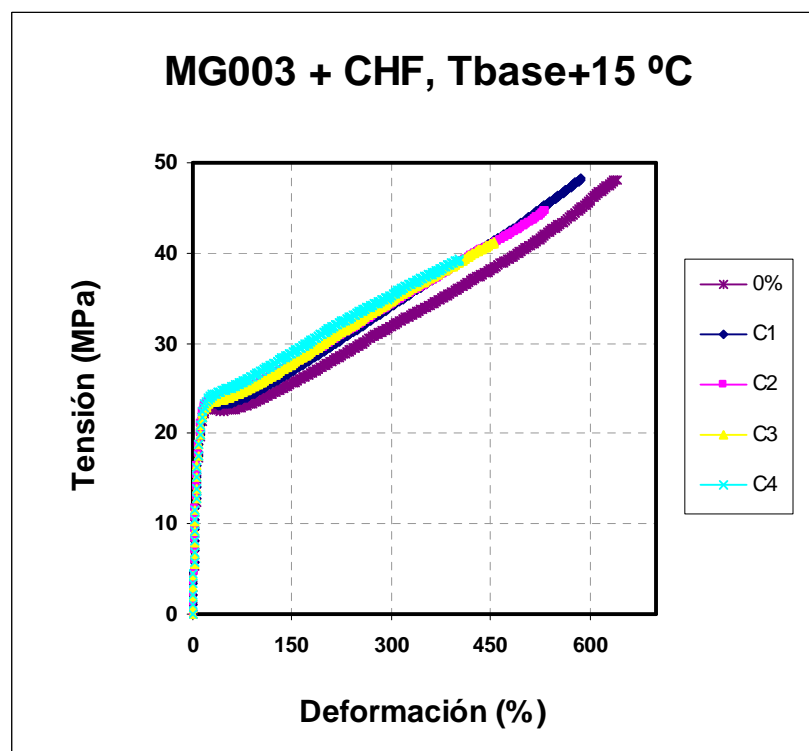


Figura 17. Curvas ingenieriles tensión-deformación para materiales reforzados con diferentes contenidos de fibra y consolidados a $T_{base}+15^{\circ}\text{C}$.

Vayamos ahora a la optimización más fina de la temperatura de consolidación. Para conseguir este objetivo nos concentramos en porcentajes de fibra relativamente bajos: C1 y C3, y se consolidaron discos en un rango de temperaturas desde T_{base} y $T_{base}+20^{\circ}\text{C}$. Dentro de este rango de temperaturas de conformado y para la concentración de fibras C1, el

módulo elástico disminuyó en mayor medida cuanto más alta fue la temperatura de consolidación (*Tabla 4.4*). Por el contrario, las propiedades de rotura aumentaron a medida que el conformado se realizó a mas altas temperaturas. Puesto que buscamos un equilibrio entre las propiedades en el régimen elástico y las propiedades de rotura, la temperatura de conformado óptima se sitúa entre $T_{base}+5\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $T_{base}+7\text{ }^{\circ}\text{C}$.

MG003 + CHF C1, T min	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	TENSIÓN FLUENCIA ING. (MPa)	DEF. FLUENCIA ING. %	TENSIÓN ROTURA ING. (MPa)	DEF. ROTURA ING. %	TENSIÓN ROTURA REAL (MPa)	DEF. ROTURA REAL %	ÁREA CURVA REAL (MPa)
T ^a consolidación								
T _{base}	205 ± 4	24 ± 1	26 ± 2	30 ± 1	220 ± 11	96 ± 4	116 ± 3	57 ± 3
T _{base} +5 °C	189 ± 5	24 ± 1	33 ± 4	40 ± 1	439 ± 6	213 ± 6	168 ± 1	134 ± 3
T _{base} +7 °C	158 ± 3	24 ± 1	30 ± 4	41 ± 2	430 ± 36	216 ± 10	167 ± 4	135 ± 11
T _{base} +10 °C	138 ± 3	23 ± 1	28 ± 3	47 ± 1	568 ± 12	312 ± 7	190 ± 2	190 ± 4
T _{base} +15 °C	140 ± 5	23 ± 1	28 ± 1	47 ± 1	572 ± 11	319 ± 13	191 ± 4	193 ± 12
T _{base} +20 °C	129 ± 2	24 ± 1	26 ± 1	48 ± 2	592 ± 13	336 ± 9	193 ± 4	203 ± 9

Tabla 4.4. Efecto del aumento de la temperatura de consolidación en las propiedades mecánicas de homocompuestos de PEUAPM reforzados con C1 % de fibra.

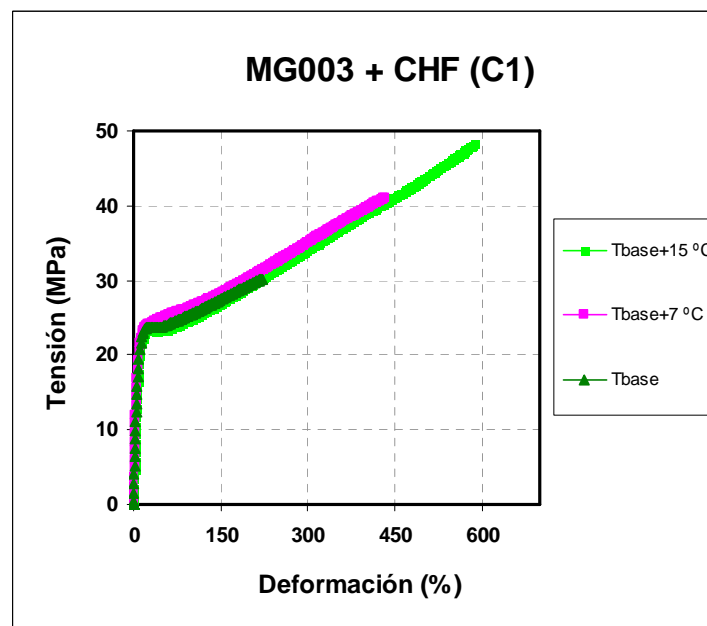


Figura 18. Curvas ingenieriles tensión-deformación para materiales reforzados con C1 % de fibra y consolidados a diferentes temperaturas.

Para el caso de la optimización de la temperatura de consolidación para materiales reforzados con C3 % de fibras, el rango de temperaturas de consolidación fue algo más estrecho, de T_{base} a $T_{base}+15\text{ }^{\circ}\text{C}$, y con menos puntos estudiados (*Tabla 4.5*):

MG003 + CHF C3, T_{min}	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	TENSIÓN FLUENCIA ING. (MPa)	DEF. FLUENCIA ING. %	TENSIÓN ROTURA ING. (MPa)	DEF. ROTURA ING. %	TENSIÓN ROTURA REAL (MPa)	DEF. ROTURA REAL %	ÁREA CURVA REAL (MPa)
T^a consolidación								
T_{base}	212 ± 6	25 ± 1	26 ± 1	28 ± 1	60 ± 2	45 ± 1	47 ± 1	14 ± 1
$T_{base}+9\text{ }^{\circ}\text{C}$	160 ± 4	25 ± 1	33 ± 5	37 ± 2	364 ± 20	172 ± 20	153 ± 9	111 ± 15
$T_{base}+15\text{ }^{\circ}\text{C}$	153 ± 3	24 ± 1	30 ± 1	41 ± 1	466 ± 30	234 ± 21	173 ± 6	148 ± 14

Tabla 4.5. Efecto del aumento de la temperatura de consolidación en las propiedades mecánicas de homocompuestos de PEUAPM reforzados con C3 % de fibra.

Con esta concentración de fibra el mejor balance de propiedades se obtuvo para el material consolidado a $T_{base}+9\text{ }^{\circ}\text{C}$, ya que presenta un punto de fluencia alto respecto al material sin reforzar, y un módulo elástico y propiedades de rotura relativamente altas (*Tabla 4.5 y Figura 19*). A la vista de los resultados del material consolidado a $T_{base}+15\text{ }^{\circ}\text{C}$, que presenta mejores propiedades a rotura pero también un ligero descenso en módulo de Young y tensión de fluencia, la temperatura de consolidación óptima podría estar en torno a $T_{base}+10\text{ }^{\circ}\text{C}$.

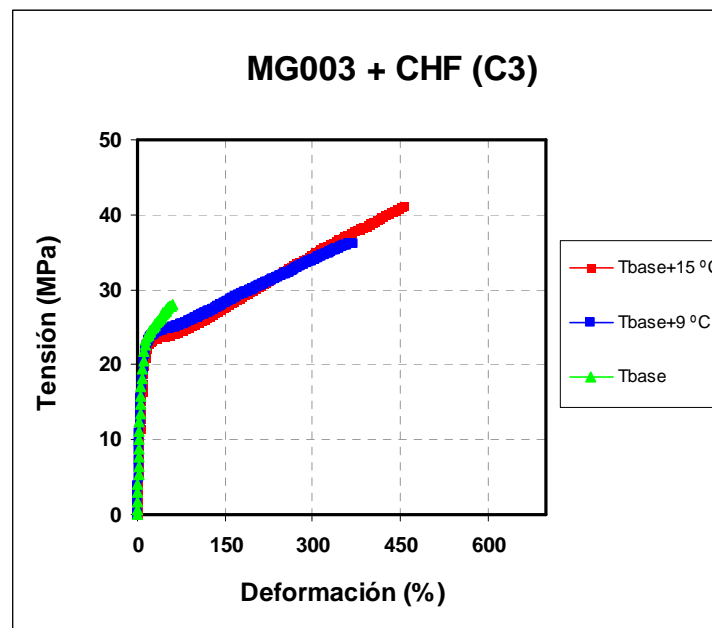


Figura 19. Curvas ingenieriles tensión-deformación para materiales reforzados con C3 % de fibra y consolidados a diferentes temperaturas.

Por último, también se consolidaron compuestos con una variedad diferente de polietileno, EASY-XL, que es una resina de peso molecular más bajo que la MG003. Este material se mostró mucho más tenaz que el PEUAPM MG003, siendo su elongación a rotura mucho más alta que la del MG003, aunque no así su tensión de rotura (*Figura 20*). Esto es así aun siendo la temperatura de conformado del MG003 un tanto mayor. Este comportamiento se explica en base al menor peso molecular de la resina EASY-XL. Como curiosidad podemos añadir que el material EASY-XL después del régimen elástico registró un valle notablemente más pronunciado que el observado en probetas de polietileno MG003, en el que se aprecia simplemente un punto de inflexión en la curva.

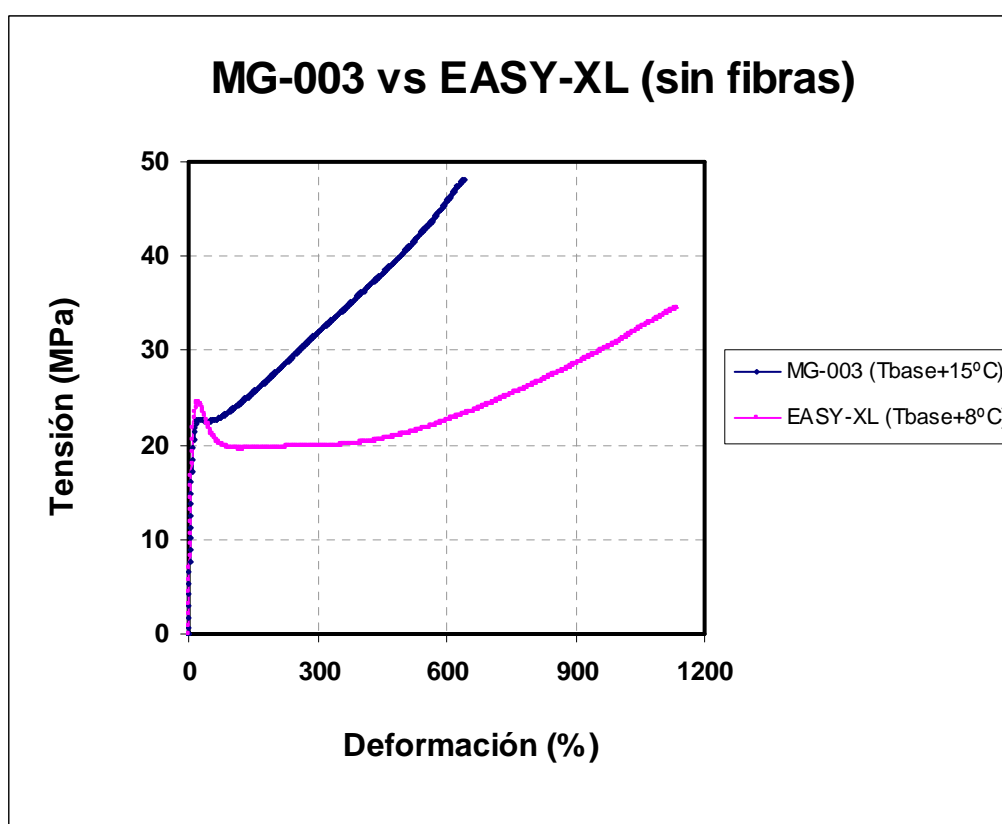


Figura 20. Curvas ingenieriles tensión-deformación para materiales MG003 y EASY- XL no reforzados.

La concentración de fibra de PEUAPM elegida para el refuerzo de la resina Easy XL fue del C4 %, y se consolidaron discos de este material reforzado a dos temperaturas de consolidación. Las propiedades mecánicas de este compuesto se compararon con las del material sin reforzar. En el material reforzado, se apreció un notable descenso en la tensión y deformación a rotura con la adición de fibra, especialmente acusado para la temperatura de consolidación más baja (*Tabla 4.7*). Esto pudo ser debido a una insuficiente adhesión de las

fibras a la resina. Sin embargo, a $T_{base}+8\text{ }^{\circ}\text{C}$ tenemos un material mejor consolidado y con mejores propiedades, como se puede observar en la *figura 21*.

EASY-XL+ CHF, T min		MÓDULO DE YOUNG (MPa)	TENSIÓN FLUENCIA ING. (MPa)	DEF. FLUENCIA ING. %	TENSIÓN ROTURA ING. (MPa)	DEF. ROTURA ING. %	TENSIÓN ROTURA REAL (MPa)	DEF. ROTURA REAL %	ÁREA CURVA REAL (MPa)
T ^a	%								
$T_{base}+8\text{ }^{\circ}\text{C}$	-	130 ± 7	24 ± 1	21 ± 1	33 ± 3	1089 ± 100	397 ± 66	247 ± 9	258 ± 33
$T_{base}+8\text{ }^{\circ}\text{C}$	C4	102 ± 6	25 ± 1	28 ± 1	22 ± 1	347 ± 42	97 ± 7	150 ± 10	80 ± 10
T_{base}	C4	141 ± 7	-	-	30 ± 1	50 ± 2	45 ± 2	40 ± 1	13 ± 1

Tabla 4.7. Efecto del refuerzo con fibra de PEUAPM y de la temperatura de consolidación en las propiedades mecánicas de compuestos de EASY-XL.

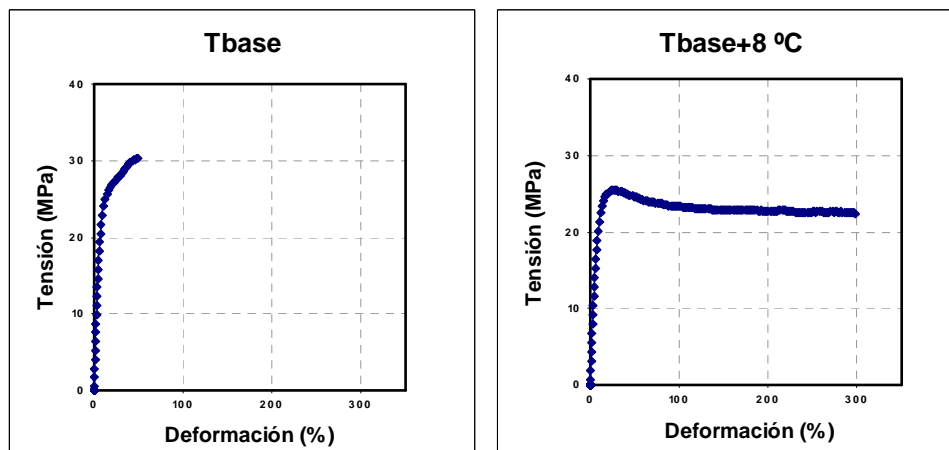


Figura 21. Curvas ingenieriles tensión-deformación para compuestos EASY-XL reforzados con C4%de fibra de PEUAPM y consolidados a diferentes temperaturas.

5. ENSAYOS DE COMPRESIÓN UNIAXIAL:

El análisis de los datos de compresión se va a realizar de modo similar al presentado en la sección sobre los ensayos de tracción uniaxial. Todas las gráficas que se incluyen en este apartado son curvas tensión deformación **reales**, es decir, tienen en cuenta la variación de área en la zona de aplicación de esfuerzo y se han obtenido aplicando las ecuaciones que aparecen en la parte de materiales y métodos.

En primer lugar, se compararon las propiedades a compresión uniaxial de la resina MG003 consolidada a distintas temperaturas (*Tabla 5.1*). Como ya es habitual, el parámetro de conformado que permanece constante, aparecerá sombreado de azul en la parte superior izquierda de la tabla:

MG003 (sin reforzar) T min	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	TENSIÓN REAL MÁXIMA (MPa)	DEF. REAL MÁXIMA (MPa)	DEF. PLÁSTICA MÁXIMA (%)	ÁREA BAJO CICLO 1 (MPa)	ÁREA BAJO CICLO 10 (MPa)
Tª consolidación						
T_{base}	344 ± 9	38 ± 1	44 ± 1	28 ± 1	960 ± 9	145 ± 5
T_{base}+15 °C	304 ± 8	37 ± 1	46 ± 1	29 ± 1	957 ± 8	159 ± 4
T_{base}+20 °C	337 ± 8	37 ± 1	48 ± 1	29 ± 1	952 ± 4	160 ± 4

Tabla 5.1. Parámetros mecánicos obtenidos de las curvas de compresión uniaxial de PEUAPMs MG003 no reforzados y consolidados a diferentes temperaturas.

Se puede afirmar que con el aumento en la temperatura de consolidación la tensión real máxima disminuye ligeramente, mientras que la deformación real máxima y la deformación plástica máxima aumentan, aunque de modo ligero. En cuanto al área bajo el ciclo 1 disminuye, pero el área bajo el ciclo 10 aumenta. Los valores de módulo elástico obtenidos no marcan una tendencia definida.

Tras la caracterización del polímero no reforzado, se estudiaron las propiedades de compresión de compuestos reforzados con la concentración de fibra más baja. En concreto, se obtuvieron resultados para un barrido amplio de temperaturas con intención de realizar una optimización fina de la temperatura de consolidación.

MG003 + CHF (C1) T min	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	TENSIÓN REAL MÁXIMA (MPa)	DEF. REAL MÁXIMA (MPa)	DEF. PLÁSTICA MÁXIMA (%)	ÁREA BAJO CICLO 1 (MPa)	ÁREA BAJO CICLO 10 (MPa)
Tª consolidación						
T_{base}	386 ± 8	39 ± 1	39 ± 1	24 ± 1	866 ± 59	130 ± 4
T_{base}+5 °C	310 ± 6	37 ± 1	45 ± 1	28 ± 1	903 ± 9	148 ± 5
T_{base}+7 °C	315 ± 5	37 ± 1	46 ± 1	28 ± 1	898 ± 6	154 ± 4
T_{base}+9 °C	345 ± 8	38 ± 1	44 ± 1	27 ± 1	907 ± 8	149 ± 6
T_{base}+10 °C	310 ± 9	37 ± 1	46 ± 1	28 ± 1	904 ± 8	148 ± 5
T_{base}+15 °C	308 ± 9	35 ± 1	48 ± 1	30 ± 1	942 ± 10	160 ± 5
T_{base}+20 °C	320 ± 8	36 ± 1	48 ± 1	29 ± 1	938 ± 5	166 ± 4

Tabla 5.2. Parámetros mecánicos obtenidos de las curvas de compresión uniaxial de PEUAPMs MG003 reforzados con la concentración de fibra más baja y consolidados a diferentes temperaturas.

A la vista de los resultados expuestos en la *Tabla 5.2*, el compuesto consolidado a T_{base}+9°C presentó una combinación mejor de propiedades, ya que el módulo elástico, y la tensión real máxima se situaron entre los valores más altos, y, por otra parte, la deformación real máxima y la deformación plástica máxima registraron los valores más bajos, si exceptuamos el material consolidado a T_{base}. Ya se ha visto que las propiedades de tracción uniaxial de este último material confirmaron un comportamiento frágil, con toda seguridad asociado a una consolidación insuficiente. En lo que respecta al área bajo el ciclo 1 y bajo el ciclo 10 se observó una tendencia a aumentar en ambas con la temperatura de consolidación.

En tercer lugar, se estudiaron los efectos de la adición de cantidades crecientes de fibra en compuestos de PEUAPM consolidados a la misma temperatura ($T_{base}+5\text{ }^{\circ}\text{C}$).

MG003 + CHF $T_{base}+5\text{ }^{\circ}\text{C}$ T_{min}	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	TENSIÓN REAL MÁXIMA (MPa)	DEF. REAL MÁXIMA (MPa)	DEF. PLÁSTICA MÁXIMA (%)	ÁREA BAJO CICLO 1 (MPa)	ÁREA BAJO CICLO 10 (MPa)
% fibras						
C1	310 ± 6	37 ± 1	45 ± 1	28 ± 1	903 ± 9	148 ± 5
C2	285 ± 6	36 ± 1	50 ± 1	31 ± 1	982 ± 17	174 ± 5
C5	226 ± 7	40 ± 1	42 ± 1	26 ± 1	850 ± 23	152 ± 4
C7	296 ± 7	42 ± 1	35 ± 3	23 ± 1	419 ± 26	47 ± 4

Tabla 5.3. Parámetros mecánicos obtenidos de las curvas de compresión uniaxial de PEUAPMs MG003 reforzados con diferentes concentraciones de fibra y consolidados a la misma temperatura.

Se registró un descenso en el módulo elástico al añadir crecientes concentraciones de fibra, aunque la tendencia pareció invertirse ligeramente para la concentración más alta (Tabla 5.3). Por otra parte, la tensión real máxima se incremento con el contenido de fibras, mientras que la deformación real máxima y la deformación plástico máxima tomaron valores máximos para la concentración de C2 %, pero disminuyeron al añadir más fibras. Las áreas bajo los ciclos 1 y 10 disminuyeron con la concentración de fibra a partir del máximo encontrado para el C2 % de fibra. Estos resultados sugieren que el porcentaje óptimo de fibras en estos compuestos debe estar en torno al C2 % de fibra. El aspecto típico de las curvas de compresión para estos materiales se presenta en la Figura 22.

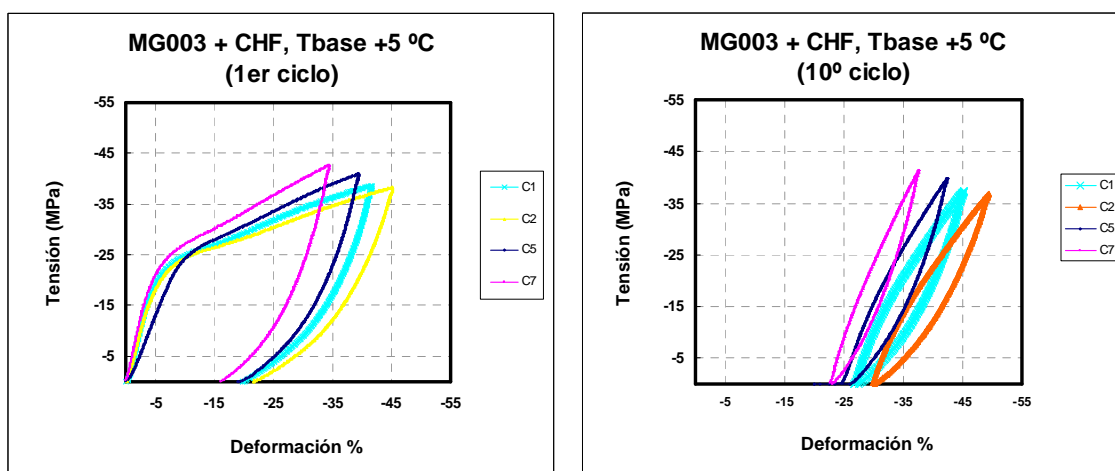


Figura 22. Curvas reales tensión-deformación en compresión uniaxial para compuestos reforzados con cantidades crecientes de fibra de PEUAPM y consolidados a idéntica temperatura.

En el intento de encontrar la temperatura de consolidación óptima para los homocompuestos de PEUAPM, se realizaron experimentos con compuestos preparados con diferentes concentraciones de fibra, pero consolidados a la temperatura óptima ($T_{base}+9\text{ }^{\circ}\text{C}$) encontrada en base a los resultados de previos de tracción uniaxial y compresión uniaxial (Tabla 5.4).

MG003 + CHF $T_{base}+9\text{ }^{\circ}\text{C}$ T_{min}	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	TENSIÓN REAL MÁXIMA (MPa)	DEF. REAL MÁXIMA (MPa)	DEF. PLÁSTICA MÁXIMA (%)	ÁREA BAJO CICLO 1 (MPa)	ÁREA BAJO CICLO 10 (MPa)
% fibras						
C1	345 ± 6	38 ± 1	44 ± 1	27 ± 1	907 ± 8	149 ± 5
C2	280 ± 6	36 ± 1	49 ± 1	30 ± 1	943 ± 12	159 ± 5
C3	329 ± 7	42 ± 1	36 ± 1	22 ± 1	710 ± 11	110 ± 4
C5	340 ± 7	45 ± 1	28 ± 3	16 ± 1	494 ± 9	78 ± 4
C6	403 ± 7	47 ± 1	25 ± 3	14 ± 1	415 ± 7	57 ± 4

Tabla 5.4. Parámetros mecánicos obtenidos de las curvas de compresión uniaxial de PEUAPMs MG003 reforzados con diferentes concentraciones de fibra y consolidados a idéntica temperatura.

En esta segunda comparativa, podemos confirmar las buenas propiedades que confiere una concentración entre el C2 - C3 % de fibras. Para estas concentraciones se obtienen, simultáneamente, módulos elásticos y tensiones reales máximas no demasiado bajos y valores de deformación real máxima y deformación plástica máxima no muy altos. También los valores del área bajo la curva en los ciclos 1 y 10 se sitúan entre los más altos, especialmente para el C2.

Finalmente, se van a presentar las curvas correspondientes a compuestos reforzados con una alta concentración de fibras y consolidados a diferentes temperaturas (Figura 23). Vemos que especialmente a la temperatura de consolidación óptima, $T_{base}+9\text{ }^{\circ}\text{C}$, la curva sugiere un comportamiento más resistente (mayor tensión real máxima, y menor deformación real máxima y deformación plástica máxima) y de menor ductilidad.

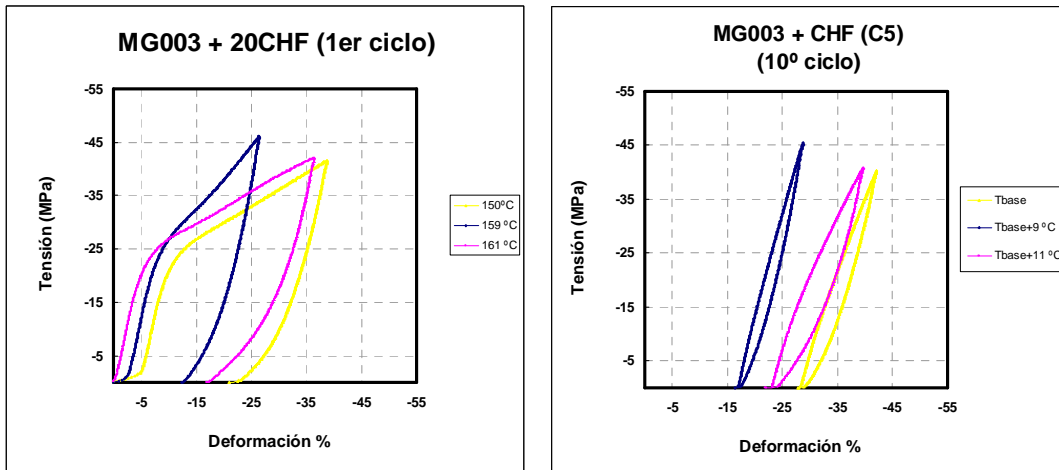


Figura 23. Curvas tensión-deformación de compresión uniaxial para compuestos de PEUAPM reforzados con C5 de fibra y consolidados a temperaturas diferentes.

Por último, se realizó un estudio preliminar de la influencia de refundidos posteriores a la consolidación ($T_{base}+5\text{ }^{\circ}\text{C}$) en el comportamiento a compresión de compuestos reforzados al C5 (Figura 24). En este caso, y prácticamente de forma independiente a la temperatura de refundido, todos los materiales mostraron un comportamiento similar a compresión. No obstante, se debe destacar un aumento de la ductilidad (deformación real máxima y deformación plástica máxima) en el compuesto refundido a la temperatura más alta.

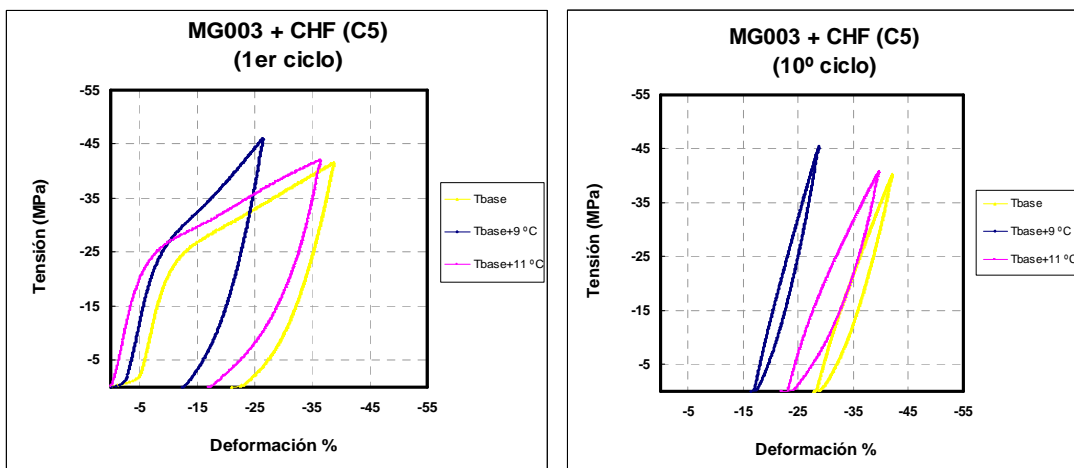


Figura 24. Curvas tensión-deformación de compresión uniaxial para compuestos de PEUAPM reforzados con C 5% de fibra y consolidados a idéntica temperatura y posteriormente refundidos a diferentes temperaturas.

También se midieron los valores de variación del área bajo cada ciclo para el homocompuesto refundido a $T_{base}+25\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Tabla 5.5). Cada ciclo al que se ve sometido el material, le hace perder tenacidad. Así vemos cómo van disminuyendo los valores del área:

Nº ciclo	ÁREAS
1	884
2	270
3	213
4	189
5	176
6	168
7	166
8	162
9	158
10	158

Tabla 5.5. Área bajo cada ciclo de compresión uniaxial para PEUAPMs MG003 reforzados con C5 de fibra, consolidados a $T_{base}+5\text{ }^{\circ}\text{C}$, y posteriormente refundidos.

Por último, se realizaron experimentos de compresión uniaxial sobre compuestos de resina EASY-XL reforzados con C4 % de fibra de PEUAPM. Las curvas típicas que se obtuvieron se presentan en la Figura 25.

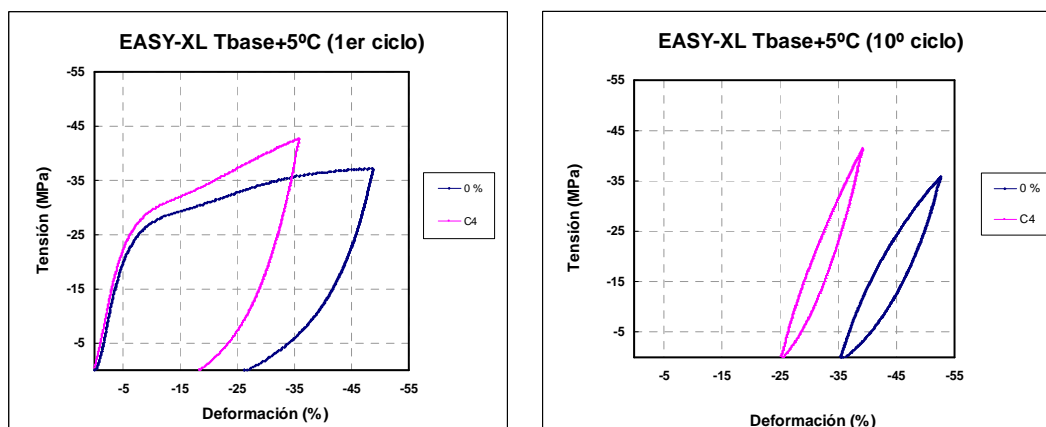


Figura 25. Curvas tensión-deformación de compresión uniaxial para compuestos de EASY-XL no reforzado y reforzado con C4 % de fibra y consolidados a idéntica temperatura.

Otro aspecto interesante que nos proporciona el ensayo de compresión es la propiedad de recuperación elástica del material. Uno de los primeros ensayos se realizó con el material: MG003 + CHF (C7) a $T_{base}+5\text{ }^{\circ}\text{C}$. A continuación aparecen las medidas en mm de las probetas, antes y después del ensayo:

MEDIDAS INICIALES

diámetro 8mm						
	1	2	3	4	5	promedio
espesor	3,94	3,94	3,94	3,96	3,94	3,944
diámetro	8,12	8,04	8,12	8,08	8,04	8,08

diámetro 9mm						
	1	2	3	4	5	promedio
espesor	3,96	3,96	3,96	3,96	3,98	3,964
diámetro	9,08	9,04	8,98	9,04	9,06	9,04

MEDIDAS POSTERIORES A ENSAYO

tiempo transcurrido	diámetro 8mm		diámetro 9mm	
	e	d	e	d
0 min	3,24	8,92	3,52	9,52
15 min	3,36	8,70	3,58	9,50
30 min	3,38	8,76	3,60	9,48
45 min	3,38	8,72	3,60	9,44
1 día	3,40	8,64	3,62	9,38

Tabla 5.6. Medidas de espesor y diámetro de probetas de compresión de homocompuestos fabricados al C7 de fibra una vez ensayadas. Se registró una recuperación de la deformación observada durante el ensayo.

Cabe esperar, como así se comprobó, que después del ensayo el diámetro habrá aumentado y el espesor habrá hecho lo contrario. Una vez terminado el ensayo, la probeta inició su etapa de recuperación de la deformación. Obviamente, nunca volverá a recuperar las dimensiones iniciales, ya que no es un material perfectamente elástico, pero sus dimensiones van cambiando durante periodos de más de 24 horas hasta estabilizarse.

6. ENSAYOS DMTA:

En esta sección nos ocuparemos de la interpretación de los datos obtenidos mediante ensayos DMTA. En primer lugar, hemos establecido la hipótesis de que la técnica DMTA permitiría distinguir entre compuestos con alta adhesión matriz-baja y compuestos con baja o nula interacción matriz-fibra.

La elección de materiales a ensayar en esta parte se ha hecho en base a los resultados de tracción. Hemos supuesto que si un material presentó un balance óptimo entre sus propiedades de régimen elástico y sus valores de tensión-deformación a rotura fue debido a una buena adhesión matriz-fibra. Si, por el contrario, el punto de rotura presentó valores muy bajos, confirmando un comportamiento claramente frágil, esta evidencia fue asociada a una insuficiente interacción matriz-fibra. Esta falta de adhesión podría deberse a que la superficie de la fibra no se ha intermezclado con la resina (no hay efecto “velcro” entre los dos componentes), y que no se ha generado transcristalinidad en la frontera entre la matriz y la superficie de las fibras.

Coherentemente, se ensayaron compuestos con valores de deformación a rotura altos, medios y bajos, y se compararon sus resultados con los del polímero sin reforzar. Además, se ensayó una gama de tres materiales consolidados a una temperatura próxima a la óptima desde el punto de vista de tracción, y cuya única diferencia entre ellos fue el tiempo de conformado: T, 2T y 4T minutos.

En primer lugar vamos a analizar los resultados para un material sin refuerzo, conformado a $T_{base}+15\text{ }^{\circ}\text{C}$ y T min.

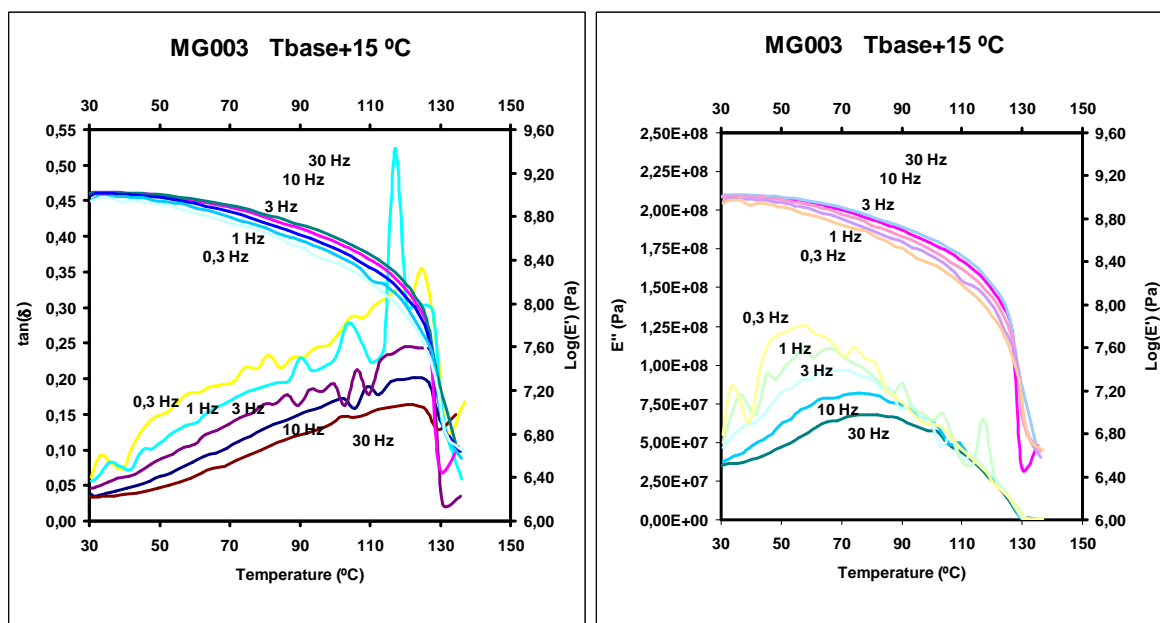


Figura 26. Dependencia del módulo de almacenaje, y el módulo y la tangente de pérdidas con la temperatura para PEUAPM no reforzado.

El logaritmo del módulo de almacenaje, $\text{Log}(E')$, descendió a medida que la temperatura iba aumentando. A temperaturas comprendidas entre 110 °C y 140 °C este descenso se volvió mucho más pronunciado, cayendo casi en picado (*Figura 26*). Este cambio de pendiente en $\text{Log}(E')$ indica que existe una relajación del material, es decir, que algunos elementos microestructurales que antes eran rígidos, ahora han adquirido cierta movilidad. En este caso, se trata de la relajación alfa que se asocia a la fusión de los cristales del polietileno. En la curva de tangente de pérdidas, también se aprecia esta relajación en forma de picos con máximos próximos a 130 °C, mientras que en el módulo de perdidas, E'' , el máximo de la curva se traslada hacia temperaturas comprendidas entre 50-90 °C.

En el caso de compuestos reforzados con una concentración relativamente alta de fibras y con un comportamiento frágil en los ensayos de tracción uniaxial, se observaron algunas diferencias frente al polímero no reforzado. El módulo elástico fue ligeramente más alto al inicio del experimento, pero el descenso a altas temperaturas de esta propiedad fue mucho menos acusado que en el material sin reforzar, con un cambio de pendiente en temperaturas próximas a 130 °C (*Figura 27*). Las curvas del módulo y la tangente de perdidas presentaron máximos ligeramente más altos que los del material sin reforzar, pero no se observaron cambios respecto a su localización en temperatura.

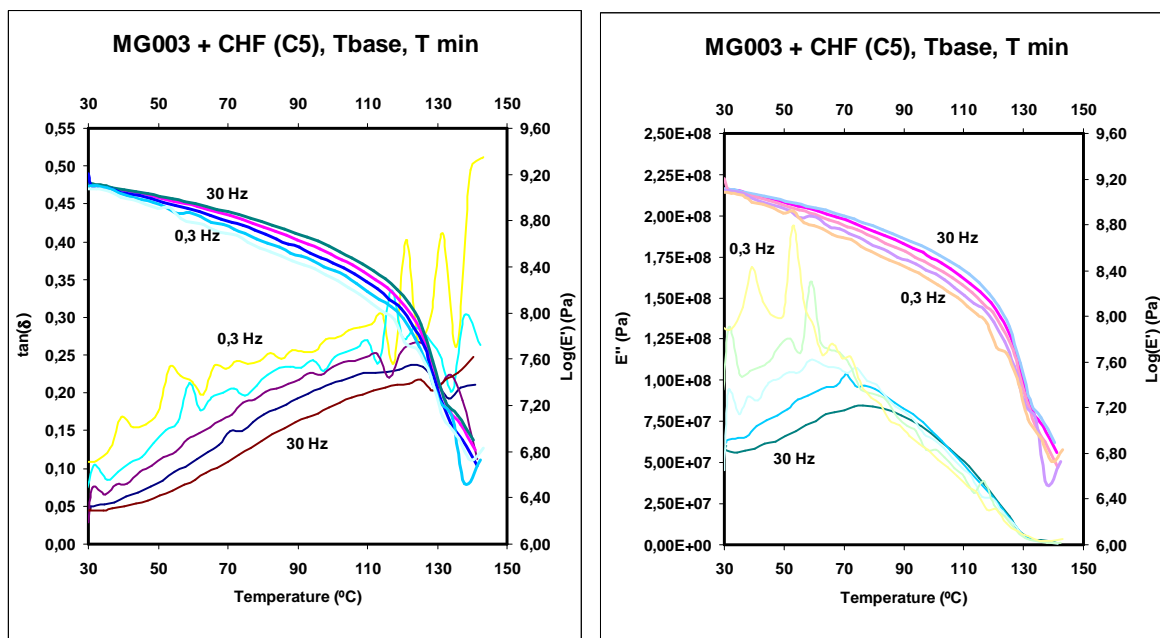


Figura 27. Dependencia del módulo de almacenaje, y el módulo y la tangente de pérdidas con la temperatura para PEUAPM reforzado con fibras (alta concentración) a condiciones no óptimas de consolidación.

Analicemos ahora los diagramas de un compuesto con concentración de fibras relativamente baja y consolidado a temperatura óptima, de modo que presente un buen balance entre propiedades elásticas y de punto de rotura. El módulo de almacenaje al inicio del experimento fue también superior al del polímero no reforzado y similar al del homocompuesto de alta concentración de fibra (*Figura 28*). También se observó un cambio de tendencia en el descenso del módulo elástico a alta temperatura, con una pendiente en la zona de 130 °C menos pronunciada que la del material consolidado insuficientemente. En las curvas de la tangente de pérdidas, observamos también una primera relajación muy clara en forma de pico y una segunda, incipiente y cercana a 140 °C. Este segundo máximo en la tangente de pérdidas podría corresponder a la relajación de los elementos microestructurales que intervienen en la generación de una zona transcristalina en la frontera entre la matriz y la superficie de las fibras. Dado que el segundo pico está resuelto de manera muy limitada, la anterior afirmación no es del todo concluyente ya que para determinar habría que estudiar un rango de temperatura más amplio, pero esto no fue posible debido a las limitaciones del equipo y de las propias muestras.

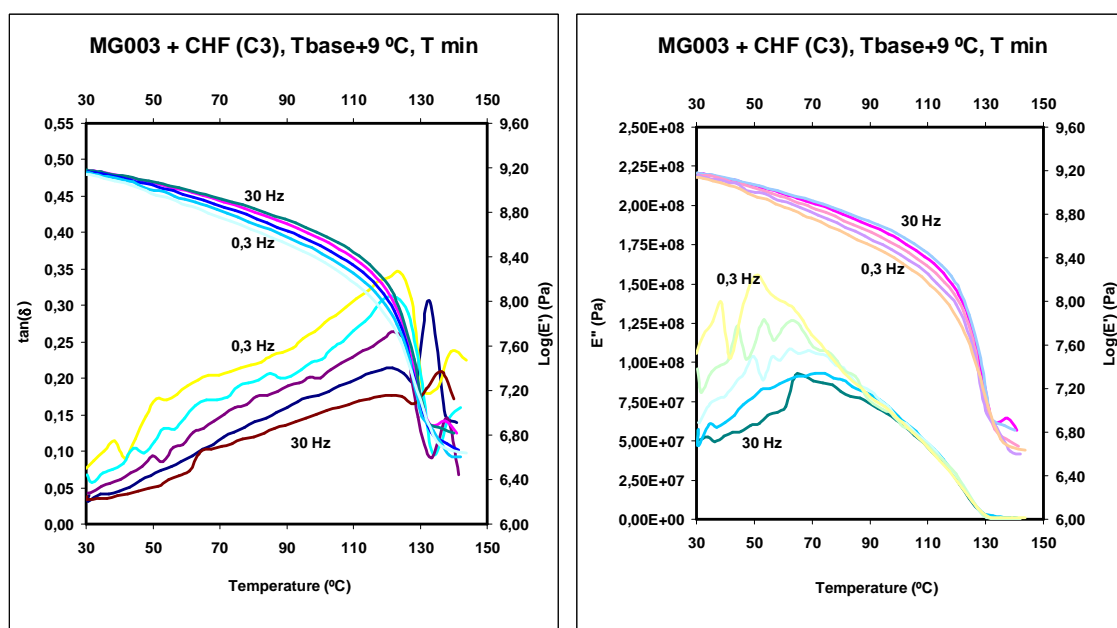
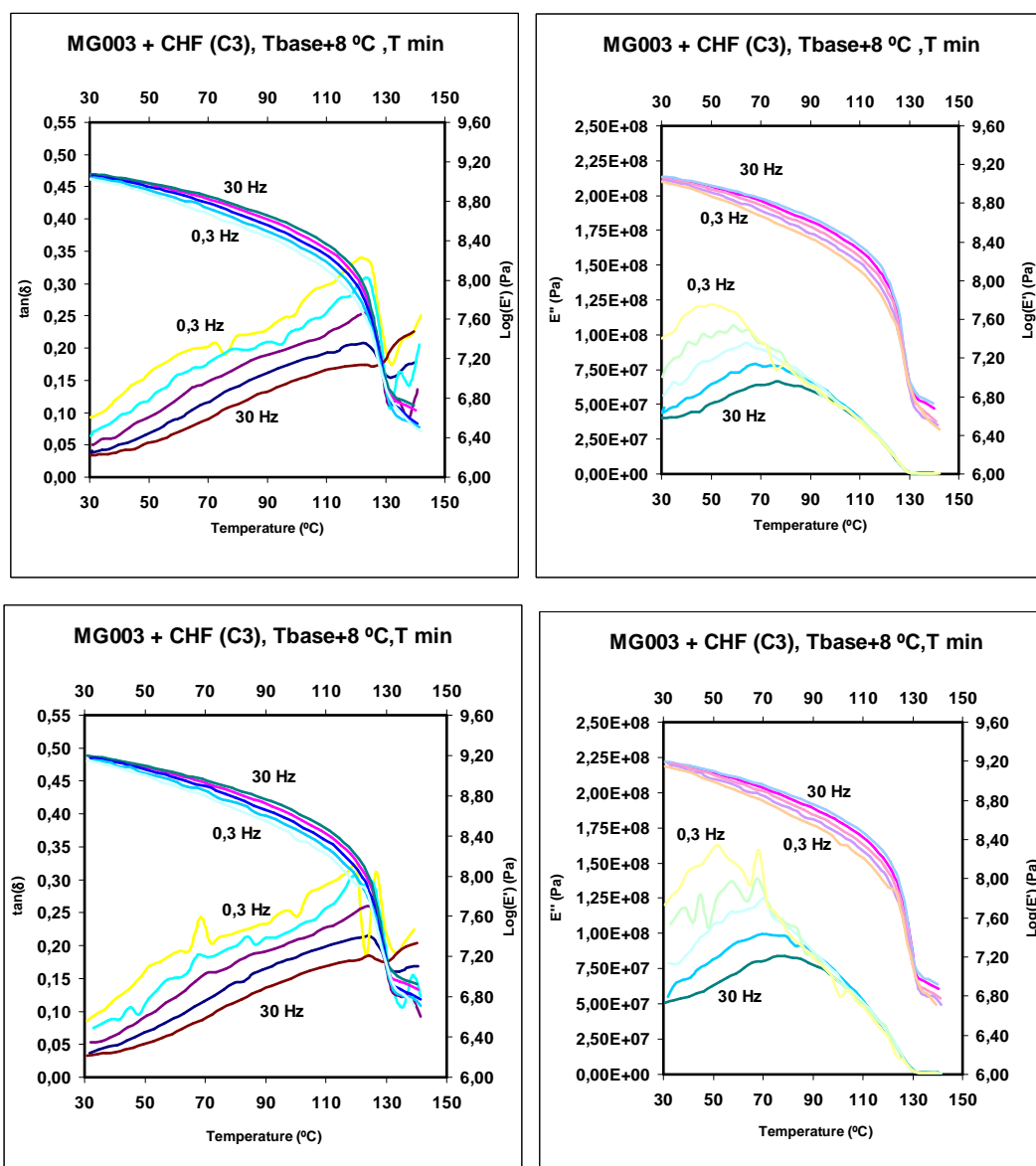


Figura 28. Dependencia del módulo de almacenaje, y el módulo y la tangente de pérdidas con la temperatura para PEUAPM reforzado con fibras (baja concentración) y consolidado a temperatura óptima durante 30 minutos.

Finalmente, se estudió el efecto del tiempo de conformado para compuestos reforzados con la cantidad de fibra y la temperatura de consolidación óptimas. El material consolidado para tiempos intermedios, 60 minutos, presentó un módulo de almacenaje ligeramente

superior a los otros dos al inicio del ensayo, sugiriendo que para este tiempo y esta temperatura se produjo una mayor sinergia en la adhesión matriz-fibra. De acuerdo con esta observación, el módulo de perdidas en este caso presento valores ligeramente mayores que en los otros dos casos. En cuanto al comportamiento a temperaturas altas del módulo de almacenaje no se observaron diferencias significativas (*Figura 29*).



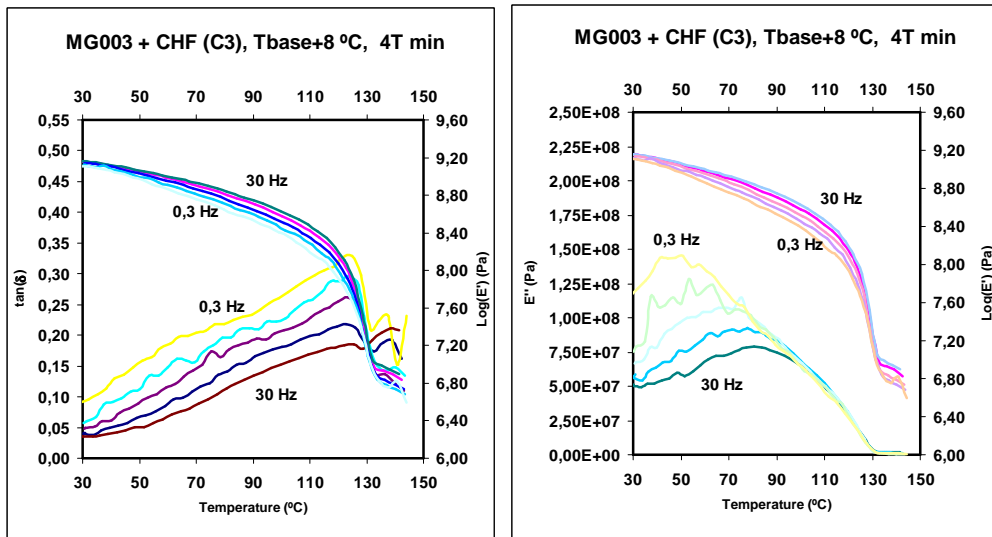


Figura 29. Dependencia del módulo de almacenaje, y el módulo y la tangente de pérdidas con la temperatura para PEUAPM reforzado con fibras (concentración C3) a condiciones óptimas de consolidación y con tiempos variables.

Un análisis interesante surge de la comparación del comportamiento de las curvas DMTA de los diferentes materiales estudiados para una misma frecuencia, por ejemplo 10 Hz (Figuras 30 y 31). Se observan con claridad los comportamientos relatados anteriormente tanto para los compuestos con alta y baja adhesión matriz-fibra en lo que respecta al módulo de almacenaje. También se vuelve a constatar la escasa influencia del tiempo de conformado en la tangente de pérdidas, pero una mayor influencia de la temperatura de consolidación en esta propiedad. Así, se observa una relajación que destaca entre las de los otros materiales, simplemente por conformar a 1 °C de temperatura más alta.

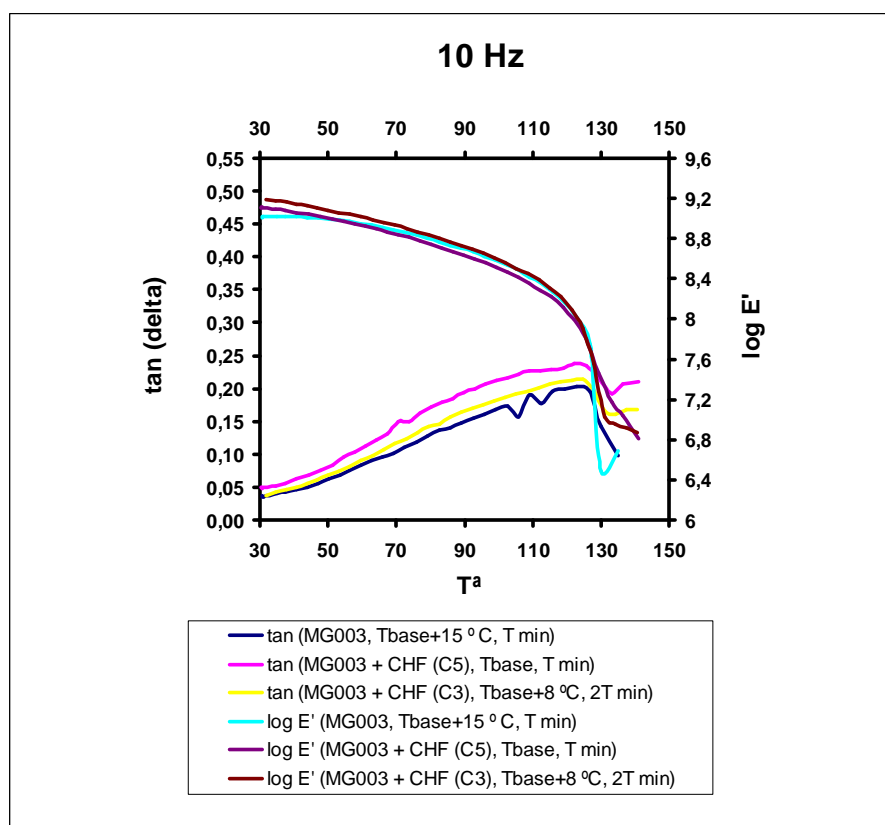


Figura 30. Dependencia del módulo de almacenaje y la tangente de pérdidas con la temperatura para PEUAPM sin reforzar, reforzado con fibras pero con consolidación insuficiente, y reforzado con consolidación óptima.

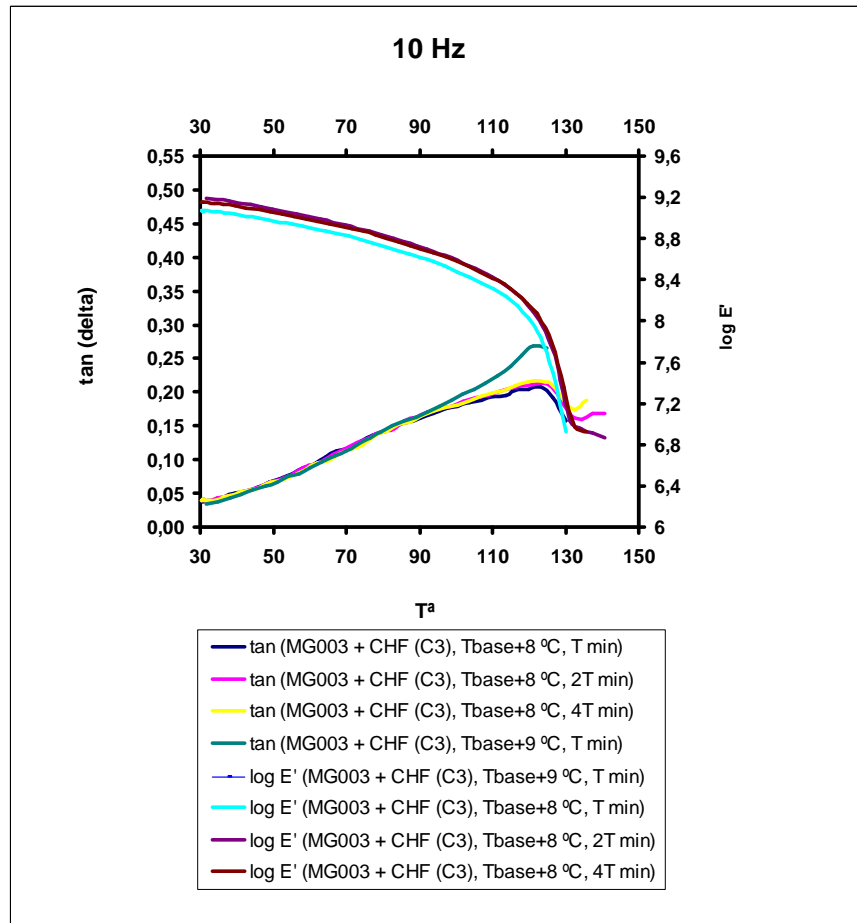


Figura 31. Dependencia del módulo de almacenaje y la tangente de pérdidas con la temperatura para PEUAPMs reforzados consolidados a temperatura óptimas y diferentes tiempos.

7. ENSAYOS DE IMPACTO:

La tenacidad al impacto del polietileno MG003 se vio afectada negativamente por la adición de fibra de PEUAPM en porcentajes mayores a C3 % para una misma temperatura de consolidación $T_{base}+5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Para la mencionada concentración, C3, la tenacidad al impacto se mantuvo en valores similares a los del polímero sin reforzar (*Tabla 7.1*). La tendencia decreciente observada al incrementar la cantidad de fibra se invirtió para la concentración más alta.

MG003 $T_{base}+5\text{ }^{\circ}\text{C}$, T min	Resistencia al impacto (kJ/m ²)
% fibras chopped	
-	55,6 ± 1,5
C3	55,7 ± 0,5
C4	39,1 ± 1,1
C5	38,7 ± 2
C7	43,5 ± 4

Tabla 7.1. Efecto de la concentración de fibra en la tenacidad al impacto de homocompuestos de PEUAPM consolidados a $T_{base}+5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Veamos ahora una comparativa similar a la anterior, pero en este caso para materiales reforzados con una misma concentración de fibra de PEUAPM, C3 %, y consolidados a diferentes temperaturas (*Tabla 7.2*).

MG003 CHF (C3), T min	Resistencia al impacto (kJ/m ²)
T ^a consolidación	
$T_{base}+5\text{ }^{\circ}\text{C}$	55,7 ± 0,5
$T_{base}+8\text{ }^{\circ}\text{C}$	50,2 ± 1,8
$T_{base}+10\text{ }^{\circ}\text{C}$	55,1 ± 1,0

Tabla 7.2. Efecto de la temperatura de consolidación en la tenacidad al impacto de homocompuestos de PEUAPM reforzados al C3 % de fibra.

Para esta concentración de fibra la tenacidad al impacto no se vio afectada significativamente y no se registró una tendencia clara al aumentar la temperatura de consolidación. Así, los materiales consolidados a las temperaturas menor y mayor presentaron la misma tenacidad, y para la temperatura intermedia la tenacidad descendió un 10%.

Por último, se estudiaron los efectos de la adición de fibra de PEUAPM en compuestos de resina EASY-XL (Tabla 7.3). Previo al estudio del refuerzo con fibra, se observó que la tenacidad al impacto del polietileno EASY-XL fue mucho más alta (un 50% más alta) que la del MG003. Este comportamiento es similar al ya descrito en los resultados de tracción uniaxial.

		Resistencia al impacto (kJ/m ²)
T_{base}+5 °C, CHF 0 %, T min	MG003	55,6 ± 1,5
	EASY-XL	75,4 ± 2,8
T_{base}+5 °C, CHF (C4), T min	MG003	39,1 ± 1,1
	EASY-XL	58,8 ± 3,7

Tabla 7.3. Efecto de la concentración de fibra y del cambio de resina en la tenacidad al impacto de homocompuestos de PEUAPM consolidados a T_{base}+5 °C

A la vista de los resultados podemos determinar que la resina de menor peso molecular, EASY-XL, tiene mejores propiedades a impacto, pero la adición de fibras sigue teniendo un efecto negativo en su tenacidad como ocurría con los compuestos de resina MG003.

8. **CONCLUSIONES:**

1. Se ha realizado la optimización del proceso de termoconformado del PEUAPM de grado médico llegando a obtener un material bien consolidado y con buenas propiedades mecánicas. Los parámetro óptimos se aproximan a: concentración de fibra C3 y $T_{base}+10\text{ }^{\circ}\text{C}$ de temperatura de conformado.

2. Se ha llevado a cabo la caracterización y comparación mediante diferentes técnicas experimentales de polietilenos comerciales, y concretamente con la técnica DMTA, se ha logrado distinguir los materiales bien consolidados, presumiblemente con una alta interacción matriz-fibra, de los de una consolidación insuficiente.

3. Los ensayos de tracción han sido las pruebas mecánicas que mejor nos han permitido organizar, distinguir y caracterizar los diferentes materiales.

4. Mediante el trabajo desarrollado en los últimos meses, he aprendido a realizar una gran variedad de ensayos mecánicos, a obtener propiedades características de materiales compuestos, y a interpretar los efectos de las condiciones de producción y refuerzo.

9. **REFERENCIAS:**

[1] - *A Primer on UHMWPE (chapter 1). UHMWPE Biomaterials Handbook.* Steven M. Kurtz.

[2] - *Composite UHMWPE Biomaterials and Fibers (chapter 17) UHMWPE Biomaterials Handbook.* Steven M. Kurtz.

[3] - *From Ethylene Gas to UHMWPE Component: The Process of Producing Orthopedic Implants (chapter 2). UHMWPE Biomaterials Handbook.* Steven M. Kurtz.

[4] - *Clinical, Surface Damage and Oxidative Performance of Poly II Tibial Inserts After Long-Term Implantation.* Francisco Medel, Steven M. Kurtz, Gregg Klein, Harlan Levine, Peter Sharkey, Matthew Austin, Matthew Kraay, & Clare M. Rimnac.

[5] - *Thermomechanical behavior of virgin and highly crosslinked ultra-high molecular weight polyethylene used in total joint replacements.* S.M. Kurtz, M.L. Villarraga, M.P. Herr, J.S. Bergstrom, C.M. Rimnac, A.A. Edidin.

[6] - *Thermal and dynamic mechanical properties of vitamin E and blended ultra high molecular weight polyethylenes.* J.A. Puértolas, M.J. Martínez Morlanes, M.D. Mariscal, F.J. Medel. *Journal of Applied Polymer Science*, 2010.

[7] - *Introducción a la medida de temperatura.* Jesús Fernando Morea Roy, Francisco Moreno Gómez, Mariano Muñoz Rodríguez. Zaragoza, Prensas Universitarias de Zaragoza, 1998.

10. AGRADECIMIENTOS:

Quisiera agradecer a Francisco J. Medel y a Javier Pascual la oportunidad que me han brindado para realizar este proyecto y aprender de ellos. También a todo el personal del Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales por haberme ayudado a realizar este proyecto.

Muchas gracias.