

FRACTURA A BAJAS VELOCIDADES DE SOLICITACIÓN DE MEZCLAS DE POLICARBONATO (PC) CON ACRILONITRILLO-BUTADIENO-ESTIRENO (ABS)

O. Santana y A.B. Martínez

Dept. de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica.
Universidad Politécnica de Cataluña
Avda. Diagonal, 647. Barcelona 08028

Resumen. Hemos estudiado las características de fractura a bajas velocidades de sollicitación en probetas SENB de mezclas PC/ABS. Aplicando la teoría de plasticidad se ha demostrado que el inicio de propagación de la grieta se presenta antes de que se alcance el colapso plástico, por lo que el uso de la línea de enromamiento queda en entredicho. Aplicando la mecánica de la fractura Elastoplástica mediante el concepto de Integral J y considerando que en este caso el enromamiento de la grieta no puede ser descrito por la blunting line, se determinó la energía necesaria para el inicio de la propagación de grieta. Se presenta un aumento sostenido en este parámetro hasta un 15 % de ABS en el sistema. Aplicando el parámetro propuesto por Will puede obtenerse una descripción global del consumo energético durante la fractura de sistemas altamente dúctiles.

Abstract: The PC/ABS blends has been studied on the SENB geometry at low strain rate (1 mm/min). Using the *Slipline theory* we have demonstrated that the onset of crack's propagation was located before the plastic collapse of the system, because of this the use of the crack blunting line to determine the J_{IC} as in metal is not appropriate. The Energy absorbed at the onset of crack propagation rice until 15 % weigh of ABS in the blends. The Will's model could be a useful quantitatively tool to describe the overall fracture process of highly ductile systems.

1. INTRODUCCIÓN

La mecánica de la fractura permite una caracterización cuantitativa de la ruptura independiente de las variables externas del ensayo. El caso más sencillo y mejor estudiado es cuando el material presenta una relación tensión-deformación lineal hasta la carga máxima, o por lo menos la desviación que se pueda presentar más allá del límite de proporcionalidad, conduce a una deformación plástica despreciable frente a la longitud de la grieta, en cuyo caso se aplican los criterios tensional (K_{IC}) y energético (G_{IC}) postulados por la Mecánica de la Fractura Elástico-Lineal (LEFM).

La situación se complica cuando la deformación plástica en la punta de la grieta no es despreciable, requiriéndose del empleo de los parámetros postulados por la Mecánica de la Fractura Elastoplástica (EPFM), siendo el más empleado, en el caso de materiales plásticos, el valor crítico de la integral de contorno J (J_{IC}).

El procedimiento experimental para determinar este parámetro fue sugerido por *Begley y Landes* [1] mediante la construcción de una curva de resistencia de crecimiento de grieta (J vs. Δa) y el uso de la línea de enromamiento (crack-blunting line) definida como:

$$J = 2\Delta a\sigma_y \quad (\text{Ec. 1})$$

donde Δa es el incremento de grieta y σ_y es la tensión uniaxial a la cedencia.

Físicamente, la integral J se define como la diferencia de energía potencial (U) entre dos cuerpos idénticos geoméricamente sometidos a una carga, que difieren solamente en la longitud de la pregrieta (entalla) existente en cada uno de ellos. En el caso de una probeta tipo SENB (single notched in bending) de espesor B, con una relación entre la longitud de entalla y ancho de probeta (a/w) de 0,5, el valor viene determinado por:

$$J = \frac{2U}{B(w-a)} \quad (\text{Ec.2})$$

La metodología para la determinación de J_{IC} ha sido estandarizada por ASTM (American Society of Test and Materials) y recientemente revisada para materiales plásticos por la ESIS, diferenciándose entre si en la determinación de los puntos experimentales aceptables para la construcción de las curvas J vs. Δa y en como definir el valor J_{IC} .

En la norma ASTM E813-81 [2], los pares de datos J- Δa válidos para el análisis se localizan entre dos líneas de exclusión paralelas a la línea de enromamiento (ec. 1) ubicadas a extensiones de grieta de 0,6 y 6 % de la longitud de ligamento ($w-a$). Los puntos seleccionados

de esta forma son ajustados a una recta, cuya intersección con la línea de enromamiento definiría el valor J_{IC} .

Una revisión posterior, realizada en 1987, sugiere que los pares de líneas de exclusión paralelas a la línea de enromamiento deben ubicarse a 0,15 y 1,5 mm de propagación de grieta, efectuando un ajuste potencial de los puntos y determinando el valor de J_{IC} como la intersección del ajuste con una línea paralela a la línea de enromamiento ubicada a 0,2 mm de extensión de grieta.

La ESIS 1991 [3] propone que los puntos seleccionados deben estar ubicados entre dos líneas de exclusión paralelas al eje donde se representa J , ubicadas a 0,05 mm y un 10 % de longitud de ligamento. Realizando el ajuste potencial de los puntos válidos, sugieren el cálculo del valor característico de J para 0,2 mm de propagación de grieta.

Es evidente que ninguno de los valores característicos sugeridos en las revisiones más recientes representan un valor de iniciación sino arbitrario que cuantifica el consumo de energía para una longitud de grieta determinada.

El punto principal de controversia lo constituye el empleo de la línea de enromamiento según la ecuación 1, ya que no ofrece una descripción correcta del proceso de enromamiento que se presenta en materiales plásticos, tal y como lo sugiere *Narisawa y Takemori* [4], *Huang y Williams* [5], entre otros.

El presente trabajo tiene como objetivo evaluar los diferentes criterios empleados en la obtención del parámetro J_{IC} en mezclas PC/ABS siguiendo los procedimientos sugeridos en los diferentes protocolos ASTM E813-81 y ESIS 1991.

Igualmente, se ha determinado el valor J_{0-CP} , empleando la metodología de curva patrón [6] basada en los planteamientos de *Narisawa y Takemori* [4], el cual consiste en crear un gráfico doble como el mostrado en la figura 2B, en el cual el eje X es la deflexión (δ) o flecha registrada en la probeta, el eje Y_1 es el valor de la carga alcanzado en cada ensayo (P) y en el eje Y_2 se representa el incremento de la grieta (Δa) observado.

En el punto en el que la línea que describe la tendencia en el incremento de grieta (Δa) se separa del eje X, se traza una perpendicular a este eje, y el punto de intersección de la recta perpendicular con la curva P- δ nos da la carga de inicio de propagación de la grieta. A partir de este valor se puede obtener el valor de J_0 cercano al de iniciación del proceso.

2. DETALLES EXPERIMENTAL

Las mezclas fueron preparadas en una inyectora a partir de un Policarbonato de Bisfenol A (PC) y un terpolime-

ro de Acrilonitrilo-Butadieno-Estireno (ABS) en el rango de composiciones PC/ABS: 95/5, 90/10, 85/15, 80/20 y 60/40.

Las probetas prismáticas obtenidas (6x13x 60 mm), fueron sometidas a un proceso de recocida durante 8 horas a 80 °C con la finalidad de relajar tensiones internas y garantizar la misma historia térmica en todas ellas. Todos los ensayos fueron realizados a temperatura ambiente (22 ± 2 °C). Posteriormente fueron realizadas entallas en forma de V con un ángulo de 45° mediante una entalladora motorizada.

Para la determinación de las curvas J- Δa se emplearon entre 10 y 20 probetas con una profundidad de entalla constante (6,5 mm) afilada mediante la indentación de una hoja de afeitar. En los ensayos adicionales del estudio de la deformación aplicando la teoría de plasticidad, se emplearon probetas con profundidad de entallas agudas variable entre 3,5 y 8 mm para obtener un total de puntos de 12.

Los ensayos fueron realizados a una velocidad de 1 mm/min, en una máquina de ensayos universales en modalidad de flexión por tres puntos marca ADAMEL DY-34 dotada de un sistema de adquisición y tratamiento de datos mediante el software AUTOTRAC v 6.0.

La determinación de la extensión de grieta se realizó sobre las superficies de fractura obtenida mediante un microscopio óptico de reflexión marca ZEISS dotado de una placa de deslizamiento calibrado. Para ello, una vez alcanzado el nivel de carga fijado, se sumergió la probeta en nitrógeno líquido y se procedió a su ruptura por impacto. La longitud de propagación se determinó como la extensión de la zona de propagación lenta de grieta gracias a la huella de color diferente que esta etapa generaba.

El valor de J cada una de las probetas se determinó de acuerdo a la siguiente ecuación que introduce una corrección por propagación de grieta en el valor de J [3]:

$$J = \frac{2U^*}{B(w-a)} \left[1 - \frac{(0,5)\Delta a}{(w-a)} \right] \quad (\text{Ec. 3})$$

3. RESULTADOS

3.1.- Aplicación de la teoría de plasticidad

Al realizar los ensayos de mecánica de la fractura, observamos que justo debajo de la entalla se generaba una zona elipsoidal blanquecina lo que nos indujo a aplicar la teoría de la plasticidad con la finalidad de analizar el campo deformacional generado durante la propagación de la grieta.

Asumiendo que el material se comporta igual tanto en tracción como en compresión, se puede definir la situación tensional en la cual el flujo plástico puede ocurrir a través de las *líneas de campo de cedencia* o *Slipline fiel*, que para la geometría SENB empleada presenta la forma de la figura 1 siempre y la relación entre el ancho de la probeta (w) y la longitud de ligamento ($w-a$) no esté por encima de 1,39, en cuyo caso el campo de cedencia retrocedería hacia la entalla y el modelo no sería confiable [7].

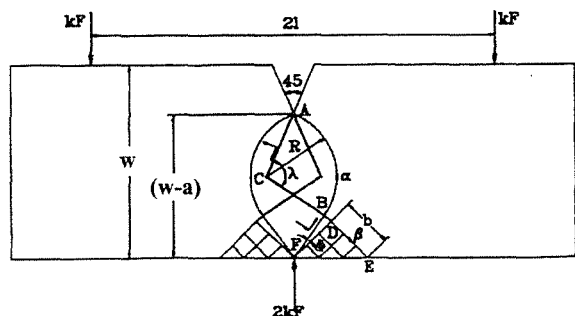


Figura 1: Esquema del Slip-line field en una probeta SENB.

Mediante las relaciones geométricas, el balance de fuerzas de acción y reacción y el balance del momento aplicado por esta fuerza, se puede llegar a relacionar la carga máxima observada en un ensayo de flexión por tres puntos en probetas con entalla aguda (SENB) y la tensión a cedencia máxima en un ensayo tensil del mismo material, mediante la siguiente relación [7]:

$$P_{\max} = \gamma \sigma_y (w - a)^2 \quad (\text{Ec. 4})$$

$$\gamma \sigma_y = \frac{2fB}{S} k \quad (\text{Ec. 5})$$

donde P_{\max} representa la carga máxima alcanzada, σ_y la tensión a la cedencia uniaxial medida a tracción, f es la relación de momentos entre una probeta sin entallar y una con entalla, que en la geometría empleada toma el valor 1,26 [7], k la tensión a cedencia en corte puro, S la distancia entre apoyos, B el espesor de la probeta, w ancho de la probeta y a longitud total de entalla. Considerando el criterio de cedencia de Tresca ($\sigma_y = 2k$), el factor γ tomaría el valor de 0,1488.

Es decir, al representar la carga máxima que alcanza el sistema durante el ensayo frente a la longitud de ligamento al cuadrado, debería dar una línea recta centrada en el origen con una pendiente igual a 0,1488 veces la tensión a cedencia en tracción uniaxial, siempre y cuando antes de la propagación de la grieta se presenta el colapso plástico del sistema.

Según la Tabla 2, las condiciones de deformación de todos los sistemas, exceptuando el PC por sus características de fractura frágil, potencialmente pudieran ser

descritas por la relación planteada en la teoría de plasticidad, dado el buen ajuste de la regresión lineal obtenido. Sin embargo el factor γ calculado a partir de las respectivas pendientes es inferior al esperado.

Tabla 2: Parámetros de ajuste de la aplicación gráfica de la ecuación 4.

Sistema	Pendiente	r^2	$\sigma_{y(\text{tracción})}$ (MPa)	γ
PC	5,4900	0,8359	57,5	0,095
PC-5	6,5539	0,9906	55,6	0,118
PC-10	6,6742	0,9929	55,2	0,121
PC-15	6,7012	0,9954	54,9	0,122
PC-20	6,4300	0,9978	52,4	0,123
PC-40	5,6574	0,9968	49,6	0,114
ABS	4,0299	0,9963	34,2	0,118

Lo anterior indicaría que la propagación de la grieta se lleva a cabo antes del colapso plástico del sistema y que a medida que el contenido de ABS incrementa el valor de la tensión para el inicio de la propagación de la grieta se aproxima al del valor para el colapso plástico de la probeta, dado el aumento, no muy significativo, del factor γ . La tendencia se ve interrumpida para la composición PC-40, poniendo de relieve una vez más el efecto de cambio morfológico que en esta se presenta [8].

3.3.- Análisis elastoplástico

La figura 2 muestra dos de las representaciones gráficas empleadas en las determinaciones del valor de la integral J al momento de iniciación de la propagación de grieta, que se recogen en la Tabla 3.

Tabla 3: Resultados obtenidos mediante el análisis elastoplástico empleando el concepto de Integral J .

Sistema	$^1J_{IC-81}$	$^1J_{0-81}$	$^1J_{IC-91}$	$^1J_{0-CP}$	$^2\Delta\delta_0$	$^2B_{,a}(w-a)$
PC-5	5,81	5,36	4,07	5,55	1,00	2,18
PC-10	5,72	5,38	4,74	6,75	1,03	3,06
PC-15	6,14	5,49	4,40	7,21	1,08	3,46
PC-20	4,57	4,06	2,16	6,65	1,10	3,14
PC-40	2,87	2,54	1,29	3,70	0,90	1,86
ABS	2,70	2,35	0,91	2,95	0,83	2,16

1: en kJ/m^2 ; 2: en mm

Para diferenciar entre los distintos parámetros hemos adoptado la siguiente notación: J_{IC-81} y J_{IC-91} corresponden a los valores de J_{IC} obtenidos empleando la línea de enrocamiento (ecuación 1) siguiendo los criterios de exclusión descritos en los protocolos ASTM E813-8 y ESIS 1991 respectivamente (figura 2A). El valor J_{0-81} corresponde a la intersección con el eje de ordenadas del ajuste lineal de los puntos válidos en la construcción

de la curva J vs. Δa según ASTM E813-81. J_{0-CP} corresponde al valor obtenido por el uso de la curva patrón (figura 2 B)

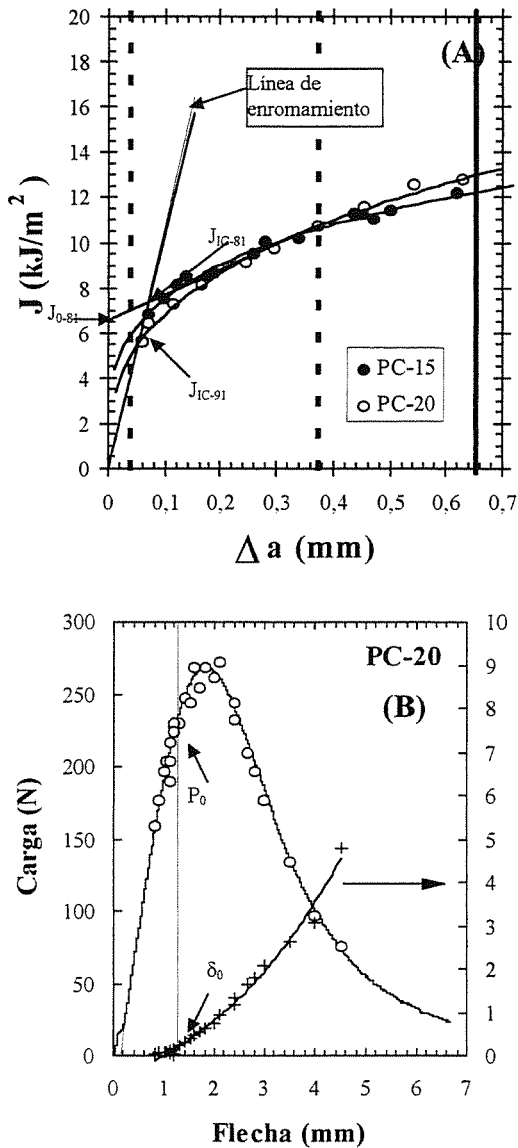


Figura 2: Ejemplos de (A) Curva J vs. Δa siguiendo los criterios de exclusión de ASTM E813-81 (- -) y ESIS 1991 (—). (B) Curva patrón.

Se observa que todas las composiciones cumplen satisfactoriamente los requerimientos dimensionales para una propagación de grieta en condiciones de deformación plana según lo establece las diferentes normas:

$$B, a, (w - a) > 25J_{IC} / \sigma_y \quad (\text{Ec. 6})$$

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La idea que sustenta el concepto de la integral J es que la deformación del material puede ser descrita por la teoría de plasticidad, donde las tensiones y deformaciones son función únicamente del punto de medida, lo cual es cierto para una grieta estacionaria sujeta a una

carga monótonica, donde las condiciones no se desvían demasiado de la proporcionalidad de la carga.

Sin embargo, para grietas en crecimiento donde existen regiones de descarga elástica y flujo plástico, el comportamiento no se describe correctamente por esta teoría, como es el caso de las mezclas en estudio. No obstante el concepto de J_{IC} ha sido empleado satisfactoriamente en sistemas de este tipo sin una justificación rigurosa.

Al comparar los valores obtenidos por los diferentes protocolos, observamos una dispersión entre los mismos, producto de los diferentes criterios de selección de puntos válidos para la construcción de las curvas J vs. Δa .

De los parámetros obtenidos, hemos considerado como el más representativo el obtenido por la metodología de la curva patrón (J_{0-CP}), procedimiento que ha dado buenos resultados en materiales de matriz poliestirénica reforzados con partículas elastoméricas [7] así como en materiales altamente dúctiles [4]

La evaluación de J_{0-CP} mediante esta técnica implica la identificación del inicio de propagación de la grieta, es decir medidas por debajo de las líneas de exclusión que se emplean en el protocolo ESIS 1991 y en la norma ASTM E813-81, obteniéndose un valor más realista del inicio de propagación de la grieta y no de forma indirecta por la linealización del conjunto propagado.

Otro punto a favor es la omisión del uso de la línea de enroscamiento como criterio de inicio, el cual pareciera ser satisfactorio para sistemas que se deforman cumpliendo las predicciones de la teoría de plasticidad, situación no satisfecha por nuestras mezclas.

Tal y como se predijo a partir del análisis aplicando la teoría de plasticidad, el valor de inicio de propagación de grieta se ubica a valores de flecha menores al valor donde se registra la carga máxima, acercándose a medida que el contenido de ABS aumenta, sufriendo una discontinuidad en el sistema PC-40.

Pareciera ser que de los criterios de construcción de curva J vs. Δa el que mejor representa la situación es el ASTM-81, dada la proximidad de los valores de J_{IC-81} y J_{0-CP} . Los valores determinados por la ESIS-1991 usando la línea de enroscamiento carecen de sentido ya que representa valores de carga que caen dentro de la región lineal de las curvas tensión-flecha cumpliendo con hipotéticamente con la LEFM situación que fue descartada ya que al efectuar el análisis de linealidad de las curvas carga-desplazamiento propuesta por la EGF-1990, la relación entre la carga máxima registrado y la carga al punto de corte de una línea que describe una compliance menor al 5% a la registrada por el sistema era mayor que 1.

A pesar de la dispersión obtenida en los valores de iniciación según los diferentes métodos, la tendencia que siguen en función de la composición del sistema es la misma: aumento del parámetro hasta un 15 % en peso de ABS (figura 3).

Un aspecto a tomar en cuenta es que el parámetro J_0 representa la iniciación de la extensión de grieta, sin considerar el trabajo invertido durante su propagación. Una manera de cuantificarla sería mediante el parámetro sugerido por *Paris* [9] denominado módulo de desgarro del material (T_m) considerando la tensión a la cedencia del material (σ_y), el módulo elástico (E) y la variación del valor de J con la extensión de grieta (dJ/da):

$$T_m = \frac{\sigma_y^2}{E} \frac{dJ}{da} \quad (\text{Ec. 7})$$

y que describe la resistencia del material a la "propagación inestable" de una grieta una vez superado el nivel de energía para el inicio de la propagación y que depende de la pendiente de la curva $J-\Delta a$.

Según este criterio, la inestabilidad en la propagación se presentará cuando el valor de módulo de rasgado aplicado (T_{app}) supere al T_m . Este T_{app} es dependiente de la geometría del sistema, sin embargo para grietas en crecimiento su determinación es complicada e inexacta, por lo que el empleo de este parámetro como criterio de inestabilidad ha caído en desuso. Lo que si parece ser claro que a mayor T_m mayor será la estabilidad de la grieta en su propagación.

La Tabla 4 recoge los valores de T_m aparentes calculados a partir de la ecuación 5 tomando dJ/da como la pendiente obtenida al efectuar la regresión lineal de los puntos válidos aplicando el criterio de exclusión de la ASTM E813-81.

Tabla 4: Valores de Módulo de rasgado (T_m) y dJ/da según ASTM E813-81.

Sistema	dJ/da	T_m
PC-5	10,136	6,52
PC-10	13,628	8,86
PC-15	14,581	9,77
PC-20	14,890	11,06
PC-40	14,519	12,16
ABS	12,059	18,04

Se puede observar que existe un aumento continuo en este parámetro a medida que el contenido de ABS incrementa en el sistema, lo que implicaría una mayor estabilidad en la propagación de la grieta. No obstante, tras efectuar un estudio fractográfico esta observación carecía de sentido al observar el patrón de propagación de grieta que se obtuvo en la composición PC-40, donde la superficie mostraba un aspecto irregular, mos-

trando un perfil de avance no uniforme en el plano de la superficie de fractura

Hay que considerar que T_m es un parámetro relativo que sólo describe el grado de inestabilidad de la grieta, más no la resistencia a la propagación. *Lee y Chang* [10] han propuesto como mejor indicativo el valor de dJ/da .

La figura 3b presenta la variación de dJ/da frente a la composición de mezcla. Aparentemente existe un aumento continuo hasta un 20 % de ABS, para luego caer en la composición PC-40. A partir de PC-10 este incremento es menos pronunciado, situación que concuerda con el cambio de pendiente de la curva de la tendencia que presenta T_m en la misma figura.

Lo anterior estaría indicando que la mayor efectividad en la estabilización de la propagación de la grieta se alcanza a un 10 % de ABS en el medio, por encima de esta proporción las mejoras inducidas dependerán de factores diferentes a la concentración de ABS, como por ejemplo el gradiente morfológico que se genere, hecho que hemos visto corroborado tras efectuar un análisis morfológico y fractográfico mediante SEM [11].

La caída a partir de PC-40 no se correspondería con el valor de T_m observado. En este caso habría que considerar que esta composición presentó una morfología netamente co-continua y estratificada, lo cual en vez de contribuir al aumento de la resistencia a la propagación iría en detrimento de la misma.

El menor valor observado en el ABS puede atribuirse a su menor resistencia tensil en comparación con las demás composiciones lo cual determina la estabilidad de propagación de la grieta en este tipo de sollicitación, debido al modo de apertura que esta presenta durante el ensayo.

Los valores de J_{IC} y T_m permiten la caracterización numérica de la iniciación de la grieta y su propagación estable respectivamente, pero no la cuantificación de todos los procesos involucrados durante el crecimiento estable de la grieta. *Will* [12], basado en un balance energético en la grieta, propuso un modelo que incluye los dichos procesos en la evaluación del crecimiento estable de grieta a través del producto J^*T_m .

La figura 3a presenta la variación del parámetro $J_0^*T_m$ con el contenido de ABS, como se puede observar la tendencia general del comportamiento elastoplástico del sistema varía ligeramente a la obtenida considerando solamente el parámetro J_0 . En este caso se presenta un aumento de la tenacidad global de las mezclas hasta un 20 % de ABS.

De acuerdo con este modelo, el crecimiento de grieta estable ocurre si la energía disipada en forma específica

por el material compensa el excedente de energía disponible causado por la propagación de grieta.

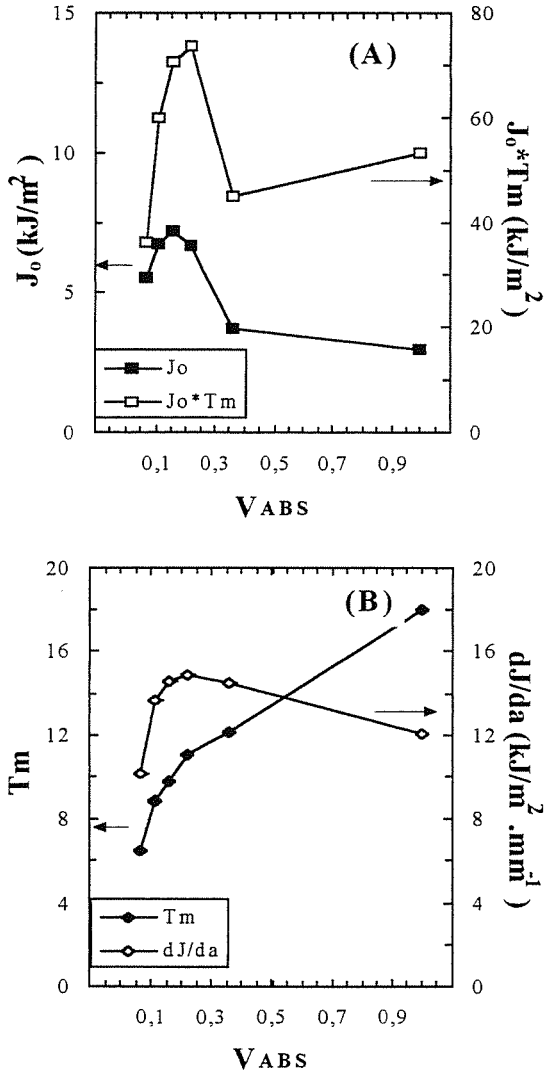


Figura 3: Parámetros obtenidos por EPFM en función de la fracción volumétrica de ABS en la mezcla.

5. CONCLUSIONES

- El uso de la línea de enromamiento en estos sistemas no es válida, por lo que una determinación de J_{IC} a partir de los postulados de los protocolos no parece ser idóneo, recomendándose el uso de la técnica de curva patrón.
- Un análisis correcto de sistemas altamente dúctiles requiere considerar tanto el valor de energía para el inicio de grieta como para su propagación, por lo que el parámetro propuesto por Will parece ser correcto.
- La composición de mezcla con un 15 % en peso de ABS ofrece mayor efectividad en cuanto resistencia frente al inicio de propagación de grieta se refiere. Sin embargo considerando el trabajo efectuado durante la propagación de la grieta la mejora se reporta hasta un 20 % de terpolímero.

- La acción del contenido de copolímero ofrece su mayor efectividad en el comportamiento durante la propagación de grieta hasta un 10 % de ABS en el sistema, a partir de este valor el comportamiento parece estar regido por las condiciones morfológicas alcanzadas durante el procesamiento.

6. REFERENCIAS

- [1].- J.D. Landes, J.A. Begley, "Fracture toughness", ASTM STP 514. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, USA (1972).
- [2].- American Society for Testing and Materials, "Standard test method for J_{IC} , a measure of fracture toughness". ASTM E813, USA (1981).
- [3].- ESIS Technical Committee 4, "A testing protocol for conducting J-R curve tests on plastics", March 1991.
- [4].- I. Narisawa, M.T. Takemori. *Polym. Eng. Sci.*, **29**(10), 671-678 (1989).
- [5].- D.D. Huang, J.G. Williams. *Polym. Eng. Sci.*, **30**, 1341 (1990).
- [6].- A. B. Martínez, M. Ll. MasPOCH, M. R. Díaz, *Anales de mecánica de la fractura*, **10**, 167-173 (1993).
- [7].- A. B. Martínez, M. Ll. MasPOCH, M. R. Díaz, *Anales de mecánica de la fractura*, **11**, 297-302 (1994).
- [8].- A. B. Martínez, O.O. Santana, *Anales de mecánica de la fractura*, **13**, 226-230 (1996).
- [9].- P.C. Paris, H. Tada, A. Zahoor, H. Ernst. "Elastic-plastic Fracture", ASTM STP 668, American Society for Testing and Material, USA (1979)
- [10].- C.B. Lee, F.C. Chang, *Polym. Eng. Sci.*, **32**(12), 792-803 (1992).
- [11].- O.O. Santana, "Fractura de mezclas de Policarbonato con ABS", Tesis Doctoral, UPC, España (1997).
- [12].- P. Will, *Fortschr. Ber. VDI VDI, Reihe* **18**, 56 (1988).

7.- AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la CICYT la financiación del proyecto MAT 94-0596. Asimismo O. O. Santana agradece al CONICIT (Venezuela) la concesión de una beca predoctoral.